

OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL Y PECTINAS DE LA CASCARA DE NARANJA
Y DISEÑO DE LA UNIDAD DE EXTRACCIÓN.

ESSENTIAL OIL AND PECTINES EXTRACTION FROM ORANGE PEELS AND
EXTRACTOR DESIGN

Autor

Jinerson Jonary Pérez González

Estudiante de pregrado del programa Ingeniería Química

Fundación Universitaria Jorge Tadeo Lozano

Director

Franz Edwin López Suárez

Ingeniero Químico

Universidad Nacional Sede Manizales

Fundación Universitaria Jorge Tadeo Lozano

Facultad de Ciencias Naturales e Ingeniería

Programa De Ingeniería Química

Bogotá D.C

2019

1. RESUMEN

En este trabajo se estudia y evalúa el tratamiento de los residuos generados por los vendedores ambulantes que comercializan jugos de naranja, con el fin de hallar una solución a la problemática ambiental y social que ellos generan. Se realizó la extracción del aceite esencial de la cascara de naranja recolectada en los barrios Bosque izquierdo y La Alameda del centro de Bogotá con los métodos de hidrodestilación, extracción con solvente y arrastre con vapor, siendo este último el mejor método obteniendo un rendimiento del 1,14 % a una presión de 1 atmósfera y un tiempo de extracción de 120 minutos. También se realizó la extracción de pectinas y se midió el poder calorífico a la cascara residuo de las extracciones del aceite obteniendo un rendimiento del 20 % para las pectinas y un poder calorífico de 17,370 KJ/g. Teniendo en cuenta la presión, el tiempo de extracción y la densidad de empaquetamiento como variables más importantes en la extracción por arrastre con vapor se diseñó un extractor para una capacidad de 60 Kg de material vegetal a una densidad de empaquetamiento de 120 Kg/m³, obteniendo una altura de 1,8 m y un diámetro de 0,7 m, alimentado con un flujo de vapor de 0,25 Kg/min.

Palabras clave: Aceite esencial, Pectinas, Poder calorífico, unidad de extracción

2. ABSTRACT

This paper studies and evaluates the treatment of waste generated by the street vendors who sell orange juice, in order to find a solution to the environment and social problems that they are responsible for. The essential oil extraction of the orange peels collected in Bosque Izquierdo and La Alameda districts in the center of Bogotá was carried out with the methods of hydro distillation, solvent extraction and steam trawl, the latter being the best method with a yield of 1,14 % at a pressure of 1 atmosphere and 120 minutes of extraction. The pectin extraction was also carried out and the calorific power value was measured, getting a yield of 20 % for pectin and a calorific power value of 17,370 KJ/g. Taking into account the pressure, the time extraction and the packing density as the most important variables in the steam extraction, an extractor was designed for a capacity of 60 Kg of orange peels with a packing density of 120 Kg/m³, getting a height of 1,8 meters and a diameter of 0,7 m, fed with a vapor flow of 0,25 Kg/min.

Key words: Essential oil, Pectin, Calorific power, extractor.

3. INTRODUCCIÓN

Cuando se trabaja en un proceso industrial es importante tener procedimientos con los cuales se minimicen al máximo las pérdidas de materia prima durante su manipulación y que de la misma manera también se minimice la generación de residuos que al disponerlos en el ambiente tengan efectos negativos sobre este. Sin embargo, hay procesos en los cuales no se puede controlar la cantidad de residuos que se obtienen al final del proceso, como lo es el caso de la industria de jugos obtenidos a partir cítricos como la naranja. Se estima que el 50% en peso de este fruto se desecha como residuo conformado por las cáscaras, las semillas y la pulpa (Anwar, y otros, 2008).

En la zona de trabajo estudiada se tiene la problemática del manejo de los residuos del proceso de la comercialización de los jugos de naranja, ya que sus comercializadores son personas informales que no tienen un lineamiento sobre la disposición final de sus residuos, y para los cuales el distrito capital no tiene un reglamento establecido para

este procedimiento lo que conlleva a que dichos residuos terminen en bolsas de basura que después, son arrojados a un relleno sanitario.

Debido a esto, se han venido realizando estudios con los cuales se busca la posibilidad de obtener productos de valor agregado a partir de material considerado como un desecho. De la cáscara de naranja se pueden obtener productos como lo son el aceite esencial y la pectina.

Los aceites esenciales se caracterizan por ser líquidos volátiles constituidos por hidrocarburos alicíclicos y aromáticos, alcoholes, aldehídos, cetonas y ésteres. Estos aceites tienen varios usos en las industrias de alimentos, perfumería y farmacéutica (Rueda, Lugo, & Parada, 2007).

La cascara de naranja contiene 1,5% en peso de aceite esencial, en el cual el componente mayoritario que se ha identificado es el monoterpeno D-Limoneno o (1-Metil-4-(1-Metil Etenil)-Ciclohexano) el cual se caracteriza por su particular olor a limón (Mercy Nisha, Nithyalakshmi., & Aadhiya, 2015).

Entre los usos más importantes que se le puede dar al aceite esencial de naranja se destaca su actividad antimicrobiana contra los micro organismos *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogens* y *Pseudomonas aeruginosa*, siendo el extracto de la naranja Valencia el más efectivo (Geraci, Stefano, Martino, Schillaci, & Schicchi, 2016). Ahora bien, de la cascara de naranja también se puede obtener un polisacárido conocido como pectina. Este compuesto está formado por una cadena lineal de rastros de ácido α -(1,4)-D-Galacturónico en el cual los grupos carboxilos se encuentran parcialmente metoxilados (Crispin, Caro, & Veiga, 2011).

Las pectinas se pueden clasificar en dos grupos teniendo en cuenta su grado de esterificación (DE): las pectinas de alto grado de metoxilación o (HM) se caracterizan por tener un rango de metoxilación que oscila entre 60 y 75%, están limitadas para la formación de geles por el pH el cual es óptimo en un valor de 3, también se ve afectada por la cantidad de sólidos solubles la cual debe ser mínima y es necesaria la presencia de un agente dispersante como la dextrosa para evitar la formación de grumos a la hora de gelificarse. Las pectinas HM son solubles en agua caliente y los geles que forman son térmicamente reversibles. Por lo contrario, las pectinas con bajo grado de metoxilación o (LM) tienen un rango de metoxilación entre el 20 y el 40%, no son dependientes del pH como las HM, pero es necesaria la presencia controlada de calcio o de cationes divalentes para la gelificación (Sriamornsak, 2014).

Entre los usos más destacados de la pectina se puede exaltar su implementación como sustancia excipiente para el transporte de principios activos necesarios para el tratamiento de enfermedades en el colon (Crispin, Caro, & Veiga, 2011). Este principio se ha estudiado experimentalmente ya que la pectina al igual que otros polisacáridos, puede pasar a través del organismo humano hasta llegar al colon, en donde, debido a la presencia de enzimas pectinolíticas producidas por bacterias que forman parte de la flora colónica de degrada liberando el principio activo (Rubistein, Radai, Ezra, Pathak, & Rokem, 1993).

Hay diferentes métodos para la extracción de aceite esencial de las cascara de naranja entre los cuales se destacan arrastre con vapor, hidrodestilación asistida por microondas y extracción con solvente. Giwa y colaboradores (Giwa & GIWA, 2018) realizaron una extracción de aceite esencial de la cascara de naranja a nivel de laboratorio a través de los 3 métodos anteriormente mencionados. En sus resultados afirman que los rendimientos en la extracción del aceite fueron de 4.4%, 3,47% y 2.54%

correspondiendo el mayor al método de arrastre con vapor y el menor al de extracción con solvente. La extracción por arrastre con vapor se realizó a una temperatura de 100°C durante 200 minutos.

Además de tener el mayor rendimiento de extracción, la metodología de arrastre con vapor también es más eficaz a la hora de separar el aceite del medio extractor, como lo afirmaron Geraci y colaboradores (Geraci, Stefano, Martino, Schillaci, & Schicchi, 2016) tras analizar una extracción con arrastre de vapor y otra por extracción con solvente utilizando hexano. En el primer caso se detectaron 54 componentes entre hidrocarburos, aldehídos, cetonas, alcoholes etc., mientras que, en la extracción con solvente solo se identificaron 44 componentes.

Ahora bien, la obtención de la pectina consiste de un tratamiento ácido con el cual se busca diluir la pectina en el medio para separarla de los demás sólidos de la cascara de naranja a través de una filtración. Seguido de esto, se adiciona etanol a la solución obtenida para precipitar la pectina. El siguiente paso es centrifugar la mezcla para poder separar la parte sólida la cual corresponde a la pectina en forma de gel. Por último, se seca dicho gel y se muele para obtener la pectina comercial. Kense y colaboradores (Kanse, Chirag, Swapnil, & Vishal, 2017) en su artículo "Extraction of Pectin from Orange Peel's and Its Applications: Review" afirman que se obtiene mayor rendimiento en la extracción de pectina usando como materia prima cascara de naranja a la cual ya se le ha extraído el aceite esencial por medio de arrastre con vapor que usando cascara fresca y sugieren el uso de ácido cítrico para la dilución.

En este orden de ideas, se tiene como objetivo principal del presente trabajo cuantificar la cantidad de residuo naranja que se genera en un sector de la zona céntrica de Bogotá en los barrios La Alameda y Bosque Izquierdo para posteriormente evaluar una metodología que permita el aprovechamiento de este material vegetal y así, pasar de tener un residuo orgánico a una materia prima con valor agregado de la cual se pueden obtener productos empleados industrialmente y una posible fuente de energía.

4. METODOLOGÍA

4.1. Extracción de Aceite esencial

La extracción del aceite esencial se llevó a cabo en el Centro de investigación de Procesos en ingeniería (CIPI) de la Fundación universitaria Jorge Tadeo Lozano en la ciudad de Bogotá. Se emplearon tres diferentes métodos para la obtención del aceite los cuales corresponden a hidroddestilación, extracción con solvente y arrastre con vapor. Las cáscaras usadas para las extracciones se obtuvieron al azar de puntos de venta de jugo de naranja ubicados en la zona de trabajo seleccionada (Barrios La Alameda y Bosque Izquierdo) en el centro de Bogotá. Antes de las extracciones se realizó una limpieza superficial de las cáscaras empleando agua para retirar las impurezas adheridas a estas y se les retiró las trazas de pulpa y semillas. El material fue recolectado el mismo día de las respectivas extracciones por lo cual no hubo unas condiciones de almacenamiento específicas.

Para las diferentes extracciones se tienen los siguientes procedimientos:

4.2. Hidrodestilación

Se empleó un montaje compuesto por un matraz de destilación de cuello corto, un colector Dean-Stark y un condensador alimentado con agua a 17 °C. Todas las extracciones se realizaron a presión atmosférica de Bogotá, que corresponde a 0.736 atmósferas.

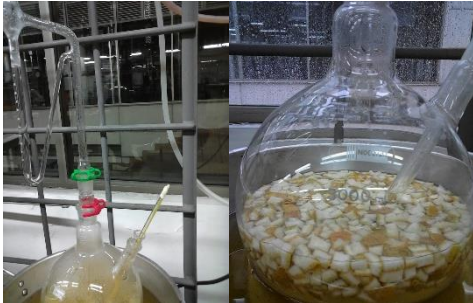


Figura 1: Montaje hidrodestilación

Se realizaron 4 extracciones usando en cada una aproximadamente 300 g de cascara de naranja fresca. En la primera extracción se usó un tamaño de partícula de 1 cm y se conservó el albedo de la cascara. El tiempo de extracción fue de 180 minutos y la temperatura de extracción fue de 93°C. Para la segunda extracción se retiró el albedo de la cascara y los demás parámetros se mantuvieron como en la primera extracción. Para las extracciones 3 y 4 se redujo el tamaño de partícula a un rango de 0,2 - 0,4 cm y el tiempo de extracción se redujo a 150 minutos.

El albedo se retiró a los 300 gramos iniciales de cáscara de naranja, por lo que, en los casos en que este fue removido, la masa de la cáscara introducida al montaje de extracción osciló entre los 192 y 205 gramos.

4.3. Extracción con solvente

Se usó un montaje soxhlet para la extracción del aceite, el cual consta de un matraz de fondo plano, un embudo soxhlet y un condensador. El montaje tenía una capacidad de 500 mL para solvente (balón) y 250 mL para la muestra (embudo). Para la separación del aceite y el hexano se realizó una destilación al vacío (rota-evaporación) en la cual se llevó la mezcla a una presión de 350 mPa para poder extraer el solvente a una temperatura de 45° C.



Figura 2: Montaje soxhlet

Se realizaron 3 extracciones usando hexano como el solvente de extracción. Se usó una masa promedio de 185 gramos en cada extracción, con un diámetro de partícula en el rango de 0,2 a 0,4 cm. Al igual que en la hidrodestilación el albedo de la cascara de naranja fue retirado para un mayor rendimiento. La temperatura a la cual se realizaron las extracciones fue de 68°C. El tiempo de extracción fue de 150, 120 y 90 minutos para las extracciones 1, 2 y 3 respectivamente.

4.4. Arrastre con Vapor

Para estas extracciones se usó el equipo multipropósito del Centro de investigación de Procesos en ingeniería (CIPI) de la universidad Jorge Tadeo Lozano, en el cual el montaje de extracción ya está dispuesto.



Figura 3: Extractor Multipropósito

Se realizaron 3 extracciones con vapor de agua como medio de arrastre del aceite. Se usó 800 gramos de cascara en la primera extracción y 1000 gramos en las siguientes 2 extracciones, con un tamaño de partícula entre un rango de 0,2 y 0,4 cm. La densidad de empaquetamiento fue de aproximadamente 120 Kg/m³ en las tres extracciones. En este método se conservó el albedo de las cascara y se varió el tiempo de extracción, el cual fue de 60, 90 y 120 para las extracciones 1, 2 y 3 respectivamente. Se manejó una temperatura de 97°C y una presión de 1 atmosfera para las dos primeras extracciones y para tercera se aumentó la presión a 1 atmosferas y la temperatura a 100°C.

4.5. Extracción de pectina

Para la extracción de la pectina se usaron 2 g de cascara de naranja pre tratada (después de retirar el aceite esencial) con un porcentaje de humedad del 5%. Se diluyó dicha masa en 20 ml de ácido cítrico con un pH de 1,8 y se calentó a 65° C durante 30 minutos, se dejó enfriar a temperatura ambiente y se filtró la mezcla. Al filtrado se le adicionó el mismo volumen de etanol al 96% para la separación de las pectinas las pectinas. El precipitado gelatinoso se secó al ambiente durante 3 días para obtener la pectina sólida.

4.6. Estudio de producción de residuos de naranja en la zona de trabajo.

En este procedimiento registraron las masas de residuos de naranja que se producen en algunos puntos de venta de jugo de naranja de los barrios La Alameda y Bosque Izquierdo en el centro de la ciudad de Bogotá. Para esto se tomarán datos durante un mes la cantidad en peso de las cascara de naranja producidas en cada punto de venta y se estimó en promedio la cantidad diaria de desecho generado con el cual se plantearon las dimensiones de la unidad de extracción del aceite esencial.

4.7. Poder calorífico

Para esta medición se usó 0,5 gramos de la cascara de naranja seca y molida que se obtuvo como residuo de las extracciones del aceite esencial. Dicha muestra se llevó al laboratorio y usando un calorímetro IKA C2000 ajustado para el método isoperibólico se obtuvo el poder calorífico de la muestra de cascara de naranja. El valor obtenido se comparó con otros reportados en bibliografía para la cascara de naranja y también para el carbón como fuente de calor en calderas.

4.8. Análisis FTIR del aceite esencial

Se tomaron 100 micro litros de los diferentes extractos obtenidos en cada uno de los métodos de extracción y se realizó el análisis infrarrojo por transformada de Fourier en el laboratorio de instrumental de la universidad Jorge Tadeo Lozano. A partir de los resultados obtenidos se buscó identificar los posibles componentes presentes en cada uno de los aceites extraídos y las diferencias entre cada uno dependiendo de los grupos funcionales identificados.

4.9. Diseño de unidad de extracción

El diseño de la unidad de extracción se realizó para el método de arrastre con vapor usando la metodología propuesta por Tim Denny (López & Carvajal, 2009) en donde se busca calcular el flujo de vapor necesario para la extracción del aceite esencial teniendo en cuenta la densidad de empaquetamiento, la altura de empaquetado y el tiempo de extracción.

Para el diseño del destilador se tienen las siguientes ecuaciones:

4.9.1. Flujo de Vapor

$$\dot{m}_v = \frac{M_V}{T_p} \quad (1)$$

Donde \dot{m}_v y M_V son el flujo y la masa de vapor necesarios para realizar la extracción del aceite respectivamente y T_p es el tiempo de extracción de diseño.

$$M_V = \dot{m}_l * T_{pr} \quad (2)$$

Donde \dot{m}_l es el flujo de vapor estándar (experimental) necesario para la extracción y T_{pr} es el tiempo de extracción a condiciones estándar.

$$T_{pr} = T_c + T_e \quad (3)$$

Donde T_c corresponde al tiempo de calentamiento del sistema (equipo y material vegetal) y T_e es el tiempo de extracción el cual se calculara como se muestra en la ecuación 8.

$$T_c = \frac{M_{ct}}{\dot{m}_l} \quad (4)$$

$$M_{ct} = M_{vcs} + M_{pcs} \quad (5)$$

M_{ct} corresponde a la masa de vapor necesaria para calentar el sistema y M_{vcs} junto con M_{pcs} son las masas de vapor necesarias para calentar el equipo y el material vegetal respectivamente.

$$M_{vcs} = \frac{m_s * C_{p_s} * \Delta T}{h_{fg}} \quad (6)$$

$$M_{pcs} = \frac{m_p * C_{p_p} * \Delta T}{h_{fg}} \quad (7)$$

De las ecuaciones 6 y 7 tenemos los parámetros m_s y m_p los cuales corresponden a la masa del equipo de extracción y del material vegetal respectivamente, C_{p_s} y C_{p_p} a las capacidades caloríficas del material del equipo y del material vegetal respectivamente, a ΔT la cual representa la diferencia de temperatura del vapor y la temperatura ambiente y por ultimo h_{fg} que corresponde al calor latente del vapor de agua.

$$T_e = t * \sqrt{1 + \frac{H}{s}} \quad (8)$$

El tiempo de extracción T_e depende de los parámetros t y s los cuales pueden calcularse de los datos tomados experimentalmente de en el laboratorio como se ve en las ecuaciones 9 y 10. H es la altura de carga que se calcula según la ecuación 11.

$$\frac{T_{e1}}{T_{e2}} = \frac{\sqrt{1 + \left(\frac{H_1}{s}\right)}}{\sqrt{1 + \left(\frac{H_2}{s}\right)}} \quad (9)$$

$$t = T_{e1} * \sqrt{\frac{s}{s + H_1}} \quad (10)$$

$$H = \frac{M_v}{\rho * A} \quad (11)$$

Donde ρ es la densidad de empaquetamiento del material vegetal y A es el área del cartucho en el cual se introducirá la muestra al extractor.

4.9.2. Altura del extractor

Para el cálculo de la altura del extractor se tiene la siguiente ecuación:

$$H_{ex} = H + 0,4 * H \quad (12)$$

Siendo H la altura de carga calculada en la ecuación 11.

4.9.3. Espesor de Pared del extractor y fondo del extractor

Para determinar el espesor de pared del extractor se tuvo en cuenta el código ASME sección VIII Divisi para cuerpos cilíndricos a presión de pared gruesa donde se tiene que para carcasas cilíndricas el grosor de la pared está dado por:

$$t = R * (Z^{\frac{1}{2}} - 1) \quad (13)$$

$$Z = \frac{SE + P}{SE - P} \quad (14)$$

Donde P es la presión de diseño, R el radio interno del extractor, S es el esfuerzo permisible del material de construcción que para el caso del acero SAE 304 es de 106924 KPa y E corresponde a la eficiencia de la junta que oscila entre 0,6 y 1.

Para el fondo del extractor se decidió utilizar una configuración de tipo torisférica ya esta es una de las más usadas en la industria y, además, permite la remoción del condensador fácilmente. Pasa su diseño se tiene:

$$t = \frac{M * P * L}{2 * S * E - 0,2 * P} \quad (15)$$

Donde L es el diámetro interno del extractor, P , E y S son la presión de diseño, eficiencia de junta y esfuerzo permisible del material respectivamente y M está asociada con la relación $\frac{L}{R_k}$, siendo R_k el 6% del diámetro interno L , y que para el caso de este diseño tiene un valor de 1,77 según lo planteado por León en el 2001 (León Estrada, 2001).

La altura h del fondo de la tapa está dada por:

$$h = L - \frac{\sqrt{3 * L^2 - 4 * L * R_k}}{2} \quad (16)$$

4.9.4. Tapa del extractor

Al igual que el fondo, la tapa también será de configuración torisférica y será del tipo F & D estándar ASME, y su espesor de pared está dado por:

$$t = \frac{0,885P * L}{S * E - (0,1 * P)} \quad (17)$$

La altura de la tapa se calcula con la ecuación 16

4.9.5. Dimensiones del cartucho

El cartucho es el recipiente en el cual se introducirá el material vegetal al extractor, y este depende de la cantidad de material que se use en cada extracción y en la densidad de empaquetamiento con la que se trabaje.

Para su dimensionamiento se tiene que:

$$V_{Co} = \frac{M}{\delta} \quad (18)$$

Donde M es la masa de material vegetal y δ la densidad de empaquetamiento. La altura del cartucho está dada por:

$$H_{Co} = \frac{4 * V_{Co}}{\pi * D_{Co}^2} \quad (19)$$

Ya que el cartucho deberá ir dentro del extractor, se plantea haya un espacio de 1 cm entre este y cuerpo del extractor para facilitar su ajuste, por lo cual el diámetro del cartucho D_{Co} equivale a 0,68 m.

4.9.6. Diseño del Separador del Aceite

El separador del aceite consistirá en un recipiente de determinado volumen en el cual se dará tiempo necesario para la separación por diferencia de densidades de la mezcla agua-aceite. Conociendo el tiempo de residencia necesario para que la mezcla se separe en dos fases, se halla el volumen del recipiente, el cual contara con dos válvulas, una en la parte lateral superior y una en la parte inferior, por las cuales se retirara el aceite y el agua respectivamente. El tiempo de residencia que se propone es de 25 minutos ya que este fue el valor promedio obtenido experimentalmente. De esta manera, las ecuaciones de diseño del separador son:

$$V_s = \frac{\dot{m}_v * t_r}{\delta_a} \quad (20)$$

Siendo \dot{m}_v el flujo de vapor alimentado al separador, δ_a la densidad del agua a 45°C con un valor de 990,22 Kg/m³ y t_r el tiempo de residencia en el separador.

La altura del separador está dada por:

$$h_s = \frac{4 * V_s}{\pi * D_s^2} \quad (20)$$

Siendo D_s el diámetro del separador, el cual se propone según el espacio disponible, con un valor de 0,15 m.

4.9.7. Selección de la caldera

Para la selección de la caldera se sobre-diseño el flujo de vapor obtenido en un 20% y con este valor se seleccionó una caldera que se ajustara al requerimiento de vapor para la extracción del aceite esencial.

4.9.8. Diseño del condensador

Para el diseño del condensador de vapor se tuvo en cuenta la norma TEMA la cual aconseja utilizar un intercambiador de clase C con una configuración B-E-M. Se utilizó agua como del fluido de enfriamiento que se alimenta a 15°C y sale a una temperatura de 44°C. la temperatura de salida del condensado se propuso de 45°C ya que a esta temperatura la separación de la mezcla aceite agua es óptima (López & Carvajal, 2009). Para el dimensionamiento del condensador se usó la herramienta Aspen Plus V9.

4.9.9. Selección de tubería

La tubería será de acero al carbón ANSI cedula 40 la cual es comúnmente industrialmente usada para líneas de vapor. El diámetro de tubería se especificará empleando la figura 4 de acuerdo a la presión de operación, flujo de vapor y velocidad de flujo, la cual se encuentre entre 20 y 40 m/s en líneas de vapor cortas. La presión

corresponderá a la presión de operación de la caldera que es de 2 bar, y el flujo másico corresponde a 15,25 Kg/h.

4.10. Rendimiento

Para el cálculo del rendimiento de cada una de las extracciones se utiliza la ecuación:

$$\%R = \frac{M_A (g)}{M_C (g)} * 100 \quad (21)$$

Siendo %R el rendimiento del proceso, $M_A (g)$ la masa en gramos del producto final obtenido y $M_C (g)$ la cantidad de material vegetal en gramos empleada.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Hidrodestilación

Con este método de extracción se obtuvieron rendimientos entre 0,05 y 0,85% como se puede observar en la tabla 1. Se observó que al no retirar el albedo de la cascara de naranja la cantidad de aceite extraído disminuía drásticamente, obteniendo tan solo 0,2 ml de 300 gramos de material, mientras que, retirándolo el volumen de aceite fue de 1,5 mL de la misma cantidad de cascara. Esto se debe a que el albedo absorbe agua y aumenta su grosor, oponiendo resistencia a la extracción del aceite. También se ve que el tamaño de las partículas de la cascara tienen un efecto directo sobre la cantidad de aceite extraído, ya que se presentan mayores rendimientos a menores tamaños de partícula y el tiempo de extracción disminuye, de 180 a 150 minutos en el caso de este trabajo. La separación de aceite extraído por este método es directa ya que se puede aprovechar la diferencia de densidades para realizar este proceso. la humedad de la cascara utilizada vario entre 70 y 73% a 120°C y el estado de maduración fue medio. Estas condiciones se consideran las óptimas ya que al utilizar cascara de alto grado de maduración, tanto el grosor de esta como el del albedo disminuía volviéndose más compacta e impidiendo la extracción del aceite en su interior. Por otra parte, si la cascara estaba en un estado de maduración muy temprano, la cantidad de albedo era mucho mayor y esto implicaba mayor pérdida de masa a la hora su remoción.

Tabla 1: Rendimientos de hidrodestilación

Extracción	Masa Cascara (g)	Masa de Aceite (g)	%R
1	300	0,168	0,056%
2	300	1,261	0,420%
3	300	2,523	0,841%
4	300	2,271	0,757%

5.2. Extracción con solvente

En la extracción con solvente se evaluaron condiciones óptimas de extracción encontradas en la literatura. El máximo rendimiento obtenido por medio de estas extracciones fue de 0,767%. El tiempo óptimo de extracción fue de 150 minutos ya que después de este tiempo no se observó ningún cambio en la coloración del solvente después de 4 recirculaciones del mismo. El uso de este método implica directamente

tiempos prolongados de extracción (mayores a 120) ya que en la practica el cambio de coloración se debe a los pigmentos presentes en la cascara de naranja que también son solubles en el hexano, pero debido a que el aceite esencial es incoloro no es posible saber cuándo finaliza la extracción y esto se evidencia en la tabla 2 donde se presentan mayores rendimientos a medida que aumento el tiempo de extracción. A diferencia de la hidrodestilación, en la cual el aceite era transparente, en la extracción con solvente el color del aceite fue amarillo, lo que se debe a la presencia de la luteína, un pigmento amarillo que pertenece al grupo de las xantofilas y que está presente en plantas y algas (Padron Pereira, 1999). Para la separación del aceite esencial del hexano se realizó una rota evaporación en vacío, con la cual se recuperó el solvente utilizado. Este proceso tardo entre 50 y 60 minutos dejando el aceite con un ligero olor a solvente.

Tabla 2: Rendimientos de extracción con solvente

Extracción	Masa Cascara (g)	Masa de Aceite (g)	Rendimiento
1	100	0,767	0,767%
2	100	0,673	0,673%
3	100	0,588	0,588%

5.3. Arrastre con vapor

En la extracción por arrastre con vapor se obtuvo el mayor rendimiento en cuanto a los demás métodos el cual fue de 1,14% a una presión de 1 atmosfera y una temperatura de 100°C. Se observó que el volumen de aceite extraído depende del tiempo de extracción, dado que a mayor tiempo mayor es el rendimiento obtenido como se ve en la tabla 3. También se ve una relación directa entre la presión y la cantidad de aceite extraído, de manera que al aumentar la presión también aumenta el volumen de aceite. La mayor cantidad de aceite se extrae durante los primeros 90 minutos, y después de 110 minutos el aumento de la cantidad de aceite extraído es mínima. Los rendimientos obtenidos en las extracciones con vapor son buenos teniendo en cuenta que el albedo no fue retirado de la casara, y aun así estos fueron mejores que en los otros métodos. Esto se debe a que el albedo de la cascara de la naranja no está en contacto directo con el agua por lo cual no se hincha, y el vapor se introduce dentro de la cascara más fácilmente arrastrando consigo al aceite esencial.

Tabla 3: Rendimientos de arrastre con vapor.

Extracción	Masa Cascara (g)	Masa de Aceite (g)	Rendimiento
1	1000	8,41	0,84%
2	1000	9,251	1,01%
3	1000	11,35	1,14%

5.4. Análisis FTIR del aceite esencial

Del análisis FTIR para el aceite extraído por hidrodestilación se confirma la presencia de radical metilo e instauraciones, debidas a alquenos o aromáticos. También señales pequeñas de presencia de aldehídos y esteres. De esta manera se puede inferir que el aceite esencial de naranja contiene D-Limoneno el cual contiene radical metilo, y dos instauraciones de metileno en su estructura además de contenidos leves de esteres y aldehídos.

Para el caso del aceite extraído con hexano al igual que con el aceite extraído por hidrodestilación se observa la presencia de grupos aldehído y cetona además de la presencia de cadenas cortas de hidrocarburos y alta intensidad en cuanto a la presencia de instauraciones por doble enlace. De esta manera se confirma la presencia de luteína, un terpeno con 11 instauraciones de doble enlace la cual es la responsable de la coloración amarilla del aceite. También debido a la presencia de cadenas cortas de hidrocarburos se confirma la presencia de hexano en la muestra de aceite el cual no pudo ser retirado totalmente mediante la rota evaporación.

Por último, el análisis FTIR del aceite extraído por el método de arrastre con vapor presenta las mismas características que las del extraído por medio de la hidrodestilación, con la diferencia que también presenta leves señales de presencia de instauraciones por doble enlaces, los cuales también son a causa de la presencia de la luteína.

Las gráficas obtenidas pueden ser observadas en el anexo 1.

5.5. Extracción de pectina

Tras realizar la adición de los 2 g de cascara de naranja seca y molida a los 25 mL de ácido cítrico, se observó como la mezcla empezó al transcurrir del tiempo a tornarse más espesa y al mismo tiempo más homogénea, lo cual se debía a la acción del ácido diluyendo el material vegetal. Para que la solución estuviera la mayor parte del tiempo a 65°C y en mezcla homogénea fue necesario agitar constantemente y así evitar perfiles de temperatura que afectaran la dilución de la cascara de naranja. Transcurridos los 30 minutos de la dilución, se procedió a la filtración de la solución obtenida, para lo cual fue necesario la adición de 15 mL de agua destilada para hacer más fluida la mezcla y acelerar la separación. Dicho proceso se realizó durante 24 horas para lograr obtener la mayor cantidad de filtrado. Transcurrida la filtración se obtuvieron 30 mL de filtrado, y se le agregaron 60 mL de etanol al 96%. Inmediatamente se observó la separación de las pectinas en un sólido gelatinoso, el cual se dejó secar durante 3 días al ambiente en un embudo de vidrio. Se registró la masa y la humedad del producto final obteniendo valores de 0,547 g y 2% respectivamente. Para el cálculo del rendimiento de la extracción de la pectina se usa la ecuación 21 obteniendo:

$$\%R_p = \frac{0,6 \text{ g}}{2 \text{ g}} * 100 = 30\%$$

5.6. Estudio de producción de residuos de naranja en la zona de trabajo.

Se registraron los datos obtenidos de 5 de los puntos de venta de jugos de naranja identificados en la zona de trabajo obteniendo el siguiente promedio de producción de cascara de naranja diario.

Tabla 4: Producción promedio de cascara de naranja en cada punto seleccionado.

Punto de Venta	Masa promedio de cascara de naranja (Kg/día)	Desviación estándar
1	17	1.6
2	15	2.0
3	13	1.6
4	18	1.4
5	21	1.4

Total	84	1.6
--------------	----	-----

Dado que los valores reportados en la tabla 4 corresponden a la cascara de naranja incluyendo los residuos de pulpa y semilla, fue necesario estimar que porcentaje de dicha masa correspondía a la cascara de naranja pre tratada para la extracción del aceite esencial, es decir, retirando las trazas de pulpa y semillas. Para esto, se tomó una cantidad de cascara de naranja y se registraron las masas con y sin trazas de pulpa y semillas, obteniendo masas de 275,5 g y 192,3 g respectivamente. Con dichos datos se calculó el porcentaje que representa la cascara limpia de la siguiente manera:

$$\% CL = \frac{192,3 \text{ g}}{275,5 \text{ g}} * 100 = 69,8 \%$$

Siendo %CL el porcentaje de cascara sin trazas de pulpa y semillas.

Con este valor y la producción diaria de cascara de naranja se estimó la masa de materia prima para la cual se debía realizar el diseño de la unidad de extracción obteniendo una masa de aproximadamente 60 Kg/día.

5.7. Poder calorífico

Se usó el calorímetro IKA C2000 en el modo isoperibólico el cual consiste en mantener constante la temperatura del agua que se encuentra en la chaqueta del calorímetro suministrando la cantidad de calor necesaria para esto. El valor obtenido fue de 17,370 KJ/g el cual es cercano al reportado por Pinzón y Cardona en su artículo "Caracterización de la cáscara de naranja para su uso como material bioadsorbente." con un valor de 15,910 KJ/g (Pinzón & Cardona, 2011).

Por otra parte, podemos comparar el poder calorífico obtenido con el reportado para el carbón usado como fuente de calor en calderas el cual corresponde a 35,087 KJ/g (Cabral Beconi, 2013). Podemos observar que el valor del poder calorífico obtenido para el material vegetal corresponde aproximadamente al 50% del reportado para el carbón. Debido a que el material vegetal es obtenido como un desecho se puede considerar usar este como fuente de energía sin ningún costo de adquisición y reemplazar una parte del requerimiento energético de un proceso para reducir costos, sin embargo, esta es una opción en procesos en los que el requerimiento energético sea bajo ya que el carbón tiene un precio bastante asequible correspondiente a \$276.400 pesos colombianos la tonelada.

5.8. Diseño de unidad de extracción

5.8.1. Flujo de vapor

A partir de los datos obtenidos experimentalmente correspondientes a tiempo de extracción, densidad de empaquetamiento y alturas de carga aproximadas se hallan los valores de s y t según las ecuaciones 9 y 10:

$$\frac{105 \text{ min}}{120 \text{ min}} = \sqrt{\frac{1 + \left(\frac{7 \text{ cm}}{s}\right)}{1 + \left(\frac{10 \text{ cm}}{s}\right)}}$$

$$t = 105 \text{ min} * \sqrt{\frac{s}{s + 7 \text{ cm}}}$$

obteniendo los valores de

$$t = 55,543 \text{ min}$$

$$s = 2,719 \text{ cm.}$$

Para el cálculo de la altura de carga H se propone un diámetro de columna de 0,7 metros, se usa la misma densidad de empaquetamiento usada a nivel de laboratorio que tenía un valor de 120 Kg/m^3 y se propone manejar una masa de 60 Kg de cascara de naranja en cada extracción. De esta manera, empleando la ecuación número 11 tenemos que H tiene un valor de:

$$H = \frac{60 \text{ Kg}}{120 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} * \left(\pi * \frac{(1\text{m})^2}{4} \right)} = 1,3 \text{ m}$$

De esta manera ahora es posible calcular el tiempo de extracción T_e con la ecuación 8:

$$T_e = 55,543 \text{ min} * \sqrt{1 + \frac{1,3 \text{ m}}{2,719 \text{ m}}} = 67,52 \text{ min}$$

Para el cálculo del tiempo total de extracción ahora es necesario calcular la cantidad de masa de vapor empelada para calentar el material vegetal con la ecuación número 7. Para ello es necesario calcular el Calor específico de la cascara de naranja. Esto se realizará de acuerdo a la correlación de SIEBEL la cual especifica que el Cp de material vegetal libre de grasas se relaciona con el contenido de humedad de este según la siguiente ecuación:

$$Cp_p = 4186,8M + 837,3(1 - M) \frac{J}{\text{Kg} * K}$$

Siendo M la fracción de humedad del material vegetal.

Para la cascara de naranja empleada se registró una humedad promedio de 71%, por lo cual el calor específico de esta equivale a:

$$Cp_p = 4186,8(0,71) + 837,3(1 - 0,71)$$

$$Cp_p = 3215,46 \frac{J}{\text{Kg} * K}$$

De literatura sabemos que el calor latente de vaporización del agua a 1 atmosfera y 97°C corresponde a:

$$h_{fg} = 2257 \text{ kJ/kg}$$

El delta de temperatura que se tiene se realiza respecto a la temperatura ambiente del lugar en donde se usara el extractor, en este caso esta corresponde a 17°C y la temperatura del vapor de agua.

$$M_{pcs} = \frac{60 \text{ Kg} * 3,2 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg} * K} * (80 \text{ K})}{2257 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}}$$

$$M_{pcs} = 6,837 \text{ Kg}$$

El tiempo de calentamiento debió al material vegetal asumiendo el flujo de vapor usado experimentalmente de 0,35 Kg/min es de:

$$T_c = \frac{6,837 \text{ Kg}}{0,35 \frac{\text{Kg}}{\text{min}}} = 19,534 \text{ min}$$

El tiempo de extracción a condiciones estándar es de:

$$T_{pr} = (19,534 + 67,52) \text{ min} = 87,05 \text{ min}$$

La masa de vapor necesaria para la extracción del aceite esencial es de:

$$M_v = 0,35 \frac{\text{Kg}}{\text{min}} * (87,05 \text{ min}) = 30,47 \text{ Kg}$$

Por último, el flujo de vapor estará dado por el tiempo de extracción óptimo el cual es de 120 minutos según la experimentación luego dicho flujo según la ecuación 1 será:

$$\dot{m}_v = \frac{30,47 \text{ Kg}}{120 \text{ min}} = 0,254 \frac{\text{Kg}}{\text{min}}$$

A partir de los datos obtenidos de flujo de vapor, altura de carga y diámetro de cartucho se propone un destilador con las siguientes dimensiones.

5.8.2. Altura del extractor

A partir de la altura de carga la cual corresponde a la altura que ocupará el material vegetal dentro del destilador, se propone sobre diseñar está en un 40% de manera que haya espacio suficiente dentro del destilador para acoplar la tubería que dispersará el vapor de agua, por lo tanto, la altura del destilador será de:

$$H_{ex} = (1,3 + 0,4 * (1,3)) \text{ m} = 1,82 \text{ m}$$

5.8.3. Espesor de pared

Considerando la presión de diseño como 300 KPa, con radio interno de 0,350 m y asumiendo una eficiencia de junta promedio de 0,8 el espesor de pared será de:

$$Z = \frac{(106924 * 0,8) + 300}{(106924 * 0,8) - 300} = 1,0038$$

$$t = 350 \text{ mm} * \left((1,0038)^{\frac{1}{2}} - 1 \right) = 0,6768 \text{ mm}$$

5.8.4. Espesor del fondo del extractor

De la ecuación número 16 tenemos que el espesor de pared será:

$$t = \frac{1,77 * (300) * (700 \text{ mm})}{2 * (106924 \text{ KPa}) * (0,8) - 0,2 * (300 \text{ KPa})} = 1,738 \text{ mm}$$

La altura del fondo de la tapa será de:

$$h = 700 - \frac{\sqrt{3 * (700\text{mm})^2 - 4 * (700\text{mm}) * (1.77\text{mm})}}{2} = 94,8 \text{ mm}$$

5.8.5. Tapa del extractor

De la ecuación 17 hallamos el espesor de la tapa según:

$$t = \frac{0,885(300 \text{ KPa}) * (700 \text{ mm})}{(106924 \text{ KPa} * 0,8) - (0,1 * 300 \text{ KPa})} = 2,173 \text{ mm}$$

La altura de la tapa del extractor corresponde a la misma altura del fondo de este ya que la configuración es la misma, por lo que este valor corresponde a 94,8 mm

5.8.6. Dimensiones del cartucho

Volumen del cartucho

$$V_{Co} = \frac{60 \text{ Kg}}{120 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}} = 0,5 \text{ m}^3$$

Altura del cartucho

$$H_{Co} = \frac{4 * (0,5 \text{ m}^3)}{\pi * (0,68 \text{ m})^2} = 1,376 \text{ m}$$

Esta altura se aproxima a 1,5 metros para que el material vegetal no llene totalmente el cartucho.

El fondo del cartucho deberá tener la semejanza a una malla de tal madera que deje pasar el flujo de vapor, pero no deje que el material vegetal salga a la carcasa principal del extractor.

5.8.7. Diseño del Separador del Aceite

5.8.7.1. Volumen

$$V_s = \frac{0,254 \frac{\text{Kg}}{\text{min}} * 25 \text{ min}}{990,22 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}} = 6,5 * 10^{-3} \text{ m}^3$$

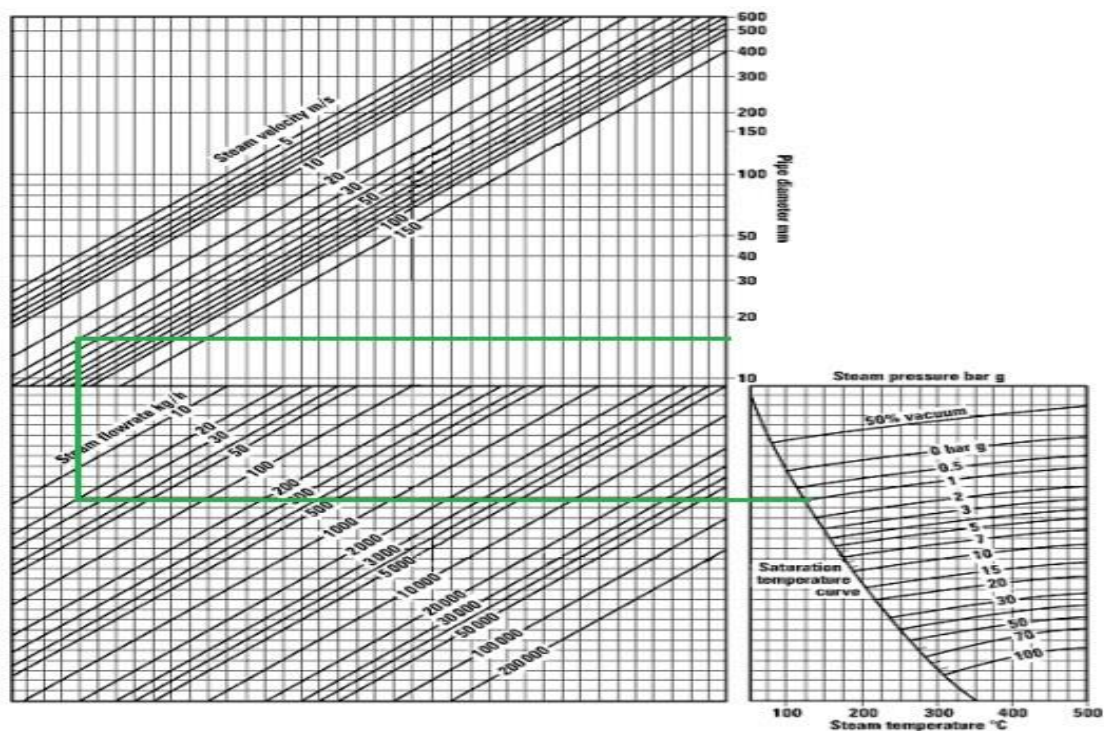
5.8.7.2. Altura

$$h_s = \frac{4 * 6,5 * 10^{-3} \text{ m}^3}{\pi * (0,15 \text{ m})^2} = 0,37 \text{ m}$$

6. Selección de la caldera

En el diseño de la unidad de extracción se obtuvo un requerimiento de flujo de vapor de 15,24 Kg/h de vapor de agua, el cual se debe sobre diseñar en un 20% para asegurar que el flujo de vapor no será menor al de diseño en ningún momento. El valor del flujo de vapor con sobre diseño obtenido corresponde a 18,3 Kg/h de vapor. A partir de este último requerimiento de vapor se seleccionó el generador de vapor modelo ATOMO comercializada por la empresa SERVITEC calderas de vapor el cual brinda un flujo de vapor de agua entre 20 y 40 Kg/h, a una presión de operación de 5 bar, empleando gas como combustible. Este modelo es compacto con dimensiones de 1,30m x 50cm x 50 cm con un rendimiento del 92%.

7. Selección de tubería



Fuente: (Sarco, 2004)

Figura 4: Grafica para selección de diámetro de tubería

A partir de los parámetros de operación y la figura 4 se halla el diámetro de la tubería de vapor que corresponde a 15 mm, equivalente a 0.6 in, valor el cual se aproxima a una tubería de ½ pulgada cedula 40, la cual tiene un diámetro interno de 0,622 in.

8. Diseño del condensador

A partir de los parámetros de diseño estipulados y tras realizar la simulación del proceso de condensación se obtuvieron los siguientes datos del dimensionamiento del condensador:

Tabla 5: Dimensionamiento del condensador

Coraza	
Fluido	Vapor
Diámetro Nominal (in)	8,625
Diámetro interno (in)	8,071
Espacio entre Baffles (in)	5,3
Numero de Baffles	6
Tubos	
Fluido	Agua de enfriamiento
Diámetro Nominal (in)	0,75
Numero de tubos	30
Numero de pasos	6
Longitud (ft)	3,9
Pitch (triangular)	0,9375

9. Diagrama P&D del proceso

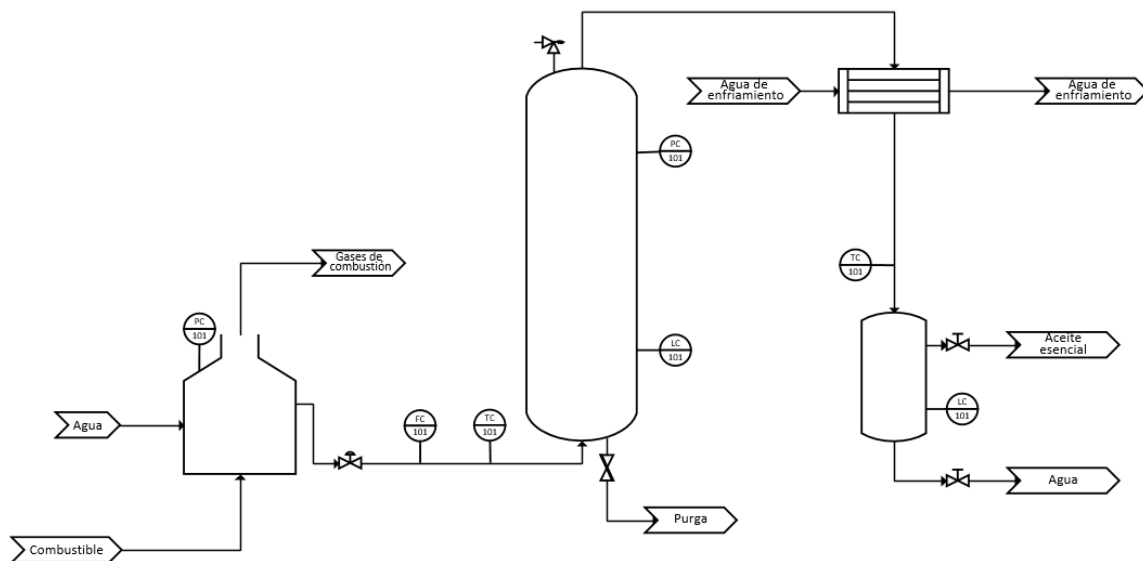


Figura 5: Diagrama P&D del proceso

10. Conclusiones

- El arrastre con vapor es el método de extracción más óptimo de los tres evaluados para la extracción del aceite esencial de la cascara de naranja, ya que este presentó el mejor rendimiento con un tiempo de extracción menor al de los demás métodos.
- Para obtener mayores rendimientos y menores tiempos de extracción con los métodos de hidrodestilación y extracción con solvente es necesario retirar el

albedo de la cascara de la naranja, el cual al entrar en contacto con el agua o solvente tiende a hincharse e impedir la extracción del aceite esencial.

- Cuando las cascaras de naranja empleadas para la extracción del aceite esencial presentan un estado de maduración intermedia, el proceso de pretratamiento es más rápido debido a que el albedo de la cascara es suave y fácil de retirar, a diferencia de las cascaras que presentan un alto estado de maduración, las cuales son más compactas y delgadas.
- El tamaño de partícula óptimo para la extracción del aceite estuvo en el rango de los 0,2 a 0,4 cm, ya que para tamaños mayores el área de contacto entre la cascara y el medio de extracción no era la suficiente para lograr extraer el aceite presente en el material vegetal.
- Mediante el método de extracción con solvente no solo se extraen los compuestos característicos de un aceite esencial como el terpeno D-Limoneno el cual es el componente mayoritario, sino que también se extraen los carotenoides que dan color a la cascara de los cítricos, como lo es la luteína en este caso en particular.
- Teniendo en cuenta el análisis FTIR del aceite extraído por el método de extracción con solvente se concluye que no es posible separar totalmente el aceite extraído del solvente utilizado, ya que se detectó la presencia de cadenas cortas de hidrocarburos las cuales son a causa de la presencia de hexano en la muestra.
- La extracción de la pectina de la cascara de naranja usando ácido cítrico para la dilución ácida presentó un rendimiento bajo comparado con otros ácidos como el ácido anhídrico-Galacturónico o el ácido clorhídrico, por lo cual no es recomendable el uso de este ácido para este procedimiento.
- La cascara de naranja utilizada para las extracciones puede disponerse como fuente de energía en una biocaldera de un proceso que no demande demasiada energía o como complemento de la fuente de energía principal gracias a la cantidad de material vegetal manejado y a su poder calorífico.

11. Recomendaciones

- Para tener una mejor efectividad en la extracción del aceite esencial en cualquiera de los 3 métodos es recomendable retirar el albedo de la cascara de naranja.
- Se puede evaluar la opción de usar 2 intercambiadores de calor para condensar el vapor de salida de la torre, de manera que con el primero simplemente se dé la condensación y en el siguiente el enfriamiento. Además, también podría pensarse en usar el calor latente del vapor de salida para precalentar la alimentación a la caldera y así, aprovechar más la energía de dichas corrientes.
- Si se emplea una biocaldera para el proceso, es posible usar el material vegetal producto de extracciones anteriores como complemento de la fuente de energía para la caldera.

Referencias

- Anwar, F., Naseer, R., Bhangar, M. I., Ashraf, S., Talpur, F. N., & Aladedunye, F. A. (2008). Physico-Chemical Characteristics of Citrus Seeds and Seed Oils from Pakistan. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 321-330.
- Cabral Beconi, W. D. (2013). Determinación del poder calorífico en carbón vegetal de prosopis ruscifolia griseb. en la Región Occidental del Paraguay. *Campus Universitario, San Lorenzo Paraguay*.
- Crispin, L. M., Caro, R. R., & Veiga, M. D. (2011). Pectina: Usos Farmacéuticos y Aplicaciones Terapéuticas. *Universidad Complutense de Madrid*.
- Geraci, A., Stefano, V. D., Martino, E. D., Schillaci, D., & Schicchi, R. (2016). Essential oil components of orange peels and antimicrobial activity. *Natural Product Research*, 31(6), 2-6.
- Giwa, S. O., & GIWA, A. (2018). Utilizing orange peels for essential oil production. *ResearchGate*, 13(1), 17-25.
- Kanse, N. G., Chirag, S., Swapnil, S., & Vishal, S. (2017). Extraction of Pectin from Orange Peel's and Its Applications: Review. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 6(9).
- León Estrada, J. M. (2001). *Diseño y calculo de recipientes a presión*. Retrieved from Inglesa: <http://inglesa.com.mx/books/DYCRP.PDF>
- López, E., & Carvajal, J. M. (2009). DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN PARA UNA PLANTA PARA LA EXTRACCION DE ACEITES ESENCIALES CON CAPACIDAD PARA 300 Kg DE MATERIAL VEGETAL. *Universidad Industrial De Santander*.
- Mercy Nisha, P., Nithyalakshmi., & Aadhiya, L. (2015). Extraction of Orange Oil by Improved Steam Distillation and its Characterization Studies. *International Journal of Engineering Technology, Management and Applied Sciences*, 3(2), 1-8.
- Padron Pereira, C. A. (1999). Extracción de colorantes en cáscaras de naranja (Citrus sinensis L. var. Valencia) por métodos no convencionales y su utilización para fortificar color en naranjadas. *Revista Unellez de Ciencia y Tecnología*, 1(17), 125-140.
- Pinzón, M., & Cardona, A. (2011). Caracterización de la cáscara de naranja para su uso como material bioadsorbente. *Bistua*.
- Rubistein, A., Radai, R., Ezra, M., Pathak, S., & Rokem, J. S. (1993). In vitro Evaluation of Calcium Pectinate: A Potential Colon-Specific Drug Delivery Carrier. *Pharmaceutical Research*, 10(2).
- Rueda, Y., Lugo, M., & Parada, P. (2007). Estudio del aceite esencial de la cascara de naranja dulce (citrus sinensis, variedad valencia) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia). *Bistua*, 5(1), 3-8.

Sarco, S. (2004). *Design Of Fluid Systems* . Retrieved from Design Of Fluid Systems :
<http://bayportvalve.com/pdf/files/spirax%20sarco/hook-ups%20engineering.pdf>

Sriamornsak, P. (2014). Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses: A review.
ResearchGate, 207-222.