

**EVALUACIÓN DE CONDICIONES DE OPERACIÓN DE UN DESTILADOR
PROTOTIPO PARA LA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES QUE USA
COMO COMBUSTIBLE MATERIAL VEGETAL RESIDUAL.**

**ROSSY JACQUELINE SERRANO RIVERA
CAMILO ANDRÉS TAVERA REYES**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

**EVALUACIÓN DE CONDICIONES DE OPERACIÓN DE UN DESTILADOR
PROTOTIPO PARA LA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES QUE USA
COMO COMBUSTIBLE MATERIAL VEGETAL RESIDUAL.**

**ROSSY JACQUELINE SERRANO RIVERA
CAMILO ANDRÉS TAVERA REYES**

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar por el título
de ingeniero químico**

Directores:

Elena E. Stashenko, Química, Ph.D.

Jairo René Martínez Morales, Químico, Ph.D.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULDADE DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

DEDICATORIA

Este proyecto de grado lo dedico a:

Margarita Rivera Camacho mi madre, quien siempre me brindó su apoyo incondicional y fue quien hizo posible que alcanzara este logro; a mi padre, mis hermanos, mis sobrinos por apoyarme y aconsejarme; a Camilo Andrés Tavera por ser quien desde que nos conocimos me animo y apoyo para no renunciar ante las dificultades que se presentaron, y a mis amigos que pese a la distancia siempre han estado ahí en todo momento. A mis compañeros y profesores que a lo largo de la carrera siempre estuvieron dispuestos a enseñar y compartir su conocimiento.

ROSSY JACQUELINE SERRANO RIVERA

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a CECILIA REYES y JAIRO TAVERA, mis padres, quienes han sido mi apoyo incondicional a lo largo de todo este camino y el motor de mi vida; a EFIGENIA NIEVES por su apoyo y fe en mí; a ROSSY SERRANO por ser mi compañera y apoyo incondicional, quien a lo largo de esta etapa me hizo una mejor persona, y estuvo a mi lado brindándome su cariño y buenos consejos; a mis hermanas, amigos, compañeros y profesores que de una u otra manera estuvieron presentes y formaron parte de mi vida en esta importante etapa compartiendo su tiempo y conocimientos.

CAMILO ANDRÉS TAVERA REYES

AGRADECIMIENTOS

Nuestros más sinceros agradecimientos a Colciencias - Patrimonio Autónomo Fondo Nacional de Financiamiento para la Ciencia, la Tecnología y la Innovación, Francisco José de Caldas, Contrato RC-0572-2012; Universidad Industrial de Santander; CENIVAM y CROMASS, que hicieron posible la realización del presente trabajo de grado.

A nuestros directores de proyecto Jairo R. Martínez, Químico PhD y Elena Stashenko, Química PhD, por su apoyo, por compartir su conocimiento e incentivar la curiosidad y el deseo de aprender en nosotros. A los integrantes de grupo CENIVAM-UIS por su colaboración en el desarrollo de este proyecto, en especial a Yuri Córdoba, Gustavo Rodríguez, Julián Arias, Camilo Duran y Fausto Prada.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. MARCO TEÓRICO	19
1.1. ACEITE ESENCIAL	19
1.2. <i>Cymbopogon martinii</i> (palmarrosa)	19
1.3. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN	20
1.3.1. Destilación Agua-Vapor.	21
1.3.2. Hidrodestilación.	21
1.3.3. Destilación por arrastre con vapor.	21
1.4. INFLUENCIA DE LAS VARIABLES EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN	22
1.5. FUNDAMENTOS DE LA EXTRACCIÓN	22
2. METODOLOGÍA	25
2.1. DISEÑO EXPERIMENTAL	26
2.1.1. Lote 1.	26
2.1.2. Lote 2.	27
2.2. COSECHA DE MATERIAL VEGETAL	27
2.3. EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL	28
2.4. CARACTERIZACIÓN Y CUANTIFICACIÓN	28
2.5. EVALUACIÓN DE PARÁMETROS	29
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	31
3.1. RESULTADOS DESTILACIONES POR ARRASTRE CON VAPOR	31
3.1.1. Análisis cromatográfico.	32
3.1.2. Evaluación del efecto de los parámetros de extracción de aceite esencial obtenidos por arrastre con vapor.	32

3.1.3.	Evaluación del efecto de los parámetros de extracción de aceite esencial obtenidos por arrastre con vapor sobre cada observable.	33
3.1.4	Análisis gráfico del efecto de los parámetros sobre los observables.	33
3.2.	EXTRACCIONES DESTILADOR PROTOTIPO DE 1 M ³ DE CAPACIDAD POR EL MÉTODO DE HIDRODESTILACIÓN	36
3.3.	ANÁLISIS DE GASES DE COMBUSTIÓN	41
4.	CONCLUSIONES	42
5.	RECOMENDACIONES	43
	BIBLIOGRAFÍA	44
	ANEXOS	54

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1: Valor para cada nivel experimental lote 1	27
Tabla 2: Valor para cada nivel experimental en el lote 2.	27
Tabla 3: Datos obtenidos en las destilaciones del lote 1 por arrastre con vapor.	31
Tabla 4: Resultados del ANOVA sobre observable global.	32
Tabla 5: Valor F de las variables sobre los observables con valor F umbral.	33
Tabla 6: Tiempo de operación ideal.	35
Tabla 7: Datos obtenidos en las destilaciones del lote 2 por hidrodestilación.	36
Tabla 8: Resultados y comparación de las extracciones por arrastre con vapor en los dos lotes.	38
Tabla 9: Condiciones de operación que dan mejores resultados.	40
Tabla 10: Composición CO y CO ₂ en las muestras de gases de combustión.	41
Tabla 11: Combinaciones del diseño experimental lote 1.	66
Tabla 12: Combinaciones del diseño experimental lote 2.	67
Tabla 13: Condiciones de cromatógrafos.	78
Tabla 14: Cantidad relativa (%) e identificación de los principales compuestos encontrados en el aceite esencial de <i>Cymbopogon martinii</i> obtenidos por el método de arrastre con vapor.	85
Tabla 15: Datos de la curva de calibración de la cuantificación del geraniol presente en el AE de palmarrosa del lote 1.	87
Tabla 16: Datos de la curva de calibración de la cuantificación del geraniol presente en el AE de palmarrosa del lote 2.	87
Tabla 17: Datos de la curva de calibración de la cuantificación del geraniol presente en el AE de palmarrosa, corroboración.	88
Tabla 18: Resultados obtenidos al aplicar el diseño experimental al estudio de extracción de aceite esencial de <i>Cymbopogon martinii</i> . Datos de los observables independientes.	89
Tabla 19: Observable normalizado para las respuestas obtenidas en el lote 1.	91

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1: Flujo de masa en el proceso de extracción de AE.	24
Figura 2: Diagrama de flujo para el desarrollo experimental del trabajo.	25
Figura 3: Influencia del flujo de vapor en el costo de operación.	34
Figura 4: Influencia de la densidad de carga del MV en el rendimiento de extracción.	34
Figura 5: Influencia del arreglo de empaçado de material vegetal sobre el rendimiento de extracción en el equipo prototipo.	39
Figura 6: Influencia del arreglo de empaçado de material vegetal sobre la composición de extracción en el equipo prototipo.	40
Figura 7: Consumo de energía en el proceso de extracción de AE.	56
Figura 8: Torre empaçada.	57
Figura 9: Tipos de empaques.	57
Figura 10: Equipo tradicional de hidrodestilación.	58
Figura 11: Equipo tradicional de destilación por arrastre con vapor.	59
Figura 12: Alambique equipo prototipo.	60
Figura 13: Tapa y cuello de cisne.	61
Figura 14: Condensador de tubos y carcasa.	62
Figura 15: Vaso Florentino.	62
Figura 16: Sistema de cohobación.	63
Figura 17: Horno de combustión y sistema de dosificación.	64
Figura 18: Camisa de gases del alambique.	65
Figura 19: Corte y recolección del material.	68
Figura 20: Picado del material.	68
Figura 21: Tamizado del material picado.	69
Figura 22: Montaje del equipo utilizado para destilar por arrastre con vapor.	69
Figura 23: Medición de flujo y de la cantidad de aceite obtenido por minuto.	70

Figura 24: Embotellado de aceite.	71
Figura 25: Filtración del aceite con sulfato de sodio anhidro.	72
Figura 26: Caldera que proporciona el vapor para la destilación instalada en el CENIVAM-UIS.	73
Figura 27: Montaje del equipo para destilar por hidrodestilación, y su sistema de control.	74
Figura 28: Material vegetal residual en el proceso de secado.	75
Figura 29: Material vegetal residual utilizado como combustible.	75
Figura 30: Ingreso del material vegetal al tornillo sinfín.	76
Figura 31: Obtención del aceite y volátiles no condensables.	76
Figura 32: Limpieza y filtrado del aceite con carbón activado y sulfato de sodio anhidro.	77
Figura 33: Cromatógrafo de gases (GC-MS).	79
Figura 34: Cromatógrafo de gases (FID).	80
Figura 35: Bomba de succión utilizada en la toma de muestras de los gases de combustión.	81
Figura 36: Instalación para la toma de las muestras.	82
Figura 37: Cromatograma de muestras de gases horno de biomasa.	82
Figura 38: Cromatograma de muestras de gases caldera.	83
Figura 39: Cromatograma típico obtenido por GC-MS del AE de <i>Cymbopogon martinii</i> , Columna DB-5MS (60 m). Split 1:30. MSD (EI, 70 eV).	85
Figura 40: Curva de calibración interna para cuantificar el geraniol presente en el AE de palmarrosa.	85
Figura 41: Suministro de material vegetal residual estancado en tornillo sinfín.	91
Figura 42: Imagen horno quemador antes de su instalación.	91
Figura 43: Imagen material vegetal residual carbonizado.	92

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. FUNDAMENTOS TEÓRICOS DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN	55
ANEXO B. EQUIPOS USADOS EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES.	58
ANEXO C. DESCRIPCIÓN EQUIPO DE DESTILACIÓN PROTOTIPO DE 1 M ³ DE CAPACIDAD CON QUEMADOR DE BIOMASA RESIDUAL.	60
ANEXO D. DISEÑO EXPERIMENTAL EMPLEADO PARA EVALUAR EL EFECTO DE LAS VARIABLES DE ESTUDIO, SOBRE EL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN, LA COMPOSICIÓN DEL AE Y EL COSTO DE EXTRACCIÓN.	66
ANEXO E. IMÁGENES DEL PROCESO.	68
ANEXO F. CROMATÓGRAFOS USADOS.	78
ANEXO G. TOMA DE MUESTRAS GASES DE CHIMENEA.	81
ANEXO H. COMPUESTOS IDENTIFICADOS POR GC-SM Y GC-FID.	82
ANEXO I. CUANTIFICACIÓN DE GERANIOL EN AE DE CYMBOPOGON MARTINII.	86
ANEXO J. VALORES OBTENIDOS PARA LOS OBSERVABLES EVALUADOS (RENDIMIENTO, COSTO Y COMPOSICIÓN).	87
ANEXO K. IMÁGENES DE FALLAS ENCONTRADAS EN EL EQUIPO PROTOTIPO.	92

RESUMEN

TÍTULO:

Evaluación de condiciones de operación de un destilador prototipo para la extracción de aceites esenciales que usa como combustible material vegetal residual¹.

AUTORES:

Rosy Jacqueline Serrano Rivera

Camilo Andrés Tavera Reyes²

PALABRAS CLAVE:

Aceite esencial, *Cymbopogon martinii*, Hidrodestilación, Destilación por arrastre con vapor, equipo prototipo.

DESCRIPCIÓN:

El presente trabajo tuvo como objetivos evaluar los efectos de densidad de carga kg/m^3 , flujo de vapor L/min y la estratificación del material vegetal (MV) por diámetro de partícula, empacado en un equipo prototipo, sobre la extracción del aceite esencial (AE) de *Cymbopogon martinii*, y la viabilidad de usar MV residual como combustible. Se analizaron los gases de combustión (CO y CO_2) de dos combustibles utilizados (MV residual y gas natural), por S-HS/GC/TCD/FID, para comparar la eficiencia de la combustión. Se identificó que la quema de MV residual del horno genera mala combustión debido a las fallas detectadas en su diseño. Las variables de respuesta fueron el rendimiento y composición química del AE, y su costo de extracción. Se realizó una comparación de los métodos de extracción por arrastre con vapor e hidrodestilación. Los AE obtenidos se analizaron con GC-MS y FID. Como compuesto mayoritario se identificó el geraniol de 53.6 - 84.23% p/p por hidrodestilación, y 50.2- 82.4% p/p por arrastre con vapor. El rendimiento obtenido varió entre 0.29 y 0.35% por arrastre con vapor, y entre 0.13 y 0.34% por hidrodestilación. Se encontró dentro de las mejores condiciones para la extracción en el equipo prototipo, la densidad de carga de 220 kg/m^3 ; el flujo de vapor no afectó el rendimiento ni la composición pero sí el costo de extracción; la estratificación del MV por diámetro de partícula se encontró como una variable influyente para el proceso, con arreglo de MV pequeño arriba.

¹ Trabajo de grado.

² Facultad de ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Jairo René Martínez, Químico PhD.

ABSTRACT

TITLE:

Evaluation of operating conditions of a prototype distiller for the extraction of essential oils that uses residual plant material as fuel³.

AUTHORS:

Rossy Jacqueline Serrano Rivera

Camilo Andrés Tavera Reyes⁴

KEYWORDS:

Essential Oil, *Cymbopogon martinii*, hydrodistillation, steam distillation, prototype still.

DESCRIPTION:

This study aimed to evaluate the effects of charge density (kg/m^3), steam flow (L / min) and stratification of vegetal material (VM) by particle diameter, packaged in a prototype equipment on essential oil extraction (EO) of *Cymbopogon martinii* and the feasibility of using residual VM as fuel. Flue gas (CO and CO_2) from two fuels (natural gas and residual VM) were analyzed by S-HS/GC/TCD/FID, to compare the efficiency of combustion. It was found that residual VM burning furnace generates poor combustion due to the weaknesses identified in its design. The response variables were the yield and chemical composition of the EO and the cost of extraction. A comparison of methods for steam stripping and hydrodistillation was performed. The EO obtained were analyzed by GC-MS and FID. Geraniol was identified as the major compound, 53.6 - 84.23% w/w by hydrodistillation, and 50.2-82.4% w/w by steam stripping. The yields obtained varied between 0.29 and 0.35% by steam distillation, and between 0.13 and 0.34% by hydrodistillation; It was found in the best conditions of extraction for the prototype equipment, the charge density of $220 \text{ kg}/\text{m}^3$; steam flow did not affect the performance or composition, but the cost of extraction; MV stratification by particle diameter was found as an influential process variable in accordance with small up MV.

³ Graduation Project.

⁴ Facultad de ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Jairo René Martínez, Químico PhD.

INTRODUCCIÓN

Colombia es considerada como la cuarta nación en biodiversidad mundial, segunda en biodiversidad de flora, primera en anfibios y aves, tercera en reptiles y quinta en mamíferos; cuenta con aproximadamente 28.000 especies diferentes de plantas [1]. Esta gran cantidad de plantas le otorga al país una ventaja comparativa, respecto a otros países, que puede ser aprovechada desarrollando industria basada en productos naturales. Uno de los productos económicamente atractivos son los aceites esenciales y extractos derivados de las plantas.

Colombia aún no ha implementado una estrategia productiva ni comercial que lo haga competitivo en el sector de productos naturales. Desaprovecha así una gran oportunidad, dado que el mercado de los aceites esenciales se mantiene en constante crecimiento, con una producción mundial aproximada de 110.000 toneladas métricas de aceites esenciales, con un valor de 1.300 millones de dólares anuales [2].

En el Centro Nacional de Investigaciones para la Agro-Industrialización de Especies Vegetales Aromáticas y Medicinales Tropicales (CENIVAM), se busca impulsar el desarrollo competitivo y sostenible de la agroindustria colombiana de aceites esenciales, extractos y derivados naturales de las plantas. Mediante la investigación de especies aromáticas y medicinales colombianas se pretende desarrollar un nuevo sector económico, el sector de productos naturales, y crear nuevas fuentes de ingreso para las comunidades campesinas, las asociaciones de productores y el sector farmacéutico del país.

El costo del proceso es uno de los mayores obstáculos a la hora de producir aceites esenciales en Colombia a nivel industrial. Debido a los elevados precios de los combustibles fósiles requeridos para el proceso y transporte de aceite esencial, el costo de producción se eleva al punto de no ser competitivo con otros países.

La geografía del país, con sus limitaciones de acceso, también incrementa el costo de producción del aceite.

El sector de productos naturales debe tener en cuenta para su desarrollo, investigaciones y nuevas tecnologías que se adapten a las condiciones de producción específicas del país. En CENIVAM, las investigaciones recientes se han enfocado principalmente en reducir los costos de producción de aceites esenciales a escala industrial, y eliminar la dependencia de los combustibles fósiles como fuente generadora de energía. Una de las alternativas que disminuye considerablemente el costo de producción es utilizar biomasa residual como combustible. Esta solución implica el diseño y construcción de destiladores a escala piloto, que usen eficientemente la fuente energética.

Este proyecto tiene como objetivo evaluar el funcionamiento de un destilador prototipo a escala piloto de 1 m³ de capacidad, que opera con biomasa residual como fuente de energía. Se estudiaron los efectos de algunas variables sobre la extracción de aceites esenciales, con el fin de encontrar las condiciones que favorecen el rendimiento de extracción, los costos de operación y la calidad del aceite esencial.

La especie vegetal de prueba fue el *Cymbopogon martinii* (palmarrosa), planta promisoriosa en el mercado de aceites esenciales, dado que tiene alto valor y demanda comercial en la industria de fragancias y cosméticos [3]. Los resultados obtenidos a partir de este estudio son de gran importancia, puesto que se hace un aporte directo al desarrollo de la industria de los aceites esenciales, y se otorgan alternativas a la agroindustria colombiana.

1. MARCO TEÓRICO

1.1. ACEITE ESENCIAL

Los aceites esenciales (AE) se definen como “parte del metabolismo de un vegetal, compuesto generalmente por terpenos, que están asociados o no a otros componentes, la mayoría de ellos volátiles, y generan en conjunto el olor de dicho vegetal” [4]. A condiciones ambientales, son líquidos, generalmente más viscosos que el agua [5]. Poseen una densidad normalmente menor que la del agua, excepto algunas esencias como la de clavo; poseen colores traslúcidos y amarillentos. Algunas esencias poseen un color muy particular, como el azul de la manzanilla alemana debido a la presencia de hidrocarburos azulénicos o el verde de la bergamota [4]. Son inflamables, no son tóxicos, aunque pueden provocar alergias en personas sensibles a determinados terpenoides [6]. Sufren degradación química en presencia de la luz solar, del aire, del calor, de ácidos y álcalis fuertes, generando oligómeros de naturaleza indeterminada. Son solubles en los disolventes orgánicos (diclorometano, metanol, etc.). Casi inmiscibles en disolventes polares asociados (agua, amoníaco, etc.). Los AE también tienen propiedades de solvencia para los polímeros con anillos aromáticos presentes en su cadena [7]. Existe una gran variedad de AE, algunos poseen aromas agradables que se emplean en perfumería, también pueden usarse como agentes antioxidantes, antibacterianos [8], antifúngicos [9], repelentes [10], antitumorales y plaguicidas [11], entre otros.

1.2. *Cymbopogon martinii* (palmarrosa)

El *Cymbopogon martinii* es una especie vegetal originaria de la India; crece en áreas tropicales, con alturas entre los 800 y 1000 metros sobre el nivel del mar. El rendimiento del AE de esta especie vegetal varía entre 0.1 y 1.2% [12]. El aceite se utiliza ampliamente como materia prima en la perfumería, elaboración de jabones, preparados cosméticos y en la fabricación de productos repelentes de

insectos. También es usado para dar sabor a los productos del tabaco, alimentos y bebidas no alcohólicas [13]. La India es el principal productor y exportador del AE de palmarrosa y su producción es de 40-60 toneladas al año. La palmarrosa tiene un alto contenido de geraniol, el cual está entre 65 y 85% p/p [14].

“El geraniol exhibe varias propiedades bioquímicas y farmacológicas. Una encuesta de los productos de consumo, reveló que está presente en el 76% de los desodorantes investigados en el mercado europeo, incluido en el 41% de los productos nacionales y de los hogares, y en el 33% de las formulaciones cosméticas a base de ingredientes naturales” [15]. El geraniol tiene olor característico a rosa y el sabor (diluido a 10 ppm) se describe como dulce floral de rosa, cítricos y afrutados matices céreos. Por este motivo, el aceite de palmarrosa se utiliza principalmente en la perfumería y en cosméticos. Actualmente es ampliamente investigado en otros campos [15].

1.3. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

El equipo prototipo que se evaluó en el desarrollo de este trabajo, se caracteriza por tener un horno quemador de MV que usa los residuos del mismo proceso, junto con un sistema de dosificación acoplado al destilador, una camisa de gases de combustión con *baffles* (canales) verticales que rodean todo el alambique y un sistema de aislamiento exterior para aumentar el área de transferencia de calor y aprovechar la mayor cantidad de energía proveniente de los gases de combustión en el horno. Todo lo anterior se implementó con el fin de eliminar la dependencia de los combustibles fósiles como fuente de energía para el desarrollo de esta operación. Posee un sistema de reciclo (cohobación) para mantener el nivel de agua dentro del alambique y evitar la carbonización del material que está siendo procesado.

Los métodos de extracción de aceites esenciales que se pueden llevar a cabo en el equipo prototipo son:

1.3.1. Destilación Agua-Vapor: en este caso el vapor puede ser generado mediante una fuente externa o dentro del propio cuerpo del extractor, aunque separado del material vegetal (MV). En este sistema el MV se encuentra suspendido sobre un tramado (falso fondo) que impide el contacto del MV con el medio líquido en ebullición. Este sistema reduce la capacidad neta de carga de materia prima dentro del extractor pero mejora la calidad del aceite obtenido. Si la cantidad de agua contenida en el extractor no es suficiente para sostener el proceso de destilación, es conveniente utilizar un sistema de reciclo o cohobación del agua [16].

1.3.2. Hidrodestilación: también conocido como destilación en agua tiene como principio llevar a estado de ebullición una suspensión acuosa de un MV aromático, de tal manera que los vapores generados puedan ser condensados y colectados. El aceite, que es inmisible en agua, es posteriormente separado por decantación. Este sistema de extracción es empleado particularmente en zonas rurales que no cuentan con instalaciones auxiliares para la generación de vapor. El MV debe encontrarse en contacto con el agua. Si el calentamiento del extractor es con fuego directo, el agua deberá ser suficiente y permanente para llevar a cabo toda la destilación, a fin de evitar el sobrecalentamiento o carbonización del MV, dado que este hecho provocaría la formación de olores desagradables en el producto final. Los AE obtenidos mediante hidrodestilación normalmente presentan notas más fuertes y un color más oscuro con respecto a los producidos por otros métodos [16].

1.3.3. Destilación por arrastre de vapor: este método es similar al método de hidrodestilación, pero en el lecho no hay agua, el vapor lo provee una fuente generadora de vapor externa. La presión del vapor es una de las variables de trabajo, que se regula dependiendo del tipo de MV a procesar. Este método de destilación puede considerarse el más sencillo y seguro. La ventaja de este tipo de destilación “seca” son: rapidez, menor consumo energético y causa menos transformaciones químicas a los componentes lábiles de los AE [16].

1.4. INFLUENCIA DE LAS VARIABLES EN EL PROCESO DE EXTRACCION

Flujo de vapor: se ha determinado que para algunas plantas, el flujo de vapor es una variable influyente en el rendimiento de la extracción. La velocidad de obtención del aceite aumenta conforme el flujo del vapor se incrementa. Esto indica que la mayor transferencia del aceite al vapor, se produce cuando existe mayor convección del vapor en el lecho [17].

Densidad de carga: la importancia de esta variable está ligada a la porosidad del lecho empacado dentro del alambique. Diferentes ensayos realizados [18], determinaron que la principal variable que interviene en el proceso de destilación por arrastre con vapor saturado es la densidad de carga, dado que determina el rendimiento del proceso y la calidad del aceite obtenido. Una densidad de carga pequeña puede producir un descenso en el rendimiento de la destilación. En cuanto a la calidad del aceite, no se ve afectada puesto que los problemas de solubilidad disminuyen notablemente en la destilación con vapor. Mientras que una densidad de carga grande produce exceso de condensación de vapor, que aumenta la solubilidad de algunos compuestos del aceite, disminuye su calidad, además de producir ciertos caminos de preferencia por donde el vapor tenga menos resistencia a fluir, lo que evita el contacto homogéneo del vapor con todo el MV empacado.

1.5. FUNDAMENTOS DE LA EXTRACCIÓN

La obtención de AE por el método de arrastre con vapor, ha sido abordada tradicionalmente usando la teoría de la destilación fraccionada, la rectificación y la desorción o *stripping*. Sin embargo, estudios recientes proponen que el mecanismo de extracción del AE se asemeja más a la difusión del vapor en un lecho empacado, lo que difiere de ser un proceso de destilación pura de los tipos mencionados. Uno de los principales términos a tener en cuenta en el proceso es el calor latente de vaporización, definido como la energía necesaria para el cambio

de fase, donde la velocidad de evaporación de los AE es favorecida por la disminución de la presión parcial debido a la presencia del vapor de agua. En el momento en que se acumula el vapor dentro del equipo, se lleva a cabo un equilibrio de fases, dado por el agua y el AE, el cual se toma como una mezcla ideal de varios compuestos (Véase **Anexo A**).

Este equilibrio puede ser descrito por las leyes de Dalton y Raoult [19]:

La ley de Dalton para la fase vapor describe que:

$$P = P_{agua}^0 + P_{AE} \quad \text{Ecuación 1.}$$

La ley de Raoult para el AE es:

$$P_{AE} = \sum_{i=1}^n x_i P_i^0 \quad \text{Ecuación 2.}$$

Donde n es la cantidad de compuestos dentro del AE.

Y la composición en la fase vapor está descrita por:

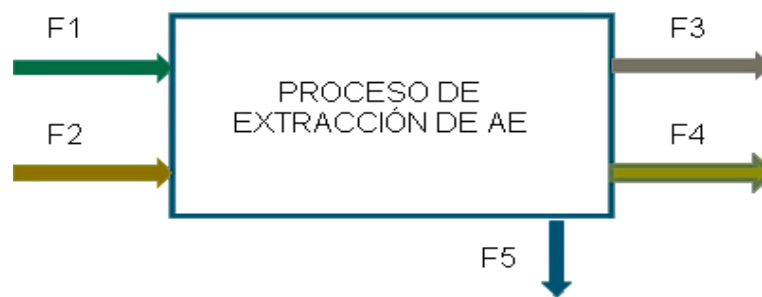
$$y_i = \frac{x_i P_i^0}{P} \quad \text{y} \quad y_{agua} = \frac{P_{agua}^0}{P} \quad \text{Ecuaciones: 3 - 4.}$$

La extracción de AE en un lecho empacado obedecería al efecto combinado de la difusión- evaporación- convectiva. De este modo, el vapor caliente debe llegar hasta los sacos que almacenan los AE dentro del MV, debe vencer resistencias difusivas previas, para penetrar y salir de la matriz vegetal a través de los poros de la pared celular. Finalmente, los AE en fase vapor deben llegar hasta el tope de la columna transportados por la fuerza convectiva del vapor que asciende a través del lecho [20]. Existen por lo menos, tres fenómenos controlantes del proceso de destilación de AE [17]: El primero, una vaporización del AE, en la interfase entre el MV y el vapor de agua. El segundo, la transferencia de masa por difusión, que se da en la interface entre la superficie del MV y el vapor de agua, creándose en ella un gradiente de concentración de los componentes del AE. Y el tercero, luego de la difusión, la masa de vapor arrastra los compuestos del AE a lo largo del

alambique, dando lugar a un transporte convectivo de materia, según los criterios de la ley de *Fick*. [21].

El transporte de masa está descrito en la **figura 1**. Donde F1: Material vegetal que entra al alambique; F2: Flujo de vapor que entra al alambique; F3: Material vegetal que sale del alambique luego de extraído el AE; F4: Flujo de AE extraído; F5: Mezcla de agua y trazas de AE.

Figura 1. Flujo de masa en el proceso de extracción de AE.

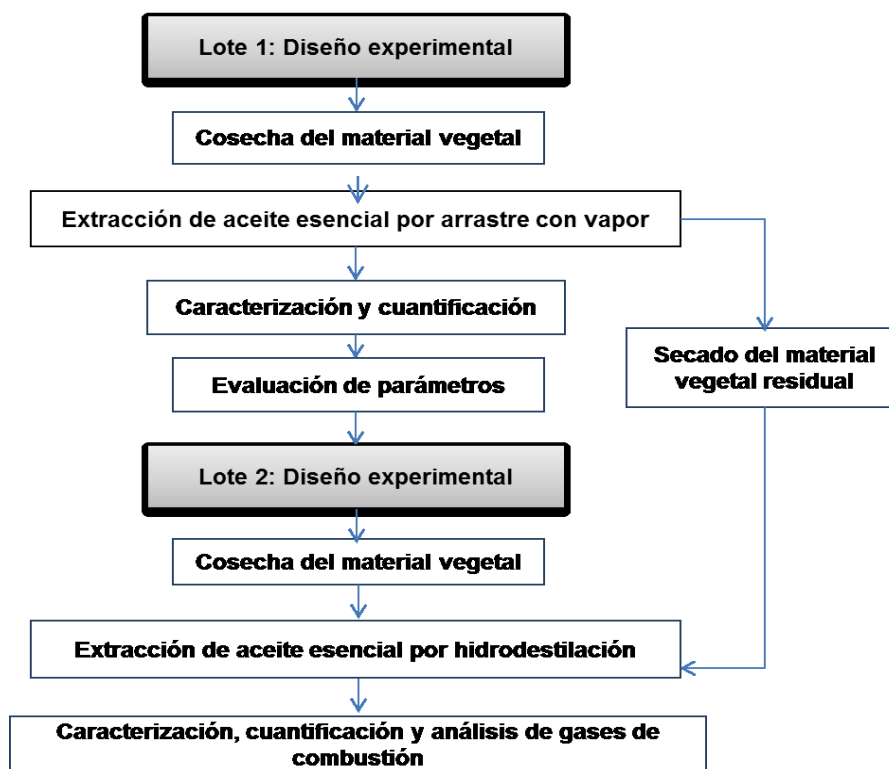


Para poder llevar a cabo la destilación se requiere un suministro constante de energía. Esta energía debe ser mayor que la requerida para mantener el agua en su estado de vapor, en las condiciones de temperatura y presión del proceso, con el fin de compensar las pérdidas (**Anexo A.3**) producto de la convección en las partes del equipo y el material vegetal y conducción a lo largo del alambique, las cuales siguen los principios de la ley de *Fourier* [21]. Pese a que los fenómenos que se dan en el proceso son conocidos, no se referencian modelos matemáticos generales que permitan describirlo, simularlo o escalarlo para diferentes niveles de producción [17]. Pero se han modelado para especies vegetales específicas [12].

2. METODOLOGÍA

El presente trabajo se llevó a cabo en dos etapas: la primera, con una fracción del MV a la que se llamó lote 1, con la cual se realizó un diseño experimental en un equipo de destilación con capacidad de 0.4 m³. La segunda etapa utilizó la fracción restante del MV, a la que se llamó lote 2. Con ésta se realizó otro diseño experimental en un equipo prototipo con capacidad de 1 m³. Para cada una de las etapas se efectuó la misma metodología, consistente en: cosecha de material, extracción de AE, caracterización, cuantificación, evaluación y análisis de parámetros. El equipo utilizado para el lote 2, es un destilador prototipo, diseñado por los ingenieros mecánicos, Jair Cuesta, Diego Pedroza y Omar Gelvez [22], para CENIVAM. El equipo se describe en el **Anexo C**. De la primera serie de experimentos se obtuvo MV residual para la combustión en el equipo prototipo. La **figura 2** describe el proceso desarrollado para cada lote.

Figura 2.Diagrama de flujo para el desarrollo experimental del trabajo.



2.1. DISEÑO EXPERIMENTAL

La primera etapa se llevó a cabo con el fin de obtener datos que sirvieran de referencia para evaluar el destilador prototipo de 1 m³, del cual no se tiene ningún dato por ser el primero de este tipo.

2.1.1. Lote 1: teniendo como limitante la cantidad de MV a procesar, y la capacidad del equipo a operar (350 kg de MV aproximadamente por carga), se hizo un diseño experimental factorial 3³ con duplicado. Se tomaron tres factores (flujo de vapor, densidad de carga y arreglo de empacado de MV), y tres niveles cada uno, a excepción de la densidad de carga, de la cual se evaluaron dos niveles:

- Flujo de vapor: se evaluaron flujos de 0.5, 0.8 y 1.1 L/min, datos seleccionados por la capacidad del equipo y datos reportados [23].
- Densidad de carga: En este caso los niveles evaluados fueron 220 y 300 kg de MV por cada m³, seleccionados con base en estudios previos hechos en CENIVAM.
- Arreglo de empacado de MV: ésta es una variable que se propone, basada en reportes encontrados en los cuales se estudió el comportamiento de la destilación de AE según los procesos de adsorción y desorción en lechos empacados [24]. Se sospecha que el tamaño y la distribución del lecho (MV), puede influir en el rendimiento de la extracción del AE, al tamizar el MV, separar partículas finas (tallos) de las partículas gruesas (hojas) y disponerlas de diferentes maneras dentro del alambique. Se tomaron tres niveles: sin arreglo (sin tamizar), pequeño abajo (MV que pasa por el tamiz empacado se ubica en la zona inferior del alambique) y pequeño arriba (MV que pasa por el tamiz empacado se ubica en la zona superior del alambique). En los arreglos se garantizó que las proporciones de material pequeño y grueso fueran de 50% en masa. A los niveles se les asignó un valor entre bajo, medio y alto descrito en la **tabla 1** para el lote 1.

Tabla 1. Valor para cada nivel experimental en los procesos del lote 1.

Nivel	Flujo de vapor (mL/min)	Arreglo de empacado de MV	Densidad (kg/m ³)
-1	500	peq arriba	220
0	800	Sin arreglo	-
1	1100	peq abajo	300

2.1.2. Lote 2: para esta etapa se tuvieron en cuenta las variables de densidad de carga y arreglo de empacado de MV según los resultados obtenidos en el lote 1. Se descartó el flujo de vapor debido a que el proceso se lleva por hidrodestilación. El diseño experimental pasa a ser un 2³ con triplicado en el punto central, presentado en la **tabla 2**.

Tabla 2. Valor para cada nivel experimental en el lote 2.

Nivel	Arreglo de empacado de MV	Densidad (kg/m ³)
-1	peq arriba	220
0	Sin arreglo	260
1	peq abajo	300

La combinación de los dos diseños experimentales se encuentra descrita en el **Anexo D**.

2.2. COSECHA DE MATERIAL VEGETAL

La extracción del AE de palmarrosa se hizo por destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación. Para ello, se utilizó MV sembrado en parcelas experimentales pertenecientes al complejo agroindustrial CENIVAM ubicado en las instalaciones de la sede central de la Universidad Industrial de Santander. La palmarrosa se cosechó en dos temporadas diferentes con espacio de 6 meses en cada corte, obteniéndose en total 2.100 kg de material en los dos lotes. El primero de 850 kg y el segundo de 1.250 kg. El área total cultivada comprende 0,058 hectáreas, lo que corresponde a rendimiento de 54.310,34 kg de MV de *Cymbopogon martinii* por hectárea de tierra cultivada en un año.

2.3. EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL

Luego de tener todo el MV del lote 1 en el sitio de proceso se procedió a picar el material en una picadora PE-800 marca Penagos, con diámetro de picado de 0.9 cm. Para realizar las destilaciones del lote 1 (**Anexo E.1**), se empleó un equipo de destilación conformado por un alambique con su respectivo intercambiador de calor y su vaso separador (Florentino) y como generador de vapor se utilizó una caldera (*Tecnik*, Bogotá, Colombia) de 58,86 kW (**Anexo E.2**). Cada extracción se realizó con 50 kg de MV. A continuación el material fue tamizado (en las pruebas que lo requerían) con un tamiz de malla con diámetro de 0.9 cm, con el que se separaba el tallo de la hoja. Paso seguido el MV se cargó en el alambique de acero inoxidable de 0.4 m³ y se compactó para alcanzar la densidad deseada de la torta. Se abrió el flujo de vapor para dar inicio al proceso. Durante la extracción, se tomaron muestras de líquido a la salida del condensador con el fin de verificar el flujo tanto de vapor como de AE. Las destilaciones se llevaron a cabo a una presión de 552 kPa durante 1.5 horas aproximadamente.

Para el lote 2 se usó el mismo procedimiento (**Anexo E.3**), con la excepción de que se usó el destilador prototipo. Se cargó con 100 kg en cada extracción y se usó el método de hidrodestilación. La combustión de MV residual previamente secado fue la fuente generadora de calor.

2.4. CARACTERIZACIÓN Y CUANTIFICACIÓN

El AE obtenido de cada destilación se secó con sulfato de sodio anhidro. La identificación del AE obtenido en las destilaciones se realizó por cromatografía de gases, con el cálculo de los índices de retención lineal (IRL) por columnas polar y apolar, y por comparación de los espectros de masas que se obtuvieron por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), con los de sustancias patrón y bases de datos espectrales (*Adams* y *NIST*). El equipo usado es descrito en el **Anexo F**.

Se pasaron todas las muestras del lote 1 y se escogieron aleatoriamente dos muestras del lote 2. Con los espectros de masas que se encuentran consignados en las bases de datos *Adams*, *NIST* y *Wiley*, y con los espectros de masas obtenidos de los AE, se verificó si la composición era similar entre todas las muestras, y consistente con la composición reportada en la literatura [25]. Se identificó el tiempo de retención del componente mayoritario del AE de palmarrosa, el geraniol. Después se realizó su cuantificación en las muestras de AE de cada destilación, dado que este componente da valor comercial al AE de palmarrosa [20]. Se utilizó una curva de calibración con patrón certificado de geraniol al 98% suministrado por *Aldrich Chemical Company*.

La curva de calibración se realizó tomando 8 puntos con un rango de 2500 ppm a 40000 ppm de geraniol. Las disoluciones se prepararon con diclorometano, luego se prepararon las muestras de los aceites con 50 μ L de AE y se aforó a 1 mL con diclorometano. Todas las muestras preparadas de los dos lotes, y las soluciones de calibración, fueron analizadas por cromatografía de gases con detector de ionización en llama (FID) (Véase equipo en **Anexo F**).

Adicionalmente se tomaron muestras de gases de combustión de los dos equipos (caldera y horno), durante el proceso de destilación, para analizar las emisiones de CO y CO₂ (**Anexo G**), con el fin de comparar la combustión entre los dos equipos. Se tomaron dos muestras en cada una de las salidas de las chimeneas (caldera y horno), y se determinaron las concentraciones de CO y CO₂. El análisis se realizó por cromatografía de gases con detector de conductividad térmica y detector de ionización en llama (S-HS/GC/TCD/FID). (Equipo **Anexo F**).

2.5. EVALUACIÓN DE PARÁMETROS

La evaluación de parámetros se realizó mediante un análisis de varianza (ANOVA) de los resultados obtenidos de cada destilación, evaluando como observables el

rendimiento en AE, los costos de operación y contenido de geraniol en función de las variables: flujo de vapor, densidad de carga y arreglo de empacado de MV.

El rendimiento se obtuvo como una relación peso a peso entre la cantidad de AE y la masa de MV utilizada en cada destilación, y multiplicado por 100. Para el costo se tuvieron en cuenta solamente los factores económicos que se presentan durante el proceso de extracción, tales como: mano de obra, consumo de energía (gas y electricidad) y el agua (costos variables). Finalmente, la composición se determinó con base en la cuantificación (**Anexo I**) de geraniol por medio de cromatografía (FID).

Para obtener el modelo matemático se calculó un observable global (Y_g), el cual es la suma de los valores normalizados de los observables individuales: rendimiento (R), costo de operación (C) y contenido de geraniol (G), como lo indica la **ecuación 5**.

$$Y_g = 0.3 * R - 0.4 * C + 0.3 * G$$

Ecuación 5.

Los coeficientes asignados a cada variable de la **ecuación 5** son valores aproximados de los obtenidos por medio de un método de optimización con ayuda del software *Minitab*® 15.1.20.0 con base en balances económicos y datos de rendimientos reportados [3], los que se usaron como restricciones del modelo.

En el lote 2, por tratarse de hidrodestilación, se eliminó el flujo de vapor y se tuvieron en cuenta únicamente la densidad de carga y el arreglo de empacado de MV, dando lugar a 7 pruebas con hidrodestilación, más tres de comparación por arrastre con vapor.

3. RESULTADOS Y ANALISIS

3.1. RESULTADOS DESTILACIONES POR ARRASTRE CON VAPOR: DESTILADOR DE 0.4 M³

Se realizaron 17 destilaciones con el lote 1 en el destilador de capacidad de 0.4 m³ por el método de arrastre con vapor como se describe en el diseño experimental, de las cuales se obtuvieron los resultados mostrados en la **tabla 3**.

Tabla 3. Datos obtenidos en las destilaciones del lote 1 por arrastre con vapor.

N° Exp.	Flujo de vapor (mL)	Arreglo del material	Densidad (kg/m ³)	Rendimiento extracción % (p/p)	costo de operación por hora	% Geraniol en aceite
1	1100	Sin arreglo	300	0.40	17993.90	67.20
2	800	Sin arreglo	300	0.41	18279.90	66.19
3	500	Sin arreglo	300	0.41	16373.24	68.60
4	1100	Sin arreglo	300	0.45	16468.57	68.71
5	800	Sin arreglo	300	0.39	16849.90	73.17
6	500	Sin arreglo	300	0.45	17135.90	67.04
7	1100	Peq arriba	300	0.34	21608.42	62.40
8	800	Peq arriba	300	0.41	19511.09	62.16
9	500	Peq arriba	300	0.42	17032.42	59.91
10	1100	Peq abajo	300	0.41	21131.76	69.60
11	500	Peq abajo	300	0.44	17604.42	58.68
12	800	Sin arreglo	220	0.37	16373.24	59.32
13	1100	Peq arriba	220	0.42	20178.42	62.60
14	1100	Peq abajo	220	0.47	20178.42	69.25
15	500	Peq abajo	220	0.47	17318.42	68.58
16	500	Peq arriba	220	0.43	17318.42	71.73
17	800	Sin arreglo	220	0.38	17326.57	61.22

3.1.1 Análisis cromatográfico en el **Anexo H** se muestra el cromatograma de una de las muestras de AE de *Cymbopogon martinii*. Se presentan también (**Tabla 14**) los compuestos identificados. En la mayoría de las muestras de AE se identificaron positivamente 8 compuestos; se destacan como compuestos mayoritarios el geraniol, acetato de geraniol y geraniol, en cantidades relativas similares a las reportadas [26]. En el **Anexo I** se presentan las concentraciones encontradas de geraniol mediante el análisis por GC-FID, para cada una de las extracciones realizadas según el diseño experimental, así como la curva de calibración correspondiente.

3.1.2. Evaluación del efecto de los parámetros de extracción de aceite esencial obtenidos por arrastre con vapor se evaluó estadísticamente la influencia de las variables bajo estudio, sobre el observable global Y_g (**Anexo J**), determinado por el ANOVA a partir del método de *Yates* con un valor crítico del F umbral de 7.71, para 1 y 4 grados de libertad, con un nivel de confianza de 95% sobre las 17 muestras de AE obtenido con el MV del lote 1. Como resultado se obtuvo que todas variables presentaron efecto sobre el observable global (**Tabla 4**).

Tabla 4. Resultados del ANOVA sobre observable global.

Variable	F umbral	Valor F	Efecto
Flujo de vapor		18.267	Si
Densidad	7.71	11.989	Si
Arreglo		9.228	Si

Tiene efecto significativo la variable con valor F mayor que el valor del F umbral.

Se evaluaron modelos matemáticos por medio del programa *Minitab*® 15.1.20.0, que pudiesen predecir el comportamiento del proceso en función de las variables estudiadas, pero los coeficientes de determinación R^2 obtenidos son muy bajos para todos los modelos, y se decidió evaluar cada observable de manera independiente.

3.1.3. Evaluación del efecto de los parámetros de extracción de AE obtenidos por arrastre con vapor sobre cada observable en la **tabla 5** se presenta el resumen del efecto de las variables sobre cada observable, donde se muestra que: ninguna de éstas tiene efecto significativo sobre la cantidad de geraniol presente en el AE ni sobre el rendimiento. El costo se ve influido únicamente por el flujo de vapor.

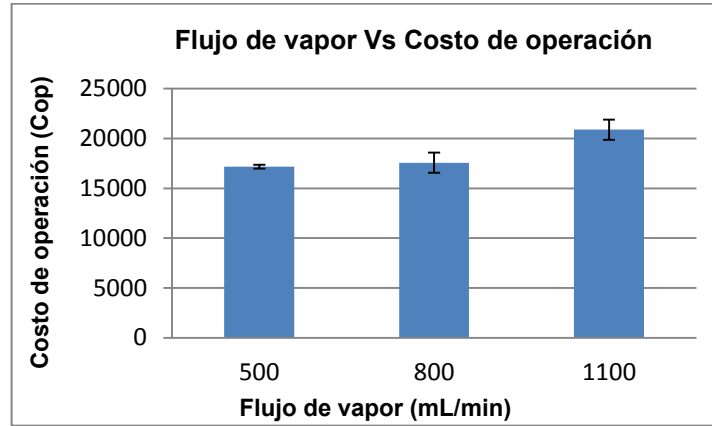
Tabla 5. Valor F de las variables sobre los observables con valor F umbral.

Variables	F umbral.	Valor F		
		Flujo de vapor	Arreglo	Densidad
Rendimiento		3.19	7.09	7.34
Costo	7.71	32.59	0.00	0.97
Composición		0.03	1.93	0.48

Estadísticamente los valores F de cada variable deben ser significativamente mayores que el valor del F umbral, para que se pueda considerar como un efecto significativo. En la **tabla 5** se observa que solamente hay un valor que cumple con esta condición (flujo de vapor sobre el costo).

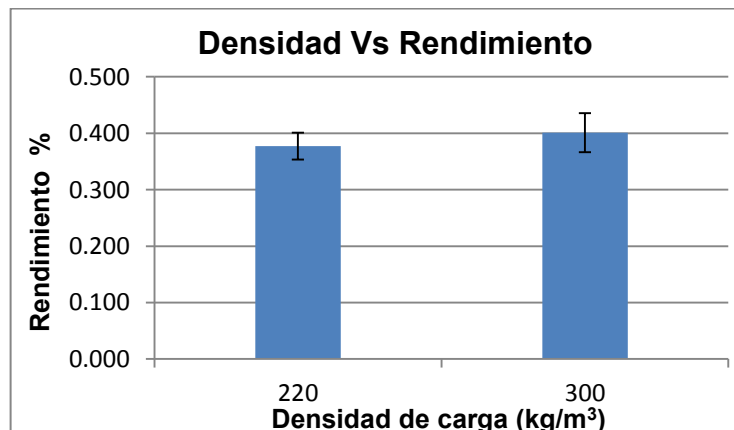
3.1.4. Análisis gráfico del efecto de los parámetros sobre los observables la **figura 3** muestra cómo al aumentar el flujo de vapor aumenta el costo de operación dado que los consumos de energía (electricidad y gas) y flujo de agua aumentan de manera proporcional al flujo de vapor consumido. Con las barras de error de la figura se puede observar que el cambio entre los flujos de 500 y 800 mL/min no representa diferencia en el costo, pero al compararlos con el flujo de 1100 mL/min si hay gran diferencia en el costo del proceso.

Figura 3. Influencia del flujo de vapor en el costo de operación.



Este resultado puede ser causado por la capacidad de operación de la caldera (1200 mL/min). Puesto que al operar la caldera con un flujo entre 500 y 800 mL/min, la caldera opera de forma intermitente (se apaga y enciende periódicamente) para mantener constante la presión. Al realizar las destilaciones con un flujo de 1100 mL/min la caldera opera cerca de su límite máximo, causando que ésta permanezca encendida continuamente durante el proceso de destilación. En la **figura 4** se observa que no hay diferencia suficiente entre los resultados de las dos densidades, para determinar que la densidad de carga tiene efecto significativo en el rendimiento de la extracción de AE.

Figura 4. Influencia de la densidad de carga del MV en el rendimiento de extracción por prueba *T. student*.



$\bar{x} \pm (t^*s/\sqrt{n})$ donde t es calculado con 95% de confianza, n=3.

En la **Tabla 6**, se muestra el tiempo de extracción ideal, calculado mediante un balance económico hecho a partir de los costos de operación y el costo comercial del AE de *Cymbopogon martinii* [27], teniendo como límite, el momento en el que el costo de operación iguala el costo del AE producido en un minuto, el que se determinó midiendo flujo de condensados cada 10 minutos en todas la extracciones.

Tabla 6. Tiempo de operación ideal.

N° Exp.	Flujo de vapor (mL)	Arreglo del material	Densidad (kg/m ³)	Costo total operación/hora	Tiempo operación ideal (min)	Relación aceite/hidrosol
1	1100	sin arreglo	300	17993.90	30	0.005
2	800	sin arreglo	300	18279.90	30	0.007
3	500	sin arreglo	300	16373.24	30	0.010
4	1100	sin arreglo	300	16468.57	35	0.005
5	800	sin arreglo	300	16849.90	25	0.006
6	500	sin arreglo	300	17135.90	50	0.010
7	1100	peq arriba	300	21608.42	38	0.051
8	800	peq arriba	300	19511.09	25	0.006
9	500	peq arriba	300	17032.42	37	0.009
10	1100	peq abajo	300	21131.76	30	0.005
11	500	peq abajo	300	17604.42	35	0.009
12	800	sin arreglo	220	16373.24	33	0.006
13	1100	peq arriba	220	20178.42	30	0.005
14	1100	peq abajo	220	20178.42	30	0.005
15	500	peq abajo	220	17318.42	45	0.009
16	500	peq arriba	220	17318.42	35	0.009
17	800	sin arreglo	220	17326.57	25	0.007

Los resultados del tiempo de operación son de gran importancia en la operación a escala industrial, dado que permite realizar las extracciones en un lapso de tiempo más corto, aumentando la eficiencia del proceso. Estos resultados dan una noción

del tiempo de extracción ideal para el AE de *Cymbopogon martinii*, el cual se da hasta el momento en que el flujo de aceite no sea el suficiente para garantizar la viabilidad económica de continuar con el proceso de extracción, y para el cual se representa la relación de aceite/hidrosol en el tiempo de operación ideal.

3.2. EXTRACCIONES CON EL DESTILADOR PROTOTIPO DE 1 M³ DE CAPACIDAD POR EL MÉTODO DE HIDRODESTILACIÓN

Como el equipo prototipo está diseñado para ser operado principalmente con biomasa como combustible (la diferencia en este caso es el proceso de hidrodestilación), el flujo de vapor deja de ser una variable. Con base en los datos obtenidos en el literal anterior, se agregó un nuevo nivel en la densidad de carga del MV (260 kg/m³), dando lugar al siguiente diseño experimental para el lote 2 descrito en el **literal 2.1**. A partir de allí se realizaron 7 extracciones con biomasa como fuente de calor obteniendo los resultados mostrados en la **tabla 7**.

Tabla 7. Datos obtenidos en las destilaciones del lote 2 por hidrodestilación.

N° Exp.	Arreglo del material	Densidad (kg/m ³)	Rendimiento de extracción. % (p/p)	costo total de operación por hora	% Geraniol en aceite
1	0	0	0.13	13847.48	62.14
2	0	0	0.23	13847.48	65.41
3	0	0	0.16	13847.48	63.86
4	1	-1	0.16	15386.09	62.93
5	1	1	0.20	14616.78	62.55
6	-1	1	0.29	18463.30	78.41
7	-1	-1	0.34	23160.05	79.08

Dadas las condiciones climáticas, las extracciones no se pudieron llevar a cabo con un MV homogéneo, debido a que en días de lluvia el MV absorbía más agua alterando el peso del MV e impidiendo que todas las extracciones tuvieran las mismas condiciones en cuanto a humedad. Esto alteró el cálculo del rendimiento del proceso y ocasionó grandes inconsistencias al hacer los análisis de varianza.

A estas condiciones debe agregársele también algunas fallas encontradas en la operación del equipo (**Anexo K**), descritas a continuación:

- a. La inyección de aire primario al horno de combustión se da por un punto específico, y no se distribuye uniformemente por la base del horno, ocasionando que la combustión del MV residual no se lleve a cabo sobre toda la superficie del horno sino en un área localizada del mismo.
- b. La boca del tornillo sinfín que alimenta el MV residual que se quema, está directamente sobre la salida primaria de aire, lo cual impide su circulación y la correcta combustión dentro del horno.
- c. La frecuencia de giro del tornillo sinfín es controlada reduciendo la potencia del motor que lo mueve, lo cual hace que el torque ejercido para transportar y dosificar el material de combustión sea bajo en bajas frecuencias de giro, ocasionando que el sinfín se obstruya y se detenga debido a una mala relación torque/velocidad de giro.
- d. El sistema de camisa de gases puesto alrededor del alambique, consta de *baffles* verticales (canales) que van desde la base hasta la parte superior del mismo. Algunos *baffles* quedan comunicados directamente entre el horno y la salida de la chimenea, en la parte posterior del equipo, lo cual ocasiona que tanto los gases de combustión como la misma llama sean dirigidos directamente a la salida de la chimenea por estos *baffles* puesto que ese lugar es el que ofrece menor resistencia al flujo. En consecuencia, el calor tanto de los gases de combustión como de la llama, no se propaga uniformemente por todo el equipo. Al dirigir el flujo de gases de combustión sobre un área específica del equipo se produce un incremento de temperatura sobre esta zona del alambique, lo que lleva a que el MV allí ubicado se carbonice y se dañe el AE.
- e. El vaso florentino, encargado de separar la mezcla de agua y AE por decantación, separa parte del AE en el embudo de recolección, debido a que el tubo que lo comunica con el cuerpo del vaso tiene un diámetro muy pequeño. La decantación sucede antes que la mezcla llegue al cuerpo del vaso.

Como resultado de lo descrito anteriormente, los rendimientos en las 7 extracciones hechas por hidrodestilación presentan grandes diferencias, y en el AE se encontró contenido de cenizas y material particulado (**Anexo E.3**), debido a que una parte del MV se quemó en la mayoría de las extracciones.

Aunque el equipo presentó algunas fallas en el diseño del horno, exhibió un buen rendimiento energético en cuanto a la cantidad de MV residual que consume el quemador, para llevar a cabo una destilación. Si se opera el equipo a su máxima capacidad (300-350 kg de MV), luego de destilado y secado el MV, se obtienen aproximadamente 200 kg de MV residual para usar como biocombustible. El equipo presentó un consumo de MV residual de 17 kg/h, equivalente a 50 kg de MV residual (como biocombustible) para hacer una destilación de 350 kg de MV, lo que corresponde aproximadamente a un 25% del total del MV residual, y el 75% restante se puede usar para compostaje. Con base en lo anterior, se puede afirmar que el equipo no tendrá escases de combustible, puesto que produce casi cuatro veces más de lo que consume, lo que favorece su implementación en las zonas rurales.

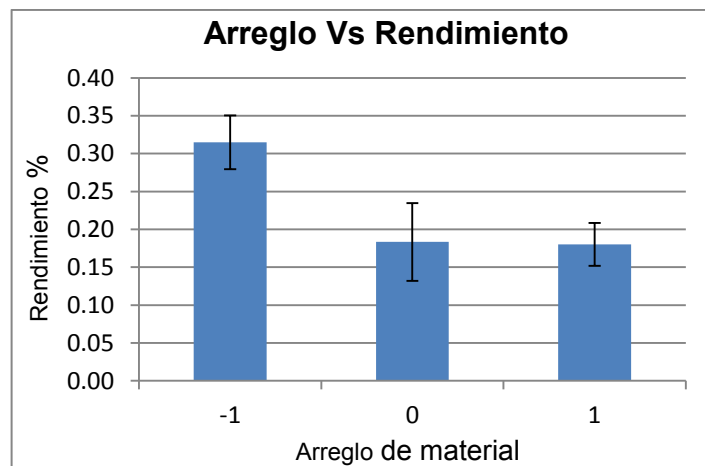
También se hicieron tres destilaciones por el método de arrastre con vapor con el fin de evaluar el rendimiento de este proceso en el equipo prototipo a partir de los resultados obtenidos en el **literal 4.3**. En la **tabla 8** se presentan los resultados de las tres destilaciones, y se comparan con las destilaciones hechas bajo las mismas condiciones en el lote 1.

Tabla 8. Resultados y comparación de las extracciones por arrastre con vapor en los dos lotes.

Densidad de carga (kg/m ³)	Arreglo	flujo de vapor (mL/min)	Rendimiento (%p/p)		Composición en geraniol %	
			Lote 1	Lote 2	Lote 1	Lote 2
300	Peq. abajo	500	0.44	0.29	53.40	74.62
220	Peq. abajo	500	0.43	0.35	62.42	67.61
220	Sin arreglo	800	0.37	0.31	54.86	73.06

A los datos obtenidos en el lote 2 se les hizo también análisis de varianza, el que tampoco fue muy claro en cuanto al efecto de las variables sobre los observables, por lo que se decidió hacer un análisis gráfico sobre las variables que presentan alguna influencia, similar al hecho en el lote 1. La **figura 5** muestra que al tamizar el MV y colocar las partículas pequeñas arriba, aumenta el rendimiento de la extracción, en comparación a no separar los tamaños de partícula o colocar las partículas pequeñas abajo. Lo anterior puede atribuirse a que con este arreglo el vapor entra en contacto primero con el MV que contiene la mayor cantidad de AE (hojas), lo cual hace que haya un gradiente más grande de concentración de AE en la parte inferior del alambique, aumentando la transferencia por difusión entre las hojas y el vapor.

Figura 5. Influencia del arreglo de empaqueo de material vegetal sobre el rendimiento de extracción en el equipo prototipo.

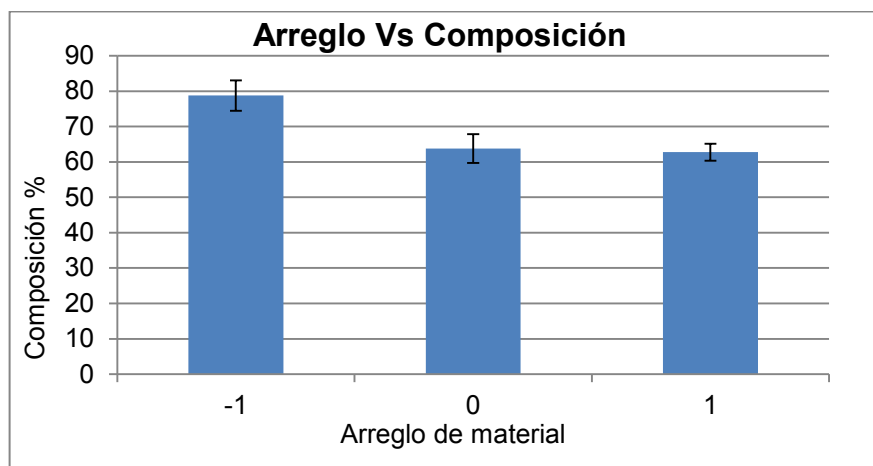


$\bar{x} \pm (t*s/\sqrt{n})$ donde t es calculado con 95% de confianza, n=2.

En la **figura 6** se ve que al tamizar el MV y colocar las partículas pequeñas arriba, aumenta la concentración de geraniol en el AE, en comparación a no separar los tamaños de partícula o colocar las partículas pequeñas abajo. Este resultado podría ser causado por el tiempo de residencia del AE en el alambique luego de extraído del MV, debido al tamaño del equipo y la cantidad de material cargado, lo que permite que el acetato de geranilo (segundo en abundancia en el AE) recorra

un mayor trayecto, y entre en contacto con las paredes del alambique que se encuentran a temperaturas superiores a 300°C, temperatura a la cual el acetato de geranilo se descompone térmicamente [28].

Figura 6. Influencia del arreglo de empacado de material vegetal sobre la composición de extracción en el equipo prototipo.



$\bar{x} \pm (t^*s/\sqrt{n})$ donde t es calculado con 95% de confianza, n=2.

Aunque el tamizar el MV generó un aumento en el rendimiento de extracción y la cantidad de geraniol dentro del AE, se debe tener en cuenta que este proceso aumenta los costos de operación, por lo que habría que hacer un análisis económico más profundo para evaluar la relación costo-beneficio del proceso de tamizado, al momento de operar el equipo a su capacidad máxima.

Con el análisis de los resultados, se pueden proponer algunas condiciones de operación para la extracción de AE de palmarrosa en el equipo prototipo por el método de arrastre con vapor e hidrodestilación, mostrados en la **tabla 9**.

Tabla 9. Condiciones de operación que dan mejores resultados.

Variable	Valor
Flujo de vapor (mL/min)	500-800
Arreglo	Peq arriba
Densidad (kg/m ³)	220

Las condiciones anteriormente mencionadas ofrecen buenos resultados en la operación del equipo prototipo, tanto por el método de arrastre de vapor como por el de hidrodestilación. En el desarrollo del trabajo se obtuvo un rendimiento medio de 66.98 kg de AE por hectárea cultivada para la extracción por arrastre con vapor, y 41.64 kg de AE por hectárea cultivada para la extracción por hidrodestilación. Rendimientos favorables teniendo en cuenta las fallas encontradas en el equipo, siendo comparables con los reportados en estudios previos [3, 18 y 25].

3.3. ANÁLISIS DE GASES DE COMBUSTIÓN

A partir de los análisis cromatográficos realizados a las muestras de gases de combustión, se puede determinar que el horno de combustión de biomasa, realiza combustión incompleta, dados los altos valores encontrados en la cantidad de CO [29] (véase **tabla 10**) en comparación con la caldera.

Tabla 10. Composición CO y CO₂ en las muestras de gases de combustión.

Muestra	Concentración (ppm)		Flujo (kg/h)	
	CO	CO ₂	CO	CO ₂
Horno	39784.6	53179.3	24.37	32.56
Caldera	471.0	106535.0	0.02	5.72

Los elevados valores se generan por las fallas encontradas en el horno (mala dispersión de aire, acumulación de MV residual en la salida principal de aire). Estas fallas ocasionan que la distribución del aire dentro del horno no sea homogénea ni constante, lo que impide la circulación del mismo y la adecuada combustión del MV, reduciendo la calidad de la combustión. Dichas fallas al ser corregidas podrían reducir los valores de emisión de CO reportados para este equipo. En cuanto a la caldera, se evidencia una alta eficiencia en la combustión.

4. CONCLUSIONES

Con la realización del presente Trabajo de Grado, se logró evaluar el funcionamiento de un destilador prototipo de aceites esenciales que usa como fuente de energía biomasa residual, identificando las ventajas y correctivos a tener en cuenta para mejorar el funcionamiento de éste.

Se determinaron las condiciones de operación del equipo prototipo: de densidad de carga (con 220 kg/m³); flujo de vapor (con un rango de 500-800 mL/min) y el arreglo de empacado de MV (pequeño arriba) que presentaron mejores rendimientos de extracción de AE para el *Cymbopogon martinii* y mayores concentraciones de geraniol, tanto en el proceso de destilación por arrastre con vapor como por hidrodestilación.

Se encontró un rango de tiempo de operación económicamente viable, para los procesos de destilación por arrastre con vapor (30 a 40 min) y por hidrodestilación (90 a 100 min). Los valores encontrados favorecen la calidad del AE al reducir la residencia del MV en el equipo evitando la degradación térmica.

En la comparación económica de los dos combustibles utilizados en el proceso de destilación (caldera a gas natural y horno de biocombustible) se encontró, que el biocombustible (MV residual) es más económico y de mayor accesibilidad, ya que el equipo produce cuatro veces más el MV (200 kg) que el que consume (50 kg o 17 kg/h) por destilación, siendo viable utilizarlo en zonas rurales de difícil acceso donde los combustibles fósiles tienen alto costo o no están disponibles.

El equipo prototipo (1 m³) es promisorio al encontrar buenos rendimientos, teniendo en cuenta el método de extracción empleado (hidrodestilación), el cual tiene un menor rendimiento que el método de arrastre con vapor. Además, se determinó que en caso de utilizar vapor, en el equipo prototipo se requiere el mismo flujo que en el equipo de 0.4 m³, favoreciendo así los costos de extracción a escala piloto.

5. RECOMENDACIONES

Corregir las fallas descritas en el **literal 3.2** para evitar que el material vegetal que está siendo extraído se carbonice y contamine el aceite esencial, en especial el sistema de intercambio del alambique, en el que se puede reemplazar el sistema de *baffles* verticales por uno en modo de serpentín que rodee todo el alambique y garantice el contacto de los gases de combustión alrededor del alambique desde la salida del horno hasta que desemboca en la chimenea.

Se recomienda no realizar extracciones por el método de hidrodestilación y agua-vapor, si no se garantiza una distribución uniforme del calor dado que el material vegetal se carboniza por las fallas encontradas.

Luego de hechas las correcciones sugeridas o re-diseño del equipo, se recomienda reevaluar el desempeño del mismo y el rendimiento de extracción, puesto que se espera que éstas mejoren.

Con el propósito de reducir el tiempo de carga y descarga del equipo (tiempo muerto), se recomienda la elaboración de otro cartucho y que éste sea de cuerpo sólido.

Para reducir el espacio y el tiempo que se necesita en el secado al sol del MV residual, se recomienda implementar un sistema de secado que utilice los gases de combustión, como el diseñado por Jaime Dangond y Armando Baute [30].

Se recomienda la instalación de un medidor de nivel de agua en el equipo para controlar la cantidad de agua dentro del alambique y evitar que se carbonice el material vegetal.

BIBLIOGRAFÍA

ARMIJO, J., VICUÑA, E., ROMERO, P., CONDORHUAMÁN, C. y HILARIO, B. Modelamiento y simulación del proceso de extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre con vapor. En.: Revista Peruana de Química e Ingeniería Química. 2012. vol. 15, no. 2, p. 19-27.

BANDONI, A. Generalidades sobre los procesos extractivos utilizados en la obtención de aceites esenciales. En: Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica, su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. Buenos Aires.: Red de Editoriales Universitarias, 2002. p. 136-158.

BANDONI, A. Los aceites esenciales. En: Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica, su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. Buenos Aires.: Red de Editoriales Universitarias, 2002. p. 27-38.

BASF The Chemical Company. Hoja de Seguridad acetato de geranilo, Alemania, 2014. P. 5.

BIRD, R., STEWART, W., y LIGHTFOOT, E. Fenómenos de transporte. 2 ed. Mexico D.F.: *Limusa Wiley*, 2006.

CADBY, P., TROY, W., MIDDLETON, J., y VEY, M. Fragrances: are they safe? En: *Flavour and fragrance journal*. Diciembre, 2002. vol. 17, p. 472-477.

CELIS, C., RIVERO, P., ISAZA, J., STASHENKO, E., y MARTÍNEZ, J. Estudio comparativo de la composición y actividad biológica de los aceites esenciales extraídos de *Lippia alba*, *Lippia origanoides* y *Phyla dulcis*, especies de la familia Verbenaceae. En: *Scientia et Technica*. Mayo, 2007. vol. 1, no. 33, p. 103-105. ISSN 0122-1701.

CERPA, M. Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización. Tesis Doctoral. Valladolid: Universidad Valladolid. Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. 2007, 304 p.

CHEN, W., y VILJOEN, A. Geraniol—A review of a commercially important fragrance material. En: *South African Journal of Botany*. Mayo, 2010. vol. 76, no. 4, p. 643-651.

CIFUENTES, R. y CANO, T. Evaluación del rendimiento de extracción de las fracciones volátiles del tomillo (*thymus vulgaris* L.), obtenidas en una planta piloto de extracción de aceites esenciales. Trabajo de grado Ingeniería Química. Guatemala: Universidad San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. 2005, 125 p

CUESTA, J., PEDROZA, D., y GELVES, O. Diseño de un equipo de destilación para la extracción de aceites esenciales mediante el método de hidrodestilación y destilación agua-vapor, usando biomasa como fuente de energía. Trabajo de grado Ingeniería Mecánica. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías físico-mecánica. 2013, 284 p.

DANGOND, J., BAUTE, A., RAMIREZ, A. Diseño básico de un sistema secador de carbón utilizando gases de combustión. Trabajo de grado Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías físico-químicas. 2007, 48 p.

DENNI, T., The superficial oils (From slightly absorptive herb). En: *Field Distillation For Herbaceous Oils*. 3 ed. Australia.: *Denny, Mckenzie Associates*, 2001. p. 59-72.

EDEN BOTANICALS, 2014 Essential oil catalog. 2014, Recuperado el 9 julio de 2014, de <http://www.edenbotanicals.com/media/essential-oil-catalog.pdf>.

FERNÁNDEZ, K., PATIÑO, A., MURILLO, E., y MÉNDEZ, J. Actividad antioxidante y antimicrobial de los volátiles de cuatro variedades de albahacas cultivadas en el departamento del Tolima. En: *Scientia et Technica*. Mayo, 2007. vol. 1, no. 33, p. 401-403. ISSN 0122-1701

FUNDACIÓN EXPORTAR ARGENTINA. Informe mensual del análisis de la tendencia mundial del mercado de los aceites esenciales. Buenos Aires. 2004. P.3.

GÜNTHER, E. *The Essential Oils*. En: History and origin in Plants Production Analysis. New York.: *Krieger Publishing*, 1948.

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN DE RECURSOS BIOLÓGICOS ALEXANDER VON HUMBOLDT. Informe sobre el estado de los recursos naturales renovables y del ambiente, componente de biodiversidad 2010-2011. Bogota D.C. 2012. P. 6.

KHANUJA, S., SHASANY, A., PAWAR, A., LAL, R., DAROKAR, M., NAQVI, A. y KUMAR, S. Essential oil constituents and RAPD markers to establish species relationship in *Cymbopogon Spreng.* (Poaceae). En: *Biochemical Systematics and Ecology*. Febrero, 2005. vol. 33, no. 2, p. 171-186.

KOPPEJAN, J., y VAN LOO, S., Biomass fuel properties and basic principles of biomass combustión. En: The handbook of biomass combustion and co-firing, Londres: Routledge, 2012. p. 7-49.

OLIVERO, J., CABALLERO, K., JARAMILLO, B., y STASHENKO, E. Actividad repelente de los aceites esenciales de *Lippia organoides*, *Citrus sinensis* y *Cymbopogon nardus* cultivadas en Colombia frente a *Tribolium castaneum*, Herbst. Revista Salud UIS. Diciembre, 2009. vol.41, no. 33, p. 244-250.

ORTUÑO, S. Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes.: Ediciones Aiyana, 2006. p. 7-45. ISBN-13: 978-84-934522-1-6.

RAJESWARA, B., KAUL, P., SYAMASUNDAR, P. y RAMESH, S. Chemical profiles of primary and secondary essential oils of palmarosa (*Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats var. *motia* Burk). En: *Industrial Crops and Products*. Enero, 2005. vol. 21, no. 1, p. 121-127.

RANDRIANALIJAONA, J., RAMANOELINA, P., RAMANOELINA, J., y RAMANOELINA, E. Seasonal and chemotype influences on the chemical composition of *Lantana camara* L.: Essential oils from Madagascar. En: *Analytica Chimica Acta*. Abril, 2005. vol. 545, p. 46-52.

RAO, B.R. Biomass and essential oil yields of rainfed palmarosa (*Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats. var. *motia* Burk.) supplied with different levels of organic manure and fertilizer nitrogen in semi-arid tropical climate. En: *Industrial Crops and Products*. Noviembre, 2001. vol. 14, p. 171-178.

RAO, E., SINGH, M., y RAO, R. Effect of plant spacing and application of nitrogen fertilizer on herb and essential oil yields of palmarosa (*Cymbopogon martinii* Stapf. var. *motia*). En: *The Journal of Agricultural Science*. Febrero, 1985. vol. 104, no. 1, p. 67-70.

SALAZAR, I Y ALZATE, C. Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de cáscara de naranja. En: *Ingeniería y ciencia*. Junio, 2011. vol. 7, no. 13, p. 65-86. ISSN 1794-9165.

SÁNCHEZ, Y., ORIELA, P., JORGE, F., ABREU, Y., NARANJO, E., & IGLESIA, A. Actividad promisorio de aceites esenciales especies pertenecientes a la tribu *pipereae* frente a *artemia salina* y *xanthomonas albilineans*. *Revista de Protección Vegetal*. Enero-abril, 2011. vol. 26, no. 1, p. 45-51. ISSN 2224-4697.

SINGH, S., RAM, M., RAM, D., SHARMA, S. y SINGH D. Water requirement and productivity of palmarosa on sandy loam soil under a sub-tropical climate. En: *Agricultural Water Management*. Diciembre, 1997. vol. 14, no.2, p. 1-10.

STASHENKO, E., RODRÍGUEZ, R., RUIZ, C., ARIAS, G., CASTRO, H., y MARTÍNEZ, J. Estudio comparativo de la composición de los aceites esenciales de cuatro especies del género *Cymbopogon* (Poaceae) cultivadas en Colombia. Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas. Enero, 2012. vol. 11, no. 1, p. 77-85. ISSN 0717 7917.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN DE RECURSOS BIOLÓGICOS ALEXANDER VON HUMBOLDT. Informe sobre el estado de los recursos naturales renovables y del ambiente, componente de biodiversidad 2010-2011. Bogota D.C. 2012. P. 6.
- [2] FUNDACIÓN EXPORTAR ARGENTINA. Informe mensual del análisis de la tendencia mundial del mercado de los aceites esenciales. Buenos Aires. 2004. P.3.
- [3] RAO, B.R. Biomass and essential oil yields of rainfed palmarosa (*Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats. var. *motia* Burk.) supplied with different levels of organic manure and fertilizer nitrogen in semi-arid tropical climate. En: *Industrial Crops and Products*. Noviembre, 2001. vol. 14, p. 171-178.
- [4] BANDONI, A. Los aceites esenciales. En: Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica, su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. Buenos Aires.: Red de Editoriales Universitarias, 2002. p. 27-38.
- [5] ORTUÑO, S. Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes.: Ediciones Aiyana, 2006. p. 7-45. ISBN-13: 978-84-934522-1-6.
- [6] CADBY, P., TROY, W., MIDDLETON, J., y VEY, M. Fragrances: are they safe? En: *Flavour and fragrance journal*. Diciembre, 2002. vol. 17, p. 472-477.
- [7] RANDRIANALIJAONA, J., RAMANOELINA, P., RAMANOELINA, J., y RAMANOELINA, E. Seasonal and chemotype influences on the chemical composition of *Lantana camara* L.: Essential oils from Madagascar. En: *Analytica Chimica Acta*. Abril, 2005. vol. 545, p. 46-52.
- [8] FERNÁNDEZ, K., PATIÑO, A., MURILLO, E., y MÉNDEZ, J. Actividad antioxidante y antimicrobial de los volátiles de cuatro variedades de albahacas

cultivadas en el departamento del Tolima. En: *Scientia et Technica*. Mayo, 2007. vol. 1, no. 33, p. 401-403. ISSN 0122-1701

[9] CELIS, C., RIVERO, P., ISAZA, J., STASHENKO, E., y MARTÍNEZ, J. Estudio comparativo de la composición y actividad biológica de los aceites esenciales extraídos de *Lippia alba*, *Lippia organoides* y *Phyla dulcis*, especies de la familia Verbenaceae. En: *Scientia et Technica*. Mayo, 2007. vol. 1, no. 33, p. 103-105. ISSN 0122-1701.

[10] OLIVERO, J., CABALLERO, K., JARAMILLO, B., y STASHENKO, E. Actividad repelente de los aceites esenciales de *Lippia organoides*, *Citrus sinensis* y *Cymbopogon nardus* cultivadas en Colombia frente a *Tribolium castaneum*, Herbst. Revista Salud UIS. Diciembre, 2009. vol.41, no. 33, p. 244-250.

[11] SÁNCHEZ, Y., ORIELA, P., JORGE, F., ABREU, Y., NARANJO, E., & IGLESIA, A. Actividad promisorio de aceites esenciales especies pertenecientes a la tribu *pipereae* frente a *artemia salina* y *xanthomonas albilineans*. Revista de Protección Vegetal. Enero-abril, 2011. vol. 26, no. 1, p. 45-51. ISSN 2224-4697.

[12] SINGH, S., RAM, M., RAM, D., SHARMA, S. y SINGH D. Water requirement and productivity of palmarosa on sandy loam soil under a sub-tropical climate. En: *Agricultural Water Management*. Diciembre, 1997. vol. 14, no.2, p. 1-10.

[13] RAO, E., SINGH, M., y RAO, R. Effect of plant spacing and application of nitrogen fertilizer on herb and essential oil yields of palmarosa (*Cymbopogon martinii* Stapf. var. *motia*). En: *The Journal of Agricultural Science*. Febrero, 1985. vol. 104, no. 1, p. 67-70.

[14] KHANUJA, S., SHASANY, A., PAWAR, A., LAL, R., DAROKAR, M., NAQVI, A. y KUMAR, S. Essential oil constituents and RAPD markers to establish species relationship in *Cymbopogon* Spreng. (Poaceae). En: *Biochemical Systematics and Ecology*. Febrero, 2005. vol. 33, no. 2, p. 171-186.

- [15] CHEN, W., y VILJOEN, A. Geraniol—A review of a commercially important fragrance material. En: *South African Journal of Botany*. Mayo, 2010. vol. 76, no. 4, p. 643-651.
- [16] BANDONI, A. Generalidades sobre los procesos extractivos utilizados en la obtención de aceites esenciales. En: *Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica, su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores*. Buenos Aires.: Red de Editoriales Universitarias, 2002. p. 136-158.
- [17] CERPA, M. Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización. Tesis Doctoral. Valladolid: Universidad Valladolid. Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. 2007, 304 p.
- [18] SALAZAR, I Y ALZATE, C. Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de cáscara de naranja. En: *Ingeniería y ciencia*. Junio, 2011. vol. 7, no. 13, p. 65-86. ISSN 1794-9165.
- [19] GÜNTHER, E. *The Essential Oils*. En: *History and origin in Plants Production Analysis*. New York.: *Krieger Publishing*, 1948.
- [20] CIFUENTES, R. y CANO, T. Evaluación del rendimiento de extracción de las fracciones volátiles del tomillo (*thymus vulgaris* L.), obtenidas en una planta piloto de extracción de aceites esenciales. Trabajo de grado Ingeniería Química. Guatemala: Universidad San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. 2005, 125 p
- [21] BIRD, R., STEWART, W., y LIGHTFOOT, E. Fenómenos de transporte. 2 ed. Mexico D.F.: *Limusa Wiley*, 2006.
- [22] CUESTA, J., PEDROZA, D., y GELVES, O. Diseño de un equipo de destilación para la extracción de aceites esenciales mediante el método de hidrodestilación y destilación agua-vapor, usando biomasa como fuente de

energía. Trabajo de grado Ingeniería Mecánica. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías físico-mecánica. 2013, 284 p.

[23] DENNI, T., The superficial oils (From slightly absorptive herb). En: Field Distillation For Herbaceous Oils. 3 ed. Australia.: *Denny, Mckenzie Associates*, 2001. p. 59-72.

[24] ARMIJO, J., VICUÑA, E., ROMERO, P., CONDORHUAMÁN, C. y HILARIO, B. Modelamiento y simulación del proceso de extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre con vapor. En.: Revista Peruana de Química e Ingeniería Química. 2012. vol. 15, no. 2, p. 19-27.

[25] RAJESWARA, B., KAUL, P., SYAMASUNDAR, P. y RAMESH, S. Chemical profiles of primary and secondary essential oils of palmarosa (*Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats var. *motia* Burk). En: *Industrial Crops and Products*. Enero, 2005. vol. 21, no. 1, p. 121-127.

[26] STASHENKO, E., RODRÍGUEZ, R., RUIZ, C., ARIAS, G., CASTRO, H., y MARTÍNEZ, J. Estudio comparativo de la composición de los aceites esenciales de cuatro especies del género *Cymbopogon* (Poaceae) cultivadas en Colombia. Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas. Enero, 2012. vol. 11, no. 1, p. 77-85. ISSN 0717 7917.

[27] Eden Botanicals, 2014 Essential oil catalog. 2014, Recuperado el 9 julio de 2014, de <http://www.edenbotanicals.com/media/essential-oil-catalog.pdf>.

[28] *BASF The Chemical Company. Hoja de Seguridad acetato de geranilo*, Alemania, 2014. P. 5.

[29] KOPPEJAN, J., y VAN LOO, S., Biomass fuel properties and basic principles of biomass combustión. En: *The handbook of biomass combustion and co-firing*, Londres: Routledge, 2012. p. 7-49.

[30] DANGOND, J., BAUTE, A., RAMIREZ, A. Diseño básico de un sistema secador de carbón utilizando gases de combustión. Trabajo de grado Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías físico-químicas. 2007, 48 p.

ANEXOS

ANEXO A

FUNDAMENTOS TEÓRICOS DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN

A.1 Transferencia de masa en el proceso de destilación

Ley de *Fick*: cuando en un sistema termodinámico multicomponente hay un gradiente de concentraciones, se origina un flujo irreversible de materia, desde las altas concentraciones a las bajas. A este flujo se le llama difusión. La difusión tiende a devolver al sistema a su estado de equilibrio, de concentración constante. La ley de *Fick* expresa que el flujo difusivo que atraviesa una superficie (J en mol cm^2s^{-1}) es directamente proporcional al gradiente de concentración. El coeficiente de proporcionalidad se llama coeficiente de difusión (D , en cm^2s^{-1}). Para un sistema discontinuo (membrana que separa dos cámaras) esta ley se escribe:

$$J = D * \frac{\Delta c}{\delta}$$

Ecuación 6.

Donde Δc es la diferencia de concentraciones molares y δ el espesor de la membrana.

Cuando se asume que la extracción es una operación en equilibrio, sin que haya acumulación de aceite en el vapor, el término de generación es:

$$-\left(\frac{dM^{AE}}{dt}\right) = F * C$$

Ecuación 7

Dónde: C es la concentración de aceite en el vapor junto a la interfase aceite vapor y es obtenida desde las Leyes de Dalton, de Raoult y de los Gases Ideales. Simultáneamente, la relación aceite/agua es calculada también a partir de estas Leyes:

$$\frac{M^{AE}}{M^{vapor}} = \left(\frac{M * W_{AE}}{M * W_{vapor}}\right) * \left(\frac{P_{AE}}{P_{agua}^0}\right)$$

Ecuación 8

A.2 Balance energético en el proceso de extracción

La **figura 7** bosqueja el consumo de energía en el proceso de extracción de AE.

Figura 7. Consumo de energía en el proceso de extracción de AE.

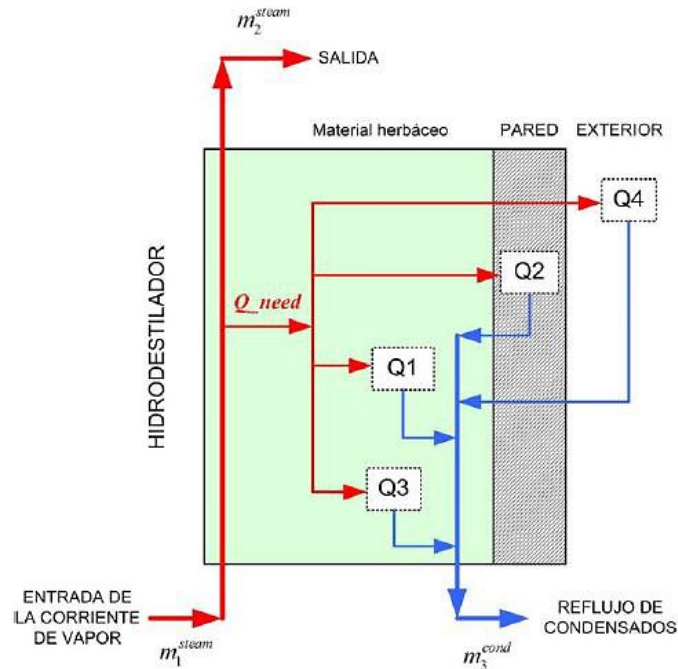


Imagen tomada de: CERPA CHAVEZ, Manuel Guillermo. Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización. Tesis doctoral. Valladolid: Universidad de Valladolid. Departamento de ingeniería química y Tecnología del medio ambiente, 2007.

El flujo de energía necesario (Q_{need}) para realizar la operación de extracción del AE está compuesto por 4 términos:

Q_1 = Energía necesaria para el calentamiento del material vegetal.

$$Q_1 = M^{MV} C_p^{MV} (T_b - T_\infty)$$

Ecuación 9.

Q_2 = Energía necesaria para el calentamiento del hidroddestilador.

$$Q_2 = M^{hd} C_p^{hd} (T_b - T_\infty)$$

Ecuación 10

Q_3 = Energía necesaria para vaporizar el AE.

$$Q_3(T) = M^{AE} \Delta H_{vapor}^{AE}(T)$$

Ecuación 11

Q4= Flujo de calor perdido al exterior debido a la convección natural.

$$Q_4(T) = hA_{hd}(T - T_{\infty})$$

Ecuación 12

La mayor energía requerida es para calentar el material vegetal y el destilador. Las pérdidas de calor al exterior son bajas, comparadas con la energía total necesaria, y explica la ausencia de aislamiento en los destiladores industriales. La energía (Q3) es la menor de todas y es la encargada de producir la extracción del AE, es por esto que el proceso de destilación por lotes es de baja eficiencia térmica.

El flujo de energía necesario es calculado como una suma de las energías anteriores, con respecto a un periodo de tiempo, y el flujo de calor perdido:

$$Q_{need} = \left(\frac{Q_1 + Q_2 + Q_3(T)}{\Delta t} \right) + Q_4(T)$$

Ecuación 13

A.3 Lechos empacados

En la **figura 8** se representa una columna de lecho empacado y en la **figura 9**, algunos de los empaques que existen.

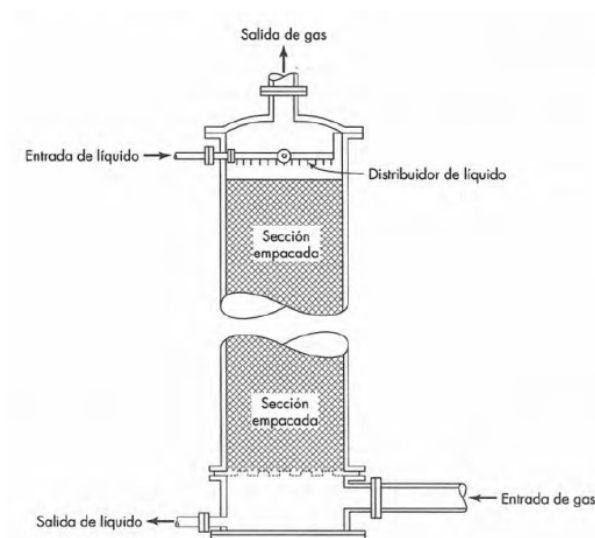
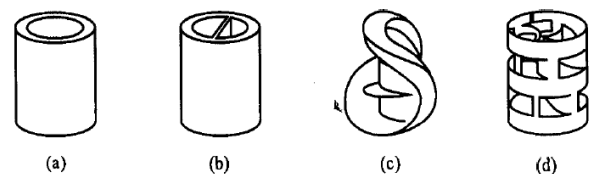


Figura 8 Torre empacada



(a). Anillo Rasching; (b). Anillo de Lessing; (c). Silla de Berl; (d). Anillo Pall.

Figura 9. Tipos de empaques

ANEXO B.
EQUIPOS USADOS EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES.

Figura 10. Equipo Tradicional de Hidrodestilación.



Partes del equipo: 1. Alambique de hidrodestilador (en esta parte del equipo el material vegetal entra en contacto directo con el agua); 2. Cuello de cisne; 3. Condensador; 4. Vaso florentino.

El equipo tradicional de destilación Agua-Vapor: es semejante a al equipo anterior con la única diferencia que el agua no entra en contacto directo con el material vegetal; este se encuentra separado por un falso fondo perforado.

Figura 11 Equipo Tradicional de Destilación por Arrastre con Vapor.



Partes del equipo: 1. Alambique de destilar agua-vapor (tamaño de 0.4 m³ cúbicos); 2. Cuello de cisne; 3. Condensador; 4. Vaso florentino; 5. Tubería de entrada de flujo de vapor. Este equipo utiliza un cilindro sólido para facilitar el cargue del material vegetal, también se utiliza una entrada de vapor proveniente de una caldera marca *Tecnik* con capacidad de 6 caballos de caldera, presión de diseño de 150 y presión máxima de trabajo de 125 psi .

ANEXO C.
**DESCRIPCIÓN EQUIPO DE DESTILACIÓN PROTOTIPO DE 1 M³ DE
CAPACIDAD CON QUEMADOR DE BIOMASA RESIDUAL.**

C.1 Alambique:

El alambique, destilador o extractor (Figura 12), es donde se deposita el material a destilar. Es un tanque cilíndrico con capacidad de 1 m³ de capacidad, que tiene en su base un serpentín por donde se puede suministrar vapor.

Figura 12. Alambique equipo prototipo.



C.2 Tapa y cuello de cisne.

En este dispositivo la tapa del alambique tiene incorporado el cuello de cisne (figura 13), dentro del cual circula la mezcla de vapor de agua y AE; el diseño de estas dos partes minimiza la condensación de la mezcla de vapores dentro del alambique.

Figura 13. Tapa y cuello de cisne.



C.3 Condensador.

En la figura 14 se muestra el condensador de tubos y carcasa empleado para la condensación de los vapores provenientes del cuello de cisne.

Figura 14. Condensador de tubos y carcasa.



C.4 Vaso florentino.

Es el recipiente en el que se separa la mezcla de agua y aceite esencial condensados por diferencia de densidades, el que se muestra en figura 15, fue diseñado para flujos de 1300 ml/min de condensados.

Figura 15. Vaso Florentino.



C.5 Sistema de cohobación.

Es el sistema que permite el retorno del agua condensada al alambique para mantener el nivel de agua cuando se lleva a cabo hidrodestilación y destilación agua-vapor, consta de un tanque y una bomba mostrados en la figura 16.

Figura 16. Sistema de Cohobación.

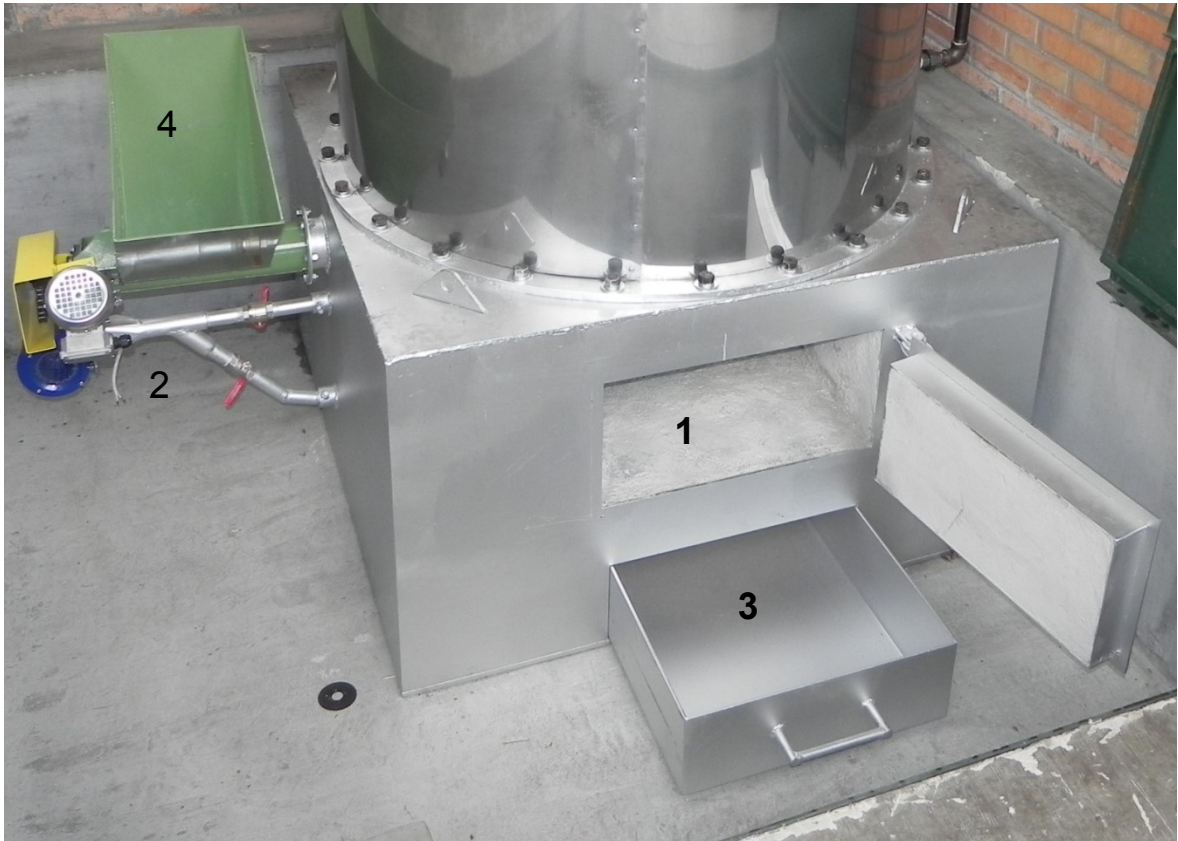


C.6 Horno de combustión de biomasa

En la **figura 17** se muestra el aditamento que hace característico este equipo. Es un horno quemador de biomasa, fabricado en material refractario para poder ser

operado a altas temperaturas y una parrilla metálica en la base. Consta de: (1) una base de parrillas, (2) dos entradas de aire (primaria y secundaria) impulsado por un ventilador, (3) un colector de cenizas y (4) un sistema dosificador de biomasa conformado por un motor acoplado a un tornillo sinfín y una tolva.

Figura 17. Horno de Combustión y sistema de dosificación.



C.7 Camisas de gases

El equipo posee además un sistema de camisa de gases con canales o *baffles* verticales alrededor del alambique comunicado, que hace que los gases de combustión suban por toda la pared del mismo, aprovechando al máximo la energía de dichos gases de combustión así como lo muestra la **figura 18**.

Figura 18. Camisa de gases del alambique.



ANEXO D.

DISEÑO EXPERIMENTAL EMPLEADO PARA EVALUAR EL EFECTO DE LAS VARIABLES DE ESTUDIO, SOBRE EL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN, LA COMPOSICIÓN DEL AE Y EL COSTO DE EXTRACCIÓN.

D.1 Diseño experimental lote 1.

Tabla 11. Combinaciones del diseño experimental lote 1.

Experimento	Niveles de las variables		
	Flujo de vapor (mL)	Arreglo del material	Densidad (kg/m ³)
1	1100	sin arreglo	300
2	800	sin arreglo	300
3	500	sin arreglo	300
4	1100	sin arreglo	300
5	800	sin arreglo	300
6	500	sin arreglo	300
7	1100	peq arriba	300
8	800	peq arriba	300
9	500	peq arriba	300
10	1100	peq abajo	300
11	500	peq abajo	300
12	800	sin arreglo	220
13	1100	peq arriba	220
14	1100	peq abajo	220
15	500	peq abajo	220
16	500	peq arriba	220
17	800	sin arreglo	220

D.2 Diseño experimental lote 2.

Tabla 12. Combinaciones del diseño experimental lote 2.

Experimento	Niveles de las variables	
	Arreglo del material	Densidad (kg/m ³)
1	sin arreglo	260
2	sin arreglo	260
3	sin arreglo	260
4	peq abajo	220
5	peq abajo	300
6	peq arriba	300
7	peq arriba	220

ANEXO E.
IMÁGENES DEL PROCESO

E.1 Imágenes del proceso de recolección del material, picado y tamizado del material vegetal.

Figura 19. Corte y recolección del material.



Figura 20. Picado del material.



Figura 21. Tamizado del material picado.



E.2. Imágenes del proceso de destilación por arrastre con vapor lote1.

Figura 22. Montaje del equipo utilizado para destilar por arrastre con vapor.



Figura 23. Medición de flujo y de la cantidad de aceite obtenido por minuto.



Figura 24. Embotellado de aceite.



Figura 25. Filtración del aceite con sulfato de sodio anhidro y preparación de muestras para análisis cromatográfico.



Figura 26. Caldera que proporciona el vapor para la destilación, instalada en el CENIVAM-UIS.



E.3 Imágenes del proceso de hidrodestilación con el destilador prototipo. El proceso de recolección picado y tamizado fue similar al descrito en el Anexo E1.

Figura 27. Montaje del equipo para destilar por hidrodestilación, y su sistema de control.



El material vegetal utilizado como biomasa es el que sale después de las destilaciones y se seca al ambiente como se muestra en la **figura 28**. Para alimentar el horno como combustible.

Figura 28. Material vegetal residual en el proceso de secado.



Figura 29. Material vegetal residual utilizado como combustible.



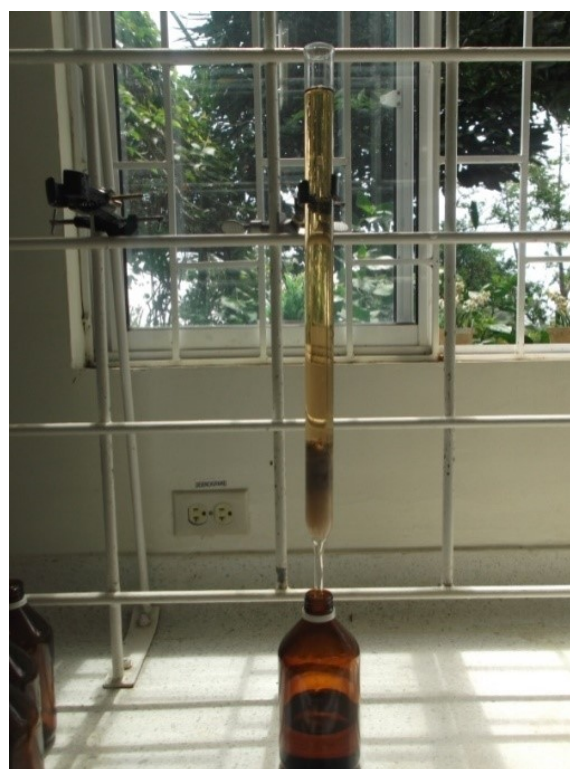
Figura 30. Ingreso del Material Vegetal residual al sinfín.



Figura 31. Obtención del aceite y volátiles no condensables.



Figura 32. Limpieza y filtrado del aceite con carbón activado y sulfato de sodio anhidro.



ANEXO F
CROMATÓGRAFOS USADOS.

Para la caracterización y cuantificación se utilizaron cromatografos con las siguientes condiciones:

Tabla 13. Condiciones de cromatografos.

	Caracterización	Cuantificación
Equipo	Cromatógrafo de gases <i>Agilent Technologies</i> 6890 <i>Plus</i> (Palo Alto, California, EE.UU.), acoplado a detector selectivo de masas <i>AT MSD</i> 5973 <i>Network</i> . Figura 33.	Cromatógrafo de gases <i>Agilent Technologies</i> 6890N (Palo Alto, California, EE.UU.), acoplado a un detector de ionización en llama (FID). Figura 34.
Columna	Apolar DB-5MS (<i>J & W Scientific</i> , Folsom, CA, EE.UU.), de 60 m, L × 0,25 mm, D.I. × 0,25 μm, d _f , fase estacionaria (f.e) apolar de 5%-fenil-poli(metilsiloxano). Polar DB-WAX (<i>J & W Scientific</i> , Folsom, CA, EE.UU.), de 60 m, L × 0,25 mm, D.I. × 0,25 μm, d _f , f.e poli(etilenglicol).	Apolar DB-5MS (<i>J & W Scientific</i> , Folsom, CA, EE.UU.), de 60 m, L × 0,25 mm, D.I. × 0,25 μm, d _f , f.e 5%-fenil-poli(metilsiloxano).
Gas arrastre	Helio (99.995%, gas AP, Linde, Bogota, Colombia), 26 cm/s (flujo constante).	Fase móvil: Helio (99.995%, Linde, Bogotá, Colombia), 26 cm/s Gas auxiliar: Nitrógeno (99.995%, AP, Linde, Bogotá, Colombia).
Inyección	Automática, <i>Split</i> (30:1), 2 μL.	Automática, <i>Split</i> (50:1), 1 μL.
Temperatura inyector	250°C	270°C
Temperatura	280°C	280°C

detector		
Ionización	Impacto de electrones (70 eV).	-
Rango de masa	35 a 350 uma.	-
barrido de radiofrecuencia	3,58 scan/s.	-

Para la cuantificación de geraniol, se realizó por medio de curva de calibración con patrón certificado de geraniol (98%, Aldrich Chemical Company, Milwaukee, Wisconsin, EE.UU), y se utilizó estándar interno de *n*-tetradecano (*ISTD*, Sigma-Adrich, St. Louis, MO, EE.UU.)

Figura 33. Cromatógrafo de gases (GC-MS).

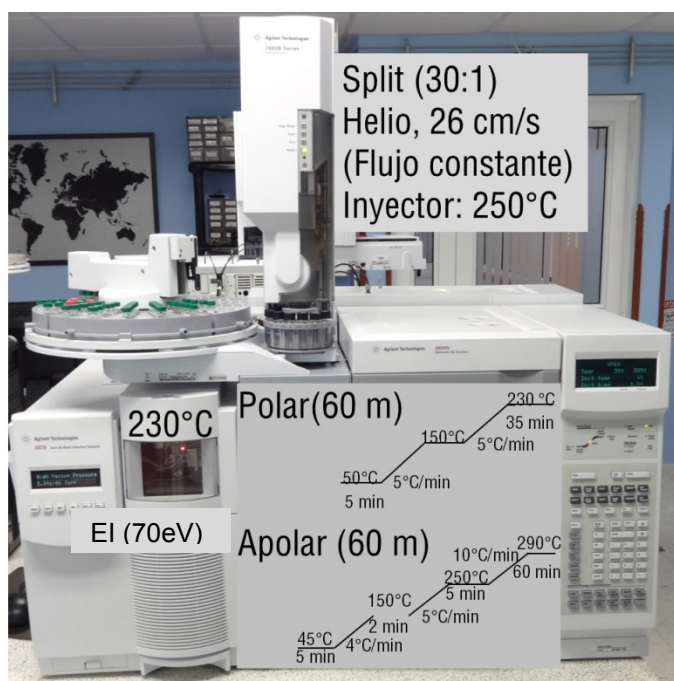
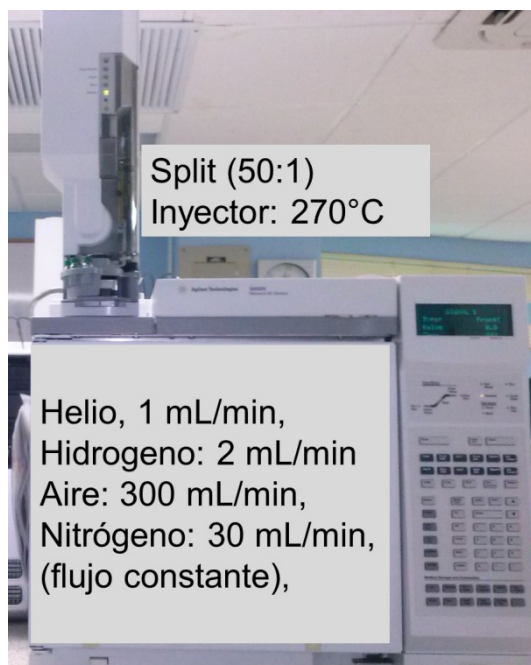


Figura 34. Cromatógrafo de gases (FID).



El análisis cromatográfico de los gases de combustión se realizó en un cromatógrafo de gases (GC) AT 6890A (*Agilent Technologies*, Palo Alto, California, EE.UU.), dotado con un detector de conductividad térmica (TCD) y detector de ionización en llama (FID). El análisis del gas se realizó en un equipo *headspace* estático HP 7694E (*Hewlett-Packard*, Palo Alto, California, EE.UU.). Las columnas empleadas en el análisis fueron: Gs-carbonplot (carbón monolítico, 30 m x 0.53 mm x 3 μ m) y HP-PLOT *Molesieve* [zeolita (tamiz molecular 5 Å), 30 m x 0.53 mm x 50 μ m]. La inyección se realizó en modo *splitless*. Con patrón de referencia de la mezcla de gases CC83392 de Linde, con un patrón de muestra de gases de 5000 ppm.

ANEXO G.
TOMA DE MUESTRAS GASES DE CHIMENEA.

F.1 Toma de muestras de los gases de combustión en el horno y la caldera, recolectadas y almacenadas en bolsas *Tesla*.

Figura 35. Bomba de succión utilizada en la toma de muestras de los gases de combustión.



Figura 36. Instalación para la toma de las muestras.



F.2 Cromatogramas de las muestras de gases de chimenea analizados

Figura 37. Cromatograma de muestras de gases horno de biomasa.

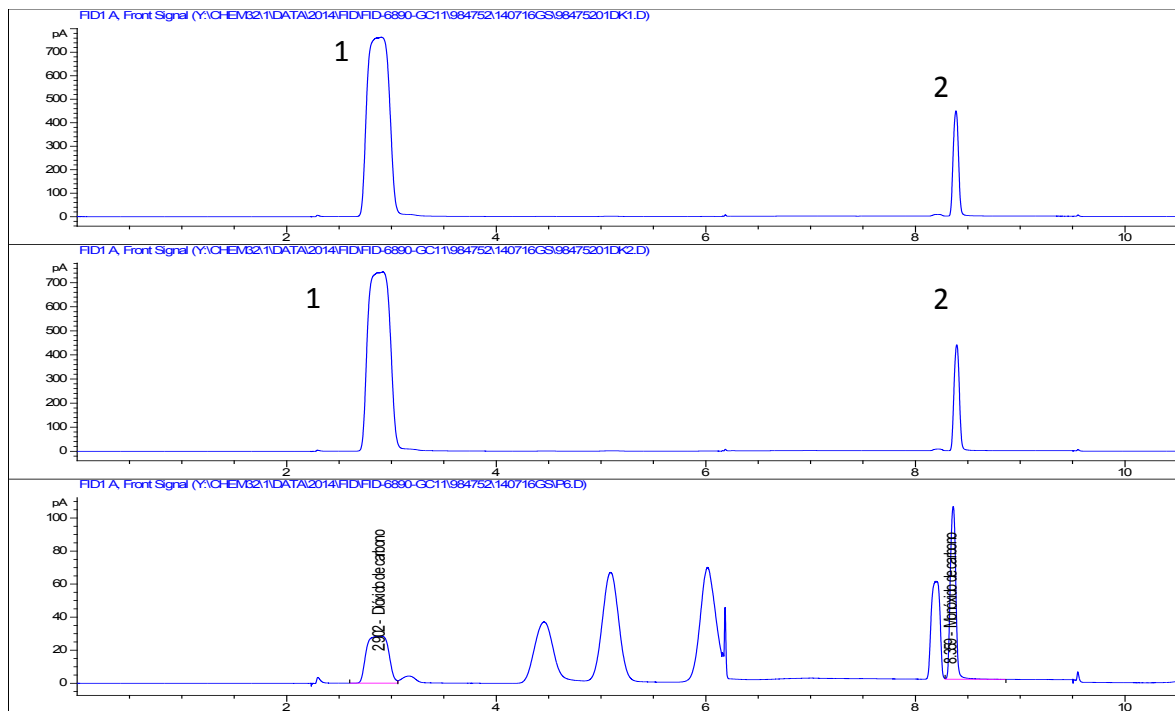
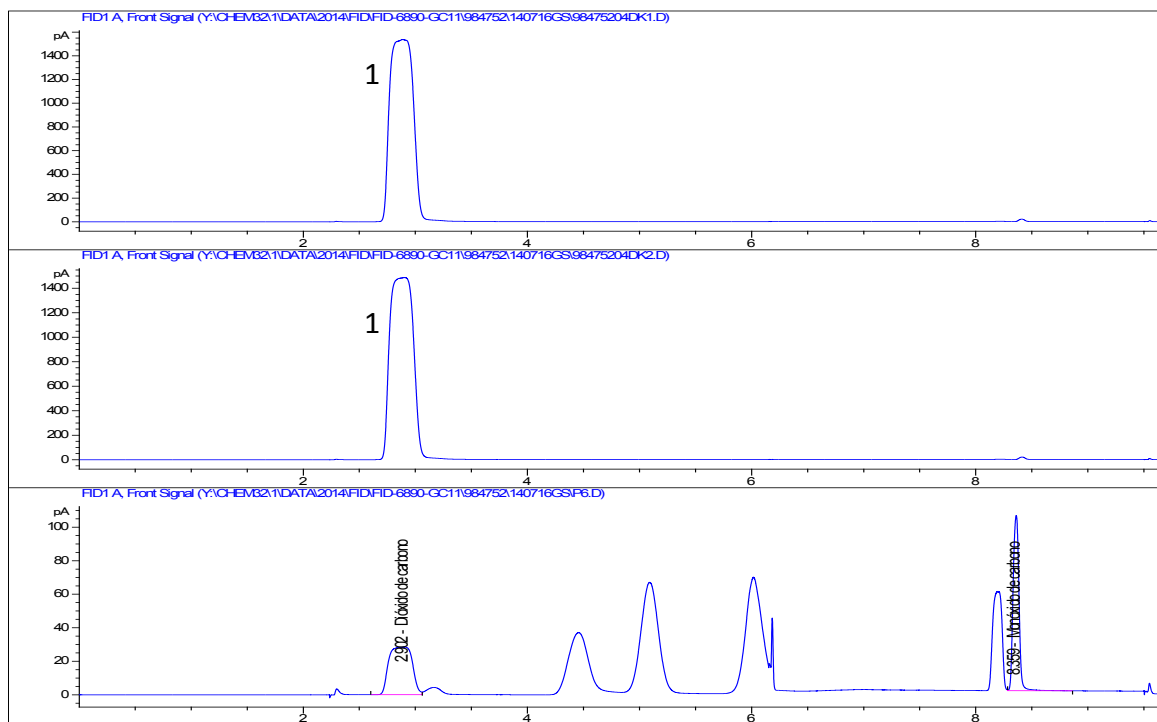


Figura 38. Cromatograma de muestras de gases caldera.



Dónde: 1 corresponde al dióxido de carbono, 2 corresponde al monóxido de carbono, los cromatogramas que contienen numeral, corresponden a las muestras, mientras que el que contiene la especificación de cada pico corresponde a la mezcla patrón.

ANEXO H. COMPUESTOS IDENTIFICADOS POR GC-SM Y GC-FID

Para la identificación de los compuestos, los datos fueron procesados con el sistema de datos *MSD ChemStation* E.02.02.1431, que incluye la base de datos *Wiley, NIST y Adams 2004*. Se usaron los espectros de masas e índices de retención lineales, los cuales se calcularon con base en la **ecuación 14** [29], y teniendo en cuenta los tiempos de retención de una serie homóloga de patrones de hidrocarburos desde C10 hasta C25, que se corrieron en el GC-MS bajo las mismas condiciones operacionales que los aceites esenciales que se muestran en la **tabla 12**.

Ecuación 14. Cálculo del índice de retención lineal.

$$I_R = 100n + 100 \left[\frac{t_{Rx} - t_{Rn}}{t_{RN} - t_{Rn}} \right] \quad \text{Ecuación 14.}$$

Donde $n < N$

n = Numero de átomos de carbono del hidrocarburo lineal, que eluye antes del compuesto de interés.

t_{Rx} = Tiempo de retención del compuesto de interés.

t_{Rn} = Tiempo de retención del hidrocarburo lineal, que eluye antes del compuesto de interés.

t_{RN} = Tiempo de retención del hidrocarburo lineal, que eluye después del compuesto de interés.

Figura 39. Cromatograma típico obtenido por GC-MS del AE de *Cymbopogon martinii*, obtenido por el método de arrastre con vapor. Columna DB-WAX (60 m). Split 1:30.

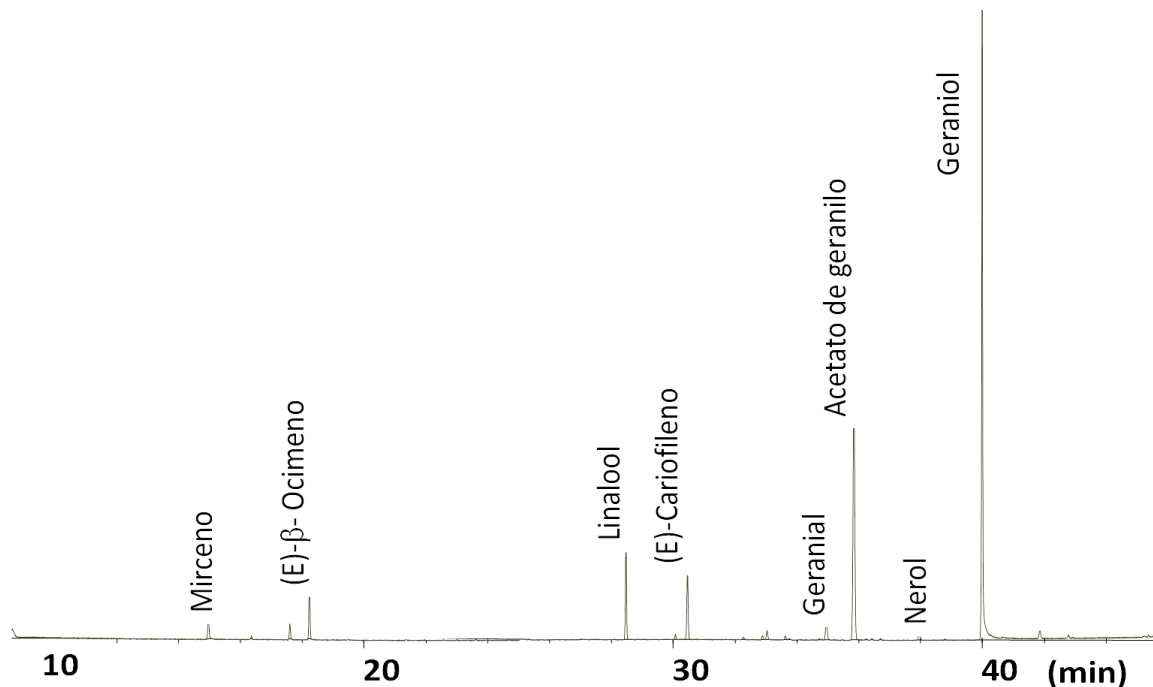


Tabla 14. Cantidad relativa (%) e identificación de los principales compuestos encontrados en el aceite esencial de *Cymbopogon martinii*.

Nombre	IR*		Concentración relativa %
	DB-WAX	DB-5	
Mirceno	1165	989	0.55
(E)-β- Ocimeno	1254	1048	1.01
Linalool	1550	1117	1.40
(E)-Cariofileno	1613	1435	1.25
Geranial	1737	1274	0.79
Acetato de geranilo	1758	1379	6.30
Nerol	1807	1229	0.23
Geraniol	1855	1261	76.20

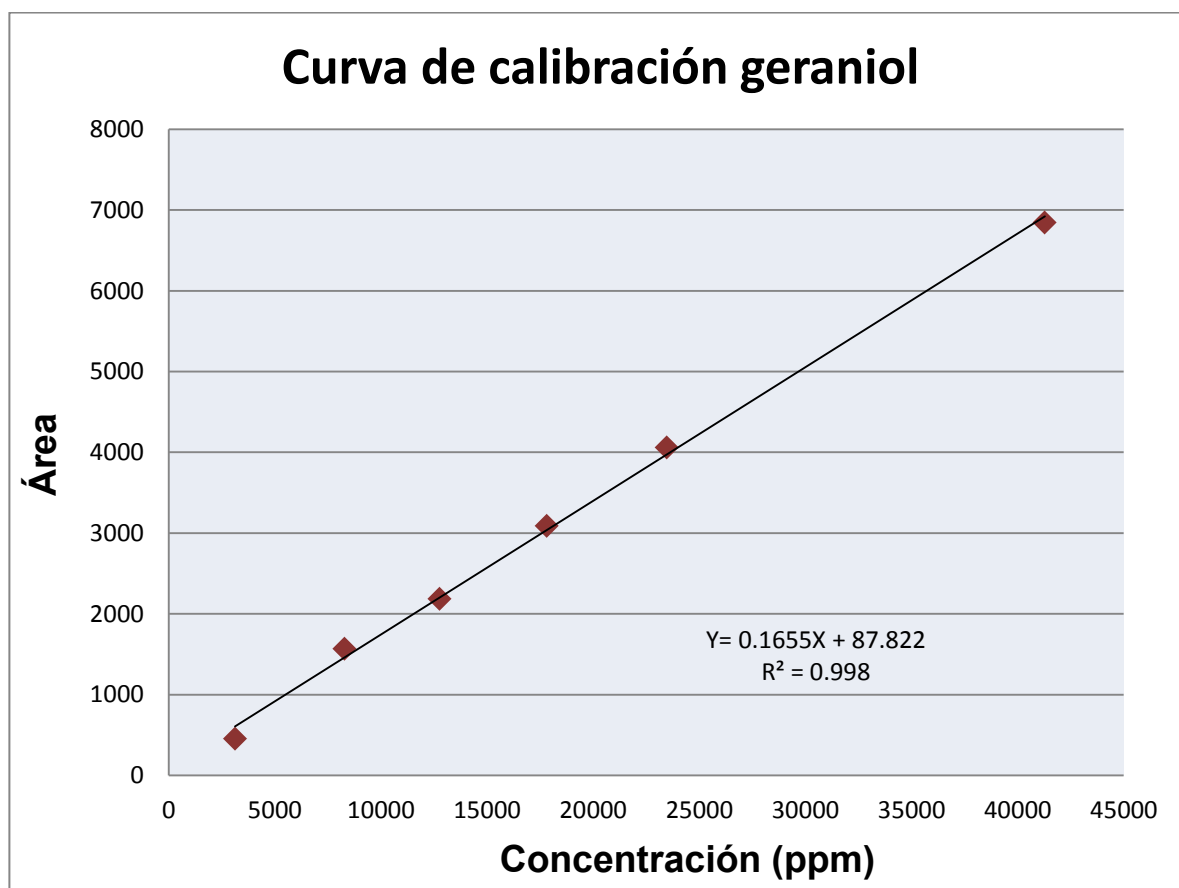
* Índices de retención determinados experimentalmente en las columnas DB-5 y DB-WAX.

ANEXO I.
CUANTIFICACIÓN DE GERANIOL EN AE DE CYMBOPOGON MARTINII.

La **figura 40** muestra la curva de calibración para la cuantificación de geraniol en el AE obtenido, y en la **tabla14** se consigna los valores obtenidos.

Figura 40. Curva de calibración interna para cuantificar el geraniol presente en el AE de palmarrosa.

Figura 2. Grafica curva de calibración geraniol



Y: área; X: Concentración en ppm.

Tabla 15. Datos de la cuantificación del geraniol presente en el AE de palmarrosa del lote 1 con la curva de calibración.

Muestra	Área	Concentración vial (ppm)	Concentración Aceite (mg/L)	Concentración Aceite (g/L)	Fracción p/p	% Geraniol en aceite
1	15780	21486.81	537606.95	537.61	0.67	67.20
2	13559	18797.99	529548.64	529.55	0.66	66.19
3	20235	26879.08	548821.73	548.82	0.69	68.60
4	28757	37193.05	549696.78	549.70	0.69	68.71
5	11211	15956.55	585366.03	585.37	0.73	73.17
6	13843	19142.10	536345.99	536.35	0.67	67.04
7	29796	38450.62	499193.44	499.19	0.62	62.40
9	17437	23492.50	497283.06	497.28	0.62	62.16
10	12414	17412.61	479307.19	479.31	0.60	59.91
11	19340	25795.57	556788.96	556.79	0.70	69.60
12	13401	18607.84	469411.57	469.41	0.59	58.68
13	20533	27239.41	474591.99	474.59	0.59	59.32
14	17448	23505.69	500813.01	500.81	0.63	62.60
15	18309	24547.93	554001.34	554.00	0.69	69.25
16	13604	18852.58	548657.00	548.66	0.69	68.58
17	12339	17321.35	573865.59	573.87	0.72	71.73

La **tabla 16** muestra los datos de cuantificación para el AE extraído en el lote 2.

Tabla 16. Datos de la cuantificación del geraniol presente en el AE de palmarrosa del lote 2 con la curva de calibración.

Muestra	Área	Concentración vial (ppm)	Concentración Aceite (mg/L)	Concentración Aceite (g/L)	concentración	% Geraniol en aceite
1	41614	51823.80	740340.02	740.34	0.62	62.14
2	21763	28270.05	471167.54	471.17	0.65	65.41
3	25487	32688.89	544814.90	544.81	0.64	63.86

4	33359	42029.66	700494.38	700.49	0.63	62.93
5	32849	41424.54	690408.95	690.41	0.63	62.55
6	38224	47802.09	682886.98	682.89	0.78	78.41
7	24911	32005.46	533424.30	533.42	0.79	79.08

La **tabla 17** muestra los datos de cuantificación para el AE extraído en las tres destilaciones de corroboración por arrastre con vapor.

Tabla 17. Datos de la curva de calibración de la cuantificación del geraniol presente en el AE de palmarrosa corroboración.

Muestra	Área	Concentra- ción vial (ppm)	Concentra- ción Aceite (mg/L)	Concentraci- ón Aceite (g/L)	Concentra- ción (g/kg)	% Geraniol en aceite
1	30186	38264.95	695726.37	695.73	0.82	81.99
2	31649	40000.00	727272.73	727.27	0.74	74.29
3	25445	32639.42	593443.93	593.44	0.80	80.27

ANEXO J.
VALORES OBTENIDOS PARA LOS OBSERVABLES EVALUADOS
(RENDIMIENTO, COSTO Y COMPOSICIÓN)

En la **tabla 18** se muestra los resultados de los observables estudiado en las destilaciones del lote 1.

Tabla 18. Resultados obtenidos al aplicar el diseño experimental al estudio de extracción de aceite esencial de *Cymbopogon martinii*. Datos de los observables independientes.

N° Exp.	Flujo de vapor (mL)	Arreglo del material	Densidad (kg/m ³)	Cantidad MV (kg)	Cantidad AE (kg)	Rendimiento de extracción % (p/p)	Composición geraniol	Costo total operación por hora	Tiempo operación ideal (min)
1	1100	sin arreglo	300	60	0.24	0.40	67.20	17993.90	30
2	800	sin arreglo	300	50	0.21	0.41	66.19	18279.90	30
3	500	sin arreglo	300	45	0.18	0.41	68.60	16373.24	30
4	1100	sin arreglo	300	50	0.23	0.45	68.71	16468.57	35
5	800	sin arreglo	300	50	0.20	0.39	69.17	16849.90	25
6	500	sin arreglo	300	50	0.22	0.45	67.04	17135.90	50
7	1100	peq arriba	300	50	0.17	0.34	62.40	21608.42	38
8	800	peq arriba	300	50	0.21	0.41	62.16	19511.09	25
9	500	peq arriba	300	50	0.21	0.42	59.91	17032.42	37
10	1100	peq abajo	300	50	0.20	0.41	69.60	21131.76	30
11	500	peq abajo	300	50	0.22	0.44	58.68	17604.42	35
12	800	sin arreglo	220	50	0.19	0.37	59.32	16373.24	33

13	1100	peq arriba	220	50	0.21	0.42	62.60	20178.42	30
14	1100	peq abajo	220	50	0.24	0.47	69.25	20178.42	30
15	500	peq abajo	220	50	0.23	0.47	68.58	17318.42	45
16	500	peq arriba	220	50	0.21	0.43	71.73	17318.42	35
17	800	sin arreglo	220	40	0.15	0.38	61.22	17326.57	25

En la **tabla 19** se muestra los datos obtenidos al normalizar los observables dándole un peso de 40% al costo y un 30% tanto al rendimiento como a la composición, basados en la importancia que cada observable le da a la operación total.

Tabla 19. Observable normalizado para las respuestas obtenidas en el lote 1.

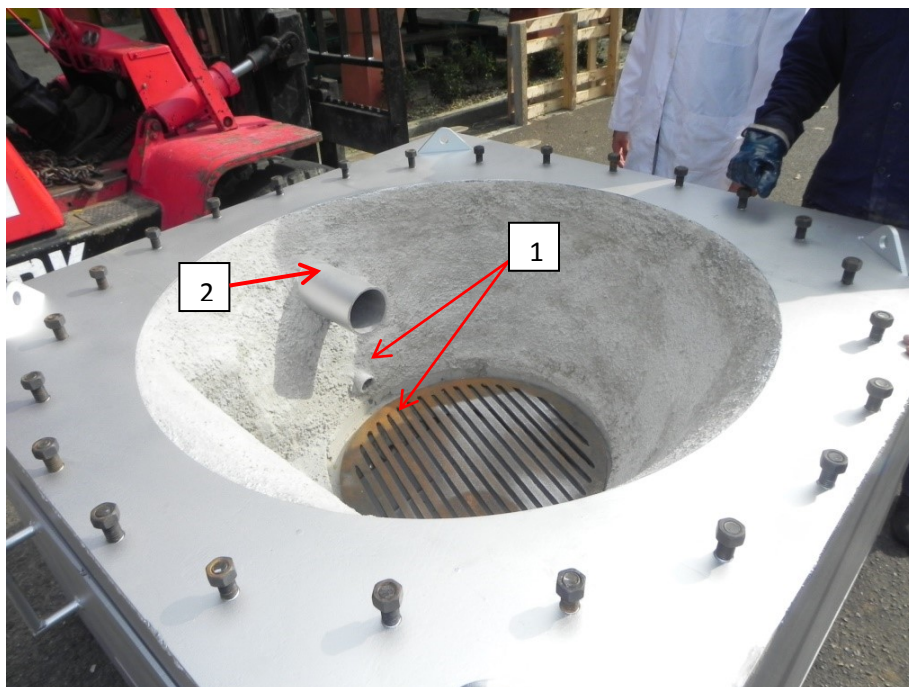
N° Exp.	Flujo de vapor (mL)	Arreglo del material	Densidad (kg/m³)	Cantidad AE (kg)	Rendimiento de extracción % (p/p)	Y_g observables normalizados
1	1100	sin arreglo	300	0.24	0.40	-0.06
2	800	sin arreglo	300	0.21	0.41	-0.04
3	500	sin arreglo	300	0.18	0.41	-0.12
4	1100	sin arreglo	300	0.23	0.45	0.08
5	800	sin arreglo	300	0.20	0.39	-0.23
6	500	sin arreglo	300	0.22	0.45	-0.05
7	1100	peq arriba	300	0.17	0.34	0.24
9	500	peq arriba	300	0.21	0.42	-0.07
10	1100	peq abajo	300	0.20	0.41	0.14
11	500	peq abajo	300	0.22	0.44	0.05
12	800	sin arreglo	300	0.19	0.37	-0.30
13	1100	peq arriba	220	0.21	0.42	0.21
14	1100	peq abajo	220	0.24	0.47	0.29
15	500	peq abajo	220	0.23	0.47	0.07
16	500	peq arriba	220	0.21	0.43	-0.08
17	800	sin arreglo	220	0.15	0.38	-0.19

ANEXO K.
IMÁGENES DE FALLAS ENCONTRADAS EN EL EQUIPO PROTOTIPO

Figura 41. Suministro de material vegetal residual estancado en tornillo sinfín.



Figura 42. Imagen horno quemador antes de su instalación.



En esta imagen se puede identificar que las entradas de aire (1) están en un costado del horno y la entrada del tornillo sinfín (2) está ubicada sobre éstas.

Figura 43. Imagen material vegetal residual carbonizado.

