

CAPITULO I
MARCO TEORICO

1.1. TEORÍA BÁSICA DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO.

Según la variedad del material vegetal, parte de la planta que se empleara y la estabilidad del aceite esencial que se pretenda obtener, se emplean diversos procedimientos físicos y químicos de extracción, donde su correcta aplicación es lo que determine la calidad del producto final. Sin embargo, en materia de rendimiento es importante establecer que ninguna cantidad de mejoras en los aspectos tecnológicos compensará la mala calidad del material vegetal. Dependiendo de estas variables, se tienen diversas técnicas de extracción, como se muestran en la Tabla II-1 (SENA., 2005).

Tabla II-1. Métodos de extracción de Aceites Esenciales

TIPO DE METODO	PROCEDIMIENTO	PRODUCTOS OBTINIDOS
1.1.1. Métodos directos	1.1.1.1. Raspado	Aceites esenciales cítricos
	1.1.1.2. Exudación	Gomas, resinas, bálsamos
1.1.2. Destilación	1.1.2.1. Destilación por arrastre con vapor de agua	Aceites esenciales y aguas aromáticas
	1.1.2.2. Destilación con agua o hidrodestilación	
	1.1.2.3. Destilación agua - vapor o vapor húmedo	
	1.1.2.4. Destilación previa maceración	
	1.1.2.5. Destilación al vacío.	
	1.1.2.6. Destilación molecular	
1.1.3. Extracción Con solventes	1.1.3.1. Maceración en grasa	Infusiones y resinoides alcohólicos
		Concretos y absolutos
	1.1.3.2. Extracción con solventes volátiles	Absolutos de pomadas
	1.1.3.3. Extracción por Fluidos Supercríticos (EFS)	Absolutos de enfloracion
1.1.3.4. enfloracion o enfleurage		

Fuente: (SENA., 2005).

1.1.1. Métodos directos.

Los métodos directos se aplican principalmente a los cítricos, porque sus aceites están presentes en la corteza de la fruta, y el calor de los métodos de destilación puede alterar su composición (SENA,. 2005).

El aceite de los cítricos está contenido en numerosas celdas del epicarpio. Al exprimir la corteza tales celdas se rompen y liberan el aceite, el cual se recoge inmediatamente para evitar que sea absorbido por la corteza esponjosa que resulta después de este tipo de procesos (SENA, 2005).

Los fenómenos que ocurren durante la extracción del aceite se clasifican en varias etapas:

- Laceración de la epidermis y de las celdas que contienen la esencia.
- Generación en la cáscara de áreas con presión mayor que sus circundantes a través de las cuales el aceite fluye al exterior.
- Abrasión de la cáscara, con la formación de pequeñas partículas de la raspadura.

1.1.1.1. Raspado

Que se realiza en algunos de los equipos en este procedimiento, sale la esencia ya liberada, mientras que en otros se obtienen raspaduras las cuales son comprimidas.

1.1.1.2. Exudación

Este procedimiento se utiliza básicamente para aislar las gomorresinas de árboles y arbustos.

1.1.2. Destilación

Consiste en separar por calentamiento, en alambiques u otros vasos, sustancias volátiles que se llaman esencias, relativamente inmiscibles con el agua, de otras más fijas, enfriando luego su vapor para reducirlas nuevamente a líquido (SENA,. 2005).

Como la mayor la de los aceites esenciales son una mezcla de compuestos volátiles, que cumplen la ley de Raoult, lo que representa que a una temperatura dada, la presión total del vapor ejercida por el aceite esencial, será la suma de las presiones del vapor de sus componentes individuales, por lo que durante el proceso de la destilación de vapor, la vaporización del aceite ocurre a una temperatura menor que la del punto de ebullición del agua (SENA,. 2005).

1.1.2.1. Destilación por arrastre con vapor de agua

Es el proceso más común para extraer aceites esenciales, más no es aplicable a flores ni a materiales que se apelmazan. En esta técnica se aprovecha la propiedad que tienen las moléculas de agua en estado de vapor de asociarse con moléculas de aceite.

La extracción se efectúa cuando el vapor de agua entra en contacto con el material vegetal y libera la esencia, para luego ser condensada. Con el fin de asegurar una mayor superficie de contacto y exposición de las glándulas de aceite, se requiere picar el material según su consistencia. (SENA,. 2005).

Descripción del proceso:

- El vapor de agua se inyecta desde una caldera externa por medio de tubos difusores, ubicados en la parte inferior de la masa vegetal que se coloca sobre una parrilla interior de un tanque extractor. (SENA,. 2005).

- El vapor de agua provoca que los aceites esenciales se difundan desde las membranas de la célula hacia fuera. Los vapores de agua y aceite esencial que salen, se enfrían hasta regresar a la fase líquida, y se separan en un decantador. (SENA,. 2005).

- **Desventaja:** Pueden ocurrir procesos colaterales como polimerización y resinificación de los terpenos; así como hidrólisis de ésteres y destrucción térmica de algunos componentes.

- **Ventajas:** Energéticamente es más eficiente, se tiene un mayor control de la velocidad de destilación, existe la posibilidad de variar la presión del vapor, y el método satisface mejor las operaciones comerciales a escala, al proveer resultados más constantes y reproducibles. (SENA,. 2005).

1.1.2.2. Destilación con agua o hidrodestilación.

Consiste en poner a hervir agua, bien sea por fuego directo, camisa de vapor o camisa de aceite, en la cual se ha sumergido previamente el material vegetal, preferiblemente en polvo, con el objeto de que el vapor de agua ejerza su acción en el mayor número posible de partículas vegetales. (SENA,. 2005)

Similar al arrastre con vapor, el vapor producido arrastra los aceites esenciales hasta otro recipiente donde se condensan y se separan.

Éste sistema de extracción tiene el inconveniente de que la temperatura que se emplea provoca que algunos compuestos presentes en las plantas se degraden y se pierdan.

El material vegetal aromático siempre debe encontrarse en contacto con el agua, para así evitar el sobrecalentamiento y la carbonización del mismo. Debe mantenerse en constante agitación para evitar que se aglomere o sedimente al adherirse a las paredes del recipiente, lo cual puede provocar también su degradación térmica (SENA,. 2005).

Dado que generalmente no es posible colocar suficiente agua para sostener todo el ciclo de destilación, se han diseñado equipos que presentan un tubo de cohobación lateral que permite el retorno de agua hacia el recipiente de destilación (SENA,. 2005).

En general, los aceites producidos por destilación en agua son de menor calidad por las siguientes razones:

- Algunos componentes son sensibles a la hidrólisis, mientras que otros, son susceptibles de polimerización.
 - Los compuestos oxigenados tienden a ser parcialmente solubles en el agua de destilación, por lo que es imposible la remoción completa de estos compuestos.
 - Los tiempos requeridos de destilación son demasiado largos, lo cual se asocia a un detrimento de la calidad del aceite obtenido.
- **Ventajas:** Involucran un bajo costo de fabricación del equipo y su operación no requiere de servicios de energía eléctrica, instalaciones auxiliares para la generación de vapor, aire u otros.
- **Desventajas:** Algunas de las desventajas son:
- La extracción del aceite volátil es incompleta, ofrece una menor eficiencia energética con respecto a la destilación con vapor o vapor/agua y es aplicable sólo cuando las cargas son relativamente pequeñas.
 - Por ser un sistema particularmente empleado en zonas rurales, se realiza como un arte y normalmente no se opera bajo condiciones óptimas de tiempo y temperatura.

1.1.2.3. Destilación agua - vapor o vapor húmedo.

Este procedimiento comúnmente se utiliza en el agro para destilar especialmente hierbas y hojas. El material se coloca sobre una parrilla, y luego, entre el fondo y la parrilla se coloca el agua, hasta un nivel un poco inferior a la parrilla. Cuando se dispone de poca agua, el agua que sale con el aceite esencial en la primera extracción, se recircula al extractor para sostener el proceso de destilación (cohobación) (SENA., 2005).

El calentamiento se puede efectuar desde una fuente externa o dentro del propio cuerpo del extractor. El vapor de agua producido, se satura, atraviesa el material que se encuentra sobre la parrilla y provoca el arrastre de la esencia, no existiendo peligro de sobrecalentamiento del material vegetal, tal como ocurre en la hidrodestilación.

Se debe prevenir el recalentamiento que produce un olor desagradable en el aceite, y acanalar el vapor generado, de manera que se distribuya uniformemente en el alambique. Aunque este sistema mejora la calidad del aceite obtenido por hidrodestilación, y además tiene aplicación en el trabajo experimental, no es conveniente para ninguna destilación comercial (SENA., 2005).

1.1.2.4. Destilación previa maceración

El método se aplica para extraer el aceite de semilla de almendras amargas, bulbos de cebolla, bulbos de ajo, semillas de mostaza y hojas de corteza de abedul. En el caso de plantas aromáticas, la maceración en agua caliente se emplea para favorecer la separación de su aceite esencial, ya que sus componentes volátiles están ligados a componentes glicosilados (SENA., 2005).

1.1.2.5. Destilación al vacío.

Se han diseñado sistemas para aislar constituyentes del aceite esencial, el cual se basa en sus diferentes puntos de ebullición. La mayor ventaja de este método, es la mínima probabilidad de descomposición de los aceites esenciales y formación de compuestos no deseados, debido a las bajas temperaturas de trabajo (SENA,. 2005).

1.1.2.6. Destilación Molecular.

Este método se utiliza para la obtención de productos coloreados, más estables y la recuperación de las notas más delicadas que caracterizan los aceites esenciales. Se basa en una destilación del material entre 10,3 a 10,6 psi, cuyo producto se procesa con diversos solventes orgánicos, que luego se separan y recuperan, obteniendo en cada fase orgánica compuestos determinados del aceite esencial según su afinidad frente al solvente (SENA,. 2005).

1.1.3. Métodos de extracción con solventes.

1.1.3.1. Maceración en grasa.

Es un método de extracción con grasa caliente basado en sumergir los pétalos de flores en la grasa, y luego extraer las esencias con alcohol. Este método se ha reemplazado por completo por la extracción con disolventes orgánicos (SENA,. 2005).

1.1.3.2. Extracción con solventes volátiles.

Se basa en la facilidad de los disolventes orgánicos para penetrar en el material vegetal y disolver sus aceites volátiles, debido a las diferencias de punto de ebullición entre el aceite esencial y el solvente. Tiene la ventaja de trabajar a temperaturas bajas, por lo que no provoca la termodestrucción ni alteración química de los componentes del aceite. Además ofrece la posibilidad de separar componentes individuales y/o presentes en poca cantidad (SENA,. 2005).

Se utiliza a escala de laboratorio pues a escala industrial resulta costoso por el valor comercial de los solventes. Se obtienen esencias impurificadas con otras sustancias (algunas veces tóxicas). La muestra seca y molida se pone en contacto con solventes tales como éter de petróleo, pentano, éter etílico, alcohol, cloroformo. Estos solventes solubilizan la esencia y extraen otras sustancias tales como ácidos grasos, ceras y pigmentos. Que se pueden separar por destilación controlada (SENA,. 2005).

1.1.3.3. Extracción por Fluidos Supercríticos (EFS).

Consiste en utilizar como material de arrastre sustancias químicas en condiciones especiales de temperatura y presión. El material vegetal se corta en trozos pequeños, se licua y se empaca en una cámara de acero inoxidable por donde se hace circular un líquido supercrítico. Los aceites esenciales se solubilizan y el líquido supercrítico que actúa como solvente extractor se elimina por descompresión progresiva hasta alcanzar la presión y temperatura ambiente. Finalmente se obtiene un aceite puro (SENA,. 2005).

- **Ventajas:** Alto rendimiento, ecológicamente limpio, el solvente se elimina fácilmente y se puede reutilizar, se utilizan para la extracción bajas temperaturas, químicamente no se modifican los componentes de la esencia, reduce los requerimientos de energía de la destilación (SENA,. 2005).

- **Desventajas:** estas son algunas de las desventajas.
 - Ácidos grasos, pigmentos y ceras también pueden ser extraídos junto con el aceite esencial.

 - El equipo requerido es relativamente costoso, ya que se requieren bombas de alta presión y sistemas de extracción que también sean resistentes a las altas presiones.

De todos los solventes supercríticos, el dióxido de carbono es el más investigado, debido a que no es un elemento tóxico ni inflamable, no perjudica la naturaleza y no requiere de un equipo demasiado sofisticado para cumplir su misión de arrastre de aceites esenciales; presenta propiedades fisicoquímicas propias de los gases y los líquidas, lo que lo convierte en un solvente muy versátil en procesos de separación; es posible realizar extracciones selectivas a temperaturas menores de 20 °C y presiones fluctuantes entre 60 y 350 bar. (SENA,. 2005).

1.1.3.4. Enfloración o Enfleurage.

Se emplea para la extracción de esencias de flores delicadas, sensibles al calor y costosas como: rosa, jazmín, azahar, acacia, violeta, y resinas como la mirra.

Los pétalos frescos se ponen en contacto con una delgada capa de grasa y el perfume emitido por las flores se absorbe. Después de dos o tres meses, muchas

capas de grasa se saturan con las moléculas perfumadas del aceite de la flor, el cual se trata con alcohol y luego se destila para obtener la esencia. (SENA,. 2005).

Es un procedimiento muy costoso por la mano de obra. Generalmente se sustituye por la extracción con hexano ligero como solvente. Este método tiene sus ventajas debido a que la extracción de algunas plantas tiene bajo contenido intrínseco del aceite esencial, y otros métodos destruirían estas frágiles esencias (SENA,. 2005).

1.2. CONCEPTOS E IDEAS DE OTROS AUTORES SOBRE EL ACEITE ESENCIAL.

La destilación por arrastre con vapor es una técnica usada para separar sustancias orgánicas insolubles en agua y ligeramente volátiles, de otras no volátiles que se encuentran en la mezcla, como resinas o sales inorgánicas, u otros compuestos orgánicos que no pueden ser arrastrados (Reina M., 2009).

Al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles, su punto de ebullición será la temperatura a la cual la suma de las presiones de vapor es igual a la atmosférica, esta temperatura será inferior al punto de ebullición del componente más volátil (Reina M., 2009).

Si uno de los líquidos es agua (Destilación por arrastre con vapor de agua) y si se trabaja a la presión atmosférica, se podrá separar un componente de mayor punto de ebullición que el agua a una temperatura inferior a 100°C. esto es muy importante cuando el compuesto se descompone a su temperatura de ebullición o cerca de ella (Reina M., 2009).

En general, esta técnica se utiliza cuando los componentes cumplen con las condiciones de ser volátiles, inmiscibles en agua, tener presión de vapor baja y punto de ebullición alta (Reina M., 2009).

❖ **Aceites esenciales.**

En el vegetal, los aceites esenciales están almacenados en glándulas, conductos, sacos, o simplemente reservorios dentro del vegetal, por lo que es conveniente desmenuzar el material para exponer esos reservorios a la acción del vapor de agua. (Reina M., 2009).

Los aceites esenciales son productos naturales aplicados en diferentes industrias, como son la farmacéutica, alimenticia, en perfumería, entre otros usos. Actualmente, se constituyen en productos alternativos para la elaboración de biopesticidas o bioherbicidas. (Reina M., 2009).

La obtención de los aceites esenciales es realizada comúnmente por la tecnología llamada de destilación por arrastre con vapor, en sus diferentes modalidades. La pureza y el rendimiento del aceite esencial dependerán de la técnica que se utilice para el aislamiento. (Reina M., 2009).

❖ **Métodos de extracción de Aceite Esencial**

Cuando se usa vapor saturado o sobrecalentado, generado fuera del equipo principal, ya sea por una caldera, una olla de presión o un matraz adecuado, esta técnica recibe el nombre de “destilación por arrastre con vapor”, propiamente dicha. (Reina M., 2009).

También se puede usar el llamado “método directo”, en el que el material está en contacto íntimo con el agua generadora del vapor. En este caso, se ponen en el mismo recipiente el agua y el material a extraer, se calientan a ebullición y el aceite extraído es arrastrado junto con el vapor de agua hacia un condensador, que enfría la mezcla, la cual es separada posteriormente para obtener el producto deseado. Este método es usado de preferencia cuando el material a extraer es líquido o cuando se utiliza de forma esporádica. (Reina M., 2009).

Una variante de esta última técnica es la llamada “hidrodestilación”, en la que se coloca una trampa al final del refrigerante, la cual va separando el aceite del agua condensada, con lo cual se mejora y se facilita el aislamiento del aceite esencial. También puede montarse como un reflujo, con una trampa de Clevenger para separar aceites más ligeros que el agua. (Reina M., 2009).

El vapor de agua condensado acompañante del aceite esencial es llamado “agua floral” y posee una pequeña concentración de los compuestos químicos solubles del aceite esencial, lo cual le otorga un ligero aroma, semejante al del aceite obtenido. En algunos equipos industriales, el agua floral puede ser reciclada continuamente, o bien, es comercializada como un subproducto (Agua de Colonia, Agua de Rosas, etc.) (Reina M., 2009).

CAPITULO II
PARTE EXPERIMENTAL

2.1 DESCRIPCIÓN Y ANÁLISIS DE MATERIAS PRIMAS.

Las hojas de los eucaliptos poseen, sin excepción, una infinidad de menudísimas glándulas semitransparentes ricas en aceites vegetales, cuyo contenido varía en forma notable, no sólo en cuanto a sus componentes, sino a rendimiento (Lima S., 2005).

Los eucaliptos se caracterizan por tener, cada especie, un aceite diferente al de las otras, siendo además, una mezcla compleja de constituyentes (Lima S., 2005).

Las hojas de eucalipto se las adquiere mediante recolección manual teniendo cuidado de no alterar el producto ni dañar del mismo.

La materia prima se limpia y selecciona las partes que son parte del estudio (hojas); luego se secan, almacenan y así tenemos la materia prima disponible.

Una vez que están limpias las hojas de eucalipto se reducen de tamaño para mejorar el proceso de extracción de aceite esencial, y se procede a su correspondiente extracción de aceite esencial en el Laboratorio de Operaciones Unitarias.

2.2 DISEÑO FACTORIAL.

Estadística es la determinación de factores que causan variación, en el resultado de un proceso de producción o de servicio; la cuantificación del efecto que cada uno de ellos tiene sobre esa variación, y el estudio de la forma en que se combinan

y afectan conjuntamente la variación. Todo esto conforma un experimento, y la manera de llevarlo a cabo es hacer variar los factores que potencialmente influyen sobre un fenómeno, y observar su efecto, de modo de poder determinar si efectivamente son causa de variación. Y si lo son, cuantificar el grado de influencia de cada uno, comparando los efectos que se producen, como respuesta a diferentes cantidades de los factores. (Galbiati J., 2006).

Para realizar la siguiente investigación experimental se plantea un diseño factorial 3k que corresponde a 2 factores y 3 niveles

2.2.1. Factores y niveles del diseño factorial.

- ❖ **Tamaño de la partícula:** esta variable se refiere al tamaño natural de las hojas y a dos tamaños de picado de las hojas de eucalipto (1 cm y 5 cm), estas son variables que modifican a la variable respuesta, el rendimiento de aceite esencial, debido a la superficie de contacto con el vapor.
- ❖ **Tiempo:** esta variable se refiere al tiempo de extracción del aceite esencial de eucalipto para determinar el tiempo optimo, desde el momento en que fluye el vapor de agua por la cámara de destilación que tiene periodos de 40 min, 80 min, 120 min.
- ❖ **Variable respuesta:** es el rendimiento de aceite esencial de eucalipto obtenido.

Por lo cual se concluye que es un diseño factorial 3^2 con dos repeticiones por cada experimento.

2.2.2. Cálculo del número de experimentos y número de combinaciones.

- ❖ **Numero de experimentos:** El proceso tiene como factores a tiempo y tamaño, con tres niveles cada uno, y el número de repeticiones igual a dos, por tanto el número de experimentos será igual a.

$$N_{\text{experimentos}} = N_{\text{niveles}}^{N_{\text{factores}}} * \text{repetición}$$

$$N_{\text{experimentos}} = 3^2 * 2 = 18$$

- ❖ **Numero de combinaciones:** El número de combinaciones es igual a 9 por tratarse de un diseño factorial 3^2 . Se realiza una repetición de todo el proceso; por tanto, el número total de ensayos a realizar serán 18.

En la siguiente tabla se muestra el diseño experimental planteado.

Tabla II-2 número de combinaciones del diseño factorial.

EXP.	TAMAÑO DE HOJAS (cm)	TIEMPO DE EXTRACCION (min)
1	-1	1
REP.	-1	1
2	0	1
REP.	0	1
3	1	1
REP.	1	1
4	-1	0
REP.	-1	0
5	0	0
REP.	0	0
6	1	0
REP.	1	0
7	-1	-1
REP.	-1	-1
8	0	-1
REP.	0	-1
9	1	-1
REP.	1	-1

Fuente: elaboración propia. 2017

2.3 DESCRIPCIÓN DE LOS PROCEDIMIENTOS Y TÉCNICAS EMPLEADOS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS RESULTADOS.

2.3.1. Preparación y Acondicionamiento de las Hojas de Eucalipto para la Extracción de Aceite Esencial.

En este proceso se introduce la materia vegetal seca dentro del extractor, distribuyendo la misma en platos, luego se inyecta vapor por la parte inferior de los platos, hasta formar el equilibrio entre la materia vegetal y el vapor. El aceite esencial junto con el vapor que sube se pasa después a un condensador, obteniendo una solución líquida de aceite esencial y agua que luego en una ampolla de separación, se separan por decantación.

La preparación y acondicionamiento de las hojas de eucalipto se realiza de manera tal que queden libres de impurezas y partes no deseadas para lograr un proceso eficiente, para lo cual se realizan pruebas en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) perteneciente a la carrera de ingeniería química, en el cual se realizan pruebas de extracción de aceite esencial de hojas secas y húmedas (eucalipto). El mejor rendimiento en la extracción de aceite esencial es de las hojas secas de eucalipto.

El secado se realiza de la siguiente manera:

- Separar el material foliar de los tallos.
- Extender el material foliar sobre papel.
- Dejar secar por 7 días en sombra en CN.

2.3.2. Determinación del Porcentaje de Humedad de las Hojas de Eucalipto.

El contenido de humedad de las hojas de eucalipto secas y húmedas se determina por medio del equipo de secado infrarrojo marca Sartorius perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU). de la carrera de ingeniería química, el cual se programó a 105°C para realizar el correspondiente secado durante un tiempo determinado de 10 min.

El procedimiento de secado se detalla a continuación:

- Encender el equipo.
- Introducir el plato de aluminio y tarar.
- Pesar 5 gramos de hojas de eucalipto.
- Iniciar proceso de secado.
- Calculo de la humedad.

2.3.3. Picado de las hojas de eucalipto.

Para la extracción de aceite esencial de eucalipto se realiza un picado de las hojas hasta tres tamaños para optimizar la extracción de aceite esencial.

2.3.4. Equipos y materiales para la extracción de aceite esencial de eucalipto.

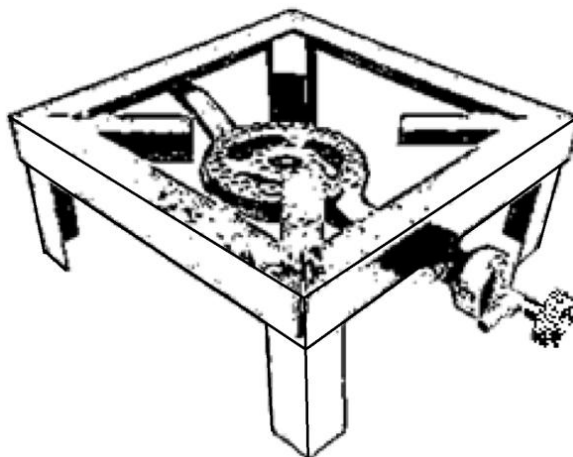
En el proceso de extracción de aceite esencial de eucalipto es un proceso de destilación agua-vapor, en el cual se utilizan los siguientes equipos.

- Cocinilla.
- Equipo de destilación.
- Condensador

2.3.5. Cocinilla

Para generar vapor, es necesario que el agua alcance su punto de ebullición por lo cual es necesario calor. Para esto empleamos una cocinilla de una hornalla que funciona con gas natural o de garrafa, que pertenece al Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la carrera de ingeniería química.

Figura 2.1. Cocinilla a gas natural o de garrafa



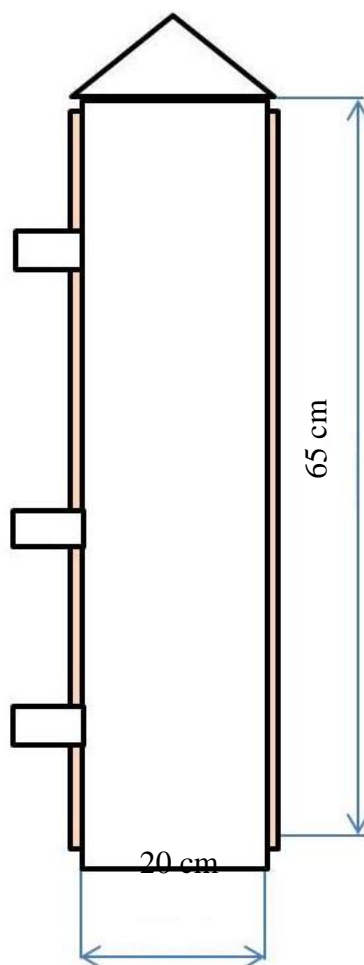
Fuente: elaboración propia.2017.

2.3.6. Torre de Destilación

La destilación por arrastre de vapor es una técnica de destilación que permite la separación de sustancias insolubles en H₂O y ligeramente volátiles de otros productos no volátiles.

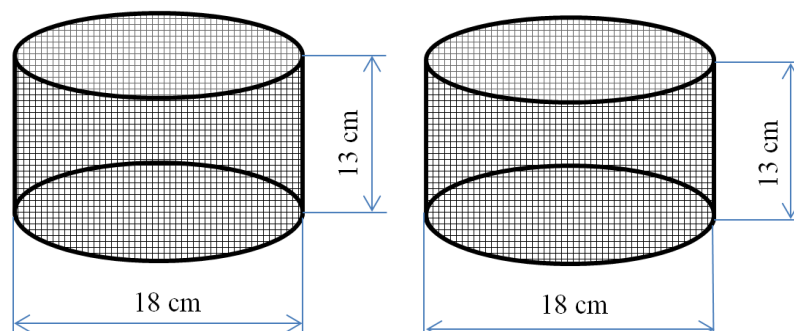
El equipo de destilación que se emplea en la extracción de aceite esencial de eucalipto, está construida en acero inoxidable de 1mm de espesor, aislado con fibra de vidrio, y dos canastillos internos de acero inoxidable, pertenece al Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), de la Carrera de Ingeniería Química.

Figura 2.2. Dimensiones del equipo de destilación.



Fuente: elaboración propia.2017.

Figura 2.3. Dimensiones de los canastillos del equipo de destilación.



Fuente: elaboración propia.2017.

2.3.7. Refrigerante o condensador.

Un condensador es un intercambiador térmico, en cual se pretende que el fluido que lo recorre cambie a fase líquida desde su fase gaseosa mediante el intercambio de calor.

El equipo de condensación pertenece al laboratorio de química de la carrera de ingeniería química es un refrigerante tipo espiral construido en vidrio, que es usado para condensar vapores que se desprenden del equipo de destilación.

El condensador consta de dos tubos, inferior circula el vapor que es en forma de espiral y el tubo superior el lineal consta de dos conexiones donde se ajustan mangueras de caucho donde una es de entrada y la otra de salida por el cual circula el refrigerante que es agua.

La ecuación que permite calcular el calor intercambiado entre el agua el vapor a condensar se da por el principio de las mezclas:

$$Q_{cedido} = -Q_{ganado}$$

Y cada uno de estos términos sigue la definición:

$$Q_{cedido} = m * Cp * (T_f - T_i)$$

Dónde:

Q = Calor intercambiado

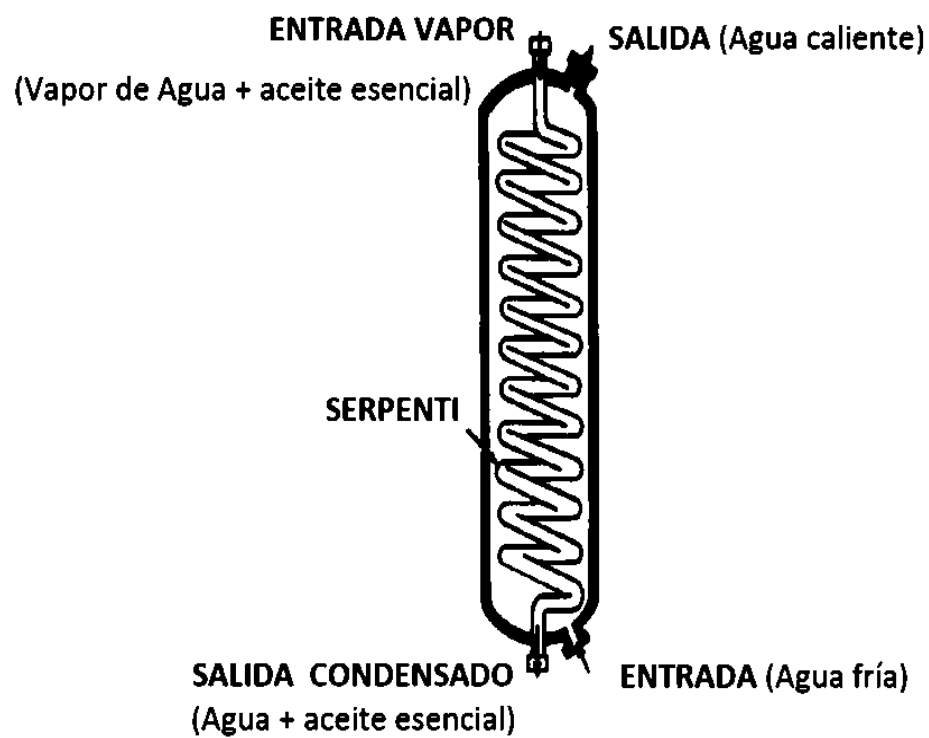
m = masa

Cp = calor específico

T_f = temperatura final

T_i = temperatura inicial

Figura 2.4. Condensador de casco y serpentín.



Fuente: elaboración propia.2017.

2.3.8. Pruebas preliminares.

Se realizan pruebas preliminares para determinar los parámetros del mejor rendimiento de obtención del aceite esencial de eucalipto y el correcto funcionamiento del equipo.

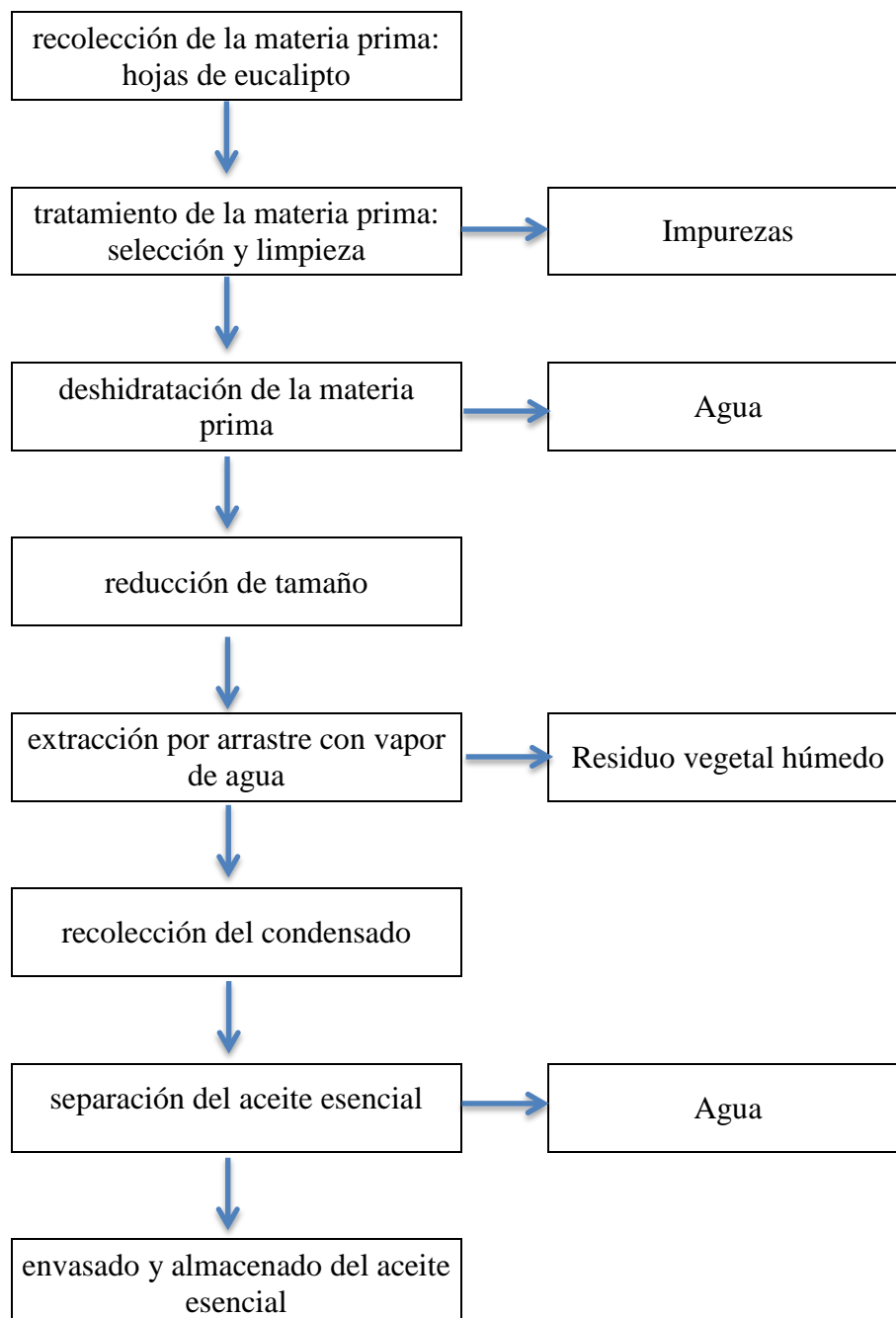
- **Armado del equipo de destilación:** se realiza un armado del equipo de destilación y el de condensado paso a paso de manera tal que no presenten fugas.
- **Prueba del funcionamiento del equipo de destilación:** Se carga con agua destilada y se procede a hacerlo funcionar observando que no exista fugas de ningún tipo. De esta manera se obtendrá un mayor rendimiento en el destilado.
- **Prueba con hojas frescas (húmedas):** cargamos el equipo 300 gramos de hojas frescas sin deshidratar (húmedas), con un volumen de agua destilada de 5 litros y un tiempo de destilado de una hora, se aprecia una cantidad mínima de aceite esencial, difícil de separar del vapor de agua.
- **Prueba con hojas secas:** se carga al equipo 300 gramos de hojas secas, con un volumen de 5 litros de agua destilada y un tiempo de destilado de una hora, donde se pudo apreciar una cantidad considerable de aceite esencial de aproximadamente 1 ml de aceite esencial de eucalipto.

Los resultados de estas pruebas se detallan en el capítulo III del texto.

2.4. ETAPAS DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO.

A continuación se presenta de manera resumida el proceso para la extracción de aceites esenciales por arrastre con vapor de agua en un diagrama de bloques.

DiagramaII-1. Diagrama de Bloques para la obtención de Aceites Esenciales.



Fuente: elaboración propia. 2017

❖ **Recolección del material vegetal.**

Foto II-1. Recolección de la materia vegetal



Fuente: elaboración propia. 2017.

Los principales parámetros que se toman en cuenta en la selección del material vegetal, son el buen estado de las hojas de eucalipto y que sean frescas.

❖ **Tratamiento de la materia prima:**

El acondicionamiento de la materia prima es fundamental para que se logre un proceso eficiente; que consiste en separar materiales como polvo, tallos y otros.

Foto II-2. Limpieza y tratamiento del material vegetal.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ **Deshidratación.**

En el caso de material fresco, es necesario realizar un tratamiento de deshidratación previo hasta alcanzar un porcentaje de humedad óptimo, de acuerdo a las pruebas realizadas en Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química; el mayor porcentaje de obtención es de las hojas secas. Dicho secado se realiza en condiciones ambientales.

Foto II-3. Deshidratación de las hojas de eucalipto.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ **Reducción de tamaño.**

Para asegurar una mayor superficie de contacto y exposición de las glándulas de aceite, se realiza un picado de las hojas de eucalipto para observar el rendimiento de la extracción de aceite esencial, y con diferentes tamaños de partículas de hojas.

Foto II-4. Reducción de tamaño de las hojas de eucalipto.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ **Equipos Utilizados en la Extracción de Aceite Esencial por Arrastre con Vapor de Agua.**

Para la presente investigación de extracción de aceite esencial de eucalipto, se empleó la metodología de destilación agua-vapor, el cual requiere de los siguientes equipos:

- Cocinilla.
- Equipo de destilación.
- Condensador.

❖ **Cocinilla.**

Se emplea una cocinilla de una sola hornalla que está conectada a gas natural o también puede ser usada con gas de garrafa, que pertenece al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química. Este equipo suministra el calor requerido para que el agua alcance su punto de ebullición.

Foto II-5. Cocinilla a de gas natural.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ **Torre de destilación metálica.**

Es el recipiente donde se carga el material vegetal que se destila, también se le llama extractor o alambique, generalmente es de forma cilíndrica y se instala verticalmente. El equipo que se utiliza en la presente investigación, pertenece al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química.

El equipo está construido de acero inoxidable recubierto de un aislante (fibra de vidrio), con tres canastillos de acero inoxidable para el relleno.

Foto II-6. Equipo de destilación por arrastre con vapor de agua.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ Condensador

También se le conoce como refrigerante, su función es la remoción de calor para transformar al estado líquido la mezcla de vapor de agua y aceite esencial que emerge del destilador. Los dos diseños más populares son el de tipo serpentín, el de tipo tubo-coraza o tipo tubular. El vapor generado en la cámara de extracción, se le acondiciona mediante el cambio de fase para iniciar así un proceso de separación.

Foto II-7. Condensador de espiral.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ **Separación del aceite.**

La mayor parte de los componentes de los aceites esenciales son volátiles y relativamente inmiscibles en el agua, característica ésta que permite su separación de la mezcla del destilado. En esta etapa del proceso se obtiene el Aceite Esencial como producto principal y un hidrolato al que se le considera un subproducto.

Foto II-8. Separación del aceite esencial en una ampolla de separación.



Fuente: elaboración propia. 2017.

❖ **Envasado y Almacenamiento del Aceite Esencial.**

El envasado se realiza en un recipiente de vidrio templado y en lugares frescos.

Foto II-9. Envasado de aceite esencial de eucalipto.



Fuente: elaboración propia. 2017.

2.5. ANÁLISIS DEL PRODUCTO OBTENIDO.

A continuación se detalla la metodología para la obtención de los resultados del producto final, los cuales se detallan en el capítulo III.

2.5.1 Propiedades físicas del aceite de eucalipto.

2.5.1.1. Determinación de la densidad.

Densidad es la relación de masa contenido en un volumen definido a una determinada presión y temperatura, en sustancias solidas o liquidas varia en cantidades muy pequeñas con la temperatura, por lo cual generalmente se considera constante en un rango de temperatura de 0°C. A 30°C. En cálculos

precisos se debe considerar que la densidad disminuye al aumentar la temperatura, esto se debe a la dilatación o aumento de volumen que experimentan las sustancias al ser calentadas.

La densidad del aceite esencial de eucalipto se determina en laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química; para lo cual se pesa la muestra de aceite esencial de eucalipto en una balanza analítica y el volumen se mide con la ayuda de una jeringa de 3ml, los pasos a seguir se detallan a continuación.

- Pesar la jeringa vacía.
- Medir el volumen de aceite esencial (3ml).
- Pesar la jeringa más el aceite esencial.
- Calcular la densidad del aceite esencial usando la relación de masa y volumen,

2.5.1.2. Determinación del índice de Refracción.

Ley de la refracción o ley de Snell. Esta ley dice que el cociente de dos senos de los ángulos de incidencia y el de refracción (definido de igual manera, el ángulo entre la normal y el rayo transmitido) es igual a un constante que depende del material de los medios)

$$\frac{\text{sen}(\theta_i)}{\text{sen}(\theta_t)} = \frac{n_2}{n_1} = \text{ctte}$$

Las constantes n_1 y n_2 se conocen con el nombre de índice de refracción y son una medida del grado de desviación que sufre un rayo de luz transmitido de un

medio a otro medio. Se ve afectado por la temperatura (al aumentar la temperatura baja el índice de refracción). Para la determinación de esta propiedad física se utiliza un refractómetro ivymen, perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

2.5.1.3. Análisis cromatográfico.



La cromatografía de gases la muestra se volatiliza y se inyecta a la cabeza de la columna cromatográfica. La elusión se produce por el flujo de una fase móvil gaseosa. La fase móvil es un gas inerte, es decir, no interacciona con las moléculas de analito, solo las transporta a través de la fase estacionaria, la fase estacionaria puede ser un sólido, produciéndose la retención de moléculas de analito por adsorción, este tipo de cromatografía es poco frecuente. Lo mas habitual es que la fase estacionaria sea un líquido, en este caso se trata de una cromatografía de partición, los analitos se distribuyen entre la fase móvil (gaseosa) y líquida (estacionaria).

Las muestras obtenidas de aceite esencial de eucalipto fueron almacenadas en viales de color ámbar, de 2 ml de capacidad. Posteriormente fueron llevadas al Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo “CEANID”, donde se les realizó el análisis químico por medio de cromatografía de gases.

CAPITULO III
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. PRESENTACIÓN ORDENADA Y SISTEMÁTICA DE TODOS LOS RESULTADOS OBTENIDOS.

3.1.1. Caracterización de la materia prima: hojas de eucalipto.

Se realiza una serie de análisis a la materia prima (hojas de eucalipto). Los cuales se detallan a continuación.

3.1.1.1. Resultados del porcentaje de humedad de las hojas de eucalipto.

La tabla siguiente muestra el porcentaje de humedad de las hojas de eucalipto, tanto frescas como secas.

Tabla III-1. Porcentaje de humedad de las hojas de eucalipto frescas y secas.

Estado de las hojas	Porcentaje de humedad (%)
Frescas	87.64
Secas	13.23

Fuente: elaboración propia, 2017.

Los resultados que se obtuvieron y se detallan en la tabla III-1.

Para las hojas frescas de eucalipto, se determina el porcentaje de humedad a pocas horas de ser cosechada, para las hojas secas se emplean hojas que se deshidratan naturalmente al ambiente durante 7 días.

Con los resultados obtenidos se puede concluir que de manera natural se eliminó un 74,41 % de humedad.

3.1.1.2. Análisis organolépticos de las hojas de eucalipto.

Las propiedades organolépticas son todas aquellas características físicas que posee la materia en general, que pueden ser percibidas por los sentidos, como ser, el sabor, olor, color, textura, etc. Este análisis se realiza en base a los indicadores que se muestra en la siguiente tabla, y las hojas de eucalipto presentaron los siguientes resultados.

Foto III-1. Hojas de eucalipto para el análisis organoléptico



Fuente: Elaboración propia, 2017

Tabla III-2. Análisis organoléptico de las hojas de eucalipto.

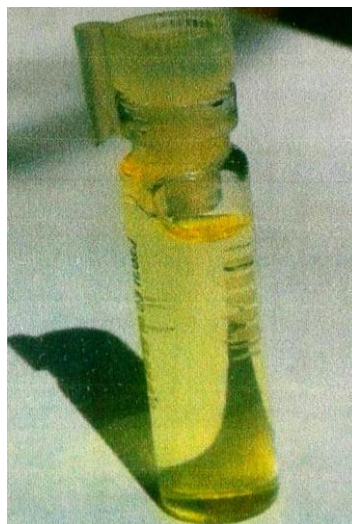
Característica	Evaluación
Forma	Pecioladas, con la base cuneada, lineal-lanceoladas
Color	Verde
Olor	Agradable
Sabor	Amarga
Textura	Lisa

Fuente: Elaboración propia, 2017.

3.1.1.3. Análisis organolépticos del aceite esencial de eucalipto.

El aceite esencial de eucalipto presenta los siguientes resultados al análisis organoléptico.

Foto III-2. Aceite esencial de eucalipto para el análisis organoléptico



Fuente: Elaboración propia. 2017

Tabla III-3. Características Organolépticas del Aceite Esencial de Eucalipto.

Característica	Evaluación
color	amarillo pálido
olor	fuerte característico
textura	límpida

Fuente: elaboración propia, 2017.

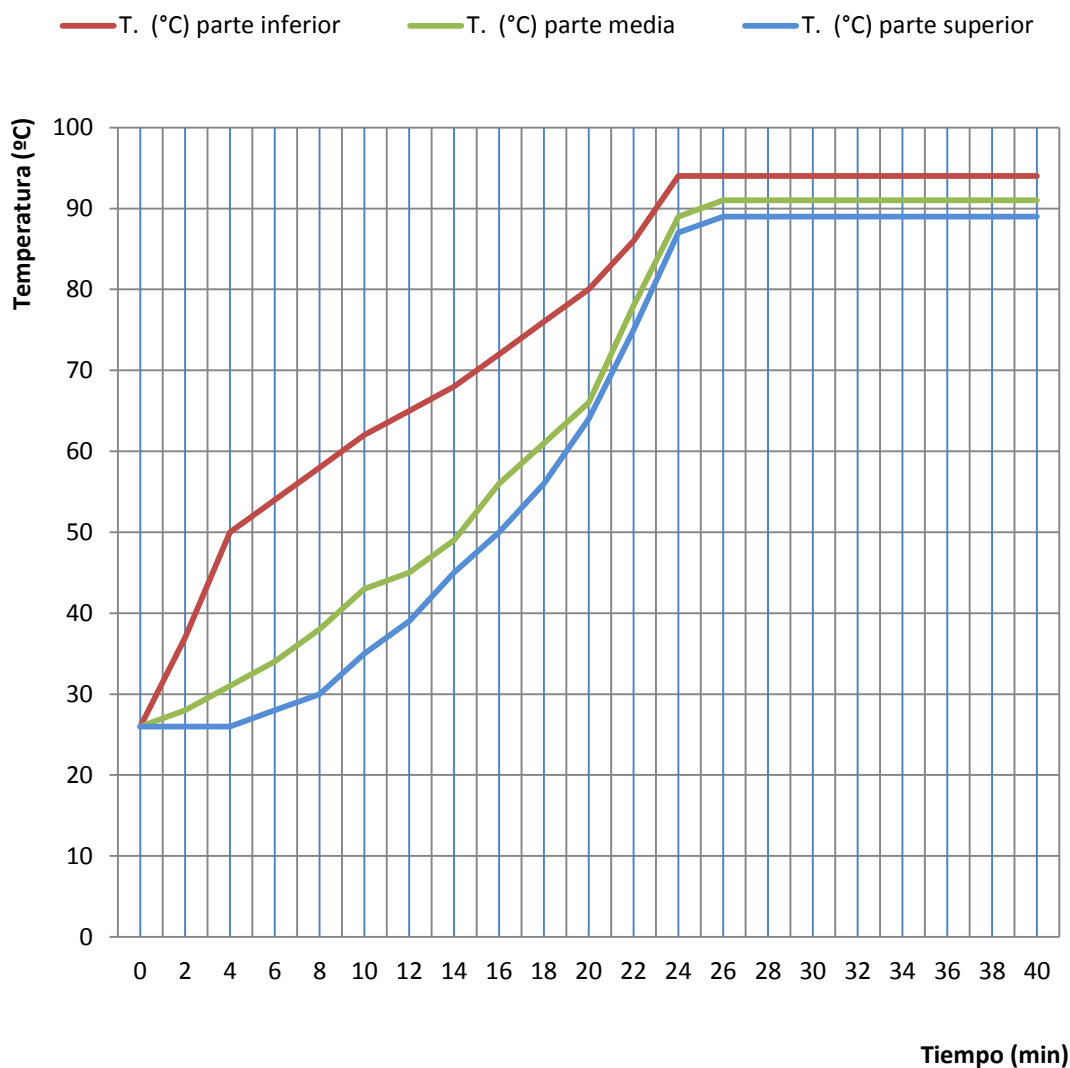
3.1.2. Gradiente de temperatura en el equipo de destilación.

La variación de las temperaturas respecto al tiempo, de obtención de aceite esencial de eucalipto en las diferentes partes de la torre de destilación, se detalla en la siguiente tabla.

Tabla III- 4. Gradiente de temperaturas vs tiempo.

Tiempo (min)	Temperatura (°C)		
	Parte inferior	Parte media	Parte superior
0	26	26	26
2	37	28	26
4	50	31	26
6	54	34	28
8	58	38	30
10	62	43	35
12	65	45	39
14	68	49	45
16	72	56	50
18	76	61	56
20	80	66	64
22	86	78	75
24	94	89	87
26	94	91	89
28	94	91	89
30	94	91	89
32	94	91	89
34	94	91	89
36	94	91	89
38	94	91	89
40	94	91	89

Fuente: Elaboración Propia. 2017.

Grafico III-1. Gradiente de temperatura vs Tiempo.

Fuente: Elaboración propia. 2017.

La temperatura en la parte inferior de la torre de destilación representada por la línea roja, se nos muestra un incremento de temperatura acelerado, es la que está en contacto cercano a la combustión, hasta el minuto 4 porque solo se calienta el agua, aunque luego hay un reflujo de vapor condensado que proviene de la parte media, donde el vapor intercambia la temperatura con las hojas de eucalipto, reduciendo la temperatura del vapor hasta su condensación, retornando a la parte inferior, provocando que el incremento de temperatura en la parte inferior sea más lento, la temperatura inicial de la torre de destilación es de 26°C y 94°C la temperatura más alta; en el minuto 24, tal como se puede observar en el grafico III-1,

La parte media de la torre de destilación representada por la línea verde, se calienta de manera más lenta porque en ésta parte el intercambio de calor se produce entre el vapor y las hojas de eucalipto, lo cual provoca que el intercambio de calor sea más lento pero también existe un flujo en contracorriente de vapor condensado con el que también intercambia calor, llegando a un equilibrio a la temperatura de 91°C en el minuto 26.

La parte superior de la torre de destilación, representada por la línea celeste, es aún más lento, ya que el vapor de agua debe pasar toda la parte media de la torre, por tal motivo el cambio de temperatura en la parte superior es mínima en los primeros minutos. Una vez que el vapor supera la parte media es cuando hay una diferencia significativa en el incremento de temperatura, llegando a la temperatura de 89°C en el minuto 26.

Estas temperaturas son a las cuales la torre de destilación alcanza un equilibrio, a 26 min., apreciándose la salida de vapor de la torre de destilación. En el minuto 30 se pueden percibir ligeros aromas a eucaliptol y en el minuto 35 se aprecia la primera gota de aceite esencial.

3.1.3. Resultados de las Pruebas Preliminares.

Se realizan pruebas preliminares para determinar el procedimiento y las condiciones de material que ofrezca el mejor rendimiento para la obtención del aceite esencial de eucalipto, los resultados de estos estudios se detallan en la tabla siguiente.

Tabla III-5. Resultados de las Pruebas Preliminares.

Variable	Unidad	Pruebas preliminares	
		1	2
Estado de las hojas	-	Secas	Frescas
Tiempo de calentamiento	min	26,0	24
Tiempo de extracción	min	120	120
Peso de hojas	gr	300	300
Temperatura inicial del agua en la torre	°C	26,0	26
Temperatura del agua a la entrada del condensador	°C	21,0	21
Temperatura del agua a la salida del condensador	°C	25,0	25
Temperatura del vapor	°C	94,0	94
Temperatura de los condensados	°C	34,0	32
Volumen de agua en el equipo de destilación	L	5,00	5
Volumen condensado	L	2,50	2,5
Volumen de aceite esencial	ml	1,80	0,5

Fuente elaboración propia 2017.

Como se puede observar en los resultado de las pruebas preliminares realizadas con hojas frescas y secas de eucalipto, con la misma masa y tamaño de hojas de eucalipto, se concluye que la mejor rendimiento de extracción de aceite esencial es con hojas secas, debido a que tienen menor cantidad de agua, por consiguiente, el vapor que atraviesa el lecho de hojas secas lo realiza con mayor facilidad.

3.1.4. Análisis Físicoquímico del Aceite Esencial de Eucalipto.

Los análisis físicoquímicos realizados al aceite esencial de eucalipto se detallan a continuación.

3.1.4.1. Cálculos de la Densidad del Aceite Esencial de Eucalipto.

Datos:

$$T=26^{\circ}\text{C}$$

$$m = 2,2185 \text{ gr}$$

$$V = 2 \text{ ml}$$

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{2,2185 \text{ gr}}{2 \text{ ml}} = 0,9015 \text{ gr/ml}$$

La densidad de los aceites esenciales, son menores a la del agua, que en la ciudad de Tarija es de 0,9956 g/ml; en condiciones normales a una temperatura de 25°C; por tanto la densidad del aceite esencial de eucalipto obtenido se encuentra dentro de este rango.

3.1.4.2. Cálculos del Rendimiento de Obtención del Aceite Esencial del Eucalipto.

Para el cálculo del rendimiento del aceite esencial de eucalipto se calcula con la siguiente expresión.

$$R = \frac{\text{volumen de aceite esencial}}{\text{masa de hojas de eucalipto}} * 100$$

Para este cálculo se tomara en cuenta la extracción más alta de aceite esencial de eucalipto obtenido en la torre de destilación.

Volumen del aceite esencial de eucalipto = 2 ml

Masa de aceite esencial de eucalipto= vol. de aceite esencial * densidad del eucalipto.

Masa del aceite esencial del eucalipto= 2ml.*0,9015gr/ml.=1,803gr

Masa de las hojas de eucalipto = 300 gr

$$R = \frac{1,803 \text{ gr}}{300 \text{ gr}} * 100 = 0,601 \%$$

Por tanto, este resultado indica que por cada 100 gr. De hojas de eucalipto secos se obtiene 0,66 ml de aceite esencial de eucalipto.

3.1.4.3. Resultados de la medición del índice de refracción del aceite esencial de eucalipto.

El resultado de la lectura de medición del índice de refracción del aceite esencial de eucalipto se detalla en la siguiente tabla.

Tabla III-6. Lecturas del índice de refracción.

Parámetros	Método de ensayo	Unidad	Lecturas	Resultados
índice de refracción a 23,6°C	NB 34003:06	°	1,4565	1,4566
			1,4558	
			1,4575	

Fuente: elaboración propia 2017.

3.1.4.4. Resultados de cromatografía de gases.

Los resultados obtenidos de la cromatografía de gases, de forma cualitativo, del Aceite Esencial de Eucalipto realizado por el Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo (CEANID) de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho (UAJMS) se detallan en la siguiente tabla.

Tabla III-7. Resultados de la cromatografía del aceite esencial de eucalipto.

Ítem	Compuesto	Tiempo de retención	Abundancia (%)
1	alfa-pinene	8,3700	12,057
2	beta-cymene	10,390	6,1260
3	Limonene	10,482	2,1610
4	Eucaliptol	10,551	68,319
5	trans-picocarveol	12,762	4,7140
6	Pinocarvone	13,228	2,8000
7	terpinylacetate	16,550	0,8850
8	1,1,7-trimethyl-4-methylenedecahydro-1H-cyclopropalel azulene	18,125	1,1350
9	Globulol	20,369	1,8040
	Total		100,00

Fuente: CEANID 2017.

3.1.4.5. Análisis Estadístico del Diseño Factorial.

Para realizar el análisis estadístico se emplea el programa SPSS Statistics.

Los datos indicadores al programa son las variables del diseño factorial independiente: tamaño de la partícula, tiempo de extracción y la variable respuesta (volumen obtenido del aceite esencial de eucalipto).

Tabla III-8. Datos Obtenidos de todos los Experimentos Planteados.

EXP.	TAMAÑO DE HOJAS (cm)	TIEMPO (min)	VOLUMEN DE ACEITE (ml)
1	1	30	0,8
RESP.	1	30	1,0
2	5	30	1,2
RESP.	5	30	1,0
3	15	30	1,2
RESP.	15	30	1,5
4	1	60	1,0
RESP.	1	60	1,1
5	5	60	1,3
RESP.	5	60	1,2
6	15	60	1,5
RESP.	15	60	1,6
7	1	90	0,9
RESP.	1	90	1,0
8	5	90	1,2
RESP.	5	90	1,3
9	15	90	2,0
RESP.	15	90	1,8

Fuente: Elaboración propia. 2017.

Tabla III-9. Datos para Análisis Estadístico con Volúmenes Corregidos por el Programa SPSS.

EXP.	TAMAÑO DE HOJAS (cm)	TIEMPO DE EXTRACCION (min)	VOLUMEN DE ACEITE (ml)
1	-1	1	0,84286
REP.	-1	1	0,78571
2	0	1	1,13226
REP.	0	1	1,16452
3	1	1	1,49286
REP.	1	1	1,43571
4	-1	0	0,99032
REP.	-1	0	0,97419
5	0	0	1,30000
REP.	0	0	1,30588
6	1	0	1,60968
REP.	1	0	1,59355
7	-1	-1	1,16429
REP.	-1	-1	1,13571
8	0	-1	1,48387
REP.	0	-1	1,48387
9	1	-1	1,70000
REP.	1	-1	1,75714

Fuente: elaboración propia 2017.

Se introduce todas las variables del diseño y sus posibles iteración es. Para observar las variables que son significativas se debe obtener un valor menor a 0,05 lo cual indicaría que si influye en la variable respuesta rendimiento.

El resultado del análisis da como resultado que las variables son:

- Tamaño de la partícula de las hojas de eucalipto, el tiempo de destilación y tiempo de destilación al cuadrado.

Tabla III-10. Variables Introducidas/Eliminadas.

Modelo	Variables introducidas	Variables eliminada	Método
1	tamaño, tiempo ^a	.	Introducir

a. Todas las variables solicitadas introducidas.

Fuente: programa SPSS 2017.

Tabla III-11. Resumen del Modelo^b.

Modelo	R	R cuadrado	R cuadrado corregido	Error tip. de la estimación
1	0,932 ^a	0,868	0,851	0,12065

a. Variables predictores: (Constante), tamaño, tiempo.

b. Variable dependiente: volumen.

Fuente: programa SPSS 2017.

Tabla III-12. ANOVA^b.

Modelo	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrada	F	Sig.
1	1,442	2	0,721	49,523	0,000 ^a
Regresión	0,218	15	0,015		
Residual	1,660	17			
Total					

a. Variables predictores: (Constante), tamaño, tiempo.

b. Variable dependiente: volumen.

Fuente: programa SPSS 2017.

De acuerdo a los resultados obtenidos con el programa spss se puede concluir que nuestras variables si son significativas.

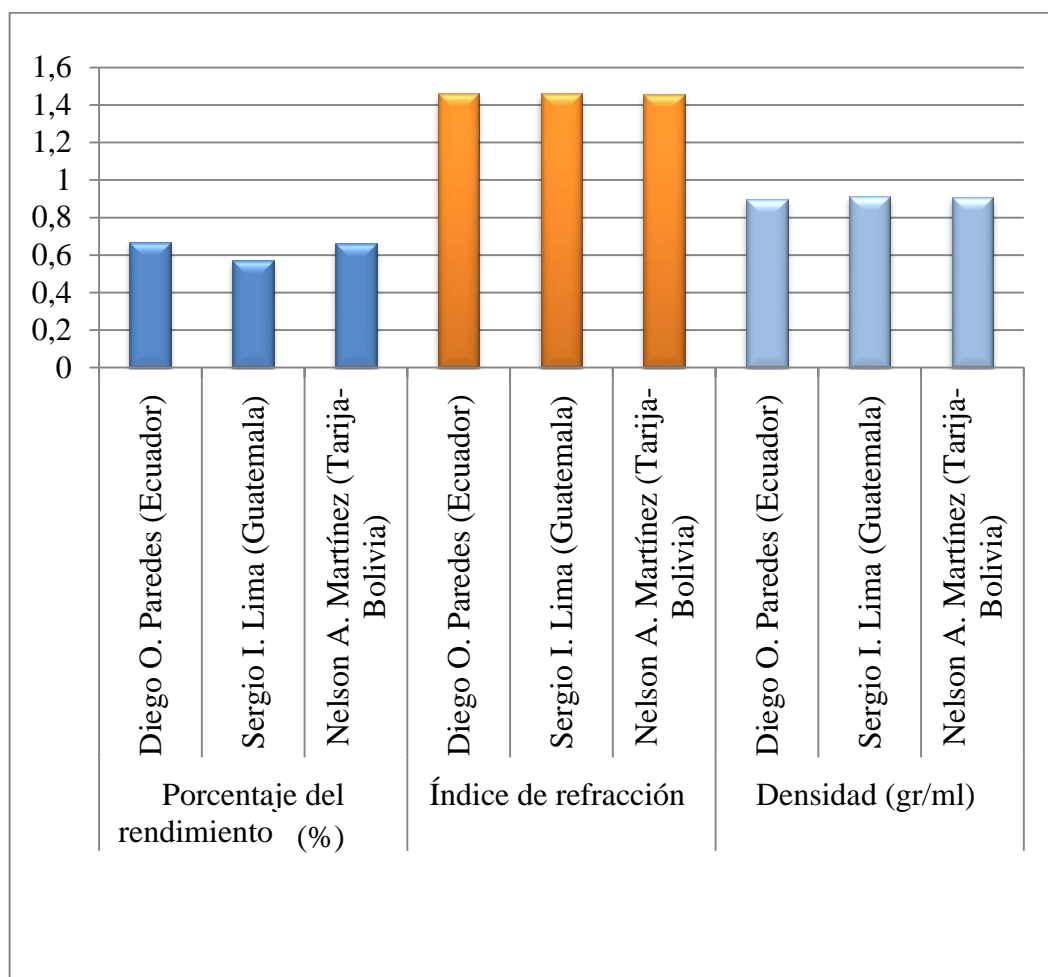
3.1.4.6. Comparación de resultados con otros trabajos.

Tabla III-13. Rendimiento y propiedades físicas de aceites esenciales de eucalipto.

Indicador	Realizado por	Resultado
Porcentaje del rendimiento (%)	Diego O. Paredes (Ecuador)	0,6700
	Sergio I. Lima (Guatemala)	0,5690
	Nelson A. Martínez (Tarija-Bolivia)	0,6600
Índice de refracción	Diego O. Paredes (Ecuador) T=18°C	1,4626
	Sergio I. Lima (Guatemala) T=20°C	1,4630
	Nelson A. Martínez (Tarija-Bolivia) T=23,6°C	1,4566
Densidad (gr/ml)	Diego O. Paredes (Ecuador) T=25°C	0,8995
	Sergio I. Lima (Guatemala) T=25°C	0,9120
	Nelson A. Martínez (Tarija-Bolivia) T=26°C	0,9015

Fuente: Elaboración propia. 2017.

En la tabla III-13 se comparan el rendimiento y las propiedades físicas del aceite esencial de eucalipto, obtenidos en algunos trabajos en distintos países. Frente a los valores obtenidos en el presente trabajo, se observa que la diferencia entre los demás valores no es significativa.

Gráfico III-2. Comparación de los resultados con otros trabajos.

Fuente: Elaboración propia. 2017.

Tabla III-14. Comparación de los resultados del perfil Cromatográfico.

Indicador	Realizado por	Componentes %		
		Eucaliptol	Limoneno	α -pinene
Cromatografía	Ivonne X. Cerón	68.477	7.172	12.579
	Nelson A. Martínez	68.319	2.161	12.057

Fuente: Elaboración propia. 2017.

En cuanto a la composición química, tenemos una similitud entre los componentes eucaliptol y α -pineno, pero se observa menor porcentaje de limoneno

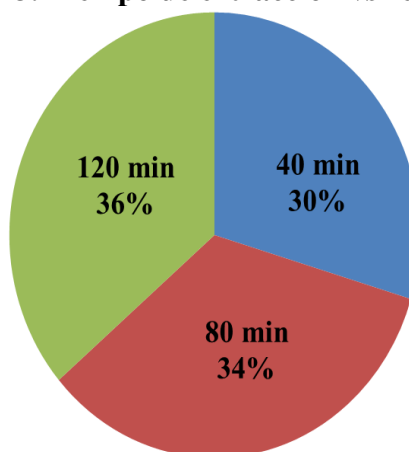
3.1.4.7. Tiempo de Extracción vs Rendimiento.

Tabla III-15. Comparación de los tiempos vs rendimiento.

Tiempo (min).	Tamaño (cm).	Prom. vol. Aceite esencial (ml).	vol. total de aceite esencial (ml).	Masa total de aceite esencial (gr).	Masas de hojas de eucalipto (gr).	Rendimiento (%)
40	1	2,7	6,7	6,04005	1800	0,336
	5	2,2				
	15	1,8				
80	1	3,1	7,7	6,94155	1800	0,386
	5	2,5				
	15	2,1				
120	1	3,8	8,2	7,3923	1800	0,411
	5	2,5				
	15	1,9				

Fuente: elaboración propia. 2017.

Grafico III-3. Tiempo de extracción vs rendimiento.



Fuente: elaboración propia. 2017.

De acuerdo a los resultados obtenidos, se puede concluir que el tiempo en el que se obtiene mayor rendimiento de extracción es en el de 120 min. Esto debido a que el material vegetal está en mayor tiempo de contacto con el vapor.

Aquí podemos observar que cuando se duplica el tiempo de 40 a 80 minutos, se incrementa el rendimiento en 15%, mientras que cuando se triplica el tiempo se

incrementa en 22,4 %, por lo que para definir el tiempo de extracción debe correlacionarse entre el costo de producción y el rendimiento.

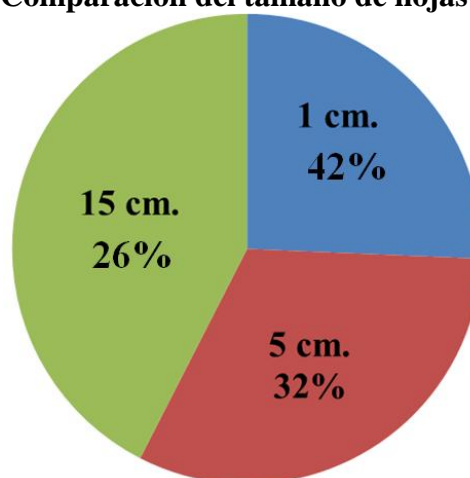
3.1.4.8. Tamaño de hojas de eucalipto vs rendimiento.

Tabla III-16. Comparación de los tamaños de hojas vs rendimiento.

Tamaño de hojas (cm).	Tiempo s (min).	Promedio . vol. Aceite esencial (ml).	vol. total de aceite esencial (ml).	Masas de aceite esencial (gr).	Masa de hojas de eucalipto (gr).	Rendimiento (%)
1	40	2,7	9,6	8,6544	1800	0,48
	80	3,1				
	120	3,8				
5	40	2,2	7,2	6,4908	1800	0,36
	80	2,5				
	120	2,5				
15	40	1,8	5,8	5,2287	1800	0,29
	80	2,1				
	120	1,9				

Fuente: elaboración propia. 2017.

Grafico III-4. Comparación del tamaño de hojas vs rendimiento.



Fuente: elaboración propia. 2017.

Con los resultados obtenidos, se puede concluir que el mayor rendimiento es con las hojas de tamaño de partícula fina, esto permite un incremento de la superficie específica del material y por lo tanto un área mayor de contacto entre la fase de vapor y el material vegetal, lo que conduce a que se obtenga mayores concentraciones de aceite esencial. El aceite esencial contenido en las glándulas odoríferas existentes dentro de las células vegetales se acumula en las paredes de las mismas, estas células secretoras al ser rotas facilitan la extracción de las esencias.

3.1.4.9. Tiempo óptimo de Extracción Según el Volumen de Aceite Esencial Obtenido.

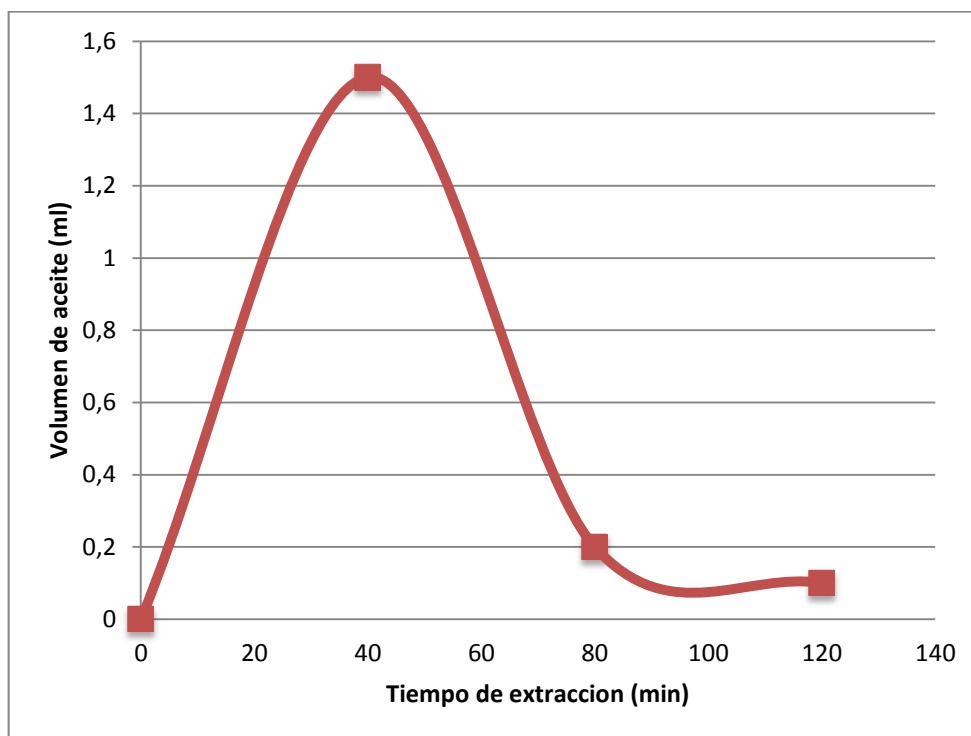
Los volúmenes obtenidos en los diferentes tiempos de forma progresiva se detallan en la siguiente tabla:

Tabla III-17. Relación de los tiempos y los volúmenes obtenidos.

Tiempo (min)	Volumen de aceite (ml)
0	0
40	1,5
80	0,2
120	0,1

Fuente: elaboración propia. 2017.

Grafico III-5. Determinación del tiempo óptimo de extracción de aceite esencial de eucalipto.



Fuente: elaboración propia. 2017

Como se puede apreciar en la Gráfica III-5 se puede concluir que el tiempo óptimo de extracción es el de 40 min. Ya que en este lapso de tiempo es en el cual obtenemos un mayor volumen de aceite esencial. Es decir si repetimos un proceso de 40 min, obtendremos más aceite que en un proceso de 80 min. , lo cual nos lleva a optimizar el proceso de manera que tendremos mayor rendimiento con menores pérdidas económicas.

3.2. CALCULO DEL BALANCES DE ENERGÍA Y MASA.

Los cálculos realizados a continuación, son realizados con los datos del proceso con el mayor rendimiento de obtención de aceite esencial.

Tabla III-18. Datos Necesarios para el Cálculo de Balance de Materia y Energía.

Datos	Valor	Unidad
Densidad agua	0,9956	gr/ml
Masa de agua inicial cargada en la torre	49780	gr
Calor específico del agua	1,0000	kcal/kg °C
Densidad del aceite esencial de eucalipto	0,9015	gr/ml

Fuente: elaboración propia. 2017.

Tabla III-19. Datos de Tiempo y Peso de Destilación para el Cálculo de Balance de Materia y Energía.

Datos	Valor	Unidad
Tiempo de calentamiento	24,000	min
Tiempo de extracción	120,00	min
Peso de las hojas	300,00	gr
Peso de residuo	388,89	gr
Tamaño de hojas (tamaño promedio)	15,000	cm

Fuente: Elaboración propia. 2017.

Tabla III-20. Datos de las Temperaturas de Destilación para el Cálculo de Balance de Materia y Energía.

Datos	Valor	Unidad
Temperatura inicial del agua en la torre	26,00	°C
Temperatura del agua a la entrada del condensador	21,00	°C
Temperatura del agua a la salida del condensador	25,00	°C
Temperatura de vapor	94,00	°C
Temperatura de los condensados	34,00	°C

Fuente: Elaboración propia. 2017.

Tabla III-21. Datos de los Volúmenes de Agua y Aceite Utilizados y Recuperados Durante la Destilación para el Cálculo de Balance de Materia y Energía.

Datos	Valor	Unidad
Volumen de condensado	2043,0	ml
Volumen de agua condensado	2041,0	ml
Volumen de aceite condensado	2,0000	ml
Volumen de agua inicial cargado a la torre	5000,0	ml
Volumen de agua residual en la torre	2793,0	ml
Caudal de agua de refrigeración	142,85	ml/s

Fuente: elaboración propia. 2016

3.2.1. Cálculos previos al Balance de Materia y Energía.

❖ Masa de Agua Inicial Cargado a la Torre de Destilación .

$$m_{\text{agua cargado a la torre}} = V_{\text{agua cargado a la torre}} * \rho_{\text{agua}}$$

$$m_{\text{agua cargado a la torre}} = 5000 \text{ ml} * 0,9956 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua cargado a la torre}} = 4978 \text{ gr} = 4,978 \text{ kg}$$

❖ Masa de Agua Residual en la Torre de Destilación .

$$m_{\text{agua residual en la torre}} = V_{\text{agua residual en la torre}} * \rho_{\text{agua}}$$

$$m_{\text{agua residual en la torre}} = 2793 \text{ ml} * 0,9956 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua residual en la torre}} = 2780,71 \text{ gr} = 2,7807 \text{ kg}$$

❖ **Masa del Condensado Total (Agua + Aceite Esencial).**

Como la cantidad de aceite esencial es mínima a comparación del condensado de agua el total del condensado se considerara como si solo fuese agua.

$$m_{\text{agua del condensado total}} = V_{\text{agua del condensado total}} * \rho_{\text{agua}}$$

$$m_{\text{agua del condensado total}} = 2043 \text{ ml} * 0,9956 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua del condensado total}} = 2034,011 \text{ gr} = 2,34 \text{ kg}$$

❖ **Masa de Agua Condensada.**

$$m_{\text{agua condensada}} = V_{\text{agua condensada}} * \rho_{\text{agua}}$$

$$m_{\text{agua condensada}} = 2041 \text{ ml} * 0,9956 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua condensada}} = 2032,02 \text{ gr} = 2,032 \text{ kg}$$

❖ **Masa de Aceite Esencial Condensado.**

$$m_{\text{aceite condensado}} = V_{\text{aceite condensado}} * \rho_{\text{aceite}}$$

$$m_{\text{aceite condensado}} = 2 \text{ ml} * 0,9015 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{aceite condensado}} = 1,83 \text{ gr} = 0,0018 \text{ kg}$$

❖ **Masa del Vapor**

$$V_{\text{vapor}} = V_{\text{agua inicial cargado a la torre}} - V_{\text{agua residual en la torre}}$$

$$V_{\text{vapor}} = 5000 \text{ ml} - 2793 \text{ ml} = 2207 \text{ ml}$$

$$m_{\text{vapor}} = V_{\text{vapor}} * \rho_{\text{agua}}$$

$$m_{\text{vapor}} = 2207 \text{ ml} * 0,9956 \frac{\text{gr}}{\text{ml}} = 2197,2892 \text{ gr} = 2,1973 \text{ kgr}$$

❖ **Volumen de Agua Refrigerante.**

$$V_{\text{agua refrigerante}} = Q_{\text{agua refrigerante}} * t_{\text{extraccion}}$$

$$V_{\text{agua refrigerante}} = 142,85 \frac{\text{ml}}{\text{seg}} * 120 \text{ min} * \left(\frac{60 \text{ s}}{1 \text{ min}} \right)$$

$$V_{\text{agua refrigerante}} = 1028520 \text{ ml}$$

❖ **Masa de Agua Refrigerante.**

$$m_{\text{agua refrigerante}} = V_{\text{agua refrigerante}} * \rho_{\text{agua}}$$

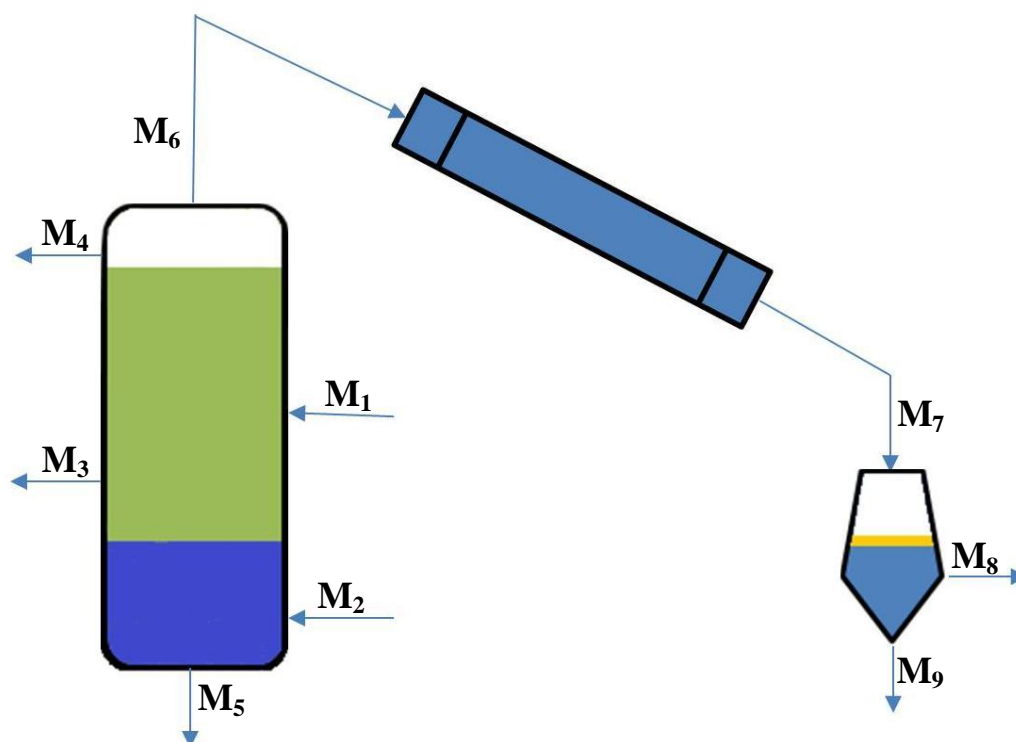
$$m_{\text{agua refrigerante}} = 1028520 \text{ ml} * 0,9956 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua refrigerante}} = 1023994,51 \text{ gr} = 1023,9945 \text{ kgr}$$

3.2.2. Balance de Materia.

Para realizar el balance de materia, es necesario identificar todos los flujos de entrada y salida, tal como se detalla en el diagrama III-1.

Diagrama III-1. Diagrama de Flujo del Equipo de Extracción de Aceite Esencial.



Fuente: Elaboración propia. 2017.

Dónde:

M_1 = masa de agua inicial cargado en la torre de destilación.

M_2 = masa de hojas en la torre de destilación.

M_3 = masa de residuos de las hojas de eucalipto.

M_4 = masa de las pérdidas de vapor en la torre de destilación.

M_5 = masa de agua residual de la torre de destilación.

M_6 = masa de la mezcla de vapor de agua y aceite esencial de eucalipto.

M_7 = masa de condensado total (agua + aceite esencial)

M_8 = masa de aceite esencial de eucalipto.

M_9 = masa de agua condensada

- ❖ Los Valores Obtenidos en la Práctica de Laboratorio se Detallan en la Siguiete Tabla.

Tabla III-22. Tabla de Valores de las Corrientes del Diagrama de Flujo.

Corriente	Variable	Masa (kg)
M_1	Masa de agua inicial cargado a la torre.	4,9780
M_2	masa de hojas de eucalipto cargadas en la torre	0,3000
M_3	masa de residual de hojas de eucalipto	0,3889
M_6	Masa de agua residual en la torre.	2,7807
M_7	Masa del condensado total (agua + aceite esencial).	2,0340
M_8	masa de agua condensada	2,0320
M_9	masa de aceite esencial condesado	0,0018

Fuente: elaboración propia. 2017.

- ❖ Realizando un Balance de Materia en el Condensador se Tiene:

$$M_6 = M_7$$

$$M_6 = M_7 = 2,034 \text{ kg}$$

Para calcular las de pérdidas que tuviese durante el proceso de destilación por fugas u otras causas, por lo cual se realiza un balance de materia en la torre de destilación.

$$M_1 + M_2 = M_3 + M_4 + M_5 + M_6$$

$$M_4 = (M_1 + M_2) - (M_3 + M_5 + M_6)$$

$$M_4 = (4,78 + 0,3) - (0,3889 + 2,034 + 2,7807)$$

$$M_4 = 0,0744 \text{ kg.}$$

Este valor representa las pérdidas dentro del proceso de destilación, aunque podemos concluir que son mínimas.

❖ **Balance de Materia en la Etapa de Separación del Aceite Esencial de Eucalipto.**

$$M_7 = M_8 + M_9$$

$$2,034 \text{ kg.} = 2,032 + 0,0018 \text{ kg.}$$

$$2,034 \text{ kg.} \equiv 2,0338 \text{ kg.}$$

De este resultado se puede concluir que de la etapa de separación no existen pérdidas.

Tabla III-23. Resultados del balance de Materia.

Corriente	Variable	Masa (kg)
M4	Masa de las pérdidas de vapor en la torre de destilación	2,0340
M5	Masa de la mezcla de vapor y agua	0,0744
M7	Masa de condensado total (agua + aceite)	2,0340

Fuente: Elaboración propia. 2017.

3.2.3. Balance de energía:

En el proceso de extracción de aceite esencial de eucalipto existen tres etapas en las cuales se intercambia energía en forma de calor la de calentamiento, la de generación de vapor y la de condensación, a los cuales se realiza un balance de energía.

❖ **Balance de Energía en la Etapa de Calentamiento.**

En esta etapa existe un cambio de temperatura, pero no de fase por tanto se trata de un calor sensible.

$$Q_{\text{calentamiento}} = m * C_p * (T_{\text{vapor}} - T_{\text{inicial agua}})$$

Donde m es la masa inicial de agua cargado en la torre de destilación.

$$Q_{\text{calentamiento}} = 4,978 \text{ kg} * 1 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * (94 - 26)$$

$$Q_{\text{calentamiento}} = 338,504 \text{ kcal}$$

❖ **Balance de Energía para la etapa de Generación de Vapor:**

Para obtener el valor del calor empleado para la generación de vapor se calcula la potencia térmica de la hornalla a gas natural.

▪ **Potencia Térmica:**

$$\text{Potencial Termica} = \frac{Q_{\text{calentamiento}}}{t_{\text{calentamiento}}}$$

$$\text{Potencial Termica} = \frac{338,504 \text{ kcal}}{24 \text{ min} * \left(\frac{1 \text{ hr}}{60 \text{ min}}\right)}$$

$$\text{Potencial Termica} = 846,26 \frac{\text{kcal}}{\text{hr}}$$

▪ **Calor de generación de vapor:**

$$\text{Potencial Termica} = \frac{Q_{\text{extraccion}}}{t_{\text{extraccion}}}$$

$$Q_{\text{extraccion}} = t_{\text{extraccion}} * \text{Potencial Termica}$$

$$Q_{\text{extraccion}} = 846,26 \frac{\text{kcal}}{\text{hr}} * 120 \text{ min} * \left(\frac{1 \text{ hr}}{60 \text{ min}} \right)$$

$$Q_{\text{extraccion}} = 1692,52 \text{ kcal}$$

❖ **Balance de Energía en la etapa de Condensación:**

• **Calor Cedido.**

Es el calor que cede la mezcla de vapores de agua y aceite esencial de eucalipto al agua de refrigeración en la etapa de condensación, esto es la suma del calor latente y sensible.

$$\lambda_{\text{vaporizacion}} = \frac{Q_{\text{extraccion}}}{m. \text{vapor}}$$

$$\lambda_{\text{vaporizacion}} = \frac{1692,52 \text{ kcal}}{2,1973 \text{ kg}}$$

$$\lambda_{\text{vaporizacion}} = \frac{770,2726 \text{ kcal}}{\text{kg}}$$

$$Q_{\text{cedido}} = m_{\text{vapor}} * \lambda_{\text{vaporizacion}} + m_{\text{vapor}} * C_p * (T_{\text{condensados}} - T_{\text{vapor}})$$

$$Q_{\text{cedido}} = \left(2,1973 \text{ kg} * 770,2726 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right) + 2,1973 \text{ kg} * 1 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * (34 - 94)^\circ\text{C}$$

$$Q_{\text{cedido}} = 1560,682 \text{ kcal}$$

- **Calor Ganado.**

El calor ganado por el agua de refrigeración, es el calor sensible debido a que no existe cambio de fase solo de temperatura:

$$Q_{\text{ganado}} = m_{\text{agua refrigerante}} * C_p * (T_{\text{salida condensados}} - T_{\text{entrada condensados}})$$

$$Q_{\text{ganado}} = 1023,9945 \text{ kg} * 1 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * (25 - 21)^\circ\text{C}$$

$$Q_{\text{ganado}} = 4095,978 \text{ kcal}$$

Tabla III-24. Resultados del Cálculo de Balance de Energía.

Variable	Valor	Unidad
Calor sensible (calentamiento)	338,504	kcal.
Potencial térmico (generación de vapor)	846,260	kcal/hr
Calor de generación de vapor.	1692,52	kcal
Calor cedido (calores de agua y aceite esencial de eucalipto al agua refrigerante)	1560,68	kcal
Calor ganado por el agua de refrigeración	4095,97	kcal

Fuente: Elaboración propia. 2017

CAPITULO IV

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. CONCLUSIONES.

- Se obtuvo aceite esencial de las hojas de eucalipto variedad globulus, por el método de destilación por arrastre con vapor de agua a escala laboratorio.
- Se realizó una caracterización física a las hojas de eucalipto que se emplearon en la destilación, las cuales presentaron las siguientes características.

Estado de las hojas	Porcentaje de humedad (%)
Frescas	87.64
Secas	13.23

Característica	Evaluación
Forma	Pecioladas, con la base cuneada, lineal-lanceoladas
Color	Verde
Olor	Agradable
Sabor	Amarga
Textura	Lisa

- El proceso de destilación se realizó en un equipo de destilación agua-vapor con las siguientes variables de operación: presión atmosférica, temperatura del vapor 94°C, temperatura del agua de refrigeración 21°C, masa de las hojas de eucalipto 300 gr, tiempo de destilación óptimo 40 min, tamaño óptimo hojas completas.

- El aceite esencial de eucalipto presento las siguientes variables organolépticos:

Característica	Evaluación
color	amarillo pálido
olor	fuerte característico
textura	límpida

- De acuerdo a los análisis realizados en laboratorio, las características físicas que presenta el aceite esencial de eucalipto son las siguientes:

Indicador	Realizado por	Resultado
Porcentaje del rendimiento (ml / gr)	Nelson A. Martínez (Tarija-Bolivia)	0,6010
Índice de refracción T=23,6°C	Nelson A. Martínez (Tarija-Bolivia)	1,4566
Densidad (gr/ml) , T=23,6°C	Nelson A. Martínez (Tarija-Bolivia)	0,9015

- Los análisis de Cromatografía de gases realizados por el Centro de Análisis, Investigación y desarrollo (CEANID) de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho (UAJMS) presenta los siguientes datos de caracterización:

Ítem	Compuesto	Tiempo de retención	Abundancia (%)
1	alfa-pinene	8,37	12,057
2	beta-cymene	10,39	6,126
3	limonene	10,482	2,161
4	eucaliptol	10,551	68,319
5	trans-picocarveol	12,762	4,714
6	pinocarvone	13,228	2,8
7	terpinylacetate	16,55	0,885
8	1,1,7-trimethyl-4-methylenedecahydro-1H-cyclopropa[1,2-b]azulene	18,125	1,135
9	globulol	20,369	1,804
	Total		100

- El almacenamiento del aceite esencial de eucalipto se lo realiza en un frasco de vidrio color ámbar con cierre hermético, en un lugar fresco, seco y oscuro para evitar la degradación de sus componentes por efecto de la luz.
- Para un buen rendimiento de la extracción de aceite esencial de eucalipto se evalúan tres medidas de tamaño de partículas de hojas de eucalipto, de las cuales se pudo obtener los siguientes resultados: para 1cm su rendimiento de 0,48 gr/100gr de hojas de eucalipto, para 5cm su rendimiento de 0,36 gr/100gr de hojas de eucalipto, y para las hojas de tamaño completo (15cm tamaño promedio) su rendimiento es de 0,29gr/100gr de hojas de eucalipto. Concluyéndose que el tamaño óptimo para la extracción de aceite esencial es la de tamaño más pequeño y secas.

4.2. RECOMENDACIONES

- Se recomienda el uso de bomba y un recipiente, para así de esta manera poder recircular el agua de refrigeración que sale del condensador para evitar el excesivo consumo de agua.
- Para futuras investigaciones se recomienda el uso de una bomba en la columna de destilación para variar la presión generando vacío por medio de la bomba, con el objetivo de observar si existen cambios en el rendimiento de extracción de aceite esencial.
- Se recomienda que se trate con tamaños mas pequeños de partículas para ver si el rendimiento es mayor del que se obtuvo en el presente trabajo de grado.
- Para el secado de hojas, podría secarse al vacío, para evaluar si hay pérdidas en el secado al ambiente.