

CAPÍTULO I

I. MARCO TEÓRICO

1.1. Generalidades de los Aceites Esenciales

1.1.1. Aceites esenciales

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 componentes que pueden ser:

- Compuestos alifáticos de bajo peso molecular (alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres y ácidos)
- Monoterpenos.
- Sesquiterpenos.
- Fenilpropanos.

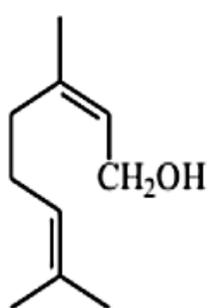
En su gran mayoría son de olor agradable, aunque existen algunos de olor relativamente desagradable como por ejemplo los del ajo y la cebolla, los cuales contienen compuestos azufrados. (Martínez, 2003)

1.1.2. Composición química

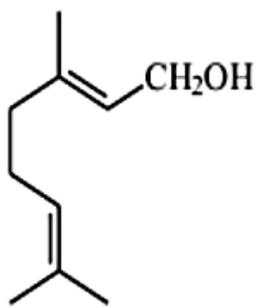
Los aceites esenciales son mezclas naturales complejas las cuales pueden contener cerca de 20-60 componentes en diferente concentración. Son caracterizados por 2 o 3 de sus componentes mayoritarios equivalentes a su alta concentración (20-70 %). El grupo principal está compuesto de terpenos y terpenoides, el resto de constituyentes aromáticos, todos caracterizados por su bajo peso molecular (Bakkali, Averbeck, Averbeck, & Idaomar, 2008)

Los aceites esenciales en su composición básica están formados por elementos volátiles, mezcla de terpeno, alcoholes, cetonas, ácidos, esteres, etc. (Tapia B, 2019)

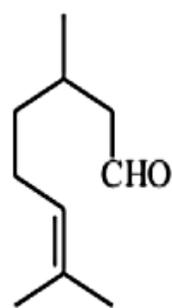
Figura 1-1 Fórmulas estructurales de los monoterpenos



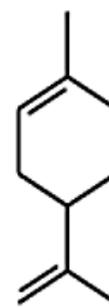
Nerol



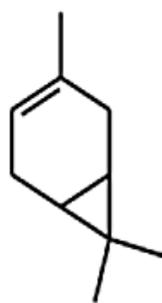
Geraniol



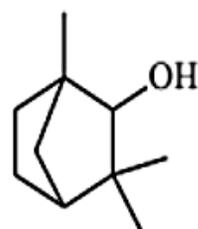
Citronelal



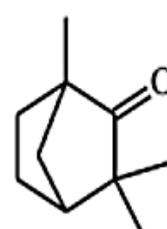
Limoneno



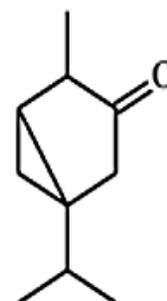
Car-3-eno



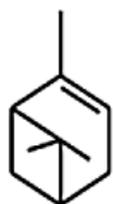
Alcohol
Fenchílico



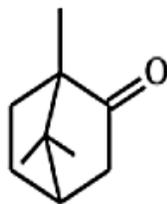
Fenchona



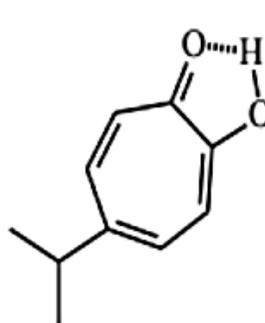
Thuyona



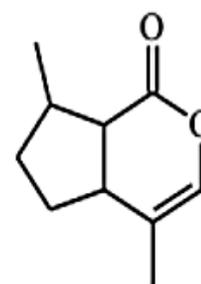
alfa-Pineno



Alcanfor



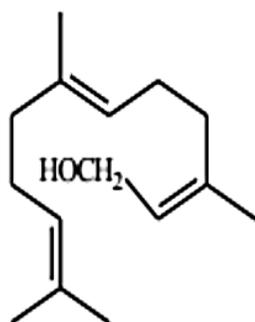
gama-Thuyaplicina



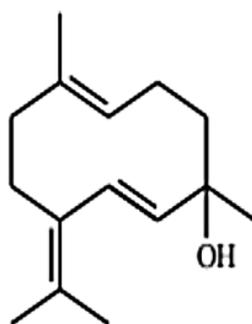
Nepetalactona

Fuente: Saldaña & Paseli, 2015

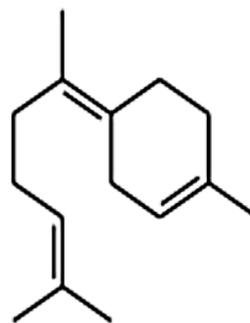
Figura 1-2 Fórmulas estructurales de los sesquiterpenos



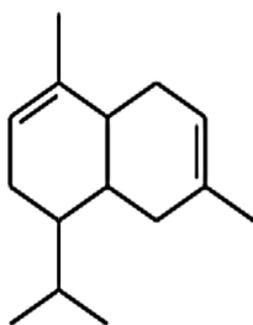
Farnesol



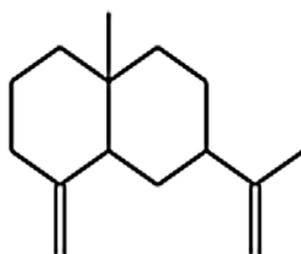
Nerolidol



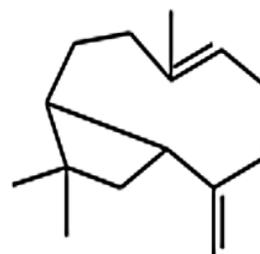
gamma-Bisaboleno



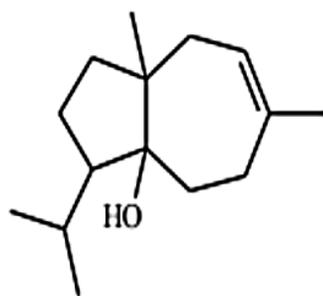
alpha-Cadineno



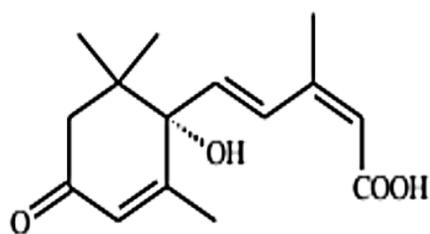
beta-Selineno



Cariofileno



Carotol



Acido abscisico

Fuente: Saldaña & Paseli, 2015

Los aceites esenciales provenientes de frutos cítricos, contienen de 85 a 99% de componentes volátiles y de 1 a 15% de componentes no volátiles. Los primeros son una mezcla de monoterpenos como el limoneno, sesquiterpenos y sus derivados oxigenados, incluyendo aldehídos como el citral, cetonas, ácidos, alcoholes como linalool, y ésteres. (Arroyo Gamez & Leon la Rosa, 2014)

La composición química de los aceites esenciales es compleja y tal composición varía de acuerdo a la parte de la planta de la cual se extrae, a las condiciones climáticas, al tratamiento postcosecha, además de los métodos de extracción empleados, por lo tanto, no se encontrará un aceite exactamente igual a otro.

1.1.3. Clasificación

Los aceites esenciales se agrupan de acuerdo a diferentes criterios: consistencia, origen y naturaleza química de los componentes mayoritarios.

1.1.3.1. Consistencia

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. Las Oleorresinas tienen el aroma de las plantas en forma concentrada y son típicamente líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas.

1.1.3.2. Origen

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.).

1.1.3.3. Naturaleza química

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.).

1.2. Procesamientos industriales

Las esencias disponibles comercialmente se pueden someter a una serie de procesos industriales para mejorar las propiedades organolépticas, concentrar ingredientes útiles, facilitar el procesamiento industrial o simplemente homogeneizar la calidad. Los tratamientos más utilizados son: rectificación, fraccionamiento, desterpenado, desencerado, filtrado, decoloración y lavado

1.2.1. Rectificación

La rectificación es una operación que se realiza al aceite esencial con el objetivo de eliminar impurezas que puedan existir por el proceso de extracción, como ser la descomposición térmica del material vegetal, esta operación se la realiza en una columna de rectificación en donde el aceite esencial es fraccionado y consiguen fracciones las cuales son analizadas individualmente.

1.2.2. Fraccionamiento

El fraccionamiento es una operación similar a la rectificación, en este caso la operación tiene como objetivo concentrar un componente específico del aceite esencial.

1.2.3. Desterpenado

Los aceites esenciales contienen un alto contenido en monoterpenos, en especial los de origen cítrico, estos componentes reducen la solubilidad del aceite en medios acuosos además de sufrir oxidación al estar expuestos al aire, por lo cual, para evitar la descomposición de los aceites esenciales, se realiza la operación de eliminar los monoterpenos denominada desterpenado, lo cual maximiza la calidad del aceite esencial, proporcionando una mejor manipulación, concentración del olor y sabor, ya que las propiedades organolépticas de las esencias cítricas provienen del residuo y no de los monoterpenos.

1.2.4. Des-encerado

Los aceites esenciales de origen cítrico que son obtenidos únicamente por prensado en frío tienen el inconveniente que arrastran ceras contenidas en la cáscara del cítrico, las ceras tienen la característica de ser altamente insolubles, para eliminarlas se somete a un enfriamiento el aceite esencial y posteriormente se procede a realizar una filtración.

1.2.5. Filtración

Algunos aceites esenciales contienen impurezas, las cuales pueden ser eliminadas por medio de una filtración o por el uso de materiales que retienen el agua contenida en el aceite como ser el sulfato de sodio anhidro, carbonato de magnesio, etc.

1.2.6. Decoloración

Algunos aceites esenciales presentan una coloración muy fuerte lo cual afecta en su aplicabilidad en algunos productos, es por ello que se decolora haciendo uso de ciertas sustancias, como ser el ácido tartárico y carbón activo.

1.2.7. Lavado

Es una técnica para mejorar la calidad del aceite esencial, esta técnica se usa para eliminar el olor a quemado o rancio que adquiere el aceite esencial a causas de la presencia de ácidos y fenoles, para eliminarlos se hace un lavado con hidróxido de sodio al 1% o también se emplea carbonato de sodio al 10%.

1.3. Control de calidad

1.3.1. Características organolépticas

Se describe el olor, color, sabor y aspecto de los aceites obtenidos, puesto que estas características físicas contribuyen a la definición de la calidad y además orientan sobre las posibles aplicaciones industriales.

1.3.2. Características físicas

Para definir la calidad de un aceite esencial se determinan las siguientes características físicas:

1.3.2.1. Densidad a 20 °C

Este parámetro tiene interés por encontrarse siempre citada en literaturas afines, Siendo un parámetro característico de cada aceite lo cual permite descubrir posibles adulteraciones. La densidad puede determinarse con un picnómetro, o un densímetro electrónico.

1.3.2.2. Índice de refracción a 20 °C

Aunque el valor que representa el índice de refracción de un aceite esencial fluctúa entre límites muy pequeños, se practica su determinación porque es útil para determinar adulteraciones y envejecimiento del aceite esencial.

Puede determinarse mediante un refractómetro electrónico y suele medirse a 20 °C o de lo contrario se realiza una corrección por diferencia de temperatura.

Las principales ventajas de este parámetro son la rapidez y la sencillez con que puede obtenerse.

1.3.2.3. Rotación óptica

Los componentes en el aceite esencial son ópticamente activos es decir desvían el plano de polarización de la luz, además de ser igual un parámetro para detectar adulteraciones. Además, esta propiedad se mide de forma fácil, rápida y segura, lo que explica la importancia de su determinación

1.3.2.4. Miscibilidad en etanol

Todos los aceites esenciales son solubles en alcohol etílico y muchos son solubles en alcohol etílico diluido. Tiene especial importancia porque indica, particularmente en algunos casos, la adulteración del aceite, y en otros puede indicar determinadas aplicaciones del aceite esencial analizado.

Un procedimiento para realizar esta determinación es: en un tubo de ensayo, perfectamente limpio y seco, se pone un volumen de esencia exactamente medido (por ejemplo, 0,5 ml), se adiciona, gota a gota, mediante una bureta graduada (al 1/10 de ml), alcohol exactamente titulado, hasta obtener una solución transparente. Se agita continuamente durante la adición de alcohol manteniendo la temperatura a 20 °C. Para cumplir esta condición se dispone de un recipiente con agua a dicha temperatura, en el que se sumerge el tubo de ensayo que contiene la mezcla alcohol más aceite esencial. Cuando esta mezcla está perfectamente transparente, se mide en la bureta el volumen de alcohol gastado y después se continúa añadiendo alcohol, ya que, para las esencias destiladas a fuego directo las esencias envejecidas, muchas veces, se forma un enturbiamiento con la dilución. Sí después de haber adicionado hasta 20 volúmenes de alcohol (es decir, 10 ml por 0,5 ml de esencia) la solución continúa transparente, es inútil ir más lejos.

La solubilidad de las esencias en alcohol da una idea de su contenido en monoterpenos: cuanto mayor sea la solubilidad, menor será el contenido de éstos en la esencia, o mayor será su contenido de compuestos oxigenados, como alcoholes y fenoles. Es, además,

una técnica muy sencilla para detectar adulteraciones provocadas por la adición de aceites vegetales o minerales, que son insolubles en alcohol.

1.3.3. Características químicas

Además del pH, otra de las características importantes es el índice de acidez.

1.3.3.1. Índice de acidez

Indica el grado de acidez de un aceite esencial, y expresa el número de miligramos de hidróxido potásico necesarios para neutralizar los ácidos que contiene 1 gramo de aceite.

Para calcularlo, en un matraz se pesan 2 gramos de aceite esencial, se adicionan 5 ml de alcohol neutro, dos gotas de fenolftaleína y se titula con KOH alcohólico 0.1N.

$$\text{Índice de acidez} = \frac{56,1 * V}{g}$$

V= volumen de KOH 0.1N en ml.

56,1= miliequivalentes de KOH expresados en mg.

g= Número de gramos de muestra.

1.3.4. Perfil cromatográfico

Se la realiza por cromatografía de gases, la cual se usa para determinar la composición relativa de los compuestos presentes en los aceites esenciales, es útil para determinar adulteraciones o controlar contaminaciones por componentes que no son propios del aceite.

1.3.5. Otras determinaciones

1.3.5.1. Residuos por evaporación

Sirve para determinar la cantidad de residuos sólidos que contienen los aceites esenciales, sobre todo es aplicado en aceites que son extraídos por expresión mecánica.

1.4. Caracterización de aceites esenciales de los cítricos

Los aceites esenciales de los cítricos se caracterizan en su composición química por contener en una mayor composición un monoterpeno como ser el limoneno el cual le da el aroma característico al cítrico. El limoneno está presente entre un 60-90 % de la composición total del aceite esencial de mandarina.

1.5. Aceite esencial de mandarina

El aceite esencial de mandarina, como otros aceites esenciales cítricos se extraen de la cáscara del fruto y es muy utilizado en la aromaterapia, y posee propiedades antisépticas, antiespasmódicas, depurativas, sedantes, digestivas y tónicas.

Las características del aceite esencial de mandarina son implementadas según la zona donde se encuentre, si bien en nuestro ámbito no existen normas que establezcan las características del aceite esencial de mandarina, se puede recurrir a normas internacionales como ser la norma ISO 21631 (ver Anexo B).

1.5.1. Propiedades físicas del aceite esencial de mandarina

Un aceite de mandarina de calidad presenta las siguientes propiedades organolépticas según la norma ISO 21631-2020 que establece las características del aceite esencial de mandarina.

Tabla I-1 Propiedades químicas y físicas del aceite esencial de mandarina

Apariencia	Líquido transparente
Color	Naranja pálido a naranja oscuro
Olor	Característico a fruta fresca
Densidad relativa a 20 °C	0,840 a 0,860
Índice de refracción a 20 °C	1,470 a 1,478
Rotación óptica a 20 °C	Entre +90° y +98°
Índice de acidez (mg KOH)	Max. 0,2

Fuente: Organización Internacional de Normalización, 2020

1.5.2. Composición química

La composición química del aceite de mandarina es compleja, presenta distintos componentes químicos en distinta proporción, la composición aproximada del aceite esencial de mandarina se presenta en la Tabla I-2.

Tabla I-2 Rangos de algunos componentes de un aceite esencial de mandarina de calidad

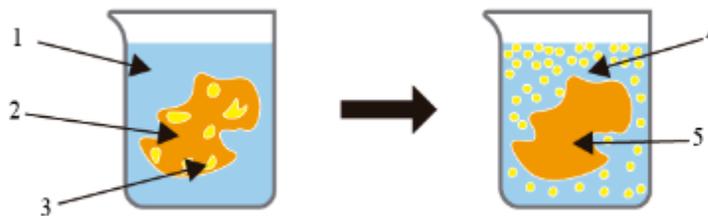
Componente	Rango % (ISO 21631-2020)
α -Pino	0,3-0,9
Sabineno	0,3-1,5
β -Pino	max 0,3
Mirceno	1,0-2,5
Limoneno	90,0-97,0
Octanal	0,05-0,3
(E)- β -Ocimeno	max 0,3
γ -Terpino	max 1,0
p-Cimeno	max 0,2
Decanal	0,1-0,4
(E)- α -Farneseno	max 0,5
Linalool	0,1-0,6
Neral	max 0,5
α -Terpineol	max 0,15
Geranial	max 0,5
N-metil metilantranilato	max 0,06
β -Sinensal	max 0,2
α -Sinensal	max 0,4

Fuente: Organización Internacional de Normalización, 2020

1.6. Extracción sólido-líquido

En general se denomina extracción al contacto de un sólido (en este caso el material vegetal) con un líquido (disolvente) en el que son solubles algunas sustancias que están contenidas en el sólido. Del proceso se obtiene un sólido agotado y una disolución o extracto formado por las sustancias disueltas en él.

Figura 1-3 Extracción sólido-líquido



Fuente: Elaboración propia, 2021

En la figura 1-3 se puede observar el esquema de la extracción, antes de la extracción (izquierda) y después de la extracción (derecha): 1 disolvente, 2 fase sólida con el soluto, 3 soluto, 4 extracto, 5 sólido agotado.

Los factores más importantes que influyen sobre la velocidad de extracción son:

- a) **Tamaño de las partículas sólidas:** Evidentemente cuanto más pequeñas sean, mayor es la superficie interfacial y más corta la longitud de los poros. Por tanto, mayor es la velocidad de transferencia. Sin embargo, tamaños excesivamente pequeños pueden hacer que las partículas se apelmacen dificultando la extracción.
- b) **Tipo de disolvente:** El disolvente debe ser lo más selectivo posible y se recomienda de baja viscosidad.
- c) **Temperatura:** Un aumento de la temperatura favorece la solubilidad y aumentan los coeficientes de transferencia de materia. El límite superior se fija atendiendo a criterios de calidad del producto, criterios económicos y de seguridad con respecto al disolvente.

- d) **Agitación del disolvente-soluto:** Favorece la transferencia por aumento de coeficientes de transferencia de materia en la interfase sólido-líquido. Además, se evita la sedimentación y apelmazamiento de las partículas sólidas.

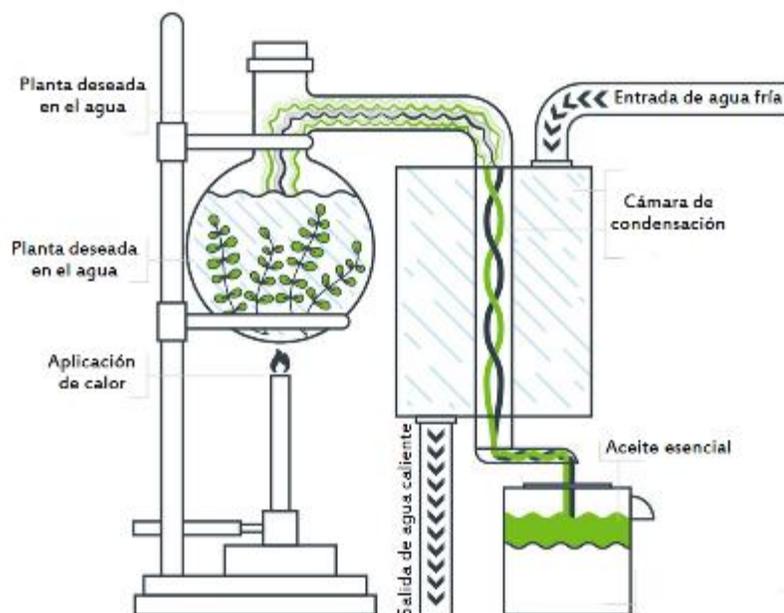
1.7. Procesos de extracción de aceites esenciales

Los diferentes procesos de extracción utilizados en la obtención de aceites esenciales y extractos aromáticos, se pueden resumir de la siguiente forma:

1.7.1. Destilación

Es el método más usado para la extracción de aceites esenciales, permite procesar grandes cantidades de material vegetal y obtener buenos rendimientos. La destilación se la realiza por tres métodos: extracción con agua o hidrodestilación, extracción con agua y vapor, y extracción por arrastre de vapor. La temperatura, el tipo de planta y el tiempo de extracción en este proceso son factores importantes en la calidad de estos aceites esenciales.

Figura 1-4 Destilación de aceites esenciales



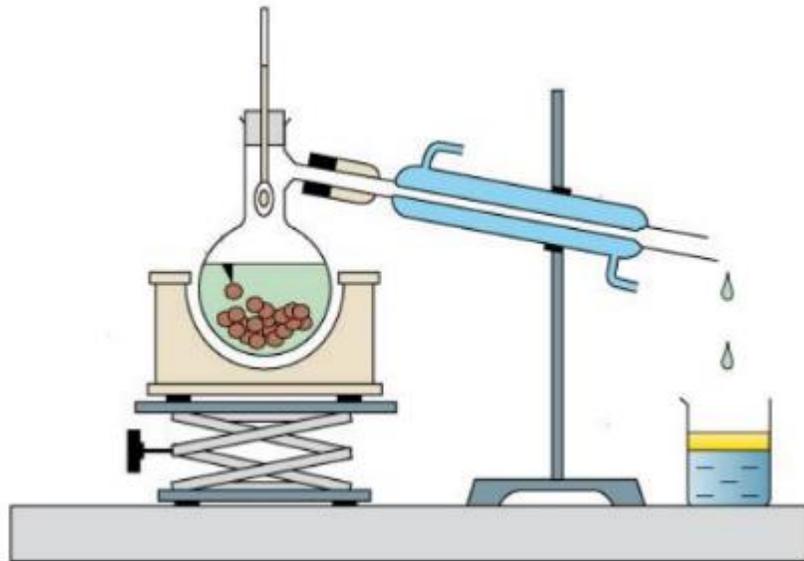
Fuente: Organicserums, 2019

1.7.1.1. Destilación con agua o hidrodestilación

En la hidrodestilación el material vegetal se sumerge en el agua. La hidrodestilación consiste en llevar a estado de ebullición el agua, que penetra los tejidos de la planta y disuelve una parte del aceite esencial presente en las estructuras contenedoras; esta disolución acuosa, se difunde a través de las membranas de las células y el aceite se vaporiza inmediatamente desde la superficie. Este proceso continúa hasta que se remueve todo el aceite contenido en las glándulas de la planta, de tal manera, que los vapores generados puedan ser condensados y colectados.

Un factor de especial importancia es el calentamiento. Si el alambique se calienta con fuego directo, el agua presente en el alambique debe ser suficiente para llevar a cabo toda la destilación y es necesario evitar el sobrecalentamiento y la carbonización del material vegetal esta metodología requiere de tiempos de calentamientos largos y adición de agua en grandes cantidades, lo cual incrementa el costo y el tiempo de la destilación.

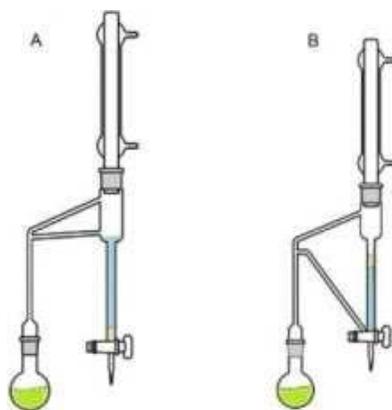
Figura 1-5 Esquema del equipo de hidrodestilación



Fuente: Rassem, Nour, & Yunus, 2016

A escala laboratorio el más conocido es el equipo Clevenger, usado en muchos laboratorios y considerado en varios estándares internacionales, como el más adecuado para la determinación del contenido total del aceite esencial de una planta aromática. Está compuesto (Figura 1-6) de un balón, donde se deposita la materia prima molida y una cantidad conocida de agua pura. Se calienta constantemente, el aceite esencial con el agua presente, el cual se evapora continuamente. Un condensador va acoplado al balón y una conexión en forma de D, permite acumular y separar el aceite esencial de la mezcla condensada. El agua floral condensada regresa al balón por el rebose de la conexión.

Figura 1-6 Montaje de hidrodestilación con aparato Clevenger. (A) para aceites más densos que el agua. (B) para aceites menos densos que el agua.



Fuente: Quimicafacil.net, 2018

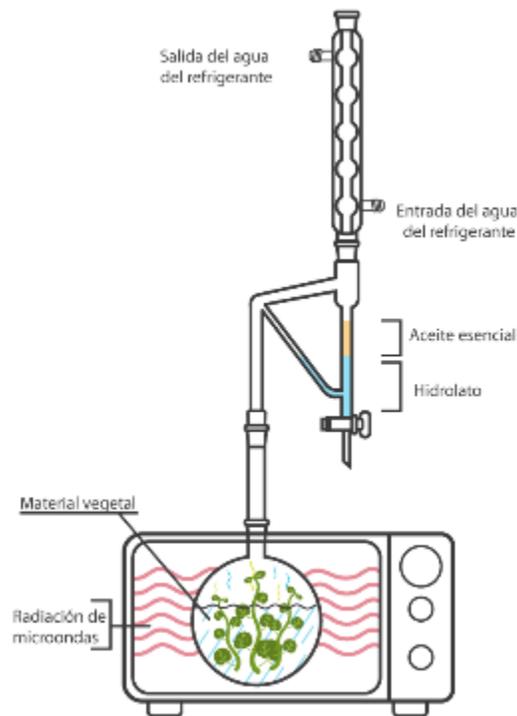
1.7.1.2. Hidrodestilación asistida por radiación con microondas (MWHD)

El uso de microondas es otra alternativa para la extracción de aceites esenciales. Esta técnica puede utilizarse asistiendo un método convencional como la hidrodestilación o adaptando un equipo para establecerlo como un método independiente, como la extracción por microondas sin disolvente.

La hidrodestilación asistida por microondas (MWHD¹), es una alternativa a la extracción de aceites esenciales, en la cual el aceite esencial que se encuentra generalmente en bolsas (glándulas secretoras) que contienen diferentes cantidades de agua, son irradiadas por ondas que interactúan selectivamente con agua y causan calentamiento localizado.

El resultado es un aumento repentino no uniforme de la temperatura hasta el punto de ebullición e incluso por encima, produciéndose una expansión en volumen dentro del sistema provocando la ruptura de las paredes. El contenido orgánico fluye libremente hacia el solvente circundante, este proceso mejora la calidad de los aceites esenciales y reduce los costos de operación (Torrenegra, 2014)

Figura 1-7 Equipo de hidrodestilación por radiación de microondas



Fuente: Elaboración propia, 2021

¹ Por sus siglas en ingles Microwave Hydro-Distillation

1.7.1.3. Extracción con agua y vapor

Es una combinación de los dos procesos de destilación anteriores, es un método mejorado, donde la carga (el material vegetal) se coloca sobre una malla que sirve como un fondo falso y no permite el contacto directo con el agua. Una vez iniciado el proceso, el agua dentro del alambique se lleva hasta ebullición y el vapor generado in situ pasa a través del material vegetal. Consecuentemente, se evita que el material vegetal se queme, ya que la cámara de agua lo protege del calentamiento directo.

Es importante que el vapor de agua generado pase a través de la carga uniformemente para garantizar la extracción completa de la esencia.

Figura 1-8 Equipo de extracción con agua y vapor



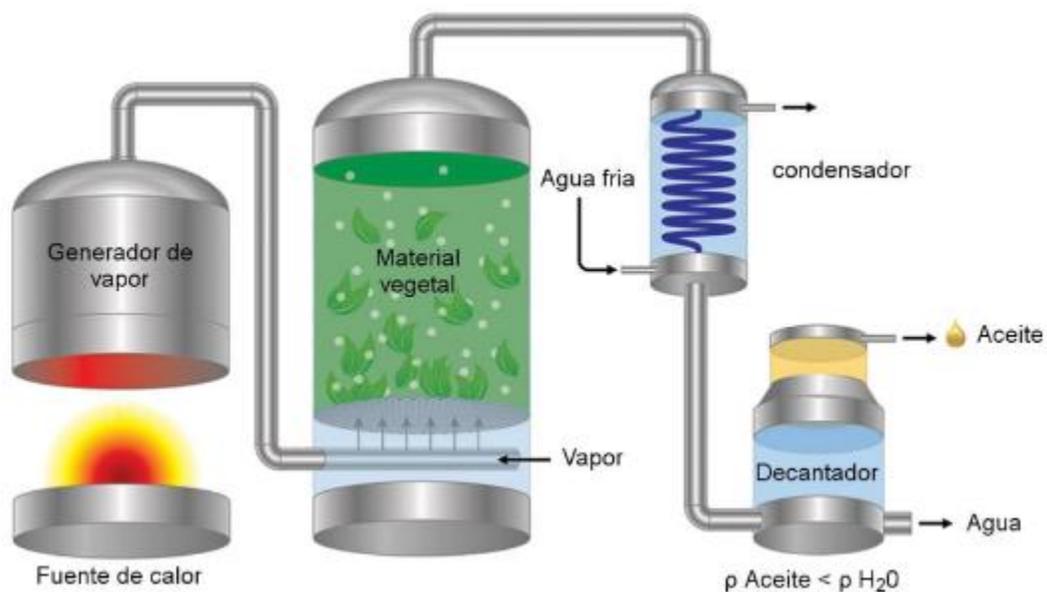
Fuente: José Barotto, 2017

1.7.1.4. Extracción por arrastre de vapor

El equipo es muy sencillo, requiere un generador de vapor que puede ser una simple olla de presión o una caldera, un reactor o cámara de extracción que es un recipiente hermético con una entrada y una salida de vapor donde se deposita el material de las

plantas (hojas, flores, madera, semillas), un condensador, donde el vapor se transforma en líquido nuevamente y se recoge en un recipiente llamado vaso florentino que es un envase con un desprendimiento que facilita la separación del agua y el aceite. La extracción se efectúa cuando el vapor por presión entra en contacto con las células de las partes de las plantas y las rompe, liberando la esencia y atrapándola en las gotas de agua del vapor que luego se condensa en el destilador.

Figura 1-9 Equipo de extracción por arrastre de vapor



Fuente: José Barotto, 2017

1.7.2. Expresión mecánica

Este tipo de procesos son generalmente aplicados a cítricos, ya que tienen gran cantidad de esencia en sus cáscaras. La extracción del aceite se realiza sobre la fruta entera o sobre la cáscara, de manera mecánica.

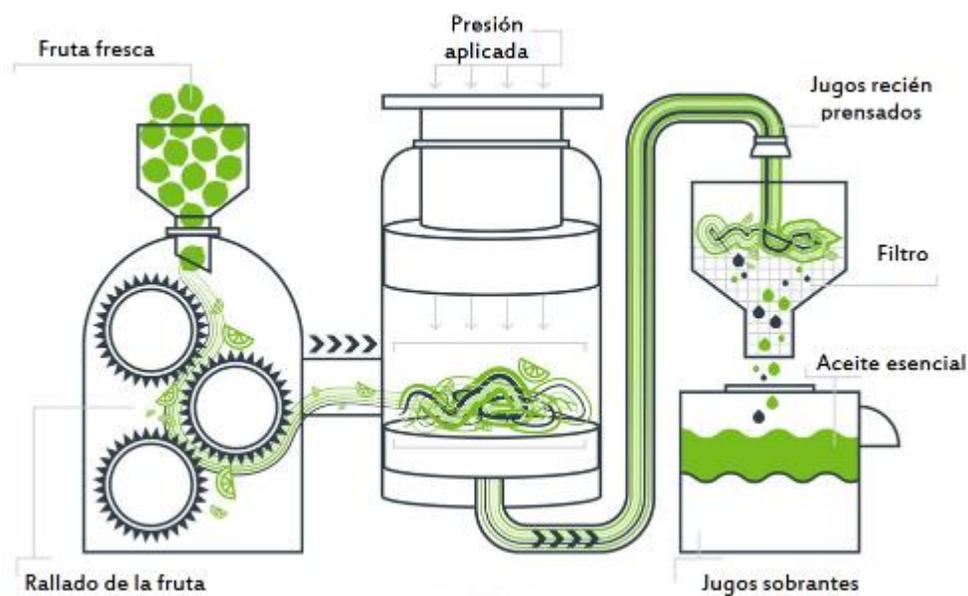
El método más conocido para la extracción por expresión mecánica se la conoce como prensado en frío, el proceso involucra la abrasión de la piel del cítrico con el fin de causar la ruptura de las glándulas secretoras de aceite. A medida que se extrae el aceite se agrega agua para lavarlo de la piel, formando un líquido viscoso. El líquido es

llevado a un prensado para separar el aceite de los restos de piel. La solución de aceite se centrifuga (8.000 – 10.000 rpm) para separar la emulsión rica en aceite, una solución acuosa y material lodoso semisólido. La emulsión se centrifuga nuevamente (16.000 – 18.000 rpm) obteniéndose dos fases. Luego se deja decantar y se filtra.

Este producto final en realidad es una esencia y no un aceite esencial ya que se compone de dos fracciones, una volátil (aceite esencial) y otra no volátil, por lo tanto, se habla de esencia en el caso del producto obtenido por el método de expresión, y de aceite esencial al producto obtenido mediante destilación.

Este método es usado para evitar la pérdida de componentes termo sensibles, pero no obstante este método requiere de un tratamiento posterior de refinamiento del aceite, ya que contiene compuestos no deseados como las ceras del epicarpio de los frutos.

Figura 1-10 Prensado en frío de aceites esenciales



Fuente: Organicserums, 2019

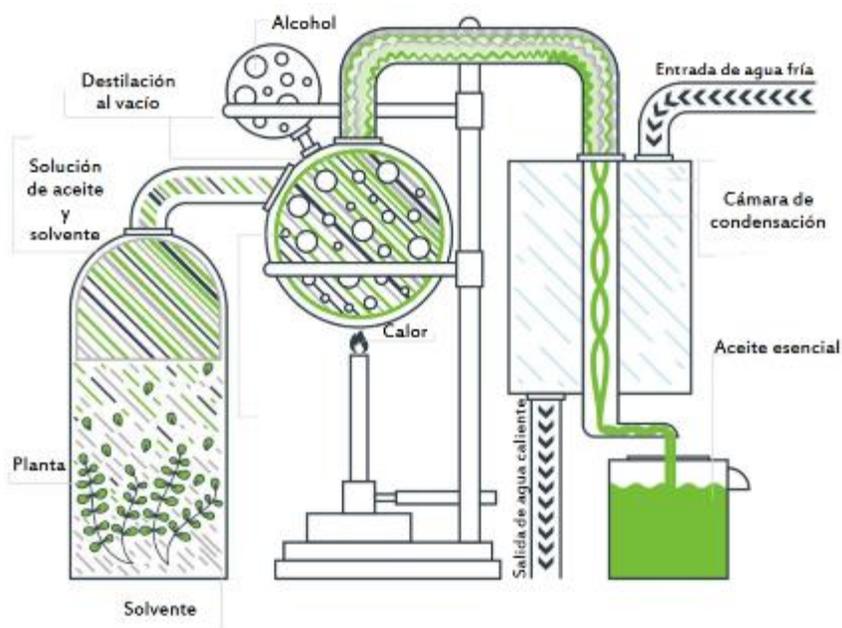
1.7.3. Extracción con disolventes

El método por disolvente consiste en usar disolventes volátiles, la materia prima a ser usada es secada y molida se pone en contacto con estos disolventes orgánicos tales como alcohol, cloroformo, ente otros.

Estos disolventes solubilizan la esencia, pero también solubilizan y extraen otras sustancias tales como grasas y ceras.

Su aplicabilidad se limita a escala de laboratorio porque a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los disolventes y además por el riesgo de explosión e incendio característicos de muchos disolventes orgánicos volátiles.

Figura 1-11 Extracción con disolvente



Fuente: Organicserums, 2019

1.7.3.1. Extracción por fluidos supercríticos

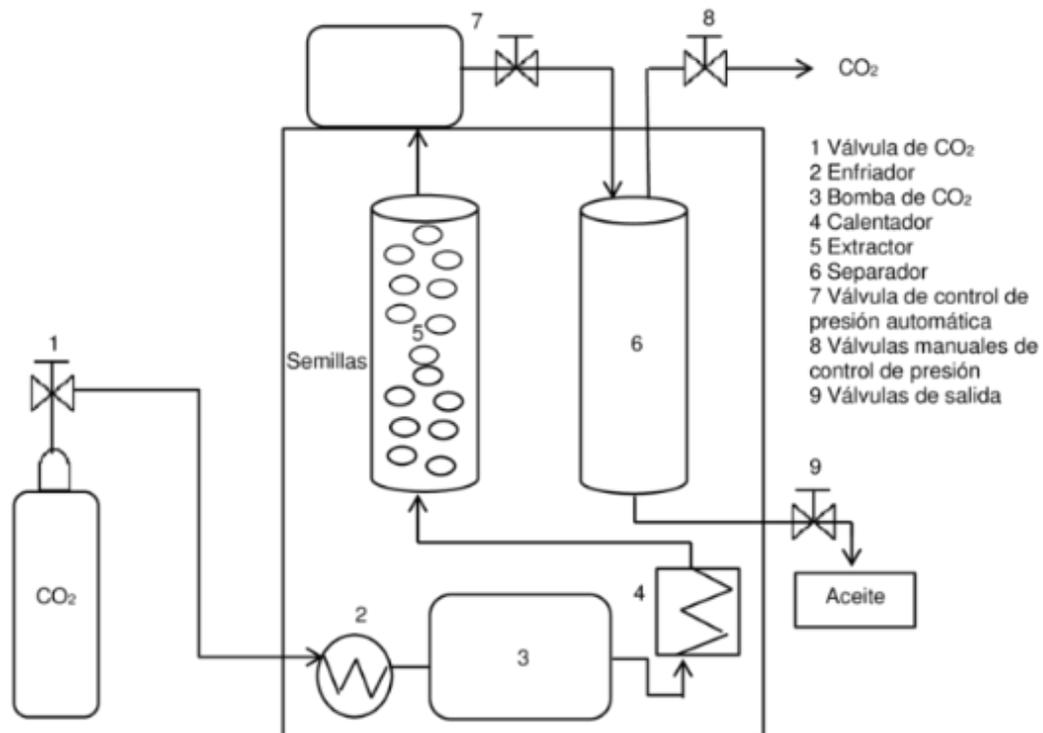
La extracción por fluidos supercríticos consiste en usar un fluido en condiciones por encima de su temperatura y presión crítica para usarlos como disolventes, con este método se logra obtener extractos libres de disolventes orgánicos. Estas ventajas son

debidas a la alta volatilidad de los fluidos supercríticos (gases en condiciones ambientales normales) y a las propiedades de transporte mejoradas (alta difusividad y baja viscosidad). (Peredo, 2009)

En consecuencia, este proceso extrae una gama más amplia de compuestos aromáticos volátiles que no se ven afectados por el calor ni interactúan químicamente con el fluido inerte. Luego de sumergir la materia vegetal en el gas licuado, este se devuelve a condiciones de presión atmosférica retornando a su estado gaseoso.

Una de sus desventajas del método es su alto costo, lo cual hace que su aplicabilidad se limite solo a escala laboratorio.

Figura 1-12 Esquema de Extracción con CO₂ en Condiciones Supercríticas



Fuente: Pantoja Chamorro, 2017

Tabla I-3 Características de los fluidos supercríticos más usados

	T. Crítica (°C)	P. Crítica (atm)	Densidad Crítica (g/ml)	Observaciones
CO₂	31,2	72.8	0,47	Inerte, no inflamable, no tóxico
N₂O	36,5	72.5	0,45	Oxidante
C₅H₁₄	152	33.3	0,23	Altas temperaturas, inflamable, tóxico
C₆H₁₂	234	29.6	0,23	Altas temperaturas, inflamable, tóxico
NH₃	132,5	112.5	0,24	Altas temperaturas, corrosivo

Fuente: García B, 2003

1.8. Ventajas y desventajas de los métodos de extracción

A modo esclarecedor, se presenta la Tabla I-4 donde se pueden apreciar las diferencias entre los distintos métodos de extracción:

Tabla I-4 Ventajas y desventajas de los métodos de extracción.

Técnica	Ventajas	Desventajas
Hidrodestilación	<ul style="list-style-type: none"> • Configuración simple y económica. • Método ampliamente utilizado. • Rendimiento alto. 	<ul style="list-style-type: none"> • Calentamiento difícil de controlar. • El sobrecalentamiento puede quemar el material vegetal, produciéndose un aceite de baja calidad con un ligero aroma a quemado. • Mayor costo desde el punto de vista energético. • Períodos de extracción largos.
Extracción con agua y vapor	<ul style="list-style-type: none"> • La muestra no es calentada directamente. • Configuración simple y económica. 	<ul style="list-style-type: none"> • Riesgo de la extracción incompleta. • El tiempo de extracción está limitado por el volumen de agua utilizado.

Técnica	Ventajas	Desventajas
Extracción por arrastre de vapor	<ul style="list-style-type: none"> • Método muy sencillo, y de bajo costo. • La muestra no se calienta directamente. 	<ul style="list-style-type: none"> • Las temperaturas altas pueden causar la hidrólisis de los ésteres, y la polimerización y resinificación de los terpenos presentes en el aceite esencial. • Equipo de extracción más costoso. • Grandes periodos de tiempo y tiene rendimientos bajos en comparación con otros métodos.
Hidrodestilación asistida por la radiación con microondas (MWHD)	<ul style="list-style-type: none"> • Proceso muy rápido y relativamente económico. • Permite el uso de combustibles renovables no fósiles • Bajo consumo energético. • Rendimiento alto. • Es una operación totalmente automatizada 	<ul style="list-style-type: none"> • Puede ser deficiente cuando los componentes son no polares o son muy volátiles. • No es escalable a nivel industrial.
Expresión mecánica	<ul style="list-style-type: none"> • Método simple mediante el cual es posible obtener un aceite esencial de características muy cercanas al producto natural, porque no se realizan tratamientos térmicos. • Rendimiento alto. 	<ul style="list-style-type: none"> • La emulsión agua-aceite es impura debido a la presencia de partículas sólidas, la esencia debe ser separada por centrifugación. • Se requieren equipos relativamente costosos. • Las etapas de extracción son diversas y largas. • Método aplicado generalmente para cítricos. • Arrastre de ceras.

Técnica	Ventajas	Desventajas
Fluidos Supercríticos	<ul style="list-style-type: none"> • Rendimiento alto • Ecológicamente compatible. • El solvente se elimina fácilmente e inclusive se puede reutilizar. • Las bajas temperaturas utilizadas para la extracción no cambian químicamente los componentes del aceite esencial. 	<ul style="list-style-type: none"> • El equipo requerido es relativamente costoso, ya que se requieren bombas de alta presión y sistemas de extracción también resistentes a las altas presiones • Aplicable a escala laboratorio mas no a nivel industrial.
Extracción con disolvente	<ul style="list-style-type: none"> • Alto rendimiento • Fácil eliminación del solvente. 	<ul style="list-style-type: none"> • Se extraen otras sustancias tales como grasas y ceras. • Los disolventes presentan altos precios. • Aplicable a escala laboratorio mas no a nivel industrial. • Toxicidad de los disolventes. • Riesgo de explosión e incendio característicos de muchos disolventes orgánicos volátiles

Fuente: Elaboración propia, 2021

1.9. Obtención de aceite esencial asistida por microondas

La energía de la radiación por microondas equivale a 0,000012 eV que no produce daño en la materia orgánica, las propiedades de las que depende la penetración de las microondas son las propiedades físicas y dieléctricas, así como el grado de penetración de las microondas en los materiales.

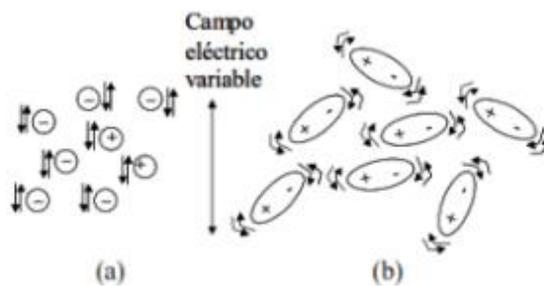
Debido a su naturaleza, las microondas poseen campos electromagnéticos, el campo eléctrico causa el calentamiento, vía dos mecanismos simultáneos: conducción iónica y rotación bipolar. La conducción iónica tiene lugar cuando hay iones o especies iónicas libres en la disolución, que en presencia del campo eléctrico de la radiación intentan orientarse a la oscilación del campo eléctrico, por otro lado, la rotación bipolar es debida al alineamiento en el campo eléctrico de las moléculas con un mismo momento bipolar en la muestra sólida y el disolvente. Esta oscilación produce colisiones con las moléculas circundantes y así, la liberación de la energía térmica al medio. Con una frecuencia de 2.450 MHz y 915 MHz, este fenómeno ocurre 2.450 a 915 millones de veces por segundo y el resultado es un calentamiento rápido, el calor generado se transmite por conducción en los sólidos y por convección en los líquidos, lo que ayuda a uniformizar la temperatura. Por lo tanto, a diferencia de los métodos conocidos de suministro de calor por conducción, las microondas dan el calentamiento a toda la muestra homogéneamente. El calor produce la expansión y ruptura de las paredes celulares y la liberación del aceite esencial al disolvente circundante. El contenido de humedad es esencial en la hidrodestilación asistida por microondas debido a que el agua calienta más y promueve la liberación de los analitos al medio circundante.

1.10. Efecto de la radiación microondas

Cuando las microondas entran en contacto con la materia, la polaridad del campo electromagnético que se origina cambia de dirección varios millones de veces por segundo. Así los componentes polares y ionizables (agua principalmente) intenta orientarse con la dirección de dichos campos electromagnéticos. Produciéndose choques y fricciones entre moléculas que dan lugar a un aumento de temperatura en el interior del material a tratar, una vez que se genera calor en el sistema, este se transmite por conducción y convección térmica. Esto diferencia el calentamiento de microondas con los tratamientos térmicos tradicionales. El origen de este calentamiento es su capacidad de producir cambios en la rotación molecular y en la movilidad iónica del medio sin alterar la muestra. Las microondas producen dos alteraciones básicas, que

nace de la interacción del campo eléctrico con las moléculas o partículas que tiene una distribución de carga nula, bien desplazándolas de lugar (fenómeno de conducción), bien haciéndolas girar alrededor de su posición de equilibrio (fenómeno de polarización). Cuando el campo eléctrico cambia de dirección muy rápidamente, las partículas y moléculas intentan seguir esos cambios, bien desplazándolos de un lado a otro del material, bien girando sobre sí mismas como muestra la Figura 1-13. Estos movimientos provocan fricciones que generan calor en el interior del material.

Figura 1-13 Efecto de la interacción del campo eléctrico con la materia



(a) Redistribución de la carga, (b) redistribución bipolar

Fuente: (Lipa Huamaní, 2014)

A) Disipación de energía por conductividad térmica

Al atravesar una onda electromagnética un fluido, los iones presentes en esta se ven afectados por su paso ejerciendo una fuerza que hace migrar los iones en función del campo eléctrico. Esta migración iónica lleva asociada una resistencia del fluido al movimiento de los iones. De esta manera esta resistencia produce un calentamiento generalizado de la muestra, ya que los iones están en todas partes del fluido.

B) Disipación de energía por rotación de dipolos (polarización)

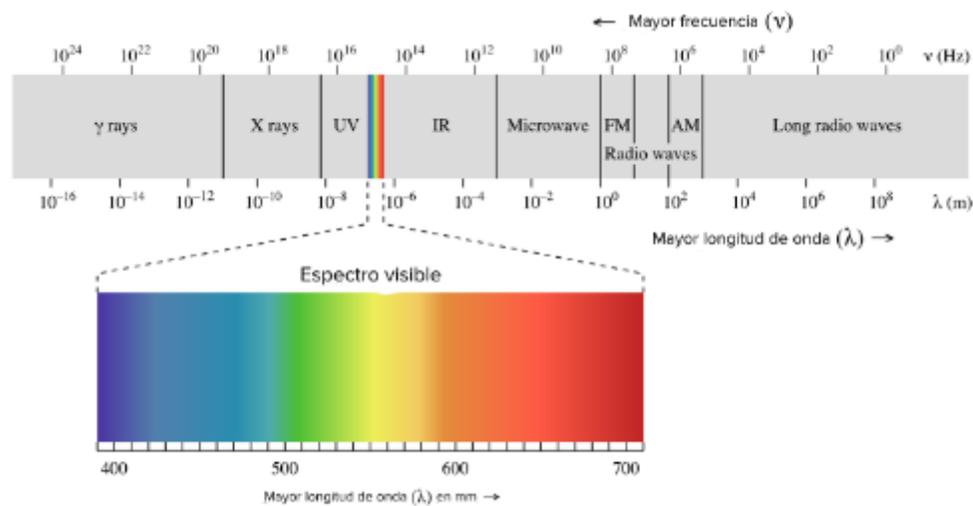
En moléculas de dipolos eléctricos el campo eléctrico asociado a la radiación electromagnética, produce un alineamiento de los mismos con el campo. De este modo cuando pasa la onda de dipolos se encuentran ordenados perfectamente en la dirección del campo, pero cuando esta cesa las moléculas se organizan anárquicamente produciéndose fricción con el disolvente y por lo tanto calor.

1.11. Radiación de microondas

Se denomina microondas a las ondas electromagnéticas definidas en un rango de frecuencia determinado, entre 300 MHz y 3 GHz, que supone un periodo de oscilación de 3 ns (3×10^{-9} s) a 3 ps (3×10^{-12} s). Las microondas forman parte del espectro de alta frecuencia, fueron predichas por Maxwell en 1864.

Su longitud de onda oscila entre 1 m y 1 mm “la longitud de onda es la distancia que separa a dos puntos que se encuentran en el mismo estado de vibración”.

Figura 1-14 Longitud de onda y Frecuencia



Fuente: chem.libretexts, 2018

1.12. Horno de microondas

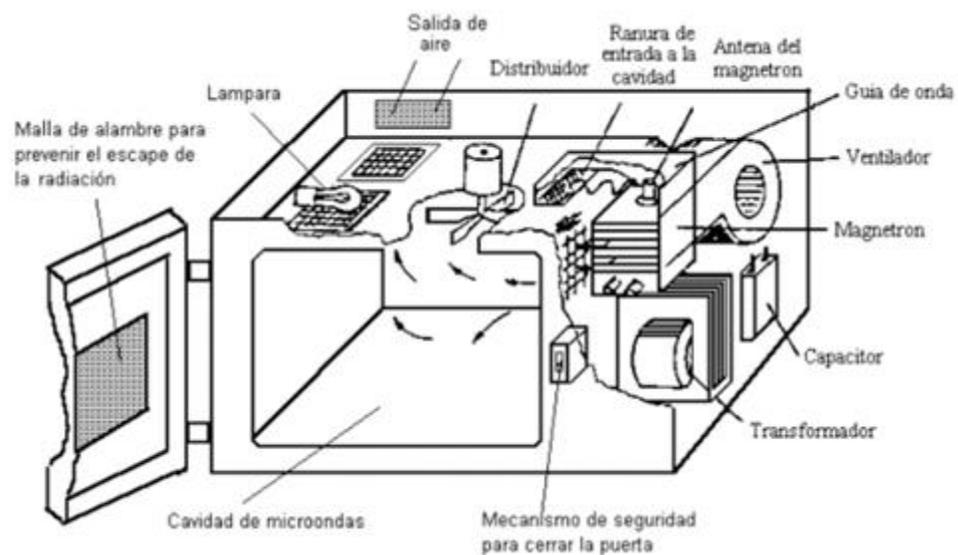
Los hornos de microondas domésticos e industriales operan en frecuencias de 2.450 MHz y 915 MHz. Las microondas se generan en un magnetrón, dispositivo que transforma la energía eléctrica en campo electromagnético.

Las partes del microondas son:

- Malla de escape para prevenir la radiación
- Cavidad del microondas

- Lámpara
- Salida de aire
- Mecanismo para cerrar la puerta
- Distribuidor
- Ranura de entrada a la cavidad
- Antena del magnetrón
- Guía de onda
- Ventilador
- Magnetron
- Capacitor
- Transformador

Figura 1-15 Estructura de horno de microondas



Fuente: (Lipa Huamaní, 2014)

Las principales partes son: el magnetrón y las guías de onda que dirigen las ondas a la cavidad del horno y la cavidad del horno que alberga el alimento que se va a cocinar, de modo que las microondas hacen impacto sobre el mismo.

a) El magnetrón

Es el dispositivo principal que genera las microondas y consiste en las siguientes partes:

i. Cátodo central

Es un cilindro central que se encuentra en el centro del magnetrón que se halla revestido de un material que emite electrones. Cuando se encuentra operando, el cátodo se calienta a una temperatura bastante alta para hacer que los electrones proyecten fuera del revestimiento.

ii. Ánodo exterior

Es un anillo metálico que está alrededor del magnetrón que se mantiene a un potencial positivo conocido como el voltaje con respecto al cátodo. Así se establece un campo electrostático entre el cátodo y el ánodo, los electrones se aceleran hacia el ánodo.

b) Guías de onda

Consiste en una pieza metálica de forma irregular que gira lentamente de modo que refleje las microondas en direcciones diferentes, esto hace que los nodos se muevan de lugar en lugar dentro de la cavidad del horno para producir una energía más uniforme

1.13. Ventaja de la extracción asistida por radiación de microondas

- Las microondas aceleran la generación de vapor en el sistema (agua – material) permitiendo que la difusión sea rápida.
- La extracción es rápida y completa, gracias a que las microondas entran en contacto con las moléculas del material, formando vapor para arrastrar el aceite contenido en la epidermis.
- El tamaño del material no es un limitante, porque hay mayor contacto del vapor en la superficie del material.

- Es una técnica rápida, bajo consumo energético y su montaje de equipo es fácil.

1.14. Desventajas de la extracción asistida por radiación de microondas

- Puede ser deficiente cuando los componentes son no polares o son muy volátiles.
- El equipo de Hidrodestilación diseñado para experimentación a nivel laboratorio, más no para nivel industrial.

1.15. La mandarina

La mandarina es el fruto del mandarino, árbol que pertenece a la familia de las Rutáceas, con características similares al naranjo, aunque más pequeño y delicado. Esta familia comprende más de 1.600 especies. Además, el género botánico Citrus, que incluye a esta fruta, es el más importante de la familia y consta de unas 20 especies con frutos comestibles, todos ellos muy abundantes en vitamina C, flavonoides y aceites esenciales. Los frutos tienen la particularidad de que su pulpa está formada por numerosas vesículas llenas de jugo. La mandarina se considera el cítrico más afín a la naranja. Su pequeño tamaño, su sabor más aromático y la facilidad de quitar su piel, hacen de esta fruta una de las más apreciadas.

Las mandarinas como grupo pueden ser divididas en “mandarinas comunes” (incluyendo “tangerinas” y “clementinas”), el grupo Mediterráneo, y el grupo Satsumas.

1.15.1. Mandarina común

La mandarina común tiene una estrecha conexión física entre la piel y el fruto. Como resultado, mandarinas comunes son menos propicias a dañarse durante el transporte y toleran mejor el almacenaje a largo plazo. China, España y Japón son los principales productores de mandarinas. El grupo común de mandarinas, conocido como “Clementina”, son particularmente bien adaptados al clima de la zona mediterránea.

Figura 1-16 Mandarina común "Clementina"



Fuente: YARA INTERNACIONAL ASA, s.f.

1.15.2. Satsumas

Las Satsumas se conoce con este nombre al grupo de mandarinos originarios de Japón, tienen frutos que son más grandes y más fáciles de pelar que otros tipos de mandarina. Son comúnmente de forma oval y algo aplanada. Se desarrollan bien en áreas frescas subtropicales y requieren menos calor para llegar a madurez que otras mandarinas.

Figura 1-17 Mandarina de la variedad Satsuma.



Fuente: YARA INTERNACIONAL ASA, s.f.

1.15.3. Mandarina mediterránea

La mandarina mediterránea también se conoce como Mandarina Willowleaf. Esta mandarina se cultiva muy poco, como el fruto es pequeño, se lesiona fácil, y tiene una piel suelta y airosa.

Figura 1-18 Mandarina mediterránea



Fuente: YARA INTERNACIONAL ASA, s.f.

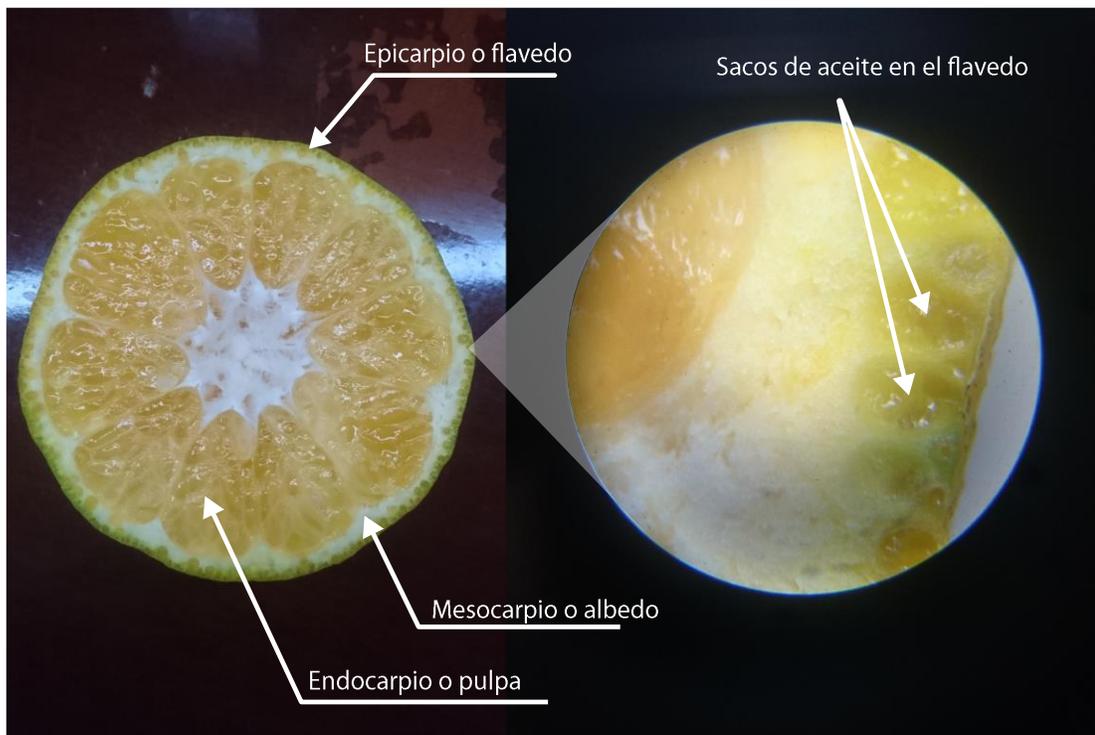
1.16. Estructura del fruto

El fruto es un tipo de vaya llamado hesperidio, es decir seccionado en varias divisiones, las cuales están envueltas dentro de una membrana, en donde se origina el desarrollo del ovario componiéndose de diez carpelos. Las partes del fruto son:

- El epicarpio o flavedo: es lo que coloquialmente llamamos cáscara o corteza de la mandarina, pero sólo la parte naranja. El exocarpo o flavedo está formado por una epidermis e hipodermis que es de color verde cuándo aún no está madura y naranja cuando ya está en su punto de maduración.

- Mesocarpio o Albedo: Esta parte también forma parte de la cáscara de la mandarina y vulgarmente le llamamos “lo blanco de la mandarina”. Su aspecto es esponjoso y de color blanco.
- Endocarpio o pulpa: Es la parte que nos comemos de la mandarina y del resto de cítricos y supone el 80% de su peso. Está formado por gajos o sacos de zumo y las semillas. En esta parte de la mandarina es donde se encuentran los diferentes ácidos orgánicos (como la vitamina C), azúcares y agua que aportan esta fruta.

Figura 1-19 Estructura del fruto de mandarina



Fuente: Elaboración propia, 2021

1.17. Taxonomía

La mandarina pertenece a la familia de Rutaceae, que se encuentra distribuida en regiones templadas y tropicales.

Tabla I-5 Taxonomía de la mandarina

Reino	Vegetal
Phylum	Magnoliophyta
División	Embriofita
Subdivisión	Angiospermae
Clase	Magnoliopsida
Subclase	Rosidae
Orden	Geranial
Familia	Rutaceae
Subfamilia	Citroideae
Género	Citrus
Nombre científico	Citrus reticulata
Nombre común	Mandarino

Fuente: Herbario Universitario, 2021

1.18. Caracterización fisicoquímica de la cáscara de mandarina

Algunas de las características aproximadas de la cáscara de mandarina se describen en la Tabla I-6.

Tabla I-6 Composición físico-química de la cáscara de mandarina.

Parámetros	%
humedad	55,20
cenizas	2,03
Proteínas	3,04
Lípidos	0,54
Fibras	9,20
Carbohidratos	30,00

Fuente: (Lopes & Santos)

Estos valores pueden variar con respecto a la naturaleza del fruto, estado de madurez, variedad, y estación del año.

CAPÍTULO II

II. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Selección de la materia prima para la extracción del aceite esencial

En el presente trabajo para realizar la selección de la variedad con la que se ha de trabajar para la extracción del aceite esencial de mandarina, se procede a realizar un ensayo de extracción de las 3 variedades de mandarina, japonesas, criolla y encoré, las extracciones se las realizara bajo las mismas condiciones de potencia y cantidad de cáscara, la extracción se verá finalizada cuando ya no se observe aumento de aceite extraído.

También se realiza un estudio comparativo de las tres variedades de mandarinas, en donde se hace un control del diámetro, peso con y sin cáscara, y grosor. Para ello se selecciona tres mandarinas y con los datos obtenidos se saca un promedio para cada variedad.

La selección de la variedad de mandarina para trabajar se la realizará de acuerdo al contenido de aceite esencial en la cáscara.

De acuerdo a los resultados obtenidos en el estudio realizado se seleccionó como variedad para trabajar, la variedad japonesa. Ver resultados en el capítulo III que corresponde a resultados y discusiones.

Figura 2-1 Variedades de mandarina



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.2. Caracterización de la materia prima.

Se realiza un análisis fisicoquímico de la cáscara de mandarina en el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID), para determinar sus propiedades más importantes:

- Humedad
- Cenizas
- Proteínas
- Fibra

Los resultados se presentan en la Tabla III-10 del capítulo III que corresponde a Resultados y Discusión.

2.3. Selección del Método de extracción de aceite esencial

Para la selección del método experimental de extracción de aceite esencial de cáscara de mandarina (*citrus reticulata*), se considera tres métodos citados en el capítulo anterior, los métodos son:

- Extracción con agua-vapor
- Hidrodestilación asistida por microondas
- Expresión mecánica

Se realiza la ponderación de los distintos factores referentes a su importancia, la suma total de los factores ponderados debe ser 100%.

Tabla II-1 Valores de ponderación

Factor evaluado	Comentarios del evaluador	Ponderación del evaluador
Aplicabilidad del proceso	Por las características del proyecto a ser realizado la cantidad de materia prima a ser procesada para la obtención de aceite esencial de mandarina no es muy grande lo cual no tiene una gran influencia en el desarrollo de la operación de extracción.	10
Generación de residuos	En los diferentes procesos de extracción de aceite esencial no hay una diferencia en la generación de residuos, ya que esta es función de la cantidad de materia prima a ser utilizada, por lo cual ambos procesos generan la misma cantidad de residuos.	10
Rendimiento del método	En los procesos de extracción de aceites esenciales se busca obtener el mayor rendimiento con el menor costo económico posible.	20
Calidad del producto	En los diferentes procesos de extracción se busca obtener un aceite de calidad.	20
Costo	Los gastos posibles que podrían ser generados por la realización del proyecto ya sea la instalación de un nuevo equipo o el uso de uno ya establecido en las inmediaciones del laboratorio de operaciones unitarias son principalmente energéticos, ya que los procesos de extracción que se proponen requieren de una fuente ya sea eléctrica o de gas, los cuales ya se encuentran disponibles en el área de trabajo del laboratorio de operaciones unitarias de la carrera de ingeniería química.	20
Operación	Se desea que la operación sea simple, flexible y confiable, además de que una persona con poca capacitación pueda hacer la función de operador.	10
Entorno e impacto ambiental	En la realización del proyecto se busca tener el menor impacto ambiental posible.	10

Fuente: Elaboración propia, 2021

La calificación de los diferentes factores al igual que los subfactores, se los realiza con la siguiente escala de calificación que se observa en la Tabla II-2.

Tabla II-2 Escala de Calificación.

Escala de Puntuación	Puntuación
No aplica	0
Deficiente	1
Regular	2
Adecuado	3
Muy buena	4
Excelente	5

Fuente: Elaboración propia, 2021

Tabla II-3 Calificación de los procesos de tratamiento

Factor evaluado		Comentarios del evaluador	Calificación	Calificación	Calificación
			Extracción con agua-vapor	Extracción por hidrodestilación asistida por microondas	Expresión mecánica
APLICABILIDAD DEL PROCESO		Ambos procesos ya sea la extracción por agua-vapor, extracción por hidrodestilación asistida por microondas y expresión mecánica, tienen la misma aplicabilidad, la única diferencia es la fuente de energía que usa para la extracción.	5	5	5
GENERACIÓN DE RESIDUOS		Todos los métodos de extracción generan residuos sólidos por igual.	1	1	1
RENDIMIENTO DEL MÉTODO		El rendimiento en la extracción por el método de agua-vapor es inferior en comparación con el método de extracción por hidrodestilación asistida por microondas y expresión mecánica.	3	5	5
COSTO	Costos de inversión inicial	El equipo de extracción por agua-vapor ya se dispone en el laboratorio de operaciones unitarias, el equipo de hidrodestilación asistida por microondas al igual que el equipo por expresión se requiere de una inversión para contar con ellos.	5	1	1
	Costos de operación y mantenimiento	Al tratarse de equipos de extracción que no cuentan con partes móviles los costos de mantenimiento y operación no son muy grandes. A excepción del método por expresión mecánica, ya que los equipos presentan muchas partes móviles.	5	5	1

Factor evaluado		Comentarios del evaluador	Calificación	Calificación	Calificación
			Extracción con agua-vapor	Extracción por hidrodestilación asistida por microondas	Expresión mecánica
OPERACIÓN	Flexibilidad de la operación	Los equipos a usar para la extracción de aceite esencial no presentan sensibilidad a variables externas.	5	5	5
	Confiabilidad del proceso	El método por extracción asistida por microondas y por expresión mecánica, presentan mayores rendimientos.	3	5	5
	Complejidad de operación del proceso	Ninguno de los equipos necesarios para la extracción de aceites esenciales presenta una complejidad grande de operación. A excepción de método de extracción por expresión mecánica.	5	5	2
	Requerimiento de personal	Debido a los varios equipos con el que cuenta el método por expresión mecánica, es el único que requiere de personal.	5	5	2
	Disponibilidad de repuestos y centros de servicio	El equipo de extracción por hidrodestilación asistida por microondas si presenta disponibilidad de repuestos en comparación al equipo de extracción por agua-vapor, por el hecho de ser un equipo diseñado a criterio, del mismo modo no existe repuestos para el equipo de extracción por expresión mecánica porque se trata de un equipo de fábrica.	3	5	3

Factor evaluado		Comentarios del evaluador	Calificación	Calificación	Calificación
			Extracción con agua-vapor	Extracción por hidrodestilación asistida por microondas	Expresión mecánica
ENTORNO	Influencia de la temperatura	Al tratarse de equipos que trabajan a temperaturas altas, no existe influencia con la temperatura del ambiente.	5	5	5
	Producción de ruido	Ninguno de los equipos para la extracción de aceite esencial produce ruido, a excepción del método de extracción por expresión mecánica.	5	5	1
	Contaminación visual	El equipo de extracción por expresión mecánica es el único que presenta una contaminación visual debido a sus grandes dimensiones.	5	5	2
	Producción de malos olores	En ambos procesos se tiene la generación de olores debido al escape de aceites esenciales volátiles.	3	3	3
	Huella de carbono	En comparación con el método de extracción con agua-vapor, el método por hidrodestilación asistida por microondas y el método de extracción por expresión mecánica general gases de efecto invernadero de manera indirecta, aun así, el método por hidrodestilación tiene una generación menor en comparación con los demás métodos.	1	4	3
	Animales dañinos	Ninguno de los equipos usados para la extracción de aceite esencial tiene el potencial para la generación de vectores.	0	0	0

Fuente: Elaboración propia, 2021

Tabla II-4 Selección del método experimental de extracción de aceite esencial de cáscara de mandarina.

		Extracción con agua-vapor			Hidrodestilación asistida por microondas			Expresión mecánica			
#	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
#	%		Calificación	C/5	D*A	Calificación	F/5	G*A	Calificación	I/5	J*A
1	15	APLICABILIDAD DEL PROCESO	5	1	15	5	1	15	5	1	15
2	15	GENERACIÓN DE RESIDUOS	1	0,2	3	1	0,2	3	1	0,2	3
4	20	RENDIMIENTO DEL METODO	3	0,6	12	5	1	20	5	1	20
7	20	COSTO									
7.1		Inversión	5			1			1		
7.2		Operación y mantenimiento	5			5			1		
7.3	20	Sumar las casillas 7.1 y 7.2 y dividir el total entre 10. El resultado anotarlo en la casilla 7.3 D		1	20		0,6	12		0,2	4
9	15	OPERACIÓN									
9.1		Flexibilidad de operación	5			5			5		
9.2		Confiabilidad del proceso	3			5			5		
9.3		Complejidad de operación del proceso	5			5			2		
9.4		Requerimiento de personal	5			5			2		
9.5		Disponibilidad de repuestos y centros de servicio	3			5			3		
9.6	15	Sumar las casillas 9.1C, 9.2C, 9.3C, 9.4C y 9.5C y dividir el total entre 25. El resultado anotarlo en la casilla 9.6D		0,84	12,6		1	15		0,68	10,2

			Extracción con agua-vapor			Hidrodestilación asistida por microondas			Expresión mecánica		
10	15	ENTORNO									
10.1		influencia de la temperatura	5			5			5		
10.2		Producción de ruido	5			5			1		
10.3		Contaminación visual	5			5			2		
10.4		Producción de malos olores	3			3			3		
10.5		Generación de gases de efecto invernadero (huella de carbono)	1			4			4		
10.6		Condiciones para la reproducción de animales dañinos	0			0			0		
10.7	15	Sumar las casillas 10.1C, 10.2C, 10.3C, 10.4C y 10.5C y 10.6 y dividir el total entre 30. El resultado anotar en la casilla 10.7D		0,63	9,5		0,73	11,0		0,47	7,0
11	100	SUMAR LOS VALORES DE LA COLUMNA E y ANOTAR EL RESULTADO EN LA CASILLA 11E			72,1			76,0			59,2

Según estos parámetros y los resultados de la matriz de decisión, el método más conveniente para extraer el aceite esencial de cáscara de mandarina es la hidrodestilación asistida por microondas.

Debido a que el equipo necesario no hace uso de fuentes de calor por medio de combustión de combustibles fósiles, y el rendimiento del aceite es alto.

2.4. DISEÑO FACTORIAL

El diseño factorial 2^k es un arreglo de k factores que tiene dos niveles cada uno. Se usa letras mayúsculas para denotar los factores y las interacciones de estos factores. Se hace referencia a los dos niveles de los factores como bajo y alto. Hay varias notaciones diferentes que se usan para representar estos niveles de los factores: una posibilidad es representar los niveles de los factores con los dígitos -1 (bajo) y 1 (alto). Cada combinación de tratamientos del diseño 2^k se denota por k dígitos, donde el primer dígito indica el nivel del factor A, el segundo dígito indica el nivel del factor B, ..., y el dígito k -ésimo indica el nivel del factor K.

En el sistema de diseños 2^k , cuando los factores son cuantitativos, es común denotar los niveles bajo y alto con -1 y +1, respectivamente. Con esto se facilita el ajuste de un modelo de regresión que relaciona la respuesta con los niveles de los factores.

Un modelo matemático que se adecua a este diseño es el siguiente:

$$y = \beta^{\circ} + \beta_1 A_1 + \beta_2 B_2 + \beta_3 C_3 + \beta_{13} A_1 B_2 + \varepsilon(\pm)$$

Y: variable dependiente.

A, B, C: variables independientes

β° : punto en el cual la recta intercepta el eje (ordenada en el origen)

β_1 : pendiente de la recta.

ε : error aleatorio.

El diseño experimental planteado para la presente investigación es un diseño del tipo 2^k , con un valor de $k=3$, es decir, consta de 3 factores con 2 niveles cada uno de ellos y se evalúa su influencia sobre una variable respuesta.

2.4.1. Factores

Se evaluaron los efectos de las variables seleccionadas:

- Porcentaje de potencia del horno de microondas

La potencia de microondas está relacionada con la velocidad de incremento de la temperatura del agua y aceite esencial contenido en las glándulas de las cáscaras del cítrico y la ruptura de estas, lo cual incide en el rendimiento del aceite esencial extraído.

- **Tiempo de extracción**

La curva de extracción para un aceite esencial relaciona el volumen de aceite obtenido con el tiempo de extracción. La finalidad es encontrar el momento en que la cantidad de aceite esencial obtenido alcanza el régimen permanente y, por lo tanto, no merece la pena mantener la operación activa por más tiempo

- **Relación cáscara y agua**

El método de hidrodestilación es particularmente efectivo en aceites esenciales que puedan solubilizarse en el agua, por lo que las proporciones de material vegetal / agua podrían ser determinantes en los rendimientos obtenidos.

2.4.2. Variable respuesta

La variable respuesta a evaluar es el rendimiento del aceite esencial de cáscara de mandarina (R), expresado como volumen de aceite esencial extraído por 100 g de cáscara de mandarina.

2.4.3. Determinación niveles de la variable porcentaje de potencia del microondas.

Mediante un ensayo preliminar se procede a determinar los valores de los 2 niveles de la variable porcentaje de potencia de microondas, para tal efecto se procede mediante una destilación con un microondas adaptado, que cuenta con un ajuste predeterminado de fábrica de 10 niveles de potencia, que van desde el 10% hasta el 100%.

El procedimiento es el siguiente:

- Se carga el balón con un litro de agua y 200 g de cáscara de mandarina.
- Se procede a iniciar la destilación con un porcentaje de potencia inicial de 40% durante 10 min. Y se procede a observar si existe condensación de vapores. De no

ser así se incrementa la potencia en un 10% y se continúa hasta observar condensación de vapores.

El valor determinado de porcentaje de potencia con el cual se logra la generación de vapores será usado como el valor inicial para el factor potencia, el valor para el segundo nivel se usará un incremento en intervalo de 10% respectó al factor inicial.

De acuerdo a los resultados obtenidos del análisis se establece que el valor inicial es de 70% por lo tanto el segundo valor es de 80%.

2.4.4. Determinación de los niveles para la relación cáscara y agua.

Para la determinación de cantidad de materia se ve conveniente trabajar 200 g de cáscara de mandarina y se usará una relación de cáscara / agua de 1:4 y 1:7 para no sobrepasar el volumen del balón de destilación y mantener la cáscara completamente sumergida.

2.4.5. Determinación del tiempo de extracción.

Para la determinación de los niveles primeramente se realiza la curva de extracción Volumen de aceite Vs. Tiempo.

El procedimiento es el siguiente:

- Armar y preparar el equipo destilador.
- Cargar 200 g de cáscara de mandarina, y 1.400 ml de agua, encender el microondas con una potencia de 70%. Se establece estas condiciones para el ensayo 1.
- Registrar la hora de aparición de los primeros vapores, considerándose tal como el minuto cero ($t=0$)
- Medir el volumen de aceite extraído cada 1 minuto.
- De manera visual determinar el tiempo de agotamiento de las cáscaras de mandarina, es decir cuando ya no se extrae cantidades significativas de aceite, dando por finalizada la extracción.
- Se repite el procedimiento y se establece las condiciones del ensayo 2, siendo 200 g de cáscara, 800 ml de agua y potencia de microondas en 80%.

En el gráfico III-1 se analiza la cinética de extracción, de acuerdo a los resultados observados se establece que los niveles del factor tiempo son los siguientes. Ver resultados en el capítulo III que corresponde a resultados y discusiones.

$t_1 = 16$ min

$t_2 = 22$ min

2.4.6. Diseño Experimental

El número de combinaciones de los factores es igual a 8 por ser un diseño factorial 2^3 . Se realizan dos repeticiones de toda la experiencia para validar los resultados, por lo tanto, el total de ensayos a realizar es 16. A continuación se muestra el diseño experimental planteado.

En la tabla II-5 se presentan los valores límite de las variables seleccionadas, desde los niveles altos (+) y bajos (-) de experimentación, con variables codificadas A, B y C.

Tabla II-5 Variables y niveles del diseño experimental.

Variable	Nivel bajo (-1)	Nivel alto (+1)
A = potencia (%)	70	80
B = tiempo (min)	16	22
C = relación cáscara / agua (g/ml)	1:4	1:7

Fuente: Elaboración propia, 2021

Tabla II-6 Diseño experimental factorial codificado

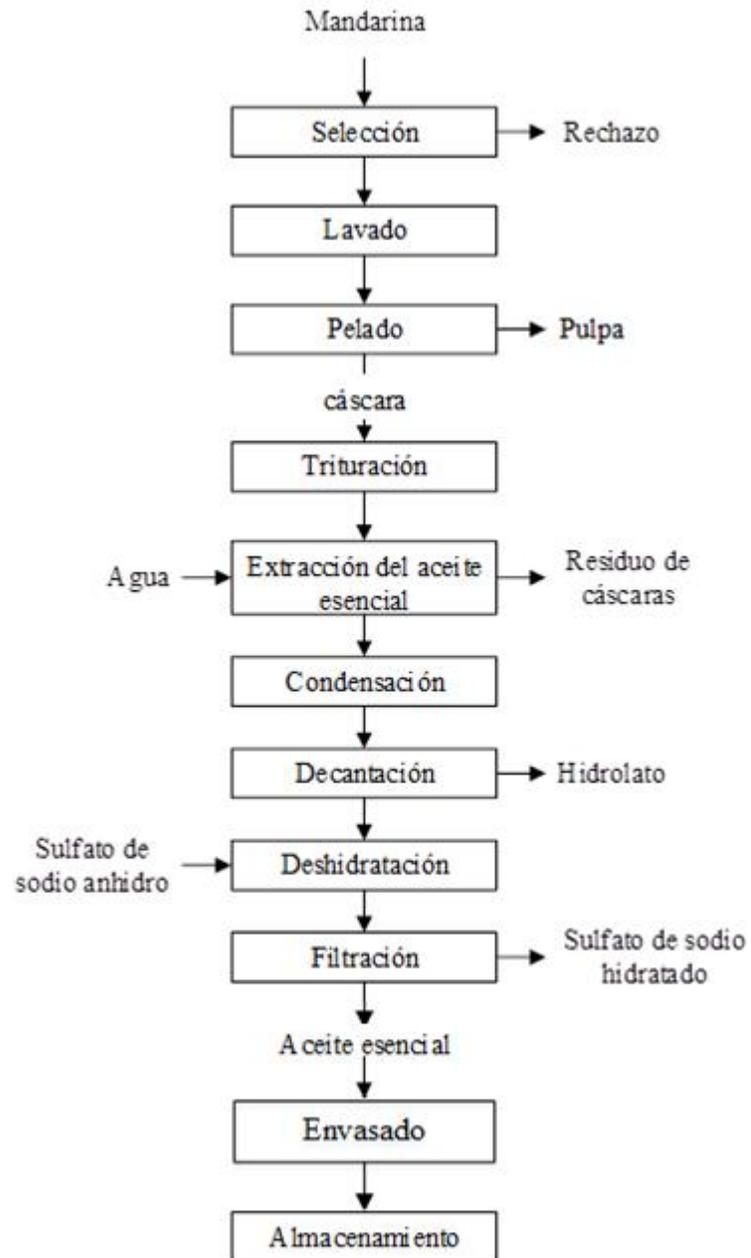
Orden	Potencia (%)	Tiempo (min)	Relación cáscara / agua (g/ml)	Rendimiento (%)	Rendimiento (%)
1	-1	-1	-1	R1	R9
2	1	-1	-1	R2	R10
3	-1	1	-1	R3	R11
4	1	1	-1	R4	R12
5	-1	-1	1	R5	R13
6	1	-1	1	R6	R14
7	-1	1	1	R7	R15
8	1	1	1	R8	R16

Fuente: Elaboración propia, 2021

2.5. Extracción del aceite esencial de cáscara de mandarina

Una vez determinado todos los niveles de los factores, se procede a la extracción del aceite esencial de cáscara de mandarina de acuerdo al diseño experimental planteado.

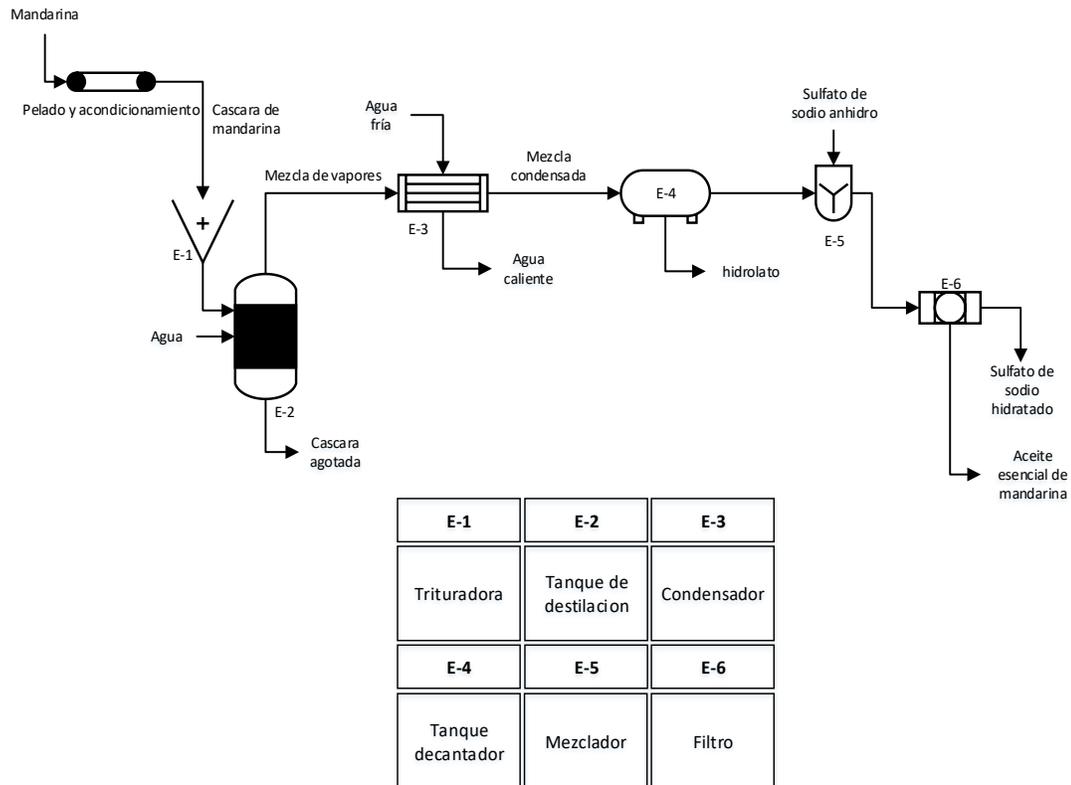
Figura 2-2 Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite esencial de cáscara de mandarina



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6. Descripción del proceso tecnológico seleccionado

Figura 2-3 Diagrama de flujo de proceso para la extracción de aceite esencial de cáscara de mandarina



Fuente: Elaboración propia, 2021

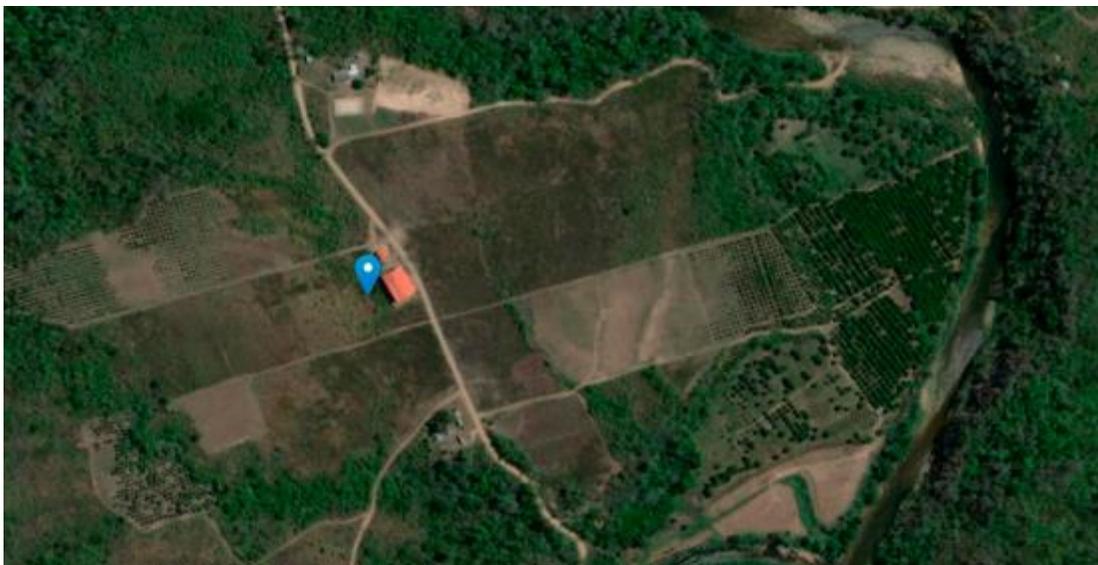
2.6.1. Aprovechamiento de la Materia Prima

Para la extracción del aceite esencial se requiere de cáscara fresca, y con la finalidad de obtener una homogeneidad se hizo la adquisición de frutos de mandarina de un solo proveedor, siendo la mandarina de variedad japonesa proveniente comunidad Playa Ancha que se encuentra localizada entre las coordenadas geográficas 22°28'47.8"S 64°17'07.0"W (Ver mapa de localización)

Tabla II-7 Coordenadas Geográficas de la comunidad Playa Ancha

Comunidad	Coordenadas Geográficas	
	Latitud Sur	Longitud Oeste
Playa ancha	22°28'47.8"S	64°17'07.0"W

Fuente: Elaboración propia, 2021

Figura 2-4 Mapa de localización de la comunidad Playa Ancha

Fuente: Earthexplorer, 2021

Figura 2-5 Cultivo de mandarina en la localidad de Playa Ancha



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6.2. Acondicionamiento

2.6.2.1. Selección

Se procede a realizar una inspección de las frutas, descartando aquellas que presenten señales de deterioro causadas por golpes o descomposición.

Figura 2-6 Fruto de mandarino con daños en la cáscara



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6.2.2. Lavado

La limpieza se realiza a la materia prima a nivel de la superficie para eliminar la suciedad del producto como tierras, mohos y bacterias, para evitar la proliferación de microorganismos patógenos y eliminar residuos de pesticidas. Se realizó manualmente con agua potable, no se hizo uso de un detergente ya, que podría quedar residuos y comprometer la calidad del aceite esencial.

Figura 2-7 Lavado de la mandarina



Fuente: Elaboración propia,2021

2.6.2.3. Pelado

Finalizada la etapa de lavado los frutos son manualmente pelados, obteniéndose las cáscaras (flavedos y albedos) como insumo básico para la extracción del aceite esencial motivo del estudio. Este procedimiento se lo realiza con cuidado para no dañar las glándulas donde se aloja el aceite esencial. Seguida mente se troceó para facilitar al momento de introducir la cáscara por la boca del balón del equipo de extracción. El resto de la fruta se guarda para su aprovechamiento.

Figura 2-8 Pelado y troceado de la cáscara de mandarina.



Fuente: Elaboración propia,2021

2.6.3. Extracción de aceite esencial

Para la extracción del, aceite esencial se hizo uso de un equipo clevenger y para la fuente de calentamiento se utilizó un horno de microondas convencional modificado marca MABE modelo HMM07BJ de 0.7 ft³ de capacidad, salida de frecuencia de 2.450 MHz y potencia de salida de 700 W (Figura 2-9)

Figura 2-9 Equipo montado en laboratorio para realizar hidrodestilación asistida por microondas.



Fuente: Elaboración propia,2021

Para la extracción se procedió cargando el balón de 2 litros con 200 g gramos de cáscara y se añadió un volumen de agua de 800 o 1.400 ml según el diseño experimental planteado en este estudio.

Se procede a instalar el equipo de hidrodestilación usando el horno de microondas acondicionado, verificando las instalaciones eléctricas y el sistema de agua de refrigeración.

Figura 2-10 Instalación del equipo de hidrodestilación asistido por microondas.



Fuente: Elaboración propia, 2021

Una vez verificado la instalación del equipo mediante la pantalla digital del horno de microondas se introduce el tiempo de operación y el porcentaje de potencia según el diseño experimental.

La extracción del aceite esencial, comienza con la ebullición del agua dentro del balón, 93 °C a 0,94 atm (temperatura de ebullición del agua a la presión atmosférica de Tarija).

2.6.4. Condensación

Mediante un sistema de refrigeración, debido al agua de enfriamiento a temperatura ambiente, los vapores son enfriados y pasados al estado líquido, formado una mezcla binaria agua-aceite, los cuales se depositan en la trampa del equipo de destilación el cual cuenta con una escala, una vez finalizada la extracción se procede a realizar la lectura del volumen de aceite extraído para calcular el rendimiento.

Para medir la temperatura de los condensados, este se deposita en un vaso de precipitación y posteriormente con un termómetro se procede a realizar la lectura de la temperatura.

Figura 2-11 Condensación del aceite esencial de cáscara de mandarina.



Fuente: Elaboración propia, 2021

Los rendimientos obtenidos en cada ensayo de acuerdo al diseño factorial planteado se presentan en la Tabla III-2 del capítulo III que corresponde a Resultados y Discusión.

2.6.5. Decantación

Luego de la condensación, la mezcla agua-aceite son separados mediante una pera de decantación.

La casi inmiscibilidad del aceite esencial en el agua y las diferencias de densidad entre ambos producen la separación de fases, acumulándose el aceite en la capa superior.

Figura 2-12 Separación de las fases agua-aceite.



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6.6. Deshidratación

Para la determinación de propiedades fisicoquímicas y análisis cromatográfico es de mucha importancia tener un aceite puro, por este motivo es necesario purificar el aceite mediante el uso de químicos higroscópicos que funcionan como desecantes.

Para purificar el aceite esencial se procedió a añadir el sulfato de sodio Na_2SO_4 con el fin de eliminar las pequeñas gotas microscópicas que podrían quedar después de la separación de las fases, para ello se procede a agregar Na_2SO_4 en pequeñas cantidades, se logra observar pequeños cristales de $\text{Na}_2\text{S}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ que precipitan, se continúa el procedimiento hasta lograr la saturación.

Figura 2-13 Deshidratación del aceite esencial de cáscara de mandarina



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6.7. Filtración

Para eliminar los cristales de sulfato de sodio hidratado se somete a un filtrado haciendo uso de un matraz Erlenmeyer con un embudo y papel filtro.

Figura 2-14 Filtración del aceite esencial de cáscara de mandarina



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6.8. Almacenamiento

Finalmente, el aceite esencial de cáscara de mandarina se lo almacena correctamente para su conservación en un frasco de vidrio ámbar para que la luz natural o artificial no

altere el aceite esencial. El frasco debe estar cerrado herméticamente para que el aceite esencial no entre en contacto con el aire, para evitar la oxidación por el oxígeno atmosférico. Debe estar correctamente etiquetado y almacenado en un lugar fresco y oscuro para posteriormente ser sometido a análisis fisicoquímicos.

Figura 2-15 Almacenamiento del aceite esencial extraído.



Fuente: Elaboración propia, 2021

2.6.9. Caracterización del aceite esencial de cáscara de mandarina

2.6.9.1. Características organolépticas

Una vez obtenido el aceite esencial de cáscara de mandarina se procede a analizar sus características organolépticas, las cuales son el color, olor y apariencia.

- Color: Por simple observación se registra el color del aceite, el cual es incoloro.
- Olor: Se acerca el frasco que contiene el aceite a la nariz para percibir el olor, este es un olor penetrante y muy fuerte con un aroma característico al fruto.

- Apariencia: Por simple observación se registra que el aceite esencial tiene una apariencia de líquido transparente.

2.6.9.2. Características fisicoquímicas

La medición de los parámetros: densidad relativa (20 °C), índice de refracción y índice de acidez se realizan en el Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo “CEANID” de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho, según las normas establecidas por este centro.

En el anexo A-2 se presenta el informe con los resultados de laboratorio.

2.6.9.3. Cromatografía de Gases

Para la presente investigación el análisis cromatográfico se realizó en el Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo “CEANID” de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho en un equipo con las siguientes especificaciones.

Equipo: Cromatógrafo Gaseoso Agilent 6890N acoplado a Detector de Masas 5975

Columna: HP-5MS (30m*0.250mm*0.25µm)

Gas carrier: Helio

Volumen de inyección: 1 µl de 0.5% de solución de muestra en diclorometano.

Modo de inyección: Split ratio 10:1

Temperatura de Inyector: 250 °C

Programación de temperaturas: 40 °C 3min, 4°C/min 150°C 1 min, 15°C/min 250 °C 1 min.

En el anexo A-2 se presenta el informe con los resultados de composición del aceite esencial de cáscara de mandarina, en el cual se reporta una composición mayoritaria del 94.51% de limoneno.

CAPÍTULO III

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Selección de la materia prima para la extracción del aceite esencial

Los resultados del estudio de las tres variedades de mandarina que se cultivan en el departamento de Tarija se presentan en la figura 3-1

Figura 3-1 Contenido de aceite esencial de las variedades de mandarina japonesa, criolla y encore.



Fuente: Elaboración propia, 2021

En la figura se puede evidenciar las cantidades de aceite esencial extraído de cada una de las diferentes variedades, japonesa, criolla y encore, siendo 0,65; 0,5 y 0,55 ml de aceite respectivamente.

Comparando los resultados obtenidos se determina que la variedad de mandarina a usar para el presente trabajo es la variedad japonesa.

Para el estudio comparativo se procedió a realizar el pesaje del fruto de cada variedad con y sin cáscara, para medir el diámetro del fruto y grosor de la cáscara se hizo uso de un vernier, los resultados obtenidos se los expone en la Tabla III-1.

Tabla III-1 Estudio comparativo de las variedades de mandarina

Parámetros	Japonesa	Criolla	Encore
Peso (g)	295,65	146,28	284,19
Diámetro (cm)	8,21	5,18	7,84
Peso sin cáscara (g)	216,44	118,96	203,51
Grosor de la cáscara (mm)	3,51	2,54	3,23

Fuente: Elaboración propia, 2021

Observando la Tabla III-1 se deduce que el grosor de la cáscara es determinante para el contenido de aceite esencial, a mayor grosor de la cáscara el contenido de aceite esencial aumenta.

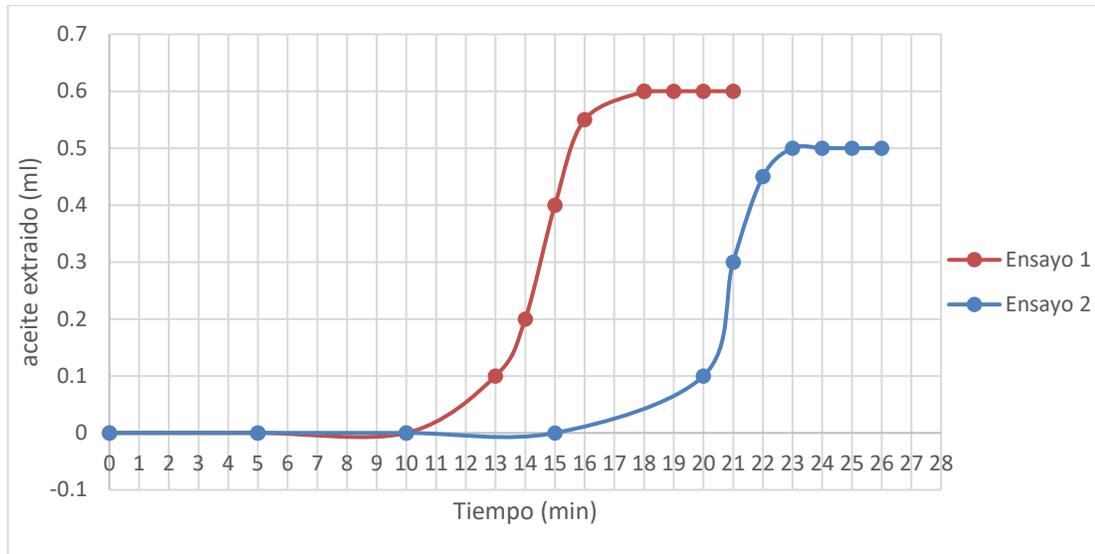
3.2. Determinación del tiempo de extracción.

En el gráfico III-1 se puede observar que existe un tiempo muerto de calentamiento de 10 min para el ensayo 2 y la extracción finaliza a los 23 min siendo este el mayor tiempo de extracción que se logra con la máxima carga de agua y la potencia mínima de microondas de 70%.

De acuerdo a la gráfica es conveniente finalizar la extracción a los 22 min, Según estas observaciones a partir del minuto 22 de extracción no es recomendable realizar el gasto energético, que por supuesto implica un costo económico.

De acuerdo a estos resultados y siguiendo este criterio del ensayo 2 para el ensayo 1, se establece que el tiempo de extracción t_1 y t_2 es de 16 y 22 min respectivamente.

Gráfico III-1 Cinética de extracción de aceite esencial de mandarina variedad japonesa



Fuente: Elaboración propia, 2021

3.3. Rendimiento de la extracción del aceite esencial de cáscara de mandarina

Para poder determinar el rendimiento del aceite esencial de mandarina se aplica la siguiente expresión:

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{volumen de aceite esencial}}{\text{masa de materia prima}} * 100\%$$

En la Tabla III-2 se muestra los resultados de los experimentos realizados de acuerdo al diseño factorial planteado.

Tabla III-2 Rendimientos de los aceites esenciales obtenidos.

N.º Experimento	Variables			Volumen de aceite extraído (ml)	% Rendimiento en base húmeda
	A	B	C		
1	70	16	1:4	0,66	0,330
2	80	16	1:4	0,89	0,445
3	70	22	1:4	1,10	0,550
4	80	22	1:4	0,65	0,325
5	70	16	1: 7	0,00	0,000
6	80	16	1: 7	0,00	0,000
7	70	22	1: 7	0,79	0,395
8	80	22	1: 7	1,00	0,500
9	70	16	1:4	0,75	0,375
10	80	16	1:4	0,80	0,400
11	70	22	1:4	0,90	0,450
12	80	22	1:4	0,78	0,390
13	70	16	1: 7	0,00	0,000
14	80	16	1: 7	0,00	0,000
15	70	22	1: 7	0,50	0,250
16	80	22	1: 7	0,80	0,400

Fuente: Elaboración propia, 2021

Se puede observar en la Tabla III-2 que entre los diferentes ensayos realizados se obtuvo un rendimiento máximo de 0,55% en un tiempo de 22 min de extracción, se puede decir que el rendimiento óptimo es bueno, ya que autores como Navarrete (2010) y Valdez (2017) han reportado rendimientos de extracción óptimos por el método de arrastre por vapor con rendimientos de 0,28% y 0,4% respectivamente.

3.4. Análisis estadístico del diseño experimental

Para el procesamiento de los datos se utilizó el paquete estadístico SPSS versión 25. Se realizó un análisis lineal univariado, determinando la influencia de la interacción de

los factores de estudio en las variables de respuesta a un nivel de significancia del 5 % (95 % de confiabilidad).

Con el análisis de varianza ANOVA se determina la influencia de los factores, potencia de microondas, tiempo de extracción y relación cáscara / agua y sus interacciones sobre la variable respuesta rendimiento.

Los datos introducidos al programa SPSS de acuerdo al diseño experimental planteado se muestran en la Tabla III-3.

Tabla III-3 Datos para el análisis de varianza.

N.º de ensayos	Variables			Respuesta
	Potencia (A)	Tiempo de extracción (B)	Relación cáscara / agua (C)	Rendimiento (%)
1	-1	-1	-1	0,330
2	1	-1	-1	0,445
3	-1	1	-1	0,550
4	1	1	-1	0,325
5	-1	-1	1	0,000
6	1	-1	1	0,000
7	-1	1	1	0,395
8	1	1	1	0,500
9	-1	-1	-1	0,375
10	1	-1	-1	0,400
11	-1	1	-1	0,450
12	1	1	-1	0,390
13	-1	-1	1	0,000
14	1	-1	1	0,000
15	-1	1	1	0,250
16	1	1	1	0,400

Fuente: SPSS 25

En la Tabla III-4 se muestran las variables del diseño experimental y el número de experiencias para cada variable registradas por el programa y realizadas en la parte experimental para un diseño 2^3 con dos repeticiones y un total de 16 experiencias.

Tabla III-4 Factores inter-sujetos

Potencia (A)	-1,00	8
	1,00	8
Tiempo de extracción (B)	-1,00	8
	1,00	8
Relación agua/cáscara (C)	-1,00	8
	1,00	8

Fuente: SPSS 25

En la Tabla III-5 se detalla el análisis de varianza para aprobar la significancia de cada factor sobre el rendimiento.

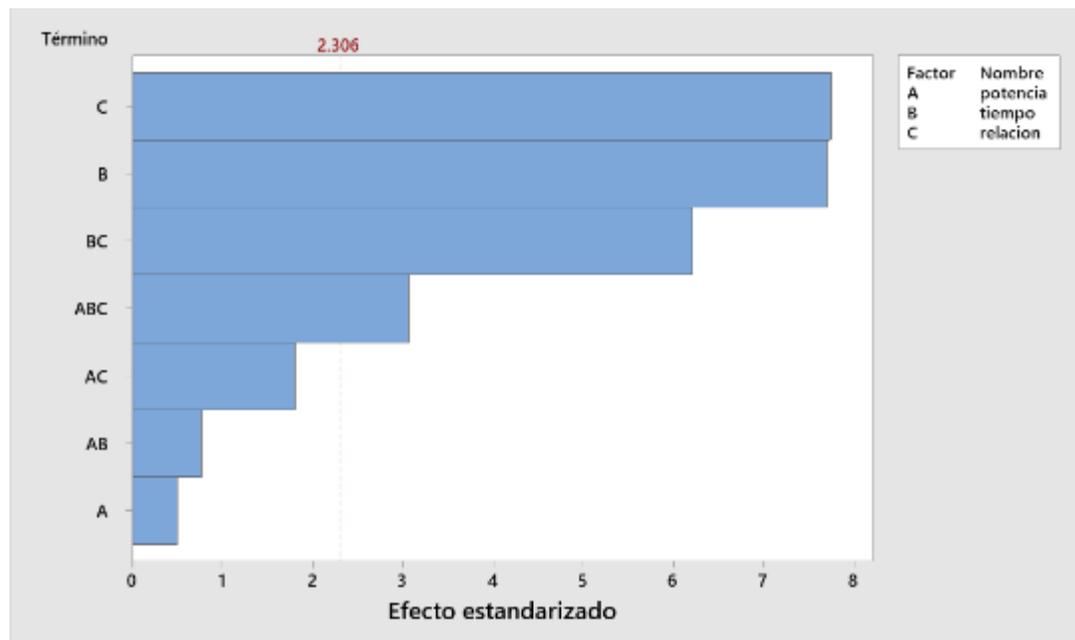
Tabla III-5 Análisis de Varianza ANOVA

Origen	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	.528 ^a	7	0.075	24.487	0,000
Intersección	1,446	1	1,446	469,292	0,000
A	0,001	1	0,001	0,245	0,634
B	0,183	1	0,183	59,312	0,000
C	0,185	1	0,185	60,008	0,000
A * B	0,002	1	0,002	0,586	0,466
A * C	0,010	1	0,010	3,245	0,109
B * C	0,119	1	0,119	38,629	0,000
A * B * C	0,029	1	0,029	9,379	0,016
Error	0,025	8	0,003		
Total	1,999	16			
Total corregido	0,553	15			

Fuente: SPSS 25

En el análisis de varianza, un nivel de significancia menor a 0,05 expresa que la variable o factor influye en la respuesta. En la Tabla III-5 se observa que individuales B y C presentan una significancia menor a 0.05 por lo tanto tiene un efecto sobre la variable respuesta, por el contrario, el factor A no presenta un efecto sobre la variable respuesta. En cuanto a las interacciones B.C, y A.B.C son las únicas que tienen un valor de significancia menor a 0,05, por lo tanto, son significativos en el proceso de extracción con una confianza del 95%. Todo este análisis se lo puede apreciar mejor en el diagrama de Pareto, en donde las variables individuales e interacciones que tienen efecto sobre la variable respuesta se encuentran a la derecha de la línea de referencia.

Gráfico III-2 Diagrama de Pareto de efectos estandarizados



Fuente: MINITAB 19

Para encontrar el modelo matemático que mejor represente la experiencia realizada en esta investigación se toman en cuenta los factores e interacciones que sí influyen según resultados del análisis de varianza, y se introducen al programa SPSS

Tabla III-6 Variables entradas/eliminadas

Modelo	Variables entradas	Variables eliminadas	Método
1	A.B.C, B.C, C, B		Introducir

a. Variable dependiente: Rendimiento

b. Todas las variables solicitadas introducidas.

Fuente: SPSS 25

En consecuencia, a las variables introducidas en el Programa SPSS 25 se obtienen los coeficientes del modelo matemático.

Tabla III-7 Resumen del modelo.

Modelo	R	R cuadrado	R cuadrado ajustado	Error estándar de la estimación
1	.966 ^a	0,933	0,908	0,058163

Fuente: SPSS 25

En la Tabla III-7 se observa que R cuadrado tiene un valor cercano a uno, este valor representa la proporción de datos que es posible predecir el rendimiento, en porcentaje se lo puede expresar como el 93,3%.

Tabla III-8 Coeficientes.

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes estandarizados	t	Sig.	
	B	Desv. Error	Beta			
1	(Constante)	0,301	0,015		20,675	0,000
	B	0,107	0,015	0,575	7,350	0,000
	C	-0,108	0,015	-0,578	-7,393	0,000
	B.C	0,086	0,015	0,464	5,932	0,000
	A.B.C	0,043	0,015	0,229	2,923	0,014

a. Variable dependiente: Rendimiento

Fuente: SPSS 25

En la Tabla III-8 se pueden observar los coeficientes para el modelo matemático de regresión lineal, por lo tanto, el modelo matemático con unidades codificadas resultante es:

$$\text{Rendimiento} = 0,301 + 0,107(B) - 0,108(C) + 0,086(B)(C) + 0,043 (A)(B)(C)$$

Esta ecuación relaciona específicamente los niveles de los factores A, B y C del diseño experimental planteado en esta investigación, de manera que la respuesta rendimiento sea representativa de los resultados obtenidos en la experiencia.

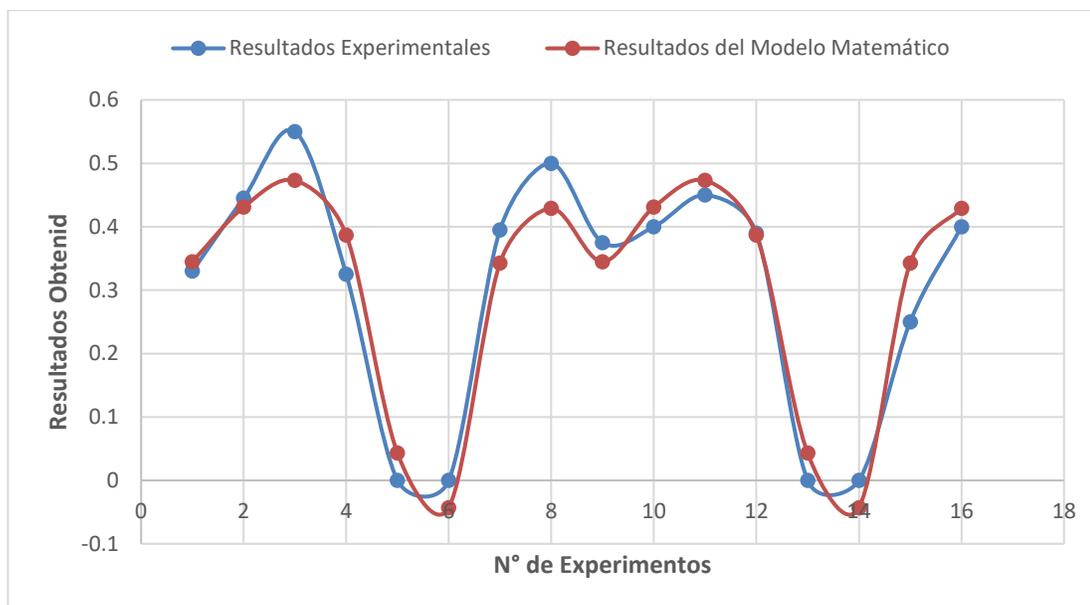
En la Tabla III-9, se realiza la comparación de los resultados del rendimiento obtenido de manera experimental respecto del rendimiento obtenido mediante el modelo matemático, mismos que son llevados al gráfico III-3, donde se puede observar de mejor manera la similitud entre ambos.

Tabla III-9 Resultados del Volumen Experimental y Obtenido con el Modelo Matemático

Potencia	Tiempo	Relación	Rendimiento experimental	Rendimiento Modelo Matemático
-1	-1	-1	0,33	0,345
1	-1	-1	0,445	0,431
-1	1	-1	0,55	0,473
1	1	-1	0,325	0,387
-1	-1	1	0	0,043
1	-1	1	0	-0,043
-1	1	1	0,395	0,343
1	1	1	0,5	0,429
-1	-1	-1	0,375	0,345
1	-1	-1	0,4	0,431
-1	1	-1	0,45	0,473
1	1	-1	0,39	0,387
-1	-1	1	0	0,043
1	-1	1	0	-0,043
-1	1	1	0,25	0,343
1	1	1	0,4	0,429

Fuente: Elaboración Propia, 2021

Gráfico III-3 Curva de Comparación de Resultados Obtenidos Experimentalmente y del modelo matemático



Fuente: Elaboración Propia, 2021

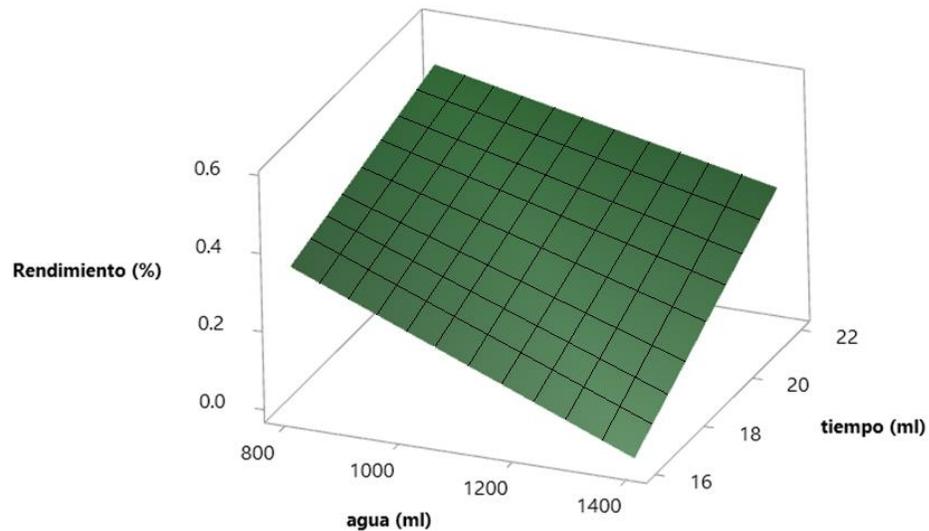
3.5. Análisis de los factores que afectan significativamente el rendimiento.

Los valores de significancia obtenidos de los tres factores evaluados y sus interacciones se muestran en la Tabla III-5. El tiempo de extracción (sig. = 0,00) y la relación cáscara/agua (sig. = 0,00) mostró un valor de significancia menor a 0,05; por lo tanto, ambas variables significativamente afectaron el rendimiento de los aceites esenciales.

Una vez conocidos los factores que afectaron los rendimientos de aceites esenciales, se evaluaron su interacción en el programa MINITAB 19.

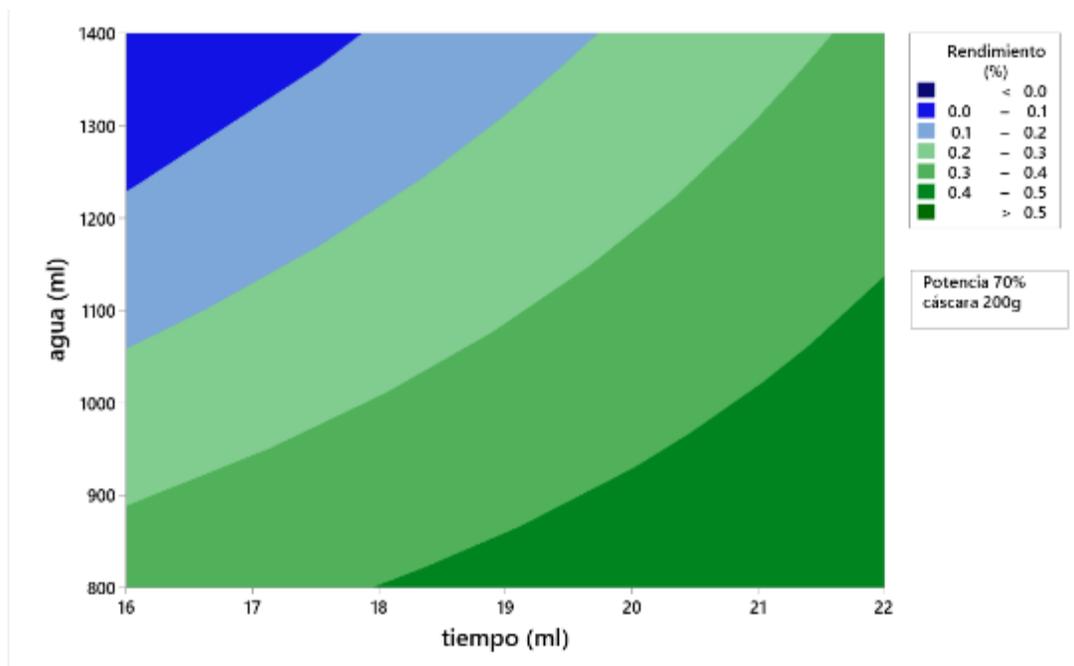
La superficie de respuesta obtenida muestra que el método propuesto para la extracción no tiene un desplazamiento hacia puntos máximos o mínimos de las variables que intervienen en el proceso, por lo tanto, es posible observar que el comportamiento del método es directamente proporcional a los cambios en las variables

Gráfico III-4 Gráfico de superficie de la interacción de los dos parámetros que afectan significativamente el rendimiento de aceite esencial



Fuente: MINITAB 19

Gráfico III-5 Gráfico de contorno de la interacción de los dos parámetros que afectan significativamente el rendimiento de aceite esencial



Fuente: MINITAB 19

Analizando la gráfica de contornos, para optimizar el rendimiento de aceite esencial, una combinación del alto nivel de tiempo (22 min) y el bajo nivel de agua (800 ml) resultó ser el más alto (> 0,5%) rendimiento.

3.6. Caracterización de la cáscara de mandarina

En la Tabla III-10 se muestran los resultados del análisis fisicoquímico de la cáscara de mandarina variedad japonesa, los cuales fueron realizados en el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID), todo el informe se encuentra en la sección de Anexos A-1.

Tabla III-10 Composición físico-química de la cáscara de mandarina de la variedad japonesa.

Parámetros	Unidad	valor
Humedad	%	68,51
Cenizas	%	1,16
Fibra	%	2,47
Proteína	%	2,5

Fuente: Elaboración propia, 2021

Se puede observar que se tiene un porcentaje de humedad del 68.51%, siendo un dato importante para realizar posteriormente el balance de materia y energía.

Este parámetro es importante ya que el método de extracción asistida por microondas actúa selectivamente sobre las moléculas de agua contenidas en la cáscara lo cual facilita la ruptura de los reservorios de aceite esencial.

3.7. Caracterización del aceite esencial de mandarina extraído

3.7.1. Características organolépticas

En Tabla III-11 se muestra una comparación de las características organolépticas del aceite esencial de cáscara de mandarina obtenido, con datos de bibliografía.

Tabla III-11 Comparación de las características organolépticas del aceite esencial de cáscara de mandarina.

Características	Aceite obtenido en Tarija	Guatemala	España
Método de extracción	Hidrodestilación asistida por microondas	Hidrodestilación	Expresión mecánica
Color	Incoloro	Incoloro	De amarillo a naranja o naranja oscuro
Olor	Característico, cítrico	Aroma característico	Característico, cítrico, fresco, intenso
Aspecto	Líquido transparente	Líquido transparente	Líquido transparente

Fuente: (Mazariegos Monterroso, 2008); (Lozano, s.f.)

Analizando las características del aceite obtenido con datos de bibliografía se observa que existe similitud entre el olor y aspecto, en cuanto al color del aceite esencial se observa una diferencia, siendo incoloros por el método de hidrodestilación, por lo cual se deduce que es propio del método.

3.7.2. Características físicas

Los resultados del índice de acidez, densidad relativa y índice de refracción se muestran en la siguiente Tabla III-12, junto a otros datos de bibliografía.

Tabla III-12 Comparación de las características físicas del aceite esencial de mandarina

Características	Aceite obtenido	Datos Bibliográficos	
		Arrastre por vapor	Prensado en frío
Índice de acidez (mg KOH)	0,38	-	Max. 0,2
Densidad g/ml (20°)	0,8143	0,8475	0,840 a 0,860
Índice de refracción (20°)	1,4721	1,4768	1,470 a 1,478

Fuente: (Valdez Jiménez, 2017); (Organización Internacional de Normalización, 2020)

Analizando la Tabla III-12 se observa que existe similitud con el índice de refracción a excepción de la densidad y el índice de acidez, esto se podría deber a que es una característica adquirida por el método de extracción y la variedad específica de mandarina usada.

El informe brindado por el CEANID se encuentra en la sección de Anexos A-2.

3.7.3. Composición química

La composición química del aceite esencial de cáscara de mandarina se la determina a través de un análisis de cromatografía gaseosa como se indicó en el capítulo II. Dicho análisis registra el componente mayoritario para el aceite esencial de cáscara de

mandarina obtenido en Tarija. Los resultados de laboratorio del perfil cromatográfico se encuentran en la sección de Anexos A-3.

En la Tabla III-13 se muestra el componente mayoritario del aceite esencial de cáscara de mandarina obtenido y datos de bibliografía para realizar una comparación.

Tabla III-13 Comparación Perfil Cromatográfico del aceite esencial de mandarina

	Aceite obtenido	Datos Bibliográficos	
Componente	% Abundancia	% Abundancia Arrastre por vapor	% Abundancia ISO 21631 (prensado en frío)
limoneno	94,51	90,8%	90-97%

Fuente: (Valdez Jiménez, 2017); (Organización Internacional de Normalización, 2020)

Al comparar los resultados experimentales con resultados de otras experiencias se observa que en el aceite esencial obtenido efectivamente el componente mayoritario es el limoneno, usando la norma ISO 21631, se observa que el porcentaje de contenido de limoneno esta por dentro del rango permitido que caracteriza a un aceite esencial de calidad. De tal modo se concluye que no existe una gran variación de la composición del aceite respecto al método utilizado de hidrodestilación asistida por microondas.

3.8. Balance de materia y energía

En el proceso de extracción del aceite esencial de cáscara de mandarina, es necesario realizar un balance de materia y energía para poder contabilizar los flujos de materia y energía, con la finalidad de tener conocimiento de los caudales másicos de todas las corrientes que intervienen en el proceso de extracción como así las necesidades energéticas del mismo.

Durante el proceso de extracción de los 16 experimentos en el diseño factorial se registraron una serie de datos que nos servirán para realizar el balance de materia y energía. Para ello se utilizará solo los datos del ensayo en el que se obtuvo el mayor rendimiento de aceite esencial, con el fin de tener resultados óptimos.

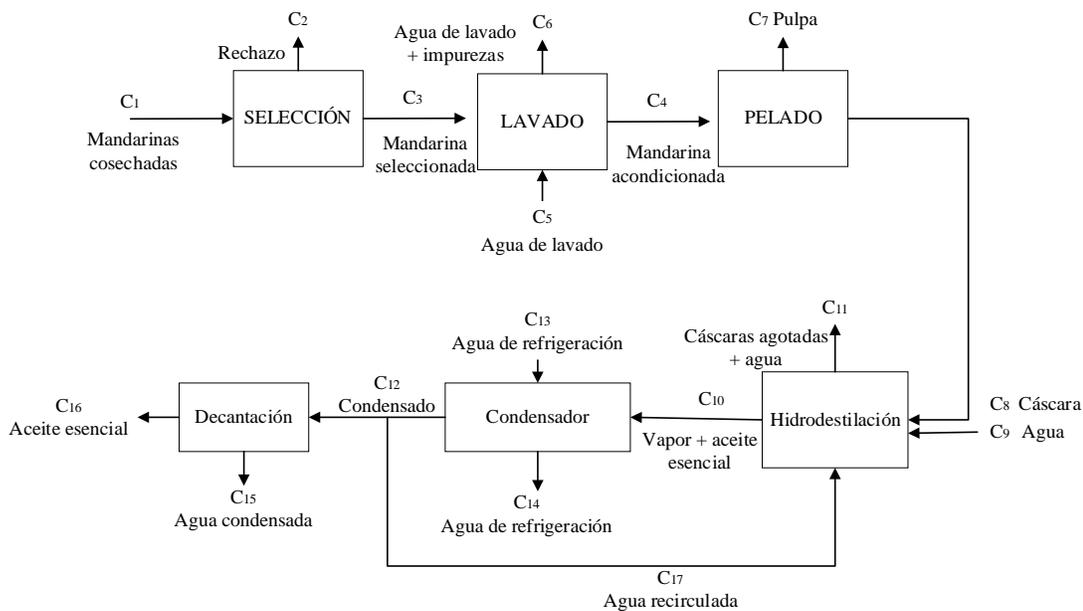
El ensayo de mayor rendimiento es el que se obtuvo 1,1 ml de aceite esencial con 200 g de cáscara de mandarina a una relación de 1:4 de cáscara y agua, con un tiempo de extracción de 22 min a una potencia de 70%.

Tabla III-14 Datos de la extracción que presenta el mejor rendimiento

Tiempo de extracción	22 min
Masa de cáscara	200 g
Volumen agua de extracción	800 ml
Caudal de agua de refrigeración	1,46 L/min
Aceite esencial extraído	1,1 ml
Mezcla aceite esencial e hidrolato	18 ml
Densidad del aceite esencial	0,8143 g/ml
Vapor condensado	42 ml
Volumen de agua de lavado	10 L
Temperatura inicial en el hidroddestilador	17 °C
Temperatura de entrada del agua de refrigeración	18 °C
Temperatura de salida del agua de refrigeración	20,7 °C
Temperatura de vapores	93 °C
Temperatura de condensados	52 °C
Tiempo muerto de calentamiento	16 min

Fuente: Elaboración propia, 2021

Figura 3-2 Diagrama de Bloques del Proceso Tecnológico Experimental



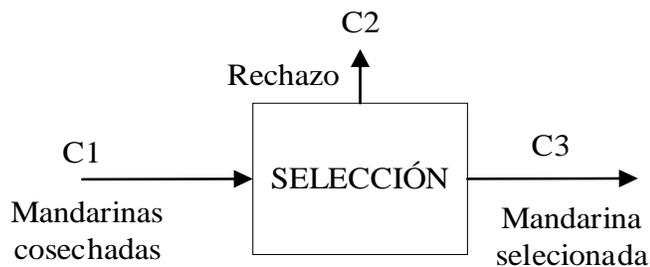
Fuente: Elaboración propia, 2021

3.8.1. Balance de materia

El balance de materia se completa haciendo uso de los datos registrados en la Tabla III-14 y de las ecuaciones necesarias para encontrar los valores de las corrientes que no se conocen.

Balance en la etapa de selección

Se tiene como dato que la corriente de $C_8 = 200$ g y el porcentaje en peso de cáscara en cada fruta es de 26,79%.



Se considera un 0,1% de suciedad en la mandarina, la corriente C_3 se la calcula mediante la siguiente ecuación:

$$C_3 = \frac{100 * C_8}{26,79} * 1,01 = \frac{100 * 200g}{26,79} * 1,01 = 754,01 g$$

Se tiene como rechazo un 4%.

$$C_1 = C_2 + C_3 \quad (1)$$

$$C_2 = C_1 * 0,04 \quad (2)$$

Remplazando Ecuación 2 en 1

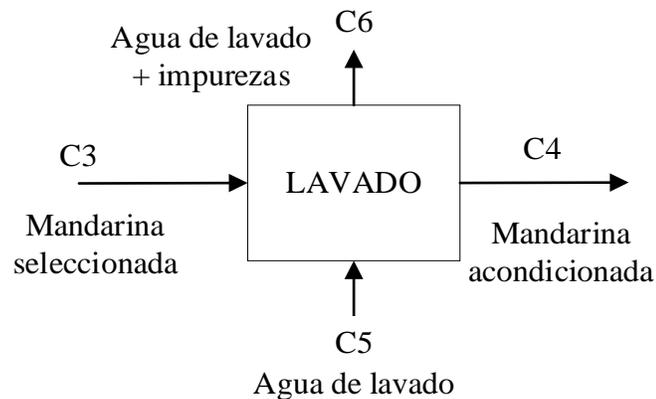
$$C_1 = C_1 * 0,04 + C_3 \quad (3)$$

Despejando C_1 se obtiene:

$$C_1 = \frac{C_3}{1 - 0,04} = \frac{754,01 g}{1 - 0,04} = 785,43 g$$

$$C_2 = C_1 - C_3 = 785,43 g - 754,01 g = 31,42 g$$

Balance en la etapa de lavado



Se Tiene que la corriente $C_5 = 10 L$, considerando una densidad $\rho_{\text{agua}} = 1 g/cm^3$

$$C_5 = 10.000 \text{ g}$$

Considerando 0,1% de suciedad.

$$C_3 + C_5 = C_4 + C_6 \quad (4)$$

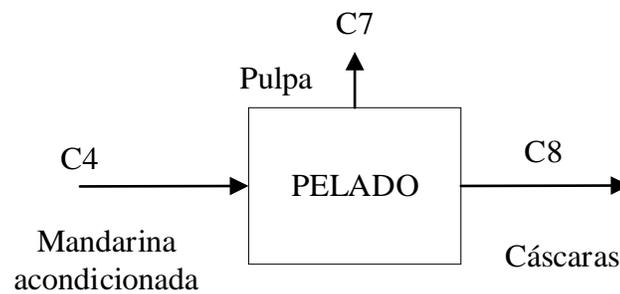
$$C_6 = C_5 + C_3 * 0,01 \quad (5)$$

Remplazando datos en la Ecuación 5 calculamos la corriente C_6 :

$$C_6 = 10.000 \text{ g} + 754,01 \text{ g} * 0,01 = 10.007,54 \text{ g}$$

$$C_4 = C_3 + C_5 - C_6 = 754,01 \text{ g} + 10.000 \text{ g} - 10.007,54 \text{ g} = 746,47 \text{ g}$$

Blance en la etapa de pelado



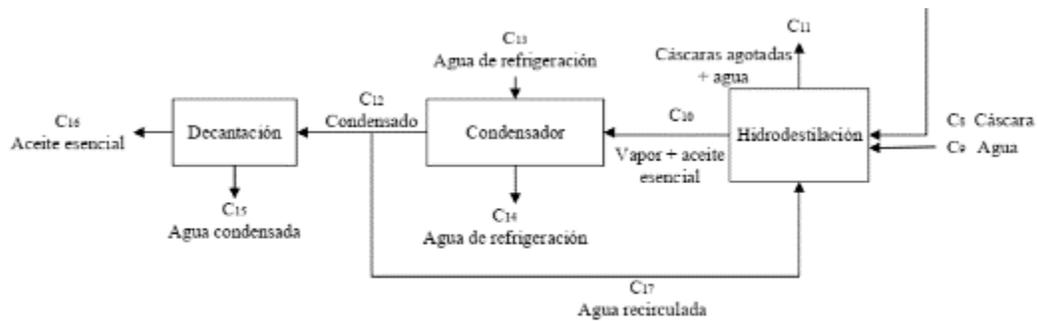
Realizando un balance total se tiene:

$$C_4 = C_8 + C_7 \quad (6)$$

Siendo $C_8 = 200 \text{ g}$, de la Ecuación 6 se calcula C_7 :

$$C_7 = C_4 - C_8 = 746,47 \text{ g} - 200 \text{ g} = 546,47 \text{ g}$$

Balance en la etapa de extracción



Para calcular la corriente C_{11} se hace un balance total de las tres etapas.

$$C_8 + C_9 = C_{15} + C_{16} + C_{11} \quad (7)$$

Se tiene que C_{16} es de 1.1 ml de aceite esencial, conociendo su densidad de $\rho_{\text{aceite}} = 0,8143 \text{ g/cm}^3$

$$C_{16} = V_{\text{aceite}} * \rho_{\text{aceite}} = 1.1 \text{ ml} * 0,8143 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 0,90 \text{ g}$$

También se tiene como dato conocido C_{15} y C_9 , siendo un volumen de agua condensada de 16.9 ml y 800ml respectivamente, considerando una densidad $\rho_{\text{agua}} = 1 \text{ g/cm}^3$, se tiene $C_{15} = 16,9 \text{ g}$ y $C_9 = 800 \text{ g}$

Remplazando datos en la Ecuación 7 se obtiene la corriente C_{11} .

$$C_{11} = C_8 + C_9 - C_{15} - C_{16} = 200 \text{ g} + 800 \text{ g} - 16,9 \text{ g} - 0,90 \text{ g} = 982,20 \text{ g}$$

Para determinar la corriente de recirculación C_{17} se hace uso de las siguientes ecuaciones:

$$C_{10} = C_{12} \quad (8)$$

$$C_{17} = C_{12} - C_{15} - C_{16} \quad (9)$$

Se tiene como dato conocido $C_{12} = 42 \text{ ml}$, donde 1.1ml son aceite esencial y el resto agua. Entonces considerando una densidad $\rho_{\text{agua}} = 1 \text{ g/ml}$ se tiene:

$$C_{12} = 40,9 \text{ ml} * 1 \frac{\text{g}}{\text{ml}} + 1,1 \text{ ml} * 0,8143 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 41,80 \text{ g}$$

Haciendo uso de la Ecuación 9 se obtiene la corriente de recirculación.

$$C_{17} = 41,80 \text{ g} - 16,9 \text{ g} - 0,80 \text{ g} = 24,1 \text{ g}$$

La corriente de agua de refrigeración se la calcula mediante el tiempo de extracción y el caudal. Siendo la corriente entrada igual a la salida se tiene:

$$C_{13} = C_{14} = Q * t_{\text{extraccion}} = 1,46 \frac{\text{L}}{\text{min}} * 22 \text{ min} = 32,15 \text{ L} = 32,15 \text{ kg}$$

A continuación, en la Tabla III-15 se presentan los resultados del balance de materia de manera resumida.

Tabla III-15 Resultados del balance de materia

Corriente	Contenido	Masa
C1	Mandarinas	785,43 g
C2	Mandarinas rechazadas	31,42 g
C3	Mandarina seleccionada	754,01 g
C4	Mandarina acondicionada	746,47 g
C5	Agua de lavado	10.000 g
C6	Agua de lavado + impurezas	10.007,54 g
C7	Pulpa	546,47 g
C8	Cáscaras	200 g
C9	Agua de extracción	800 g
C10	Vapor + aceite esencial	41,80 g
C11	Cáscaras agotadas + agua	982,20 g
C12	Condensados	41,80 g
C13	Entrada de Agua de refrigeración	32,15 kg
C14	Salida de Agua de refrigeración	32,15 kg
C15	Agua condensada	16,9 g
C16	Aceite esencial	0,90 g
C17	Agua recirculada	24,1 g

Fuente: Elaboración propia, 2021

3.8.2. Balance de energía

Para el balance energético del proceso de hidrodestilación, es necesario tomar en consideración los factores que afectan la velocidad del calentamiento en el producto, así como el calor sensible y latente del agua en el proceso y la energía necesaria para el calentamiento de la biomasa entre otras variables como se muestra en las ecuaciones 10-19.

$$Q_{\text{cedido}} = Q_{\text{ganado}} \quad (10)$$

El calor de energía necesario Q_{ganado} para realizar esta operación está compuesto por cuatro términos.

a) Energía consumida para calentar el agua hasta la temperatura de ebullición más la necesaria para generar el vapor.

$$Q_{\text{H}_2\text{O}} = Q_{\text{sensible}} + Q_{\text{latente}} \quad (11)$$

$$Q_{\text{sensible}} = m_{\text{agua}} c_{p_{\text{agua}}} (T_f - T_i) \quad (12)$$

Donde Q_{sensible} es el calor absorbido por el agua, m_{agua} es la masa de agua, $c_{p_{\text{agua}}}$ es la capacidad calorífica del agua, T_f es temperatura final del agua y T_i es la temperatura inicial del agua, la capacidad calórica del agua fue a partir de tablas generales (Felder & Rousseau, 2004)

$$Q_{\text{latente}} = m_{\text{vapor}} \lambda_{\text{vapor}} ; \lambda = h_v - h_l \quad (13)$$

Donde m_{vapor} es la masa de agua vaporizada, λ es el calor latente de vaporización del agua. El calor latente de vaporización del agua fue a partir de tablas generales (Felder & Rousseau, 2004)

b) Energía para calentamiento de la planta aromática (Q_{ac}):

$$Q_{\text{ac}} = m_{\text{cáscara}} c_{p_{\text{cáscara}}} (T_f - T_i) \quad (14)$$

Donde Q_{ac} es el calor absorbido por la cáscara en base seca, $Cp_{cáscara}$ es la capacidad calorífica de la cáscara, T_f es temperatura final alcanzada por la cáscara y T_i es la temperatura inicial de la cáscara.

c) Energía para calentamiento del hidroddestilador (Q_{hidro}):

$$Q_{hidro} = m_{hidro} Cp_{hidro} (T_f - T_i) \quad (15)$$

Donde Q_{hidro} es el calor absorbido por el balón del hidroddestilador, Cp_{hidro} es la capacidad calorífica del material del balón (vidrio de borosilicato), T_f es temperatura final alcanzada por el hidroddestilador y T_i es la temperatura inicial. El Cp_{hidro} agua fue a partir de tablas generales (Lienhard & Lienhard, 2020)

d) El flujo del calor perdido al exterior debido a la convección natural:

$$Q_{perdido} = haAD(t - t_{\infty}) \quad (16)$$

Donde el calor perdido por convección en las pérdidas del horno se desprecia.

Por lo tanto, la energía necesaria es calculada como la suma de las energías anteriores con respecto de un tiempo de operación:

$$Q_{cedido} = Q_{ac} + Q_{H_2O} + Q_{hidro} + Q_{perdido} \quad (17)$$

Tomando en cuenta que la energía perdida es mínima o nula se tiene que:

$$Q_{cedido} = Q_{ac} + Q_{H_2O} + Q_{hidro} \quad (18)$$

$$Q_{cedido} = Q_{ac} + (cp_{agua} m_{agua} \Delta T + m_{vapor} \lambda) + m_{hidro} Cp_{hidro} \Delta T \quad (19)$$

Para calcular la energía necesaria que se necesita para vaporizar el aceite esencial se considera:

Potencia de salida del horno de microondas: 700 W

Porcentaje de potencia de operación: 70%

Tiempo operación: 22 min

Rango de temperatura: 17-93 °C

Al encontrarse el lugar de estudio a una altura de 1.857 m.s.m, la ebullición del agua es a una temperatura de 93 °C.

Mediante la definición de potencia se calcula el Q_{cedido} :

$$E = P * t \quad (20)$$

Donde:

E: energía en joule (kW-h)

t: tiempo en segundos (h)

P: potencia en watt (kW)

Tenemos que la potencia que genera el microondas representa el 70% de la potencia de salida, por lo tanto, tenemos:

$$P = 700 \text{ W} * 70\% = 490 \text{ W}$$

La energía consumida por el horno de microondas en el tiempo de funcionamiento es:

$$E = 0,49 \text{ kW} * 0,367 \text{ h} = 0,18 \text{ kW-h}$$

Considerando que 1 kW-h es equivalente a 3.600 kJ, se tiene que la energía que irradia el microondas es:

$$E = Q_{cedido} = 0,18 \text{ kW-h} * 3.600 \frac{\text{kJ}}{\text{kW-h}} = 648 \text{ kJ}$$

Para determinar la masa de agua líquida se hace una sumatoria del agua añadida en el hidrodestilador y el agua contenida en la biomasa, tomando en cuenta que la humedad de la cáscara de los análisis realizados se tiene que es de 68,51%.

$$M_{\text{H}_2\text{O}} = 800 \text{ g} + 200 \text{ g} * 0,6851 = 937,02 \text{ g}$$

Haciendo uso de la Ecuación 11 y tomado en cuenta una masa de agua vaporizada de 42 g, siendo esta una mezcla de agua y aceite, se considera que el contenido de aceite no afecta las propiedades del agua.

$$Q_{H_2O} = \left(937,02 \text{ g} * 4,185 \frac{\text{J}}{^{\circ}\text{C} \cdot \text{g}} * (93 \text{ }^{\circ}\text{C} - 17 \text{ }^{\circ}\text{C}) \right) + \left(42 \text{ g} * 2.256,66 \frac{\text{J}}{\text{g}} \right)$$

$$Q_{H_2O} = 94.779,72 \text{ J} = 94,78 \text{ kJ}$$

Para el cálculo del calor absorbido por el hidroddestilador se hace uso de la Ecuación 15, tomando en cuenta una masa de 587 g para el balón del hidroddestilador.

$$Q_{\text{hidro}} = 587 \text{ g} * 0,753 \frac{\text{J}}{^{\circ}\text{C} \cdot \text{g}} * (93 \text{ }^{\circ}\text{C} - 17 \text{ }^{\circ}\text{C})$$

$$Q_{\text{hidro}} = 33.592,84 \text{ J} = 33,59 \text{ kJ}$$

Usando la Ecuación 17, obtenemos el calor necesario para el calentamiento de la biomasa:

$$Q_{\text{ac}} = 648 \text{ kJ} - 33,59 \text{ kJ} - 94,78 \text{ kJ}$$

$$Q_{\text{ac}} = 519,63 \text{ kJ}$$

Se obtiene del balance que la energía necesaria para separar 1,1 ml de aceite esencial es de 519,63 kJ.

Los cálculos del balance de energía en el condensador son:

Calor cedido por el vapor al condensarse:

$$Q_{\text{cedido}} = m_{\text{vapor}} * \lambda_{\text{vapor}} + m_{\text{vapor}} * C_p * (T_v - T_c) \quad (21)$$

Considerando que el contenido de aceite esencial en la masa total de vapores condensados no afecta a la capacidad calorífica, siendo $m_{\text{vapor}} = 41,80 \text{ g}$ (determinado en la etapa de extracción del balance de materia)

$$Q_{\text{cedido}} = 41,80 \text{ g} * 2.256,66 \frac{\text{J}}{\text{g}} + 41,80 \text{ g} * 4,185 \frac{\text{J}}{^{\circ}\text{C} \cdot \text{g}} * (93 \text{ }^{\circ}\text{C} - 52 \text{ }^{\circ}\text{C})$$

$$Q_{\text{cedido}} = 101.500,64 \text{ J}$$

Calor recibido por el agua de refrigeración:

$$Q_{\text{ganado}} = m_{\text{agua ref}} * C_p * (T_f - T_i) \quad (22)$$

Se calcula el volumen del agua del refrigerante con los datos de caudal y tiempo de extracción.

$$V = Q * t \quad (23)$$

Teniendo en cuenta que existe un tiempo en la extracción hasta la generación de vapores. Siendo el tiempo muerto de 16 min, por lo tanto, el tiempo a emplear en la fórmula es de 6 min, siendo el periodo de tiempo en donde se genera los vapores.

Aplicando la Ecuación 23 se tiene:

$$V = 1,46 \frac{\text{L}}{\text{min}} * 6 \text{ min} = 8,76 \text{ L}$$

Considerando la densidad del agua 1 kg/L, se calcula la masa del agua del refrigerante.

$$m_{\text{agua ref}} = \rho_{\text{agua}} * V$$

$$m_{\text{agua ref}} = 1 \frac{\text{kg}}{\text{L}} * 8,76 \text{ L} = 8,76 \text{ kg} = 8.76 \text{ g}$$

Haciendo uso de la Ecuación 22 se obtiene el calor ganado:

$$Q_{\text{ganado}} = 8.76 \text{ g} * 4,185 \frac{\text{J}}{^{\circ}\text{C} \cdot \text{g}} * (20,7 ^{\circ}\text{C} - 18 ^{\circ}\text{C})$$

$$Q_{\text{ganado}} = 98.983,62 \text{ J}$$

A continuación, en la Tabla III-16 se presentan los resultados del balance de materia de manera resumida.

Tabla III-16 Resultados del balance de energía

Término	Valor
Potencia del microondas al 70% (P)	490 W
Energía cedida por el microondas (E)	648 kJ
Energía consumida por el agua de extracción (Q_{H_2O})	94,78 kJ
Calor absorbido por el hidroddestilador (Q_{hidro})	33,59 kJ
calor necesario para el calentamiento de la biomasa (Q_{ac})	519,63 kJ
Calor cedido por el vapor al condensarse (Q_{cedido})	101.500,64 J
Calor recibido por el agua de refrigeración (Q_{ganado})	98.983,62 J

Fuente: Elaboración propia, 2021

3.9. Consumo de Energía

El consumo de energía para obtener aceite esencial de la cáscara de mandarina, fue calculado según la Ecuación 20, que considera: potencia de entrada del microondas y tiempo de extracción, considerándose estos dos en el ensayo que se extrae la mayor cantidad de aceite esencial según lo señalado en la Tabla III-3.

Para calcular el consumo de energía eléctrica se considera:

Potencia de entrada del microondas: 1,2 kW

Tempo de extracción: 22 min = 0.367 h

Consumo eléctrico = 1,2 kW * 0,367 h

Consumo eléctrico = 0,44 kW-h

Para la extracción de 1.1 ml de aceite esencial se tiene un consumo de energía eléctrica de 0,44 kW-h.

3.10. Emisión de CO₂

El impacto ambiental se estimó calculando la cantidad de CO₂ emitida.

Tomando en cuenta que en Bolivia se considera que se emite 0.6 kg de CO₂ por kW-h generado (promedio anual generado por central termoeléctrica con gas natural).

(Energetica.org.bo)

$$\text{Emisión CO}_2(\text{kg}) = \text{consumo de energía (kW-h)} * 0,6 \quad (24)$$

Para la emisión de CO₂ por gramo de aceite esencial se aplicó la Ecuación 12

$$\begin{aligned} \text{Emisión CO}_2 \text{ específico} \\ (\text{g/g aceite esencial}) \end{aligned} = \frac{\text{emisión CO}_2(\text{g})}{\text{Masa se aceite esencial extraído (g)}} \quad (25)$$

Usando las ecuaciones 24 y 25, obtenemos:

$$\text{Emisión CO}_2 = 0.44 * 0.6 = 0,264 \text{ kg} = 264 \text{ g}$$

$$\text{Emisión CO}_2 \text{ específico (g/g aceite esencial)} = 264 \text{ g CO}_2 / 0,896 \text{ g aceite}$$

$$\text{Emisión CO}_2 \text{ específico (g/g aceite esencial)} = 294,64 \text{ g CO}_2 / \text{g aceite}$$

CAPÍTULO IV

IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

4.1. Conclusiones

- El contenido de aceite en la cáscara de mandarina según el estudio realizado a las distintas variedades utilizadas, demostró que cuando mayor es el grosor de la cáscara (epicarpio y mesocarpio) de la mandarina mayor es el contenido del aceite esencial.
- En la caracterización de la cáscara de mandarina japonesa, se obtuvo como resultado según el informe del análisis de laboratorio, humedad 68,51%, ceniza 1,16%, fibra 2,47% y proteína 2,5%.
- El análisis estadístico realizado en el programa SPSS 25 sobre la influencia de las diferentes variables de operación, demostró que las interacciones entre las variables (potencia de microondas, tiempo de extracción y relación cáscara/agua) influyen significativamente sobre el rendimiento expresado en volumen de aceite esencial/masa de cáscara de mandarina húmeda.
- Mediante los resultados obtenidos en el desarrollo de la parte experimental, se pudo determinar que las condiciones óptimas de operación a emplear para la extracción del aceite esencial de mandarina, son trabajar a una potencia de 70%, un tiempo de 22 min de extracción y una relación de cáscara / agua de 1:4.
- Realizando la comparación del rendimiento del proceso de extracción de hidrodestilación asistida por microondas con otras experiencias de diferentes autores, demuestra que la extracción asistida por microondas presenta mayor rendimiento, siendo el mayor rendimiento obtenido en este trabajo con un valor de 0,55%.
- La determinación de los parámetros fisicoquímicos del aceite esencial obtenido (Índice de acidez 0,38; índice de refracción 1,4721; densidad relativa 0,8143), fueron comparados con los resultados referenciales, donde se observa que el índice de refracción tiene un valor muy similar a datos registrados por otras experiencias.

En cuanto a la densidad y el índice de acidez se observó una pequeña diferencia en comparación a otros métodos de extracción.

- El análisis organoléptico de aceite esencial muestra similitud entre la apariencia y olor, en cuanto al color del aceite esencial esto no ocurre, ya que el aceite esencial extraído es incoloro en comparación con resultados de diferentes métodos de extracción realizados por distintos autores, se deduce que esta característica adquirida por el aceite esencial es propia del método de hidrodestilación asistida por microondas.
- El análisis cromatográfico del aceite esencial mostró el componente mayoritario del aceite esencial obtenido es el limoneno con una composición del 94,51%.
- Mediante el balance de energía se determinó que la energía necesaria para poder extraer 1,1 ml de aceite esencial es de 519,63 kJ.
- El impacto generado al medio ambiente por la operación unitaria empleada teniendo en cuenta el gasto de 0,44 kW-h se tiene una huella de carbono de 264 g de CO₂.

4.2. Recomendaciones

- El recomendable realizar la recirculación del agua del refrigerante, ya que el caudal y el gradiente de temperatura al no ser elevados posibilita el uso de una bomba.
- Para posteriores investigaciones se deja abierto la posibilidad de utilizar otras variables, como ser el tamaño de partícula del material vegetal y la humedad de la misma, con el fin de optimizar el proceso de extracción de aceites esenciales.

De igual forma esta la posibilidad de realizar la extracción sin uso de disolvente.

- Es recomendable realizar en paralelo la hidrodestilación convencional, con el fin de comparar resultados entre ambos procesos de extracción.
- Se recomienda la optimización de algunas partes del equipo, una de ellas es la apertura de salida de la boca del balón de extracción, con el fin de lograr un cierre hermético y evitar posibles fugas de microondas, el cual repercutiría en el costo energético.