



POLITÉCNICA

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS INDUSTRIALES
UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

José Gutiérrez Abascal, 2. 28006 Madrid
Tel.: 91 336 3060
info.industriales@upm.es

www.industriales.upm.es



Irene Casado Villaverde

05 TRABAJO FIN DE GRADO

INDUSTRIALES

TRABAJO FIN DE GRADO

OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES POR DESTILACIÓN EN CORRIENTE DE VAPOR

FEBRERO 2018

Irene Casado Villaverde

DIRECTOR DEL TRABAJO FIN DE GRADO:

Manuel Laso Carbajo
Nieves Jimeno Aguilar



POLITÉCNICA



INDUSTRIALES
ETSII | UPM

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS INDUSTRIALES

Grado en Ingeniería en Tecnologías Industriales
Especialidad Química y Medio Ambiente

TRABAJO DE FIN DE GRADO

**OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN DE
ACEITES ESENCIALES POR
DESTILACIÓN EN CORRIENTE DE
VAPOR**

Irene Casado Villaverde

Tutores:
Manuel Laso Carbajo
Nieves Jimeno Aguilar

Convocatoria: Febrero de 2018

Agradecimientos

A Manuel Laso y Nieves Jimeno, por darme la oportunidad de realizar este trabajo y por su ayuda a lo largo de estos meses.

A Ramón, por su insustituible asistencia en el laboratorio.

A mis padres, a los que estaré eternamente agradecida. Por su cariño y su apoyo incondicional durante todos estos años.

A Rubén, por acompañarme en esta aventura viviéndola como si fuese suya, por su paciencia y sus ánimos.

Resumen

La destilación en corriente de vapor ha sido y es uno de los métodos más comunes para la extracción de aceites esenciales de plantas. Se trata de un proceso de separación por el que, mediante el uso de vapor de agua, se vaporizan selectivamente los componentes volátiles de la materia prima vegetal.

En el presente proyecto se lleva a cabo la construcción y puesta a punto de un montaje de destilación en corriente de vapor a escala de laboratorio, para la extracción de aceites esenciales de tres materias primas naturales: cáscara de naranja, cáscara de limón y flor de lavandín.

En una primera parte se efectúan diferentes ensayos con lo que se ha denominado materia prima «artificial», una mezcla preparada de serrín y un aceite esencial que simula el producto del que se quiere extraer el aceite mediante la destilación. Estos ensayos sirven para: familiarizarse con el funcionamiento del equipo y sus limitaciones, determinar las condiciones de operación adecuadas y establecer un procedimiento estándar de operación.

En la segunda parte se desarrollan los ensayos con la materia prima natural. Se optimizan los parámetros de operación para cada uno de los productos a destilar, y se consigue extraer sus aceites esenciales. De los ensayos se recogen los rendimientos de cada extracción y se comparan con datos bibliográficos. Con estos resultados se obtiene la curva de extracción en función del tiempo que describe el proceso de destilación llevado a cabo con cada una de las materias primas. Finalmente, se realiza un breve análisis físico-químico de los aceites esenciales extraídos para comprobar que poseen las características que los identifican.

Palabras clave

Destilación en corriente de vapor, extracción, aceite esencial.

Códigos UNESCO

230210 Aceites Esenciales

330303 Procesos Químicos

- 330304 Separación Química
- 330311 Química Industrial
- 331603 Equipo de destilación (ver 3328.07)
- 332807 Destilación y condensación (ver 3316.03)

Índice general

1. Introducción	13
1.1. Aceites esenciales: definición y características	13
1.2. Métodos de extracción: destilación por arrastre con vapor	14
2. Objetivos	17
3. Fundamento teórico	19
4. Ensayos preparativos	21
4.1. Montaje del equipo	21
4.2. Puesta en marcha	23
4.3. Selección de la materia prima	23
4.3.1. Materia prima «artificial»	24
4.3.2. Materia prima natural	25
5. Hidrodestilación	27
5.1. Descripción de la operación y procedimiento	28
5.2. Puesta en marcha: incidencias y soluciones propuestas	30
5.3. Resultados	32
6. Destilación en corriente de vapor	35
6.1. Descripción de la operación y procedimiento	35
6.2. Destilación con materia prima «artificial»	37
6.2.1. Preparación de la materia prima «artificial»	37
6.2.2. Diseño experimental y parámetros de operación	38
6.2.3. Resultados experimentales	44
6.3. Destilación con materia prima natural	45
6.3.1. Preparación de la materia prima natural	45

6.3.2. Diseño experimental y parámetros de operación	47
6.3.3. Resultados experimentales	53
6.3.4. Discusión de resultados experimentales	60
6.3.5. Características de los aceites esenciales obtenidos	62
7. Conclusiones	71
8. Líneas futuras	73
9. Planificación temporal y presupuesto	75
9.1. Planificación temporal	75
9.1.1. Estructura de Descomposición del Proyecto	75
9.1.2. Diagrama de Gantt	76
9.2. Presupuesto	77
Acrónimos y nomenclatura	81
Bibliografía	84

Índice de figuras

4.1. Esquema simplificado del montaje del equipo	21
4.2. Montaje inicial del equipo	22
4.3. Aislamiento inicial	23
4.4. Materia prima «artificial», de izquierda a derecha esencias de bergamota, clavos girofle y ámbar, junto al serrín	24
4.5. Sección transversal de naranja y limón	26
4.6. Planta de lavandín	26
5.1. Montaje para hidrodestilación	28
5.2. Detalle de la modificación del montaje: tubo de vidrio y aislamiento	31
5.3. Producto de hidrodestilación de materia prima «artificial»: esencia de ámbar	33
6.1. Montaje para destilación en corriente de vapor	36
6.2. Materia prima «artificial» preparada	38
6.3. Matraz generador y manta calefactora (izquierda) y regulador de potencia (derecha)	39
6.4. Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo a distintas potencias, por destilación en corriente de vapor de materia prima «artificial»	40
6.5. Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo, por destilación en corriente de vapor de materia prima «artificial»	41
6.6. Producto de destilación en corriente de vapor de materia prima «artificial»: esencia de bergamota	42
6.7. Eficiencia obtenida en cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor con materia prima «artificial» bajo las mismas condiciones de operación	44
6.8. Proceso de preparación de la cáscara de naranja	45
6.9. Flor de lavandín antes y después de su preparación	46
6.10. Montaje para destilación en corriente de vapor con cáscara de naranja	48
6.11. Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo, por destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja	49

6.12. Producto de destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja	49
6.13. Disposición de la cáscara de limón en el matraz destilador	50
6.14. Disposición de la flor de lavandín en el matraz destilador	51
6.15. Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo, por destilación en corriente de vapor de lavandín	51
6.16. Rendimiento obtenido en cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja bajo las mismas condiciones de operación .	53
6.17. Rendimiento normalizado de los cuatro experimentos de destilación en co- rriente de vapor de cáscara de naranja y valor promedio de los mismos . .	54
6.18. Curva característica para la destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja	55
6.19. Rendimiento obtenido en dos experimentos de destilación en corriente de vapor de cáscara de limón bajo las mismas condiciones de operación	56
6.20. Curva característica para la destilación en corriente de vapor de cáscara de limón	57
6.21. Rendimiento obtenido en cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor de flor de lavandín bajo las mismas condiciones de operación . . .	58
6.22. Curva característica para la destilación en corriente de vapor de flor de lavandín	59
6.23. Rendimiento del aceite de naranja para distintos métodos de extracción según la literatura y rendimiento obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG	61
6.24. Rendimiento del aceite de limón para distintos métodos de extracción según la literatura y rendimiento obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG	61
6.25. Rendimiento del aceite de lavandín para distintos métodos de extracción según la literatura y rendimiento obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG	61
6.26. Aceites esenciales, de izquierda a derecha: lavandín, naranja y limón	63
6.27. Espectro IR del limoneno	65
6.28. Espectro IR del mircenol	65
6.29. Espectro IR del aceite esencial de naranja obtenido en este TFG	66
6.30. Espectro IR del acetato de linalilo	67
6.31. Espectro IR del linalool	67
6.32. Espectro IR del 1,8-cineol	68
6.33. Espectro IR del aceite esencial de lavandín obtenido en este TFG	68
9.1. Estructura de Descomposición del Proyecto	75
9.2. Diagrama de Gantt	76

Índice de tablas

4.1. Rango de ebullición y densidad de los aceites seleccionados	25
4.2. Materia prima natural seleccionada	25
5.1. Condiciones de operación para hidrodestilación	29
5.2. Resultados para hidrodestilación con materia prima «artificial»	32
6.1. Cantidades de materia prima «artificial» para destilación en corriente de vapor	37
6.2. Balance de energía de los experimentos a distintas potencias	41
6.3. Condiciones de operación para destilación en corriente de vapor con materia prima «artificial»	43
6.4. Condiciones de operación para destilación en corriente de vapor con materia prima natural	52
6.5. Rendimiento para distintos métodos de extracción según la literatura	60
6.6. Rendimiento experimental obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG	60
6.7. Índice de refracción y densidad a 20°C según la literatura y los obtenidos en este TFG	63
6.8. Componentes principales y composición del aceite esencial de naranja	64
6.9. Componentes principales y composición del aceite esencial de lavandín	66
9.1. Coste de personal	77
9.2. Coste de material de laboratorio	78
9.3. Coste de equipos	78
9.4. Coste de materia prima	79
9.5. Presupuesto total	79

Capítulo 1

Introducción

A lo largo de la historia las plantas aromáticas y los aceites esenciales han sido muy valorados por sus propiedades aromáticas, medicinales y terapéuticas. Durante siglos se han empleado en cosmética, perfumería y medicina. En algunas civilizaciones antiguas incluso formaban parte de la tradición y cultura, y se usaban en rituales y celebraciones religiosas.

Con el paso de los años, la sucesión de las diferentes revoluciones industriales y el avance tecnológico producido han permitido ampliar el conocimiento sobre estas sustancias y desarrollar los métodos existentes para su obtención a gran escala. Así, el mundo de los aceites esenciales ha evolucionado y crecido hasta convertirse en la gran industria que es hoy en día, donde estos productos tienen innumerables aplicaciones y un gran valor comercial.

Además durante las últimas décadas se está viviendo un aumento cada vez mayor del interés por los productos naturales como alternativa a los productos químicos o sintéticos que en ocasiones pueden ser perjudiciales para la salud. Asimismo, la gran preocupación ambiental existente hace que se busquen alternativas ecológicas cuyo uso no entre en conflicto con el medio ambiente. Entre estos productos naturales han tomado gran importancia los aceites esenciales, ganando popularidad dentro de diversas industrias como la cosmética (productos de belleza, jabones, cremas, etc.), perfumística (fragancias y perfumes) o alimentaria (condimentos, refrescos, licores, saborizantes, conservantes cárnicos, etc.)

Este auge del mercado de los aceites esenciales y el incremento de demanda ha hecho que actualmente haya muchos estudios e investigaciones enfocados a la optimización y control del proceso de obtención de los mismos. Con el fin de aumentar la producción con el menor gasto energético y coste de operación posibles surgen nuevos métodos de extracción y se desarrollan los ya existentes, haciendo uso de la tecnología actual.

1.1. Aceites esenciales: definición y características

Según la Organización Internacional de Normalización (ISO) los aceites esenciales son definidos como el producto obtenido a partir de una materia prima natural de origen

vegetal, por destilación con vapor de agua, por procesos mecánicos del epicarpio de los frutos cítricos, o por destilación seca, después de la separación de la fase acuosa, si la hubiera, mediante procesos físicos [1].

Los aceites esenciales no son sustancias puras sino una mezcla compleja de compuestos orgánicos volátiles y de carácter aromático que se pueden encontrar en algunas familias de plantas. Generalmente son los que proporcionan el olor característico, y se localizan en diversas partes de la planta como el fruto (anís, comino), la raíz (valeriana, angélica), las flores (rosa, lavanda), las hojas (eucalipto, romero) o la cáscara de los frutos (bergamota, naranja). Su concentración en la materia prima es muy baja, tanto que a veces resulta imposible su extracción. Normalmente, las plantas más usadas para la obtención de aceites esenciales contienen de media en torno al 0,5 – 5 % en masa de aceite respecto a toda la planta [2].

Son líquidos a temperatura ambiente, aromáticos y generalmente ligeros, con densidad inferior a la del agua, aunque hay excepciones. A diferencia de los aceites vegetales son volátiles y su textura no es grasa. Sus puntos de ebullición son altos, por encima del del agua. Presentan actividad óptica e índice de refracción alto, propiedades que se usan para determinar su pureza. Son insolubles en agua y otros disolventes polares, pero solubles en alcohol y en la mayoría de disolventes orgánicos como el cloroformo o la acetona.

En lo relativo a su composición química, los aceites esenciales son mezclas de elevada complejidad constituidas principalmente por terpenos. Los terpenos son un grupo de hidrocarburos inodoros que contribuyen muy poco al aroma y actúan como «base» diluyente del aceite esencial. Los responsables del aroma suelen ser sustancias que se encuentran en menor proporción, que son los compuestos orgánicos con grupos funcionales como cetona, alcohol, éster, aldehído, alcohol, éter, etc. [3]. A pesar de ser estos los componentes minoritarios, su presencia y combinación en los aceites esenciales es primordial para que estos tengan su aroma característico.

1.2. Métodos de extracción: destilación por arrastre con vapor

La destilación por arrastre con vapor de agua es el método más común para la obtención de aceites esenciales. Se trata de un proceso de separación por el cual, mediante el uso de vapor de agua, se vaporizan los componentes volátiles de la materia vegetal.

El procedimiento consiste en hacer pasar un flujo de vapor a través de la materia prima, de modo que arrastra consigo los aceites esenciales. Posteriormente, estos vapores se enfrían y se condensan, dando lugar al destilado líquido formado por dos fases inmiscibles, la acuosa y la orgánica, que es el aceite esencial. Estas se pueden separar por decantación, gracias a la diferencia de densidad existente entre ambas.

Históricamente se distinguen tres tipos de destilación: hidrodestilación o destilación con agua, destilación con agua y vapor y destilación en corriente de vapor. Son iguales desde el punto de vista puramente teórico, sin embargo, existen ciertas variaciones en la práctica y en los resultados obtenidos, debido a algunas reacciones que ocurren durante la destilación [4].

Las principales diferencias entre los tres tipos son la disposición de la materia prima vegetal y el lugar de producción del vapor de agua:

- **Hidrodestilación:** el material vegetal a destilar se halla sumergido en el agua. La generación de vapor se produce dentro del propio recipiente de destilación.
- **Destilación con agua y vapor:** el vapor se genera en el mismo recipiente donde se introduce la materia prima y el agua, pero estas no están en contacto directo. El producto a destilar se dispone en rejillas o placas perforadas y la parte inferior del recipiente se llena de agua hasta un nivel por debajo de dichas rejillas.
- **Destilación en corriente de vapor:** la materia prima y el agua no se encuentran en contacto. El vapor usado para la destilación se genera externamente y se inyecta por la parte inferior del recipiente de destilación en el que se encuentra la materia vegetal.

De los tres tipos, la destilación en corriente de vapor es el método convencional más usado en la actualidad a nivel industrial debido a la sencillez del proceso y los buenos resultados que proporciona en cuanto a cantidad, calidad y pureza de los aceites esenciales. Es por estas características que en presente trabajo se lleva a cabo este método a escala de laboratorio para estudiar y optimizar su funcionamiento, y así poder obtener los aceites esenciales de diferentes materias primas.

Capítulo 2

Objetivos

El presente trabajo se trata de un proyecto en su mayor parte experimental, cuyos objetivos son:

- Construir un montaje adecuado para la realización de la destilación en corriente de vapor a escala de laboratorio.
- Optimizar el funcionamiento de dicho montaje determinando los parámetros de operación óptimos para cada caso.
- Describir los procedimientos de extracción de aceites esenciales.
- Extraer aceite esencial de cáscara de naranja, cáscara de limón y flor de lavandín mediante el proceso de destilación por arrastre de vapor.
- Calcular los rendimientos de cada uno de los aceites esenciales obtenidos.
- Obtener curvas características que describan la extracción de los aceites esenciales en función del tiempo.
- Breve análisis de los aceites esenciales extraídos mediante el estudio de sus características físico-químicas.

Capítulo 3

Fundamento teórico

Los aceites esenciales tienen puntos de ebullición elevados, muy por encima del punto de ebullición del agua. En muchas ocasiones, obtener estos productos por destilación simple resulta muy complicado porque las elevadas temperaturas que se necesitan para vaporizar el aceite provocan su descomposición.

Por ello, el método utilizado para su obtención es el de destilación en corriente de vapor de agua. Mediante esta técnica, es posible separar los aceites esenciales, volátiles e insolubles en agua, de la planta que los contiene, a una temperatura inferior a la de su punto de ebullición.

El aceite esencial y el agua forman un sistema binario de dos líquidos inmiscibles, cuyo comportamiento está determinado por la ley de Dalton de las presiones parciales. Esta ley dice que la presión total de una mezcla de dos gases A y B a una temperatura determinada es igual a la suma de las presiones que cada gas ejercería si estuviera solo, a esa misma temperatura [5].

De tal forma, la presión total, a una temperatura determinada, se puede calcular como:

$$P_T = P_A + P_B$$

Siendo P_T la presión total del sistema y P_A y P_B las presiones de vapor de los componentes A y B, a la temperatura correspondiente.

Al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles su punto de ebullición será aquella temperatura a la cual la presión total, suma de las presiones parciales de vapor, es igual a la presión de trabajo. De este modo, esta temperatura estará por debajo del punto de ebullición que tendría cada sustancia por separado.

En el caso de la mezcla formada por el aceite esencial y el agua, si se trabaja a presión atmosférica, la destilación se produce a una temperatura inferior a los 100°C. Se consigue así la obtención de los aceites esenciales a una temperatura que evita su degradación.

Capítulo 4

Ensayos preparativos

En este capítulo se exponen los pasos previos a los ensayos de extracción por arrastre de vapor a escala de laboratorio.

Se encuentra una descripción del montaje del equipo y la puesta en marcha para comprobar su correcto funcionamiento, así como de las materias primas seleccionadas para los experimentos.

4.1. Montaje del equipo

En primer lugar, se procede a realizar la versión inicial del montaje del equipo necesario. Dicho montaje no es el definitivo ya que en la consecución de las distintas pruebas y ensayos surgen algunos inconvenientes que hacen que ciertos aspectos del mismo se modifiquen, adaptándose a las necesidades que aparecen. Estas modificaciones se comentan a lo largo del trabajo, según se van sucediendo.

La Figura 4.1 [6] muestra el esquema básico simplificado del que se parte para la construcción de la primera versión del sistema:

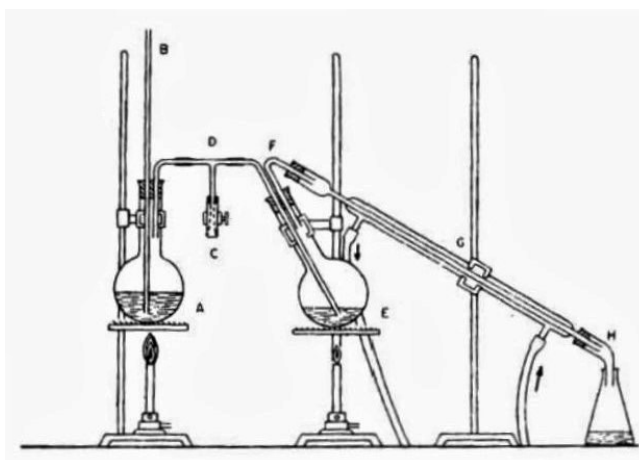


Figura 4.1: Esquema simplificado del montaje del equipo

Haciendo uso del material disponible en el laboratorio, se consigue el montaje mostrado en la Figura 4.2:

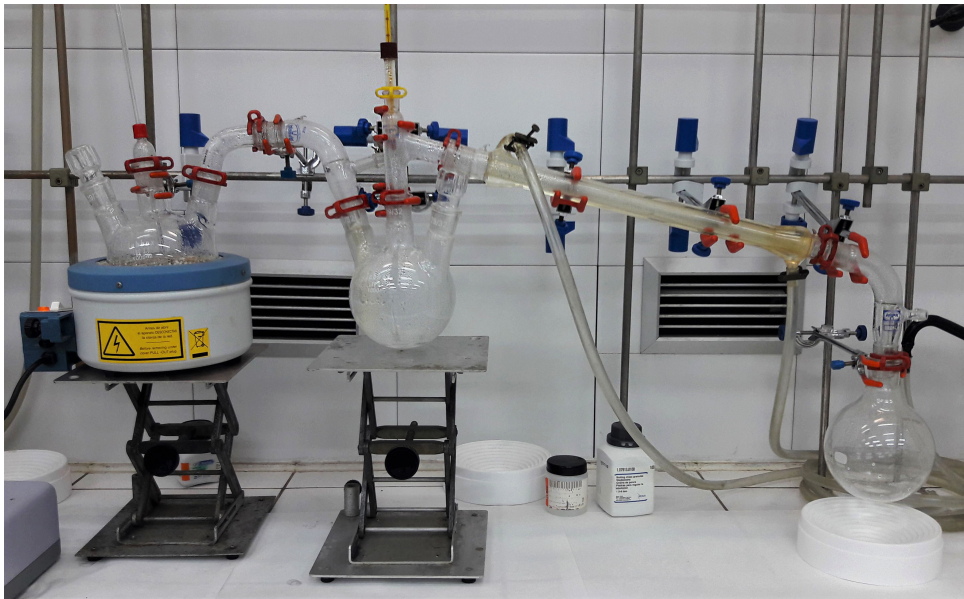


Figura 4.2: Montaje inicial del equipo

En él, se pueden distinguir, de izquierda a derecha, las siguientes zonas:

- **Zona de generación de vapor:** en ella se produce el vapor de agua que alimenta el proceso. Consta de un matraz redondo de tres bocas, que se ha denominado matraz generador, y de una manta calefactora que proporciona la energía necesaria.
- **Zona de destilación:** aquí se encuentra la materia prima de cual se desea extraer los aceites esenciales haciendo uso del vapor generado en la zona anterior. Consiste en un matraz de 1 litro, llamado matraz destilador, conectado al generador de vapor mediante unas piezas de vidrio acodadas. El codo de vidrio mencionado, que está unido al matraz, posee en su interior un tubo colector de vidrio que sirve, inicialmente, para adaptar un tubo de silicona de forma que el vapor consiga llegar a la parte inferior del matraz. El posicionar bien la salida de vapor es clave para este tipo de destilación, ya que el vapor ha de distribuirse uniformemente de abajo a arriba tratando de estar en contacto con toda la materia prima y así poder arrastrar el aceite que esta contiene.
- **Zona de condensación:** sirve para condensar los vapores procedentes del matraz de destilación. Se utiliza un tubo refrigerante Liebig con un diseño sencillo, por el que circula el líquido refrigerante, que en este caso es agua, en contracorriente.
- **Zona de recogida:** es la última parte, en la que se recolecta el destilado. En un principio se dispone de un matraz de recogida de fondo redondo. Como se observa en la imagen, el codo de vidrio final cuenta con una pequeña abertura al ambiente que permite que el sistema trabaje a presión atmosférica.

4.2. Puesta en marcha

Tras la ejecución del montaje, el siguiente paso consiste en la puesta en marcha para comprobar el correcto funcionamiento, colocando únicamente agua en el matraz generador de vapor. Con ello se pretende detectar posibles fugas de vapor, localizar pérdidas de calor significativas, comprobar que el flujo de vapor es suficiente y que además este sigue el camino adecuado hasta llegar a condensarse.

En la prueba realizada, no se detectan fugas, pero sí condensación del vapor en la superficie de los codos de vidrio que unen el matraz generador y el de destilación.

Ante esta situación desfavorable, se determina proceder al aislamiento de esta zona para evitar pérdidas de calor y, por tanto, el condensado del vapor. Con este objetivo, los materiales elegidos son algodón y papel de aluminio, ya que ambos poseen muy buenas características aislantes. Por un lado el algodón evita pérdidas de calor por conducción gracias a su baja conductividad, y por otro el aluminio refleja el calor transmitido por radiación.

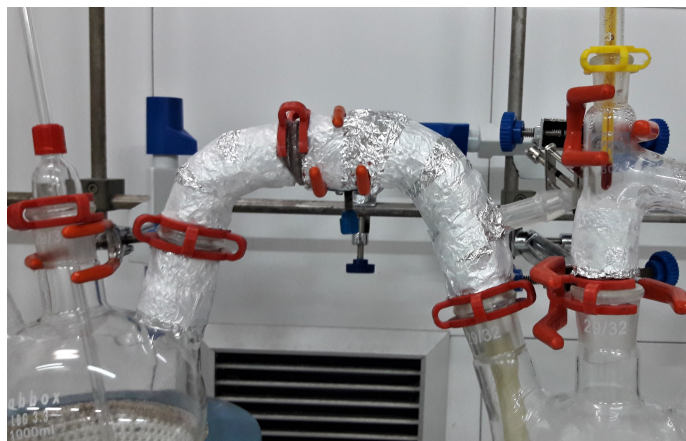


Figura 4.3: Aislamiento inicial

Una segunda prueba con agua sirve para comprobar que se produce una menor condensación de vapor en la zona mencionada, y se decide seguir adelante con los experimentos.

4.3. Selección de la materia prima

La materia prima seleccionada que se va a utilizar en el presente trabajo se clasifica en «artificial» y natural.

La materia prima «artificial» es una mezcla preparada de serrín y un aceite, donde la proporción de este puede variar según se decida. Pretende simular lo que sería el producto del que se quiere extraer el aceite mediante la destilación. Al conocer el porcentaje en masa de aceite que posee la mezcla inicial, va a servir para realizar los primeros ensayos y obtener una idea aproximada de la efectividad del equipo de usado.

La materia prima natural es aquella materia vegetal donde se pueden encontrar los aceites esenciales en la naturaleza, como son las hojas, flores, semillas, frutos, etc. Se utiliza en los experimentos finales.

4.3.1. Materia prima «artificial»

El serrín es la base que alberga el aceite a extraer, formando lo que se ha denominado como materia prima «artificial». El tipo de serrín utilizado para todos los experimentos de este trabajo es siempre el mismo, manteniendo sus características, para evitar que cambios en su composición o en su morfología influyan en los resultados. Se trata de un serrín mezcla de distintas maderas y de tamaño de viruta medio.

Los aceites para los experimentos se eligen en función de su disponibilidad en el laboratorio. Así, el primer producto en ser utilizado es el aceite de girasol común.

El segundo producto a utilizar son aceites esenciales o esencias. En el laboratorio se dispone de un conjunto de esencias entre las que se encuentran la de bergamota, almizcle, clavos girofle o de olor, ámbar y camelia, de las que se eligen tres para los experimentos. Todas ellas poseen las características necesarias para ser extraídas por el método de arrastre de vapor, son insolubles en agua, con temperatura de ebullición elevada y con alta volatilidad. Por ello, el criterio de selección se basa, simplemente, en la intensidad del color de la esencia, lo cual permitirá una mejor observación del aceite extraído en el matraz de recogida tras la destilación, y en la cantidad de aceite esencial disponible. Así, los aceites esenciales seleccionados son los de bergamota, ámbar y clavos girofle.



Figura 4.4: Materia prima «artificial», de izquierda a derecha esencias de bergamota, clavos girofle y ámbar, junto al serrín

Las propiedades más importante para todas estas sustancias son la temperatura de ebullición y la presión de vapor. Su valor determina si la destilación por arrastre con vapor es posible. En la Tabla 4.1 se recogen los rangos de ebullición determinados en el laboratorio.

Además, para facilitar los cálculos en los futuros experimentos se miden las densidades de las sustancias a la temperatura de trabajo del laboratorio, que habitualmente se encuentra entre los 21 y 22°C. Los valores obtenidos se recogen también en la Tabla 4.1.

Aceite	Rango de ebullición (°C)	Densidad (kg/l)
Girasol	> 245	0,916
Bergamota	189-192	0,879
Ámbar	175-179	0,864
Clavos girofle	166-171	0,901

Tabla 4.1: Rango de ebullición y densidad de los aceites seleccionados

4.3.2. Materia prima natural

Como se ha mencionado anteriormente, la denominada materia prima natural es aquella materia vegetal que posee aceite esencial en sus tejidos y el cual se pretende extraer en el laboratorio mediante la destilación en corriente de vapor.

Se realiza una lista con las posibles materias vegetales a destilar, entre las que destacan: lavanda, romero, canela, naranja, limón, sándalo y tomillo. Todas ellas poseen en alguna parte de su flor, hoja o cáscara glándulas con aceites esenciales. De las opciones propuestas se eligen tres, atendiendo a dos criterios: poder adquirir con facilidad la materia prima y disponer de gran cantidad de ella para efectuar varios ensayos en el laboratorio. Los productos seleccionados resultan ser los recogidos en la Tabla 4.2.

Nombre común	Nombre científico	Parte de la planta usada
Naranja dulce	<i>Citrus sinensis</i> (L.) Osbeck [7]	Las células de aceite de los cítricos están situadas justo debajo de la superficie en el epicarpio, también llamado flavedo, en el área coloreada de la fruta. [8]. Ver Figura 4.5.
Limón	<i>Citrus limon</i> (L.) Burm. f. [7]	Del mismo modo que en la naranja, se encuentra en la piel del fruto, en el flavedo. Ver Figura 4.5.
Lavandín	<i>Lavandula angustifolia</i> Mill. × <i>L. latifolia</i> Medik. [8]	La mayor parte del aceite se concentra en la flor de la planta.

Tabla 4.2: Materia prima natural seleccionada

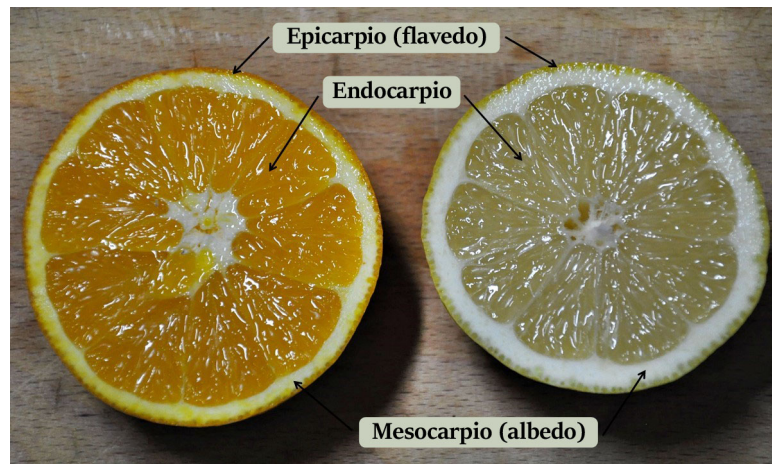


Figura 4.5: Sección transversal de naranja y limón



Figura 4.6: Planta de lavandín

Capítulo 5

Hidrodestilación

En primer lugar, y aunque no es el objetivo principal del presente trabajo, se decide comenzar con unos ensayos cualitativos del método de hidrodestilación haciendo uso del montaje disponible. Estos ensayos son los más sencillos de realizar y sirven como toma de contacto para conocer el funcionamiento del equipo y favorecer la adaptación al uso de todo el material de laboratorio implicado en los experimentos. Se pretende testar la versatilidad del equipo, y conocer las limitaciones del montaje inicial durante su funcionamiento con materias primas.

También se busca determinar con cuál de los tres aceites esenciales seleccionados se trabaja mejor y cuál ofrece mejores resultados en cuanto a cantidad recuperada de aceite, estado del producto final y facilidad de separación de las fases formadas en el destilado. Atendiendo a los resultados obtenidos, se quiere elegir una de esas tres esencias para los futuros ensayos de destilación en corriente de vapor.

Finalmente, otro de los objetivos es poder realizar una comparación cualitativa de los parámetros y resultados obtenidos con los dos métodos de extracción que se llevan a cabo en el presente trabajo, el de hidrodestilación y el de destilación en corriente de vapor.

Con el fin de aclarar los conceptos que van a aparecer a lo largo del presente trabajo, se definen a continuación:

- **Carga:** hace referencia a la masa de aceite entre la masa total de la mezcla de materia prima «artificial», formada por aceite y serrín.

$$\text{Carga (\% masa)} = 100 \cdot \frac{\text{Aceite introducido (kg)}}{\text{Materia prima «artificial» (kg)}} \quad (5.1)$$

- **Eficiencia:** definida como la cantidad de aceite extraído en porcentaje en masa, calculada como la masa de aceite recuperada respecto a la masa de aceite introducida inicialmente.

$$E (\% \text{ masa}) = 100 \cdot \frac{\text{Aceite recuperado (kg)}}{\text{Aceite introducido (kg)}} \quad (5.2)$$

- **Rendimiento:** se define habitualmente en la literatura de los aceites esenciales como el cociente entre masa de aceite esencial obtenido respecto a la masa de materia prima vegetal introducida inicialmente.

$$\eta (\% \text{ masa}) = 100 \cdot \frac{\text{Aceite obtenido (kg)}}{\text{Materia prima vegetal (kg)}} \quad (5.3)$$

- **Rendimiento normalizado:** se obtiene dividiendo cada uno de los rendimientos obtenidos en un experimento entre el rendimiento máximo para ese mismo experimento.

5.1. Descripción de la operación y procedimiento

En este método de extracción el producto a destilar se encuentra en contacto directo con el agua. Al llevar esta mezcla a ebullición con el calor aportado por la manta calefactora, el vapor que se genera arrastra consigo los aceites esenciales que contiene la materia prima.

El tipo de montaje que normalmente se emplea para el proceso de hidrodestilación es, por tanto, más simple que el que se ha construido en el laboratorio, pues la zona de generación de vapor y la de destilación son una sola, contando con un solo matraz para ello. En este caso, el equipo que se emplea es el correspondiente al montaje inicial realizado en la Sección 4.1. De este modo, la materia prima está en contacto directo con el agua en el matraz que se ha denominado como generador de vapor, quedando libre el llamado matraz de destilación, como se observa en Figura 5.1.



Figura 5.1: Montaje para hidrodestilación

Los ensayos de hidrodestilación se efectúan utilizando la materia prima «artificial» mencionada en la Sección 4.3, serrín como base a la que se añaden los aceites, el de girasol y los esenciales. La metodología seguida consta de los siguientes pasos:

1. preparar la mezcla de serrín y aceite en las proporciones determinadas y añadirla al matraz, junto con la cantidad de agua necesaria,
2. colocar todos los tapones de cierre en los matraces, y encender la manta calefactora principal, situada a la izquierda en la Figura 5.1
3. esperar hasta que empieza la ebullición del agua y el vapor comienza a generarse para abrir la llave de paso del agua que alimenta el condensador,
4. encender la manta central (la introducción de este elemento se detalla en el siguiente apartado), para evitar la condensación en ese matraz,
5. comenzar a contar el tiempo de operación después de la caída de la primera gota de destilado en el recipiente de recogida, y esperar el tiempo establecido,
6. al finalizar el tiempo de destilación, apagar la manta calefactora, quitar los tapones de ambos matraces y cortar el agua de refrigeración cuando el goteo de producto destilado finaliza,
7. recoger y separar el aceite contenido en el destilado al finalizar la destilación,
8. proceder a la limpieza del matraz destilador, depositando la materia prima sobrante en el correspondiente contenedor de residuos sólidos del laboratorio.

En cuanto a los parámetros de operación acordados para los ensayos, se recogen en la Tabla 5.1:

Parámetros fijos	
Cantidad de serrín (kg)	0,02
Cantidad de aceite (l)	0,01
Cantidad de agua (l)	0,35
Potencia de la manta calefactora (W)	410
Caudal de agua de refrigeración (l/min)	0,27 - 0,33
Presión de trabajo	atmosférica
Variables manipuladas	
Tiempo de operación (min)	50 - 70
Tipo de aceite usado	de girasol - esenciales

Tabla 5.1: Condiciones de operación para hidrodestilación

Por un lado, se deciden las cantidades de materia prima «artificial» y la cantidad de agua que se introduce en el matraz para la destilación. La potencia de la manta calefactora es la máxima que puede proporcionar y determina el caudal de vapor que se produce, siendo este, por tanto, otro de los parámetros fijos de operación. El caudal de agua de refrigeración oscila entre los valores mostrados en la tabla, pero se considera un dato fijo dado que su efecto refrigerante es el mismo en ese rango de valores. Por último, todas las operaciones se llevan a cabo a presión atmosférica, fijada por el propio sistema ya que está abierto a la atmósfera.

Por otro lado, las variables manipuladas son el tiempo de operación y el tipo de aceite empleado. En este caso, se ha determinado hacer únicamente dos ensayos, de 50 y 70 minutos, para cada uno de los cuatro tipos de aceites seleccionados.

5.2. Puesta en marcha: incidencias y soluciones propuestas

Durante los ensayos de hidrodestilación aparecen una serie de inconvenientes que obligan a la reconsideración de algunos aspectos del montaje inicial. A continuación se enumeran los problemas encontrados:

- Condensación de la mezcla de agua y aceite en el matraz central del montaje, denominado como matraz de destilación. El vapor generado junto con el aceite arrastrado ha de recorrer gran distancia hasta llegar al matraz de recogida. En este recorrido, el vapor pasa por el matraz central, el cual está frío y en contacto directo con el ambiente, lo cual provoca la condensación del flujo antes de alcanzar el condensador.
- Disminución del flujo de vapor en algunos momentos del experimento. Se observa como en algunos ensayos hay instantes en los que, debido a la formación de una capa compacta de serrín en la superficie del matraz, el vapor no fluye correctamente a través de la materia. Además, debido a esta aglutinación, se crean caminos preferentes para el vapor, el cual no llega a alcanzar ciertas zonas del producto a destilar.
- Pérdidas de producto final. El destilado está formado por dos fases, orgánica y acuosa, que se separan por decantación. En el montaje inicial utilizado el recipiente de recogida es un matraz, por lo que una vez terminada la destilación, hay que trasvasar el producto final a un embudo de decantación. En este movimiento, parte del aceite queda retenido en el matraz y se producen pérdidas de producto. En los experimentos de este capítulo no es algo importante dado que no se pretende obtener resultados cuantitativos, pero puede presentar problemas en los próximos ensayos, donde es importante cada mililitro de producto destilado.
- Deterioro del tubo de silicona adaptado al montaje por el que llega el vapor generado al matraz central. A pesar de haber comprobado que el material aguanta altas temperaturas, tras varios ensayos se observa que la silicona está cuarteada, pudiendo este hecho interferir en el producto final.

Después de analizar el funcionamiento del sistema por partes y tratar de identificar la causa los incidentes, se proponen e implementan las siguientes soluciones para tratar de mitigar cada uno de los problemas enumerados respectivamente:

- Colocación de una manta calefactora a unos centímetros del matraz central de forma que se no se produce acumulación de líquido en él y, así, todo el vapor acaba destilado en el recipiente de recogida. Además, se aprovecha para reforzar el aislamiento de la zona de unión entre los dos matraces añadiendo otra capa de algodón y una de material plástico aislante, que evita pérdidas por radiación.
- Realización de ensayos de prueba con distintas cantidades de serrín y agua, hasta conseguir una mezcla con las proporciones adecuadas que eviten la aglutinación del serrín en la superficie y permitan que el vapor penetre adecuadamente a través del mismo.
- Modificación del montaje inicial sustituyendo el matraz de recogida por un embudo de decantación, para evitar pérdidas de producto en el trasvase del mismo.
- Sustitución del tubo de silicona por un tubo de vidrio más resistente a las temperaturas alcanzadas. En estos experimentos este elemento no tiene demasiada importancia, ya que en el matraz destilador no se ha introducido nada, pero en los posteriores experimentos de destilación en corriente de vapor es clave, ya que su posición es la que determina la correcta difusión de este a través de la materia prima. Así, el nuevo tubo de vidrio adaptado tiene una mayor longitud que el tubo de silicona y va a permitir que el el vapor sea inyectado en el matraz destilador desde una posición más adecuada, favoreciendo el arrastre del aceite esencial. Este elemento se muestra en la Figura 5.2, donde también se observa parte del refuerzo del aislamiento.

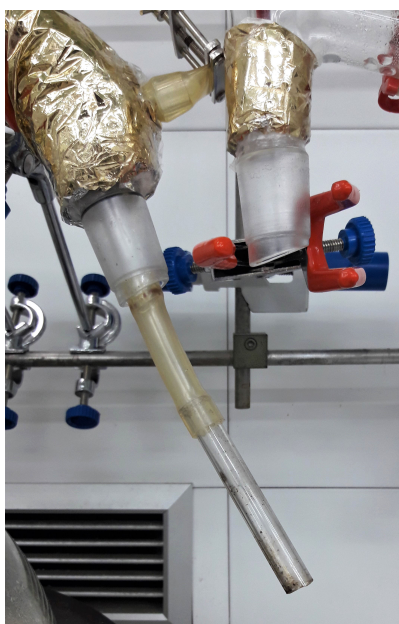


Figura 5.2: Detalle de la modificación del montaje: tubo de vidrio y aislamiento

5.3. Resultados

Aceite de girasol

Se realizan dos ensayos de 60 minutos cada uno con aceite de girasol común, y en ninguno de ellos se produce la extracción del aceite. Sin embargo, estos experimentos permiten verificar los límites del montaje realizado y confirmar lo visto en la teoría.

La destilación por arrastre con vapor se lleva a cabo con sustancias que tienen elevado punto de ebullición, como en este caso. Sin embargo, a diferencia de los aceites esenciales, el aceite de girasol es una sustancia muy pesada y poco volátil para ser extraída con este método.

Aceites esenciales

Seguidamente se pasa a realizar ensayos con las esencias elegidas. Los datos recogidos se muestran en la Tabla 5.2, donde la eficiencia se calcula según 5.2

	Bergamota		Ámbar		Clavos girofle	
Tiempo de operación (min)	50	70	50	70	50	70
Aceite introducido ($\cdot 10^{-3}$kg)	8,79		8,64		9,01	
Aceite recuperado ($\cdot 10^{-3}$kg)	5,2	5,4	5,0	5,1	5,5	5,8
<i>E</i> (% masa)	59,2	61,4	57,9	59,0	61,0	64,4

Tabla 5.2: Resultados para hidrodestilación con materia prima «artificial»

Para este tipo de aceite, el método de extracción por hidrodestilación sí funciona y, además, el equipo trabaja de manera correcta ofreciendo una eficiencia que se puede considerar buena. Para las tres esencias, tanto en los experimentos de 50 minutos como en los de 70 minutos, se consigue una eficiencia de en torno al 60%, observando que es ligeramente superior para el caso de mayor tiempo de extracción. Esto indica que la mayor parte de aceite se extrae antes de los 50 minutos de operación.

El estado del producto destilado es similar para todos los casos. Como se observa en el ejemplo de la figura, para los tres casos se obtiene un producto que presenta dos fases inmiscibles claramente diferenciadas: la fase orgánica correspondiente al aceite en la superficie, y una fase acuosa con cierta turbidez en la parte inferior. Su separación es factible por la diferencia de densidades que existe entre las fases, siendo, en este caso, más densa la fase acuosa que la orgánica. Además, el color del aceite es intenso y las cantidades recuperadas son grandes por lo que el proceso de separación no supone ninguna dificultad en este caso. En la Figura 5.3 se evidencia lo anterior:

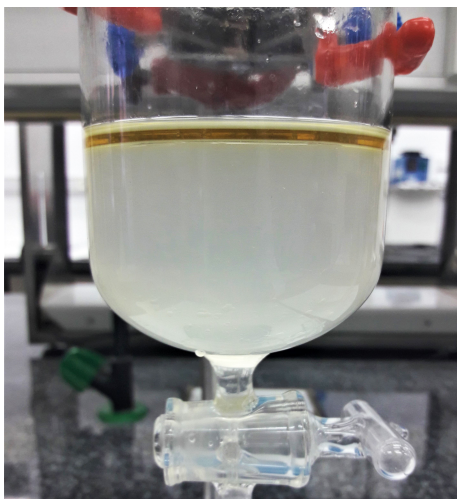


Figura 5.3: Producto de hidrodestilación de materia prima «artificial»: esencia de ámbar

Como se comenta al inicio del capítulo, los resultados presentados en este apartado sirven para seleccionar una de las tres esencias utilizadas en los experimentos de hidrodestilación. Tanto en cuestión de eficiencia como en cuestión de estado del producto final, las tres presentan resultados similares, por lo que la elección del aceite esencial se basa en otra razón. Como una parte importante del trabajo consiste en la obtención de aceite esencial cítricos, se decide elegir la esencia de bergamota para los próximos experimentos, ya que se extrae de la piel del fruto que es un cítrico híbrido entre naranja amarga y limón, y que, por ello, presenta cierta similitud con los aceites de naranja y limón que se quiere conseguir extraer en el presente trabajo.

Capítulo 6

Destilación en corriente de vapor

Tras la toma de contacto con el montaje y los equipos del capítulo anterior, aquí se desarrolla el núcleo central del presente proyecto, es decir, la descripción de los procedimientos y ensayos por destilación en corriente de vapor.

Se busca el establecimiento de un protocolo que estandarice los pasos a seguir en todos los ensayos y así reduzca a un mínimo aceptable los elementos arbitrarios que influyen en el desarrollo de los experimentos. Se plantea un primer grupo de experimentos realizados con la denominada materia prima «artificial» con los que es posible evaluar la efectividad del montaje a la par que incrementar el dominio en la manipulación de este. Además, con ellos, se desarrolla el procedimiento a seguir para el ajuste los parámetros de operación óptimos de cara a los ensayos con materia prima natural.

6.1. Descripción de la operación y procedimiento

En el método de extracción por destilación en corriente de vapor, la materia prima a destilar y el agua para la producción de vapor no se encuentran en contacto directo en un mismo recipiente. En comparación con el método de hidrodestilación, el vapor de agua necesario es generado externamente e inyectado en el matraz donde se encuentra la materia a destilar, a través de un tubo que llega hasta el fondo del mismo. De este modo, el vapor se distribuye uniformemente a través de toda la materia prima, arrastrando los aceites esenciales que son posteriormente condensados y aislados.

El montaje utilizado es el propuesto inicialmente, incluyendo el cambio del tubo de silicona por el tubo de vidrio realizado durante el proceso de hidrodestilación. En este caso, se dispone la materia prima en el matraz de destilación, situado en el centro de la imagen, y el agua en el denominado como matraz generador, situado a la izquierda, como se ilustra en la Figura [6.1](#). A pesar de que en la imagen aparece una manta calefactora bajo el matraz central que contiene la materia prima, esta no se usa en ningún momento durante los experimentos descritos en este capítulo. Sirve únicamente como ayuda para sostener el matraz cuando se desmonta para su limpieza.



Figura 6.1: Montaje para destilación en corriente de vapor

El procedimiento general seguido en los ensayos de destilación es independiente de la naturaleza de la materia prima, por eso es el mismo para el caso de la materia prima «artificial» y natural que se utiliza en este capítulo. Consta de los siguientes pasos:

1. cargar el matraz destilador con la materia prima previamente preparada,
2. introducir la cantidad de agua necesaria en el matraz generador de vapor,
3. colocar todos los tapones de cierre en los matraces,
4. encender la manta calefactora, fijando la potencia de trabajo óptima determinada,
5. esperar hasta que empieza la ebullición del agua y el vapor comienza a fluir hacia el matraz destilador para abrir la llave de paso del agua que alimenta el condensador,
6. comenzar a contar el tiempo de operación después de la caída de la primera gota de destilado en el recipiente de recogida,
7. iniciar la toma de datos según los intervalos de tiempo establecidos en cada caso. Para ello, retirar el embudo de decantación con el destilado correspondiente y colocar otro,
8. separar el aceite contenido en el destilado retirado en el paso anterior y almacenarlo en un vial. Pesar y anotar la cantidad,
9. repetir los pasos 7, 8 y 9 hasta llegar al tiempo óptimo de operación concretado en cada caso. Entonces, apagar la manta calefactora y quitar los tapones del matraz destilador y generador, usando los guantes de protección. Cortar el agua de refrigeración cuando el goteo de producto destilado finaliza,
10. proceder a la limpieza del matraz destilador, depositando la materia prima sobrante en el correspondiente contenedor de residuos sólidos del laboratorio.

6.2. Destilación con materia prima «artificial»

6.2.1. Preparación de la materia prima «artificial»

Se utiliza una base de serrín junto con el aceite esencial de bergamota. El serrín utilizado es del mismo tipo para todos los ensayos, sin embargo la esencia de bergamota de la que se dispone se agota en los ensayos del capítulo anterior, y la utilizada en este caso pertenece a un nuevo lote que puede tener distintas características. Se mide su densidad, resultando ser, en este caso, 0,898 kg/l.

Las cantidades utilizadas se muestran en la Tabla [6.1](#):

Materia prima «artificial»	
Cantidad de serrín (kg)	0,02
Cantidad de aceite esencial (l)	0,005
Cantidad de aceite esencial (kg)	0,00449
Carga (%)	18

Tabla 6.1: Cantidades de materia prima «artificial» para destilación en corriente de vapor

Las cantidades de serrín y bergamota usadas suponen una carga (calculada según [5.1](#)) del 18 % de aceite esencial en la mezcla inicial de materia prima «artificial». El porcentaje de carga no interesa que sea muy elevado para ajustarse más a la simulación del caso con la materia prima natural, en la cual el porcentaje de aceite va a ser muy reducido. Sin embargo, en el presente caso se utilizan estas cantidades con el fin de que la cantidad destilada sea fácil de separar y cuantificar.

El proceso de preparación consiste en pesar la cantidad de serrín necesaria en un recipiente y añadir el volumen de aceite esencial fijado con la ayuda de una pipeta. Seguidamente, se cierra el recipiente y se mueve durante unos minutos, favoreciendo el reparto homogéneo del aceite por todo el serrín.

Los pasos mencionados se siguen de la misma manera para cada uno de los ensayos, procurando realizar todos ellos con materia prima en las mismas condiciones para influir lo menos posible en las diferencias entre experimentos.



Figura 6.2: Materia prima «artificial» preparada

6.2.2. Diseño experimental y parámetros de operación

Antes de comenzar con la fase de determinación de los parámetros de operación, se pone en marcha el equipo con la materia prima «artificial» ya preparada. Este primer ensayo se ejecuta con el fin de confirmar que es posible extraer el aceite esencial por medio de este método y con el montaje disponible.

Una vez se comprueba que el método da resultado, se da paso a una fase de pruebas de diseño operativo a través de las cuales se estudia el funcionamiento del equipo para establecer las condiciones de operación adecuadas que optimizan el proceso. En dicha fase de pruebas, se analizan los siguientes aspectos para la toma de decisiones en este orden: capacidad del generador de vapor, flujo de vapor y tiempo de operación óptimos, método de separación del aceite esencial obtenido y otros parámetros.

Capacidad del generador de vapor

El resultado de la primera prueba es satisfactorio aunque, sin embargo, se observa que el agua introducida en el matraz generador se consume a un ritmo acelerado. Este hecho hace pensar que la capacidad reducida del actual matraz, de un litro, puede llegar a ser un factor limitante para los experimentos venideros cuya duración sea prolongada en el tiempo.

Con idea de evitar esta limitación en un futuro, se plantea la posibilidad de cambiar el matraz generador por uno de mayor volumen. Se aprovecha la oportunidad de tener acceso al conjunto de un matraz de mayores dimensiones y a su correspondiente manta calefactora. El matraz tiene una capacidad de 20 litros y la manta calefactora una potencia fija de 2000 W, que no se puede regular. Esto plantea el inconveniente de que el

caudal de vapor generado por esta configuración no es procesable por el resto del montaje, concretamente por el condensador, que pasa a ser el elemento limitante.

Como solución se plantea lo siguiente: dado que la manta calefactora consiste en una resistencia eléctrica que calienta por efecto Joule, al introducir una fuente de tensión variable se puede, variando la tensión de alimentación, modificar a su vez la potencia con la que se calienta el matraz y su contenido.

En la Figura 6.3 se muestra el nuevo generador de vapor junto con el sistema de regulación de potencia:



Figura 6.3: Matraz generador y manta calefactora (izquierda) y regulador de potencia (derecha)

La inclusión de este elemento regulador permite incorporar el conjunto de matraz y manta calefactora al equipo actual. Se logra así el objetivo principal de ampliar la cantidad de agua disponible para generar vapor a lo largo del tiempo, al pasar de un matraz de 1 litro a uno de 20 litros. A su vez, se consiguen las siguientes mejoras:

- Aumentar el caudal y rango de vapor generado dado que se cambia una manta que trabaja sólo a 205 W o 410 W, a un montaje que permite elegir la potencia adecuada en un intervalo entre 0 y 2 kW.
- Al estar el generador de vapor sobredimensionado, hace que el montaje sea compatible con posibles futuras ampliaciones del resto del equipo.

En resumen, la introducción de la manta calefactora alimentada a través del regulador de tensión dota al conjunto del montaje de una mayor versatilidad.

Con esta nueva configuración, la cantidad de agua que se va a utilizar en los experimentos queda determinada en 4 litros. Este volumen de agua es el justo para poder ser calentado en un tiempo relativamente pequeño y para permitir que la operación esté activa durante varias horas.

Potencia y flujo de vapor óptimos

Tras la instalación de los nuevos elementos de la zona de generación de vapor, hay que establecer el caudal de vapor de agua óptimo. Este parámetro se regula a través de la potencia de la manta calefactora recién instalada, por medio del regulador adaptado a ella.

Como se comenta en el apartado anterior, el condensador es un elemento que limita el flujo de vapor que se puede utilizar con este equipo. Es por esto que el primer paso es determinar la potencia máxima posible, aquella que genere una cantidad de vapor moderada para que el condensador pueda condensarlo sin saturarse.

El procedimiento seguido para ello consiste en poner en marcha la destilación comenzando con una potencia inicial de 2000 W, que es la máxima que puede aportar la manta calefactora. El caudal que se produce es desmesurado, gran parte de él no es condensado y llega a escapar por la apertura final en forma de vapor. De este modo, regulando la potencia, hay que ir ajustando el flujo hasta que el condensador sea capaz de condensar todo el vapor. Tras varias pruebas, se determina un valor de 800 W como la potencia máxima que se puede utilizar con este sistema.

Sin embargo, este valor máximo no tiene por qué ser el óptimo. Para poder tomar una decisión, se realizan tres ensayos con distintas potencias: 800, 600 y 400 W. Los resultados reportados se muestran en la Figura [6.4](#):

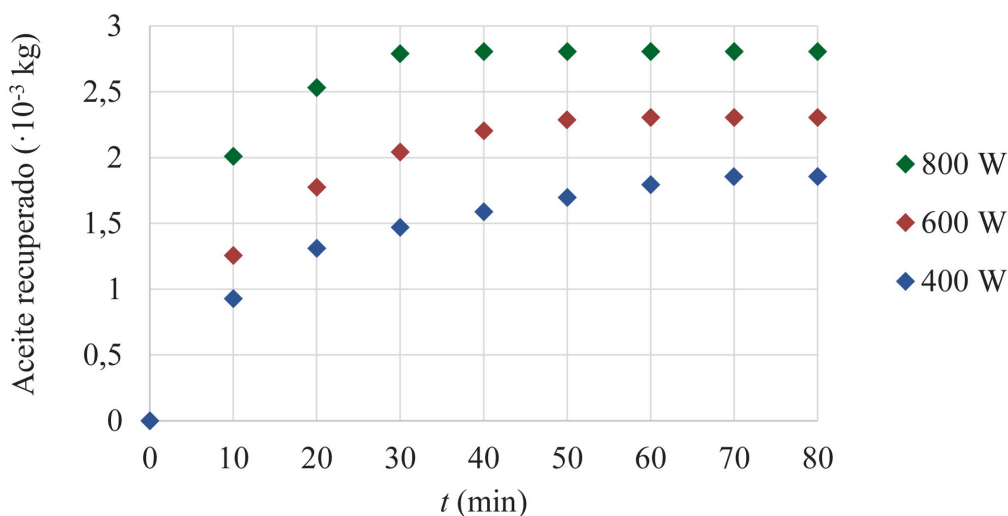


Figura 6.4: Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo a distintas potencias, por destilación en corriente de vapor de materia prima «artificial»

Como se observa en la gráfica, existe un límite asintótico que es la cantidad máxima de aceite extraíble. Dado que los experimentos se realizan con la misma carga inicial de aceite, este límite debería ser el mismo para todos ellos. Sin embargo, se aprecia que cuanto mayor es la potencia de generación, mayor es la cantidad máxima obtenida. Una posible explicación para este hecho es que cuanto menor es el flujo de vapor, peor es su

distribución a través de la materia prima, por tanto hay zonas a las que el vapor no accede y parte del aceite no es extraído.

En la Tabla 6.2 se recoge el momento en el que se alcanza el valor límite en cada experimento con diferentes potencias. Además, se incluye el valor de la energía suministrada hasta llegar a ese punto en cada caso:

Potencia (W)	Tiempo (s)	Energía consumida (kJ)
800	1800	1440
600	3000	1800
400	4200	1680

Tabla 6.2: Balance de energía de los experimentos a distintas potencias

A tenor de estos resultados, se decide fijar 800 W como la potencia de trabajo que optimiza esta operación de destilación, ya que dentro de los valores estudiados, es la que consigue extraer más cantidad de aceite en un menor tiempo y con un menor consumo energético.

Tiempo de operación óptimo

Una vez precisada la potencia de trabajo adecuada, el siguiente paso es determinar el tiempo óptimo de destilación. El objetivo es encontrar el momento en el que la cantidad de aceite esencial obtenido alcanza el régimen permanente y, por tanto, no merece la pena mantener la operación activa durante más tiempo.

Para ello, se realiza un experimento de 70 minutos de duración durante los que se va extrayendo, en intervalos de 10 minutos, el volumen de aceite recuperado. Para todos los experimentos del presente trabajo, se establece que el tiempo de operación se comienza a contar al caer la primera gota de destilado en el matraz de recogida.

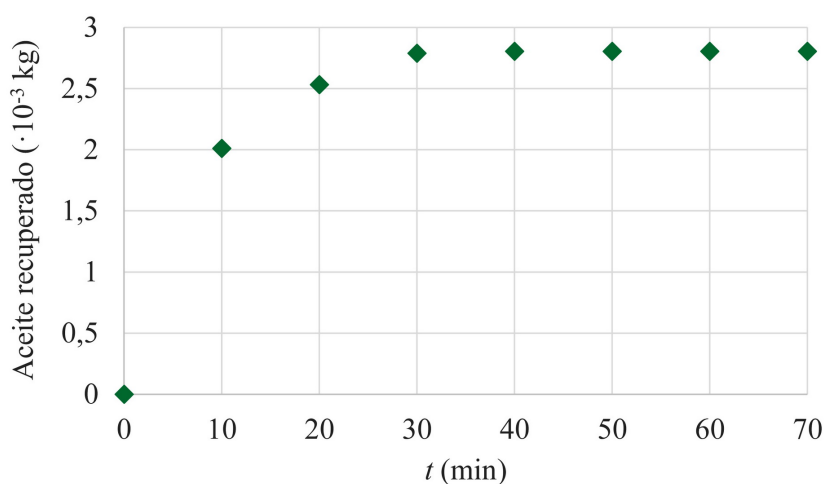


Figura 6.5: Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo, por destilación en corriente de vapor de materia prima «artificial»

Se observa en la Figura 6.5 que la mayor parte de aceite esencial se extrae en los primeros minutos de la operación. Pasados los 30 minutos, la cantidad obtenida no presenta variaciones representativas. Solo se perciben pequeñas gotas en la superficie del destilado que resultan muy difíciles de separar, suponiéndose despreciable esa cantidad.

Al final del ensayo se prueba a remover la materia prima «artificial» con el objetivo de comprobar si una redistribución de esta puede incrementar algo más la cantidad de aceite extraído. Al no obtenerse más aceite, se confirma que la acción de remover no tiene efecto sobre el resultado de la extracción por lo que no se vuelve a realizar en los posteriores ensayos.

En este caso, el tiempo óptimo de extracción queda determinado, por tanto, en 35 minutos. Teniendo en cuenta el resultado de la gráfica, se replantean los intervalos de toma de medidas adecuados. Entre los valores de 0 y 10 minutos interesa reducir el intervalo y tener más datos, ya que son los instantes en los que se obtiene la mayor parte del aceite. De este modo, para futuros experimentos, se van a tomar medidas en los minutos 1,5, 3, 5, 10, 15, 25 y 35 de la operación.

Método de separación del aceite esencial

El método de separación del aceite esencial y el agua obtenidos en el producto final se decide en función de las características del mismo.

En el destilado recogido en los ensayos de prueba se distinguen las dos fases de manera clara. Además, la cantidad de aceite es la suficiente como para poder separar ambas fases directamente mediante decantación. El aspecto del destilado se puede contemplar en la Figura 6.6:

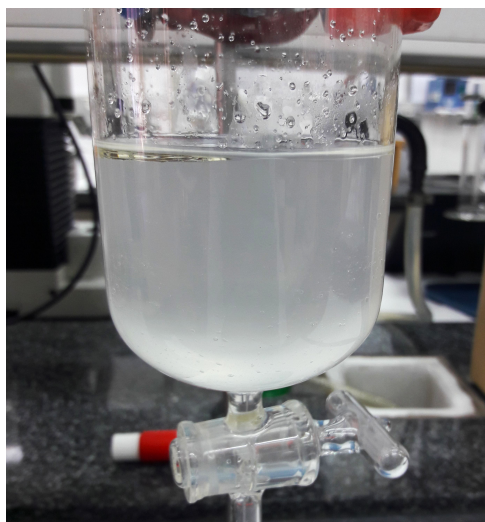


Figura 6.6: Producto de destilación en corriente de vapor de materia prima «artificial»: esencia de bergamota

A pesar de que las fases están visiblemente separadas, se aprecia que la fase acuosa presenta turbidez y un olor característico a aceite de bergamota. Esto lleva a pensar

que se trata de una emulsión de agua y aceite. En efecto, esta fase acuosa es lo que se conoce como agua esencial, hidrosol o hidrolato, que , junto con el aceite esencial, es un producto de la destilación en corriente de vapor de materia vegetal. Es una solución de agua que contiene algunas microgotas del aceite esencial así como algunos componentes hidrosolubles del producto vegetal [9].

Con el fin de ver si es posible separar ese aceite, se toman varias muestras de ese agua y se someten a un proceso de centrifugado. Tras ello, vuelven a aparecer dos fases: la acuosa, que se observa sin turbidez, y la orgánica, en la superficie y casi inapreciable. Esa cantidad de aceite es tan pequeña que no interesa tratar de usar algún método de separación más sofisticado para su extracción.

En definitiva, se va a utilizar un método físico de separación, la decantación. Por diferencia de densidades y haciendo uso de un embudo de decantación se consigue separar ambas fases.

Otros parámetros

- **Cantidad de materia prima:** las cantidades de serrín y aceite esencial de bergamota a utilizar quedan determinadas en el apartado [6.2.1](#).
- **Caudal de agua de refrigeración:** caudal moderado que permite la condensación del vapor a un ritmo adecuado, y que minimiza el gasto de agua.
- **Presión de trabajo:** al tratarse de un montaje abierto al ambiente, es la atmosférica.

Resumen

Como resumen del diseño operativo elaborado en esta fase de pruebas, el la [Tabla 6.3](#) recoge los parámetros de operación fijados para los próximos experimentos:

Parámetros de operación	
Tiempo total de operación (min)	35
Intervalos de extracción (min)	1,5 - 3 - 5 - 10 - 15 - 25 - 35
Cantidad de serrín (kg)	0,02
Cantidad de aceite esencial (l)	0,005
Cantidad de agua (l)	4
Potencia de la manta calefactora (W)	800
Caudal de agua de refrigeración (l/min)	0,33 - 0,39
Presión de trabajo	atmosférica
Método de separación del producto final	decantación

Tabla 6.3: Condiciones de operación para destilación en corriente de vapor con materia prima «artificial»

6.2.3. Resultados experimentales

La determinación del conjunto de parámetros de operación supone la finalización del proceso de pruebas y permite dar paso al comienzo de los ensayos finales de destilación en corriente de vapor. Con ellos se pretende obtener el valor promedio de la eficiencia del sistema con la materia prima «artificial» usada.

Se ejecutan cuatro experimentos en las mismas condiciones operativas, que aportan los resultados mostrados en la Figura 6.7, donde la eficiencia se calcula según 5.2

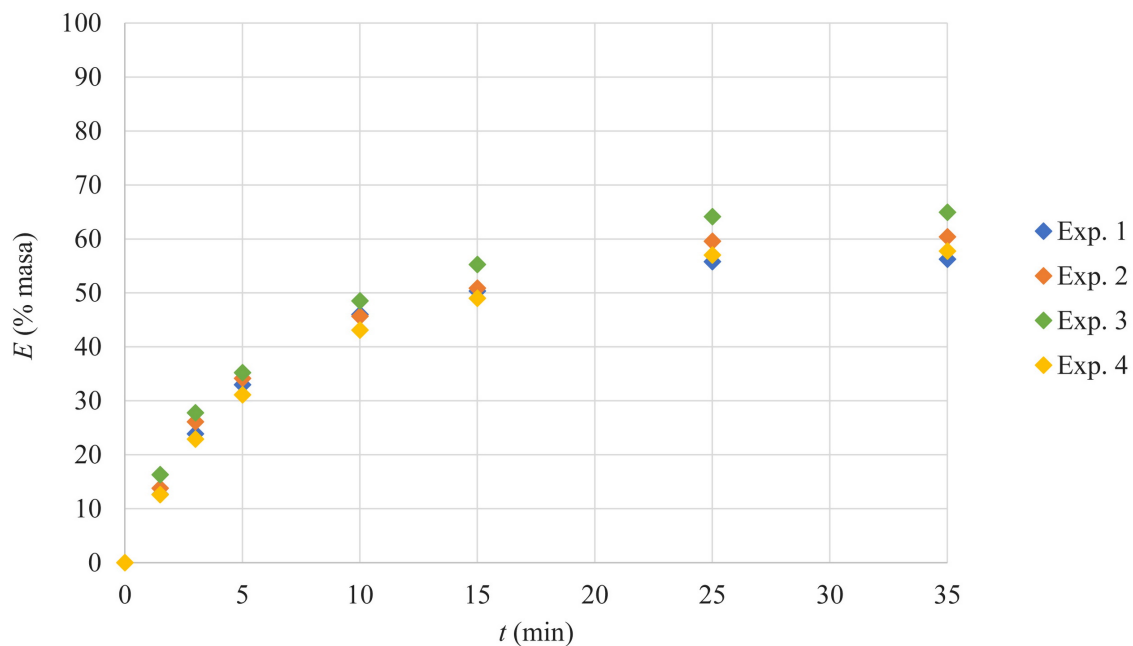


Figura 6.7: Eficiencia obtenida en cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor con materia prima «artificial» bajo las mismas condiciones de operación

En esta gráfica, se puede apreciar claramente que el intervalo de máxima extracción de aceite se da entre los 0 y 10 minutos de la operación. De hecho, en ese tiempo, se produce la obtención de en torno al 80 % del aceite total recuperado al final de la destilación. A los 35 minutos se considera que se alcanza el régimen permanente de la operación. Las cantidades que se obtienen son prácticamente inapreciables y complicadas de separar, y la prolongación del ensayo más allá de ese minuto se traduce en costes de operación innecesarios.

Se obtiene una eficiencia promedio de $60 \pm 3,8\%$, que indica que con el equipo disponible y las condiciones establecidas se puede llegar a recuperar más de la mitad del aceite introducido inicialmente en una destilación de 35 minutos de duración. Esto supone que tanto el montaje como el método de extracción usados tienen unos límites de extracción que impiden recuperar el 100 % del aceite.

6.3. Destilación con materia prima natural

6.3.1. Preparación de la materia prima natural

Las materias primas seleccionadas son naranja dulce, limón y lavandín. Antes de comenzar con los experimentos, es necesario preparar la parte de cada una de ellas que se va a destilar: la cáscara en el caso de los cítricos y la flor en el caso del lavandín.

Los pasos seguidos en cada caso son siempre los mismos, tratando de estandarizar el proceso de preparación para que las características de la materia prima a destilar y las condiciones en las que se realizan los experimentos sean las mismas, dentro de lo posible.

Naranja

En la Figura 6.8 se muestra la sucesión de pasos:

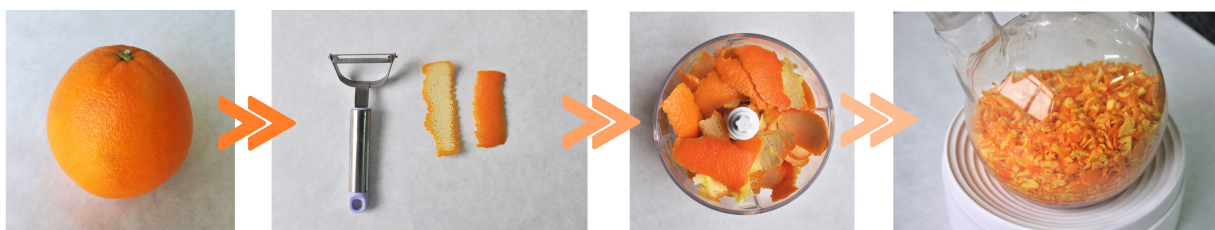


Figura 6.8: Proceso de preparación de la cáscara de naranja

- **Abastecimiento:** en este caso, las naranjas son adquiridas en un supermercado, procurando que sean de la misma variedad para los sucesivos ensayos.
- **Lavado y secado:** algunas de las frutas que se encuentran en el mercado llevan adheridos conservantes y ceras que las mantienen en buenas condiciones y con buena apariencia exterior. No interesa que la cáscara que se va a utilizar lleve estas sustancias, pues si son arrastradas por el vapor de agua podrían contaminar el producto final disminuyendo su pureza. Se lavan y secan sin romper la piel para evitar que escape el aceite que esta contiene.
- **Pelado:** se realiza con un pelador que permite que la cáscara tenga el grosor adecuado y contenga todas las células donde está el aceite. El resto de fruta se guarda para su aprovechamiento.
- **Picado:** para disminuir el tamaño de las cáscaras hasta uno más adecuado que facilite el paso del vapor, se trocean con ayuda de un picador. Todos los lotes de materia prima son sometidos al mismo tiempo y método de picado.
- **Almacenamiento:** el picado se realiza momentos antes de comenzar los experimentos. Hasta entonces, la materia prima en estado fresco se mantiene almacenada en un recipiente cerrado herméticamente, evitando el escape de los aceites volátiles.

Limón

Debido a las similitudes físicas que presentan la naranja y el limón, la metodología seguida para la preparación ambos cítricos es idéntica.

Lavandín

Dado que las flores ya presentan las características adecuadas para su destilación, la preparación de este producto es sencilla:

- **Recogida:** la planta se recoge en la época de cosecha, en el mes de Agosto.
- **Selección:** el aceite esencial se concentra principalmente en la flor, por lo que se va a reservar esa parte para los experimentos, desechando el tallo de la planta. Así, se evita que en el matraz destilador, de capacidad limitada, se introduzcan partes que apenas contienen aceite esencial, pudiendo introducir más cantidad de las que sí poseen.
- **Almacenamiento:** como en este caso la flor no se destila hasta meses después de su recogida, se almacena durante ese tiempo en cajas herméticas. Se intenta, así, reducir las pérdidas de aceite por volatilización en los meses de almacenaje.

En la Figura [6.9](#) se puede contemplar la forma y tamaño de las flores utilizadas:.



Figura 6.9: Flor de lavandín antes y después de su preparación

6.3.2. Diseño experimental y parámetros de operación

En esta fase de ensayos previos se produce la primera toma de contacto con la destilación de materia prima natural que, a diferencia de la materia prima «artificial», posee una cantidad de aceite esencial *a priori* desconocida. Esto genera cierta incertidumbre, pues no se sabe si la cantidad que posee va a ser fácilmente extraíble con el equipo disponible y si, en caso de que lo sea, esta va a ser la suficiente para la consecución de los ensayos cuantitativos. Todo esto hace que las primeras pruebas que se efectúan sean un punto crítico en el presente trabajo, ya que los resultados que se obtengan en ellas condicionan los posteriores experimentos.

Además de comprobar que la extracción de aceite esencial de las materias seleccionadas es factible, con los ensayos previos se reajusta el equipo para su correcto funcionamiento. Así, se pretende:

- Determinar la **cantidad máxima de materia prima natural** que se puede introducir en el matraz destilador, teniendo en cuenta que el rendimiento es directamente proporcional a la cantidad que se introduce. Cuanta más materia prima, más aceite se obtiene.
- Fijar el **flujo de vapor de agua óptimo**, tratando de conseguir una distribución uniforme del mismo a través de la materia prima. Recordar que este flujo se ajusta mediante la variación de la potencia de la manta calefactora que, como se ha visto en la sección anterior, no puede sobrepasar los 800 W, pues es el valor máximo limitado por el condensador.
- Comprobar que la extracción de aceite esencial es factible.
- Seleccionar los **tiempos de operación convenientes** para cada materia prima. Con esto se evita la pérdida de tiempo durante los ensayos y el gasto económico innecesario de electricidad y agua.
- Elegir el **método de separación adecuado** según las características del destilado que se obtiene. Se trata de comprobar si las dos fases que se forman son claramente apreciables a simple vista o forman una emulsión que o bien habrá que dejar decantar para su posterior separación o bien habrá que separar mediante extracción con un disolvente adecuado.

Como se observa, el procedimiento es similar al que se sigue para el ajuste de parámetros de la operación con materia prima «artificial», descrito en el apartado [6.2.2](#). A continuación, se detalla el proceso llevado a cabo para cada una de las materias primas.

Naranja

El primer contacto con el proceso de destilación con materia prima natural se realiza con este producto. Tras la preparación de la cáscara de naranja, se introducen 0,4 kilogramos en el matraz de destilación, ocupando tres cuartas partes de su volumen. Se intenta

aprovechar la máxima capacidad del recipiente, pues cuanto mayor sea la cantidad introducida más aceite esencial se puede obtener. En la Figura 6.10 se muestra el montaje utilizado y la disposición de la materia prima:



Figura 6.10: Montaje para destilación en corriente de vapor con cáscara de naranja

La prueba se inicia fijando la potencia de la manta calefactora en el valor máximo que se puede utilizar con este equipo, 800 W. Como se puede ver en el apartado 6.2.2, esta potencia proporciona el flujo de vapor óptimo para una extracción rápida y sin problemas de saturación del condensador.

Cuando el vapor comienza a inyectarse en el matraz destilador surge el primer problema. El flujo no es capaz de atravesar la materia prima, ya que los trozos de cáscara están formando una masa muy compacta que bloquea la salida del vapor hacia la superficie. Esto induce a un aumento de la presión interna en el matraz generador, provocando el salto de los tapones de cierre del mismo. Se detecta así que la compactación de la materia prima supone un factor limitante para los experimentos.

Ante esta situación, se plantean dos soluciones: generar un flujo de vapor mayor que consiga atravesar la materia o reducir la cantidad de materia prima introducida. La primera opción queda descartada, pues ya se está trabajando con el máximo flujo posible que el condensador puede condensar. Por tanto, se decide realizar varias pruebas disminuyendo progresivamente la cantidad de cáscara hasta dar con la cantidad que permite el paso del vapor, resultando ser 0,27 kilogramos.

Tras fijar la cantidad máxima de materia prima y el flujo de vapor óptimo se pone en marcha la destilación. Este es un momento crucial, pues se va a comprobar si se produce la extracción del aceite esencial. Con la caída de las primeras gotas de destilado se comienzan a apreciar pequeñas gotas de aceite flotando en la superficie, con las que se prevé el éxito de la extracción.

Paralelamente a la comprobación de la obtención de aceite esencial se determina el tiempo óptimo de operación. Durante 70 minutos de destilación, en intervalos de 10 minutos, se extraen muestras de destilado para cuantificar el aceite extraído y decidir en

qué momento es preciso finalizar el proceso. Bajo las condiciones de operación fijadas con anterioridad, el resultado obtenido se muestra en la Figura 6.11:

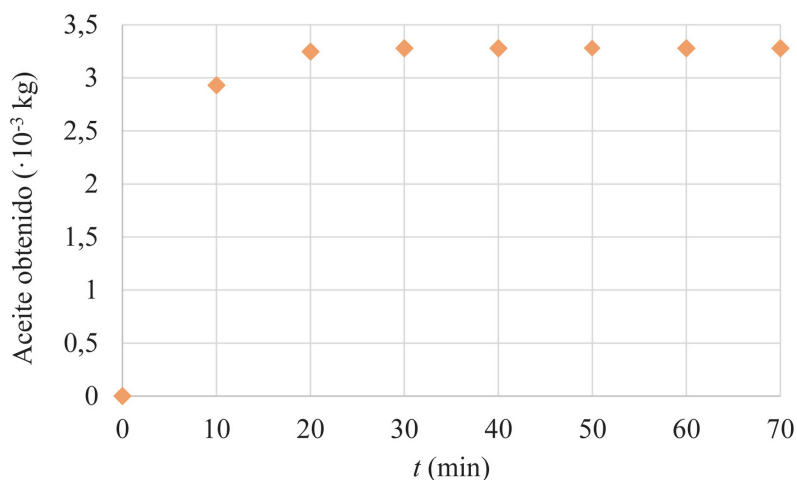


Figura 6.11: Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo, por destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja

En vista de ello, se determina 25 minutos como tiempo óptimo en el que se extrae la mayor cantidad de aceite esencial posible. Además, con el objetivo tener más medidas en el intervalo de tiempo entre 0 y 10, los instantes de toma de datos para futuros experimentos se fijan en los minutos 1,5, 3, 5, 10, 15 y 25 de la operación.

Finalmente, para determinar el método de separación del aceite esencial y el agua del producto final se observa su apariencia. En la imagen resulta algo complicado apreciar la diferencia entre las fases que se recogen, pero con una visualización directa en el laboratorio están claramente diferenciadas. Ambas fases son nítidas, sin turbidez alguna. Este hecho favorece la separación del aceite por medio de decantación, sin necesidad de tener que usar disolventes para su extracción.

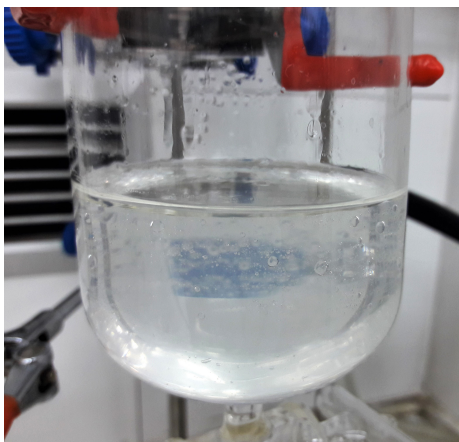


Figura 6.12: Producto de destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja

Limón

Debido a las características físicas que el limón y la naranja tienen en común, el procedimiento para las pruebas de ajuste de condiciones de operación con ambos cítricos es análogo. Así mismo, para los parámetros de cantidad de materia prima introducida en el matraz destilador y flujo de vapor óptimo se toman los establecidos para el caso de la naranja.

En la Figura 6.13 se puede ver la disposición de la cáscara de limón en el matraz destilador:



Figura 6.13: Disposición de la cáscara de limón en el matraz destilador

No obstante, las cantidades de aceite esencial de limón que se obtienen son mucho más pequeñas y complicadas de separar, dificultando la toma de medidas. Por ello, se decide llevar a cabo únicamente el ensayo de prueba y otro más, cuyos resultados se presentan en el siguiente apartado.

El tiempo máximo de extracción se establece en 45 minutos, a partir de los cuales apenas se percibe aceite en el destilado. Los instantes de tiempo propuestos para extraer y cuantificar muestras durante la destilación son 5, 8, 10, 15, 25 y 45 minutos. Se eligen intervalos grandes para que la cantidad de aceite sea suficiente como para poder separarla del resto del destilado por decantación.

Lavandín

Las características físicas que posee esta materia prima son muy distintas a las que tenían los dos productos anteriores. Por su morfología, la flor de lavandín, a diferencia de la cáscara de naranja y limón, forma un lecho poroso en el interior del matraz destilador que facilita el paso del flujo de vapor a través del mismo. Este hecho permite aprovechar la capacidad máxima del matraz, pudiendo llenarlo casi hasta su límite, como se observa en la Figura 6.14. Sin embargo, aunque el volumen introducido pueda ser mayor que el

de la cáscara de cítricos, la masa es mucho menor, por su baja densidad y por estar seca. Así, el valor de la cantidad máxima que se puede introducir es 0,09 kilogramos de flor.



Figura 6.14: Disposición de la flor de lavandín en el matraz destilador

Al igual que en las pruebas con naranja y limón, la potencia de la manta calefactora se fija en su valor máximo permitido por este montaje, 800 W, y se inicia la prueba de destilación. En ella se constata que, para la potencia especificada, el flujo de vapor generado atraviesa sin problema toda la materia prima y consigue arrastrar el aceite esencial contenido en ella. Segundos después de la caída de las primeras gotas de destilado en el matraz de recogida, ya se aprecian reflejos de aceite esencial en la superficie.

La destilación se mantiene activa durante 70 minutos y, como en los casos anteriores, se extraen muestras de aceite cada 10 minutos. El resultado obtenido se observa en la Figura 6.15:

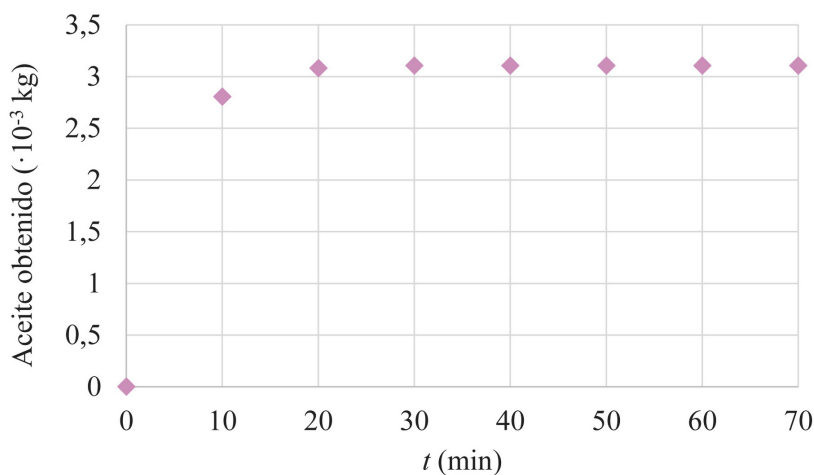


Figura 6.15: Cantidad de aceite obtenido frente a tiempo, por destilación en corriente de vapor de lavandín

El tiempo óptimo de operación está alrededor de los 25 minutos, produciéndose la máxima extracción del aceite esencial en el mismo rango de tiempo que para naranja, entre los 0 y 10 minutos. Por consiguiente, para el resto de experimentos con lavandín la toma de muestras durante la destilación se hace en los minutos 1,5, 3, 5, 10, 15 y 25.

Por último, y como era de esperar, las dos fases obtenidas son transparentes y se identifican a simple vista, siendo el método de decantación el más adecuado para su separación.

Resumen

Tras las pruebas de diseño operativo, las condiciones de operación definidas se concentran en la Tabla [6.4](#)

	Naranja	Limón	Lavandín
Tiempo total de operación (min)	25	45	25
Intervalos de extracción (min)	1,5-3-5-10-15-25	5-8-10-15-25-45	1,5-3-5-10-15-25
Cantidad de materia prima natural (kg)	0,27	0,27	90
Cantidad de agua (l)	4	4	4
Potencia de la manta calefactora (W)	800	800	800
Caudal de agua de refrigeración (l/min)	0,33 - 0,39	0,33 - 0,39	0,33 - 0,39
Presión de trabajo	atmosférica	atmosférica	atmosférica
Método de separación del producto final	decantación	decantación	decantación

Tabla 6.4: Condiciones de operación para destilación en corriente de vapor con materia prima natural

6.3.3. Resultados experimentales

Una vez realizados los ensayos de prueba y establecidas las variables de operación para cada tipo de materia prima, se da paso a la realización de los experimentos cuantitativos. A continuación, se presentan los datos de rendimiento y rendimiento normalizado obtenidos, así como la curva característica del proceso de destilación llevado a cabo con cada una de las materias primas. Estos resultados experimentales se discuten en el apartado [6.3.4](#).

Naranja

En la Figura [6.16](#) se recogen los resultados de rendimiento obtenidos en los cuatro experimentos realizados con cáscara de naranja, calculados según [5.3](#).

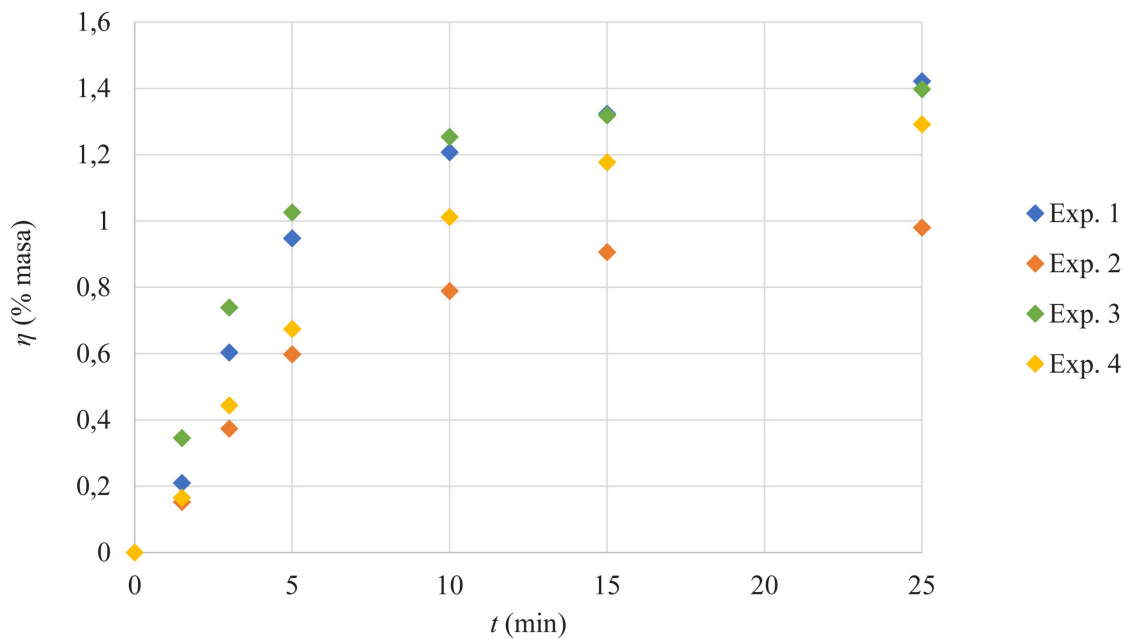


Figura 6.16: Rendimiento obtenido en cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja bajo las mismas condiciones de operación

Como se puede observar, los rendimientos conseguidos oscilan entre el 0,98% y el 1,42%. Esto supone un rendimiento promedio de $1,3 \pm 0,2$ %.

Para poder comparar los cuatro experimentos de forma más general y representar todos los valores en una escala común se calculan los rendimientos normalizados. Se recogen en la Figura [6.17](#) junto con los valores promedio de los mismos:

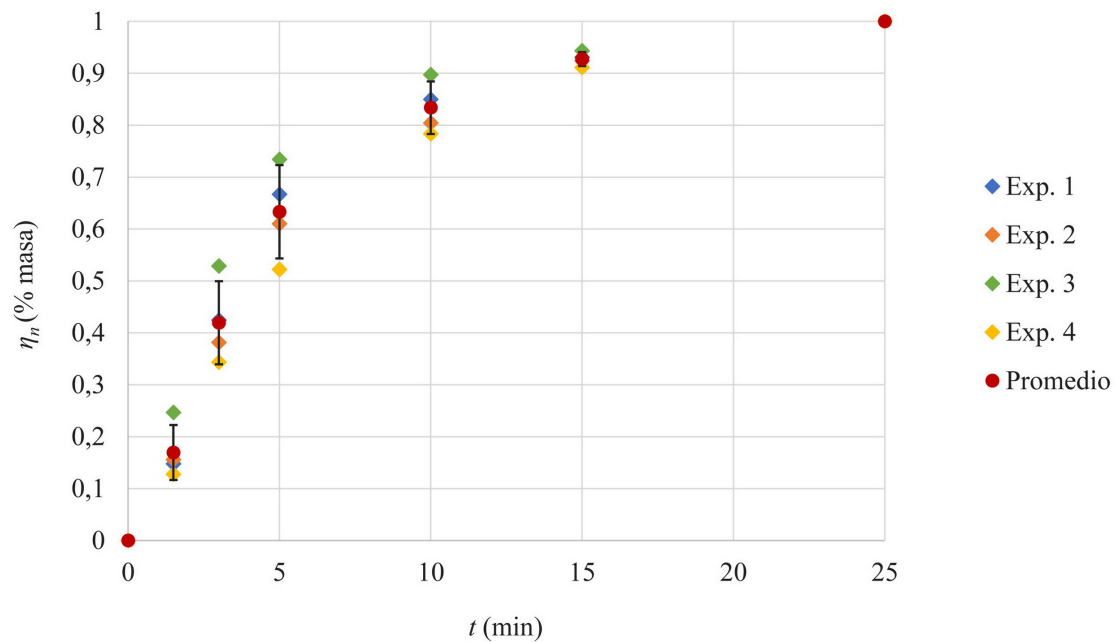


Figura 6.17: Rendimiento normalizado de los cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja y valor promedio de los mismos

Finalmente, se trata de encontrar un modelo matemático que describa el proceso de extracción llevado a cabo de la manera más precisa posible. La tendencia de los datos indica que la expresión matemática que caracteriza el proceso va a corresponder a una exponencial del tipo:

$$\eta_n = 1 - e^{-a \cdot t}$$

Ya que los datos experimentales presentan una variabilidad significativa, para el cálculo de las constantes que ajustan la curva, se utiliza el método de mínimos cuadrados no lineales. Este procedimiento de análisis y presentación de datos y de ajuste de la curva característica es el mismo para los experimentos con limón y lavandín desarrollados en los siguientes apartados.

La curva característica obtenida en el caso de la naranja, representada en la Figura [6.18](#) es:

$$\eta_n = 1 - e^{-0,18 \cdot t}$$

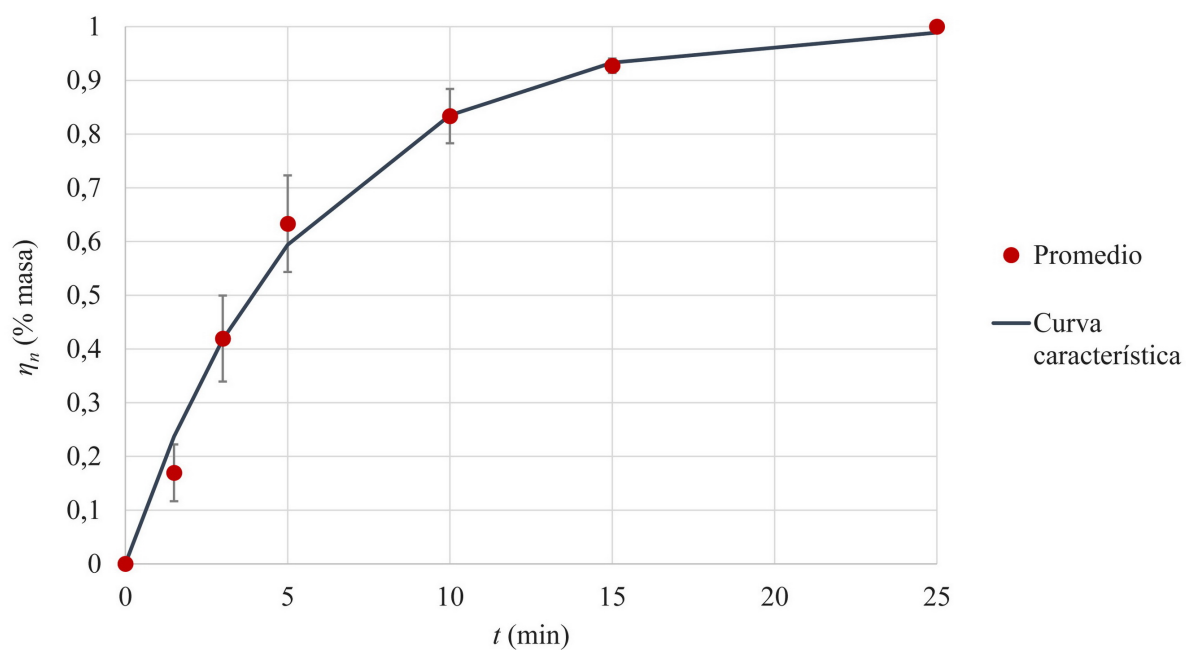


Figura 6.18: Curva característica para la destilación en corriente de vapor de cáscara de naranja

Limón

La extracción del aceite esencial de limón es mucho más lenta y de menor rendimiento que para la naranja, como se observa en la Figura 6.19. Las cantidades de aceite obtenidas son tan escasas que resulta complicado cuantificarlas y solo se realizan dos ensayos.

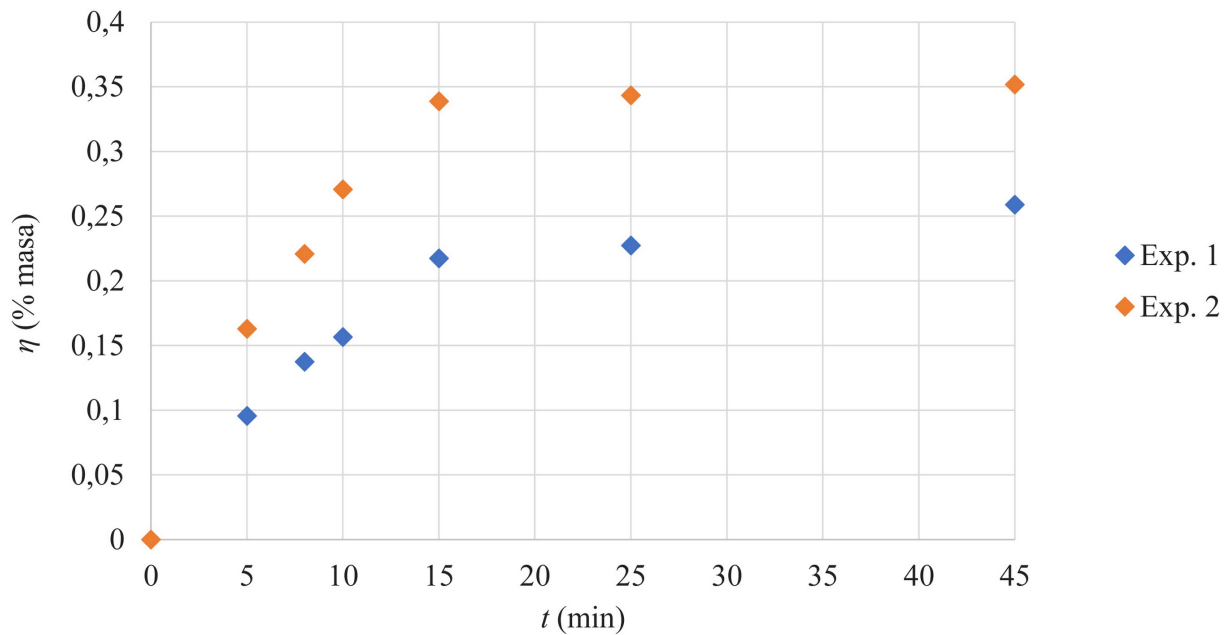


Figura 6.19: Rendimiento obtenido en dos experimentos de destilación en corriente de vapor de cáscara de limón bajo las mismas condiciones de operación

El rendimiento promedio para estos experimentos es $0,31 \pm 0,07\%$.

La tendencia general de esta extracción está caracterizada por la curva representada en la Figura 6.20 y que responde a la expresión:

$$\eta_n = 1 - e^{-0,3 \cdot t}$$

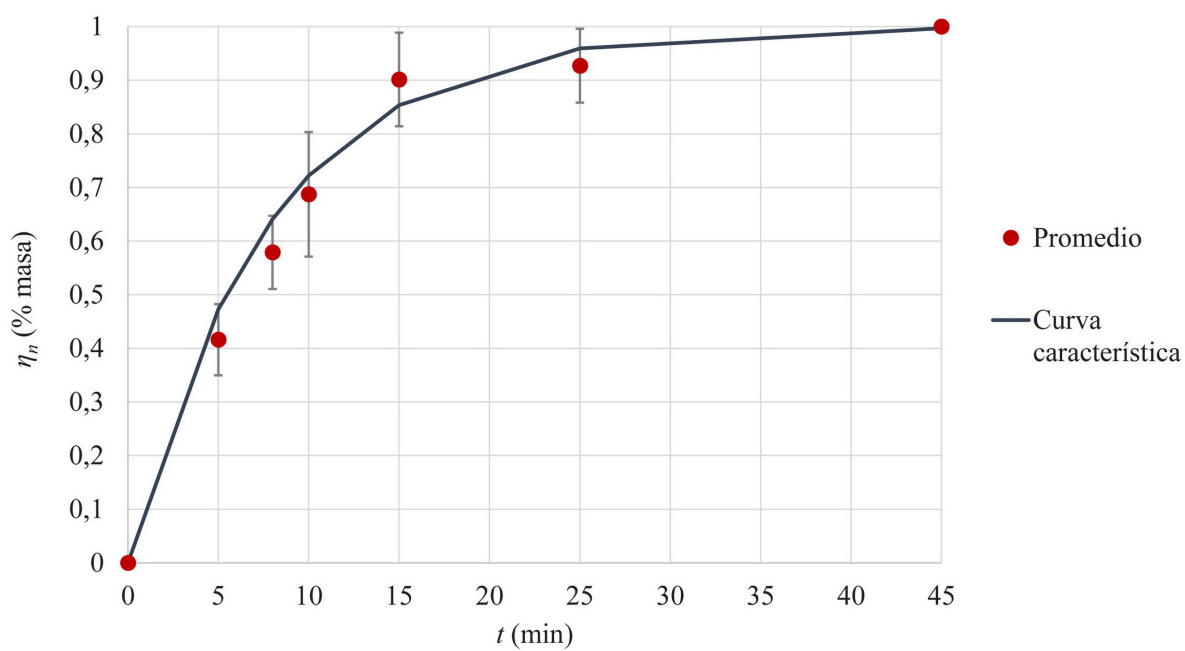


Figura 6.20: Curva característica para la destilación en corriente de vapor de cáscara de limón

Lavandín

Los rendimientos alcanzados a lo largo del tiempo en la destilación de lavandín se exponen en la Figura 6.21:

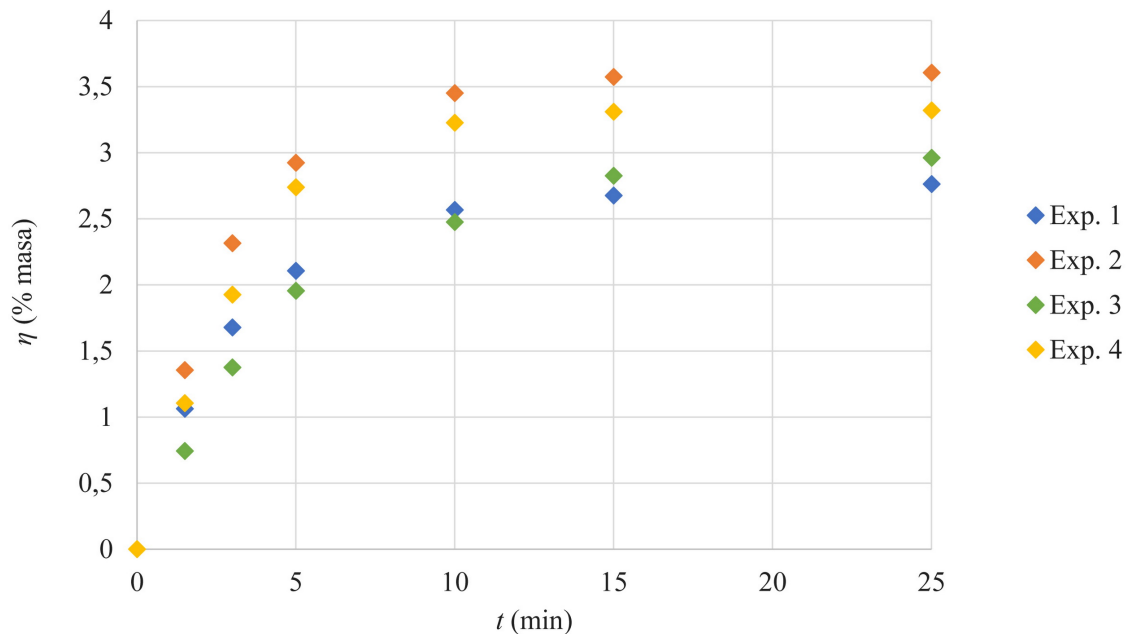


Figura 6.21: Rendimiento obtenido en cuatro experimentos de destilación en corriente de vapor de flor de lavandín bajo las mismas condiciones de operación

El rendimiento conseguido en los experimentos oscila entre 2,76% y 3,61%, lo que supone un rendimiento promedio de $3,16 \pm 0,32\%$.

Para estos ensayos, la curva ajustada de rendimiento normalizado que describe la extracción efectuada se presenta en la Figura 6.22, y responde a la expresión:

$$\eta_m = 1 - e^{-0,28 \cdot t}$$

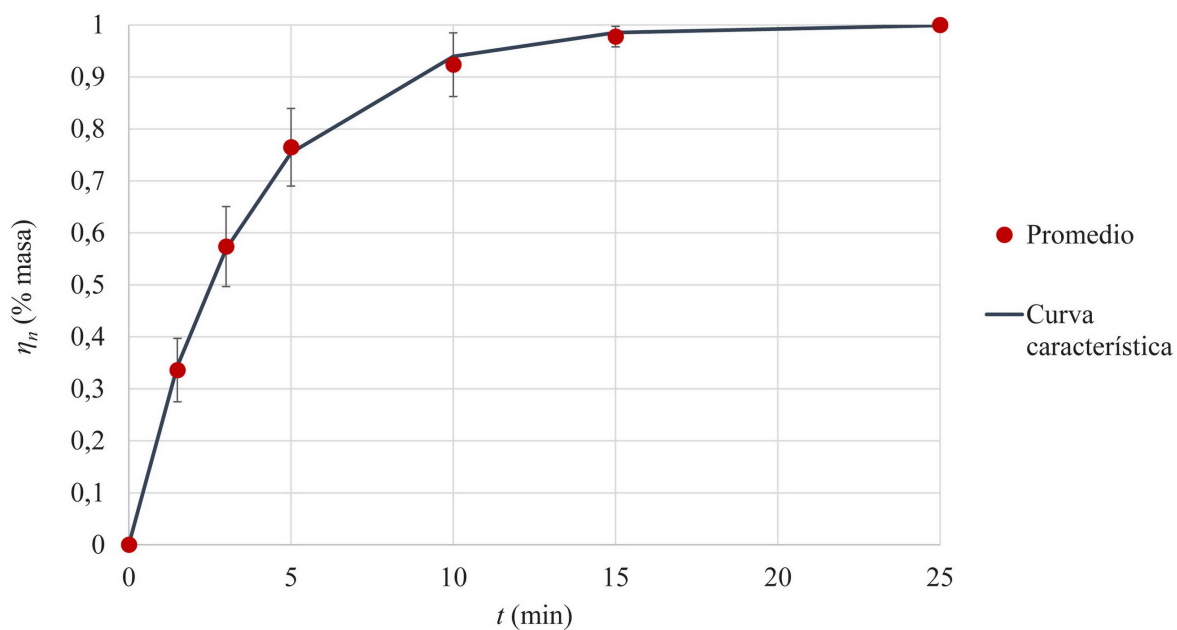


Figura 6.22: Curva característica para la destilación en corriente de vapor de flor de lavandín

6.3.4. Discusión de resultados experimentales

Características del proceso de extracción

En las extracciones de aceite esencial de naranja y lavandín se identifican tres fases en las gráficas de rendimiento correspondientes. Una primera, entre los 0 y 5 minutos, que es el rango de máxima extracción en el cual se obtiene en torno al 60 % del aceite total. Una intermedia, entre los 5 y 15 minutos, en la que la extracción continúa pero de forma más lenta. Y la última fase, en la que la curva se hace horizontal indicando el fin de la operación. En la extracción de aceite de limón el proceso es más lento, extendiéndose hasta los 15 minutos el rango de máxima extracción.

Rendimiento de las extracciones

Se recogen en la Tabla 6.5 un promedio de los valores encontrados en la bibliografía para distintos métodos de extracción, y en la Tabla 6.6 los valores obtenidos en este TFG para cada una de las materias primas con destilación por arrastre con vapor.

	Naranja	Limón	Lavandín
Destilación por arrastre con vapor	2,7 ± 1,6	4,2	3,5 ± 2,4
Expresión	1,7 ± 1,1	2,3 ± 1,1	-
Hidrodestilación	0,7 ± 0,1	0,9 ± 0,3	-

Tabla 6.5: Rendimiento para distintos métodos de extracción según la literatura

La bibliografía consultada para la obtención del rendimiento promedio del método de destilación en corriente de vapor es [10], [11], [12] y [13] para la naranja, [4] y [14] para el limón y [4], [15], [16], [17], [18], [19] y [20] para el lavandín. Del método de expresión es [4] y [21] para la naranja y [14] y [21] para el limón. Y del método de hidrodestilación es [22], [23] y [24] tanto para la naranja como para el limón.

	Naranja	Limón	Lavandín
Este TFG	1,3 ± 0,2	0,31 ± 0,07	3,1 ± 0,4

Tabla 6.6: Rendimiento experimental obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG

Los datos anteriores se representan conjuntamente en las Figuras 6.23, 6.24 y 6.25 para comparar visualmente:

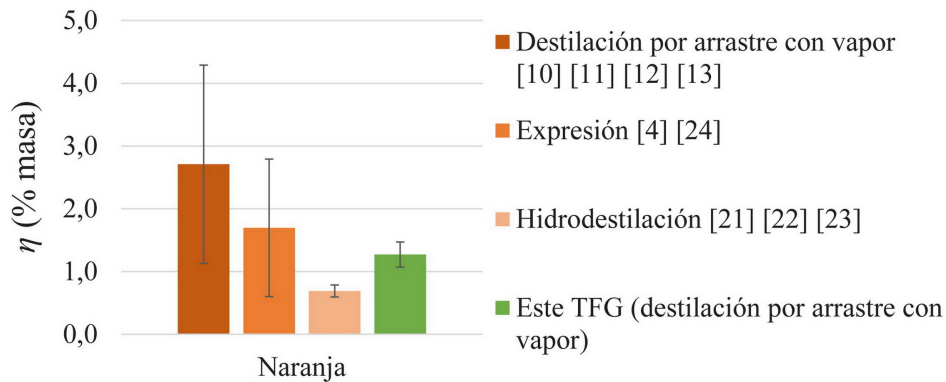


Figura 6.23: Rendimiento del aceite de naranja para distintos métodos de extracción según la literatura y rendimiento obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG

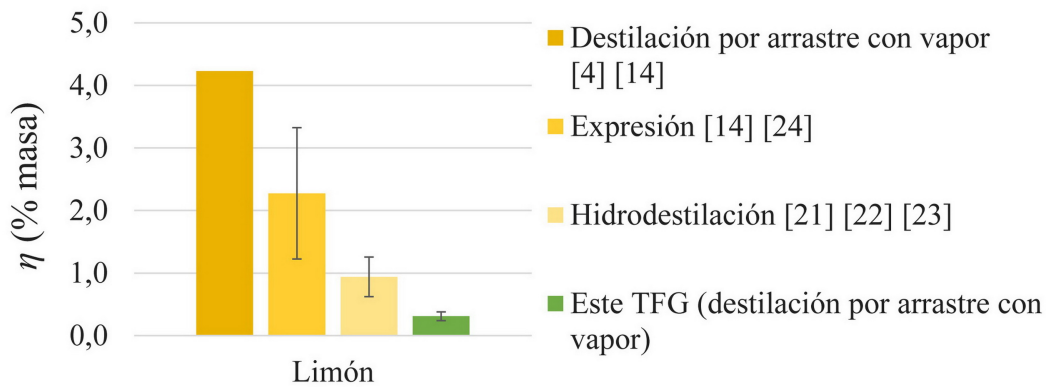


Figura 6.24: Rendimiento del aceite de limón para distintos métodos de extracción según la literatura y rendimiento obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG

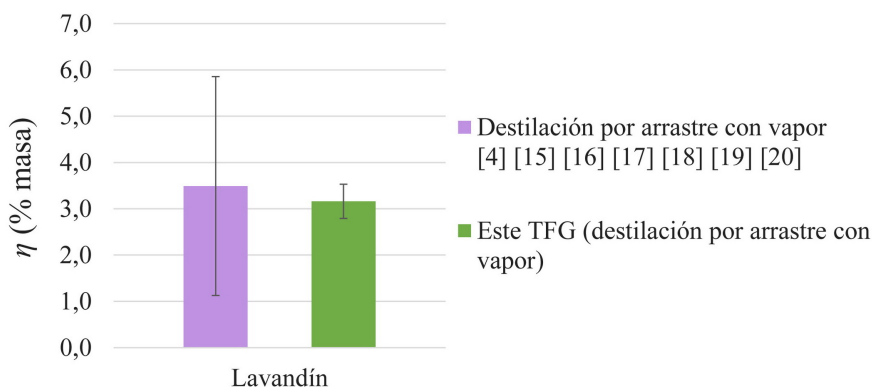


Figura 6.25: Rendimiento del aceite de lavandín para distintos métodos de extracción según la literatura y rendimiento obtenido con destilación por arrastre con vapor en este TFG

Para el caso de la naranja y el lavandín los rendimientos conseguidos en el laboratorio se encuentran dentro del rango de valores reportados por la literatura, pero para el caso del limón el rendimiento se encuentra muy por debajo de la media.

Además, llama la atención la diferencia existente entre los dos cítricos estudiados. Aunque los datos bibliográficos muestran que, independientemente del método de extracción usado, las cantidades de aceite esencial que se pueden obtener son algo mayores para el limón que para la naranja, en este TFG el rendimiento alcanzado con el limón es mucho menor.

El hecho de que los rendimientos obtenidos para el resto de materias primas estén dentro de los valores esperados lleva a pensar que el equipo utilizado en los procesos de destilación funciona correctamente. Así, la justificación de los resultados obtenidos para el limón se atribuyen a que el rendimiento de los aceites esenciales depende de muchos factores como la variedad, el estado y la madurez de la fruta, la técnica de preparación de la materia prima e incluso las condiciones climáticas bajo las que se cultiva la fruta, su origen geográfico o la época del año en la que se recoge [4].

6.3.5. Características de los aceites esenciales obtenidos

Tras la destilación de los aceites esenciales en el laboratorio se lleva a cabo un breve análisis de los mismos a través del estudio de algunas de sus propiedades físicas que determinan la calidad y pureza. Además, para la identificación de los componentes principales se efectúa una espectroscopía infrarroja.

Los aceites analizados son los de naranja y lavandín. Las cantidades obtenidas de esencia de limón son tan escasas que resulta complicado efectuar su análisis.

Características organolépticas

Usualmente se realiza un análisis detenido del olor, color, sabor y aspecto. En este caso, únicamente se puede decir que el olor de los aceites obtenidos corresponde con el esperado. En cuanto a color, en la Figura 6.26 se aprecia que son transparentes y presentan un color amarillo pálido, destacando el del aceite de lavandín sobre el resto.



Figura 6.26: Aceites esenciales, de izquierda a derecha: lavandín, naranja y limón

Densidad e índice de refracción

		Índice de refracción	Densidad (kg/l)
Naranja	Este TFG	1,4726	0,887 ± 0,009
	Literatura	1,4715 - 1,4740	0,850 ± 0,003
Lavandín	Este TFG	1,4616	0,886 ± 0,006
	Literatura	1,4610 - 1,4640	0,890 ± 0,005

Tabla 6.7: Índice de refracción y densidad a 20°C según la literatura y los obtenidos en este TFG

La bibliografía consultada es [4] y [25].

Los índices de refracción medidos coinciden con los encontrados en la literatura.

La densidad para el lavandín también se encuentra dentro de la media. No obstante, la densidad del aceite de naranja dista del valor de la bibliografía. Esta diferencia puede deberse al método utilizado para la medida de esta propiedad, ya que las densidades de la bibliografía están medidas con un picnómetro y las de este trabajo pesando la masa de aceite y midiendo el volumen del mismo.

Espectro infrarrojo

La realización de la espectroscopía infrarroja se utiliza para comprobar que los aceites esenciales obtenidos poseen los componentes principales que los conforman. Cada uno de estos componentes tiene un espectro IR característico y presenta picos o bandas de absorción en números de onda determinados. La metodología seguida para verificar su presencia en la muestra de aceite va a consistir en detectar la existencia de dichos picos identificándolos primeramente en los espectros IR de cada componente y después en el espectro IR del aceite obtenido en el presente trabajo.

El ensayo de espectroscopía infrarroja se lleva a cabo en el Laboratorio Químico de Ensayos y Control de Calidad de la ETSII de Madrid. Los resultados de las pruebas se muestran en la Figura 6.29, para el aceite de naranja, y en la Figura 6.33, para el aceite de lavandín. Debido a las pequeñas cantidades de aceite de limón obtenidas resulta imposible la realización de la prueba con este aceite.

En primer lugar se analiza el aceite esencial de naranja. En la Tabla 6.8 se recogen los tres componentes mayoritarios, junto con su concentración típica en el aceite.

Componentes principales	Concentración (% masa) [2] [16]
Limoneno	90 - 96
Mirceno	1 - 4
α -pineno	0,1 - 1

Tabla 6.8: Componentes principales y composición del aceite esencial de naranja

De acuerdo con la composición, prácticamente todas las bandas del espectro infrarrojo son debidas al limoneno. Destacan los picos de absorción en 1650, 1442, 1372 y 890 cm^{-1} , entre otros, identificados en la Figura 6.27 ([26]) con las etiquetas Li1, Li2, Li3 y Li4, respectivamente.

Resulta complicado identificar el resto de componentes, que se encuentran en pequeñas proporciones, ya que el limoneno absorbe en las mismas regiones que estos y se superponen sus bandas de absorción. Sin embargo se podrían detectar pequeños picos debidos a las bandas características del mirceno que se dan en 1600, 993 y 700 cm^{-1} [11], y que se observan en la Figura 6.28 ([26]) marcados en ese orden con las etiquetas M1, M2 y M3. El α -pineno es más difícil de identificar a simple vista, dado que su pequeña concentración no influye significativamente en el espectro.

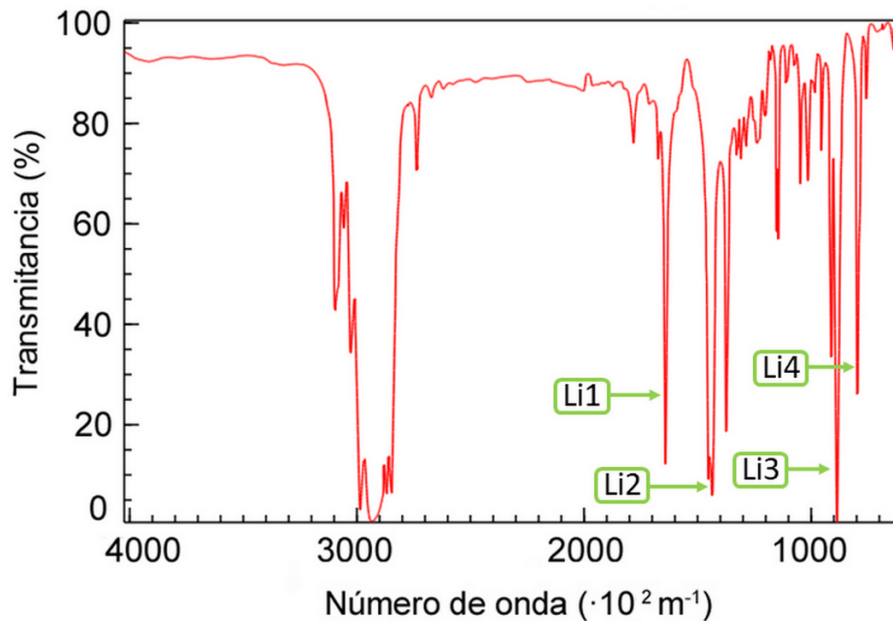


Figura 6.27: Espectro IR del limoneno

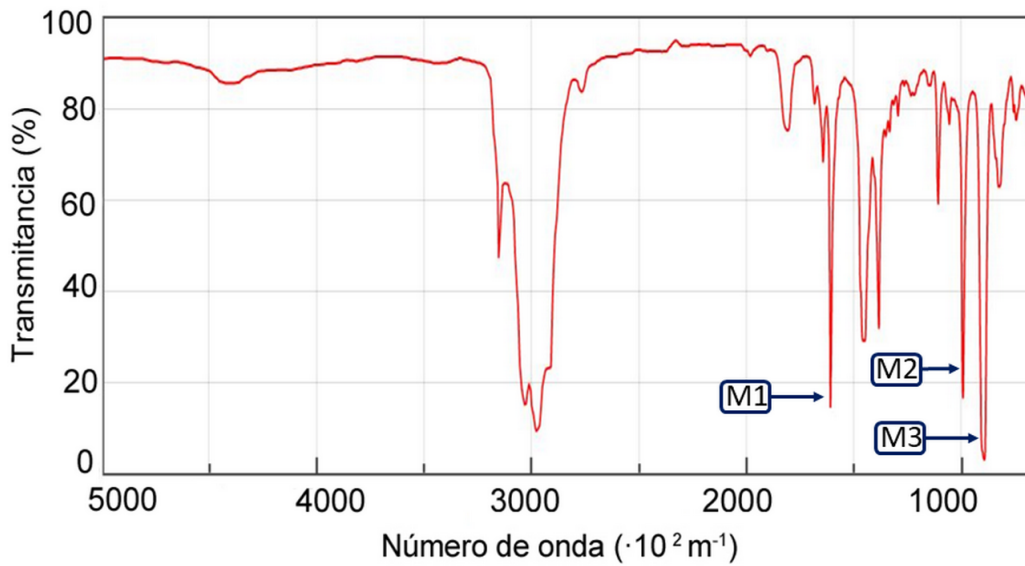


Figura 6.28: Espectro IR del mirceno

La Figura 6.29 muestra el espectro IR del aceite de naranja obtenido en este trabajo, con los picos de absorción característicos de los dos componentes mayoritarios.

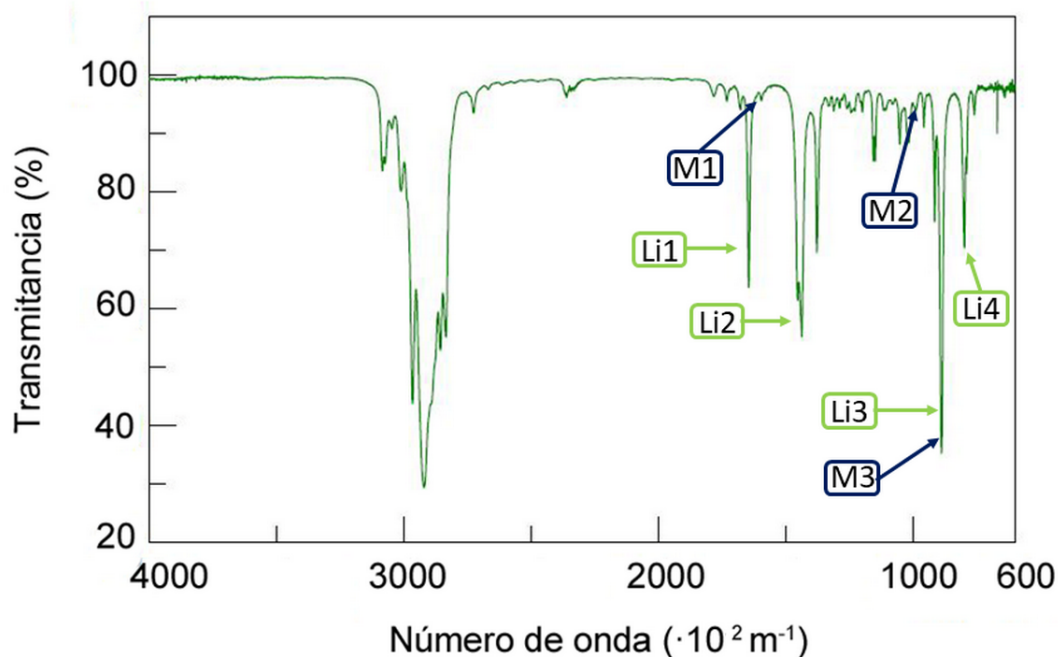


Figura 6.29: Espectro IR del aceite esencial de naranja obtenido en este TFG

En cuanto al aceite esencial de lavandín, en la Tabla 6.9 se muestran sus tres componentes principales.

Componentes principales	Concentración (% masa) [2] [21]
Acetato de linalilo	28 - 40
Linalool	25- 35
1,8-cineol	4 - 7

Tabla 6.9: Componentes principales y composición del aceite esencial de lavandín

En este caso, también se produce solapamiento entre las zonas de absorción de los tres constituyentes (entre 3000 y 2700 cm^{-1}), pero hay ciertas bandas características que permiten identificar la presencia de los mismos en el aceite.

Las bandas de absorción típicas para el acetato de linalilo son: 1742, 1242 y 1020 cm^{-1} , señaladas en la Figura 6.30 ([25]) con las etiquetas A1, A2 y A3, respectivamente. Para el linalool las bandas no están tan claras, ya que muchos otros componentes absorben en los mismos números de onda que él. Destacan 3425 cm^{-1} (este valor cambia con la concentración, y además otros alcoholes absorben en esa zona), 1115 cm^{-1} (interfiere en

parte el acetato) y 921 cm^{-1} (interfiere en parte el acetato), marcadas en la Figura 6.31 ([25]) con las etiquetas L1, L2 y L3. En cuanto al 1,8-cineol, los picos característicos se dan en 1370 , 1055 y 990 cm^{-1} , indicados en la Figura 6.32 ([26]) con las etiquetas C1, C2 y C3.

Todos los datos de bandas de absorción típicas se obtienen de la referencia bibliográfica [11].

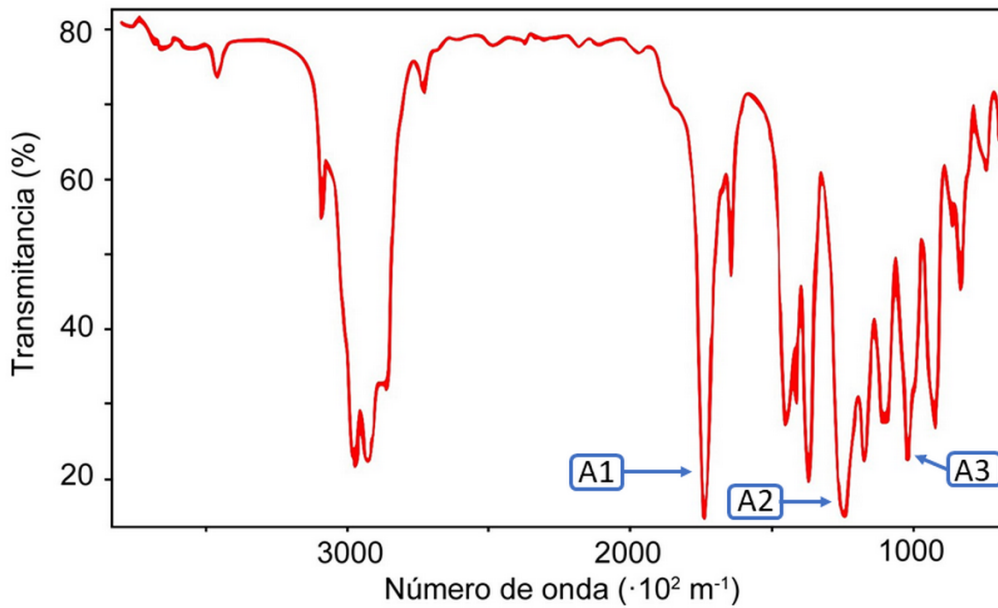


Figura 6.30: Espectro IR del acetato de linalilo

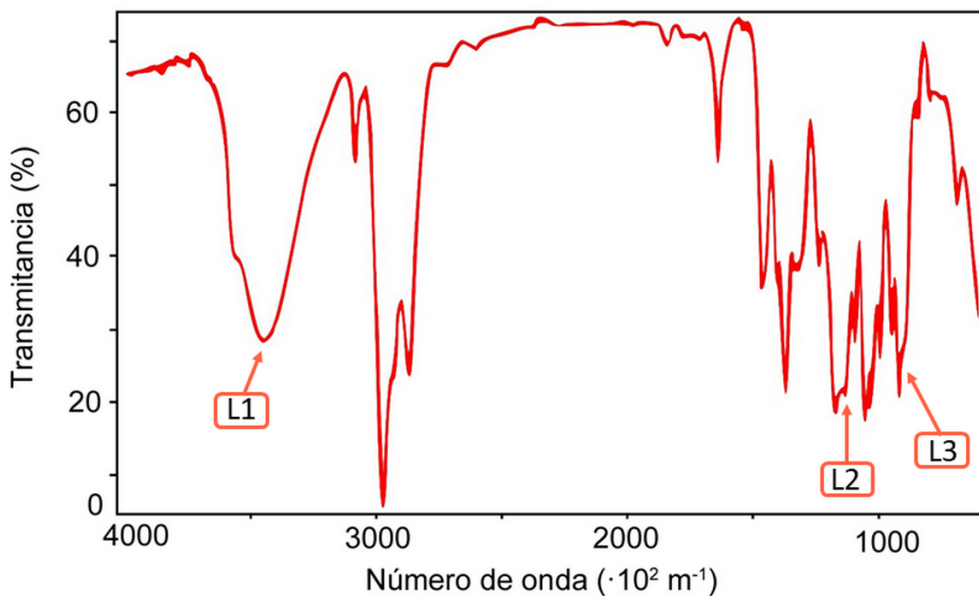


Figura 6.31: Espectro IR del linalool

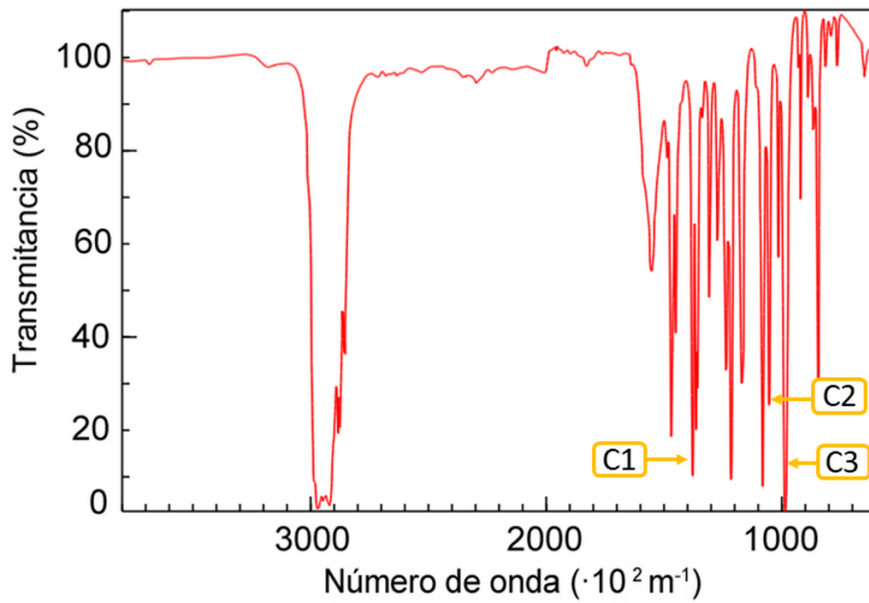


Figura 6.32: Espectro IR del 1,8-cineol

La Figura 6.33 recoge el espectro IR del aceite de lavandín obtenido en este trabajo, en el que se identifican las bandas de absorción mencionadas anteriormente, correspondientes a cada uno de los componentes principales.

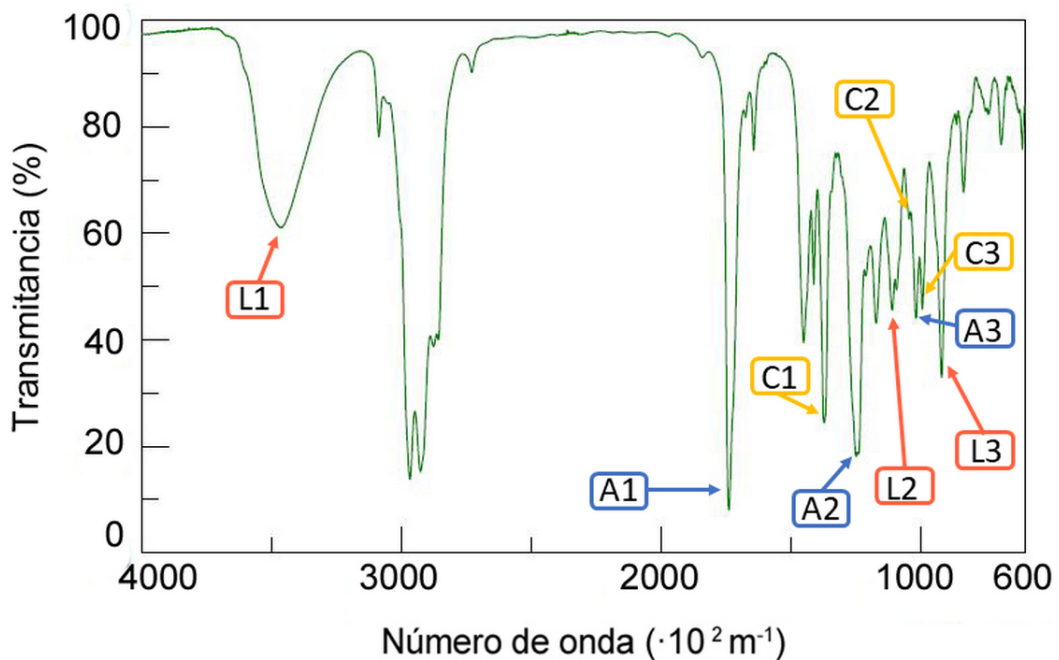


Figura 6.33: Espectro IR del aceite esencial de lavandín obtenido en este TFG

De este modo, se constata de manera cualitativa que los aceites esenciales obtenidos en el presente trabajo poseen sus componentes mayoritarios. Se puede decir así que el equipo y las condiciones de operación utilizadas en este trabajo son adecuadas para la obtención de los aceites esenciales ya que se consigue extraer, al menos, sus componentes principales.

Capítulo 7

Conclusiones

Con el presente proyecto se demuestra, en primer lugar, la factibilidad de construir y optimizar un equipo de laboratorio para la realización una destilación por arrastre con vapor de tres materias primas naturales: naranja, limón y lavandín.

Las conclusiones recogidas son:

- Mediante la determinación de las condiciones de operación óptimas para cada una de las materias primas estudiadas se consigue el correcto funcionamiento de un equipo de destilación en corriente de vapor, a escala de laboratorio.
- Se observa la influencia del parámetro de flujo de vapor en el proceso de extracción. A mayor flujo, mejor se distribuye el mismo a través de la materia prima y más cantidad de aceite esencial se extrae.
- Se consigue extraer los aceites esenciales de la cáscara de naranja y de limón, y de la flor de lavandín.
- Los rendimientos obtenidos para la naranja y el lavandín son de $1,3 \pm 0,2\%$ y $3,1 \pm 0,4\%$, respectivamente. Ambos valores se encuentran dentro de los reportados por la literatura consultada. Sin embargo, en el caso del limón el rendimiento es de $0,31 \pm 0,07\%$, muy por debajo de los valores que se alcanzan habitualmente. Con este hecho queda demostrada la influencia de diversos factores externos que no tienen que ver con equipo de destilación o con los parámetros de operación utilizados como son: variedad de la materia prima, su estado de madurez o incluso su procedencia geográfica.
- Se caracterizan las curvas de extracción para cada una de las materias primas usadas, que describen el proceso en función del tiempo.
- Mediante el análisis físico-químico realizado se caracterizan los aceites esenciales obtenidos en el laboratorio. Con el estudio de algunos parámetros de calidad como la densidad y el índice de refracción, se confirma que los aceites tienen las características físicas propias que los identifican. Además, la espectroscopía infrarroja llevada a cabo permite comprobar que realmente los aceites obtenidos poseen los componentes principales que los definen.

Capítulo 8

Líneas futuras

El estudio de la extracción de aceites esenciales ofrece muchas posibilidades. Como posibles ideas para futuros trabajos se propone:

- Ampliar el abanico de materias primas utilizadas en las destilaciones.
- Realizar la comparación de distintos métodos de extracción para las mismas materias primas, tratando de determinar cuál es el método más adecuado para cada una de ellas.
- Incluir algunas de las técnicas avanzadas existentes en la extracción de los aceites, como la radiación microondas o los ultrasonidos.
- Escalar el proceso a nivel de planta piloto. Esto permitiría ampliar la capacidad del equipo y obtener mayores cantidades de aceite. Además, daría la oportunidad de manejar otros parámetros de operación como la presión de trabajo.
- Extender el estudio físico-químico de los aceites esenciales obtenidos. Sería interesante, por ejemplo, caracterizar los aceites e identificar cada uno de sus componentes mediante cromatografía de gases.

Capítulo 9

Planificación temporal y presupuesto

9.1. Planificación temporal

9.1.1. Estructura de Descomposición del Proyecto

Descomposición jerárquica de las tareas desarrolladas en la ejecución del presente trabajo.

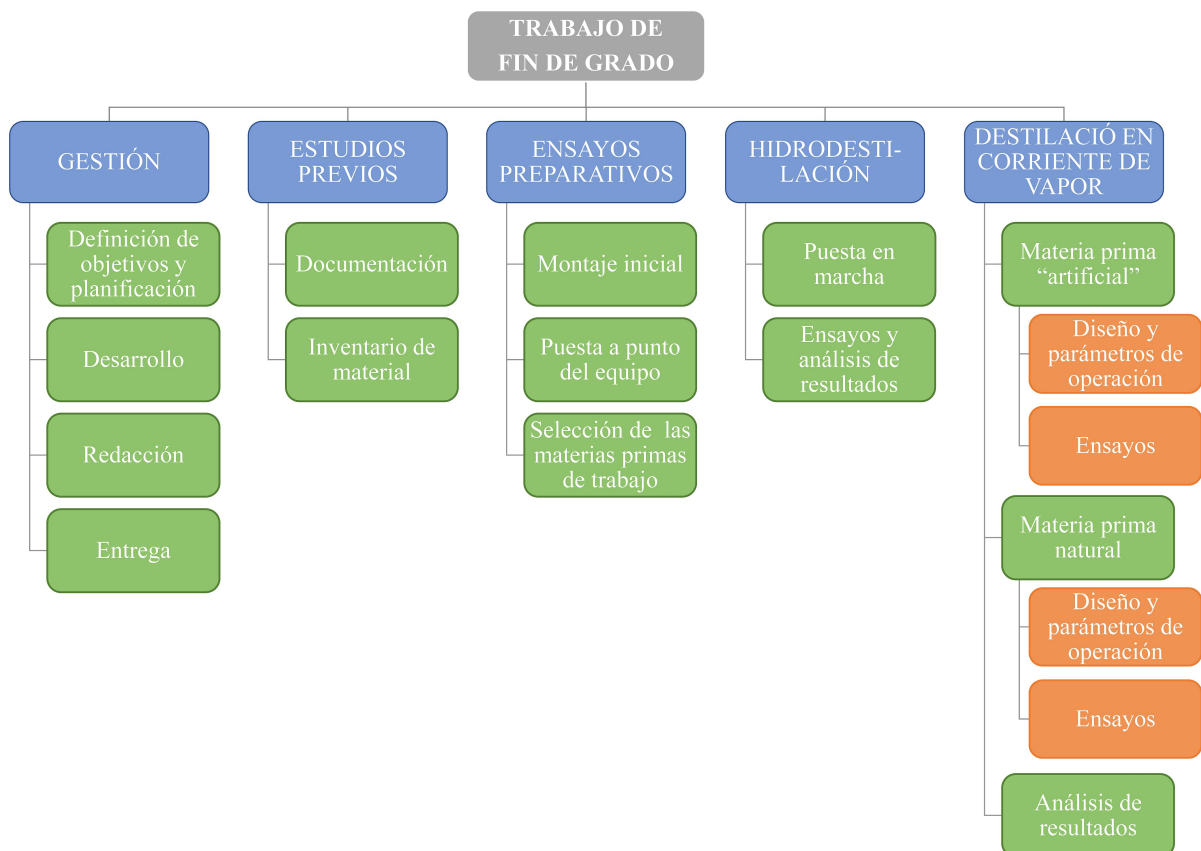


Figura 9.1: Estructura de Descomposición del Proyecto

9.1.2. Diagrama de Gantt

Con esta representación gráfica se consigue una visualización rápida de toda la planificación temporal del trabajo. Se incluyen las tareas realizadas junto con la duración que ha tenido cada una de ellas. Además se puede ver la relación existente entre las actividades a lo largo de todo el proyecto.

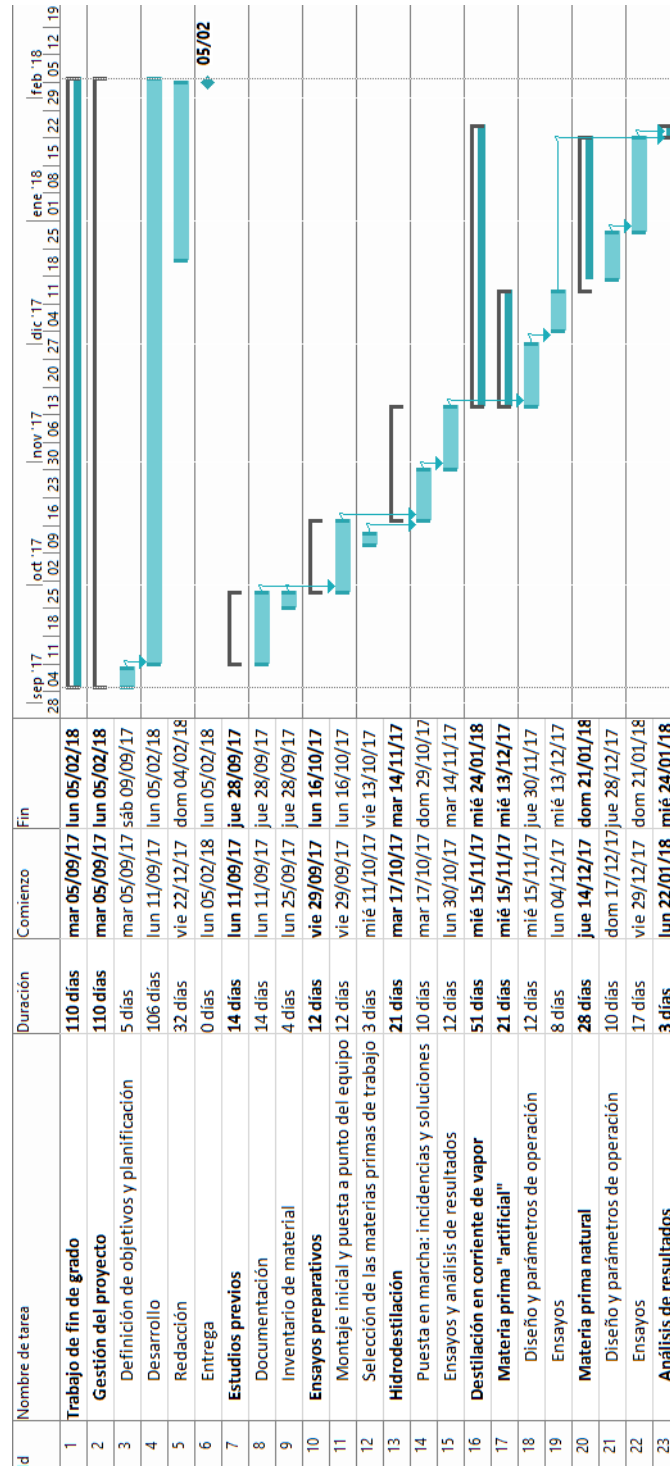


Figura 9.2: Diagrama de Gantt

9.2. Presupuesto

En esta sección se recoge una estimación de los costes asociados a las tareas desarrolladas durante la realización presente proyecto. El cálculo del presupuesto se desglosa en dos bloques: recursos humanos y recursos materiales.

Recursos humanos

Los costes asociados a los recursos humanos se dividen en costes por el tiempo de trabajo del alumno, considerado como ingeniero junior, tiempo invertido por los tutores.

Personal	Precio unitario (€/h)	Tiempo dedicado (h)	Importe (€)
Alumno	12,50	325	4.062,50
Tutor 1	30,00	30	900,00
Tutor 2	20,00	15	300,00
Total			5.262,50

Tabla 9.1: Coste de personal

Recursos materiales

Por un lado, el *software* precisado para el desarrollo del trabajo lleva un coste asociado:

- *TeXstudio*: software libre.
- *Microsoft Office*: licencia académica proporcionada por la UPM, se desconoce su valor por lo que se omite en el presupuesto.

Por otro lado, la mayor parte del material empleado se toma del laboratorio en el que se desarrolla el trabajo. Aún así, se hace una estimación de su coste consultando el catálogo de Labbox, una empresa suministradora de material de laboratorio.

Artículo	Coste unitario (€/ud.)	Unidades	Coste total (€)
Adaptador curvo 105°	5,23	1	5,23
Aspirador manual para pipetas	4,96	1	4,96
Cabezal para destilación	9,60	1	9,60
Colector acodado 105° con tubo interior	8,61	2	17,22
Elevador de laboratorio	23,52	2	47,04
Embudo para sólidos de polipropileno	2,47	1	2,47
Embudo vidrio	1,89	1	1,89
Embudo de decantación 250 ml	11,39	2	45,56
Frasco de vidrio	0,21	20	4,20
Matraz esférico 1 l	9,00	1	9,00
Matraz esférico de tres bocas 1 l	20,02	2	40,04
Matraz reactor esférico de 20 l	227,60	1	227,60
Pinza de plástico para esmerilados	1,50	5	7,50
Pinza tres dedos doble ajuste	9,01	9	81,09
Pipeta 1 ml	1,40	1	1,40
Pipeta 5 ml	1,20	1	1,20
Pipeta 10 ml	1,36	1	1,36
Refrigerante recto (Liebig)	10,40	1	10,40
Soporte de corcho para balones	4,66	2	9,32
Soporte de polipropileno para balones	4,64	3	13,92
Tapón hueco esmerilado 29/32	5,01	3	15,03
Vaso precipitados 50 ml	0,62	2	1,24
Vaso precipitados 100 ml	0,66	2	1,32
TOTAL			558,59

Tabla 9.2: Coste de material de laboratorio

Al igual que el material, los equipos usados pertenecen al laboratorio en el que se trabaja, y su utilización conlleva un coste. Para el cálculo se supone una amortización lineal de 10 años y un tiempo de uso de 5 meses.

Equipo	Coste unitario (€/unidad)	Unidades	Amortización (€)
Manta calefactora (410 W)	303,96	2	25,33
Manta calefactora (2000 W)	738,44	1	30,77
Balanza analítica	1703,00	1	70,96
TOTAL			127,06

Tabla 9.3: Coste de equipos

Finalmente, se recoge el coste de las distintas materias primas utilizadas para la consecución de los experimentos.

Materia prima	Coste unitario	Cantidad	Coste total (€)
Naranja	0,96 (€/kg)	15 kg	14,40
Limón	1,85 (€/kg)	4 kg	7,40
Esencia bergamota	4,96 (€/botella de 50 ml)	1 botella	4,96
Esencia clavo	3,33 (€/botella de 50 ml)	1 botella	3,33
Esencia ámbar	5,02 (€/botella de 50 ml)	1 botella	5,02
TOTAL			35,11

Tabla 9.4: Coste de materia prima

Costes indirectos

Los costes indirectos como electricidad y agua se estiman en un 5% del coste total de los recursos humanos y materiales calculados anteriormente. Suponen así un total de 299,16 €.

Resumen

El presupuesto total estimado para el presente proyecto se recoge en la Tabla [9.5](#):

Concepto	Coste (€)
Personal	5.262,50
Material de laboratorio	558,59
Equipos	127,06
Materia prima	35,11
Costes indirectos	299,16
TOTAL	6.282,42

Tabla 9.5: Presupuesto total

Acrónimos y nomenclatura

Acrónimos y siglas

ETSII	—	Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales
IR	—	Infrarrojo
ISO	—	«International Organization for Standardization»
TFG	—	Trabajo de Fin de Grado
UPM	—	Universidad Politécnica de Madrid

Nomenclatura

a	—	Constante
E	—	Eficiencia
P	—	Presión (Pa)
t	—	Tiempo (min)
η	—	Rendimiento
η_n	—	Rendimiento normalizado

Bibliografía

- [1] *Materias primas aromáticas naturales. Vocabulario*, Norma UNE - EN ISO 9235:2013.
- [2] W. Steglich, B. Fugmann y S. Lang Fugmann, *RÖMPP Encyclopedia Natural Products*, 1st Edition, Georg Thieme, 2000.
- [3] M. Ortuño Sánchez, *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes*, Aiyana, 2006.
- [4] E. Guenther, *The Essential Oils*, D. Van Nostrand Company, 1949, vol. I-III.
- [5] R. Chang, *Química*, 7^a Edición, McGraw-Hill Companies, 2005.
- [6] C. Pereyra Ramos y C. Loreto Gómez, *Manual de laboratorio de química orgánica I*, Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco, 2004.
- [7] G. Ancillo y A. Medina, *Los cítricos*, Universitat de València E.G., 2014.
- [8] K. Husnu Can Baser y G. Buchbauer, *Handbook of essential oils: Science, Technology, and Applications*, CRC Press, 2010.
- [9] J. Rose, *375 Essential Oils and Hydrosols*, Frog, 1999.
- [10] J. Mercy Nisha Pauline, B. Nithyalakshmi y R. Aadhithiya Lakshmi, «Extraction of Orange Oil by Improved Steam Distillation and its Characterization Studies», *International Journal of Engineering Technology, Management and Applied Sciences*, 2015.
- [11] H. Panda, *Essential Oils Handbook*, National Institute of Industrial Research, 2003.
- [12] N. Sahraoui, M. Abert Vian, M. El Maataoui, C. Boutekedjiret y F. Chemat, «Valorization of citrus by-products using Microwave Steam Distillation (MSD)», *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2011.
- [13] A. Farhat, A. Fabiano-Tixier, M. El Maataoui, J. Maingonnat, M. Romdhane y F. Chemat, «Microwave steam diffusion for extraction of essential oil from orange peel: Kinetic data, extract's global yield and mechanism», *Food Chemistry*, 2011.
- [14] G. Reineccius, *Source Book of Flavors*, Springer Science+Business Media B.V., 1998.
- [15] P. Holmes, *Aromatica: A Clinical Guide to Essential Oil Therapeutics. Volume 1: Principles and Profiles*, Singing Dragon, 2016.

- [16] H. Jelen, *Food Flavors: Chemical, Sensory and Technological Properties*, Taylor and Francis Group, 2012.
- [17] D. Herraiz Peñalver, B. de Benito López y O. Sánchez Ruíz, «Variedades de Lavandín: Estudio de calidades y rendimientos», *Revista Agricultura*, 2014.
- [18] C. Besombes, B. Berka-Zougali y K. Allaf, «Instant controlled pressure drop extraction of lavandin essential oils: Fundamentals and experimental studies», *Journal of Chromatography A*, 2010.
- [19] S. Périno-Issartier, C. Ginies, G. Cravotto y F. Chemat, «A comparison of essential oils obtained from lavandin via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and hydrodistillation», *Journal of Chromatography A*, 2013.
- [20] E. Renaud, D.J. Charles y J. E. Simon, «Essential Oil Quantity and Composition from 10 Cultivars of Organically Grown Lavender and Lavandin», *Journal of Essential Oil Research*, 2001.
- [21] J.B. Harborne y H. Baxter, *Chemical Dictionary of Economic Plants*, John Wiley and Sons, 2001.
- [22] A. R. Saeed Al-Hilphy, «A practical study for new design of essential oils extraction apparatus using ohmic heating», *International Journal of Agricultural Sciences*, 2014.
- [23] S. Bourgou, F. Rahai, I. Ourghemmi y M. Tounsi, «Changes of Peel Essential Oil Composition of Four Tunisian Citrus during Fruit Maturation», *The Scientific World Journal*, 2012.
- [24] D. Djenane, «Chemical Profile, Antibacterial and Antioxidant Activity of Algerian Citrus Essential Oils and Their Application in *Sardina pilchardus*», *Foods*, 2015.
- [25] Food and Nutrition Board, Commission on Life Sciences y National Research Council, *Food Chemicals Codex*, National Academy Press, 1983.
- [26] NIST (National Institute of Standards and Technology), *NIST Chemistry WebBook*. Disponible en: <http://webbook.nist.gov/chemistry/>