



**UNIVERSIDAD
DE ANTIOQUIA**

**EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES DE
SUSTRATOS VEGETALES TERMOLÁBILES
MEDIANTE ARRASTRE CON SOLVENTES
ORGÁNICOS.**

Autor(es)

Hugo Alexander Mejía Botero
Andrés Felipe Ortiz Restrepo

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería
Departamento de ingeniería química
Medellín, Colombia
2021



EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES DE
SUSTRATOS VEGETALES TERMOLÁBILES MEDIANTE
ARRASTRE CON SOLVENTES ORGÁNICOS.

Hugo Alexander Mejía Botero
Andrés Felipe Ortiz Restrepo

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:

Ingeniero químico

Director:

M. Sc. Mauricio Esteban Sánchez

Co-asesor:

Farlán Taborda Agudelo

Grupo de investigación:

SIDCOP

Hugo Alexander Mejía Botero, ingeniero químico

Andrés Felipe Ortiz Restrepo, ingeniero químico

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería, Departamento de ingeniería química

Medellín, Colombia

2021.

Agradecimientos

Queremos agradecerle especialmente al profesor César Augusto Vásquez, quien aportó su amplio conocimiento en los procesos de fabricación de equipos y extracción de aceites esenciales y nos brindó su apoyo en cada una de las etapas para culminar con éxito este proyecto; le agradecemos también por ofrecernos los recursos y herramientas necesarias para llevar a cabo la experimentación requerida.

Agradecemos con total deferencia al profesor Mauricio Sánchez por sus enseñanzas durante este proyecto, por brindarnos una constante asesoría, permitiendo que cada etapa del proceso tuviera todo lo necesario para llevarse a cabo de manera satisfactoria.



1. Resumen

El siguiente informe recoge el análisis experimental en el proceso de extracción de aceites esenciales de sustratos termolábiles a condiciones moderadas en manzanilla, jazmín y caléndula, para ello, se diseñó un proceso de extracción que obligó al diseño, construcción, operación y llevada a punto del equipo, siguiendo la reglamentación y recomendaciones del código ASME.

Fue necesario el cálculo de las condiciones de operación: temperatura, presión y volumen de diseño, partiendo de ello fue posible conocer la geometría y posición del recipiente, la forma seleccionada fue cilíndrica vertical, con férulas en ambos extremos y posicionado sobre tres soportes de espesor comercial calibre 3 mm.

El recipiente construido tiene un volumen de diseño de 700 mL, con un espesor de calibre de 2 mm en acero inoxidable 304, con el objetivo de maximizar la resistencia a la corrosión y a los esfuerzos mecánicos.

Se evaluaron los 3 materiales vegetales a 1000 psi y dos condiciones de temperatura 0 °C y 15 °C con la masa del material constante para cada experimento se encontró que el equipo diseñado genera un buen extracto para manzanilla y caléndula, para el jazmín no es concluyente.

Permitió determinar la cantidad de etanol suficiente para humectar el material vegetal como relaciones volumen/masa (mL etanol / g de flores) aproximadas de 6/1, 5/1 y 3/1 para caléndula, manzanilla y jazmín, respectivamente, observándose cualitativamente el efecto de la temperatura en la extracción. La variación del índice de refracción de los extractos jazmín fue muy pequeña, indicando que hubo una baja recuperación de aceites a las condiciones que se realizó la experimentación. Los rendimientos en los extractos de manzanilla, al parecer se ve más afectado por la relación material vegetal/alcohol, sin embargo, tiene un perfil organoléptico muy alto.

Palabras clave

caléndula, manzanilla, jazmín, aceites esenciales, extracto, diseño

2. Abstract

The following report collects the experimental analysis in the process of extracting essential oils from thermolabile substrates under moderate conditions in chamomile, jasmine and calendula, for this, an extraction process was designed that required the design, construction, operation and completion of the equipment, following the regulations and recommendations of the ASME code.

It was necessary to calculate the operating conditions: temperature, pressure and design volume, based on this it was possible to know the geometry and position of the container, the selected shape was vertical cylindrical, with ferrules at both ends and positioned on three thick supports commercial caliber 3 mm.

The constructed vessel has a design volume of 700 mL, with a 2 mm gauge thickness in 304 stainless steel, in order to maximize resistance to corrosion and mechanical stress.

The 3 plant materials were evaluated at 1000 psi and two conditions of temperature 0 °C and 15 °C with the mass of the material constant for each experiment, it was found that the designed equipment generates a good extract for chamomile and calendula, for jasmine it is not conclusive.

It allowed determining the amount of ethanol sufficient to moisten the plant material as volume / mass ratios (mL ethanol / g of flowers) of approximately 6/1, 5/1 and 3/1 for calendula, chamomile and jasmine, respectively, qualitatively observing the effect of temperature on extraction. The variation of the refractive index of the jasmine extracts was very small, indicating that there was a low recovery of oils under the conditions in which the experimentation was carried out. The yields in chamomile extracts, apparently it is more affected by the plant material / alcohol ratio, however it has a very high organoleptic profile.

Keywords

Calendula, chamomile, jasmine, essential oil, extract, design.



Tabla de contenido

1. Resumen	4
2. Abstract	4
3. Introducción	10
4. Objetivos	11
Objetivo general	11
Objetivos específicos.....	11
5. Marco Teórico	12
Aceites esenciales	12
Material vegetal termolábil.....	12
Manzanilla	12
Jazmín	13
Caléndula	13
Aplicaciones de los aceites esenciales[6]	13
Identificación de los diferentes métodos de extracción de aceites esenciales.....	14
1. Enfleurage	14
2. Extracción con solventes.....	15
3. Extracción con fluidos supercríticos	15
4. Hidrodestilación	16
5. Extracción por arrastre con vapor	16
Diseño de experimentos	16
Tipos de variables.....	16
Clasificación del diseño experimental[15]	16
6. Metodología	18
Revisión bibliográfica	18
Diseño mecánico	18
Condiciones de operación.....	18
Temperatura de diseño.....	18
Presión de diseño	19
Volumen de diseño	19
Selección de materiales	20
Relaciones y heurísticas.....	20
Selección tipo de soldadura	23
Costos	23
Diseño experimental.....	24
Variables críticas	24
Diseño de experimento 2^{k-p}	24

Experimentación.....	24
Esquema del equipo ensamblado.....	25
Preparación del material vegetal.....	25
Análisis de índice de refracción	30
7. Resultados y análisis	31
8. Conclusiones	34
9. Recomendaciones	35
10. Referencias Bibliográficas	36



Lista de figuras

Figura 1. Planta de manzanilla.	12
Figura 2. Planta de jazmín.	13
Figura 3. Planta de caléndula.	13
Figura 4. Método de extracción enfleurage.	14
Figura 5. Esquema de la extracción de aceites esenciales con solventes.	15
Figura 6. Esquema de extracción de aceites esenciales con fluidos supercríticos.	15
Figura 7. Resultado del diseño factorial fraccionado.	24
Figura 8. (a) recipiente a presión sin montaje (b) recipiente a presión con accesorios y pipeta de CO ₂ instalados.	25
Figura 9. (a) muestra caléndula SECA Y (b) muestra caléndula MÁS ETANOL.	26
Figura 10. Relación de las masa de material vegetal seco y material vegetal con etanol.	27



Lista de tablas

Tabla 1. Velocidad de corrosión para el acero inoxidable 304.	20
Tabla 2. Información para el espesor de la camisa por esfuerzos longitudinales.	21
Tabla 3. Aproximación del espesor del recipiente.	22
Tabla 4. Resumen especificaciones para el recipiente.	22
Tabla 5. Descripción y costos de los materiales y accesorios utilizados.	23
Tabla 6. Datos obtenidos de la preparación de pruebas para la caléndula.	26
Tabla 7. Datos obtenidos de la preparación de pruebas para la caléndula.	27
Tabla 8. Datos obtenidos de la preparación de pruebas para la caléndula.	29
Tabla 9. Condiciones experimentales para las muestras de material vegetal a diferentes temperaturas.	29
Tabla 10. Análisis de índice de refracción.	30



Extracción de aceites esenciales de sustratos vegetales termolábiles mediante arrastre con solventes orgánicos.

3. Introducción

Los aceites esenciales son mezclas de componentes volátiles hidrofóbicos, productos del metabolismo secundario de las plantas, los cuales son responsables de la fragancia de la planta de la que son derivados. En general, constituyen un mínimo porcentaje del peso seco de la planta, tienen poca solubilidad en agua, pero son solubles en alcoholes y solventes orgánicos, son vulnerables a la humedad, la luz, el calor o el aire, por lo cual deben almacenarse en frascos de cristal oscuros y herméticamente cerrados para evitar que se modifiquen sus propiedades fundamentales, poseen alto índice de refracción y la mayoría de dichos aceites tienen una densidad menor que la del agua.

Las complejas mezclas de terpenos o los componentes de allí obtenidos tienen un alto valor comercial, debido a sus múltiples y especiales aplicaciones en la industria cosmética, farmacéutica, alimenticia, entre otras. Sin embargo, se debe tener en cuenta que su costo depende de su calidad o pureza, la cual se puede aumentar mediante procesos fisicoquímicos de esterificación, hidrogenación, hidratación, desencerado, decoloración, filtración, lavado o disminuyendo el porcentaje de terpenos, para obtener un producto final más estable y puro que conserve sus características distintivas por más tiempo.

Existen algunos métodos para obtener los aceites esenciales de las plantas, siendo la extracción por arrastre con vapor uno de los más utilizados. En este proceso de separación se hace pasar un flujo de vapor a presión a través de la materia prima, de modo que transporta consigo los aceites esenciales; es necesario asegurar una mayor superficie de contacto, por lo que en algunos casos se debe picar o moler los vegetales, teniendo en cuenta que se pueden presentar pérdidas por la fricción y calor producidos en esta reducción de tamaño, además se pueden dar procesos colaterales como polimerización y resinificación de los terpenos, así como hidrólisis de ésteres y destrucción térmica de algunos componentes. En el caso de los materiales vegetales termolábiles cuando se exponen a procesos de extracción severos y exhaustivos, como este, se puede presentar el deterioro o desnaturalización de los aceites esenciales.

Con este proyecto se explorará una alternativa para la extracción de los aceites esenciales de materiales vegetales térmicamente sensibles como jazmín, manzanilla y caléndula, mediante solventes orgánicos a temperaturas bajas, procurando impedir la desnaturalización de los componentes del sustrato vegetal. Se pretende diseñar un equipo para la extracción de aceites esenciales de sustratos vegetales en continuo, siendo un proceso más rápido que el que convencionalmente se usa, Enfleurage. Es de resaltar lo importante que es tener un equipo nuevo con tecnología totalmente diferente a la tradicional para este tipo de sustratos vegetales, contribuyendo con posteriores desarrollos de investigación en los que se podría evaluar la viabilidad del proceso a nivel industrial.

4. Objetivos

Objetivo general

Evaluar el desempeño de un sistema de extracción con solventes a baja temperatura para la obtención de aceites esenciales de sustratos vegetales termolábiles.

Objetivos específicos

- Diseñar y construir un equipo a escala de laboratorio para la extracción de aceites esenciales con solventes orgánicos a baja temperatura.
- Determinar rendimientos de extracción de aceites de jazmín, manzanilla y caléndula variando el solvente y la relación solvente/sustrato.
- Establecer las condiciones de operación que favorecen el rendimiento del aceite.
- Caracterizar fisicoquímicamente los aceites esenciales obtenidos.

5. Marco Teórico

En este capítulo se explicarán los conceptos teóricos relacionados con el trabajo que se va a realizar y que son necesarios para su desarrollo y comprensión. Inicialmente se identifican los diferentes métodos de extracción de aceites, también definimos algunas propiedades y aplicaciones de los materiales vegetales con lo que se va a trabajar como lo son: jazmín, manzanilla y caléndula. En el diseño mecánico se definió los conceptos necesarios y adecuados para especificarlo, también se muestran las heurísticas y las normas para un diseño mecánico seguro. Se definió los conceptos previos al diseño de experimentos y los tipos de modelos de experimentación.

Aceites esenciales

Los aceites esenciales son mezclas complejas de compuestos volátiles particularmente abundantes en plantas aromáticas y medicinales; se componen principalmente de moléculas volátiles de la familia de los terpenos[1]. Su conformación estructural, grupos funcionales asociados y variada composición química les confieren diversas propiedades entre las que se destacan las antioxidantes, antiinflamatorias, antimicrobianas, antifúngicas e insecticidas, entre otras, las cuales son de gran interés en las industrias de alimentos y cosméticos, así como en el campo de la salud humana. Los aceites esenciales pueden extraerse de las flores, cortezas, tallos, hojas, raíces, frutos y otras partes de la planta por diversos métodos y pueden tener diferentes características según de donde provengan. Los aceites esenciales son solubles en alcohol, éter y aceites fijos, pero insolubles en agua. Estos compuestos volátiles son generalmente líquidos e incoloros a temperatura ambiente. Tienen un olor característico, su índice de refracción y una actividad óptica son muy altas y tienen una densidad inferior a la del agua exceptuando algunos como canela (*Cinnamomum*), sasafrás (*Sassafras*) y vetiver (*Chrysopogon zizanioides*)[2].

Material vegetal termolábil

Manzanilla

La manzanilla es una planta apreciada desde hace siglos gracias a sus propiedades antiinflamatorias, antialérgicas, antibacterianas y sedantes. Los principales componentes del aceite de manzanilla son los ésteres de ácido angélico, ácido tiglico y ácido 2-metilbutanoico. El aceite esencial de manzanilla es rico en pinocarvona, farnesol, pineno, bisabolol, cineol, pinocarveol, beta-cariofileno, azuleno, canfeno y mirceno. Las preparaciones con manzanilla han sido empleadas en el tratamiento de enfermedades humanas como inflamación, espasmos musculares, insomnio, úlceras, heridas y dolor en general. En cosmética y aromaterapia, se emplea por sus propiedades ansiolíticas[3].



Figura 1. Planta de manzanilla.

Jazmín

El aceite de jazmín se obtiene de las flores por extracción con solvente y métodos como el enfleurage, los principales componentes químicos son acetato de bencilo, linalool, alcohol bencílico y acetato de bencilo. El linalool debido a su carácter lipofílico, está asociado con la inhibición de la respiración y la alteración de los procesos de transporte de iones de los microorganismos, por tal motivo, es reconocido por su actividad antimicrobiana contra diversas bacterias y hongos[4].



Figura 2. Planta de jazmín.

Caléndula

La obtención de extractos de caléndula se ha realizado a partir de muestras vegetales secas y molidas, mediante el uso de solventes orgánicos como etanol al 96%, metanol, diclorometano, hexano, propilenglicol y mezclas hidroalcohólicas o con fluidos supercríticos. El secado de la planta tiene gran importancia para la preservación de los principios activos, por lo cual se plantea la necesidad del secado de las flores de caléndula lo más inmediato a su cosecha a temperaturas moderadas para evitar pérdidas en el contenido de carotenoides y flavonoides[5].



Figura 3. Planta de caléndula.

Aplicaciones de los aceites esenciales[6]

Los aceites esenciales son industrialmente utilizados en la elaboración de productos finales:

- **Adhesivos:** Gomas, pastas, pegamentos, cintas, vendas quirúrgicas.
- **Industria del motor:** Pulimentos, limpiadores, pinturas, muebles.
- **Farmacéuticos:** Pasta de dientes, preparaciones dentales, medicina, preparaciones medicadas para el cabello, aplicaciones para el cuerpo, productos herbales, entre otros.

- **Polímeros y pinturas:** Pinturas para la casa, barnices, plásticos y juguetes, utilidades de la casa.
- **Insecticidas y repelentes:** Sprays, eliminadores de olor, desinfectantes, preparaciones repelentes.
- **Papel, impresión y empaquetado:** Papelería especial, tintas, materiales de envoltura, materiales de embalaje, cintas adhesivas, entre otros.
- **Petróleo:** Cremas desodorantes, solventes de la nafta, aceites lubricantes, destilados de petróleo, ceras, entre otros.
- **Bebidas:** Bebidas carbonatadas, licores, concentrados, esencias.
- **Veterinario:** Alimentos de animales, sprays y desodorantes, medicamentos y preparaciones antiparasitarias.

Identificación de los diferentes métodos de extracción de aceites esenciales.

Los métodos de extracción de aceites esenciales son diversos y cambian dependiendo del sustrato vegetal para dar un mejor rendimiento en la extracción. A continuación, se presentan los métodos de extracción más comunes en la industria[7]:

- Enfleurage.
- Extracción con solventes.
- Extracción con fluidos supercríticos.
- Hidrodestilación.
- Extracción por arrastre con vapor.

1. Enfleurage

Para esto se utilizan grasas naturales con puntos de ablandamiento alrededor de 40 °C, normalmente manteca de cerdo RBD (Refinada, Blanqueada, Desodorizada). Se extiende en bandejas ó “chasis” en profundidad no mayor a 5 mm y sobre ella se colocan los pétalos de flores ó el material vegetal, desde donde se van a extraer los principios odoríficos, el contacto puede durar de 3 a 5 días. Luego el material vegetal es removido y reemplazado por material fresco, esta operación se repite buscando la saturación de la grasa. Posteriormente la grasa impregnada del principio activo, se lava con alcohol libre de congéneres (alcohol de perfumería), relación 1/1 dos veces consecutivas. El alcohol se filtra y se destila a vacío con presión de 21 in Hg y una temperatura de 30 °C, hasta recuperar un 80 % del volumen de alcohol, como mínimo, en el fondo queda un residuo llamado “absolute” con todo el activo debido a que es más pesado[8].



Figura 4. Método de extracción enfleurage.

2. Extracción con solventes

El material vegetal molido o picado se pone bajo agitación en un solvente para lograr mejor eficiencia en la operación o sobre un lecho de material vegetal se hace circular repetidamente el solvente de extracción. Se realiza frecuentemente a temperatura y presión moderadas. Los solventes más empleados son: etanol, metanol, isopropanol, hexano, ciclohexano, tolueno, xileno y acetona. El aceite se separa y el solvente se recupera usualmente por destilación y para ser reutilizado[9].

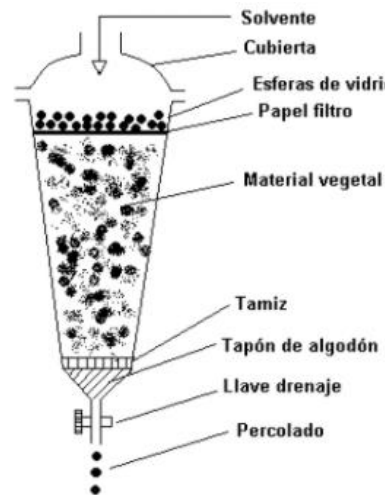


Figura 5. Esquema de la extracción de aceites esenciales con solventes.

3. Extracción con fluidos supercríticos

La sustancia más empleada es el CO_2 , que en estas condiciones presenta baja viscosidad, baja tensión superficial, alto coeficiente de difusión (10 veces más que un líquido normal), que conlleva a un alto contacto con la superficie del material y puede penetrar pequeños poros y tejidos del material vegetal, asegurando una buena eficiencia en la extracción en un corto tiempo. En la parte final del proceso hay una remoción total del solvente y se realiza a una temperatura baja, se disminuye la pérdida de sustancias volátiles y se evita la formación de sabores y olores extraños debido a la desnaturalización del aceite esencial y por remanentes de otras sustancias empleadas en el proceso de extracción[10].

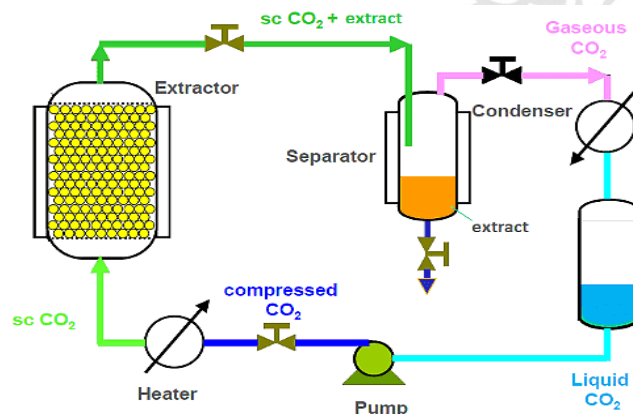


Figura 6. Esquema de extracción de aceites esenciales con fluidos supercríticos.

4. Hidrodestilación

En este proceso en la parte inferior del tanque extractor, el cual es normalmente basculante, se coloca agua, luego viene encima una parrilla que soporta el material que va a ser extraído. La salida de vapores, puede ser lateral al tanque o ubicarse en la tapa, pasa a un serpentín o espiral enfriado por agua y posteriormente el vapor condensado y el aceite esencial se recolectan en un separador de fases o florentino, el cual debe de tener la suficiente altura y diámetro para evitar la pérdida de aceite y además permita la recolección fácil del mismo. El tanque extractor es calentado con fuego directo en su parte inferior (el fondo y hasta 1/3 de la parte inferior del tanque se construye en alfajor de 1/8 in, material que resiste bien el calor y la oxidación), el vapor producido allí causa el arrastre del aceite esencial.

Cuando se emplea hidrodestilación no se requiere de un calderín generador de vapor. Estos sistemas son muy utilizados en el campo, son fáciles de instalar, se pueden llevar de un sitio a otro, “trashumantes”, son baratos, seguros, fáciles de operar y presentan un consumo energético bajo. Los aceites producidos son más coloridos, que los obtenidos por arrastre con vapor propiamente dicho, y tienden a presentar un cierto olor a quemado: Eucalipto, citronela, limonaria. Por lo anterior estos aceites siempre van a requerir una etapa posterior de refinación[11].

5. Extracción por arrastre con vapor

El vapor generado en una caldera externa se hace pasar por el material vegetal empacado en un lecho dentro de una cámara. Temperaturas mayores a las de la hidrodestilación permiten obtener los aceites de una manera más rápida y completa. Este método es el más adecuado para producción a gran escala. Los vapores de agua y aceite se condensan y separan posteriormente. que son: diseño, construcción, operación y mantenimiento[12].

Diseño de experimentos

Se podría definir el Diseño Estadístico de Experimentos (DEE), también denominado diseño experimental, como una metodología basada en útiles matemáticos y estadísticos cuyo objetivo es ayudar al experimentador a[13]:

1. Seleccionar la estrategia experimental óptima que permita obtener la información buscada con el mínimo coste.
2. Evaluar los resultados experimentales obtenidos, garantizando la máxima fiabilidad en las conclusiones que se obtengan.

Tipos de variables

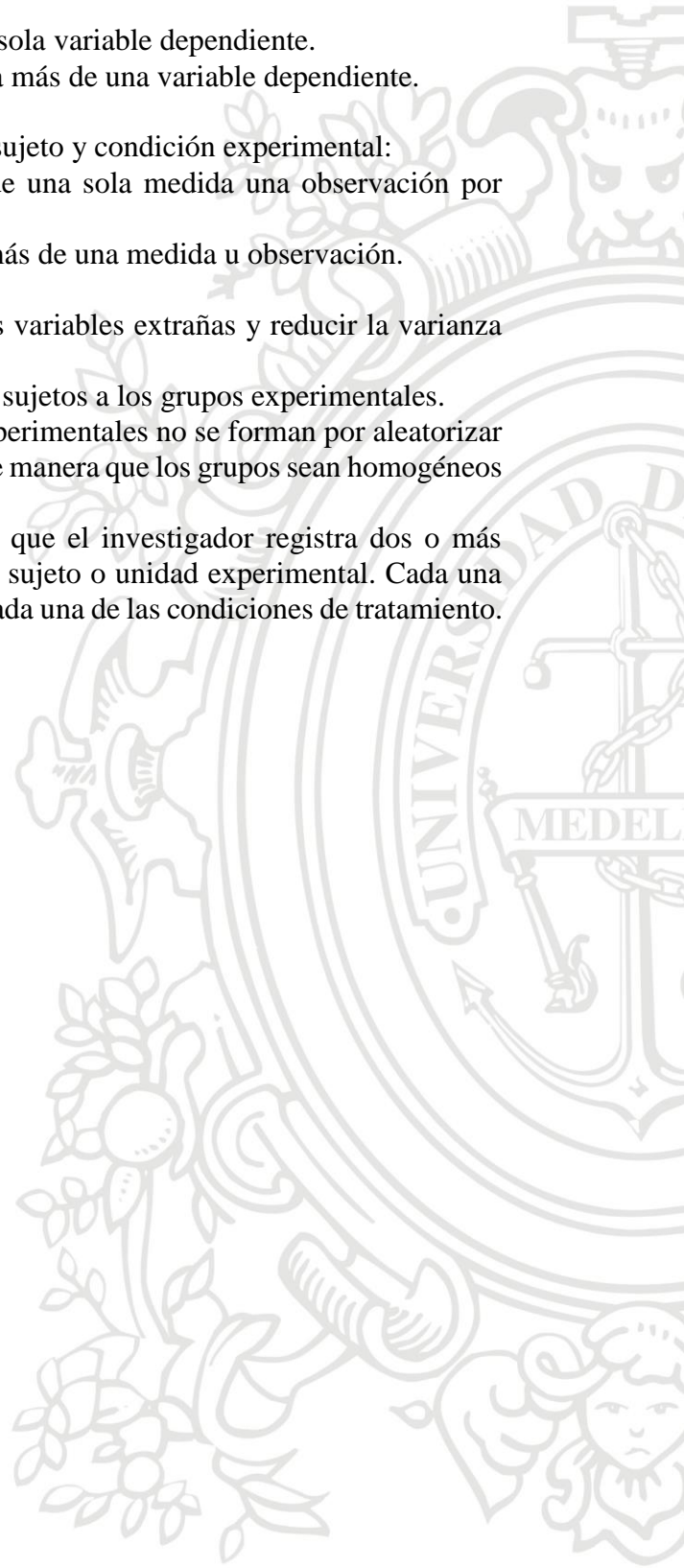
- **Variables independientes:** es aquella que manipula el investigador con objeto de comprobar con objeto de comprobar qué efecto produce sobre el aspecto que le interesa modificar[14].
- **Variable dependiente:** es el aspecto que nos interesa modificar, sobre el que se predicen cambios en función de la manipulación de la variable independiente[14].

Clasificación del diseño experimental[15]

Los diseños experimentales se clasifican en diseños experimentación y diseños de caso único.

1. En función del número de variables independientes que se manipula:
 - Diseños simples: en los que se manipula una sola variable independiente.

- Diseños factoriales: en los que se manipulan dos o más variables independientes.
2. En función del número de variables dependientes que se registre:
 - Diseños univariados: en los que registra una sola variable dependiente.
 - Diseños multivariados: en los que se registra más de una variable dependiente.
 3. En función del número de observaciones por sujeto y condición experimental:
 - Diseño transversal: en el que disponemos de una sola medida u observación por sujeto y condición.
 - Diseño longitudinal: en que disponemos de más de una medida u observación.
 4. En función de su capacidad para controlar las variables extrañas y reducir la varianza de error.
 - Diseño de grupos al azar: la asignación de los sujetos a los grupos experimentales.
 - Diseño de grupos homogéneos: los grupos experimentales no se forman por aleatorizar pura sino introduciendo ciertas restricciones de manera que los grupos sean homogéneos respecto de ciertas características de interés.
 - Diseño de medidas repetidas: es aquél en el que el investigador registra dos o más medidas de la variable dependiente para cada sujeto o unidad experimental. Cada una de estas medidas se tomará bajo la acción de cada una de las condiciones de tratamiento.



6. Metodología

En este capítulo se presenta la metodología seguida para cumplir los objetivos planteados anteriormente. Se presentará de forma secuencial de tal manera que sea posible diferenciar paso a paso el procedimiento seguido, que comienza con la revisión bibliográfica que permite obtener las bases teóricas necesarias para realizar los análisis de los resultados obtenidos, seguido del diseño mecánico y construcción del recipiente. Finalmente, se explica el diseño de experimento y cómo se llevará a cabo cada uno.

Revisión bibliográfica

Se realizó la revisión bibliográfica a lo largo del primer mes luego de comenzado el trabajo para profundizar en los temas relacionados con los diferentes métodos de extracción de aceites esenciales de plantas termolábiles. Además, estudiando en la literatura como las variables que afectan dicho proceso temperatura, presión y solvente afectan el rendimiento del sustrato vegetal cuando se extrae su aceite esencial.

Para lograr esto se hizo uso de la base de datos disponible en la Universidad de Antioquia que permite el acceso a diferentes revistas científicas especializadas en ingeniería, así como diferentes libros disponibles en la biblioteca central de la misma universidad y en internet, facilitando así la gestión de la información.

Diseño mecánico

Se partió de los conocimientos adquiridos en los diferentes cursos del pregrado de ingeniería química especialmente el curso de ingeniería de materiales, debido a que brinda las herramientas teóricas y la visión general de los recipientes a presión, sus condiciones y normas que regulan su diseño y la importancia en la industria de procesos. Para nuestro proyecto se siguió especialmente la norma ASME, sabiendo que un recipiente a presión almacena o procesa diferentes materiales en todos los estados de agregación generalmente se encuentran sometidos a presión y cargas.

Condiciones de operación

Las condiciones de operación en un proceso químico son las variables químicas que se pueden modificar, las más comunes son temperatura, presión y volumen. En el proceso de extracción de aceites esenciales la operación se da a presión atmosférica, puesto que el recipiente está abierto en salida y el recipiente nunca se alcanza a presurizar. La temperatura más crítica que alcanzará el proceso será la temperatura ambiente, esto debido a que la temperatura del proceso dependerá de la expansión del dióxido de carbono y por tanto a la presión de la pipeta de este.

Temperatura de diseño

Para iniciar fue necesario conocer la temperatura máxima de operación del proceso extractivo, que como se describió en el apartado anterior es la temperatura ambiente, porque el proceso siempre se encuentra a condiciones térmicas bajas, debido a la expansión del dióxido de carbono, es decir la exposición térmica más crítica será la temperatura ambiente. Con la temperatura de operación más crítica especificada, seguimos aplicar las heurísticas recomendadas para determinar la temperatura de diseño. A continuación, se presentan las heurísticas recomendadas para obtener la temperatura de diseño del recipiente.

$$T_{\text{diseño}}(^{\circ}\text{F}) = T_{\text{operación}}(^{\circ}\text{F}) + 50 \text{ Ecuación 1}$$

$$T_{\text{diseño}}(^{\circ}\text{F}) = 1,25 * T_{\text{operación}}(^{\circ}\text{F}) \text{Ecuación 2}$$

Se evaluaron las dos heurísticas anteriores que relacionan la temperatura de diseño con la mayor temperatura de operación que se presenta en el recipiente la cual es de 25 °C (77 °F). Como criterio para decidir el valor de temperatura de diseño se escogió el resultado más alto entre ambas heurísticas, por lo que este valor sería la condición térmica más crítica para el material y así obtener un mejor diseño.

$$T_{\text{diseño}}(^{\circ}\text{F}) = 77 + 50 = 127^{\circ}\text{F} \text{Ecuación 3}$$

$$T_{\text{diseño}}(^{\circ}\text{F}) = 1,25 * 77 = 96.25^{\circ}\text{F} \text{Ecuación 4}$$

A partir de las ecuaciones anteriores, se encontró que la temperatura de diseño es 127 °F.

Presión de diseño

Para encontrar la presión de diseño es necesario conocer la presión máxima de operación del proceso de extracción, que como se describió en el apartado diseño mecánico es la presión atmosférica, debido a que el proceso en su salida se encuentra abierto y por tanto el recipiente no se presuriza. A continuación, se presentan las heurísticas recomendadas para encontrar la presión de diseño del recipiente.

$$P_{\text{diseño}}(\text{psia}) = P_{\text{operación}}(\text{psia}) + 30 \text{ psia} \text{Ecuación 5}$$

$$P_{\text{diseño}}(\text{psia}) = 1,1 * P_{\text{operación}}(\text{psia}) \text{Ecuación 6}$$

Para la presión de diseño en el recipiente de extracción, se evaluaron las dos heurísticas anteriormente recomendadas que relacionan dicha presión de diseño con la presión de operación que se presenta en el recipiente diseñado y posteriormente construido. Teniendo en cuenta que la presión atmosférica en Medellín es de 0.84 atm (12.34 psi) y reemplazando el valor de la presión de operación en la heurística, se obtienen los siguientes resultados.

$$P_{\text{diseño}}(\text{psia}) = 12.34 + 30 = 42.34 \text{ psia} \text{Ecuación 7}$$

$$P_{\text{diseño}}(\text{psia}) = 12.34 * (1.1) = 13.57 \text{ psia} \text{Ecuación 8}$$

A partir de los anteriores resultados obtenidos a través de las heurísticas se encontró que la presión de diseño es 42.34 psia, dado que el criterio para la presión de diseño recomendado es escoger la presión más alta entre las dos, puesto que va a ser la condición más crítica a la que se verá expuesta el material.

Volumen de diseño

Para seleccionar el volumen del recipiente se tuvieron criterios como el costo de los materiales a usar para la construcción de recipiente, la viabilidad económica para realizar los ensayos de acuerdo a los consumibles por experimento como lo son: dióxido de carbono, material vegetal y solvente, siendo evidente que entre más grande el volumen de diseño del recipiente más altos sería los costos por experimento y material de construcción, fue adecuado escoger un volumen de 700 cm³, donde la muestra obtenida en la extracción es significativa y los costos por ensayo son viables.

Selección de materiales

Para seleccionar el material más adecuado se tuvo en cuenta la velocidad de corrosión de las materias primas empleadas en el proceso de extracción en los materiales en mpy. Para encontrar la velocidad de corrosión, se usaron la base de datos de universidad de Antioquia especialmente Knovel. Como criterio recomendado para escoger el material para la construcción del recipiente es que su velocidad de corrosión debe ser menor a 2mpy, además de su costo y que comercialmente se encuentre en el mercado. Se estudia el acero inoxidable austenítico 304, debido a su facilidad para encontrarlo en el mercado y su bajo costo. A continuación, se presenta la tabla con la información de velocidad de corrosión para el acero inoxidable 304.

Tabla 1. Velocidad de corrosión para el acero inoxidable 304.

Material	Medio expuesto	CAS RN del medio expuesto	Temperatura	Velocidad de corrosión
Austenítico Cr-Ni acero inoxidable (18-8;304,304L,347)	Etanol	64-17-5	25-225	<2
Austenítico Cr-Ni acero inoxidable (18-8;304,304L,347)	Grasas	N/A	25-475	<2

Se seleccionó el acero inoxidable austenítico 304, aleado con cromo, níquel y bajo contenido de carbono que presenta una buena resistencia a la corrosión mostrado en la tabla anterior, este no requiere un tratamiento posterior al proceso de soldadura y puede ser fácilmente trabajado en frío [16].

Relaciones y heurísticas

En este apartado se mostrará los criterios y recomendaciones para tomar las relaciones y heurísticas, para la especificación de las diferentes partes mecánicas del recipiente, también su posición.

Tipo de tapas

El tipo de tapas que se seleccionaron son tapas planas, estas son las más recomendadas debido a su bajo costo y a que soportan altas presiones manométricas, fabricadas en un espesor comercial de 3 mm, a pesar de que no se trabajara a altas presiones, por seguridad es importante especificar las tapas de tal manera que soporten altas presiones.

Relación L/D

La relación L/D seleccionada para el recipiente es de 2 recomendada por manual de diseño de recipientes de Eugene F. Megyesy, con la relación de longitud y radio recomendadas se parte de la ecuación de volumen de un cilindro y se reemplaza la relación de L/D, para encontrar las dimensiones características del recipiente, el radio y el diámetro.

$$V = \pi r^2 L \text{ Ecuación 9}$$

Donde:

r: es el radio del recipiente (cm)

L: es la longitud del recipiente (cm)

Reemplazando el valor del volumen conocido $V=700\text{cm}^3$, se encuentra que el radio $r=3,81\text{ cm}$ y la longitud es de $15,35\text{cm}$.

Espesor de la camisa del recipiente

Para encontrar el espesor del recipiente cilíndrico se debe tener en cuenta los espesores para soportar la abrasión, corrosión y los esfuerzos mecánicos, a continuación, se presenta los criterios para tomar cada valor.

Espesor por esfuerzos mecánicos

Inicialmente se calcula el espesor por esfuerzo longitudinal y circunferencial, el cual de mayor será la condición más crítica y tendrá dicho espesor.

Esfuerzo longitudinal: esfuerzo causado por la acción de presión interna sobre las cabezas del recipiente, es decir, el efecto es la tendencia alargarlo.

A continuación, se presenta la heurística recomendada por el ASME para el cálculo del espesor por esfuerzo longitudinal.

$$t_{longitudinal} = \frac{PR}{2SE+0,4P} + C \text{ Ecuación 10}$$

Donde:

R: Radio del recipiente (in)

P: es la presión de diseño (psi).

S: esfuerzo permisible del material (psi).

E: eficiencia de la junta de soldadura (adimensional).

C: tolerancia por corrosión.

Para el cálculo del espesor por corrosión de la camisa se tomó un espesor de $1/32\text{in}$ [17], presenta una tabla con los valores que se deben de tener para el cálculo del espesor longitudinal, se buscó tabla 1A en el ASME sección parte D [18], siendo el esfuerzo máximo permisible de $16,7\text{ Ksi}$ a la temperatura de diseño.

Tabla 2. Información para el espesor de la camisa por esfuerzos longitudinales.

Variable	Valor
Presión de diseño (PSI)	42,34
Esfuerzo permisible del material (psi)	16700
Eficiencia de la junta (adimensional)	0,85
Tolerancia por corrosión y abrasión (in)	0,02
Radio del recipiente (in)	1,5 in

Se reemplazó los valores de la anterior tabla.

$$t_{longitudinal} = \frac{42,34\text{ psi} * 1,5\text{ in}}{2 * 0,85 * 16700\text{ psi} + 0,4 * 42,34\text{psi}} + \frac{1}{32}\text{ in} = 0,035\text{ in}$$

Esfuerzo circunferencial: esfuerzo causado por la acción de presión interna sobre las cabezas del recipiente, es decir, el efecto es la tendencia a expandirlo,

A continuación, se presenta la heurística recomendada por el ASME para el cálculo del espesor por esfuerzo circunferencial.

$$t_{\text{circunferencial}} = \frac{PR}{2SE-0,6P} + C \text{ Ecuación 11}$$

Donde:

R: Radio del recipiente (in)

P: es la presión de diseño (psi).

S: esfuerzo permisible del material (psi).

E: eficiencia de la junta de soldadura (adimensional).

C: tolerancia por corrosión.

Se asumen los mismos que la Tabla información para el espesor de la camisa por esfuerzos longitudinales, se reemplaza los valores.

$$t_{\text{circunferencial}} = \frac{42,34\text{psi} * 1,5 \text{ in}}{2 * 0,85 * 16700 \text{ psi} - 0,6 * 42,34\text{psi}} + \frac{1}{32} \text{ in} = 0,033 \text{ in}$$

Con los valores que se obtuvieron de espesor se aproxima a un espesor comercial, los resultados de la aproximación se muestran la siguiente tabla.

Tabla 3. Aproximación del espesor del recipiente.

Tipo de esfuerzo	Espesor total (in)	Aproximación comercia calibre
Longitudinal	0,033	2 mm
Circunferencial	0,035	2 mm

Se selecciona el espesor comercial calibre de 2mm, debido a que el espesor comercial más alto permite tener un proceso más seguro, en caso de tener condiciones de operación del equipo de extracción fuera de lo normal, además de permitir condiciones de trabajo más viables, porque las especificaciones que habían brindado el cálculo de diseño mecánico son inviables para realizar toda la parte metalmecánica.

La tabla 3 muestra los resultados y especificaciones que tiene el equipo de extracción de aceites esenciales.

Tabla 4. Resumen especificaciones para el recipiente.

Dint [cm]	7.62
Espesor [cm]	0.3
Longitud [cm]	15.35
L/D	2
Tapa	Plana (férula)
Volumen [cm3]	700
Material	Acero inoxidable 304
Manómetro	Entrada
Termómetro	Entrada
Calibre comercial	2mm

Selección tipo de soldadura

Seleccionar el tipo de soldadura más adecuado, le va a dar al equipo el mejor resultado para evitar la corrosión y ser resistente los esfuerzos mecánicos concentrados en estos sitios. La soldadura TIG es la más adecuada y recomendada, en esta el arco eléctrico va a establecerse entre el metal base y un electrodo no consumible de Tungsteno, bajo una atmósfera protectora que ha sido generada por el gas inerte, que normalmente se trata de argón.

Costos

El diseño del equipo de laboratorio debe ser capaz de operar a las condiciones mencionadas de presión y temperatura, a su vez, este es diseñado para la extracción de aceites esenciales de tres tipos de plantas, como lo son el jazmín, la manzanilla y la caléndula, este con solvente orgánico para poder determinar los rendimientos de extracción y establecer las condiciones de operación que favorecen estos rendimientos. Es esencial que los ingenieros químicos que están al tanto de la realización del equipo, prevén los costos involucrados en los procesos de fabricación para obtener los resultados mencionados anteriormente. Por lo tanto, el capital debe asignarse a los gastos directos de la fabricación del equipo de extracción, como los de materias primas, mano de obra e instrumentos de medición y pruebas para caracterizar fisicoquímicamente los aceites esenciales obtenidos; todo esto debe ser analizado para estimar los costos de inversión para el diseño y fabricación del recipiente a presión para poner en marcha el proyecto.

Tabla 5. Descripción y costos de los materiales y accesorios utilizados.

Descripción	Material-Especificación	Costo (COP)
Tubería comercial	Acero inoxidable 304	\$ 50.000,00
Manómetro	Acero inoxidable 304	\$ 100.000,00
Termómetro digital y termocupla tipo k	Bulbo en acero inoxidable 304, rosca 1/2 in NPT	\$ 300.000,00
Bridas y tapas	Acero inoxidable 304	\$ 80.000,00
Válvulas	Acero inoxidable 304	\$ 150.000,00
Soportes	Acero inoxidable 304	\$ 40.000,00
Abrazadera	Acero inoxidable 304	\$ 30.000,00
Niples	Acero inoxidable 304	\$ 20.000,00
Fabricación y prueba de soldadura	---	\$ 550.000,00
Subtotal		\$ 1.320.000,00
Material vegetal	Caléndula, jazmín y manzanilla	\$ 120.000,00
Disolvente	Etanol 96% grado farmacéutico,	\$ 150.000,00
CO₂	CO ₂ comprimido grado alimenticio	\$ 250.000,00
Subtotal		\$ 520.000,00
Total		\$ 1.840.000,00

En la tabla 5 se presentan los costos totales del equipo, incluyendo la mano de obra para soldar y cortar las diferentes partes del equipo.

Diseño experimental

En este apartado se explicará detalladamente cómo se elaboró el conjunto de experimentos y los criterios para determinar cada una de variables críticas, las variables de respuesta y el tipo de diseño de experimento.

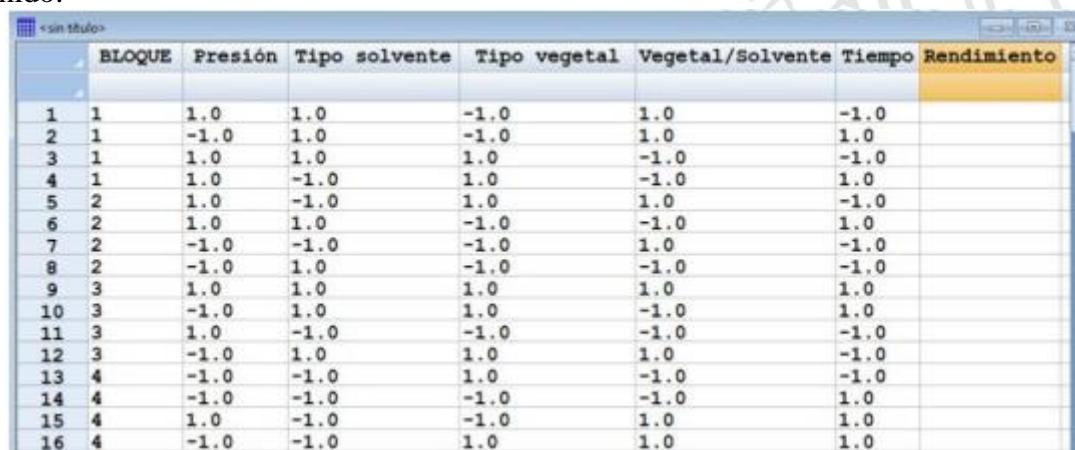
Variabes críticas

Las variables críticas se determinaron mediante experimentos preliminares, permitiendo evidenciar el rendimiento de los sustratos vegetales a diferentes condiciones y la interacción entre variables. Además, la literatura fue de gran apoyo para dar criterios en los fenómenos presentados cuando cada variable cambiaba en el sustrato, a continuación, se presentan dichas variables:

- Presión en la entrada del dióxido de carbono.
- Naturaleza del sustrato vegetal.
- Relación material vegetal - solvente.
- Tiempo de contacto.

Diseño de experimento 2^{k-p}

Se realizó un conjunto de experimentos 2^{k-p} , puesto que es el más indicado para encontrar el mejor punto de operación cuando se tienen la interacción de tantas variables. El conjunto de pruebas se basó en el hecho de cómo interaccionan las variables críticas: presión, naturaleza del sustrato vegetal, relación material vegetal-solvente y tiempo de contacto, teniendo como respuesta el rendimiento de la extracción y características del aceite. Se medirá la cantidad de aceite obtenido para cada relación de flor/solvente y se relaciona con la cantidad de material vegetal tratado, todo lo anteriormente descrito en sus respectivas unidades másicas. A continuación, se presenta un diseño experimental estadístico realizado con el programa STATGRAPHICS utilizando las variables antes mencionadas, considerando 5 factores, se realiza un diseño experimental factorial fraccionado 2^{k-p} , con el fin de tener mejores resultados en un menor número de experimentos. A continuación, se presenta el diseño experimental obtenido:



	BLOQUE	Presión	Tipo solvente	Tipo vegetal	Vegetal/Solvente	Tiempo	Rendimiento
1	1	1.0	1.0	-1.0	1.0	-1.0	
2	1	-1.0	1.0	-1.0	1.0	1.0	
3	1	1.0	1.0	1.0	-1.0	-1.0	
4	1	1.0	-1.0	1.0	-1.0	1.0	
5	2	1.0	-1.0	1.0	1.0	-1.0	
6	2	1.0	1.0	-1.0	-1.0	1.0	
7	2	-1.0	-1.0	-1.0	1.0	-1.0	
8	2	-1.0	1.0	-1.0	-1.0	-1.0	
9	3	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
10	3	-1.0	1.0	1.0	-1.0	1.0	
11	3	1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	
12	3	-1.0	1.0	1.0	1.0	-1.0	
13	4	-1.0	-1.0	1.0	-1.0	-1.0	
14	4	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	1.0	
15	4	1.0	-1.0	-1.0	1.0	1.0	
16	4	-1.0	-1.0	1.0	1.0	1.0	

Figura 7. Resultado del diseño factorial fraccionado.

Experimentación

En este apartado se explicará la metodología para llevar a cabo la experimentación y el montaje del equipo, las condiciones en que se lleva el proceso, la recolección de muestras y los cuidados que se tuvieron para preservar los aceites esenciales extraídos.

Esquema del equipo ensamblado

La figura 7, presenta el montaje del recipiente diseñado y construido, en este se muestra la carcasa del recipiente que tiene forma cilíndrica y una longitud de 15.35 cm y diámetro 7.62 cm construido en acero inoxidable 304 (1), este tiene los siguientes accesorios: un recipiente cilíndrico concéntrico donde se almacena el etanol (2), tres soportes en acero inoxidable 304 (3), un termómetro que permitirá medir la temperatura dentro del recipiente (4), un manómetro que permitirá medir la presión (5), dos abrazaderas metálicas (6), una válvula de globo que permitirá controlar el flujo de salida (7) y un cilindro de CO₂ grado industrial que se alimenta al proceso (8).

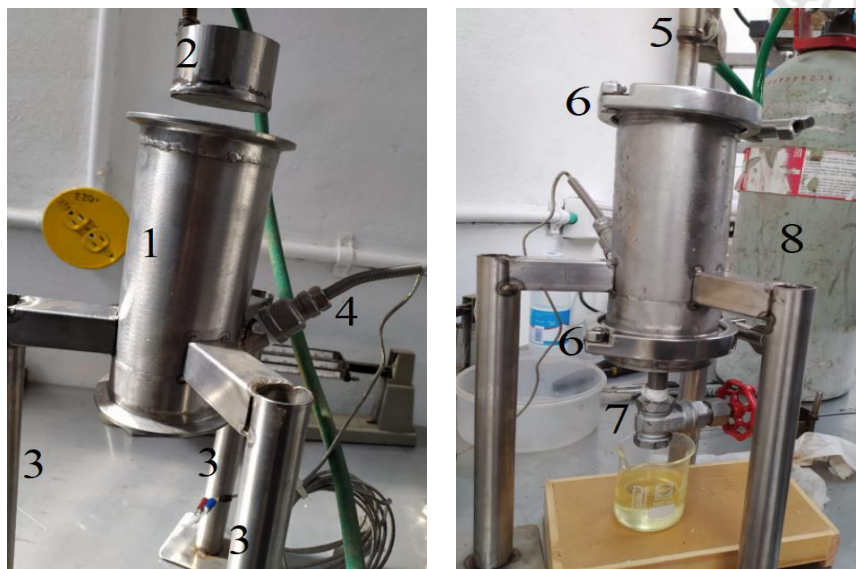


Figura 8. (a) recipiente a presión sin montaje (b) recipiente a presión con accesorios y pipeta de CO₂ instalados.

Preparación del material vegetal

El material previo al proceso de extracción se realiza una preparación y evaluación del estado, asegurándose la calidad de mismo.

Preparación de la caléndula

Con el objetivo de mejorar la extracción del aceite esencial en el proceso y disminuir el volumen ocupado por las flores de caléndula en recipiente, se lleva a cabo un proceso de humidificación con etanol previo al proceso de extracción. La figura 9 muestra las flores de caléndula (a) secas y (b) luego del proceso de humidificación con etanol, donde se puede observar el cambio de volumen entre ambas muestras.

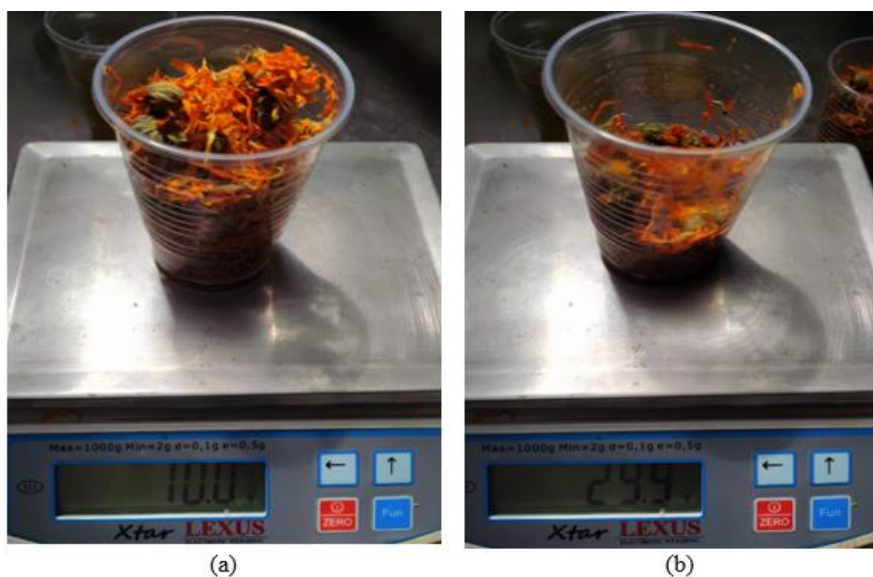


Figura 9. (a) muestra caléndula SECA Y (b) muestra caléndula MÁS ETANOL.

La tabla 6 muestra los experimentos realizados sobre las flores de caléndula para diferente cantidad de material vegetal seco. La cantidad de etanol se determinó cualitativamente hasta lograr que toda la caléndula se impregnara de este solvente, esto es requerido para lograr el objetivo planteado anteriormente.

Tabla 6. Datos obtenidos de la preparación de pruebas para la caléndula.

Material vegetal (g)	Material vegetal + Etanol (g)	Etanol (g)	Relación Etanol/Material vegetal	Etanol (% m/m)
5	17,5	12,5	2,5	71,4
10	29,9	19,9	2,0	66,5
20	56,0	36,0	1,8	64,2
30	79,5	51,0	1,7	62,2

De tabla 6, se obtiene una relación etanol:material vegetal promedio de 2:1. La figura YY muestra la relación de flores de caléndula seca y con etanol, donde se puede apreciar una tendencia lineal con un R^2 de 0,9995 que representa que la cantidad de etanol que se debe ingresar al sistema, aumenta proporcionalmente con la cantidad de material seco, requiriéndose de un porcentaje promedio de etanol del 66%.

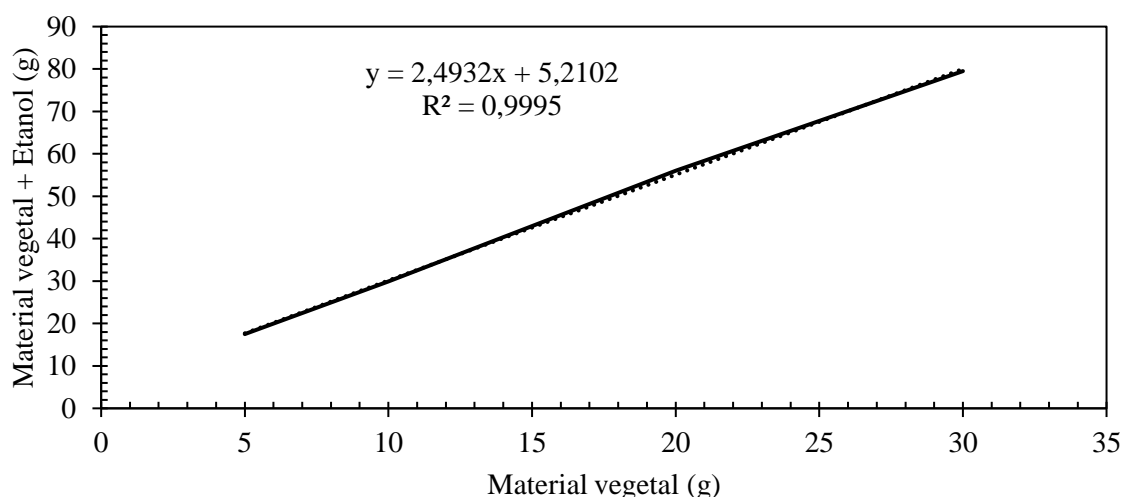


Figura 10. Relación de las masa de material vegetal seco y material vegetal con etanol.

Preparación de la manzanilla

Para incrementar la extracción del aceite esencial y disminuir el volumen ocupado por las flores de manzanilla, y así subir la cantidad de material vegetal dentro del recipiente, se lleva a cabo un proceso de humidificación con etanol, la Figura 11 muestra las flores de caléndula luego del proceso de humidificación con etanol, para posteriormente extraer el aceite esencial de estas.



Figura 11. Muestra manzanilla + etanol.

La Tabla 7 muestra los resultados de los experimentos realizados sobre las flores de manzanilla para diferentes cantidades de material vegetal seco. La cantidad de etanol se determinó cualitativamente hasta lograr que toda la manzanilla se impregnara de etanol.

Tabla 7. Datos obtenidos de la preparación de pruebas para la caléndula

Material vegetal (g)	Material vegetal + Etanol (g)	Etanol (g)	Relación Etanol/Material vegetal	Etanol (% m/m)
5	15,20	10,20	2,04	67,10
10	27,60	17,60	1,76	63,76
20	52,30	32,30	1,61	61,75
30	73,90	43,90	1,46	59,40

En la Tabla 7, se aprecia el requerimiento promedio de etanol y es del 63% para humectar las flores mostradas en la figura 11. La figura 12 muestra la relación de flores de caléndula seca y etanol, donde es evidente la tendencia lineal de la relación de las dos variables con un R^2 de 0,9989. La cantidad de etanol que se debe ingresar al sistema debe ir aumentando proporcionalmente con la cantidad de material seco para mejorar la extracción.

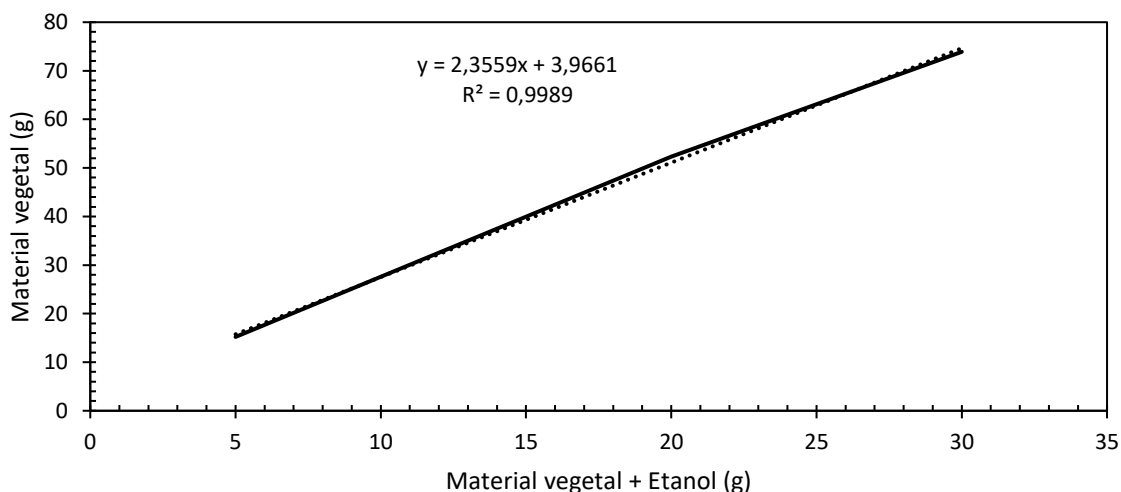


Figura 12. Relación de la masa de manzanilla seca y con etanol

Preparación de jazmín

Para incrementar la extracción del aceite esencial presente en las flores de jazmín y disminuir el volumen ocupado por estas, se lleva a cabo un proceso de humidificación con etanol, la Figura 13 muestra las flores de jazmín luego de este proceso, para su posterior proceso de extracción.

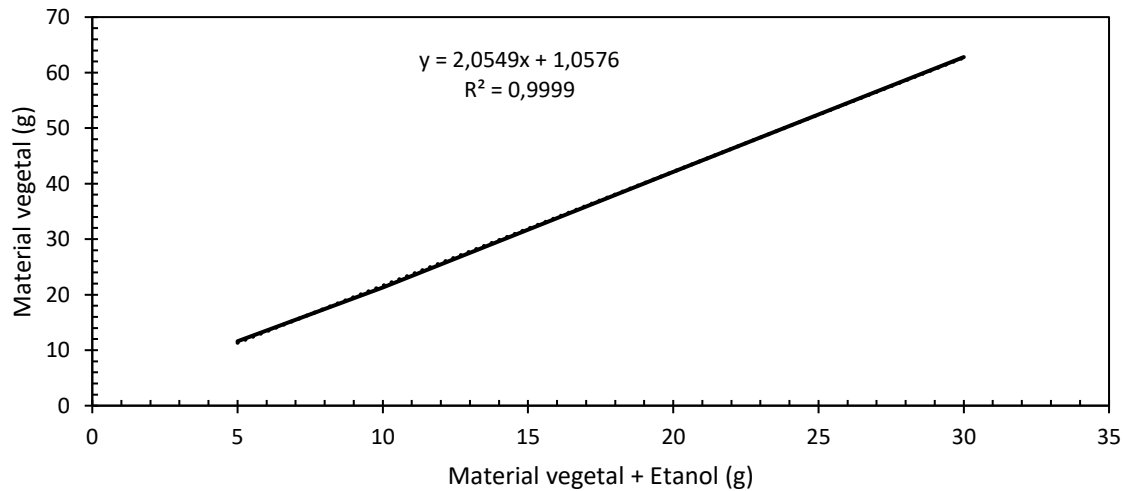


Figura 13. Muestra jazmín + etanol

De la Tabla 9, se observa que el requerimiento promedio de etanol es del 53% para humectar las flores mostradas en la Figura 13. La figura 14 muestra la relación de flores de jazmín seca y con etanol donde se puede apreciar una tendencia lineal con un R^2 de 0,9999 evidenciando una relación etanol-material vegetal promedio de 1:1, por lo tanto, la cantidad de etanol que se debe ingresar al sistema aumentará proporcionalmente con la cantidad de material seco para mejorar la extracción del aceite esencial.

Tabla 8. Datos obtenidos de la preparación de pruebas para la caléndula

Material vegetal (g)	Material vegetal + Etanol (g)	Etanol (g)	Relación Etanol/Material vegetal	Etanol (% m/m)
5	11,60	6,60	1,32	56,89
10	21,30	11,30	1,13	53,05
20	42,10	22,10	1,11	52,49
30	62,80	32,80	1,09	52,22

**Figura 14.** Relación lineal de la masa del sustrato vegetal jazmin seco y con etanol

Pruebas experimentales

Los experimentos se realizaron en el equipo diseño y contruido con el montaje previamente mostrado en la Figura 8. Las condiciones de operación de las variables del proceso utilizadas en la experimentación se muestran en la Tabla 10. Inicialmente antes de realizar las pruebas se recarga el recipiente concéntrico con 100 mL de etanol y la cantidad de material vegetal impregnado con etanol se definió de tal manera que llenara completamente el recipiente usando 15g de caléndula, 20g de manzanilla y 30g de jazmín. El CO₂ se alimenta de una pipeta de grado industrial a 1000psi. Se varió la temperatura para evaluar el efecto de esta variable sobre el rendimiento del proceso, trabajando a las condiciones de 0°C (muestra 1) y 15°C (muestra 2).

Tabla 9. Condiciones experimentales para las muestras de material vegetal a diferentes temperaturas.

Material vegetal	Muestra	Cantidad (g)	Temperatura (°C)	Etanol (mL)
Caléndula	1	15	0	100
Caléndula	2	15	15	100
Manzanilla	1	20	0	100
Manzanilla	2	20	15	100
Jazmín	1	30	0	100
Jazmín	2	30	15	100

Análisis de índice de refracción

A las muestras anteriores se les realizó la prueba de índice de refracción para que nos mida indirecta de la presencia de extractos aceites esenciales.

Tabla 10. Análisis de índice de refracción.

Material vegetal	Muestra	Cantidad (g)	Temperatura (°C)	Etanol (mL)	Índice refracción
Caléndula	1	15	0	100	1,3601
Caléndula	2	15	15	100	1,3602
Caléndula	3	15	0	150	1,3606
Manzanilla	1	20	0	100	1,3602
Manzanilla	2	20	15	100	1,3603
Manzanilla	3	20	0	150	1,3609
Jazmín	1	30	0	100	1,3595
Jazmín	2	30	15	100	1,3596
Jazmín	3	30	0	150	1,3598
Etanol (burbujeado)	Blanco	---	---	---	1,3602

7. Resultados y análisis

Diseño mecánico

Se diseñó el equipo para el proceso de extracción con las necesidades y condiciones del proceso, considerando los fenómenos y condiciones que se dan en el proceso de extracción, siguiendo con criterios las diferentes recomendaciones de los autores y del ASME para el diseño del equipo. Las condiciones de operación más críticas del proceso son las condiciones ambientales, se siguieron las heurísticas recomendadas para encontrar las condiciones de diseño ($P=42.34$ psia y $T=127^{\circ}\text{F}$), los cálculos y resultado se encuentran en el apartado de diseño mecánico. El volumen de diseño del recipiente es de 700 mL, debido a las restricciones económicas y los gastos de consumibles (dióxido de carbono, material vegetal y solvente) por experimento. El material seleccionado para el recipiente es acero inoxidable 304 se consultó en la base de datos de K-novel la velocidad de corrosión de las diferentes sustancias involucradas en el proceso de extracción para el material del recipiente, dando como resultado una velocidad de corrosión a 2 mpy a temperaturas un poco más críticas que la del proceso, por esta razón se selecciona el material. Se selecciona una relación L/D de 2, recomendada para equipos a condiciones térmicas moderada cos, la altura del equipo es 15.31cm y el radio de 15.35cm, producto del volumen del equipo y la relación L/D seleccionada. El espesor de la camisa del recipiente se consideró las tolerancias por corrosión y esfuerzos mecánico, aplicando los modelos recomendados por el ASME y siguiendo el algoritmo recomendado por ellos, el espesor es de 0.033 in, siendo inviable porque es realmente difícil de soldar y manipular, por tanto, se escoge un calibre 2 mm, que es comercialmente fácil de adquirir y sobre especifica todas las características de diseño, aumentando la seguridad del proceso. El costo total del equipo incluyendo material y mano de obra de un experto para soldadura y otras tareas metalmecánicas es de 1.050.000 COP, en la tabla 5 y 6 se muestran los costos discriminados. En la Tabla 10. Resumen especificaciones para el recipiente se presenta el resumen de características más relevantes del equipo. A continuación, se presenta un esquema del equipo de extracción aceites.

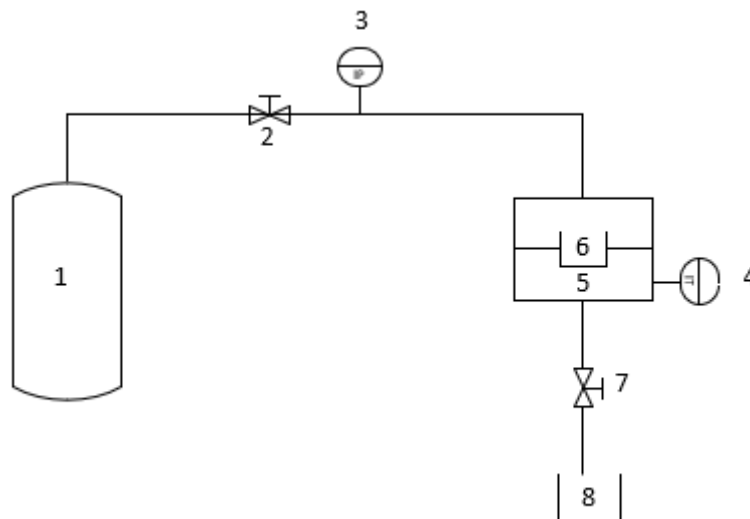


Figura 15. Esquema del equipo de extracción aceites esenciales.

Donde:

1. Pipeta de dióxido de carbono.
2. Válvula reguladora de dióxido de carbono.

3. Indicador de presión.
4. Indicador de temperatura.
5. Recipiente cilíndrico.
6. Recipiente para el solvente.
7. Válvula reguladora de salida.
8. Recipiente para la recolección del extracto.

Experimentación

En la extracción de aceites esenciales termolábiles en el recipiente se quiere evaluar la efectividad del proceso extracción diseñado. Durante el proceso de extracción en el equipo se valió la temperatura del proceso para determinar la influencia en la extracción, siendo la presión y masa la misma en ambos experimentos. Se realizó los experimentos a una presión de 1000 psi debido a que es la presión más elevada que pueda dar la pipeta de dióxido de carbono. En el artículo [19] realizaron una comparación entre el rendimiento encontrado en la extracción de manzanilla por el método convencional de extracción con vapor y el método de extracción con CO₂, encontrando que el rendimiento de aceite esencial logrado por una extracción durante un tiempo de 30 min con CO₂ puro a alta presión y 40 °C fue 4.4 veces mayor que el producido por la destilación al vapor realizada durante 4 horas. Esto muestra las ventajas de la extracción con CO₂, brindando sólidas bases para el proceso y su experimentación, siendo una alternativa viable el proceso que se diseñó.

Se buscó la relación de etanol/material vegetal y la de etanol requerido en % m/m para humectar el material vegetal. Se encontró la preparación de las muestras vegetales a procesar, ajustando muy bien los datos experimentales con una desviación aproximada de $R^2 = 0,99$ para escalar la extracción de caléndula, manzanilla y jazmín.

El efecto de aumentar la proporción de etanol como fluido de extracción lleva a un aumento general en el rendimiento de extracción de la manzanilla con el aumento de la presión [20] por lo tanto el rendimiento obtenido para las muestras de manzanilla se podrá incrementar con variaciones de la presión, donde este informe proporciona una guía útil con el equipo obtenido puede ayudar en el futuro desarrollo de un proceso de extracción con CO₂ más óptimo. El dióxido de carbono es un fluido no tóxico, económico, no inflamable y no contaminante para la extracción de fuentes naturales [21]. Una deficiencia importante del uso de CO₂ es su baja polaridad. Teniendo en cuenta la naturaleza química de la mayoría de los compuestos bioactivos naturales presentes en los extractos vegetales, generalmente compuestos polares, el CO₂ solo no puede extraerlos. Para hacer frente a este problema, se emplean codisolventes durante la extracción en algunas proporciones, estos codisolventes son disolventes con mayor polaridad que el CO₂, ampliando la gama de compuestos que se pueden obtener, aumentando drásticamente la polaridad de la mezcla [22] debido a las propiedades no tóxicas del agua y el etanol, estos dos compuestos pueden utilizarse en lugar de otros disolventes orgánicos para la extracción de compuestos bioactivos. En diferentes estudios se ha concluido que la adición de etanol (5-30%) es necesaria para potenciar la solubilidad de los compuestos fenólicos [23] por lo tanto, al utilizar como codisolvente el etanol, las pruebas experimentales de manzanilla garantizarán una presencia mayor de metabolitos secundarios, aumentando sus propiedades benéficas, las cuales se atribuyen a la presencia de compuestos fenólicos y flavonoides[24].

Se observó cualitativamente que el efecto de disminuir la temperatura de 15°C a 0°C generó una mejora en las características organolépticas del extracto de caléndula, siendo su aspecto líquido móvil de color amarillo y olor afrutado, aromático y herbáceo. Esto es un indicador de

la presencia de gran cantidad de metabolitos secundarios. Sin embargo, es necesario cuantificar la cantidad de extracto y conocer su composición química exacta, para caracterizar sus propiedades físicas y bioquímicas.



8. Conclusiones

- Actualmente estamos inmersos en un resurgimiento de todo lo relacionado con los productos naturales y la obtención de metabolitos secundarios para el beneficio humano. Además, la importancia económica e industrial, permite que se desarrollen equipos a pequeña escala como el construido en el presente trabajo de grado, que permitirá seguir investigando a profundidad el desarrollo de nuevos equipos y tecnologías para la obtención de estos. El trabajo experimental se realizó para identificar las mejores condiciones de proceso solvente/material vegetal y así maximizar el rendimiento del extracto y su contenido. Obteniendo cualitativamente mayor presencia de metabolitos secundarios en las muestras de caléndula y manzanilla.
- Se plantea para los futuros trabajos evaluar otros fluidos de extracción que sustituyan el dióxido de carbono que permita un mayor descenso de la temperatura del proceso, y a su vez permita que el solvente tenga una mayor extracción del aceite esencial. Lo anterior está basado en el hecho que el dióxido de carbono disponible en cilindros requiere de un alto flujo para que sea evidente la caída de presión y así se de el efecto Joule Thomson.
- El equipo construido mostró ser funcional, versátil e interesante para realizar estudios de extracción de aceites esenciales de diferentes especies vegetales a bajas temperaturas con diferentes solventes
- Al aumentar la proporción de etanol como fluido de extracción respecto al material vegetal se mejora el rendimiento de extracción para una temperatura dada, según el aumento en el índice de refracción de la mezcla obtenida para todos los materiales probados.
- Para una relación dada de solvente/material vegetal se alcanzó a detectar que existe variación en el perfil organoléptico de los extractos obtenidos cuando se trabaja a diferente temperatura

9. Recomendaciones

- Mejorar el sistema de estrangulamiento (válvula) para aumentar la eficiencia del enfriamiento y reducir el consumo de gas
- Caracterizar los extractos resultantes y cuantificar las cantidades y calidades de los aceites obtenidos mediante análisis por cromatografía
- Evaluar otros fluidos que ayuden a la extracción que sustituyan el dióxido de carbono que eventualmente permitan un mayor descenso de la temperatura del proceso y que promueva una mayor extracción del aceite esencial



10. Referencias Bibliográficas

- [1] S. Andrade-Ochoa, L. E. Sánchez-Torres, and G. V. Nevárez-Moorillón, "REVISIÓN DE TEMA Contribución de los autores," *Biomédica*, vol. 37, no. 2, pp. 224–267, 2017, doi: 10.7705/biomedica.v34i2.3475.
- [2] A. Martínez, "UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA ACEITES ESENCIALES," 2001.
- [3] H. De Matricaria, "EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA DEL EXTRACTO."
- [4] M. D. M. C. GARZÓN, "(No Title)," *EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES DE LA FLOR DE JAZMÍN (*Jasminum officinale*) PARA LA ELABORACIÓN DE UNA FORMULACIÓN DE INTERÉS AGROINDUSTRIAL.*, 2012. https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/61782290/aceites_escencialesUDEA20200114-91358-1achn3k.pdf?1579016164=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DUNIVERSIDAD_DE_ANTIOQUIA_ACEITES_ESENCIA.pdf&Expires=1608403124&Signature=ZkgufJNdCCXABhdCVHp0xR (accessed Dec. 19, 2020).
- [5] "UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA MAESTRÍA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS PROGRAMA INTERFACULTADES BOGOTA, COLOMBIA 2012."
- [6] "Los aceites esenciales | Offarm." <https://www.elsevier.es/es-revista-offarm-4-articulo-los-aceites-esenciales-13064296> (accessed Jan. 17, 2021).
- [7] www.altas-buscadores.com and A. S. Bandwolf, "INTRODUCCION A LA INDUSTRIA DE LOS ACIETES ESENCIALES EXTRAIDOS DE LAS PLANTAS MEDICINALES Y AROMATICAS."
- [8] W. Pensuk, T. Padumanonda, and C. Pichaensoonthon, Comparison of the Chemical Constituents in *Michelia alba* Flower Oil Extracted by Steam Distillation, Hexane Extraction and Enfleurage Method."
- [9] A. Paulina Caldas Avila, "UNIVERSIDAD DE CUENCA."
- [10] "GUÍA DE EXTRACCIÓN POR FLUIDOS SUPERCRÍTICOS: FUNDAMENTOS Y APLICACIONES."
- [11] M. G. Cerpa and C. Valladolid, "HIDRODESTILACION DE ACEITES ESENCIALES: MODELADO Y CARACTERIZACION Memoria para optar al grado de Doctor por la Universidad de Valladolid presentada por el Ingeniero Químico," 2007.
- [12] L. A. Meléndez, S. Manuel, and R. Cosío, "Margarito Rodríguez Álvarez." Accessed: Jan. 17, 2021. [Online]. Available: <http://www.cibnor.mx>.
- [13] J. Ferré and F. X. Rius, "INTRODUCCIÓN AL DISEÑO ESTADÍSTICO DE EXPERIMENTOS."
- [14] "Las variables en el método científico." http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2007000300007 (accessed Jan. 17, 2021).
- [15] C. Rusu, "Metodología de la Investigación."
- [16] "Manual A C E R O S I N O X I D A B L E S." Accessed: Jan. 17, 2021. [Online]. Available: www.indura.net.
- [17] E. F. MEGYESY and R. GARCIA DIAZ, "MANUAL DE RECIPIENTES A PRESION:DISEÑO Y CALCULO /," 2000.
- [18] "(No Title)." [https://www.asme.org/wwwasmeorg/media/resourcefiles/aboutasme/who-we-are/standards_and_certification/scstudentbr_aug15r3-\(002\).pdf](https://www.asme.org/wwwasmeorg/media/resourcefiles/aboutasme/who-we-are/standards_and_certification/scstudentbr_aug15r3-(002).pdf) (accessed Jan. 18, 2021).
- [19] S. Scalia, L. Giuffreda, and P. Pallado, "Analytical and preparative supercritical fluid extraction of Chamomile flowers and its comparison with conventional methods," *J. Pharm. Biomed. Anal.*, vol. 21, no. 3, pp. 549–558, Nov. 1999, doi: 10.1016/S0731-7085(99)00152-1.
- [20] M. Hamburger, D. Baumann, and S. Adler, "Supercritical carbon dioxide extraction of selected medicinal plants - Effects of high pressure and added ethanol on yield of extracted substances," *Phytochem. Anal.*, vol. 15, no. 1, pp. 46–54, Jan. 2004, doi:

- 10.1002/pca.743.
- [21] A. M. F. Palavra *et al.*, “Supercritical carbon dioxide extraction of bioactive compounds from microalgae and volatile oils from aromatic plants,” in *Journal of Supercritical Fluids*, Dec. 2011, vol. 60, pp. 21–27, doi: 10.1016/j.supflu.2011.04.017.
- [22] M. Bimakr *et al.*, “Comparison of different extraction methods for the extraction of major bioactive flavonoid compounds from spearmint (*Mentha spicata* L.) leaves,” *Food Bioprod. Process.*, vol. 89, no. 1, pp. 67–72, Jan. 2011, doi: 10.1016/j.fbp.2010.03.002.
- [23] R. Murga, R. Ruiz, S. Beltran, and J. L. Cabezas, “Extraction of natural complex phenols and tannins from grape seeds by using supercritical mixtures of carbon dioxide and alcohol,” *J. Agric. Food Chem.*, vol. 48, no. 8, pp. 3408–3412, Aug. 2000, doi: 10.1021/jf9912506.
- [24] “Comparison of phenolic content, antioxidant capacity and anti-inflammatory activity of commercial herbal infusions.”
http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S2007-09342012000300006&lng=es&nrm=iso&tlng=en (accessed Jan. 18, 2021).

