

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

Adaptación del Proceso para la Obtención de Aceite
Esencial de Limón Destilado

114

T E S I S
Q U E P A R A O B T E N E R
E L T I T U L O D E :
I N G E N I E R O Q U I M I C O
P R E S E N T A
R O S A F E R N A N D A G A M A S S U A R E Z

MEXICO, D. F., 1974



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CLAS. TESIS
ADQ.
FECHA 1974
PROC. MT-113 113



JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA:

PRESIDENTE: Prof. Pablo Hope y Hope.
VOCAL: Prof. Carlos Kobeh Hedere.
SECRETARIO: Prof. Antonio Valiente Barderas.
1er. SUPLENTE: Prof. Cutberto Ramírez Castillo.
2do. SUPLENTE: Profa. Lucía Arciniega Carrillo.

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

SARLLOEL

Laboratorio de Ingeniería Química. Facultad de Química
U.N.A.M.

SUSTENTANTE:

Rosa Fernanda Gamas Suárez.

ASESOR DEL TEMA:

I.Q. Antonio Valiente B.

A mis padres con cariño.

Sr. Filadelfo Gamas Quevedo
Sra. Rosa S. de Gamas.

A mis hermanos:

Enrique
Jorge
María de las Nieves.

A mis tíos, primos y amigos.

Con cariño a Mario

Por su ayuda y apoyo moral.

A mis maestros.

Con respeto y agradecimiento.

INDICE

Pág.

I. - INTRODUCCION.	
Objetivo.	3
Botánica.	3
II. - GENERALIDADES.	
Historia.	6
Regiones productoras.	8
Cultivo.	9
Peligro de plagas.	10
Anatomía y composición del fruto.	10
Localización de los aceites esenciales.	12
Teorías de formación de los aceites esenciales.	13
Componentes de los aceites esenciales.	17
Preparación y clasificación del fruto.	18
Extracción del aceite de la fruta.	22
Procedimientos que operan sobre el fruto entero.	23
Procedimientos que operan sobre la cáscara.	28
Métodos de separación de aceites esenciales.	30
Diferencias entre el aceite destilado y centrifugado.	37
Métodos de recuperación de aceites esenciales.	39
Deterpenación de aceites esenciales.	42
Sistemas de conservación.	46
III. - ESTUDIO DE LA DESTILACION POR ARRASTRE CON VAPOR DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON.	
Destilación del aceite.	49
Estudio teórico de la destilación por arrastre con vapor.	52
IV. - PRUEBAS EXPERIMENTALES Y DE CONTROL DE CALIDAD DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON.	

II

	Pág.
Equipo utilizado.	64
Procedimiento.	65
Cálculo de la eficiencia experimental.	68
Pruebas de control de calidad.	75
V. - ADAPTACION DEL PROCESO A PLANTA PILOTO.	
Aclaraciones acerca del fruto.	89
Descripción del destilador-extractor.	89
Modificaciones del equipo.	92
Operación del equipo.	96
Cálculo de la eficiencia de evaporación en planta piloto.	99
Resultados.	101
VI. - CONCLUSIONES.	107
BIBLIOGRAFIA.	110

CAPITULO I

INTRODUCCION

Nota aclaratoria:

En nuestro país se denomina como "limón mexicano", al fruto cítrico cuya especie es el *Citrus aurantifolia* Swingle; sin embargo en muchos otros países a este fruto se le conoce como lima- y cuando se refieren al limón lo identifican como *Citrus limonum* risso, que no tiene aplicación industrial en nuestro país. Así pues en este trabajo se hará referencia al "limón mexicano" (*Citrus - aurantifolia* Swingle).

CAPITULO I

INTRODUCCION

OBJETIVO.

El objetivo que se quiere realizar con este trabajo, es el de fijar las condiciones de operación para efectuar una extracción con arrastre de vapor, para obtener aceite de "limón" y desde luego la adaptación del proceso a las necesidades del laboratorio de Ingeniería Química, para incluirla como práctica dentro del programa del laboratorio; pues creo serviría a futuras generaciones, por su aplicación para la obtención de aceites esenciales.

Otra finalidad que pretende este trabajo es que las prácticas realizadas en el laboratorio sean aplicables a productos de utilidad nacional e internacional. Así el aceite esencial de "limón" es un producto que tiene gran estima en el mercado mundial y México es el principal productor mundial de este aceite.

BOTANICA.

Desde el punto de vista de la clasificación botánica, el limón mexicano se encuentra dentro del siguiente cuadro según W. T. Swingle.

Orden natural -----	Geraniales.
Sub-orden (comprendiendo 12 familias) -----	Geránicas.
Familia -----	Rutáceas.
Subfamilia -----	Aurantioideas.
Grupo. -----	Cítreas.
Subgrupo -----	Citrineas.
Género -----	Citrus.

Debido a la ecología de los limoneros, existen diferentes variedades, que aún no se han clasificado; sin embargo también el limón mexicano se encuentra especificado según la E.O.A. (Asociación de aceites esenciales) como del género *Citrus aurantifolia* Swingle, formalmente clasificado como *Citrus médica* l. var *Acida brandis* (8).

Sus principales características son: árbol de consistencia leñosa, con ramas espinosas y aglomeradas en el centro, la corteza es de color castaño; sus hojas son elípticas-ovales, verde lustrosas, con bordes ligeramente dentados, peciolo emarginado, flores pequeñas y racimos de 3 a 10; cáliz pequeño de 4 a 5 sépalos terminados en punta - corola blanca interior y exteriormente; de 4 a 5 pétalos oblongos, carnosos, estambres pequeños; fruto esférico oblongo frecuentemente con pezón, de color amarillo claro, cáscara delgada de color verde; pulpa ácida.

CAPITULO II

GENERALIDADES

CAPITULO II

GENERALIDADES

HISTORIA.

Existen varias hipótesis acerca del origen del limón. Pero la mayoría de los botánicos están de acuerdo en que esta planta es originaria del Archipiélago Malayo; posteriormente fué introducida en Europa por los árabes y en América por navegantes españoles y portugueses. Sin embargo en opinión de Guenther, (10) especialista en aceites esenciales, el limón fué introducido a la Costa oeste de América -- por los polinesios, lo cual se explicaría por la abundancia de limas silvestres en las selvas y los espacios poco explorados de América central y la parte norte de América del sur, particularmente sobre la costa del pacífico.

Todo ésto parece indicar que ninguna especie del grupo de los agrios es originario del nuevo mundo.

En 1493 Cristobal Colón, en su segundo viaje a América introdujo en Haití la naranja amarga, la sidra y el limón. Las semillas y las plantas traídas por Colón parece ser que provenían de las islas canarias. En México, hacia 1870 el limón había sido plantado con regu

laridad cerca de Acapulco. En 1875 el limón era embarcado de Acapulco a San Francisco, después de esta fecha la industria cítrica mexicana se expandió lentamente y fué hasta 1910, fecha en que se inició la -- revolución mexicana, cuando se perdió prácticamente el comercio del limón con los Estados Unidos; y no fué sino hasta 1917 cuando nueva--- mente se reestableció el comercio marítimo con los Estados Unidos y la industria del limón volvió a florecer. En 1920 se crearon nuevas --- plantaciones en los estados de Colima y Michoacán.

De 1928 a 1935 las plantaciones de limón se extendieron a varias regiones; siendo las más importantes las de Colima, Michoacán y Guerrero.

PRODUCCION DE ACEITE DE LIMON MEXICANO DESTILADO EN
1973 (23)

ESTADO	NO. FABRICAS	TONELADAS
Colima	14	153.7
Michoacán	17	112.2
Guerrero	5	57.5
Oaxaca	7	22.8
Tamaulipas	1	13.2
Jalisco	2	6.3
Veracruz	2	6.2
Sinaloa	1	4.2
Nayarit	1	3.6
Nuevo León	1	0.0
T O T A L	51	379.7

Los valores reportados son de la variedad Citrus aurantifo--
lia, el cual solo se produce en México.

EXPORTACIONES DE ACEITE ESENCIAL DURANTE 1973 (23)

P A I S	CANTIDAD EN TONELADAS	VALOR \$
Alemania Federal	0.705	1 041 371
Argentina	0.023	6 270
Australia	0.814	153 328
Bélgica	0.097	12 731
Brasil	0.059	9 548
Canadá	3.054	576 268
Chile	0.602	185 036
España	10.489	2 002 754
Estados Unidos	161.248	31 446 019
Francia	0.094	16 976
Japón	0.556	928 044
Países Bajos	0.570	13 641
Reino Unido	32.413	5 133 619
Suiza	1.105	207 713
Uruguay	<u>0.038</u>	<u>58 149</u>
	211.867	41 791 467

CULTIVO.

La semilla puede ser plantada en una "cama de semillas" en cualquier época del año, el plantío debe estar lo suficientemente irrigado; después de 8 a 18 meses las plantitas son trasplantadas a campos abiertos, esto de seguro debe hacerse durante la estación de lluvias. Los surcos se encuentran espaciados generalmente 8 metros y los árboles separados entre sí 6 metros.

Bajo condiciones ideales, las primeras frutas aparecen después de los cuatro años y su máxima producción se alcanza entre el sexto y séptimo año.

Dependiendo de la región productora y de la época de lluvias existe un período óptimo en el año, para la obtención del fruto dependiendo, de la estación de lluvias. Así se tiene que en Colima el principal período para la cosecha de limón es en los meses de Julio-Agosto. En Acapulco se tienen dos temporadas; una en mayo y otra en Septiembre-Octubre. En Veracruz y Tamaulipas, la estación de lluvias es generalmente en Enero.

La producción media por árbol es de 50 a 75 kg. de fruta por año. Los limoneros mexicanos son de variedades espinosas y la altura recomendable para sus plantaciones del nivel del mar hasta 610 m. de altitud, cuando existen plantaciones arriba de este nivel, se corre el riesgo de que los árboles se destruyan por las heladas.

PELIGRO DE PLAGAS.

Hace algunos años en la región de Colima, apareció una plaga causada por la mosca negra, la cual afectó a toda la región y redujo el rendimiento del fruto en un 50%. La plaga fué combatida con la avispa de Panamá, un parásito que destruye los huevos de la mosca negra. Este tratamiento aunque no fué muy eficiente, ayudó a resolver la situación. Y no se ha sabido que este tipo de plaga haya afectado a otra región, (24) pero existe la posibilidad que otro tipo de plaga de insectos destruya la industria del aceite de limón.

Otro factor muy importante que afecta las plantaciones de limones son los huracanes, que en determinada época del año, azotan las costas del Pacífico, dando como consecuencia que los cuidados y trabajos de años, en las plantaciones queden destruídos.

ANATOMIA Y COMPOSICION DEL FRUTO.

I. - Anatomía del epicarpo o flavedo.

Todas las frutas cítricas contienen un tejido de células epidérmicas, en donde hay una cutícula muy delgada que contiene estomas. Bajo la epidermis se encuentra el epicarpio o flavedo que es una capa parenquimosa rica en cloroplastos y que contiene numerosas cavidades de aceite. Examinando la fruta en el microscopio, vemos que el pig---

mento no está distribuido igualmente en todas las células; sino que se encuentra concentrado en estructuras diminutas, las cuales son verdes cuando la fruta es inmadura y gradualmente cambia a amarillo o naranja conforme aumenta el proceso de maduración.

Los cloroplastos varían en tamaño, pero el más frecuente es de aproximadamente 5 micras de diámetro. Estos cloroplastos no contienen materia colorante sólida, sino son estructuras esponjosas en donde la clorofila y otros pigmentos son absorbidos.

II. - Anatomía del mesocarpio o albedo.

Penetrando a través de la corteza de las frutas cítricas existe un tejido parénquimoso blanco, conocido generalmente como mesocarpio o albedo; este tejido está compuesto de células de figuras y tamaños muy irregulares, con grandes espacios intercelulares llenos de aire.

La porción de albedo en el fruto representa del 20-60% de la fruta y el espesor de la corteza varía de acuerdo a la fruta.

Un albedo fresco contiene de 75-80% de agua; mientras que sus principales componentes calculados en base seca, de acuerdo a Rosenfeld son: 44% de azúcares, 33% de celulosa (incluyendo lignina y pentosanas) y 20% de sustancias pectinosas.

III. - Anatomía del endocarpio.

El endocarpio es la porción comestible, que está constituida de segmentos o gajos distribuidos alrededor de un eje central de la misma composición del albedo y en el interior de estas celdillas está contenido el jugo.

IV. - Semilla.

Se encuentran situadas alrededor del eje central, dentro del endocarpio y contiene también un porcentaje mínimo de aceite.

LOCALIZACION DE LOS ACEITES ESENCIALES.

Los aceites esenciales obtenidos de plantas cítricas, se forman principalmente, en las glándulas secretoras localizadas irregularmente en el epicarpio de sus frutas. Estas glándulas de 0.4 a 0.6 mm. de diámetro, no tienen paredes como las demás células; sino que están circundadas por despojos de tejidos degradados, siendo así glándulas de secreción interna que no tienen comunicación con la periferia.

Las células que rodean a las glándulas que contienen el aceite, se encuentran en una solución acuosa de azúcares, sales y coloides y son las encargadas de ejercer cierta presión sobre ellas. En esta forma el aceite es retenido por las células, bajo una presión de turgencia pronunciada.

Como se sabe, cuando las cáscaras de un fruto cítrico se curvan entre los dedos, el aceite es proyectado con cierta fuerza a una --

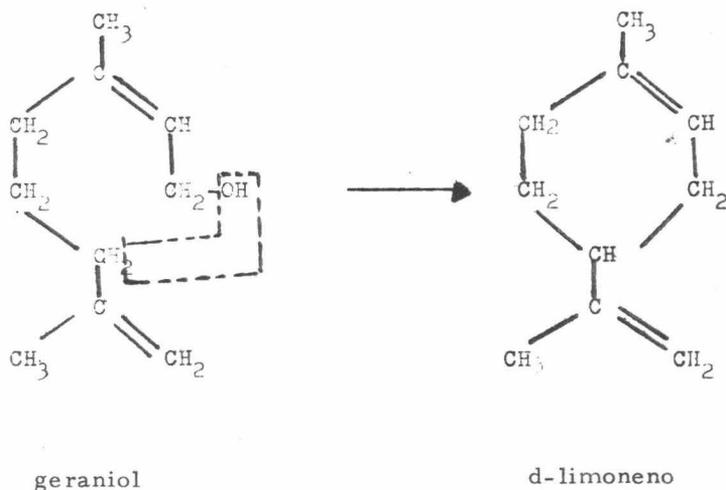
distancia considerable. De aquí que las células que contienen el aceite no se romperán fácilmente y será necesario someter al fruto a una maceración o prensado, antes de obtener el aceite ya sea por destilación con vapor o bajo presión reducida.

TEORIAS DE FORMACION DE FORMACION DE LOS ACEITES ESENCIALES.

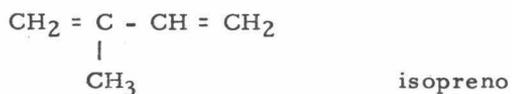
Existe una información limitada, acerca del origen de los aceites esenciales y debido a ello, se han establecido diversas hipótesis que se pueden resumir en dos escuelas: la primera mantiene que los aceites esenciales son creados en la epidermis; esto es como una consecuencia de la fotosíntesis, la segunda escuela establece que los aceites se forman como producto del metabolismo de la planta.

Charabot, de acuerdo con la primera escuela, concluye que los primeros compuestos de los aceites esenciales son los alcoholes -- ($C_{10}H_{18}O$) que al deshidratarse, dan lugar a la formación de terpenos como el limoneno. Por sus estudios realizados con varios frutos cítricos establece que éstos alcoholes se originan en los tejidos de las plantas, ricas en clorofila, durante el proceso de asimilación y también -- afirma que la cantidad de terpenos y ésteres se incrementa con el proceso de crecimiento o de maduración de la planta.

La reacción que según Charabot se lleva a cabo es la siguiente:

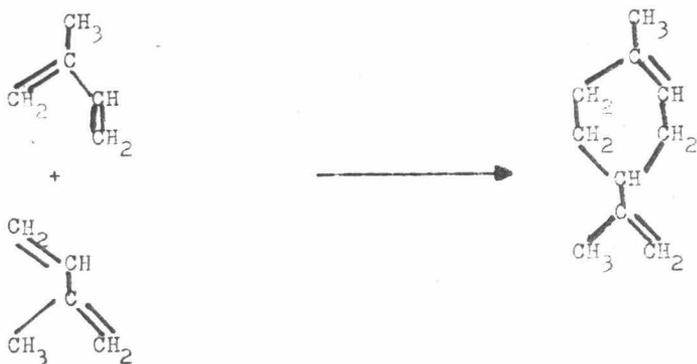


Sin embargo, existe otra hipótesis debida a Ruzicka; quién establece que la mayoría de los terpenos pueden ser obtenidos a partir del isopreno, un hidrocarburo alifático, no saturado, cuya fórmula condensada es C_5H_8 y con la siguiente estructura:



Ruzicka indica que el d-limoneno se obtiene sintéticamente por polimerización de dos moléculas de isopreno, después de un calentamiento de cerca de $300^\circ C$.

La reacción que indica Ruzicka es:



2 moléculas de isopreno

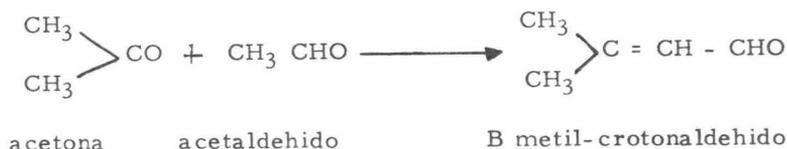
d-limoneno

(Y de igual forma, partiendo del d-limoneno se puede obtener el isopreno con muy buenos rendimientos. De esta forma se pueden obtener muchos terpenos, sesquiterpenos y politerpenos, cuya fórmula general sería $(C_5H_8)_n$.)

Esta hipótesis del isopreno es aceptable y está basada en que los aceites esenciales, son formados durante la fotosíntesis, en las células epidérmicas del fruto.

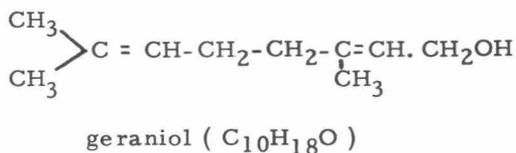
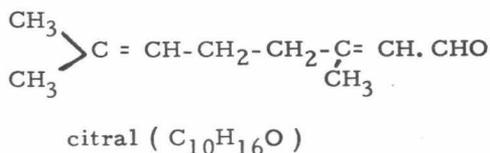
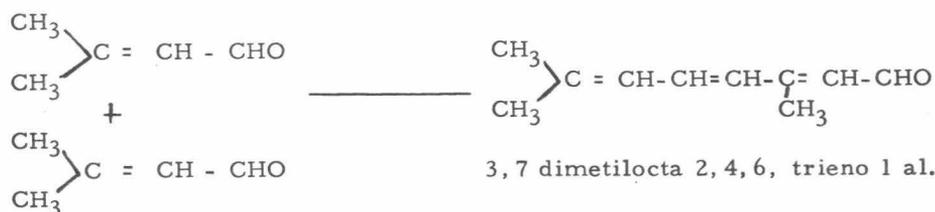
Pero la teoría más atractiva acerca de la formación de aceites esenciales en la planta ha sido propuesta por Read quien considera que el citral, compuesto de gran importancia, se puede sintetizar a -- partir del B metil crotonaldehido. Y esta teoría de formación es la -- que prevalece hasta la fecha.

El B metil crotonaldehido se obtiene a partir de:



Dos moléculas de aldehido metil-crotónico por condensación

produce:



El geraniol, puede similarmente convertirse en terpeno (limo neno) por deshidratación. La hipótesis de Read parece sin embargo ser contradictoria, puesto que en el aceite de naranja no existen enlaces eti lénicos activos, como los muestra el geraniol o el citral.

FUNCIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES.

La función de los aceites esenciales en la planta es un poco -

obscura. Mientras que en las hojas y flores se encuentran sustancias odoríferas que atraen a los insectos al polen, el aceite actúa como protector contra el ataque de insectos.

COMPONENTES DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON. (Citrus aurantifolia Swingle).

En el aceite esencial de limón, los componentes varían, de acuerdo al método de extracción del aceite del fruto. Varios autores -- sin embargo, coinciden en que independientemente del proceso seguido para la extracción del aceite, generalmente se encuentran los siguientes componentes:

1o. Un tipo de hidrocarburos de fórmula $C_{10}H_{16}$ que reciben el nombre de terpenos.

La mayoría de los terpenos tienen un notable parecido en sus fórmulas estructurales con enlaces dobles y pueden ser agrupados bajo el nombre de mentadienos.

El d-limoneno es el principal hidrocarburo constituyente en el aceite esencial de limón.

2o. Otro componente que existe en pequeña cantidad es el limeno o bisaboleno que pertenece al grupo químico de los sesquiterpenos de fórmula estructural $C_{15}H_{24}$. Este sesquiterpeno ha sido obtenido por acción moderada de ácidos concentrados en nerolidol (alcohol importante en el aceite de Neroli).

Estos dos primeros compuestos no tienen nada o muy poca utilidad desde el punto de vista del perfume y su presencia es contraproducente, pues son poco estables y pueden determinar notables alteraciones.

Existen también otro tipo de compuestos denominados oxigenados, entre los que se encuentran alcoholes, aldehidos, cetonas, ésteres y ácidos. A estos compuestos se debe el bouquet de cualquier esencia.

3o. Aldehidos. El principal aldehido en el aceite de limón es el citral de fórmula $C_{10}H_{16}O$ y aparece como una mezcla de dos estereoisómeros, α citral y β citral.

4o. El cuarto grupo de componentes del aceite de limón lo forman los ácidos y ésteres, y el compuesto es el metil antranilato -- $C_6H_4(NH_4)COO-CH_3$.

5o. Finalmente un compuesto poco probable en el aceite, es el Citropteno que pertenece al grupo químico de los estearoptenos y cuya fórmula es la siguiente ($C_{11}H_{10}O_4$).

Es un compuesto derivado de la Cumarina y sus soluciones poseen fluorescencia azul-violeta.

PREPARACION Y CLASIFICACION DEL FRUTO.

En la selección del fruto óptimo para la obtención del aceite-

de limón, es imprescindible que el fruto sea sometido a las siguientes pruebas:

- a) Prueba organoléptica.
- b) Tamaño.
- c) Lavado.
- d) Almacenaje.

a) Prueba organoléptica.

Este tipo de examen es muy importante, ya que es una constancia decisiva en la calidad de la esencia. La técnica está basada en la experiencia y sensibilidad del operador. Y consiste en oprimir o rayar la cáscara con los dedos y aspirar el aroma esencial del fruto.

También generalmente se basan en el color del limón, ya -- que según se ha visto un limón verde oscuro tiene mayor cantidad de aceite, que el limón amarillo; el cual se prefiere para obtener jugo.

b) Tamaño.

Generalmente el tamaño del fruto está relacionado con las si siguientes clasificaciones: pequeño, mediano y grande. El método más sencillo empleado consiste en dejar a los frutos correr a lo largo de dos paredes laterales colocadas una respecto a la otra de manera que formen una V, con una abertura graduable entre ellas. Para este objeto se dispone de máquinas especiales que constan por un lado, de una --

correa inclinada transversalmente, y por otro lado, de un cilindro metálico giratorio. Cuando el fruto llega a un compartimiento por el que puede pasar, cae a un depósito especial, para cada uno de los tamaños. También la fruta defectuosa deberá separarse; esta operación la realizan unos cuantos operarios especialmente entrenados, que desechan -- todo aquel que muestre alguna señal de podredumbre o cualquier otra enfermedad, para evitar que el resto de la fruta se contamine.

c) Lavado.

Debido a que los frutos con frecuencia llegan a la fábrica cubiertos de polvo y contaminados con sustancias como suciedad, materias extrañas, etc., es necesario el lavado de la fruta, para mejorar el sabor y apariencia de la misma.

El lavado se efectúa en máquinas lavadoras, diseñadas especialmente, constan de un tanque provisto de paletas giratorias apropiadas que sumergen continuamente la fruta en el agua, sin dañarla, en algunos casos se bombea aire comprimido, en el tanque de agua para -- producir una agitación más eficiente. También se utilizan cepillos giratorios, pero presentan las siguientes desventajas: Si se utilizan cepillos demasiado fuertes, pueden lesionar las celdillas de la esencia; por otra parte, si son blandos no son eficaces cuando están sumergidos en agua.

Existen otros procedimientos más eficaces, como el de la --

Food Machinery Corporation quien fabricó un lavador en donde la fruta pasa a un tanque provisto de una serie de cepillos transversales a los que se suministra una corriente de jabón u otro detergente apropiado; finalmente se rocía con agua clorada y después se enjuaga con chorros de agua fría y limpia.

Otro procedimiento en el que los frutos enteros se someten a la acción de una solución acuosa de bórax a una temperatura de $65-77^{\circ}$ C durante un tiempo tan breve que el calor no penetra en el interior de la fruta. Después se lava con agua fría y la superficie de la corteza se seca antes de la extracción del jugo, mediante cilindros de latón que giran lentamente.

d) Almacenaje.

Sin lugar a dudas, la mejor manera de entregar la fruta a las fábricas es, en las cajas donde se recolecta en el campo. Por lo general la fruta detenida el fin de semana, ocasiona que se busque una mejor manera de almacenarla, ya que cuando no se almacena adecuadamente la fruta se aplasta o deforma. Por esto la fruta se almacena en arcos o tanques a una altura inferior a un metro, cuando hay grandes cantidades, se utilizan una serie de depósitos rectangulares con divisiones inclinadas, para aminorar la presión ejercida por las capas superiores. El fondo de estos depósitos también se encuentra en un plano inclinado.

✓ EXTRACCION DEL ACEITE DE LA FRUTA.

En general todos los métodos de extracción tienen por fundamento, la ruptura de las glándulas aludidas y la recolección rápida de la esencia, para evitar que ésta quede absorbida por la corteza esponjosa resultante. Sin embargo dependiendo de si se desea utilizar todo el fruto, o solamente la cáscara; las extracciones se llevan a cabo, operando sobre la fruta entera o bien sobre la cáscara. ✓

Rodano ha clasificado los fenómenos que ocurren durante la extracción del aceite de la siguiente manera:

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

También el tipo de extracciones depende de las siguientes ventajas y desventajas:

1. - Cuando los establecimientos grandes operan con la fruta del limón, generalmente lo hacen con el fruto entero, asegurando una elevada automatización del producto, con una calidad inferior del aceite; - en cambio para pequeñas fábricas, se trabaja con miles de kilos y es aconsejable el proceso que opera con la cáscara; obteniéndose-

un aceite cualitativamente superior.

- 2.- Si la extracción del aceite precede a la del jugo, se reduce el peligro de que éste último contenga cantidades de materia que puedan perjudicar su calidad. En este caso convendría el proceso que opera con la cáscara.
- 3.- Cuando el fruto entero ha sufrido un tratamiento drástico, para la extracción del aceite existen mayores posibilidades a los líquidos-amargos provenientes del albedo de pasar al jugo. Además otro -- factor que influye cuando, se opera con el fruto entero, es que el agua que se emplea para arrastrar el aceite puede ser fuente de -- contaminación para el jugo; por lo cual es conveniente agregar un antiséptico al agua que circula para extraer la esencia.
- 4.- La cáscara sola, eliminada la pulpa se puede emplear en la preparación de cáscara en salmuera, por el contrario la utilización de la cáscara para la producción de pectina, se ve perjudicada con el tratamiento de lavado de cal en la cáscara.

PROCEDIMIENTOS QUE OPERAN SOBRE EL FRUTO ENTERO.

Los procedimientos que tratan el fruto entero pueden ser --- agrupados en la siguiente clasificación, basándose en la acción que se ejerce sobre la superficie del fruto:

- 1.- Estrujado, operación no muy drástica que daña al mínimo los teji-

dos.

2. - Pelado, abrasión total de las capas superficiales conteniendo las cavidades de aceite.
3. - Procedimientos manuales.

Procedimiento por estrujado.

Dentro de estos procedimientos tenemos principalmente las siguientes máquinas:

Máquina Calabrese. - Esta máquina con leves modificaciones, es utilizada en Calabria por algunas industrias. Consta de dos placas redondas, las cuales presentan sus superficies rugosas y raspantes. La placa inferior es fija; mientras que la superior gira a una velocidad de 120 a 240 rpm. El raspado de la fruta es delicado y no se emplea riego alguno de agua; y la esencia residual es eliminada cuidadosamente con una esponja. Sin embargo esta máquina no es adecuada para trabajar con limón, por la forma del epicarpio de éste.

Máquina Sfumatrice M.K. - Esta máquina está constituida por una pesada caja de acero inoxidable, en cuyo interior se encuentran dos planos vibrantes sobrepuestos, constituidos de un gran número de cintas verticales de acero inoxidable, que tiene la forma de hojas de sierra distanciadas a un centímetro; de tal manera que se formen dos plataformas constituidas de sutiles puntas. Sobre la parte superior de la plataforma se encuentra un eje, en cuya extremidad están colocadas

dos masas excéntricas susceptibles de ajustarse.

Una tolva situada en la parte posterior de la máquina regula la entrada de los frutos hacia los planos vibrantes y unas plateas de acero o de plástico controlan el avance, dependiendo este avance del grado de madurez del fruto.

Por efecto de las vibraciones, los frutos rebotan y giran en todos sentidos y con las puntas se provoca la ruptura de las celdas que contienen el aceite y a la expulsión de la esencia se le arrastra por medio de una lluvia de agua; un cedazo elimina los detritos y deja pasar - hacia la centrífuga un líquido suficientemente limpio.

Procedimientos por pelado.

Máquina Avena. - Esta máquina es aún empleada en todo el mundo debido a su versatilidad para emplearla para diferentes frutas cítricas, sin necesidad de calibraciones previas.

Esencialmente está constituida de un tambor conteniendo dos platos coaxiales, y tiene la forma de una centrífuga; sin embargo en este caso, la parte rotatoria no es el tambor, sino los platos los cuales - están cubiertos de puntas piramidales de acero inoxidable; la parte interna del tambor está también cubierta por una faja de 22 cm. de altura, con puntas de vidrio. La superficie abrasiva total es de 1.80 m².

Los frutos se cargan a través de una tolva cuyo fondo se puede abrir y que está dividida en dos partes cada una de las cuales contie

ne una carga destinada a un plato (25 kg), la parte inferior de la tolva se abre y la fruta se distribuye en los platos. Por efecto de la fuerza - centrífuga los frutos son raspados, según la velocidad, la duración del tratamiento y la longitud de las puntas. En el interior de la máquina pa sa el agua en forma de lluvia, la cual arrastra el aceite y las raspadu- ras hacia el exterior de la máquina. Cuando el tiempo de abrasión ha - transcurrido, la fruta raspada es expulsada y se inicia inmediatamente un nuevo ciclo.

La capacidad media es de 1000 kg de fruta por hora, aunque- existen modelos de más alta capacidad. La aplicación del variador per mite al operador modificar la velocidad de rotación y el tiempo de tra- tamiento, según la calidad del fruto y el producto que se desee obtener.

La calidad del aceite que se obtiene con esta máquina es de buena calidad, siempre y cuando el tiempo de abrasión no supere los -- 90 segundos y la velocidad de los platos no exceda las 70 r.p.m. ya -- que disminuye la calidad.

Esta máquina es apropiada para los agrios que tienen la epi- dermis algo dura; en el caso de frutos de cáscara sutil y delicada tam- bién se puede usar, siempre que se tenga la precaución de modificar - las puntas abrasivas para evitar incisiones demasiado profundas.

Máquina Especial. - La principal característica de esta má- quina es que la abrasión de la epidermis de los frutos, se lleva a cabo

sin la ayuda de la fuerza centrífuga.

La cámara en la cual se trata la fruta consiste en un corredor largo de varios metros de longitud cuyo fondo está constituido de dos pares de rodillos recubiertos de asperezas abrasivas; los dos pares están dispuestos en sección trapezoidal y cada par gira en sentido opuesto. La entrada de frutos es controlada por un gusano cubierto de las mismas asperezas. La velocidad de los rodillos puede ser controlada en función del estado de los frutos. Los frutos entran por un lado pasando por todo el corredor donde son tratados y salen por otro extremo, mientras una corriente de agua en forma de lluvia arrastra el aceite y las raspaduras. Antes de que la suspensión pase a la centrífuga, debe pasar a un dispositivo para eliminar los detritos. Según Braverman, (3) la máquina Especial da los mejores rendimientos en esencia.

Extractor de Tambor. - Este extractor es comunmente usado en los E. E. U. U. de forma cilíndrica y rotatorio. Tiene de seis a nueve m. de largo. La parte interna del cilindro está provista de puntas metálicas abrasivas, dirigidas hacia el interior.

Los frutos cargados en un extremo y descargados por el otro, son obligados a desplazarse por medio de un gusano helicoidal. El cilindro puede girar, ya sea en torno de un eje central o sobre un riel exterior y una lluvia contínua arrastra el aceite y los detritos hacia afuera del cilindro. La capacidad es excepcionalmente alta; sin embargo el --

rendimiento es bajo.

Máquina Fraser Brace. - Es también un extractor en donde el fruto es conducido automáticamente a través de un corredor constituido de rodillos horizontales recubiertos de carborondum y girando a alta velocidad. Durante el paso los rodillos abrasivos tienen manera de extirpar una capa de flavedo de una profundidad de alrededor de 0.4 mm., y al mismo tiempo se dirige sobre los frutos y rodillos una lluvia de agua, que arrastra el aceite y los finos detritos obtenidos. De esta manera se forma una emulsión que después de pasarla a través de un cedazo se envía a un vaso de decantación en donde permanece de tres a doce horas hasta romper la emulsión. (3)

Se obtiene un rendimiento de aceite bastante elevado, pero la calidad de la esencia es inferior a la máquina especial.

PROCEDIMIENTOS QUE OPERAN SOBRE LA CASCARA.

Proceso de la Esponja. - Es un proceso manual, mediante el cual la pulpa es separada de la cáscara mediante un cuchillo en forma de cuchara y con unos bordes afilados llamados rastrillos, después se lava con abundante agua de cal y se deja escurrir y secar en un cesto de 4 a 24 horas, dependiendo de la temperatura ambiente, con esta técnica se provoca un endurecimiento de los tejidos, facilitándose así la extracción del aceite. El corte del fruto se efectúa en forma longitu-

dinal o transversalmente al eje mayor del fruto, según si la cáscara se destinara a la salmuera o no.

Sin embargo en algunas industrias italianas debido a la exigencia de un aceite de elevada calidad destinada a la aromatización de jarabes o firmas de perfumerías renombradas se practica el proceso manual, que consiste en comprimir varias veces y con movimiento rotatorio, la cáscara contra un sistema de esponjas naturales colocadas en un jarro, al cual se le adapta un travesaño apoyado sobre los bordes superiores, para asegurar la esponja. Por exprimido acompañado de torsión, el aceite junto con el líquido de la cáscara pasa de la esponja al jarro y por simple decantación la esencia se separa de los otros líquidos y detritos producidos en la laceración de los tejidos.

Máquina Esfumatrice Especial. - Esta máquina está basada en el tratamiento de la cáscara a presión creciente, está constituida de dos rodillos sobre los cuales pasa una cadena metálica especial de elementos elásticos, que gira sobre un plano fijo horizontal de manera que la cáscara sea arrastrada entre la cadena y el plano fijo con presión creciente.

La presión puede ser regulada según las condiciones de la cáscara. El proceso como en el caso de la Esfumatrice Avena, se efectúa bajo un baño de agua que junto con el aceite pasa por un filtro automático y va al separador centrífugo.

METODOS DE SEPARACION DE ACEITES ESENCIALES.

Los métodos de producción de aceites esenciales se resumen generalmente en: destilación y centrifugación. El empleo de uno u otro proceso depende de los usos que se desee dar al aceite.

DESTILACION DE ACEITES ESENCIALES. (10)

Los investigadores en el campo de la destilación de aceites - esenciales, no han revelado a ciencia cierta, por medio que mecanismo el vapor de agua arrastra el aceite. Se dice comunmente que el vapor - penetra al tejido del fruto y evapora las sustancias volátiles. Sin embargo si esto fuese totalmente verdadero, el arrastre de aceite con vapor - sería un proceso muy simple y como veremos posteriormente el arrastre de vapor, es un proceso que involucra varias propiedades fisicoquímicas.

En la industria de aceites esenciales se ha creado una terminología que distingue tres tipos de destilación:

- 1.- Destilación con agua.- Este proceso se aplica, cuando el material que se desea destilar entre en contacto directo con agua hirviendo y las plantas materiales (pétalos de rosa, polvos de almendra) deben ser destiladas, estando totalmente sumergidas y moviéndose - libremente en el agua hirviendo.

El agua hierve por aplicación de fuego directo, con chaqueta de va

por o por medio de serpentines de vapor.

2. - Destilación con agua y con vapor. - Este segundo método de destilación, es usado cuando el material vegetal a destilarse está apoyado sobre una rejilla o bien sobre un tamiz insertado en el fondo de la torre de destilación. La parte más baja de la torre es alimentada con agua y arriba de este nivel se coloca el soporte o rejilla que contiene el material a destilarse. El agua es calentada por cualquiera de los métodos descritos anteriormente, de manera que se forme un vapor saturado de baja presión que es el que arrastrará el aceite de la planta. En conclusión el funcionamiento clásico de este método se resume en que el vapor está siempre saturado y que el material vegetal está en contacto sólo con el vapor y no con el agua hirviendo.
3. - Destilación con vapor directo. - Este proceso es parecido al anterior, excepto que en este proceso no existe agua en la parte baja de la torre, sino que se introduce vapor vivo saturado o sobrecalentado según se requiera y se trabaja frecuentemente a presiones más altas que la atmosférica.

Al aplicar cualquiera de los tres métodos, se obtendrán resultados con variaciones considerables y se escogerá el que convenga más de acuerdo a las características de los componentes del aceite esencial, de la temperatura del vapor y de las reacciones que ocurran

en la destilación.

CENTRIFUGACION DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON.

✓ El aceite centrifugado es obtenido mediante dos procesos:

Tipo A. - Los limones enteros son prensados en una prensa de tornillo y la emulsión a separar es jugo y aceite.

Tipo B. - Los limones son tratados en una máquina raspadora bajo una lluvia de agua. La emulsión agua-aceite es entonces separada por centrifugación. ✓

Los separadores centrífugos pueden trabajar continuamente, pero antes de entrar a la centrífuga se necesita eliminar los detritos sólidos más gruesos, mediante el paso por un tamiz. Los cedazos más modernos están constituidos de un tornillo helicoidal que comprime los detritos contra una cáscara agujerada, mientras un sistema de cepillos limpia continuamente la cáscara para evitar que los agujeros se obstruyan. Cualquiera que sea la fineza del cedazo es casi imposible retener todas las partículas sólidas. De esto se tiene como consecuencia que las centrífugas que se emplean para este tipo de trabajo deba poseer un tambor o cámara de separación adaptado no solo a la separación de dos líquidos; sino también a la separación de impurezas sólidas. ✓

A través de los canales, el líquido entra a la columna de discos y se divide en capas. El aceite sube por el interior de la columna mientras que la parte acuosa corre a través de los discos hacia el exte

rior.

Los lodos se depositan sobre la periferia de la cámara de -- manera de permitir al separador trabajar continuamente, sin necesi-- dad de ser derramado para su limpieza, operación que debe hacerse -- manualmente. Todas las centrifugas se diferencian por su volumen de-- carga o por la salida de líquido libremente o por presión.

PROCESO PARA LA OBTENCION DEL ACEITE DESTILADO.

(Fig. 1)

En una plataforma inclinada (1) se lleva a cabo la recepción y el depósito de la fruta, enseguida es mandada a un transportador de - inspección (2), en donde por medio de un elevador (3) es transportada hacia unos depósitos de madera, con divisiones en forma de rampa (4). Ahí permanece la fruta, hasta que llega el momento de transportarla a la fábrica para su proceso.

Del depósito es transportada (5) a un molino (6) en donde el limón es exprimido o triturado, según se requiera y mandado a un - tanque de almacenamiento (7). En este tanque, también se puede ali-- mentar los sedimentos de aceite de algún otro proceso, como serían -- los sedimentos que quedan en la centrifuga después del proceso seguido para su obtención y así lograr un mejor aprovechamiento del aceite. De este tanque es mandado a una serie de alambiques (I, II y III) en don-- de por la parte superior el aceite es separado del jugo. El aceite es --

arrastrado con vapor de agua y enfriados sus vapores en los condensadores (8, 9 y 10), para luego ser separados (agua y aceite) en los vasos decantadores (11, 12 y 13) por diferencia de densidades.

El jugo que se obtiene en la parte inferior del alambique es recolectado en una pila (14). El jugo que se obtiene se encuentra cocido por las condiciones térmicas del proceso y por lo que se refiere al uso de este jugo, se sabe que se utiliza para la obtención de ácido cítrico.

PROCESO PARA LA OBTENCION DE ACEITE DE

LIMON CENTRIFUGADO TIPO "A" (Fig. 2)

El limón apilado (1) se hace transportar mediante una banda de maderas, a un elevador de canjilones (2), para pasar inmediatamente a una tolva (3). De ahí es transportado a otro elevador (4) y de aquí a un molino (5), en donde el fruto entero es aplastado y el jugo y cáscara son separados. La cáscara se envía a la industria de pectina; mientras que el jugo que contiene aceite y orujo (restos de cáscara, semilla y bagazo) es mandado a un finisher (6) en el cual la parte más grumosa es bombeada a otro molino (7) y recirculada nuevamente al finisher.

El aceite y jugo que salen del finisher se bombean a un tanque sedimentador (8) y la parte más ligera es mandada a una centrífuga (9) en donde el aceite es separado completamente y conservado en

proceso para la obtención de aceite de limón por centrifugación

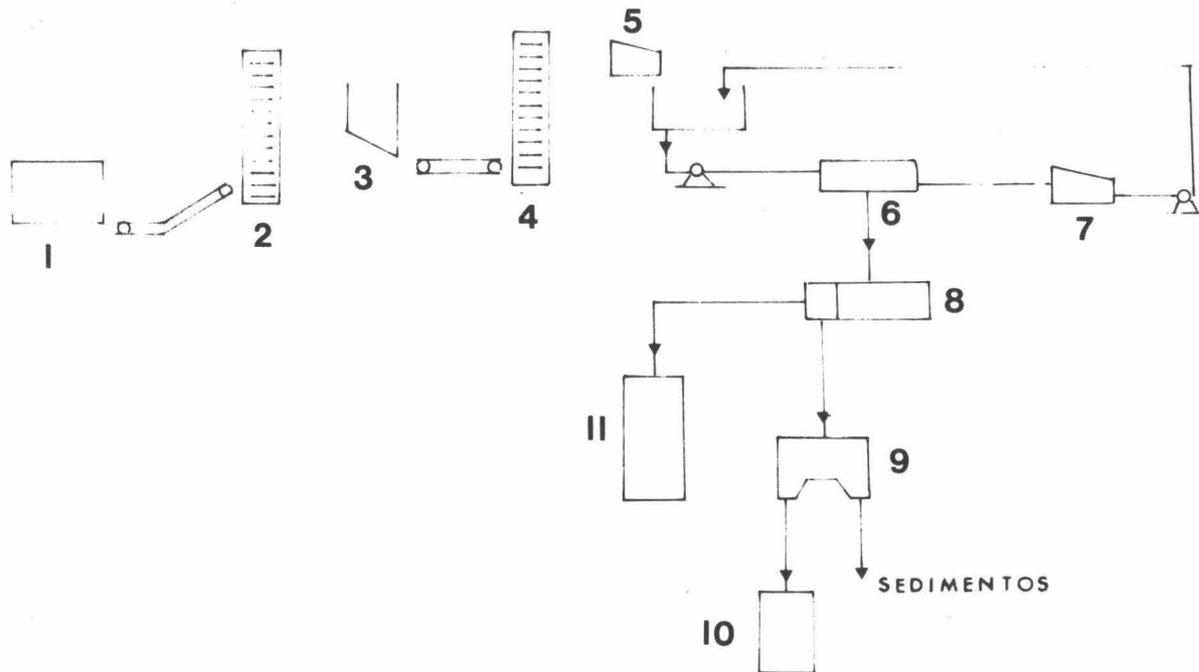


fig. 2

el tanque (10).

El aceite que tiene grandes sólidos en suspensión, es mandado a una torre de destilación (11) para recuperar la mayor parte de -- aceite que contenga el limón.

Por este método se obtiene un aceite utilizado en perfumería y aromatizantes de diversos productos.

✓ DIFERENCIAS ENTRE EL ACEITE DESTILADO Y EL CENTRIFUGADO.

Por su aspecto y olor, el aceite destilado, difiere mucho del centrifugado. Incoloro o ligeramente amarillento, de olor intenso, terpénico, el aceite destilado tiene muy pocos puntos en común con el aceite centrifugado, ámbar, verdoso oscuro y olor frutal.

En el transcurso de la destilación, el aceite de limón sufre -- modificaciones en su composición química, como se nota al tenerlo varias horas a la temperatura de ebullición del jugo, a un pH inferior a -- tres; numerosos constituyentes son degradados y dan lugar a otros componentes más estables, pero que no poseen el mismo bouquet. Tal es el caso de dos aldehidos, isómeros geométricos que participan en gran -- parte en el olor del aceite, el geranial y el neral que sufren una degradación casi total. Slater y Watkins (21) observaron que el d-limoneno hidrocarburo de gran importancia en el aceite de limón puede dar lugar al α -Terpineol, al terpinen-4-ol y otros compuestos que disminuyen --

su calidad.

Por otro lado el aceite esencial obtenido por centrifugación presenta diferentes caracteres, según si proviene de una emulsión --- agua-aceite o de jugo-aceite. El primero es más rico en citral que el segundo.

Por lo que se refiere a las propiedades fisicoquímicas de -- uno u otro aceite proporcionadas por la Secretaría de Industria y Comercio (México) y las normas de calidad de la Essential Oil Association - (U.S.A.) se tienen las siguientes especificaciones, resumidas en la - tabla I.

PROPIEDADES	DESTILADO	CENTRIFUGADO	
		TIPO A	TIPO B
Apariencia.....	líquido cristalino	líquido - cristalino	líquido cristalino
Color	inoloro-amarillo	amarillo ámbar	verde obscu- ro
Densidad relativa 25/25°C	0.855-0.863	0.872-0.881	0.882(P) ⁺
Índice de refrac- ción a 20°C	1.4745-1.4770	1.4820-1.4860	1.4870(P) ⁺
Rotación óptica a 20°C.	+ 34° a + 45°	+ 35° a + 41°	-----
Contenido de alde- hidos como citral	0.5 - 2.5%	4.5 - 8.5%	7.5%(P) ⁺
Resíduo a la evaporación	2.4 - 4.4 %	10 - 13.5%	13.0% (P) ⁺

P ⁺ representa un valor promedio.

TABLA I

21 APLICACIONES.

El aceite de limón en México se utiliza en la fabricación de extractos como agente de sabor, en perfumería, en jabones de tocador y en cosméticos.

El aceite destilado es usado como ingrediente aromático --- principal en las bebidas carbonatadas no alcohólicas, del tipo ginger ale, así como en las bebidas de "Cola" y en pastelería, dulcería y galletas. Sin embargo debido a su superior solubilidad y su pronunciado sabor, el aceite destilado es preferido para las bebidas. El sabor más suave del aceite centrifugado es más apropiado para su uso en perfume ría, en aguas de tocador, cosméticos y jabones, a los que imparte una sensación muy refrescante.

METODOS DE RECUPERACION DE ACEITES ESENCIALES.

a) Destilación.

La producción económica del aceite ha creado nuevos métodos para su total recuperación, ya sea en flores o en frutos y uno de estos métodos es la destilación a vacío.

Unos de los rasgos característicos de los aceites esenciales es el destilarse con vapor, sin embargo su temperatura de ebullición es arriba de 100°C , lo que ocasiona que algunos de sus componentes volátiles se descompongan, por eso se ha pensado en una destilación a va

cfo.

Peratoner creó un método que actualmente lleva su nombre - para la recuperación de esos componentes volátiles que consiste en la molienda de la fruta entera o de la cáscara, después la extracción del jugo y finalmente el producto restante es sometido a destilación con vapor a presión reducida y a temperatura de 50-60°C. La temperatura -- más baja a la cual se lleva a cabo la destilación, hace que se obtenga - una mejor calidad de aceite, una mayor cantidad de componentes volátiles necesarios para dar un mejor bouquet y sabor. Sin embargo este -- proceso no es aplicable al aceite de limón por el alto costo que requie- re.

b) Extracción por Solventes.

Un gran número de métodos han sido sugeridos para la recuperación de aceites esenciales de la cáscara de los cítricos por adición de varios solventes, tales como alcohol, éter de petróleo, etc., pero - ninguno de estos solventes reúne cualidades para ser utilizado para la - extracción. Las cualidades que debe reunir un buen solvente serían:

1. - Ser inflamable.
2. - No ser tóxico ni en estado líquido, ni vapor.
3. - Que sus propiedades químicas permitan mezclarlo con el aceite -- en todas proporciones.
4. - Que se pueda recuperar completamente.

- 5.- Que no sea un agente corrosivo en el aparato de extracción.
- 6.- Que sea un disolvente económico.

Haciendo un estudio de los disolventes más usados en la actualidad tales como:

Eter sulfúrico. - Es peligroso por su gran volatilidad, su costo es -- muy alto.

Tetracloruro de carbono. - Bajo calor específico, y bajo calor latente de evaporización, estas serían sus ventajas. Sus desventa-- jas serían su densidad de 1.632 que indicaría un doble o tri-- ple gasto de disolvente comparado con el éter de petróleo.

Tricloro etileno. - Es muy corrosivo, ataca fuertemente al hierro lo-- que ocasiona que el aceite obtenido se encuentre contamina-- do con compuestos de hierro, y tiene fuertes propiedades -- narcóticas.

Eter de petróleo. - Fué introducido primeramente por Richardson Lun-- di e Irvine, que obtuvieron una patente inglesa para extraer aceite de la masa sobrante del proceso de extracción. Por - otra parte el precio también es alto.

Debido a lo anterior se puede comprobar que no hay disol-- vente con resultados prácticos que se utilice para la recuperación de - aceite de limón. Sin embargo en los E. E. U. U. se han producido acei-- tes de este tipo con el nombre de "oleoresinas" y tienen aplicaciones -

como agentes aromáticos en jabones.

En método de extracción a contracorriente, se emplea una --
batería de extractores, y el disolvente más utilizado es el éter de petró
leo previamente purificado (de gravedad específica 0.650). El número
de extracciones dependerá del número de veces que el disolvente pueda
ser utilizado, ésto se podrá establecer mediante experimentos prelimi-
nares. El disolvente saturado se separa del aceite por destilación, co-
mo una regla, el volumen de disolvente es destilado en una torre gran-
de, bajo presión atmosférica ordinaria, pero cuando la temperatura --
llega a un punto en el cual la fragancia del aceite puede ser alterada, --
se separa el aceite y los restos del disolvente que contienen aceite se -
someten a destilación a vacío, en una torre más pequeña.

DETERPENACION DE ACEITES ESENCIALES.

La deterpenación es el proceso que se emplea para aumentar
la concentración de compuestos oxigenados, eliminando aquellos com-
puestos (hidrocarburos y residuos no volátiles) que no tienen nada o
poca utilidad desde el punto de vista de su perfume; tal definición nos -
haría suponer que el aceite concentrado y deterpenado es el mismo; --
sin embargo su diferencia estriba en que ~~en~~ el primero, una parte de -
los hidrocarburos es eliminado y en el segundo se eliminan todos o una
gran mayoría de terpenos y ceras.

La deterpenación tiene grandes ventajas, pues gracias a -- ella, los hidrocarburos que ejercen influencias negativas en la solubilidad del aceite en alcohol, quedan disminuidas grandemente, también -- elimina la posibilidad de que los terpenos se oxiden o polimericen bajo la influencia de luz y del oxígeno atmosférico; pero Waginaire encontró que una esencia de limón a la que se le habían eliminado los terpenos, - ceras y alcoholes pesados, no presentaba buena estabilidad.

METODOS DE DETERPENACION.

1. - Destilación.

- a) Se utiliza la destilación fraccionada al vacío (16) que se ba--sa en la diferencia de puntos de ebullición que existe entre -- los compuestos oxigenados y los hidrocarburos. Sin embar--go, debido a que algunos terpenos tienen un punto de ebulli--ción cercano a la de los compuestos oxigenados, la eficiencia aún trabajando con presión reducida es muy baja.
- b) Otro tipo de destilación es la molecular, está basada en la -- evaporación y no en la ebullición de los diferentes componentes; mientras en una destilación normal las fases líquido-va--por se encuentran en equilibrio, en la destilación molecular este equilibrio no se verifica, ya que cuando las moléculas - de la fase vapor, encuentran una pared fría, se condensan y se separan, por otro lado las moléculas situadas en la superer

ficie del líquido caliente, pasan a la fase vapor y después se condensan.

En este tipo de destilación se utiliza alto vacío (10^{-3} a 10^{-7} mm. de mercurio) que se obtiene con bombas de difusión de vapor de mercurio o de aceite.

2. - Extracción Líquido-líquido.

Existen varios procedimientos de extracción y también varios tipos de disolvente, siendo los principales:

a) Extracción con alcohol diluído.

Las sustancias oxigenadas son separadas de los terpenos; aprovechando la parcial solubilidad de los hidrocarburos en alcohol etílico. Se utilizan varias extracciones en una proporción de 50-60% peso de alcohol. Los extractos alcohólicos se evaporan al vacío y este extracto es rectificado a presión muy baja (0.1 mm. de mercurio).

b) Extracción con pentano y alcohol metílico.

Esta extracción tiene como principio la acción selectiva de los disolventes sobre ciertos componentes. Se escogen dos disolventes, uno disuelve preferentemente los constituyentes oxigenados y el otro los terpenos; aplicándolos a contracorriente el aceite es separado en dos fracciones; quedando los componentes oxigenados en la fracción alcohólica y los terpenos en el pentano. Este método presenta como desventaja el uso de cantidades apreciables de disolventes, que nunca se

logran recuperar completamente y además presentan la tendencia a formar emulsiones.

c) Extracción con alcohol isopropílico y Aceite de algodón.

Este método es parecido al anterior, se utilizan dos disolventes uno no polar que contiene los terpenos y otro polar que contiene los componentes oxigenados. Estos disolventes son miscibles a temperaturas elevadas, pero a temperaturas bajas se vuelven insolubles.

3. - Cromatografía en Columna.

Existen actualmente dos métodos, en uno llamado el método de Kirchner y Miller (14) se emplea el principio de que los componentes oxigenados de una esencia absorbidos en una columna llena con gel de sílice, no son eludidos por el hexano, mientras que este arrastra los terpenos. Finalmente para efectuar la elución de los componentes oxigenados, se utiliza un disolvente polar, por ejemplo el acetato de etilo. Otro método es el de Braverman y Solomiansky y es una modificación del anterior, y dice que cuando la capacidad de la columna ha sido completada por el aceite, se puede agregar más aceite y como el absorbente tiene más afinidad por los componentes oxigenados, éstos empezarán a desplazar a los hidrocarburos hasta que la columna contenga sólo componentes oxigenados. De esta manera, se pueden separar los compuestos oxigenados de una cantidad de aceite 6 veces mayor que por el método original. *www*

4. - Formación de Complejos.

En este procedimiento se utiliza tiourea, ya que éste compuesto tiene la propiedad de formar complejos. Se agrega tiourea a la esencia a deterpenar y se filtra el precipitado formado, eliminándose así gran parte de los terpenos.

4 - SISTEMAS DE CONSERVACION DEL ACEITE DE LIMON.

Para conservar el aceite, por un período largo, es necesario que sea protegido de la acción del oxígeno atmosférico, de la luz, del calor y de la acidez de superficies metálicas; entre las cuales están el fierro y el cobre como catalizadores de oxidación.

La alteración de una esencia es un fenómeno bastante complejo y comprende reacciones de oxidación, reducción y polimerización, dando lugar a formación de compuestos que han sido esclarecidos con la ayuda de técnicas instrumentales. Así en el caso del aceite de limón se ha visto que el incremento de p-cimeno, al cual se debe el olor a pino se verifica a expensas de una disminución de contenido de β -terpino. Por otro lado el envejecimiento se lleva a cabo por la formación de peróxidos, cuyo contenido en un buen aceite no deberá exceder de 0.32%.

En realidad, más que el agua, la acidez del jugo es la que ejerce una acción desfavorable sobre la estabilidad del aceite.

El material del que están fabricados los grandes tanques de almacenamiento, es también muy importante, el material más usado -- es el de cobre estañado, aunque la tendencia actual es fabricarlos de -- acero inoxidable.

Mientras los recipientes se mantengan llenos, la acción del oxígeno atmosférico queda dentro de límites tolerables, pero si ésto -- no fuera posible, entonces se procura llenarlos con un gas inerte. Kenneth descubrió que las esencias de limón se conservan bien en botellas bajo atmósfera de nitrógeno.

Además la temperatura se debe mantener baja, con lo cual -- la mayoría de los aceites disminuyen la tendencia a formar depósitos -- por lo que es muy útil un tratamiento frío preliminar para eliminar los depósitos cerosos. Debido a la presencia de algunas impurezas coloidales que actúan como protectores de algunas sustancias cerosas; no --- siempre es posible eliminar las ceras del aceite del modo anterior.

CAPITULO III

ESTUDIO DE LA DESTILACION POR ARRASTRE
CON VAPOR DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON

CAPITULO III

ESTUDIO DE LA DESTILACION POR ARRASTRE CON VAPOR DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON

DESTILACION DEL ACEITE.

Debido a las características del aceite esencial de limón como son su gran cantidad de componentes volátiles y su descomposición a altas temperaturas, se necesita aplicar o una destilación a vacío o -- bien una destilación por arrastre con vapor, ya que una destilación de -- una sola etapa a presión atmosférica separaría los componentes volátiles de sus mezclas; pero también ocasionaría la descomposición de sus componentes esenciales trabajando a su temperatura normal de ebullición.

La destilación a vacío requiere una bomba para mantener -- una presión baja, pero el equipo de bombeo y la mayor resistencia mecánica de la instalación necesarios en este tipo de destilación aumentan los costos fijos considerablemente, por lo que se prefiere una destilación por arrastre con vapor. La introducción de vapor tiene por objeto reducir la presión parcial de los componentes del aceite y permitir su arrastre a temperaturas menores de sus puntos normales de ebullición;

como el aceite es inmisible con el agua, al condensarse se logra separar por decantación. Y otro motivo por el que se aplica es por el costo inferior al de destilación a vacío.

El equipo que se emplea para la destilación con arrastre de vapor consta de tres elementos primordiales.

1.- Alambique. - Es un elemento cilíndrico de acero inoxidable que -- consta de:

- a) Sistema de calentamiento directo. Se introduce vapor de agua saturado, a una velocidad definida, para que se logre una buena agitación y se lleve correctamente el arrastre. La entrada de vapor se regula de 2 maneras, mediante un tubo anular perforado o por medio de dos tubos perforados dispuestos en forma de cruz (cruceta). El diseño de las perforaciones presenta varias dificultades, pues su diámetro se incrementa -- conforme penetra por el tubo de alimentación de vapor.
- b) El capital consta de indicador de nivel, mirilla y termómetro.
- c) Sistema de calentamiento indirecto. Este calentamiento es -- para evaporar el aceite y evitar cualquier condensación dentro del alambique y se realiza por serpentín o mediante camisa de vapor.

2.- Condensador. - Los vapores de aceite y agua son condensados en las paredes del tubo. No se necesita agua muy fría para lograr la

total condensación, pues generalmente el calor latente de condensación del aceite es despreciable en comparación con el calor cedido por el agua.

Este condensador está unido al alambique por medio de un dispositivo llamado "cuello de cisne". Este tipo de condensadores es de construcción muy costosa, pues en la práctica se da una superficie cinco veces mayor a la calculada teóricamente, con el objeto de tener la total garantía para trabajar grandes volúmenes en el menor tiempo posible, para evitar el contacto entre la esencia y el agua.

3. - Vaso Florentino o vaso decantador.

Estos vasos construidos de estaño, cobre estañado y generalmente de acero inoxidable, tienen como función separar la emulsión -- agua aceite, la cual se rompe por un simple reposo, debido a la diferencia de densidades.

El aceite y el agua a menudo, no se separan inmediatamente en el separador, especialmente si se permite al destilado caer directamente, ya que el agua ejerce un efecto dispersante sobre los constituyentes del aceite, por este motivo se separa tan rápido como es posible y así evitar cualquier agitación de los dos medios.

Para asegurar un flujo suave de destilado, se inserta un embudo de cuello largo en el separador, para que el destilado al salir del condensador fluya primero a través del embudo y se deposite posterior

mente en el vaso florentino, sin perturbar la capa de aceite; la cual su birá suavemente desde la salida del embudo hasta la fase orgánica en la cual se disuelve.

ESTUDIO TEORICO DE LA DESTILACION POR ARRASTRE CON VA-- POR DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON.

✓ El compuesto que se utiliza para el arrastre es vapor de --- agua, debido a su inmiscibilidad con el aceite, a su fácil adquisición y a su bajo costo. Son estas cualidades las que hacen que el vapor de -- agua sea utilizado en este tipo de destilación.

✓ La destilación por arrastre con vapor del aceite esencial de limón se puede efectuar de dos maneras:

- ✓ 1.- Calentando la sustancia a arrastrar directamente a expensas del calor latente del vapor de agua, produciéndose condensación par-- cial de dicho vapor.
- ✓ 2.- Haciendo pasar vapor de agua a través de la sustancia a arrastrar (aceite de limón), a la vez que se calienta indirectamente, para evitar la condensación de vapor.

✓ El mecanismo que ejerce el vapor de agua depende del proce so que se opere sobre el fruto; (es decir habrá de mencionarse dos ca-- sos.) Un primer caso, cuando en la destilación se emplea la cáscara y un segundo caso con el fruto entero.

Primer Caso. - Es un fenómeno sencillo, debido a que el -- aceite se va a separar de impurezas no volátiles que contiene en solu-- ción y además el componente de arrastre es inmisible con el aceite -- de limón. El sistema en este caso constará de dos componentes (acei_ te-agua) y 3 fases (2 líquidas y una vapor) y de acuerdo con la regla de fases:

$$G = C - F + 2$$

$$G = 1$$

Existe un grado de libertad y las relaciones presión-tempe-- ratura se reducen a una sola curva, independientemente de las cantida_ des relativas y de los componentes presentes. Sin embargo al ser los -- dos componentes inmiscibles, cada uno de ellos se comporta como si -- no estuviera en presencia del otro; de tal manera que las presiones pa_ rciales de ambos componentes a una determinada temperatura es iguala la presión total del sistema, ocasionando que la temperatura de ebulli_ ción de una mezcla inmisible sea más baja que la de cualquiera de sus componentes, uno de los cuales es el agua.

Badger y Mc. Cabe (2) basándose en estos conceptos han -- determinado un método para encontrar la presión de vapor y la tempe-- ratura de ebullición de una mezcla inmisible, fijando la presión total. Este método consiste en construir una curva de presión de vapor del -- aceite contra la temperatura y a continuación otra curva de presión to-

tal menos la presión de vapor del agua $P - p_A^{\circ}$. La intersección de las dos curvas nos dará la temperatura de ebullición de la mezcla y las presiones de vapor de los componentes.

Una vez obtenidos las presiones de vapor, se puede calcular la composición del vapor como sigue:

$$y_A = \frac{p_A^{\circ}}{P} = \frac{n_A}{n_T} \dots\dots\dots (1)$$

Donde:

y_A = fracción mol del agua en la mezcla gaseosa.

p_A° = presión de vapor del agua.

P = presión total (585 mm. de Hg)

n_A = moles de agua.

n_T = moles totales.

y de igual manera para el aceite tenemos:

$$y_B = \frac{p_B^{\circ}}{P} = \frac{n_B}{n_T} \dots\dots\dots (2)$$

y_B = fracción mol del aceite.

p_B° = presión de vapor del aceite.

n_B = moles de aceite.

De las ecuaciones 1 y 2 vemos que:

$$\frac{n_A}{n_B} = \frac{p_A^{\circ}}{p_B^{\circ}} \dots\dots\dots (3)$$

✓ Sabiendo además que:

$$n_A = \frac{W_A}{M_A} \dots\dots\dots (4a) \quad \text{y} \quad n_B = \frac{W_B}{M_B} \dots\dots\dots (4b)$$

W_A = kg. o g. de agua.

W_B = kg. o g. de aceite.

M_A = peso molecular del agua.

M_B = peso molecular del aceite.

Despejando W_A y W_B de las ecuaciones 4a y 4b y relacionán-
dolas se tiene:

$$\frac{n_A M_A}{n_B M_B} = \frac{W_A}{W_B} \dots\dots\dots (5)$$

La ecuación 5 en función de las presiones de vapor de acuer-
do con 3 queda:

$$\frac{W_A}{W_B} = \frac{P_A^{\circ} M_A}{P_B^{\circ} M_B} \dots\dots\dots (6)$$

Donde $\frac{W_A}{W_B}$ son los kg. o g. de vapor necesarios para ---
arrastrar un kilogramo de aceite. Sabiendo esta relación y la can-
tidad de aceite que se desea arrastrar, se encontrará, la cantidad to-
tal de vapor necesaria para el arrastre.

En base a estos conceptos se ha construido una gráfica teó^{ri}
ca demostrativa, para el aceite de limón, que estará sujeta a correc-
ciones posteriores con la experimentación, y que solo servirá de base

para certificar cual es su validez en este primer caso que opera con la cáscara.

Como se carece de datos teóricos, acerca de la presión de vapor del aceite, pero en cambio se conoce la presión de vapor de sus principales componentes y la composición en el aceite; de acuerdo con la Ley de Raoult:

$$P^{\circ}_{\text{Aceite}} = p^{\circ}_{\text{limoneno}} X_{\text{limoneno}} + p^{\circ}_{\text{citral}} X_{\text{citral}} \dots (7)$$

$$X_{\text{limoneno}} = 0.94 \quad \text{y} \quad X_{\text{citral}} = 0.06$$

Temperatura (22)	P°_{Agua} mm. Hg	$P^{\circ}_{\text{limoneno}}$ mm. Hg	$P^{\circ}_{\text{citral}}$ mm. Hg.
50	95	8	0.2
60	144	13	0.4
68	208	19	1.0
70	232	21	1.4
75	285	28	2.5
80	350	33	3.3
85	433	39	5.4
90	517	50	7.0
91	527	51	7.5
92	545	52	8.2
93	585	56	8.6

Y de acuerdo con la ecuación 7 tenemos:

Temperatura °C	Presión de vapor del aceite
50	7.53
60	12.244
68	17.92
70	19.82
75	26.47
80	31.21
85	36.98
90	47.42
91	48.39
92	49.31
93	53.13

Que son los datos necesarios para la primera curva.

Para la obtención de la segunda curva se grafica.

Presión total - presión de vapor de agua contra la temperatura
Presión total = 585 mm. de Hg.

Temperatura °C	Presión total - presión de vapor de agua $P - p_A^o$
50	490
60	441
68	377
70	353
75	300
80	235
85	152
90	68
91	58
92	40
93	0

Con estos datos se trazó la gráfica demostrativa (fig. 3) para el aceite esencial de limón. Operándose sólo con la cáscara.

Temperatura de ebullición del aceite de limón

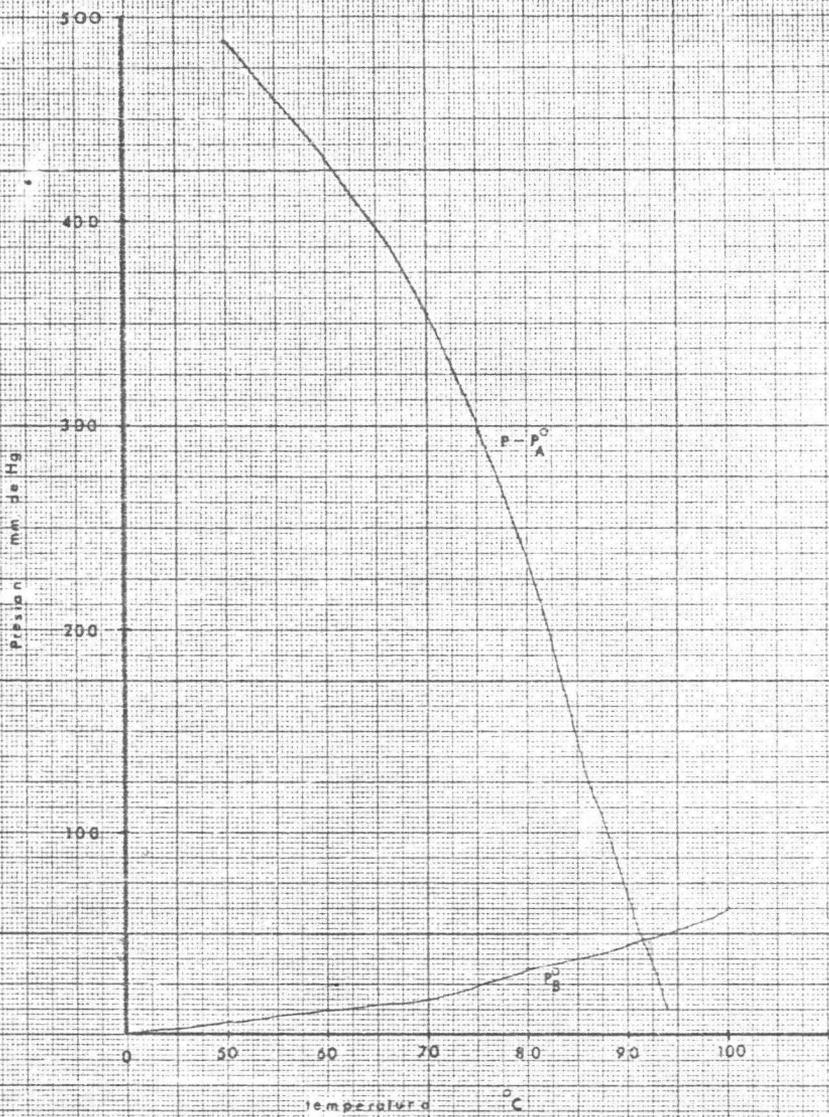


fig. 3

✓ La temperatura de ebullición gráfica, para mezclas inmisci-
bles de aceite y agua es de 92°C , sin embargo se sabe realmente que -
el sistema no tiene tiempo de alcanzar el equilibrio y por tanto su tem-
peratura será menor.

✓ También el equilibrio se va a alterar, cuando a medida que -
aumenta el tiempo de la destilación, aumente la cantidad de vapor re-
querido para extraer el aceite esencial de limón. O bien cuando se va -
evaporando cada una de las fases líquidas, llegará un momento en que
una de estas fases habrá pasado totalmente a la fase vapor y entonces -
aplicando la regla de fases tendremos:

$$C = 2 \text{ (aceite - agua)}$$

$$F = 2 \text{ (una líquida y otra vapor).}$$

✓ y $G = 2$. En este caso el sistema se complicará y si sigue pa-
sando a la fase vapor, el equilibrio entre las fases líquido-vapor desa-
parecerá y en consecuencia la temperatura de ebullición de la mezcla -
sufrirá cambios a la misma presión total.

┌
Segundo Caso. - Cuando se extrae el aceite del fruto entero,
el estudio se complica un poco, por el hecho de introducir un nuevo --
componente (jugo), cambiando el mecanismo de la destilación.

Debido a que el aceite se encuentra en contacto íntimo con -
el jugo ácido, en forma de una emulsión parcial y no como una emul-
sión total; se pueden considerar dos alternativas:

✓ a) Cuando al destilarse la mezcla jugo-aceite existe una sus pensión del aceite en el jugo, en el cual el aceite es inmiscible.

✓ b) Cuando al efectuarse la destilación de la mezcla jugo- -- aceite la suspensión tiende a desaparecer y el aceite se hace miscible con el jugo.

✓ En "a" la emulsión jugo-aceite se somete a destilación, te-- niendo 3 componentes (aceite, jugo y agua) teniendo 3 fases (dos fa-- ses líquidas; una formada por jugo + agua y la otra por el aceite de li-- món que es inmiscible con la primera, y por último una tercera fase-- vapor. Para este caso $G = 2$. Como el aceite es inmiscible con el jugo, la presión total ejercida en este tipo de mezcla será igual a la suma -- de las presiones parciales de los componentes.

$$P = p_B^0 + p_j^0 X_j + P_A^0 X_A \dots\dots\dots (8)$$

p_j^0 es la presión de vapor del jugo.

X_j y X_A son las fracciones del jugo y del agua en la mezcla.

✓ La ecuación 8 puede simplificarse grandemente consideran-- do que en la composición del jugo el 85% es agua y el resto lo forman -- resíduos de azúcares, ácidos y minerales, o sea considerando que te-- nemos agua y aceite solamente, sin tomar en cuenta el 15% de los com-- ponentes no volátiles del jugo, la ecuación quedaría:

$$P_{total} = p_B^0 + p_A^0$$

que es idéntica a la ecuación 3, para el primer caso, en el que se trabaja solo con la cáscara.

En la alternativa "b" que presenta el aceite esencial de limón miscible con el jugo y la introducción del componente de arrastre "vapor de agua" inmiscible con el aceite y miscible con el jugo.

Esta alternativa presenta grandes dificultades para su relación de equilibrio. De acuerdo con la ley de Raoult la presión parcial del aceite con el jugo, en el que es miscible será:

$$\bar{p}_B = p_B^o \left(\frac{B}{B+I} \right) \dots\dots\dots (9)$$

donde:

B = moles de aceite

I = moles de jugo.

En esta ecuación es necesario introducir un factor de eficiencia de arrastre, debido a que la presión de vapor del aceite en la fase gaseosa es menor que la correspondiente al equilibrio; ya que la evaporación se produce durante el paso rápido del vapor de agua a la mezcla de aceite y jugo. De donde la ecuación 9 queda:

$$\bar{p}_B = E p_B^o \left(\frac{B}{B+I} \right) \dots\dots\dots (10)$$

y el consumo de vapor de arrastre por molde de producto viene dado por:

$$\frac{W}{B_1 - B_2} = \frac{P}{E p_B^o} \left(1 + \frac{1}{\text{Blog.}} \right) - 1 \dots (11)$$

✓ W = moles de vapor de arrastre.

B_{log} . media logarítmica de los moles inicial y final del aceite.

B_1 y B_2 moles iniciales y finales de aceite de limón.

✓ Tanto en el primer caso, como en el segundo, de la destilación del aceite esencial de limón, los cálculos teóricos servirán como una aproximación y ayudarán a aclarar los mecanismos fisicoquímicos que operan en el proceso para la obtención del aceite esencial de limón, pero de ninguna manera servirán para resolver problemas reales, ya que están basados en leyes ideales.

✓ En consecuencia, para poderlas aplicar es necesario complementarlas y corregirlas con un estudio experimental.

CAPITULO IV

PRUEBAS EXPERIMENTALES Y DE CONTROL
DE CALIDAD DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON

CAPITULO IV

PRUEBAS EXPERIMENTALES Y DE CONTROL DE CALIDAD DEL ACEITE ESENCIAL DE LIMON

En el presente trabajo experimental, se trabajó exclusiva---
mente con la cáscara, por considerarse lo siguiente:

1. - Ser el mejor proceso para obtener un aceite de buena calidad.
2. - El proceso que opera con la cáscara, reduce considerablemente -
la capacidad del equipo, obteniéndose así una mayor adaptabilidad.

EQUIPO UTILIZADO.

Se determinó trabajar con calentamiento indirecto, pues así se evita la condensación de vapores aumentando la eficiencia del proceso.

1. - Matraz generador de vapor. - De vidrio Pyrex de 500 ml. con tapón para dos horadaciones, una para termómetro y otra para conexión de vidrio, a matraz destilador.
2. - Matraz destilador. - De vidrio Pyrex, con dos bocas y capacidad para un litro; calentado indirectamente con una resistencia. En la boca lateral, se encuentra la línea de vapor y en la central sostiene una columna de destilación de 50 cm de longitud, en la parte

superior de esta columna, se tienen dos horadaciones, una para -- termómetro y otra conexión de vidrio aislada con fibra de vidrio -- conectada al refrigerante.

- 3.- Refrigerante.- Es del tipo de Liebig, de 60 cm de longitud, en -- fría los vapores aceite-agua provenientes del matraz destilador a contracorriente con agua.
- 4.- Vaso Decantador.- Con capacidad de 500 ml, posee en la parte inferior una válvula para la descarga de condensado.

PROCEDIMIENTO.

Para obtener resultados correctos, se escogieron limones - verdes que son los que contienen mayor cantidad de aceite. La cáscara fué lavada perfectamente con agua y jabón para evitar que las impurezas de esta pasaran al producto, después se procedió a pesar y descortezar con cuchillo la cáscara del fruto; ésto se hacía con el mejor cuidado para evitar que las glándulas del aceite se rompieran y se volatilizara éste. La cáscara, se trituraba en un molino o una licuadora con una pequeña cantidad de agua, para arrastrar el aceite adherido al gusano o a las aspas del equipo utilizado. Prensada la cáscara, se introducía en el matraz de destilación, donde era calentado por medio de -- una resistencia. Por otro lado, al matraz generador de vapor, se le introducía un volumen de agua conocido y se procedía a calentar el agua -

para obtener el vapor necesario para el arrastre del aceite.

El refrigerante se mantenía trabajando a su máxima capacidad, para lograr el condensado de los vapores aceite-agua, los cuales escurrían por un embudo arreglado, que tenía en la parte inferior una conexión de vidrio en forma de U, para que el aceite se depositara lentamente por su densidad, en la parte superior del vaso decantador, que contenía agua al iniciarse el proceso. Este arreglo resultó de gran utilidad pues eliminaba el riesgo de que el agua ejerciera una acción disolvente sobre los aldehidos y demás compuestos oxigenados que contribuyen al aroma del aceite.

RESULTADOS.

A los 15 minutos de iniciado el proceso de destilación, por arrastre con vapor, aparecía en el matraz de destilación, espuma que tendía a subir por la columna arrastrando detritos del epicarpio y mesocarpio del fruto al condensador y al producto final. Además también había una regresión de la mezcla destilada al matraz generador de vapor.

En base a estas experiencias, se propusieron las siguientes modificaciones al equipo.

Se propuso originalmente una trampa de vapor, que resultaba indispensable para efectuar la eliminación constante de condensados y además para mantener la presión en el matraz destilador y evitar --

así la regresión al matraz generador de vapor. Sin embargo como la trampa de vapor aumentaba el número de conexiones y por tanto las pérdidas de calor por conducción o por convección, se propuso la construcción de una válvula de retención conectada a la entrada del matraz destilador, esta válvula resultó ser demasiado pesada y el vapor de arrastre que era vapor de baja presión, no lograba moverla; por lo que decidió cambiarla, por un cuerpo menos pesado y se construyó una válvula de canica (con canica de 3 mm. de diámetro). Con esta válvula se logró el paso de vapor dentro del matraz destilador, pero cuando había una regresión la válvula se pegaba con el vapor, ocasionando sobrecarga de presión en la línea de vapor y la consecuente suspensión del proceso, para eliminar el peligro de una explosión.

Analizando el problema, se vió que era ocasionado por el volumen que ocupaba la cáscara y el agua, que al iniciarse la espuma era demasiado grande, en comparación con el volumen del matraz. Por lo tanto se realizaron las siguientes consideraciones:

1. - El volumen de cáscara y agua inicial no debe exceder de la tercera parte del volumen del matraz destilador.
2. - La conexión de entrada de vapor al matraz destilador, debe disminuir de diámetro conforme se introduce en la mezcla destilada, de tal manera que permita fluir el vapor, pero disminuya la posibilidad de una regresión.

- 3.- El calentamiento indirecto debe controlarse de tal forma que sirva para evaporar el aceite, evitar la condensación; pero que no lo quemé.
- 4.- En la columna de destilación, se introdujo empaque con el objeto de que el vapor no arrastrara junto con el aceite, detritos de cáscara, que disminuyan la calidad del aceite.

Quedando finalmente el equipo como se muestra en la Fig. 4 y con las consideraciones anteriores, se obtuvieron varias muestras de aceite de diferentes lotes de limones con buenas características organolépticas. Siguiendo el mismo procedimiento se substituyó el matraz destilador de vidrio, por un alambique de cobre estañado con capacidad de un litro, lográndose así una destilación más uniforme.

Teniendo el equipo trabajando perfectamente, se procedió a calcular la eficiencia del proceso.

CALCULO DE LA EFICIENCIA EXPERIMENTAL.

La eficiencia del proceso empleado es de sumo interés, para conocer el contenido real de aceite en el fruto. Para obtener buenos resultados es necesario que los frutos sean representativos del lote a examinar. El vapor que asciende en forma de burbujas a través de la carga se condensa parcialmente, al tiempo que cede calor para la evaporación del aceite.

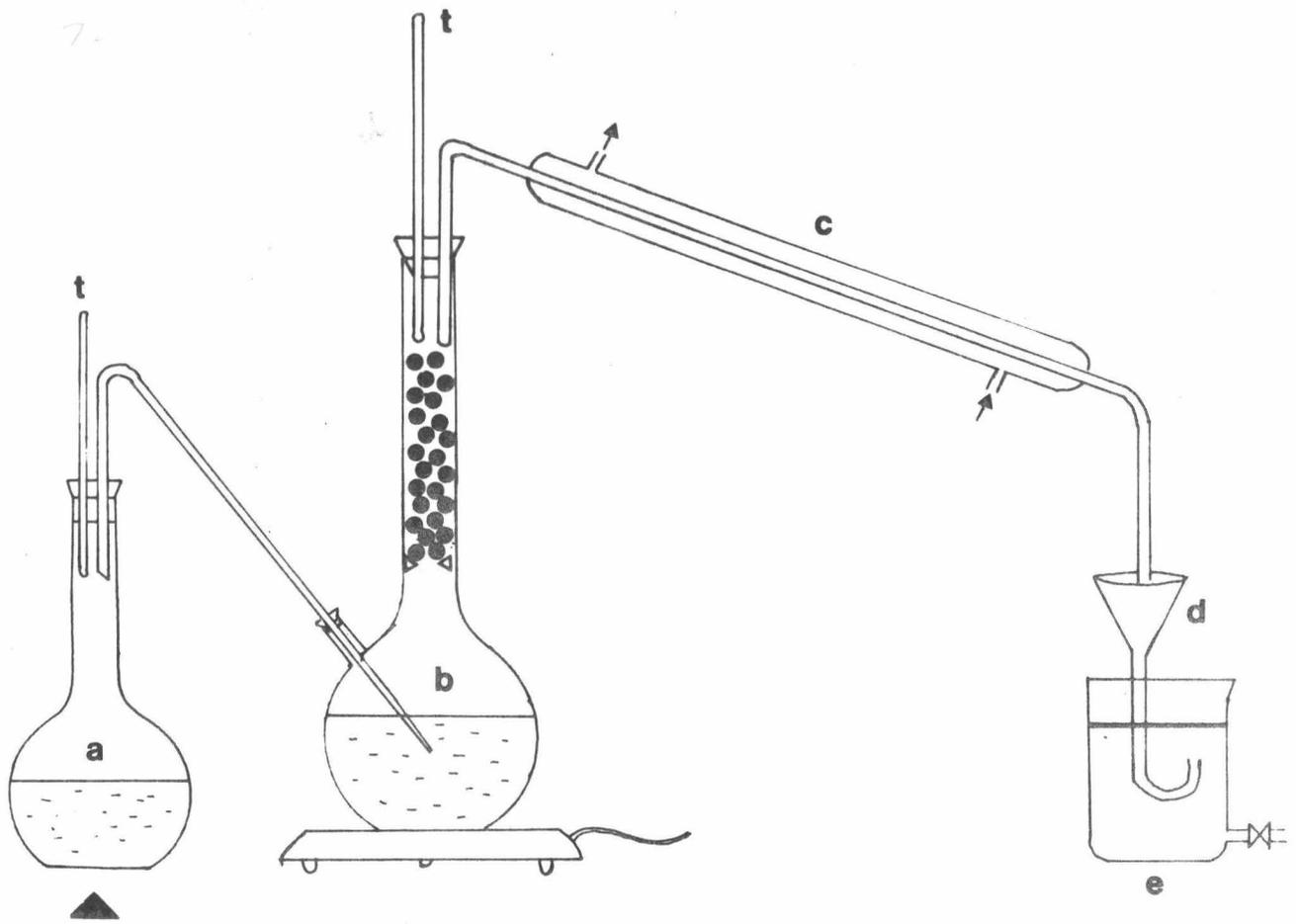


fig. 4

De este modo se forma una mezcla gaseosa que va concen---
trándose en el componente volátil (aceite), si el contacto de las burbu
jas, con el líquido fuese suficientemente prolongado, la presión parcial
de aquel sería la de equilibrio con la carga. Sin embargo las condicio-
nes prácticas de contacto no permiten alcanzar este valor.

CODIFICACION:

- a Matraz generador de vapor de agua.
- b Matraz destilador con resistencia para calentamiento.
- c Condensador.
- d Embudo.
- e Vaso decantador.
- t Termómetro.

CALCULO DE LA EFICIENCIA EXPERIMENTAL.

PROCEDIMIENTO.

Se procedió a medir la cantidad de agua necesaria, para ---
arrastrar la mayor cantidad de aceite. Se fijó el tiempo de una hora, -
pues se vió experimentalmente que al término de este tiempo se agota -
el aceite de la cáscara y si se prosigue el tiempo de la destilación se -
se extraen compuestos de alto punto de ebullición que disminuyen su ca
lidad.

Los datos obtenidos en el experimento, se muestran en la Ta
bla II.

Las muestras 1 y 2 fueron de lotes diferentes y las tres restantes corresponden a un mismo lote.

TABLA II

Muestra	peso de cáscara g.	V_i ml	V_f ml	V_B ml	$W_{Ai} = V_i \rho_{\text{agua}}$ g.
1	40	675	415	0.82	661.5
2	42	580	358	1.03	568.4
3	60	500	320	0.95	490
4	45	526	364	1.08	515.5
5	60	538	350	1.23	527

$W_B = V_B \rho_B$ g.	$W_{Af} = V_f \rho_{\text{agua}}$ g.	$\frac{W_{Ai}}{W_B}$	$\frac{W_{Af}}{W_B}$	E %
0.701	406.7	952.3	578.7	60.7
0.881	350.8	645.0	398.2	61.7
0.812	313.6	603.4	386.2	64.0
0.932	356.7	553.1	382.7	69.2
1.051	343.0	500.9	326.0	65.2

Simbología:

V_i Volumen inicial de agua ml.

V_f Volumen de agua condensada (vaso decantador) ml.

V_B Volumen de aceite obtenido ml.

W_{Ai} Masa inicial de agua g.

W_B masa de aceite obtenido g.

W_{Af} Masa de agua final g.

Datos:

$$\rho_{\text{agua}} = 0.98 \text{ g/ml.}$$

$$\rho_{\text{aceite}} = 0.855 \text{ g/ml.}$$

Como se puede apreciar en la tabla II, las muestras 1 y 2 tienen una eficiencia baja, en comparación con las demás muestras, esto se debió a que las muestras citadas destilaron más rápido. Sin embargo se puede decir que las eficiencias son aceptables y el valor medio de éstas es de 64%.

En base a estos datos, se calculó el calor necesario para calentar y evaporar la carga.

Calor necesario para calentar la carga:

$$Q_1 = W_1 C_p^- \Delta t \dots\dots\dots (12)$$

Donde:

Q_1 calor sensible kcal. o cal.

W_1 masa inicial de agua y aceite.

C_p^- calor específico medio en la alimentación.

Δt $t_2 - t_1$

t_1 temperatura inicial

t_2 temperatura de ebullición del aceite.

De datos experimentales, obtenidos con una eficiencia del --
64% se tiene:

$$W_1 = 490 \text{ g agua} + 0.812 \text{ g aceite} \quad (\text{ver tabla II})$$

$$W_1 = 490.812 \text{ g en alimentación.}$$

$$\Delta t = t_2 - t_1$$

$$t_2 = 91.5^\circ\text{C}$$

$$t_1 = 20^\circ\text{C}$$

$$\Delta t = 71.5^\circ\text{C}$$

Cálculo del $C_{\bar{p}}$ en la alimentación.

$$C_{\bar{p}} = (C_p \text{ aceite} \times \text{aceite}) + (C_p \text{ agua} \times \text{agua}) \dots (13)$$

C_p aceite en 3-133 Perry

$$C_p \text{ aceite} = \frac{A}{\sqrt{d}} + B(t-15)$$

donde A y B son constantes para el aceite. A = 0.45, B = 0.0007

$$t = \text{temperatura de destilación.} = 91.50^\circ\text{C}$$

$$d = 0.856 \text{ g/ml. densidad del aceite.}$$

$$C_p \text{ aceite} = 0.53 \text{ cal/g. }^\circ\text{C} \quad X \text{ aceite} = 0.015$$

$$C_p \text{ agua} = 1.0 \text{ cal/g. }^\circ\text{C} \quad X \text{ agua} = 0.985$$

Sustituyendo valores en la ecuación 13.

$$\bar{C}_p = 0.99295 \text{ cal/g }^\circ\text{C}$$

y finalmente, sustituyendo valores en la ecuación 12 tene---
mos:

$$Q_1 = (490.812 \text{ g}) (0.99295 \text{ cal/g }^\circ\text{C}) (71.5^\circ\text{C})$$

$$Q_1 = 35\,020 \text{ cal. o } 35.020 \text{ kcal.}$$

Calor necesario, para llevar a cabo el arrastre:

$$Q_2 = W_1 \lambda_W \dots\dots\dots (14)$$

donde:

λ_W calor latente de vaporización.

Q_2 calor para llevar a cabo el arrastre.

Para calcular el calor latente de vaporización en la alimentación, hay que considerar el calor latente del vapor y el calor latente del aceite, sin embargo como es tan pequeña la cantidad de aceite en comparación con el agua se puede despreciar.

λ_W del apéndice "G" del Mc Cabe = 543 cal/g a 91.5°C

$W_1 = 490.812$ g.

Substituyendo en la ecuación 14

$$Q_2 = (490.812) (543) = 266\,504 \text{ cal. } \text{ ó } 266.504 \text{ kcal.}$$

Por lo tanto, el calor total suministrado, tanto para calentar, como para evaporar 0.812 g de aceite será:

$$\begin{aligned} Q_T &= Q_1 + Q_2 \\ &= 35.020 + 266.504 = 301.524 \text{ kcal.} \end{aligned}$$

Los resultados experimentales quedan resumidos a continuación:

Presión de operación 585 mm. de Hg.

Vapor total 490 g.

Temperatura de destilación del aceite ...	91.5°C
Presión de vapor del agua.	536 mm. de Hg.
Presión de vapor del aceite.....	49 mm. de Hg.
Relación agua aceite.	603.3
Calor total necesario	301.524 kcal.
Vapor condensado	166.4 g
Aceite obtenido	0.812 g.

PRUEBAS DE CONTROL DE CALIDAD DEL ACEITE
ESENCIAL DE LIMON OBTENIDO EXPERIMENTAL-
MENTE.

Prueba Organoléptica. - El aceite obtenido tiene una aparien-
cia cristalina, mientras que a medida que pasa el tiempo, la muestra -
adquiere un color amarillento debido a la oxidación o polimerización --
que ocurre bajo la influencia del oxígeno atmosférico. Posee un aroma
fresco y pronunciado.

Prueba de índice de refracción. - El índice de refracción es
una característica constante para un medio particular, se emplea pa-
ra la determinación de la pureza del aceite.

Aparatos y Equipos.

El instrumento que se utilizó para la determinación es el re-
fractómetro de Abbé. Este refractómetro lee directamente el índice de
refracción y solo requiere una gota de muestra. Se emplea luz blanca y

para prevenir un límite indistinto coloreado entre la luz y los campos oscuros, debidos a las diferencias en los índices refractivos, para la luz de longitudes de onda diferentes, se colocan dos prismas de visión directa, uno arriba de otro, enfrente del objetivo del telescopio. Estos prismas están contruñdos de variedades diferentes y están diseñados para no desviar el rayo de luz correspondiente a la línea "D" del sodio.

Técnica. - Colocar el instrumento en una posición que se difunda luz de día. Circular a través de las camisas de los primas agua, con el objeto de controlar la temperatura (20° C) por medio del termómetro que está insertado en la camisa de agua. Limpiar cuidadosamente los prismas con alcohol, abrir el doble prisma y colocar unas gotas de la muestra, cerrar firmemente los prismas, mover el compensador hasta encontrar el campo de visión, la línea divisoria de estas porciones se ajusta al borde de la línea hasta que quede en el punto de intersección del cruce de los ejes. Se lee el índice de refracción en las escalas del sector y se efectúan otras dos lecturas para asegurar la temperatura.

Resultados:

El índice de refracción de la muestra de aceite de limón resultó ser de 1.4748 quedando dentro de las normas de calidad de la Secretaría de Industria y Comercio. ✓

Se tomó el índice de refracción de varias concentraciones --

del aceite obtenido con alcohol etílico 96% con los sig. resultados.

Concentración I. - 0.1 ml de aceite y 3 ml. de alcohol.

$$n_D^{20^\circ\text{C}} = 1.3625$$

Concentración II. - 0.1 ml. de aceite y 2 ml de alcohol

$$n_D^{20^\circ\text{C}} = 1.3630$$

Concentración III. - 0.1 ml. de aceite y 1 ml. de alcohol.

$$n_D^{20^\circ\text{C}} = 1.3640$$

Concentración IV. - 0.1 ml de aceite y 0.5 ml de alcohol

$$n_D^{20^\circ\text{C}} = 1.3653$$

Dichos resultados se muestran en la figura 5.

Determinación de Densidad relativa.

La densidad relativa de un aceite a una temperatura determinada, se define como la relación entre el peso de un volumen dado de aceite y el peso de un volumen igual al del agua, a la misma temperatura.

Procedimiento:

Para efectuar esta determinación, se utilizó un picnómetro de 10 ml. Se realizaron tres pesadas.

En la primera pesada se determinó, la masa del picnómetro vacío M_1 .

En la segunda pesada, el picnómetro se llena con agua destilada y se determina su masa M_2 .

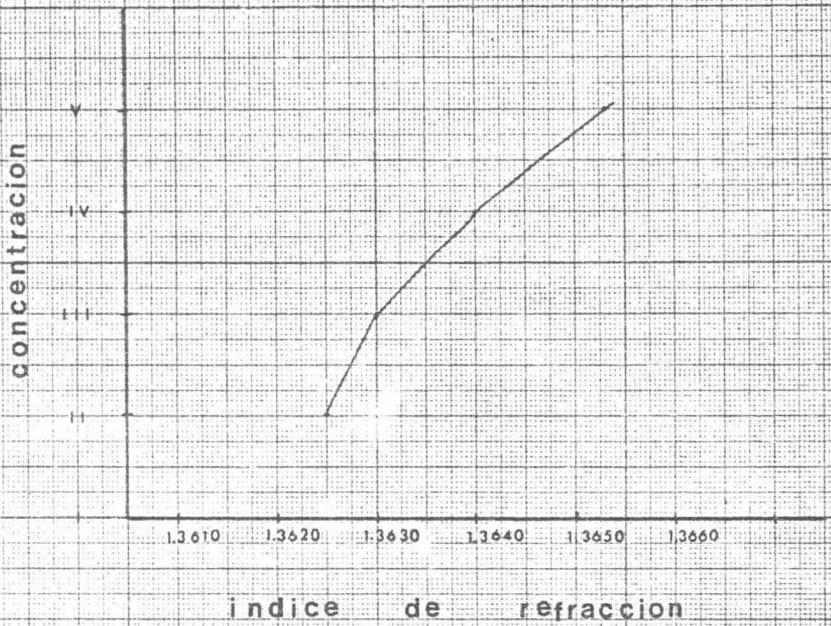


fig. 5

En la tercera pesada, se llena el picnómetro con aceite y se determina su masa M_3 .

De tal manera, que para obtener la densidad relativa de cada muestra de aceite se utilizó la siguiente fórmula:

$$d = \frac{M_3 - M_1}{\frac{M_2 - M_1}{V_A} V_B}$$

donde:

V_B y V_A son los volúmenes de aceite y agua respectivamente.

De acuerdo con estos conceptos, se obtuvo la densidad relativa de tres muestras de aceite esencial de limón obtenido experimentalmente a 23°C , pero como generalmente esta constante se determina a 25°C , se corrigieron sus valores en base a las experiencias de Schreiner y Downer que encontraron un factor de 0.00064 por cada grado en temperaturas de $15-25^{\circ}\text{C}$.

Resultados:

Muestra I	$d_{25/25^{\circ}\text{C}} = 0.8564$
Muestra II	$d_{25/25^{\circ}\text{C}} = 0.8566$
Muestra III	$d_{25/25^{\circ}\text{C}} = 0.8562$

La densidad relativa del aceite de limón obtenido, cumple --



con las normas de calidad de la (E.O.A.) (7) que fijan como valores (0.855-0.863) y nos da también un valioso dato acerca de la presencia de terpenos residuales, que poseen una densidad relativa baja. ✓

Determinación de Rotación Óptica.

La rotación óptica, es la variación de posición del plano de polarización de la luz que se produce, cuando un haz de luz polarizada pasa a través de una sustancia.

El método está fundado en la propiedad que poseen los aceites esenciales de modificar el plano de vibración de un rayo de luz polarizada, de tal forma que el rayo emergente, tiene un valor angular medible, con respecto al plano formado entre ambos rayos. Esta actividad óptica depende del aceite esencial y se expresa como rotación angular.

Aparato.

Se utilizó el polarímetro de Schmidt Haensch, que consiste de las siguientes partes básicas:

1. - Fuente de luz.
2. - Polarizador.
3. - Analizador.
4. - Círculo graduado, para medir la cantidad de rotación.
5. - Tubo para muestra.

Procedimiento y Resultado.

Se empleó en la medición luz de sodio (5890-5896 Å), se --
ajustó el aparato a cero con agua destilada, se colocó el aceite esen--
cial de limón en un tubo de 100 mm. y se hicieron 5 lecturas y el pro--
medio de ellas para la muestra fué de:

$$(5890-5896 \text{ Å }) \alpha_{20^{\circ}\text{C}} = + 34^{\circ}$$

Resultado que cumple con las normas de calidad de la E.O. - ✓

A. La determinación de la rotación óptica, también proporciona una --
buena indicación acerca del porcentaje de terpenos; es decir la mues--
tra posee una gran cantidad de terpenos.

✓ Determinación de Solubilidad. (1)

Esta prueba es de gran importancia, pues nos da una evalua--
ción de la calidad del aceite esencial obtenido, ya que los aceites que --
contienen componentes oxigenados, son más fácilmente solubles en al--
cohol diluído, que los aceites que contienen gran cantidad de terpenos.

Técnica.

Con una pipeta graduada de un ml. dividida en centésimos se --
introdujo 0.1 ml. de aceite en un frasco y ahí se agregó lentamente y --
con agitación alcohol hasta obtener una solución clara y se agregó un --
exceso para observar si se mantenía la solución clara, o si se notaba --
alguna turbidez, anotando el volumen correspondiente de alcohol.

Resultados.

Se aplicaron las pruebas a tres muestras, previamente congeladas, para precipitar ceras, con los siguientes resultados: (fig. 6)

alcohol %	ml. de alcohol agregados para obtener una solución clara.		
	3 días	8 días	15 días
96	0.25	0.27	0.30
90	0.76	0.77	0.79
80	2.50	2.53	2.60
70	11.0	11.0	12.0

Las variaciones en ml. de alcohol adicionado, depende de -- las características de la muestra obtenida, ya sea por el tiempo de almacenamiento que tenga la muestra y su consecuente polimerización o bien el agotamiento excesivo que puede ocasionar, la extracción de mayor número de constituyentes de alto punto de ebullición, dando lugar a valores bajos de solubilidad. Sin embargo con los resultados obtenidos se comprueba que el aceite es aceptable; pero como contiene una gran cantidad de terpenos no es posible utilizarlo en bebidas alcohólicas.

Análisis por Cromatografía en fase vapor.

Como sucede en otras ramas de la química orgánica, el rápido adelanto de la química de los aceites esenciales, es el resultado de conquistas logradas en la determinación de su estructura. Tal cosa --

curva de solubilidad del

aceite de limón destilado

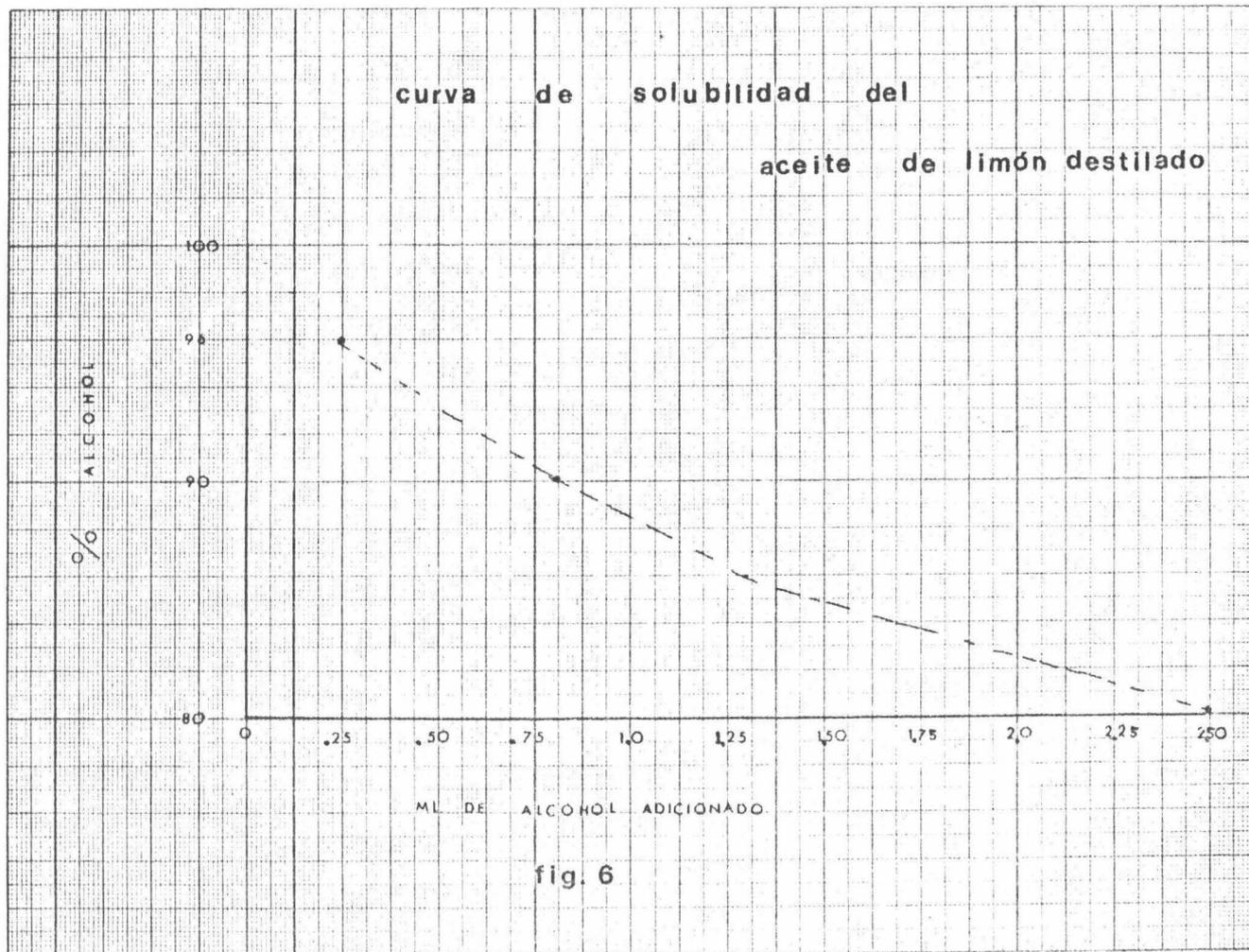


fig. 6

fué posible mediante el empleo de métodos físico-químicos, como lo --
 son las técnicas de separación cromatográficas, mediante las cuales --
 pueden evaluarse las propiedades y valores sensoriales de esos ingre--
 dientes como sustancias aromáticas y su contribución a la fragancia de
 los aceites.

Trabajo: Identificación y cuanteo de limoneno, α pineno, --
 β pineno y γ terpineno, en dos muestras de aceite esencial de limón.

Equipo: Cromatógrafo de gases Perkin Elmer F-11

Columna 5% Carbowax 20 M sobre Chromosorb-AW DMCS --
 80/100 de acero inoxidable, 6 ft. y 1/8"

Detector de ionización de flama.

Condiciones:

Flujo	N ₂	30 ml/min.
	Aire	300 ml/min.
	H ₂	25 ml/min.

Temperaturas:

Detector 250°C

Inyector 275°C

Columna Temperatura programada.

30°C (5 min) -- 150°C a 10°C/min.

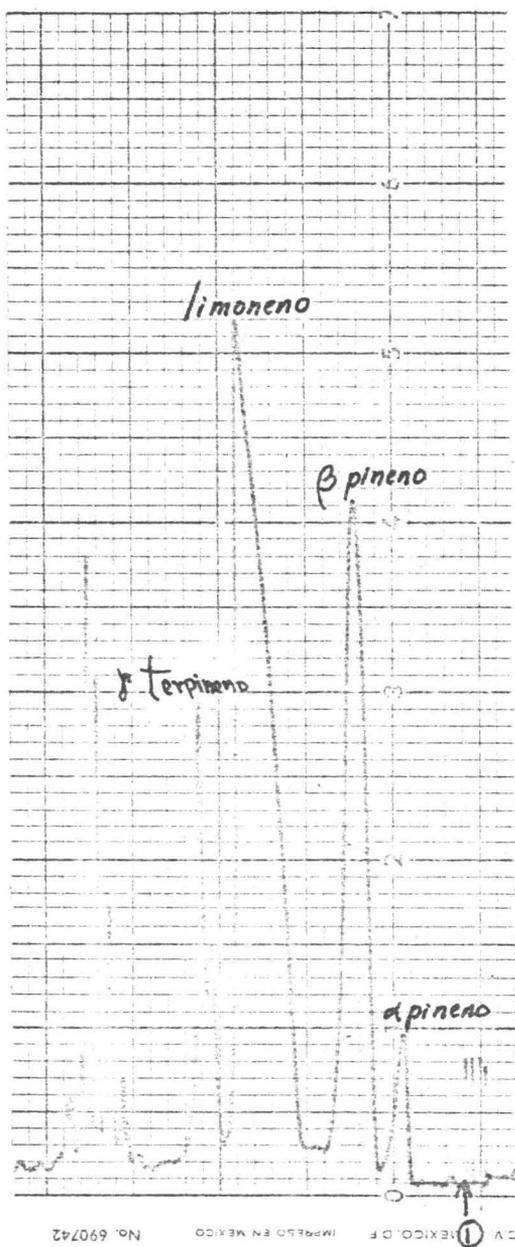
Resultados:

Muestra I (fig. 7)

- α pineno 3.6% en peso
- β pineno 22.4% en peso
- δ -limoneno 46.4% en peso
- γ terpineno 12.4% en peso

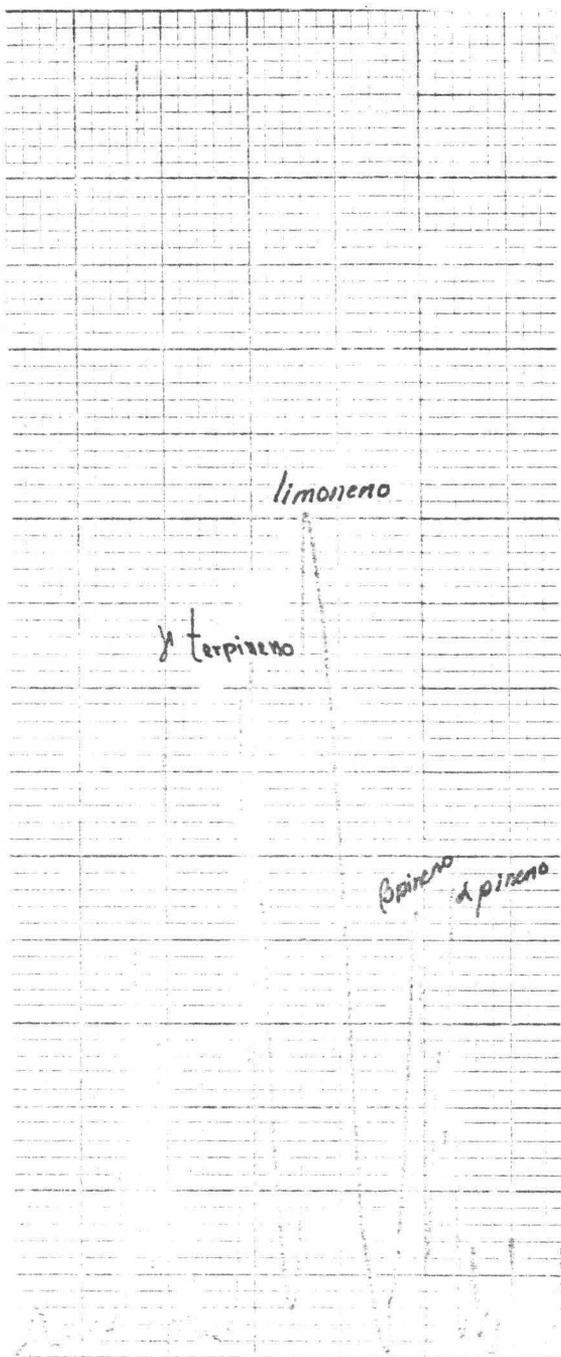
Muestra II (fig. 8)

- α pineno 2.2% en peso
- β pineno 2.4% en peso
- δ -limoneno 49.6% en peso
- γ terpineno 15.2% en peso



muestra I

fig. 7



muestra II

fig. 8

CAPITULO V

ADAPTACION DEL PROCESO A PLANTA PILOTO

CAPITULO V

ADAPTACION DEL PROCESO A PLANTA PILOTO

ACLARACIONES ACERCA DEL FRUTO.

Para la obtención del aceite esencial de limón en planta piloto, se pidió inicialmente una caja de limones a Tecomán Col., pero al llegar la caja a esta ciudad, no se pudo utilizar, debido a que en el --- transcurso del envío, la fruta había madurado no siendo útil para la ob- tención del aceite esencial, razón por la cual se utilizó fruta de Apat-- zingán Mich., que es la que cubre las demandas en esta ciudad.

A continuación se anexan los datos obtenidos en las pruebas de planta piloto.

DESCRIPCION DEL DESTILADOR EXTRACTOR.

De acuerdo con los experimentos realizados en el laborato-- rio y las recomendaciones para la producción de aceite de limón desti- lado, se encontró que el equipo para realizar la destilación por arras-- tre con vapor, que cumple con las características tanto de operación - como de adaptabilidad fue el destilador-extractor Brighton Copper --- Works, Inc. Cincinnati Ohio (fig. 9) que consta esencialmente de:

a) evaporador, b) destilador y c) condensador.

Este equipo es utilizado para extraer productos vegetales de semillas, cereales, hojas, etc., por medio de un disolvente orgánico y su posterior recuperación.

a) Evaporador. - Está unido por la parte superior al condensador; en la parte media tiene insertado un embudo por donde es introducido el disolvente; por lo que se refiere a la parte inferior consta de un sistema de precalentadores que evaporan el disolvente orgánico, para la extracción de varios productos; en la parte más baja se recupera el extracto y el disolvente contaminado es recirculado al destilador.

b) Destilador. - Tiene una longitud de 1.60 m., con 0.77 m. de altura, 0.20 m. de diámetro inferior y 0.30 m. de diámetro superior, tiene una capacidad para 38 l. La parte inferior está enchaquetada para lograr el calentamiento de los disolventes, por el fondo del destilador se puede introducir vapor vivo en dos puntos diferentes para asegurar una mayor agitación. La carga en este equipo es en forma intermitente y las condiciones de operación se regulan con los instrumentos de medición que se encuentran en la parte superior del destilador.

c) Condensador vertical. - Tiene 0.86 m. de largo, posee a la salida una mirilla de vidrio para observar las primeras gotas de destilado.

Este equipo está diseñado de tal manera que el evaporador -

Destilador — extractor

NO



✓

fig. 9

puede ser anulado cuando se necesite.

MODIFICACIONES AL EQUIPO.

En virtud de que el equipo anteriormente descrito, tenía que utilizarse para prácticas de ingeniería química, se hicieron adaptaciones de tal manera que se pudiese operar tanto en las prácticas de destilación-extracción, como en la destilación por arrastre con vapor del aceite de limón.

1. - Se construyó una canastilla cilíndrica de acero inoxidable, malla 20, de 0.20 m. de diámetro y 0.40 m. de alto con una capacidad de 12.56 l., con el objeto de retener las porciones de cáscara y evitar así que se pudiese tapar algún conducto; sin embargo como algunas partículas de cáscara y detritos del endocarpio lograban pasar a través de la malla impurificando el producto, se le adaptó a la canastilla una franela que hacía las veces de un colador, ayudando a obtener un aceite de mejor calidad.
2. - Debido a que algunas líneas se encontraban deterioradas y muchas otras tenían que ser modificadas, se adquirió un tubo de cobre de 0.5 pulgada de diámetro.
3. - Se adaptaron dos válvulas de compuerta, de $3/8$ de pulgada de diámetro y 125 lb.; una para la introducción de vapor directo y la otra para la introducción de vapor al encamisado; además se colo

caron sobre la línea de vapor directo dos válvulas de retención en dos puntos diferentes, en la parte inferior de la torre para distribuir más uniformemente el vapor a través de la carga.

- 4.- Para recolectar el destilado, se construyó un vaso decantador, -- con un garrafón de vidrio, de una capacidad de 3.785 l., al cual -- se le conectó en la parte inferior una llave de vidrio, para elimi-- nar el agua.
- 5.- Por lo que se refiere a los instrumentos de medición, se coloca-- ron dos manómetros; uno en la línea de entrada de vapor al siste-- ma y otro en la parte superior del destilador. Estos fueron de gran utilidad para controlar la presión del vapor y evitar que se quema-- ra el aceite, además se colocó un termómetro para conocer la -- temperatura a la cual se lleva a cabo la destilación.

Adaptacion a Planta Piloto

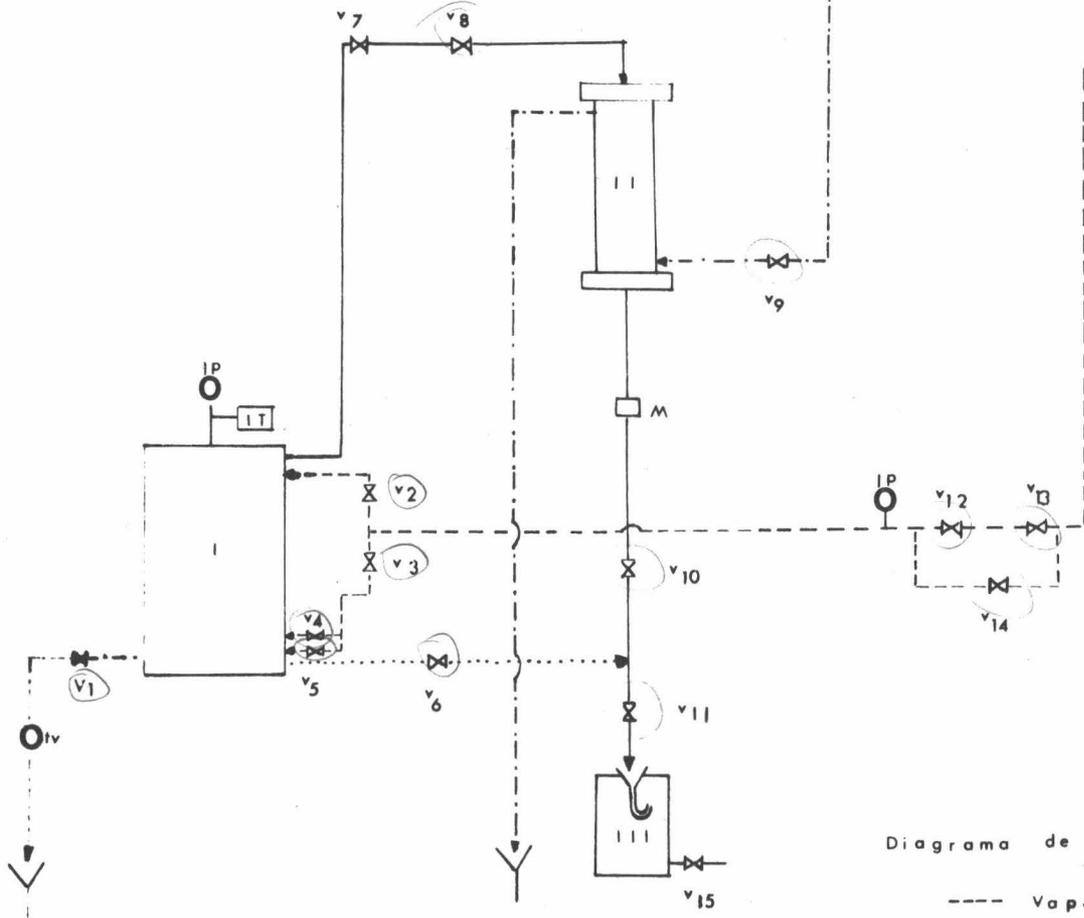


fig.10

Diagrama de Flujo

- Vapor
- Producto
- - - - Agua
- Residuo

Codificación del Equipo (fig. 10)

- I Destilador.
- II Condensador.
- III Vaso decantador.

a) Instrumentos de Control y Medición.

- I. P. Indicador de presión.
- I. T. Indicador de temperatura.
- T. V. Trampa de vapor.
- M. Mirilla de condensado.

b) Válvulas.

- V₁ Salida de condensado del encamisado.
- V₂ Entrada de vapor al encamisado.
- V₃ Entrada de vapor a la torre de destilación.
- V₄ y V₅ Válvulas de retención para entrada de vapor.
- V₆ Descarga del residuo.
- V₇ De seguridad.
- V₈ Entrada de vapores agua-aceite al condensador.
- V₉ Entrada de agua de enfriamiento al condensador.
- V₁₀ Salida de condensado (agua-aceite).
- V₁₁ Descarga de agua-aceite al vaso decantador.
- V₁₂, V₁₃ y V₁₄ Introducción del vapor de calentamiento al sistema.

V₁₅ Recuperación de Vapor Aceite

V₁₅ Recuperación de aceite.

OPERACION DEL EQUIPO.

Una vez preparada la cáscara, es introducida al destilador, - en la canastilla de acero inoxidable, donde son retenidas porciones de - cáscara que impurifican el producto. A continuación se agrega un volu- men de agua conocido, con el fin de ayudar a mejorar las condiciones - de agitación en la carga. Generalmente este volumen era de 8 a 10 l. - es decir el necesario para cubrir la canastilla. Introducida la mezcla a destilarse, se procede a tapar el destilador y comenzar la operación.

Para iniciar la destilación por arrastre con vapor, se abre - completamente la válvula V₁₂ y se regula el caudal de vapor que entra al equipo con la válvula V₁₃, que se muestra en la figura 10.

La operación de estas válvulas es de gran importancia, pues to que con su manejo se regula la presión del vapor de arrastre y con ello las cualidades organolépticas del aceite.

Para precalentar la mezcla y evitar la condensación, se --- abre la válvula V₂ de alimentación de vapor al encamisado, durante 10 min. Inmediatamente después se cierra ésta válvula y se abren las vál- vulas V₃ y V₄ que dan paso al vapor directo a la torre. A los 35 min. - de haber introducido el vapor directo al destilador, el aceite arrastra- do con el vapor de agua, asciende al condensador y al observar por la mirilla las primeras gotas de destilado, se abren las válvulas V₁₀ y -

V_{11} de la línea de descarga, al vaso decantador para separar el agua - del aceite.

Entre los problemas que se presentaron durante la operación del equipo, cabe mencionar los siguientes:

a) No existía un control sobre la presión de vapor, ya que - un descuido ocasiona que en unos cuantos segundos, la presión del va- - por aumenta y con ello se tiene una alteración en el equilibrio de la des - tilación, ocasionando pérdidas de producto y tiempo en la preparación - de otro experimento.

b) El precalentamiento era demasiado, dando lugar a que el aceite se quemara en las paredes calientes del destilador.

c) El empaque existente en la tapa del destilador, no permiti- - tía una buena operación, debido a que se presentaban fugas de vapor, - ocasionándose con ello pérdidas de aceite en el sistema.

Para dar solución a los problemas anteriores se determinó:

a) Controlar la presión del vapor saturado, cerrando un po- - co la válvula V_{12} y regulando la entrada del vapor con V_{13} , hasta que - la presión del vapor se mantuviera en el rango de 0.2 a 0.4 kg/cm².

b) Se eliminó el calentamiento indirecto, para evitar que el - aceite se quemara y se disminuyó el volumen de agua inicial; ya que al - eliminar el calentamiento indirecto, se aumenta la condensación de va- - por de agua.

c) Por lo que se refiere al empaque de hule, se le acondicionó otro de asbesto, a fin de que la tapa asentara perfectamente, impidiéndose con ello, las fugas que se habían presentado anteriormente.

Una vez operando en condiciones satisfactorias, se determinó la temperatura de destilación, la cual resultó ser de 92°C misma temperatura que se obtuvo en las pruebas efectuadas en el laboratorio y la propuesta por Hausbrand (6).

En cuanto a la presión de vapor saturado óptima para llevar a cabo la destilación, resultó ser de 0.25 Kg/cm^2 . A ésta presión de vapor la destilación se lleva a cabo lentamente y el aceite obtenido es de buena calidad.

CALCULO DE LA EFICIENCIA DE EVAPORACION EN PLANTA PILO
TO.

TABLA III

muestra	peso de cáscara	V_i	V_f	V_B	W_{Ai}
	g.	l.	l.	l.	kg.
1	800	20.105	9.6	0.015	19.698
2	600	17.50	12.0	0.010	17.150
3	400	16.0	9.2	0.0084	15.680
4	600	21.5	14.5	0.0106	21.070

W_B	W_{Af}	$\frac{W_{Ai}}{W_B}$	$\frac{W_{Af}}{W_B}$	E
kg.	kg.			%
0.00855	11.760	2005	1375	65
0.012825	9.408	1530	735	49
0.007182	9.16	2183	1255	57
0.00906	14.210	2325	1568	65

Simbología :

- V_i volumen inicial de agua (l)
 V_f volumen de agua condensada (vaso decantador) (l)
 V_B volumen de aceite obtenido. (l)
 W_{Ai} masa inicial de agua. (kg)
 W_B y W_{Af} masa de aceite y masa de agua final. (kg)
E eficiencia de vaporización. (%)

TABLA IV

Tiempo min.	muestra 1		muestra 2		muestra 3		muestra 4	
	aceite ml.	flujo ml/min	aceite ml.	flujo ml/min	aceite ml.	flujo ml/min	aceite ml.	flujo ml/min
15	0.5	146	0.30	120	0.20	128	0.25	160
30	0.2	143	0.18	116	0.10	104	0.20	190
45	0.18	139	0.10	102	0.03	104	0.12	210
60	0.08	140	0.05	100	0.02	110	0.05	220
75	0.02	139	0.02	100	±	110	±	210
90	±	130	±	100	±	110	±	210
105	±	130	±	102	±	111	±	210

± a éste tiempo se agota el aceite de la cáscara.

Características :

Color	amarillo claro	verde oscuro	amarillo ámbar	amarillo claro
Olor	intenso	intenso y fresco	intenso	intenso
Sabor	ácido	ácido	ácido	ácido
$n_D^{20^\circ C}$	1.4747	1.476	1.4747	1.475
$d_D^{20^\circ C}$	+ 34°	+ 36°	+ 35°	+ 36°
$d_{25/25^\circ C}$	0.855	0.8560	0.855	0.8560
Solubilidad en - alcohol etílico de 80%	poco soluble	poco soluble	poco soluble	poco soluble

RESULTADOS :

Como se puede apreciar en la Tabla III la eficiencia media de vaporización es del 59% y comparada con la eficiencia de la tabla II que es del 64%, representa una eficiencia 5% más baja en planta piloto, que se debe a la mayor condensación del vapor de agua y la consiguiente disminución del vapor que arrastra al aceite.

Por lo que se refiere a la Tabla IV, se aprecia que a los 45 min. de haberse iniciado la destilación, se ha recuperado la mayor parte de aceite y a las 1.25 hr. se agota totalmente de la cáscara. También por lo que se refiere al flujo de destilado se ve que después de haber destilado la mayor parte del aceite, el flujo permanece constante.

Con respecto a las características del aceite, en general se puede afirmar que por las pruebas físicas efectuadas tales como, índice de refracción, rotación óptica, color, olor, sabor, solubilidad, cumplen con las normas de calidad de la (E.O.A.) mostradas en la Tabla I; pero la variabilidad de éstos valores, indican que el aceite contiene una gran cantidad de terpenos que limitan su uso a ingredientes aromáticos en bebidas no alcohólicas, pastelería y galletas, excluyéndolo de otras industrias, tales como: perfumería, jabones, cosméticos que requieren un sabor más pronunciado y refrescante.

Análisis por Cromatografía en fase vapor.

Determinación : Identificación y cuanteo de α , β pineno, δ terpineno y limoneno.

Equipo : Cromatógrafo Varian aerograph 2700 con detector de ionización de flama.

Columna: 5% Carbowax 20 M 80/100 Chromosorb-AW DMCS de acero - Inoxidable, 6 ft. y 1/8".

Condiciones :

Flujos	N ₂	25 ml/min
	Aire	300 ml/min.
	H ₂	25 ml/min.

Temperaturas :

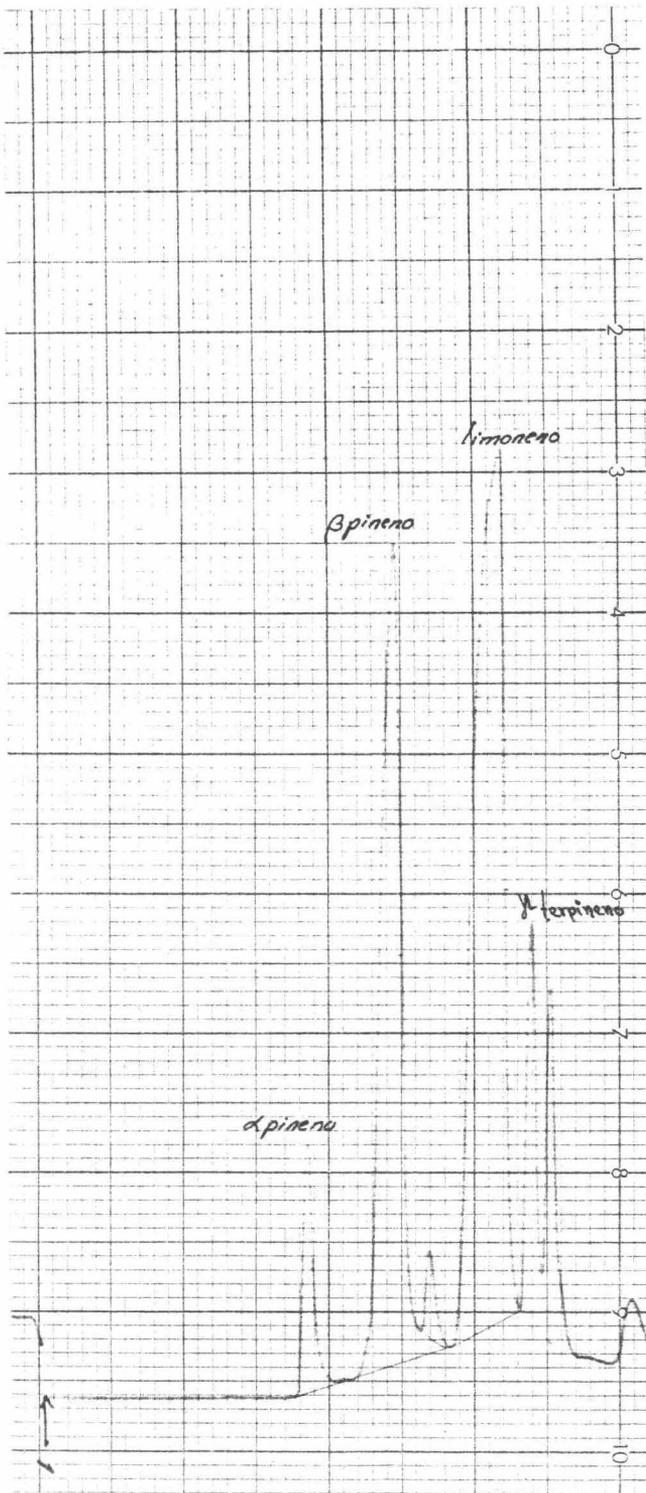
Detector 200°C

Inyector 205°C

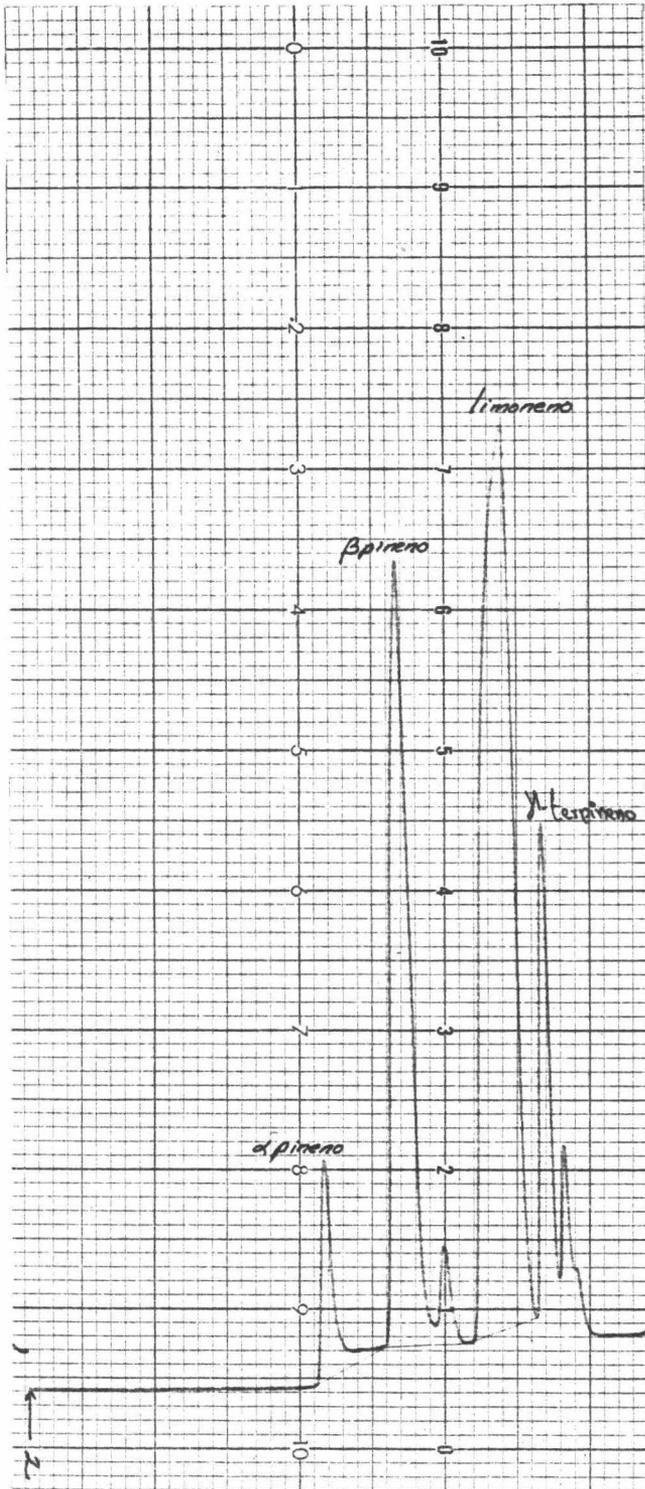
Columna - temperatura programada de 50-170°C con --
una velocidad de la programación de 1°C/ --
min.

Resultados : en porciento en peso

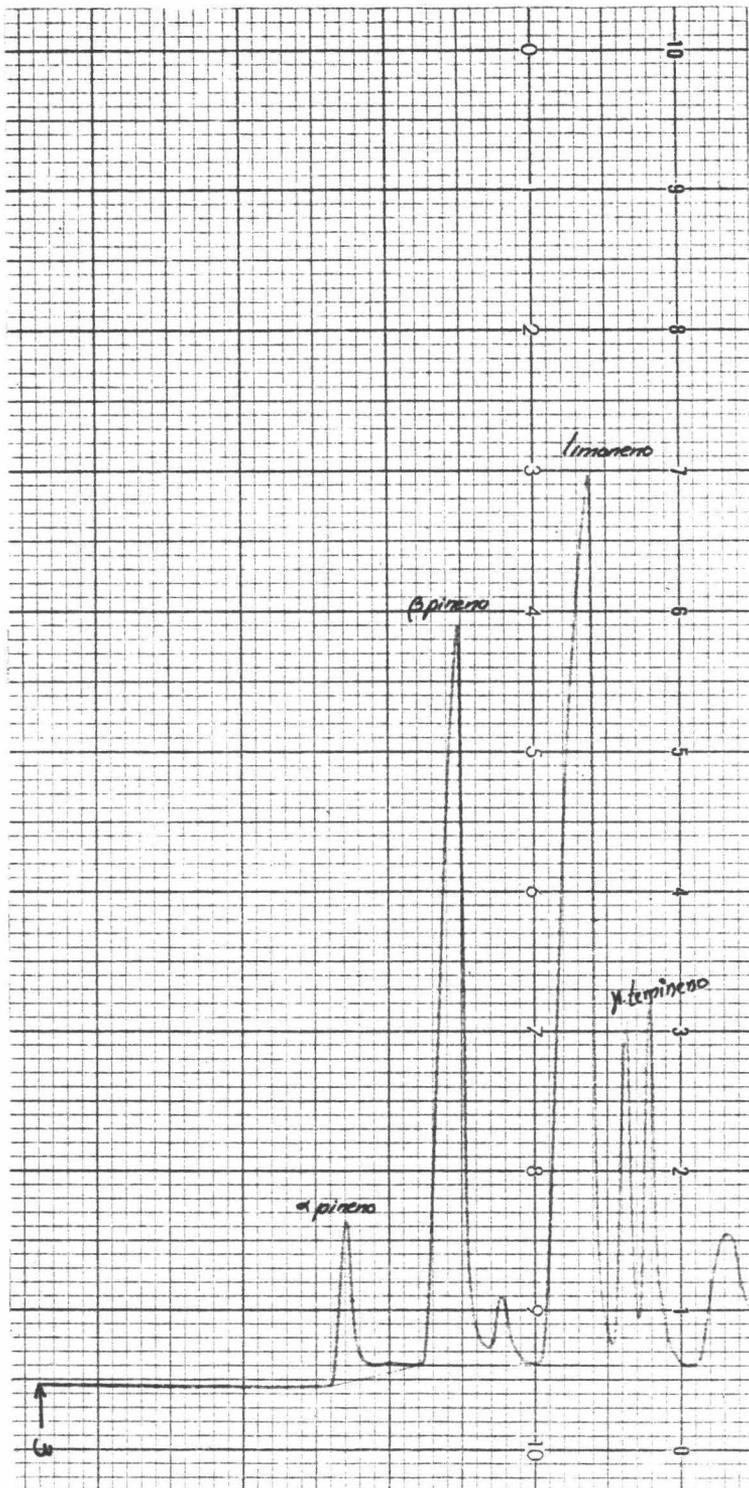
Muestra	1 (Fig. 11)	2 (Fig. 12)	3 (Fig. 13)
α pineno	2.2 %	2.3 %	1.6 %
β pineno	18.8 %	15.85 %	17.7 %
δ -limoneno	36.45 %	38.65 %	34.6 %
γ Terpineno	10.61 %	12.62 %	8.24 %



muestra 1
fig.11



muestra 2
fig.12



muestra 3
fig. 13

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

- 1.- El presente trabajo, cumple con los propósitos fijados en un principio, es decir fijar las condiciones de operación para efectuar -- la destilación por arrastre con vapor y la adaptación del proceso al laboratorio de ingeniería química.
- 2.- La obtención del aceite de limón operando sólo con la cáscara, -- en comparación con el proceso que opera con el fruto entero presenta varias ventajas como proporcionar un aceite de mejor calidad organoléptica y la conservación de las características naturales del jugo.
- 3.- Tanto las pruebas de laboratorio, como las de planta piloto, indican que el aceite obtenido cumple con las normas de calidad de -- la Essential Oil Association (E.O.A.); sin embargo ésta calidad se podría mejorar deterpenando el producto.
- 4.- Por lo que respecta a las eficiencias de evaporación del proceso -- en planta piloto (Tabla III) se aprecia que son más bajas que las -

obtenidas en el laboratorio (Tabla II) debido a las pérdidas por radiación; por lo que se aconseja aislar el cuerpo del destilador.

- 5.- El rendimiento del aceite, depende de la región productora del fruto y de la operación en la destilación; ya que una destilación rápida ocasiona que el rendimiento del aceite disminuya.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Bache O.E. Método analítico para la evaluación de aceites esenciales. Tesis U.N.A.M. Facultad de Ciencias Químicas. México (1967).
- 2.- Badger W.L. y McCabe W.L. Elements of Chemical Engineering. Ed. Mc. Graw Hill Book Co. New York (1936).
- 3.- Braverman J.B.S. Los agrios y sus derivados. Ed. Aguilar -- S.A. Madrid (1952).
- 4.- Braverman J.B.S. y Solomiansky L. Citrus Products. Interscience Publisher Inc. New York (1949).
- 5.- Brown G.G. Unit Operations. Ed. John Wiley. New York - - - (1953).
- 6.- Ellerbe R. W. Steam distillation basics. Chemical engineering-
4 105-12 (1974).
- 7.- E.O.A. Specifications and standards. Essential oil association of U.S.A. Inc. New York (1967).
- 8.- García A.H. Esencias naturales. Ed. Aguilar S.A. Madrid -- (1953).
- 9.- Gildemeister E. y Hoffman F. The volatile oils 3 Ed. John -- Wiley. New York (1959).
- 10.- Guenther E. Aceites esenciales. 1, 3 D'Van nostrand Co., Inc. New York (1960).

- 11.- Haro G. L. y Huet R. El aceite esencial de limón en México. --
Perf. Mod. 2 No. 24 16-23 (1971).
- 12.- Haro G. L. y Silva R. Evaluación del grado de concentración de
los aceites esenciales cítricos producidos en México. Perf. - -
Mod. 3 No. 33, 34 26-40 (1972).
- 13.- Hunter G. y Brodgen W. Análisis de los terpenos y sesquiterpe-
nos en algunos aceites cítricos. J. Food Science 30 383 (1965).
- 14.- Kirchner J.G. y Miller M. Ind. and Eng. Chem. 44 No. 2 --
318-21 (1952).
- 15.- Kirkbride C.G. Chemical engineering fundamentals. Ed. Mc.-
Graw Hill book Co. New York (1947).
- 16.- Leone P. Destilación fraccionada al vacío, para deterpenación-
de aceites esenciales. E. P. P. O. S.
28 No. 1 5-7 (1946)
28 No. 2 39-41 (1946)
28 No. 3 82-85 (1946)
- 17.- Ocón J. Elementos de Ingeniería Química. Ed. Aguilar S.A. --
Madrid (1952).
- 18.- Perry J. H. Chemical engineer's handbook. Ed. Mc. Graw - -
Hill book Co. New York (1950).
- 19.- Secretaría de Industria y Comercio (D.G.N.). Determinación-
de rotación óptica en aceites esenciales. Perf. Mod. 5 No. -
51 37-38 (1973).
- 20.- Shreve R. N. Chemical process industries. Ed. Mc. Graw - -
Hill book Co. New York (1967).
- 21.- Slater C. y Watkins L. Chemical transformations of lime oil. J.
Science Food Agric. 15 657-64 (1964).

22. - Stull D.R. Vapor pressure of pure substances organic.. Ind. -
Eng. Chem 39 517 (1947).
23. - Unión Nacional de Productores de Aceite de Limón. (U.N.P. -
A.L.) El aceite esencial de limón mexicano. México (1973).
24. - Webber H.J. The citrus industry 1 y 2 University of California
Press. Berkeley and Los Angeles (1948).
25. - Ziegler E. El análisis de los aceites Cítricos.
Perf. Mod. 4 No. 40 6-12 (1972).
4 No. 41 7-13 (1972).