

UNIVERSIDAD NACIONAL SAN CRISTOBAL DE HUAMANGA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALURGIA

ESCUELA DE FORMACIÓN PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE OPERACIÓN PARA LA DESTILACIÓN POR
ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA DEL ACEITE ESENCIAL DE MOLLE (*Schinus molle*
Linneo) EN EL EQUIPO MODULAR DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES DE LA FIQM -
UNSCH**

Trabajo de Tesis presentada ante la Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga
como requisito para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTADO POR: Bach. Edgar Marcial CÁRDENAS LÓPEZ

AYACUCHO – PERÚ

2014

DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE OPERACIÓN PARA LA
DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA DEL ACEITE
ESENCIAL DE MOLLE (*Schinus molle* Linneo) EN EL EQUIPO MODULAR DE
EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES DE LA FIQM - UNSCH

Bach. Edgar Marcial CÁRDENAS LÓPEZ

Asesor:

Mg. Arias Jara, Alfredo

Docente de Departamento Académico
De Ingeniería Química - UNSCH

*Este trabajo va dedicado a los jóvenes y microempresas
que quieran apostar por Ayacucho,
desarrollando la industria de aceite esencial de molle
y de este modo habré logrado
con uno de los fines de la Universidad
con la sociedad.*

AGRADECIMIENTO

Expreso mi deuda al Mg. Alfredo Arias Jara, por su orientación y útiles sugerencias para el desarrollo de este trabajo de investigación. También agradezco al Ing. Tineo Morote Alejandro por su colaboración, al personal del taller electromecánico "Holger K. Hansen" de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia por su apoyo brindado.

Bach. Edgar M. Cárdenas López

CONTENIDO

AGRADECIMIENTO	IV
ÍNDICE	V
SIMBOLOGÍA	X
RESUMEN	XI
INTRODUCCIÓN	XII

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 ANTECEDENTES	1
1.2 DEFINICIÓN DEL PROBLEMA	3
1.3 OBJETIVOS	5
1.4 IMPORTANCIA	5
1.5 JUSTIFICACIONES	6

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 ESTUDIO DE MOLLE	
2.1.1 ORIGEN Y DISTRIBUCIÓN	7
2.1.2 DESCRIPCIÓN Y CARACTERÍSTICAS DEL MOLLE	8
2.1.2.1 FORMA	8
2.1.2.2 COPA / HOJAS	8
2.1.2.3 FLORES	9
2.1.2.4 FRUTOS	9
2.1.2.5 SEMILLAS	10
2.1.3 CLASIFICACIÓN BOTÁNICA	11
2.1.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA CORTEZA, HOJAS Y FRUTO DEL MOLLE	11

2.2	ACEITE ESENCIAL	
2.2.1	DEFINICIÓN DE ACEITE ESENCIAL	12
2.2.2	DISTRIBUCIÓN Y ESTADO NATURAL DE ACEITES ESENCIALES	14
2.2.3	LAS FUENTES ESPECÍFICAS DE ACEITES ESENCIALES	16
2.2.4	CONSTITUYENTES DE ACEITE ESENCIAL	17
2.2.5	PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICOS DE LOS ACEITES ESENCIALES	18
2.2.6	PRUEBAS FÍSICO-QUÍMICAS PARA CARACTERIZACIÓN DE ACEITES ESENCIALES	19
2.3	ACEITE ESENCIAL DE MOLLE	
2.3.1	COMPOSICIÓN QUÍMICA DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE	20
2.3.2	APLICACIONES POTENCIALES DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE	21
2.4	DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA	
2.4.1	DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA	22
2.4.2	DESVENTAJAS Y VENTAJAS DE DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA FRENTE A OTRAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN	23
2.5	PROCESOS FÍSICOQUÍMICOS EN LA DESTILACIÓN CON VAPOR	
2.5.1	HIDRODIFUSIÓN	25
2.5.2	HIDRÓLISIS	26
2.5.3	DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA	27
2.6	TIPOS DE DESTILACIÓN CON VAPOR	
2.6.1	HIDRODESTILACIÓN	28
2.6.2	DESTILACIÓN CON VAPOR HÚMEDO (AGUA-VAPOR)	30
2.6.3	LA DESTILACIÓN CON VAPOR SECO (INYECCIÓN DE VAPOR)	33
2.7	MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR SECO	
2.7.1	PRINCIPIO TEÓRICO DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR SECO	34
2.7.2	MECANISMO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL	36
2.7.2.1	LIBERACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL (OIL RELEASE)	36
2.7.2.2	VAPORIZACIÓN	38
2.7.2.3	TRANSFERENCIA DE MASA	39
2.7.2.4	CONDENSACIÓN DEL DESTILADO	40

2.7.3 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA EXTRACCIÓN	40
2.7.4 DESCRIPCIÓN DE OPERACIÓN DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE	42

CAPÍTULO III

ASPECTO EXPERIMENTAL

3.1 LUGAR DE INVESTIGACIÓN	43
3.2 MATERIALES Y EQUIPOS	44
3.3 MATERIA PRIMA	
3.3.1 DESCRIPCIÓN DE LA MATERIA PRIMA	45
3.3.2 PREPARACIÓN PRELIMINAR DE LA MATERIA PRIMA	45
3.3.2.1 LIMPIEZA DE SEMILLAS DE MOLLE	45
3.3.2.2 DESAZUCARADO Y SECADO DE SEMILLA DE MOLLE	46
3.3.2.3 HOMOGENIZADO DE MUESTRA EXPERIMENTAL	47
3.3.2.4 PESADO Y CODIFICACIÓN DE MUESTRA EXPERIMENTAL	47
3.3.2.5 MOLIENDA DE SEMILLAS DE MOLLE	48
3.3.2.6 DIAGRAMA DE FLUJO DE PRE-TRATAMIENTO DE MUESTRA EXPERIMENTAL	49
3.3.3 ANÁLISIS FÍSICO DE LA MUESTRA	50
3.3.3.1 COMPOSICIÓN FÍSICA DE LA MUESTRA	50
3.3.3.2 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LAS SEMILLAS DE MOLLE ENTERAS	51
3.3.3.3 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LAS SEMILLAS DE MOLLE MOLIDAS	52
3.3.3.4 DETERMINACIÓN DE LA POROSIDAD DE LA MUESTRA MOLIDA	59
3.4 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO MODULAR DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES	
3.4.1 GENERADOR DE VAPOR DE AGUA	61
3.4.2 RECIPIENTE DESTILADOR	63
3.4.3 CONDENSADOR	63
3.4.4 FLORENTINO SEPARADOR DE FASES	64
3.4.5 SUMINISTRO DE SERVICIOS	65
3.4.6 SISTEMA DE CONTROL DE PROCESO	65

3.5 OPERACIÓN DEL EQUIPO DE EXTRACCIÓN	
3.5.1 PUESTA EN MARCHA DE GENERADOR DE VAPOR	66
3.5.2 PUESTA EN MARCHA DE UNIDAD DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES	68
3.6 EVALUACIÓN PRELIMINAR DEL EQUIPO MODULAR	
3.6.1 EVALUACIÓN DE FLUJO NETO DE VAPOR GENERADO	69
3.6.2 CONVERSIÓN DE LECTURA DE FLUJO DE VAPOR EN FLUJO MÁSSICO	73
3.6.3 EVALUACIÓN DE PÉRDIDAS DE FLUJO Y ENERGÍA TÉRMICA DE VAPOR DE AGUA EN COLUMNA DE EXTRACTOR SIN AISLAMIENTO	77
3.6.4 EVALUACIÓN DE PÉRDIDAS DE FLUJO Y ENERGÍA TÉRMICA DE VAPOR DE AGUA EN COLUMNA DE EXTRACTOR CON AISLAMIENTO	79
3.6.5 DETERMINACIÓN DE VOLUMEN ÚTIL DEL RECIPIENTE DEL DESTILADOR PILOTO ACEITES ESENCIALES	81
3.7 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN	82
3.8 DISEÑO EXPERIMENTAL DE EVALUACIÓN DE VARIABLES DE OPERACIÓN	83

CAPÍTULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

4.1 EVALUACIÓN DE VARIABLES DE OPERACIÓN	
4.1.1 EFECTO DE ADECUADA PREPARACIÓN DE LA SEMILLA DE MOLLE	85
4.1.2 EFECTO DE FLUJO DE VAPOR DE AGUA	88
4.1.3 EFECTO DE TAMAÑO DE LA PARTÍCULA	98
4.1.4 EFECTO DE ALTURA DE CARGA DE LECHO	105
4.1.5 TIEMPO ÓPTIMO DE EXTRACCIÓN	110
4.2 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO EXPERIMENTAL	111
4.3 BALANCE DE MATERIA Y ENERGÍA	120
4.3.1 BALANCE DE ENERGÍA EN EL CONDENSADOR	120
4.3.2 BALANCE DE MATERIA EN LA COLUMNA DE EXTRACCIÓN	124

4.4 BALANCE DE ENERGÍA MECÁNICA EN LECHO RELLENO DE SEMILLAS DE MOLLE	131
4.5 CÁLCULO DE FLUJO DE INYECCIÓN DE VAPOR DE AGUA PARA LA PRODUCCIÓN INDUSTRIAL DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE	134
4.6 CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE	137
CONCLUSIONES	139
RECOMENDACIONES	141
BIBLIOGRAFÍA	142
ANEXOS	

SIMBOLOGÍA

K_g	Coefficiente de correlación de transferencia de masa
ρ_{apar}	Densidad aparente
$\rho_{verd.}$	Densidad verdadera
dp	Diámetro de partícula
f_i°	Fugacidad estándar de componente i puro
\dot{m}	Flujo másico
x_i	Fracción molar de componente i – interfase líquido
y_i	Fracción molar de componente i – interfase vapor
y_i^G	Fracción molar de componente i en flujo global de vapor de agua
M_1 y M_2	Granulometría de semillas de molle molidas
Q_1, Q_2, Q_3 y Q_4	Niveles de flujo másico de vapor de agua inyectado al lecho
h_1 y h_2	Niveles de altura de carga de lecho de semillas de molle
L	Moles total de líquido en el destilado
P	Presión
P_i^{vap}	Presión de vapor de componente i
P_w^{vap}	Presión de vapor de agua
% apert	Porcentaje de apertura de válvula de control de vapor de agua
ε	Porosidad de lecho
S	Superficie de transferencia de contacto entre el poro de lecho y flujo de vapor de agua

RESUMEN

La extracción de aceite esencial de molle a partir de su semilla, se llevó a cabo utilizando el método de arrastre con vapor de agua. La extracción se realizó empleando el equipo modular de extracción de aceites esenciales en la planta piloto de Transferencia de Masa de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga.

Para el estudio de los efectos de las variables de operación de extracción de aceite de molle a partir de su semilla se ha seguido un diseño experimental de tres factores: 1) Caudal de flujo de vapor de agua inyectado, en cuatro niveles 2) Altura de carga de lecho, en dos niveles 3) Grado de molturación de la semilla de molle, en dos niveles; determinándose el tiempo óptimo de extracción. En cada uno de las combinaciones factoriales se hace un análisis exhaustivo e interpretación individual de los resultados experimentales.

Las variables óptimas para la extracción del aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua a nivel planta piloto para un lote 20.00 kg/batch son: flujo másico de vapor de agua mayor a 5.51 kg/h, tamaño de partícula 1.73 mm equivalente a diámetro promedio de semilla y altura de carga de lecho equivalente a dos veces el diámetro de columna del extractor (0.54 m, columna vertical). Finalmente se presenta ecuaciones modelo para calcular el flujo másico de vapor de agua necesario bajo condiciones industriales.

INTRODUCCIÓN

El crecimiento del mercado mundial de aceites esenciales y aplicaciones en numerosas industrias por mencionar algunas como: *industria cosmética, farmacéutica, industria de productos de limpieza, industria de plaguicidas*; exige una continua renovación de la tecnología empleada para obtener estos productos. A su vez, incentiva la optimización de los equipos empleados en la extracción de aceites esenciales con la finalidad de aumentar su rentabilidad y eficiencia.

En la actualidad la extracción de aceite esencial de molle se realiza comúnmente por destilación por arrastre con vapor de agua, que es un proceso conocido y difundido mundialmente a diferencia de técnicas recientes como la extracción mediante fluidos supercríticos. Sin embargo, existen escasos estudios sistemáticos que permitan conocer los parámetros del proceso de extracción de aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua con los propósitos de controlarlo y optimizarlo.

Ante los grandes problemas ambientales que afecta nuestro planeta, hoy la sociedad valora más los productos hechos de recursos naturales y procesados por medio de tecnologías amistosas con el medio ambiente (*green processes*), una de estas operaciones unitarias es la destilación por arrastre con vapor. Por esas razones el propósito de esta tesis es presentar la técnica de destilación de aceite esencial de molle (a partir de la pepa) por arrastre con vapor de agua desde punto de vista de ingeniería que no están cubiertos en libros tradicionales de operaciones unitarias. Por consiguiente, se desarrollará la tecnología de extracción de aceite esencial de molle para el mejor conocimiento de parámetros de operación que se requiere para un buen diseño a escala industrial a fin de que se pueda obtener un producto de buena calidad y con bajo costo de operación. En el capítulo 2 de la tesis se estudian aspectos generales de la planta del molle y se presentan algunas definiciones básicas de aceites esenciales. La destilación por arrastre con vapor de agua se trata en un punto aparte para describir detalladamente

la ley que gobierna el proceso de extracción y los fenómenos que ocurren desde el inicio hasta el final de la destilación. En el capítulo 3, se caracteriza a la materia prima (semilla de molle) a emplearse antes y después de la molienda, se realiza la evaluación preliminar del equipo piloto de extracción de aceites esenciales y se detalla la metodología de investigación. En el capítulo 4, se realiza la evaluación de variables de operación como: altura de carga, densidad de lecho, flujo de vapor de agua inyectado al lecho, grado de molienda y se discute los resultados experimentales sobre la preparación de la materia prima y la influencia de los parámetros de operación sobre el rendimiento. Y finalmente se toca aspectos de balance de materia y energía y cálculo de inyección de flujo de vapor de agua a nivel industrial en base a los resultados obtenidos a nivel planta piloto.

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 ANTECEDENTES

Se han publicado diversos estudios de técnicas de extracción de aceites esenciales; sin embargo, casi no existe estudios suficientes que permitan conocer los fenómenos controlantes y los efectos de las variables sobre el rendimiento que puedan servir para los propósitos de simulación y optimización eficientemente de la extracción de aceite esencial de molle por destilación por arrastre con vapor de agua. Entre tantos trabajos sobre el aceite esencial de molle destacan los siguientes:

A nivel Local

- Quispe Torres, Walter “ESTUDIO QUÍMICO DEL ACEITE ESENCIAL DEL FRUTO DE MOLLE (shinus molle)” – Tesis de la FIQM-UNSCH.

Realiza la destilación de aceite esencial de molle a nivel laboratorio, enfocándose más en la caracterización fisicoquímico y análisis bromatológico de aceite esencial de molle del departamento de Ayacucho. Realiza la extracción por métodos de destilación por arrastre con vapor de agua y extracción por solventes orgánicos (bencina, éter de petróleo, ciclohexano, alcohol etílico). Llega a la conclusión de que el mejor método de extracción es por destilación por arrastre con vapor de agua, con el cual obtiene un rendimiento de 5.12%. Ha demostrado la aplicación de extracto obtenido con solventes orgánicos (bencina) en la flotación de minerales de Pb y Zn obteniendo buenos resultados.

- Risco Mendoza M. Y Tello Bautista V. “ESTUDIO DE FACTIBILIDAD PARA LA INSTALACIÓN DE UNA PLANTA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE (*shinus molle*) EN EL DEPARTAMENTO DE AYACUCHO” - Tesis de la FIQM-UNSCH.

Se centra en el estudio de la materia prima y la viabilidad económica del proyecto de instalación de Planta. Describe a grandes rasgos la técnica de extracción de aceite esencial de molle dejando de lado el estudio del efecto de las variables de operación sobre el rendimiento. Realiza el diseño de un equipo de destilación convencional sin considerar los efectos de caudal de vapor, efecto de porosidad y altura de carga de lecho.

A nivel Nacional

- MSc. Rubén A. Palomino Infante “EXTRACCIÓN DE ACEITE DE MOLLE MEDIANTE FLUIDOS SUPERCRÍTICOS (CO₂)”. Instituto De Investigación De Ingeniería Química – UNMSM.

Aprovecha las propiedades fisicoquímicas de CO₂ en su punto crítico, temperatura y presión a la cual el gas y el líquido son indistinguibles. Lo particular de esta condición es que ciertos gases bajo estas condiciones se comportan como agentes solvatantes y en consecuencia se pueden usar como extractantes y ese es precisamente el caso con el CO₂, el cual por encima de 72 bar y 31.06 °C se comporta como solvente, razón por el cual Palomino lo emplea como fluido de extracción supercrítica. El fluido que sale de la columna de destilación supercrítica arrastra los aceites esenciales y oleorresinas, las cuales son separadas en una cámara de separación aprovechando la diferencia de sus volatilidades relativas. Con esta tecnología Palomino obtuvo un alto porcentaje de las esencias disponibles en el molle, siendo por lo tanto un sistema de alto rendimiento. Sin duda esta es una tecnología prometedora pero su desventaja está en que es una tecnología de alta presión por lo que su costo se eleva en instrumentación de sistema de seguridad y control a diferencia de tecnologías convencionales.

1.2 DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

1.2.1 IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA

No están claramente establecidos los parámetros de operación para la destilación por arrastre con vapor de agua del aceite esencial de molle (*Schinus molle Linneo*) en el equipo modular de Extracción de Aceites Esenciales instalado en el Laboratorio de Transferencia de Masa de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la UNSCH.

1.2.2 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

Una de las actividades posibles de explotar en nuestra Región es crear una pequeña industria eficiente de aceite esencial, la cual se destinaría a la exportación. En la actualidad se viene extrayendo el aceite esencial de molle casi en forma empírica dejando de lado la comprensión de los fenómenos controlantes y la optimización de variables de operación que permitan obtener un alto rendimiento, calidad en los productos y ahorro de energía.

Un problema común en la producción de los aceites esenciales radica en la diversidad de los rendimientos obtenidos para una misma planta aromática. Lo cual se debe al nivel de producción, al tipo de equipo usado, a las condiciones térmicas del vapor de agua usado, contenido de agua en la planta, variables de operación y a otros factores adicionales. De este hecho se reconoce la necesidad de adelantar más investigación a nivel planta piloto sobre el impacto de las variables de operación en el rendimiento para optimizar la tecnología de extracción de aceite esencial de molle y establecer una metodología que permita realizar pruebas experimentales confiables y reproducibles a nivel industrial y estas a su vez puedan servir para una futura generación de una industria de aceites esenciales de molle en la Región Ayacucho.

1.2.3 DELIMITACIÓN DEL PROBLEMA

Este proyecto de tesis de determinación de parámetros óptimos para la destilación por arrastre con vapor de agua se realizará con semillas de molle provenientes de la Provincia de Huanta y los resultados obtenidos serán a escala de planta piloto en el equipo modular de extracción de aceites esenciales de la Facultad de Ingeniería Química, bajo condiciones ambientales del departamento de Ayacucho.

1.2.4 FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

Con la ejecución del proyecto de tesis se responderá las siguientes preguntas de investigación:

Principal

- ¿Cuáles son los parámetros de operación del equipo modular de extracción de aceites esenciales de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, en la extracción de aceite esencial a partir de las semillas de molle?

Secundario

- ¿Cuál es el efecto de acondicionamiento de materia prima, flujo de vapor inyectado, grado de molturación (porosidad) y altura de carga del lecho sobre el rendimiento en la extracción de aceite esencial de molle por destilación por arrastre con vapor de agua a partir de sus semillas?
- ¿Cuál es el tiempo óptimo de operación del equipo?
- ¿Cuál es la energía requerida para la operación del equipo?
- ¿Cuál es el rendimiento de la extracción de aceite esencial?

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 OBJETIVO GENERAL

Determinar los parámetros de operación para la destilación por arrastre con vapor de agua del aceite esencial de Molle (*Schinus molle Linneo*) en el equipo modular de extracción de aceites esenciales instalado en el Laboratorio de Transferencia de Masa de la FIQM – UNSCH.

1.3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Estudiar el efecto de acondicionamiento de materia prima, flujo de vapor, grado de molturación (porosidad) y altura de carga sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle a partir de su semilla en el equipo modular.
- Determinar el tiempo óptimo de operación del equipo en extracción de aceite esencial de molle.
- Determinar la energía requerida para la operación del equipo.
- Determinar el rendimiento de la extracción de aceite esencial de molle.

1.4 IMPORTANCIA

Las razones del desarrollo de esta tesis se pueden dividir por su importancia teórica y práctica.

1.4.1 IMPORTANCIA TEÓRICA

Proporcionar una fuente de información confiable de carácter estrictamente técnico de la tecnología de extracción de aceite esencial de la semilla de molle por destilación por arrastre con vapor de agua.

Generar fuente de información académica para los estudiantes de la Facultad de Ingeniería Química - UNSCH y contribuir a enriquecer las discusiones que actualmente se sostienen sobre el impacto de las variables de operación en el rendimiento y calidad de los productos en la destilación por arrastre con vapor de agua de diferentes plantas aromáticas.

1.4.2 IMPORTANCIA PRÁCTICA

Este estudio permitirá conocer el control operacional de destilación por arrastre con vapor de agua y determinar el efecto de las variables operacionales en el rendimiento, para así, mejorar la eficiencia en la producción y disminuir el consumo energético en la extracción de aceite esencial del molle a partir de su semilla.

1.5 JUSTIFICACIONES

1.5.1 JUSTIFICACIÓN ECONÓMICA

Generar tecnología que permita el aprovechamiento y valorización del molle. Esta tecnología permitirá obtener aceite esencial de molle, que tiene demanda en el mercado nacional e internacional por industrias especializadas en la elaboración de diversos productos finales que utilizan como materia prima el aceite esencial de molle.

1.5.2 JUSTIFICACIÓN TECNOLÓGICA

Permitirá obtener los parámetros de operación de extracción de aceite esencial de molle, los cuales se pretende dejar como fuente de información para la Empresas y Microempresas que deseen incursionar a nivel industrial en este campo.

1.5.3 JUSTIFICACIÓN SOCIAL

Al aplicar la tecnología obtenida a nivel industrial permitirá el desarrollo en cadena de empleos que involucra a los siguientes agentes: Empresa, acopiadores y agricultor. Este último será beneficiado por la valorización de la semilla de molle.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTO TEÓRICO

2.1 ESTUDIO DE MOLLE

2.1.1 ORIGEN Y DISTRIBUCIÓN ¹

Schinus molle Linneo vulgarmente conocido como "molle" , "aguaribay" o "gualeguay" es una especie americana nativa de Sudamérica, principalmente Perú, perteneciente a la Familia Anacardiácea (CABRERA *et al.*, 1965), naturalizada en países tropicales y subtropicales y representada en Sudamérica, África y Malasia. Unos pocos géneros son nativos de Norteamérica templada y Eurasia (HEYWOOD, 1993).

El molle se encuentra en altitudes de hasta 3 600 msnm y su rango de distribución en América del Sur abarca: Ecuador, Paraguay, Perú, sur de Brasil, Chile, Uruguay y Argentina.

1. ALNICOLSA (s.f.) [En línea]: Molle. *Schinus molle*. Lima Perú.- [Fecha de consulta: 14 de enero de 2013]. Disponible en: <http://taninos.tripod.com/mollees.htm>

2.1.2 DESCRIPCIÓN Y CARACTERÍSTICAS DEL MOLLE ²

2.1.2.1 Forma

Árbol perennifolio de 4 m a 8 m (hasta 15 m) de altura, con un diámetro a la altura del pecho de 25 cm a 35 cm.



Figura 2.1 Forma perennifolio del árbol de molle
Fuente: www.chileflora.com

2.1.2.2 Copa / Hojas

Copa redondeada y abierta, proporcionando sombra moderada. Hojas compuestas, alternas de 15 cm a 30 cm de largo, colgantes, con savia lechosa; imparipinnadas de 15 a 41 folíolos, generalmente apareados de 0.85 cm a 5 cm de largo, estrechamente lanceolados, color verde amarillento.



Figura 2.2 Forma lanceolados de la hoja de molle
Fuente: www.chileflora.com

² MORALES, H. (2009). [En línea]: Plantas Medicinales: Schinus molle Linneo - [Fecha de consulta: 14 de enero de 2013]. Disponible en: <http://aceitesencialdemolle.blogspot.com/>

2.1.2.3 Flores

Panículas axilares en las hojas terminales de 10 cm a 15 cm de largo, flores muy pequeñas y numerosas, de color amarillento, miden 6 mm transversalmente.



Figura 2.3 Flores de *Schinus molle*.

Fuente: Anacahuita (*Schinus molle*): la indígena más popular – Ricardo Carrere
Colección del Grupo Guayubira sobre especies indígenas - Nº 15 URUGUAY - 2009



Figura 2.4 Copa de árbol de *Schinus molle* en floración

Fuente: Anacahuita (*Schinus molle*): la indígena más popular – Ricardo Carrere
Colección del Grupo Guayubira sobre especies indígenas - Nº 15 URUGUAY - 2009

2.1.2.4 Frutos

Drupas en racimos colgantes, cada fruto de 4 mm a 7 mm de diámetro, rosados o rojizos, con exocarpo coriáceo, lustroso, seco en la madurez, mesocarpio delgado y resinoso.

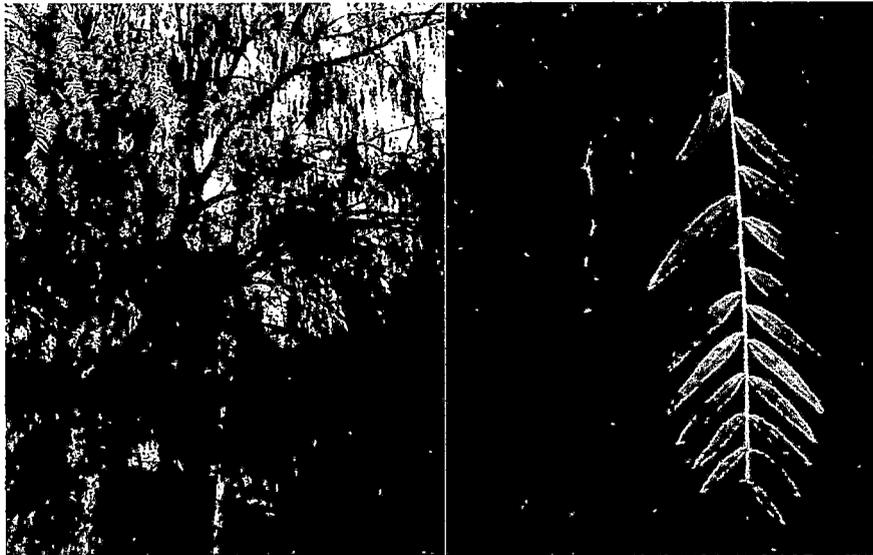


Figura 2.5 Árbol de molle lleno de frutos y drupas en racimo Colgante.
Fuente: www.chileflora.com

2.1.2.5 Semillas

Las semillas poseen un embrión bien diferenciado que llena toda la cavidad; la testa y el endospermo son delgados, el mesocarpo forma parte de la unidad de dispersión.

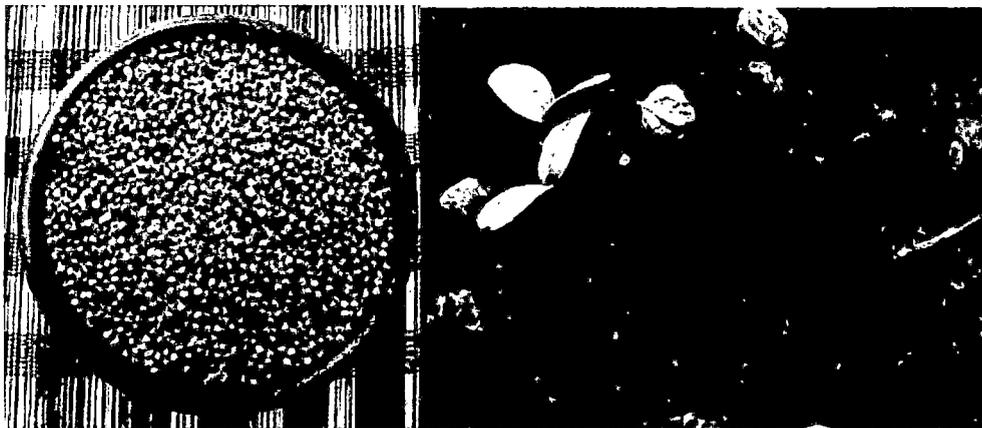


Figura 2.6 A la izquierda, semillas de molle y a la derecha semillas de *Schinus molle* germinadas.
Fuente: Anacahuita (*Schinus molle*): la indígena más popular – Ricardo Carrere
Colección del Grupo Guayubira sobre especies indígenas - Nº 15 URUGUAY - 2009

2.1.3 CLASIFICACIÓN BOTÁNICA

La clasificación botánica del molle se rige de acuerdo a la siguiente tabla:

Tabla 2.1 Clasificación botánica del molle³

Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Sapindales
Familia	Anacardiaceae
Género	Schinus
Especie	Molle
Nombre binomial	Schinus molle

Fuente: Pretell, J. 1985. Apuntes sobre algunas especies forestales nativas de la sierra peruana. Lima. Proyecto FAO/Holanda/INFOR. Pág-65.

2.1.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA CORTEZA, HOJAS Y FRUTO DEL MOLLE

La corteza del pimientó presenta una importante cantidad de extraíbles químicos: taninos, oleorresinas, ácido linoleico y lignocérico.

Las hojas también presentan taninos, flavonoides libres y combinados, carbohidratos, saponinas, ácido linoleico, lignocérico; además de triterpenos y glicósidos. Las hojas se utilizan para el teñido de las lanas, proporcionando un tinte amarillo.

Las semillas contienen ácido linoleico. El aceite extraído de las semillas presenta actividad fungotóxica y puede ser efectiva como fungicida natural. Se ha comprobado que la variación estacional afecta la concentración de los aceites en la semilla.

Los frutos y semillas presentan además varios aceites esenciales: mirceno, felandreno, limoneno y cadinol, los que pueden extraerse fácilmente por arrastre de vapor de agua.

³ Gundiza M. La actividad de Antimicrobial de aceite esencial de Schinus molle linneo. Revista médica Africian. 1993. 39 (11): 231-234. Brasil.

El aceite esencial obtenido de frutos es de color ámbar-amarillo y olor picante y el aceite esencial de las hojas es amarillo límpido y olor agradable, contiene terpenol, felandreno, aldehídos y cetonas, etc.

De acuerdo a los párrafos anteriores la corteza, hojas y especialmente los frutos del molle tienen un gran potencial como materia prima industrial en la elaboración de perfumes, jabones, repelentes domésticos, insecticidas agrícolas y elaboración de productos de medicina natural para el tratamiento de cólera, reumatismo, la tuberculosis, bronquitis y hemorragias.

2.2 ACEITE ESENCIAL

2.2.1 DEFINICIÓN DE ACEITE ESENCIAL

Son llamados así los constituyentes odoríferos o “esencias” de una planta. El término aceite, probablemente, se origina del hecho que las fracciones líquidas volátiles (sustancias responsables del aroma de las planta) existen en la glándulas o entre las células en forma líquida, el cual al igual que los aceites grasos son inmiscibles con el agua y debido a que se evaporan por exposición al aire a temperatura ambiente, se denominan: aceites volátiles, aceites etéreos, aceites esenciales o esencias.



Figura 2.7 Prototipo de presentación de aceite esencial de molle.
Fuente: Plan de negocio de producción y exportación de aceites esenciales - Green Mount Essential Oils S.A.C - Cárdenas López Edgar - 2012

Los aceites esenciales son líquidos volátiles, en su mayoría insolubles en agua, pero fácilmente solubles en alcohol, éter y aceites vegetales y minerales. Por lo general no son oleosos al tacto. En su gran mayoría son de olor agradable, aunque existen algunos de olor relativamente desagradable como por ejemplo los del ajo y la cebolla, los cuales contienen compuestos azufrados.

Desde el punto de vista químico los aceites esenciales son una mezcla compleja de terpenoides volátiles (monoterpenos, sesquiterpenos, diterpenos, etc.) que son producidos por el metabolismo secundario de la planta, o la regla del isopreno. En un principio, aceites esenciales estaban definidos como la porción volátil de la planta obtenida por la destilación del vapor, pero los aceites volátiles también puede ser producido por fraccionamiento de la oleoresina obtenido por la extracción con solvente (a presiones bajo o altas). El término aceite esencial se aplica también a las sustancias sintéticas similares preparadas a partir del alquitrán de hulla, y a las sustancias semisintéticas preparadas a partir de los aceites naturales esenciales.

Los principales compuestos que constituyen a un aceite esencial pertenecen a las siguientes clases químicas:

- Compuestos alifáticos, hidrocarburos y sus análogos oxigenados de bajo peso molecular (alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres y ácidos).
- Monoterpenos, $C_{10}H_{16}$
- Monoterpenoides, $C_{10}H_{18}O$, $C_{10}H_{16}O$, $C_{10}H_{14}O$.
- Sesquiterpenos, $C_{15}H_{24}$
- Sesquiterpenoides, $C_{15}H_{26}O$, $C_{15}H_{24}O$, $C_{15}H_{22}O$.
- Fenilpropanos
- Otros terpenos como los diterpenos ($C_{20}H_{32}$) y triterpenos ($C_{30}H_{48}$) que no son volátiles se encuentran ampliamente en algunos alimentos (ver tabla 2.2) y son compuestos bioactivos muy importantes.

Tabla 2.2

Terpenoides encontrados en alimentos

Terpenoide	Ejemplo	Alimento
Terpeno ($C_{10}H_{16}$)	Limoneno	Naranja
Terpeno oxigenado ($C_{10}H_{12}O_2$)	Eugenol	Clavo de olor
Sesquiterpeno ($C_{15}H_{24}$)	α -Humeleno	Pimienta negra
Sesquiterpeno oxigenado ($C_{15}H_{26}O$)	Nerolidol	Jengibre
Diterpeno ($C_{20}H_{28}O_3$)	Cafestol	Café
Triterpeno ($C_{30}H_{50}$)	Escualeno	Aceite de tiburón
Tretaterpeno ($C_{40}H_{56}$)	Licopeno	Tomate

Fuente: Extracting Bioactive Compounds for Food Products

María Angela A. Meireles – CRC Press - pág: 03 - U.S.A - 2009

2.2.2 DISTRIBUCIÓN Y ESTADO NATURAL DE ACEITES ESENCIALES

Los aceites se forman en las partes verdes (con clorofila) del vegetal y al crecer la planta son transportadas a otros tejidos, en concreto a los brotes en flor. Se desconoce la función exacta de un aceite esencial en un vegetal; puede ser para atraer los insectos para la polinización, o para repeler a los insectos nocivos, o puede ser simplemente un producto metabólico intermedio.

Los aceites esenciales se encuentran ampliamente distribuidos en unas 60 familias de plantas que incluyen las Compuestas, Labiadas, Lauráceas, Mirtáceas, Pináceas, Rosáceas, Rutáceas, Umbelíferas, etc. Se les puede encontrar en diferentes partes de la planta: **en las hojas** (ajenjo, molle, albahaca, buchú, cedrón, eucalipto, hierbabuena, limoncillo, mejorana, menta, pachulí, quenopodio, romero, salvia, toronjil, etc.), **en las raíces** (angélica, ásaro, azafrán, cálamo, cúrcuma, galanga, jengibre, sándalo, sasafrás, valeriana, vetiver, etc.), **en el pericarpio del fruto** (limón, mandarina, naranja, etc.), **en las semillas** (anís, cardamomo, eneldo, hinojo, comino, molle, etc.), **en el tallo** (canela, caparrapí, etc.), **en las flores** (árnica, lavanda, manzanilla, tomillo, clavo de olor, rosa, etc.) y **en los frutos** (alcaravea, cilantro, laurel, nuez moscada, perejil, pimienta, molle, etc.).⁴

⁴ González P., D. J.; "Utilización Terapéutica de Nuestras Plantas Medicinales", Universidad de La Salle, Bogotá, 1984, Capítulo VI. 3 J. NAT. PROD. 59 (1) 77-79 (1996).

Hay que especificar que en la menta el aceite esencial puede estar ubicado en los pelos glandulares de las ramas y hojas; en clavo de olor, en el brote o yema. Algunas plantas tienen aceite esencial que difiere en composición a través de la planta; la canela es un ejemplo, el aceite esencial obtenido de las hojas contiene principalmente eugenol, la corteza principalmente cinamaldehído y la raíz el alcanfor.

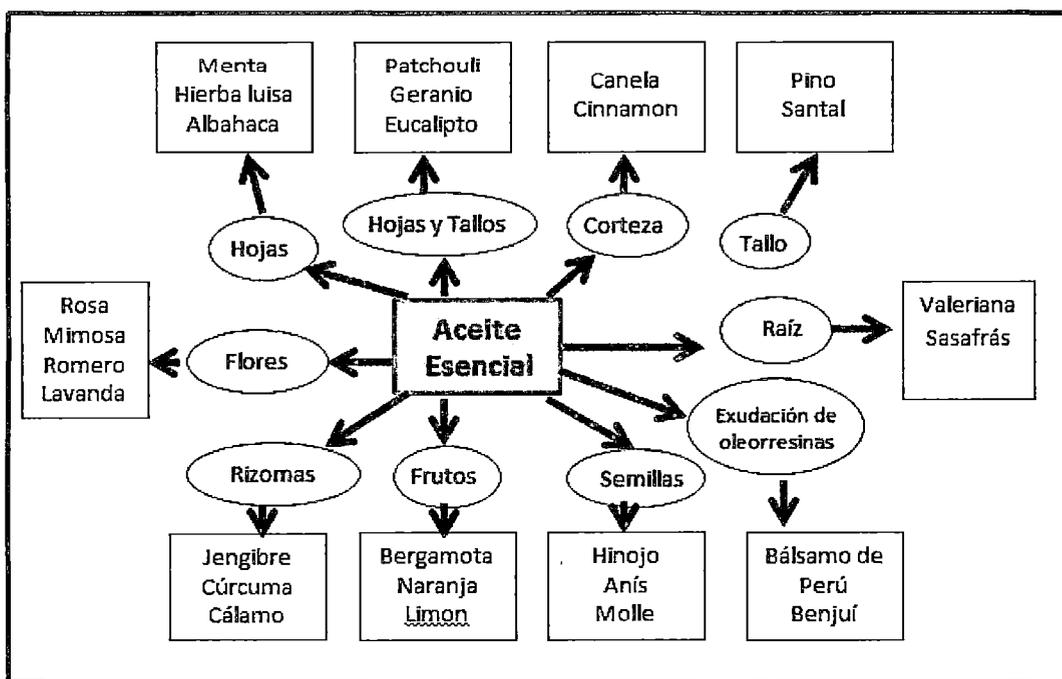


Figura 2.8 Órganos de la planta que contienen aceites esenciales.

Fuente: Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants - United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology, 2008 – pág.38

Los monoterpenoides se encuentran principalmente en plantas de los órdenes Ranunculales, Violales y Primulales, mientras que son escasos en Rutales, Cornales, Lamiales y Asterales. Por el contrario, los sesquiterpenoides abundan en Magnoliales, Rutales, Cornales y Asterales. Aunque en los aceites esenciales tanto los monoterpenos, los sesquiterpenos y los fenilpropanos se les encuentran en forma libre, más recientemente se han investigado que están ligados a carbohidratos, ya que se considera que son los precursores inmediatos del aceite como tal.⁵

5 . Stashenko, E.; En: Memorias del IV Congreso Nacional de Fitoquímica, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Química, Bucaramanga, febrero de 1996, pp. 29-53.

2.2.3 FUENTES ESPECÍFICAS DE ACEITES ESENCIALES

Los órganos de la planta que contienen los aceites esenciales naturales se ilustra en la figura 2.9, los aceites esenciales se encuentran generalmente en una o más partes de la planta como flores, hojas, tallos, frutos, raíces tal como lo mencionamos en el punto anterior. En este punto se detalla las estructuras específicas de la planta que producen y almacenan aceites esenciales.

Dependiendo de la familia de la planta, los aceites esenciales pueden producirse dentro estructura específica como pelos glandulares (Labiatae, Verbenaceae, Geraniaceae), tubos celulares parenquimal modificados (Piperaceae), canales resiníferos (las coníferas), tubos de aceite llamados vida (Umbelliferae) , cavidad lisigeno (Rutaceae), conductos esquizógenas (Myrtaceae, Graminae, Compositae) o canales gomosos (Cistaceae, Burseraceae). Cuando se toca una hoja del geranio, emite un olor porque las glándulas de aceite son frágiles. De modo semejante, la aplicación de presión leve en una hoja de menta penetrará la glándula de almacenamiento de aceite esencial, liberándola. En el contraste, las agujas de pino y las hojas del eucalipto no sueltan sus aceites esenciales hasta que la epidermis de la hoja esté quebrada. Por lo tanto, los tipos de estructuras en las cuales el aceite está almacenado difieren dependiendo del tipo y la familia específica de la planta.

Desafortunadamente no se conoce lo suficiente acerca de las estructuras específicas donde están los aceites esenciales para clasificarlos cuidadosamente en categorías. Del punto de vista práctico pueden ser clasificados en categorías en aceites superficiales y subcutáneos. Basado en la información actual disponible, puede desprenderse que los aceites del Labiatae, Verbenaceae y de las familias Geraniaceae son los únicos aceites superficiales conocidos; consecuentemente, los demás se consideran aceites subcutáneos.



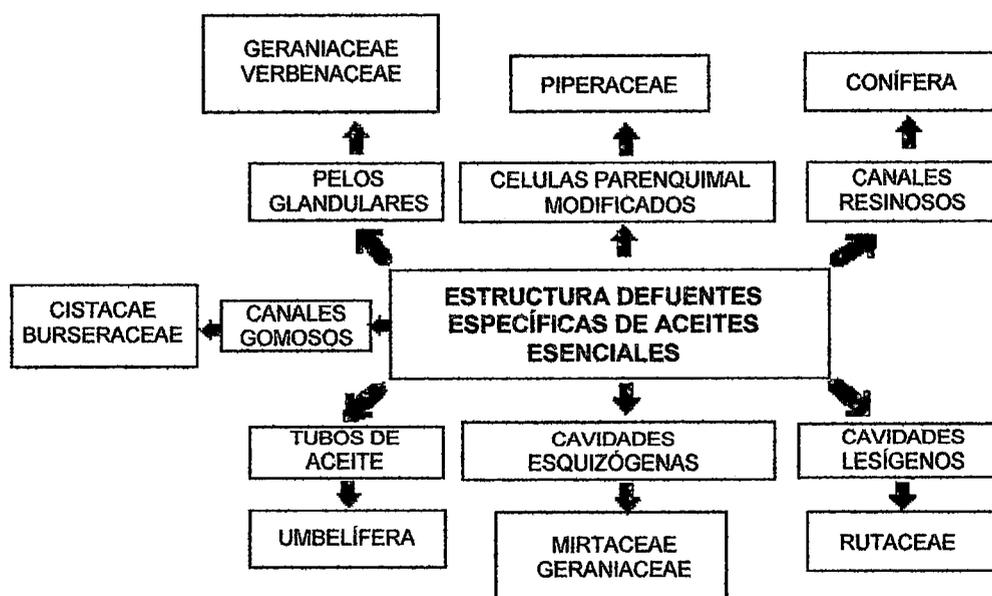


Figura 2.9 Tejidos celulares por familia específica de la planta, responsables de producir y almacenar aceites esenciales.

Fuente: Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants - United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology, 2008 – pág.38

2.2.4 CONSTITUYENTES DE ACEITE ESENCIAL

Los componentes principales de aceites esenciales se muestran en la Figura 2.10, de los cuales es evidente que la mayoría de aceites esenciales constan de hidrocarburos alicíclicos y aromáticos, ésteres, terpenos, fenoles, aldehídos, ácidos, alcoholes, cetonas, y ésteres. Entre estos, los compuestos oxigenados (los alcoholes, los ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, fenoles) son la fuente principal de olor. Son más estables porque evitan las influencias de oxidación y resinificación que otros componentes. Por otra parte, los constituyentes no saturados como monoterpenos (C₁₀) y sesquiterpenos (C₁₅) tienen la tendencia oxidar o resinificarse en presencia de aire y la luz. Estos compuestos no saturados más frecuentes derivan biológicamente del ácido mevalónico.⁶

6. Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants
United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology,
2008 – pág.37

El conocimiento de componentes individuales y sus características físicas, como punto de ebullición, estabilidad térmica y la relación de temperatura-presión del vapor, es de vital importancia en el desarrollo de tecnología de aceites esenciales.

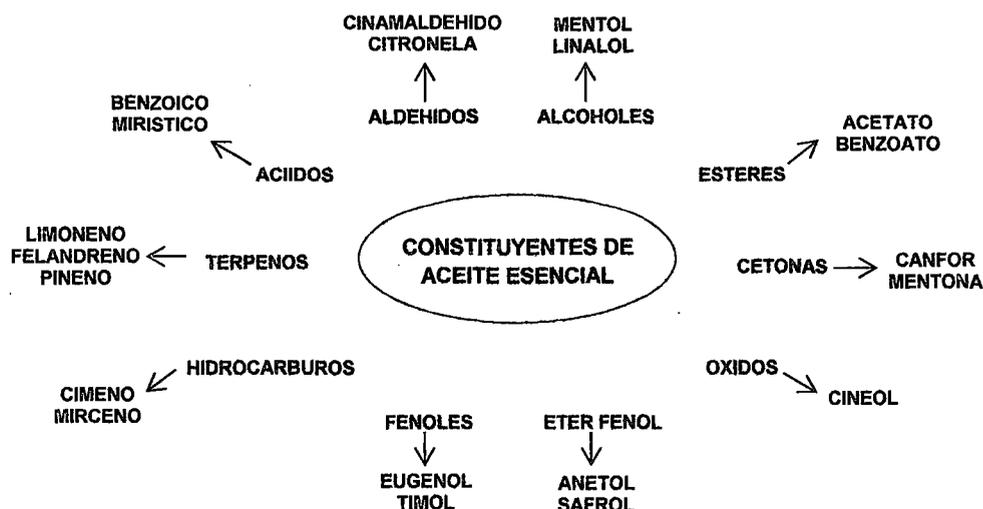


Figura 2.10 Diversos grupos químicos presentes en aceites esenciales
Fuente: Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants - United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology, 2008 – pág.38

2.2.5 PROPIEDADES FISICOQUÍMICOS DE LOS ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales son líquidos volátiles a temperatura ambiente, muy raramente tienen color y su densidad es inferior a la del agua (la esencia de sazafrán o clavo de olor constituyen excepciones). Casi siempre dotadas de poder rotatorio, tienen un índice de refracción elevado. Son solubles en alcoholes y en disolventes orgánicos habituales, como éter o cloroformo, y alcohol de alta gradación, son liposolubles y muy poco soluble en agua, son arrastrables por el vapor de agua.

Las propiedades químicas de los aceites esenciales o esencias son muy diversas, puesto que el grupo engloba sustancias muy heterogéneas, de las esencias de las plantas, prácticamente puede encontrarse sólo uno (en la gaulteria hay 98.00 % - 99.00 % de salicilato de metilo y la esencia de canela contiene más de 85.00 % de

cinamaldehído) o más de 30 compuestos como en la de jazmín o en la de manzanilla.

La composición de una esencia puede cambiar con la época de la recolección, el lugar geográfico o pequeños cambios genéticos. En gimnospermas y angiospermas es donde aparecen las principales especies que contienen aceites esenciales, distribuyéndose dentro de unas 60 familias.⁷

2.2.6 PRUEBAS FÍSICO-QUÍMICAS PARA CARACTERIZACIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Las características de un aceite esencial pueden ser dadas en forma general mediante valores de índice de refracción, gravedad específica, rotación específica, rango de temperatura de ebullición, punto de cristalización o congelación, índice de acidez, índice de éster.

Las definiciones y fundamentos de algunas de estas técnicas de determinación se indican a continuación:

- Índice de acidez del aceite esencial: es el número de miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos libres contenidos en un gramo de aceite esencial.
- Índice de éster de un aceite esencial: es el número de miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos liberados por hidrólisis de los ésteres contenidos en un gramo de aceite esencial.
- Determinación del contenido de fenoles: basada en la transformación de los fenolatos alcalinos y la posterior medición de la fracción de aceite esencial no transformado.

7. Stashenko, E.; En: Memorias del IV Congreso Nacional de Fitoquímica, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Química, Bucaramanga, febrero de 1996, pp. 29-53.

- Determinación de compuestos carbonílicos: basada en la formación de oxima, y determinada por titulación de HCl liberado de la reacción entre el compuesto carbonílico y el clorhidrato de hidroxilamina.

2.3 ACEITE ESENCIAL DE MOLLE

El aceite esencial de molle consiste en mezclas de productos químicos que a menudo son muy complejas. En su mayoría están constituidos por *triterpenos*, *sesquiterpenos* y *monoterpenos* que son hidrocarburos cuya fórmula es $C_{12}H_{16}$. Los terpenos más comunes son el limoneno y el pineno. Su composición exacta se puede obtener mediante una cromatografía de gas. Es importante conocer ésta a efectos de poder fijar precio al producto, ya que ésta varía según su composición química.

Los mayores consumidores de aceite esencial de molle son las industrias de perfumería y cosmética. En pruebas in Vitro el aceite esencial de molle ha demostrado ser un eficaz medicamento antibacteriano y tener una actividad antimicrobiana contra numerosas bacterias y gérmenes patógenos. Por lo que genera grandes expectativas de desarrollo de nuevos productos antibacterianos a base de aceite esencial de molle.

2.3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE

El análisis fitoquímico del molle revela que la planta de molle contiene taninos, alcaloides, flavonoides, saponinas, esteroides, esteroles, terpenos, gomas, resinas, y aceites esenciales. El aceite esencial se presenta en las hojas, la corteza y los frutos, es una fuente rica de triterpenes, sesquiterpenes y monoterpenes, muchas de las actividades biológicas son atribuidas a los aceites esenciales encontrados en la planta.

Los frutos pueden contener hasta el 5.00 % de aceite esencial y las hojas pueden contener hasta 2.00 % de aceite esencial. Según FIGMAY S.R.L.⁸ el rendimiento a partir de semillas secas es de 5.00 % - 7.00 %, siendo el componente principal el β -felandreno. Algunas fuentes bibliográficas revelan que el aceite esencial de molle está constituido por los compuestos químicos mostrados más abajo.

Tabla 2.3 Composición del Aceite Esencial de Molle

Componentes	Cantidad
α -pineno	11.9 %
Camfeno	0.24 %
Sabineno	0.67 %
β -pineno	13.53 %
β -mirceno	30.12 %
α -Felandreno	26.42 %
P-cimeno	1.24 %
limoneno	9.85 %
β -felandreno	5.67 %
Octanoato de metilo	0.43 %
β -elemene	0.16 %
α -gurjuneno	0.28 %
β -cariofileno	0.46 %
α -humuleno	0.12 %
bicyclogermacreno	0.38 %
β -cadineno	0.17 %

Fuente: "Extracción y caracterización del aceite esencial de Molle (Schinus molle L.)"
 "EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF THE ESSENTIAL OIL OF MOLLE (Schinus molle L.)" -
 Shepanie K. Llanos Arapa - Universidad Nacional Jorge Basadre G. Tacna - Perú

2.3.2 APLICACIONES POTENCIALES DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE

Los aceites esenciales son productos naturales aplicados en diferentes industrias:

- Industria cosmética y farmacéutica: perfumes, principios activos, etc.
- Industria de productos de limpieza: fragancias para jabones, detergentes, desinfectantes, productos de uso hospitalario, etc.
- Industria de plaguicidas: agentes pulverizantes y repelentes de insectos, etc.

8. FIGMAY S.R.L. Fábrica de Aparatos de Vidrio para Investigación Industria Laboratorio y Medicina-Extractor de aceites esenciales por arrastre por vapor. Escala Laboratorio

En los últimos años, la aromaterapia ha tenido un gran crecimiento y aceptación en el mercado mundial. La comercialización de los aceites esenciales puros, como ingredientes de los productos aromaterápicos, ha creado una mayor demanda y ha motivado la búsqueda de nuevos aromas, más exóticos y con propiedades pseudo-farmacológicas. Otras nuevas aplicaciones surgidas últimamente y con un gran potencial futuro son aceites esenciales para la formulación de biocidas para uso veterinario o agrícola.

2.4 MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Los principales métodos extractivos empleados a escala industrial para los aceites esenciales más comunes, se basan en el arrastre del aceite esencial contenido en las plantas con vapor de agua. Existen otros métodos, que si bien en lo referente a la calidad del producto son excelentes, sus costos de inversión y operativos son elevados y no se justifica su aplicación para la gran mayoría de los aceites esenciales.

Los métodos alternativos son: expresión, extracción con solventes volátiles, extracción líquido - sólido asistida por microondas (MWE), enfleurage y extracción con fluidos supercríticos. El lector que quiera profundizar sobre detalles de métodos alternativos refiérase al texto de “Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants” - United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology, U.S.A – 2008.

2.4.1 DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA

La destilación con vapor de agua es un tipo especial de destilación que se basa en el equilibrio de líquidos inmiscibles y es empleado para separar sustancias orgánicas insolubles en agua y ligeramente volátiles de otras no volátiles que se encuentran en la mezcla, como resinas o sales inorgánicas. Cuando se tienen mezclas de líquidos que no son miscibles entre sí, se tiene un tipo de destilación que sigue la ley de Dalton sobre las presiones parciales. Como resultado de este comportamiento y

cuando uno de los componentes es agua, al trabajar a presión atmosférica se puede separar un componente de mayor punto de ebullición que del agua a una temperatura menor de 100 °C. Debido a lo anterior, con esta técnica se pueden separar sustancias inmiscibles en agua y que se descomponen a su temperatura de ebullición o cerca de ella, por lo que se emplea con frecuencia para separar aceites esenciales naturales que se encuentran en hojas, cáscaras o semillas de algunas plantas (té limón. menta, canela, cáscaras de naranja o limón, anís, pimienta, etc).

Una descripción general de esta técnica consiste en empacar el material aromático de la planta en el tanque del destilador y una cantidad suficiente de agua es añadida y llevada hasta su punto de ebullición; alternativamente el vapor de la caldera es inyectado en la carga del destilador. Debido a la influencia de agua caliente y vapor, el aceite esencial es liberado de las glándulas de aceite en el tejido fino de la planta. La mezcla del vapor de agua-aceite es arrastrada hacia el condensador donde es condensada por el enfriamiento indirecto con agua de refrigeración. Del condensador el destilado desemboca en un separador donde el aceite se separa automáticamente del agua del destilado formando dos fases de líquidos inmiscibles, la fase que se encuentra en la parte superior es el aceite esencial y en la parte inferior es agua con algunos componentes hidrosolubles.

2.4.2 DESVENTAJAS Y VENTAJAS DE DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA FRENTE A OTRAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN

2.4.2.1 Ventajas

– Productos libres de solventes orgánicos

El método de destilación con vapor usa agua como el agente de separación. Este tipo de proceso provee productos naturales libres de solventes orgánicos que puede ser usado directamente en otros procesos sin la necesidad de procesos adicionales de separación.

– Alta Capacidad de Procesamiento

En destilación con vapor se puede trabajar con cargas altas de materia prima (TN/día).

– Bajos Costos de Inversión

El equipo de destilación con vapor de agua es barato, flexible y fácil de construir. Hay una variedad grande de materiales para su construcción porque el equipo de destilación con vapor opera a condiciones ambientales, no es necesario construir recipientes de presión.

– Los conocimientos técnico Disponibles

La destilación con vapor es una tecnología muy conocida. El procedimiento operativo es lo mismo para destilar matrices herbáceos o líquidos. No es necesario pedir licencias o permiso o comprar la tecnología para destilar una matriz herbácea.

2.4.2.2 Desventajas

– Degradación Térmica de Productos

Si no se opera el equipo adecuadamente la temperatura interna del lecho puede superar los 98 °C provocando que los aceites esenciales sufran degradación térmica dando lugar a la formación de oligómeros y compuestos químicos complicados que disminuyen la durabilidad, calidad y cambio en la percepción organoléptica. Por ejemplo en la técnica de hidrodestilación es común que ocurra la hidrólisis de aceites esenciales porque el material herbáceo está inmerso en agua a diferencia de otras técnicas como destilación con vapor húmedo y seco, el material a extraer está en contacto con vapor de agua. Por esta razón la hidrodestilación es muy pocas veces usada.

– Alto consumo de energía

Como la materia prima debe ser calentado a la temperatura de ebullición, el consumo de energía es alto. La mayor contribución para el consumo de energía es causada por el calentamiento de la masa del equipo. De hecho, la carga real de calor es muy grande cuando es comparado para carga de calor ideal (el aislamiento, reciclado de agua condensado, vacío), y muchas modificaciones mecánicas y operacionales se ha propuesto para reducir el consumo global de energía (la vaporización de aceite esencial).

2.5 PROCESOS FISICOQUÍMICOS EN LA DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA

La destilación con vapor de agua de las plantas aromáticas implica los siguientes principales procesos fisicoquímicos:

- i) Hidrodifusión
- ii) Hidrólisis
- iii) Descomposición por calor

2.5.1 HIDRODIFUSIÓN

La difusión de aceites esenciales y agua caliente a través de membranas de la planta es conocida como hidrodifusión. En la destilación con vapor de agua, el vapor realmente no penetra en las membranas de células seca. Por consiguiente, el material seco de las plantas puede ser agotado con vapor seco sólo cuando todo el aceite volátil ha sido liberado de las células oleíferas por la primera molienda completa del material de la planta.

Solamente cuando la matriz de la planta está saturada de agua, el intercambio de vapores dentro del tejido celular se basa en su permeabilidad por su condición de membrana hinchada o estirada. Las membranas de células de la planta son casi impermeables para aceites volátiles. Por consiguiente, en el proceso real a temperatura de ebullición de agua, una parte de aceite volátil se disuelve en el agua presente dentro de las glándulas, y esta solución aceite-agua permea por la las

membranas hinchadas por osmósis y finalmente alcanza la superficie exterior donde el aceite es vaporizado por vapor circulante.

Otro aspecto de hidrodifusión es que la velocidad de vaporización de aceite no es influenciada por la volatilidad de los componentes de aceite, pero si por su grado de solubilidad en agua. Por consiguiente, los componentes de aceite esencial en el tejido de la planta de puntos de ebullición alto pero más solubles en agua se evaporarán antes que los componentes de bajo punto de ebullición pero menos solubles en agua. Como la velocidad de hidrodifusión es lenta, la destilación de material sin moler tomará más tiempo que el material molido.

2.5.2 HIDRÓLISIS

La hidrólisis en el contexto actual está definida como una reacción química entre agua y ciertos componentes de aceites esenciales. Los ésteres son componentes de aceites esenciales y en presencia de agua, especialmente a altas temperaturas, tienden a reaccionar con agua para formar ácidos y alcoholes. Sin embargo, las reacciones no son completas en ninguna dirección y la relación entre las concentraciones molar de diversos componentes en el equilibrio está escrita como:

$$K = \frac{(\text{alcohol})x(\text{acid})}{(\text{ester})x(\text{water})} \dots\dots\dots (2.1)$$

Donde la K es la constante de equilibrio. Por consiguiente, si la cantidad de agua es grande, entonces las cantidades de alcohol y ácido también serán grandes, resultando en una disminución del rendimiento de aceite esencial. Además, puesto que ésta es una reacción dependiente en tiempo, la proporción a la cual la hidrólisis procede depende del tiempo de contacto entre aceite y agua. Éste es una de las desventajas de destilación con agua (hidrodestilación).

2.5.3 DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA

Casi todos los componentes de aceites esenciales son inestables a altas temperaturas. Para obtener una mejor calidad de aceite esencial, la destilación debe ser realizada a bajas temperaturas. La temperatura en la destilación con vapor seco es determinada enteramente por la presión de operación, mientras que en la destilación con agua (hidrodestilación) y en la destilación con vapor húmedo (agua-vapor) la presión operativa es usualmente la presión atmosférica.

Los tres efectos previamente descritos, hidrodifusión, la hidrólisis y la descomposición térmica, ocurren simultáneamente y interactúan uno con otro. La velocidad de difusión usualmente aumenta con temperaturas como hace la solubilidad de aceites esenciales en agua. Lo mismo es cierto para la velocidad y la magnitud de hidrólisis. Sin embargo, es posible obtener mejor rendimiento y calidad de aceites: (1) manteniendo la temperatura tan bajo como sea posible, (2) usando poco agua como sea posible, en caso de la destilación vapor seco, y (3) molienda completa del material aromático y empacando lo más uniformemente el lecho antes de la destilación.

2.6 TIPOS DE DESTILACIÓN CON VAPOR DE AGUA

La destilación con vapor es una modificación del proceso de destilación usado para recuperar compuestos de punto de ebullición altos de una matriz inerte y compleja (sólido o líquido), usando vapor de agua (saturado o sobrecalentado) como un agente de separación y energía. Hay tres variantes de este proceso 1) hidrodestilación 2) destilación con vapor directo y 3) destilación por arrastre con vapor seco.

Originalmente esta clasificación de destilación con vapor de agua ha sido introducida por el pionero Von Rechenberg, estas condiciones se han establecido en la industria de aceite esencial. Los tres métodos están sujetos a las mismas consideraciones teóricas que tratan de destilación de sistemas de dos fases. Las diferencias consisten principalmente en los métodos de manejo el material.

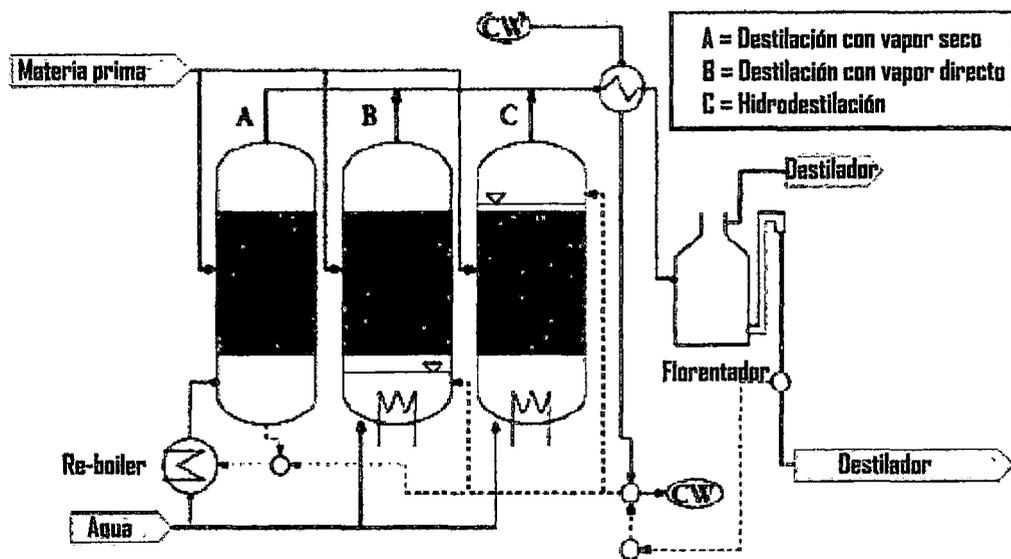


Figura 2.11 Diagrama de flujo generalizado de los diferentes tipos de destilación con vapor de agua.
Fuente: Extracting Bioactive Compounds for Food Products, Maria Angela A. Meireles - U.S.A pág: 12

2.6.1 HIDRODESTILACIÓN

En este método, el material está completamente sumergido en agua, el cual es hervido aplicando calor por fuego directo, camisa de vapor, camisa de vapor cerrada, serpentín de vapor cerrado o serpentín de vapor abierto. La característica principal de este proceso es que hay contacto directo entre agua hirviendo y material de la planta aromática a extraer.

Cuando el destilador es calentado por fuego directo, se deben tomar las precauciones adecuadas para prevenir el sobrecalentamiento de la carga. Cuando se usa una camisa de vapor o una espiral cerrada del vapor hay menos peligro de recalentamiento, con serpentines de vapor abiertos se evita el sobrecalentamiento. Pero con vapor abierto el cuidado debe ser tomado para prevenir acumulación de agua condensada dentro del tanque del destilador. Por consiguiente, el tanque del destilador debería ser adecuadamente aislado.

El material a extraer dentro del destilador debe ser agitado conforme el agua hierve, puesto que las aglomeraciones de diferente densidad del material se acomodan en el fondo, se degradan térmicamente. Ciertos materiales de la planta como corteza de

canela que es rico en mucílago (pegamento), debe ser molidos a fin de que la carga pueda dispersarse fácilmente en el agua; como la temperatura del agua aumenta, el mucílago será percolado de la canela molida. Esto incrementa grandemente la viscosidad de la mezcla agua-carga, por consiguiente permitiéndola quemarse. Consecuentemente, antes de realizar cualquier tipo de destilación, se debería realizar una destilación con agua en pequeña escala en equipos de vidrio para observar cualquier cambio que tenga lugar durante el proceso de destilación. De esta prueba de laboratorio, puede ser determinado el rendimiento de aceite de un peso conocido del material aromático. El aparato de laboratorio recomendado para destilaciones de prueba es el sistema Clevenger.

Durante la hidrodestilación, todas las partes de la carga de la planta deben mantenerse en movimiento por el agua hirviendo; esto es posible cuando el material de destilación es cargado sin excesivas tensiones y permanece suelto en el agua hirviendo. Por esta razón sólo, la hidrodestilación posee una ventaja distinta, o sea que permite el procesamiento de material finamente molido o dividido por el contacto con vapor de la caldera, de otra manera formaría aglomeraciones a través del cual el vapor no puede penetrar. Otras ventajas prácticas de la hidrodestilación son que los equipos de destilación son baratos, fáciles para construir y adecuado para la operación en el campo. Estos tipos de destilador son ampliamente usados como equipo portátil en muchos países.

Las desventajas de la hidrodestilación.

- Los componentes de aceite como ésteres son sensibles a la hidrólisis mientras los otros como hidrocarburos acíclicos del monoterpenos y aldehídos son susceptibles a la polimerización (a medida que el pH de agua descende durante la destilación, las reacciones hidrolíticas son facilitadas).
- Los componentes oxigenados como fenoles tienen una tendencia a solubilizarse en el agua del destilador, de tal manera su extracción completa por la hidrodestilación no es posible.

- Como la hidrodestilación tiende a ser una operación pequeña (manejado por uno o dos personas), tarda mucho en acumular aceite esencial, de esta manera el aceite de buena calidad es a menudo mezclada con aceite esencial de mala calidad.
- El proceso de la hidrodestilación es tratado como un arte por destiladores locales, quienes raramente tratan de optimizar el rendimiento y calidad de aceite.
- La hidrodestilación es un proceso más lento que cualquier otro tipo de destilación con vapor de agua (destilación con vapor húmedo “directo” o destilación por arrastre con vapor seco).

2.6.2 DESTILACIÓN CON VAPOR HÚMEDO (AGUA-VAPOR)

En la destilación con vapor directo o vapor húmedo, el vapor puede ser generado ya sea en una caldera externa o dentro del destilador, aunque está separada del material de la planta aromática a procesar. Es ampliamente usado al igual que la hidrodestilación. Además, no ocasiona mucho gasto de capital que la hidrodestilación. También, el equipo usado es generalmente similar al que se usa en la hidrodestilación, pero el material de la planta es soportado por encima del agua hirviendo con una rejilla perforada.

Se sabe que a medida que se produce algunos batch de aceite esencial por hidrodestilación, se da cuenta de que la calidad de aceite no es muy buena por las aromas de destilado (aroma atenuado). Como resultado, se han hecho algunas modificaciones del hidrodestilador. Usando el mismo destilador, una cuadrícula agujereada o un plato es diseñado a fin de que el material de la planta aromática esté sostenido por encima del nivel de agua. Esto reduce la capacidad del destilador pero ofrece una mejor calidad de aceite esencial. Si la cantidad de agua no es suficiente para permitir la consumación de destilación, entonces un tubo de cohobación es conectada y el vapor de agua condensado es retornado manualmente al destilador,

por consiguiente se asegura que el agua que está siendo usado como la fuente del vapor nunca se acabe.

Se considera, hasta cierto punto que esto controlará la pérdida de componentes oxigenados disueltos en el agua del condensado porque se volvió a reusar el agua del condensado. Esto permitirá saturarse con componentes disueltos, después del cual se disolverá más en aceite esencial.

La cohobación es un procedimiento que sólo puede ser usado durante la hidrodestilación o destilación con vapor húmedo. La práctica de retornar el agua del destilado hacia el destilador después que el aceite ha sido separado son a fin de que pueda ser rehervido. El objetivo principal es minimizar las pérdidas de componentes oxigenados, particularmente los fenoles que se disuelven hasta cierto punto en el agua del destilado. Para la mayoría de aceites, este nivel de pérdida a través de la solución agua-aceite es menos de 0.2 %, considerando para aceites ricos en fenol la cantidad de aceite disuelto en el agua del destilado es 0.2 % - 0.7%. Como el agua recirculado está siendo constantemente re-vaporizado, condensado y re-vaporizado otra vez, cualquier componente oxigenado disuelto promoverá la hidrólisis y la degradación de ellos mismos u otros componentes del aceite. Similarmente, si un componente oxigenado es constantemente llevado (recirculado) en contacto con una fuente directa de calor o a un lado del destilador, el cual es considerablemente más caliente que 100 °C, entonces las oportunidades de degradación se incrementan. Como resultado, la práctica de cohobación no es recomendada a menos que la temperatura a la cual los componentes oxigenados queden expuestos a no menos de 100 °C en el destilado.

En la destilación con vapor húmedo, la planta aromática no puede estar en contacto directo con la fuente generadora de vapor que se encuentra en el fondo del destilador; sin embargo, las paredes del destilador son buenas conductoras de calor y esto podría ocasionar otro tipo de aromas en el destilado a causa de las reacciones

de degradación térmica de material de la planta que están en contacto con las paredes del destilador.⁹

Como el vapor en el proceso de destilación con vapor húmedo es saturado, el inconveniente principal de este tipo de destilación hará que el material a extraer esté muy mojado. Esto retarda la destilación porque el vapor cedería parte de su calor para vaporizar la película fina de agua que cubre las partículas del material a extraer para llevarlo y dejarlo condensar en la parte alta del destilador. Una manera de impedir que el material de la planta en la parte inferior del lecho que descansa en la cuadrícula se inunde, es usar un deflector para impedir que el agua que hierve vigorosamente entre contacto directo con la planta aromática.

2.6.2.1 Ventajas de destilación con vapor húmedo sobre hidrodestilación

- El rendimiento de aceite es superior.
- Los componentes del aceite esencial son menos susceptibles a la hidrólisis y la polimerización (el control de condensados en el fondo del destilador disminuye la hidrólisis, mientras que la conductividad térmica de las paredes del destilador ocasiona la polimerización).
- Si reflujo es controlado, entonces la pérdida de compuestos polares es minimizada.
- La calidad de aceite producida por la destilación con vapor directo es más reproducible.
- La destilación con vapor directo es más rápida que la hidrodestilación, es más eficiente energéticamente.

2.6.2.2 Las desventajas de destilación con vapor directo

- Debido a la baja presión de vapor ascendente, los aceites que hierven en rango de punto de ebullición alto requieren una cantidad mayor de vapor para su vaporización, por tanto más tiempo de destilación.

⁹ Es recomendable considerar colocar un empaque aislante entre el contacto de la fuente generadora de vapor y las paredes del lecho del destilador.

- El material de la planta se pone muy mojado, lo cual retarda la destilación porque el vapor tiene que revaporizar el agua hasta dejarlo condensarse en lo alto del destilador.
- Exceso de temperatura de vapor puede degradar la calidad de aceite esencial.

2.6.3 LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR SECO (INYECCIÓN DE VAPOR)

La destilación con vapor seco es una operación unitaria de extracción de aceite esencial del material aromático con vapor generado fuera del destilador en un generador del vapor externo generalmente llamado “caldera”. Como en la destilación con vapor húmedo, el material de la planta es soportado en una cuadrícula agujereada por encima de la entrada del vapor. Una ventaja real de generación del vapor externo es que la cantidad de vapor puede controlarse fácilmente. Como el vapor es generado en una caldera externa, el material de la planta no es calentado por encima de 100 °C, consecuentemente, no debería experimentar degradación térmica. La destilación con vapor seco es el proceso más ampliamente aceptado para la producción de aceites esenciales a escala industrial.

Un inconveniente obvio a tratar con destilación con vapor seco es el gasto muy alto de capital requerido para construir el equipo completo. En algunas situaciones, como el costo de producción a gran escala de aceite esencial es bajo (por ejemplo el romero, eucalipto, citronela), los precios de mercado mundial de los aceites esenciales son apenas lo suficientemente altos para justificar su producción por la destilación por arrastre con vapor seco sin amortizar el gasto capital requerido para la instalación de planta sobre un período de 10 años o más.

2.6.3.1 Las ventajas de destilación por arrastre con vapor seco

- La cantidad de vapor puede controlarse fácilmente.
- No hay descomposición térmica de componentes de aceite.
- Es la operación más ampliamente aceptado para la producción de aceite a gran escala, superior a los otros dos operaciones unitarias de destilación.

2.6.3.2 Desventaja de destilación por arrastre con vapor seco

- Gasto muy grande de capital necesitado para establecer esta actividad que para las otras dos operaciones unitarias de destilación.

2.7 MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR SECO

2.7.1 PRINCIPIO TEÓRICO DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR SECO

Cuando se quiere separar o purificar por destilación una solución homogénea (líquidos miscibles) como en el caso de agua-etanol, esta solución ideal binaria obedece la ley de Raoult:

$$P_{total} = P_A + P_B \dots\dots\dots (2.2)$$

(La presión de vapor total del sistema = presión parcial de vapor de A + presión parcial de vapor de B). Las presiones parciales de A y B son:

$$P_A = P_A^\circ * N_A \dots\dots\dots (2.3)$$

$$P_B = P_B^\circ * N_B \dots\dots\dots (2.4)$$

Por lo tanto, la presión total del sistema es:

$$P_{total} = P_A^\circ * N_A + P_B^\circ * N_B \dots\dots\dots (2.5)$$

Donde P_{total} es la presión total del sistema, P° son las presiones de vapor de los líquidos puros (A y B) y N son las fracciones molares de A y B . Esta ecuación nos dice que la presión total del sistema depende de la concentración de A y B , y de las presiones de vapor de los líquidos puros. También nos permite determinar la temperatura de ebullición (a presión atmosférica) de una mezcla binaria ideal. Las

siguientes ecuaciones nos permiten calcular las concentraciones de *A* y *B* en el vapor:

$$N_{A(vapor)} = \frac{P_A}{P_{total}} \dots\dots\dots (2.6)$$

$$N_{B(vapor)} = \frac{P_B}{P_{total}} \dots\dots\dots (2.7)$$

Pero en nuestro caso se trata de una mezcla heterogénea de dos líquidos inmiscibles, donde la presión total del sistema es independiente de las concentraciones y sigue la Ley de Dalton sobre las presiones parciales, que dice: cuando dos o más gases o vapores que no reaccionan entre sí, se mezclan a temperatura constante, cada gas ejerce la misma presión como si estuviera sólo y la suma de las presiones de cada uno, es igual a la presión total del sistema. Su expresión matemática es la siguiente:

$$P_{total} = P_A^{\circ} + P_B^{\circ} + \dots + P_n^{\circ} \dots\dots\dots (2.8)$$

De la ley de Dalton se deduce que al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles, su punto de ebullición será la temperatura a la cual la suma de las presiones de vapor es igual a la atmosférica. Esta temperatura será inferior al punto de ebullición del componente más volátil.

Si uno de los líquidos es agua (destilación por arrastre con vapor de agua) y si se trabaja a la presión atmosférica, se podrá separar un componente de mayor punto de ebullición que el agua a una temperatura inferior a 100 °C. Esta mezcla ebulle a una temperatura menor que la temperatura de ebullición de cualquiera de los “*n*” líquidos puros. La explicación para este fenómeno es que la incompatibilidad que existe entre los dos líquidos inmiscibles hace que se comporten como un azeótropo mínimo. Esto es una gran ventaja, ya que, utilizando agua, es posible destilar compuestos orgánicos de alto punto de ebullición (de baja presión de vapor) a una temperatura menor de 100 °C (el requisito es que el compuesto sea inmiscible en agua). Esto evita tener que calentar estos compuestos orgánicos a altas temperaturas, y por lo tanto, impide la descomposición térmica del compuesto a su temperatura de

ebullición o cerca de ella. La siguiente ecuación permitirá calcular la cantidad de agua requerida para destilar una cantidad de compuesto o sustancia deseada:

$$\frac{g_{\text{compuesto}}}{g_{\text{agua}}} = \frac{P_{\text{compuesto}}^{\circ} * \text{Peso Mol}_{\text{compuesto}}}{P_{\text{agua}}^{\circ} * 18} \dots\dots\dots (2.9)$$

En general, esta técnica se utiliza cuando los compuestos cumplen con las condiciones de ser volátiles, inmiscibles en agua, tener presión de vapor baja y punto de ebullición alto.

2.7.2 MECANISMO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL

En este punto se da una descripción general de los posibles fenómenos que ocurren en cada paso de la destilación por arrastre con vapor seco durante la extracción de aceites esenciales de la matriz inerte del vegetal. Esta descripción no es muy exacta debido a que es muy complejo generalizar para todas las matrices vegetales, ya que cada una tiene una estructura diferente unas de otras.

La recuperación de aceite de la planta aromática tiene lugar en cuatro etapas secuenciales: (1) por el incremento de la temperatura, la liberación del aceite esencial es promovido del interior de la planta hacia su superficie exterior; (2) El aceite esencial se vaporiza, tomando calor de vaporización del vapor; (3) las moléculas de aceite vaporizados en la superficie de la materia prima se difunden en la corriente del vapor en un proceso de transferencia de masa; y (4) las moléculas de aceite vaporizados llevadas por la corriente de vapor son condensadas y decantadas. Un esquema secuencial simplificado del proceso presentado es mostrado en figura 2.12, una descripción de estas cuatro etapas es detallada a continuación.

2.7.2.1 Liberación del aceite esencial (Oil Release)

Cuando un producto líquido es destilado por arrastre de vapor, la carga entera está en contacto con el vapor de agua y los compuestos volátiles están listos para ser

vaporizados tan pronto como alcanzan su temperatura de ebullición. Esto es el caso con el refinamiento y desodorizado del aceite esencial, y bajo estas condiciones, la etapa de liberación de aceite esencial debe ser omitida, y la vaporización debería ser tomada como el punto de partida.

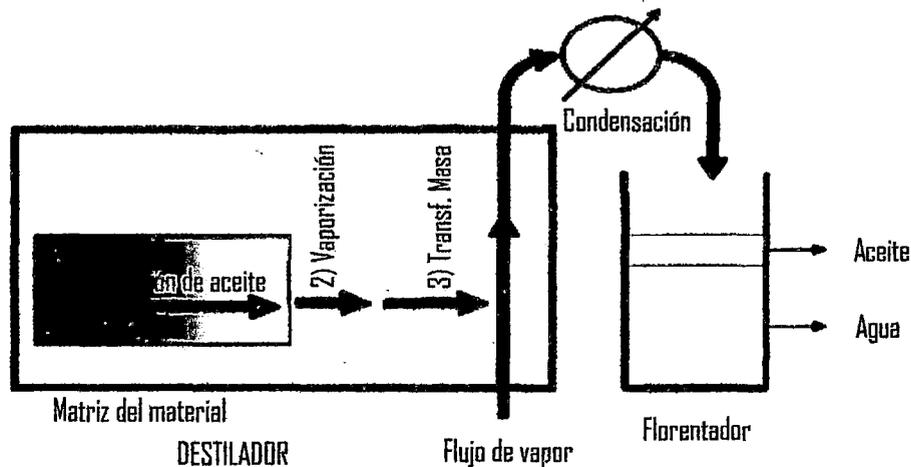


Figura 2.12 Representación esquemática de etapas de extracción en destilación de aceites esenciales
Fuente: Extracting Bioactive Compounds for Food Products, Maria Angela A. Meireles - U.S.A. pág: 3

En caso de matrices sólidas como en la destilación de aceites esenciales, al menos una porción de los componentes recuperables no están en contacto con el vapor inyectado y debe fluir fuera del sólido antes de que puedan ser vaporizados. El mecanismo por el cual este aceite es liberado de la matriz de la planta depende en donde esté localizado. Dos localizaciones principales de aceite y mecanismos de liberación se describen:

a) En las semillas, Frutos, o Raíces

El sólido muestra un comportamiento del material isotrópico, con una distribución uniforme de aceite esencial, estos al ser molturados dejan expuestas los depósitos de aceite esencial; donde la difusión dentro de la matriz sólida está sobreentendida.

b) En las hojas o Flores

El aceite es depositado sobre la superficie desde interior de la planta desde las frágiles tricomas glandulares. En otras operaciones de extracción de aceite, como la

extracción supercrítica del CO₂ o extracción por horno de microondas, se ha comprobado el rompimiento de todo o una parte significativa de los tricomas. Sin embargo, en la destilación por arrastre con vapor seco, la integridad de la pared que contiene el aceite dentro del tricoma se ha verificado por escaneado por microscopía del electrón, y ha sido propuesto un modelo de exudación en este caso donde el aceite permea (penetra) lentamente a través de membranas y de la cutícula.

Puesto que la etapa de liberación de aceite es un mecanismo lento de transferencia, es usualmente la etapa controlante de la parte final de la destilación, principalmente en partículas molidas donde la difusión dentro de la partícula es la resistencia principal para la recuperación de aceite. Ésta es la razón principal por la que las semillas y las raíces son usualmente molidas antes de la destilación.

2.7.2.2 Vaporización

La vaporización ocurre en la interfase líquido – vapor, en este proceso las moléculas de componentes en la fase líquido se mueven a la fase vapor, de acuerdo a sus volatilidades.

La relación entre composiciones en ambas fases está controlada por la expresión ordinaria de equilibrio líquido-vapor

$$y_i P = \frac{x_i \gamma_i f_i^\circ}{\hat{\phi}_i} \dots\dots\dots (2.10)$$

Dónde P es la presión total o de operación, x_i y y_i son las fracciones molares de cada componente en la fase líquido y vapor, respectivamente. γ_i es el coeficiente de actividad de componente i en la fase líquido, f_i° es la fugacidad de componente i en estado estándar, y $\hat{\phi}_i$ es el coeficiente de fugacidad de componente i en la fase vapor. Estos términos pueden ser simplificados, asumiendo un comportamiento de gas ideal, calculado de mediciones experimentales o estimadas con método de contribución de grupos.

En caso de aceite refinado y desodorizado, el proceso es efectuado bajo un vacío (algunos milibares) y altas temperaturas (108 °C – 270 °C) en una sólo fase líquida. Sin embargo, en la destilación de aceites esenciales con vapor de agua, la presencia de agua condensada mojando la superficie de la planta, conjuntamente con el flujo de aceite esencial liberado por la planta, conduce a la formación de dos fases líquidos inmiscibles en contacto directo con vapor. Si el agua y la fase volátil (o el aceite) son considerados completamente inmiscible, por la ley Dalton, entonces:

$$P = P_w^{vap} + P_c^{vap} \dots\dots\dots (2.11)$$

Donde P es la presión total, y P_w^{vap} y P_c^{vap} son presiones de vapor de agua y sustancias volátiles, respectivamente. La presencia de agua líquida en una fase separada reduce la temperatura de ebullición de la mezcla porque su contribución a la presión de vapor permite al líquido hervir a bajas temperaturas.

2.7.2.3 Transferencia de Masa

Las moléculas de componentes vaporizados en interfase líquido-vapor entran en la corriente del vapor por un proceso de transferencia de masa. Los mecanismos implican transferencia de masa por difusión y convección.

En la destilación de aceites esenciales, el flujo de vapor a través de un lecho poroso de material sólido mojado por las fases líquidas aceite-agua, puede usarse correlación de coeficiente transferencia de masa estándar¹⁰ K_g , para calcular el flujo molar de componentes volatilizados \dot{m}_i , incorporados en la corriente global del vapor:

$$\dot{m}_i = K_g S (y_i - y_i^G) \dots\dots\dots (2.12)$$

¹⁰ Knudsen, J. G., H. C. Hottel, A. F. Sarofim, et al. 1999. Heat and mass transfer. In *Perry's chemical engineers handbook*, 7th ed., edited by R. H. Perry and D. W. Green. New York: McGraw-Hill.

Dónde la S es la superficie de transferencia de contacto entre el lecho poroso y el vapor, y_i y y_i^G son las fracciones molares en fase vapor de componente i en la interfase líquido-vapor y en el corriente global del vapor, respectivamente.¹¹

En el refinamiento y desodorización de aceite, la transferencia de masa es usualmente considerada como un limitante para el equilibrio vapor-líquido y en lugar de los coeficientes de transferencia de masa es usado un parámetro de eficiencia de etapa.

En la práctica convencional en la destilación, la eficiencia de Murphree es usado para corregir desviaciones de equilibrio causados por limitaciones de transferencia de masa y otros fenómenos que reducen la eficiencia como gotitas líquidas arrastradas por el flujo del vapor fuera del lecho.

2.7.2.4 Condensación del destilado

El vapor que sale del destilador es condensado por el agua refrigerante de condensador externo. En un condensador no ocurre ningún cambio en flujo o composición, porque todos los vapores son condensados en una nueva fase líquida.

2.7.3 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA EXTRACCIÓN

- Tiempo de secado del material. La materia prima vegetal húmedo generan hongos que transfieren un olor terroso, mohoso al aceite esencial, debido a la formación de ácidos grasos; por esto si el material no se procesa pronto (3 días) se dispone en literas para su oreo.

¹¹ Rexwinkel, G., A. B. M. Heesink, and W. P. M. Van Swaaij. 1997. Mass transfer in packed beds at low Peclet numbers—Wrong experiments or wrong interpretations *Chemical Engineering Science* 52 (21–22): 3995–4003

- Tiempo de extracción. Pasado un tiempo de destilación, la salida de aceite esencial es insignificante y el exceso de vapor de agua causa una disminución en el rendimiento de extracción por la solubilidad o emulsión del aceite esencial.
- Presión del vapor. Si la presión del vapor de arrastre es muy alta (máximo 6 psi), se presenta hidrólisis en el aceite disminuyendo su calidad y su rendimiento.
- Factor de empaquetamiento. Si el material queda muy suelto, el proceso termina muy pronto, presentando un alto consumo energético; si queda muy apretado, el vapor se acanala disminuyendo el rendimiento del aceite, el factor de empaquetamiento debe de estar entre el 0.15% a 0.25 %
- Distribución interior del vapor.
- Eficiencia del condensador.
- Condensación interior. Se evita realizando una purga previa a los 30 minutos de iniciado el proceso.
- Tiempo de residencia en el florentino. Sobre todo si el diámetro es muy pequeño se produce arrastre del aceite.
- Grado de molienda de la materia prima (grado de liberación de aceite esencial encerrados en paredes celulares de la matriz vegetal). Se debe tener especial cuidado de no provocar degradación térmica de componentes de aceite esencial por calentamiento excesivo por fricción de discos de molino.

2.7.4 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

La materia prima (la matriz inerte) es cargada en la columna del destilador para formar un lecho fijo compacto. Antes de cargar, los materiales sólidos pueden ser molidos o triturados. El vapor es inyectado usando a un distribuidor interno en el fondo del destilador, con la suficiente presión para vencer la resistencia hidráulica del lecho. La caldera de vapor está fuera del destilador. Como el vapor fluye arriba a través del lecho, la materia prima se calienta y libera los solutos volátiles (*oils essential*). Estos son vaporizados y transportados por el vapor hacia el tope del destilador. Cuando el vapor deja el destilador es condensado y enfriado a la temperatura del ambiente por medio de un condensador (intercambiador de calor).

La mezcla líquida condensada forma dos fases inmiscibles que son separadas en un decantador dinámico. Este decantador es conocido como *Florentino* en los procesos de destilación de aceite esencial. El agua condensada puede ser recirculada hacia el destilador o a la caldera dependiendo del consumo de vapor. Con materias primas herbáceas, el residuo puede ser utilizado como combustible para generar vapor en una caldera especial pero la desventaja está en la contaminación del ambiente por los humos generados. La destilación por arrastre con vapor seco es preferida a la escala industrial sobre las otras variantes de destilación con vapor, porque las calderas estándar generan vapor a presiones moderadas fáciles de controlar. Este vapor está saturado, pero cuándo es inyectado hacia el destilador, sufre una expansión isoentálpica y se vuelve sobrecalentado.

CAPÍTULO III

ASPECTOS EXPERIMENTALES

En los puntos siguientes trataremos aspectos como preparación de la materia prima antes y después de la molienda, evaluación preliminar del equipo modular de extracción de aceites esenciales con enfoque a pérdida de energía térmica; finalmente se hará la evaluación de variables de operación como flujo de vapor de agua inyectado, grado de molienda de la muestra y altura de carga del lecho para la extracción de aceite esencial de molle.

3.1 LUGAR DE INVESTIGACIÓN

Los experimentos se realizaron en los ambientes de Laboratorio de Transferencia de Masa de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga–Ayacucho, empleando el equipo modular piloto de extracción de aceites esenciales por arrastre con vapor de agua.

3.2 MATERIALES Y EQUIPOS

3.2.1 MATERIALES

- Pera de bromo, 1000 mL
- Soporte universal, 2 unidades
- Pinzas, 3 unidades
- Espátula, 1 unidad
- Pipeta volumétrica de 10 mL, 1 unidad
- Embudo, 1 unidad
- Probetas de 5 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL y 500 mL.
- Botellas color ámbar de 750 mL, 25 unidades
- Bolsas de plástico de 900 mm x 500 mm, 100 unidades

3.2.2 EQUIPOS

- Equipo modular de extracción de aceites esenciales
- Generador de vapor
- Compresora
- Molinillo de discos a mano
- Balanza electrónica de 0.1 g de exactitud
- Balanza electrónica de 0.1 mg de exactitud
- Estufa de secado
- Cronómetro, 1 unidad
- Tamices de serie 1.18 mm, 1.40 mm, 1.70 mm, 2.36 mm y 3.35 mm
- Agitador Ro-tap

3.3 MATERIA PRIMA

3.3.1 DESCRIPCIÓN DE LA MATERIA PRIMA

Para el desarrollo experimental de evaluación de parámetros óptimos de destilación de aceite esencial del molle por arrastre con vapor de agua, se recolectó 610 kg de semillas maduras de molle de los valles de la provincia de Huanta. Las semillas adquiridas tienen una cantidad considerable de impurezas tales como tallos, cáscaras, hojas secas, piedras minúsculas y gránulos de tierra por lo cual es necesario tamizar para quitar las impurezas mencionadas y ventilar las impurezas como fragmentos de hojas y cáscaras residuales. En el punto siguiente se detallará más sobre el pre-tratamiento de las semillas.

3.3.2 PREPARACIÓN PRELIMINAR DE LA MATERIA PRIMA

3.3.2.1 Limpieza de semillas de molle

Se realizó empleando un tamiz con abertura de malla de 3 mm con la finalidad de eliminar las impurezas como polvillos de cáscara de la semilla, tierra y piedras minúsculas; tal como sería en un proceso industrial.

Como se ha mencionado en el punto anterior, por la naturaleza de las muestras obtenidas para el desarrollo de esta tesis y también por la alta posibilidad de obtener en la misma condición la materia prima para su industrialización, es una necesidad imperante el tamizado de las semillas a fin de que las impurezas no constituyan un obstáculo en la transferencia de masa del aceite esencial de molle hacia la corriente del vapor. Es posible que al ingresar al lecho de extracción las cascarillas finas de molle, polvillos de tierra formen un enlodamiento en ciertos puntos del lecho causando el acanalamiento preferencial del flujo de vapor, empobrecimiento de la distribución uniforme de flujo de vapor, obstaculización de la convección de aceite esencial de molle

desde la superficie de la semilla molturada hacia la corriente de vapor de agua y consecuentemente provocar el efecto indeseado de disminución del rendimiento de extracción de aceite esencial de molle.

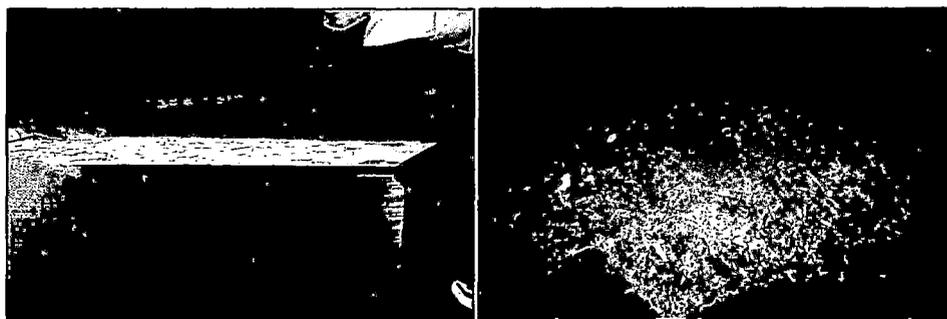


Figura 3.1 Al lado izquierdo, selección de semillas de molle por medio de tamiz. Lado derecho, material residual (pequeños tallos, cascarillas de molle y tierra) separados por tamizado.

3.3.2.2 Desazucarado y secado de semillas de molle

Antes de la molienda, las semillas de molle han sido lavadas (lixiviadas) para quitar el contenido de azúcar que posee en la periferia, más adelante se explicará el efecto negativo de trabajar con semillas de molle azucaradas y con impurezas. La lixiviación se realiza poniendo en contacto las semillas de molle con agua, este contacto debe ser breve para evitar que la semilla se absorba mucha humedad. Una vez culminada la lixiviación de azúcar de semillas de molle se procede a secar a temperatura ambiental en un ambiente ventilado sin exposición directa a rayos solares para evitar alterar el contenido y calidad de aceite esencial contenida dentro del pericarpio de la semilla de molle. El tiempo de secado puede variar de modo que se garantice que las semillas estén lo suficientemente secas con la finalidad que el quebrantamiento de las semillas sea más fácil y adecuado. Deseablemente se seca las semillas hasta que alcancen un contenido de humedad de 8 % - 10 % por las razones expuestas más arriba.

3.3.2.3 Homogenizado de muestra experimental

Como se trata de un volumen considerable de muestras (14 sacos) y porque es muy importante que la muestra sea uniforme y representativa para realizar la extracción de aceite esencial de molle a nivel planta piloto del diseño experimental, a fin de que los resultados no se sesguen, es necesario realizar el homogenizado de la muestra. Este procedimiento se realiza vertiendo todos los sacos de semilla de molle en un manto y mezclándolo con una pala hasta que la muestra haya alcanzado la homogeneidad.



Figura 3.2 Preparación previa de la materia prima que consiste en la homogenización mecánica de las semillas de molle.

3.3.2.4 Pesado y codificación de muestra experimental

El pesado de la muestra se realiza en dos etapas. La primera es para asignar una numeración aleatoria en el orden que se toma la muestra y la segunda para determinar exactamente la cantidad de muestra que entra a la columna del destilador después de la molienda.

7	18	9	31	10	8	24	36	4
33	21	35	2	14	27	15	32	28
1	17	6	30	26	34	23	22	11
25	3	19	29	5	13	12	16	20

Fuente: Elaboración propia

– Primer pesado

Se ha pesado 18 muestras de 10 kg y 18 muestras de 20 kg en bolsas plásticas, cada muestra ha sido codificada aleatoriamente con código de 2 cifras del 01 al 36, de modo que cada Bach de extracción se realice con muestra tomada aleatoriamente y representativa. Las 36 muestras pesadas y codificadas se han apilado en un ambiente adecuado hasta su momento de uso.

– Segundo pesado

Se realiza después de la operación de molienda. En esta etapa siempre va existir pérdidas de material, lo cual hace necesario volver a pesar la muestra con la finalidad de determinar la cantidad exacta de materia prima que se emplea en cada Bach de extracción de aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua. Con estos datos obtenidos se realizará los cálculos de determinación de parámetros óptimos.

3.3.2.5 Molienda de semillas de molle

No existe una diferencia clara entre la trituración y la molienda, en general se habla de trituración cuando se fragmentan partículas de tamaños superiores a 1 pulgada (1") y de molienda cuando se tratan partículas de tamaños inferiores a 1" (1" = 2.54 cm). En este texto se denomina molienda a la operación unitaria de reducción de tamaño de las semillas de molle.

Las muestras se toman en orden aleatorio y la molienda se realiza de acuerdo a los requerimientos del diseño experimental (grado de molienda y cantidad de la muestra a emplear "20 kg" ó "10 kg"). La molienda se realiza con molino de discos de uso doméstico.



Figura 3.3 Izquierda, semilla enteras de molle pesada para la codificación aleatoria de muestra experimental. Derecha, semillas de molle pesado después de la molienda y listas para ser incorporadas dentro del contenedor del destilador de extracción de aceites esenciales.

3.3.2.6 Diagrama de flujo de pre-tratamiento de la muestra experimental

Todos los pasos de pre-tratamiento de la muestra a emplear se sintetiza en la siguiente diagrama de flujo como se puede observar en la siguiente figura.

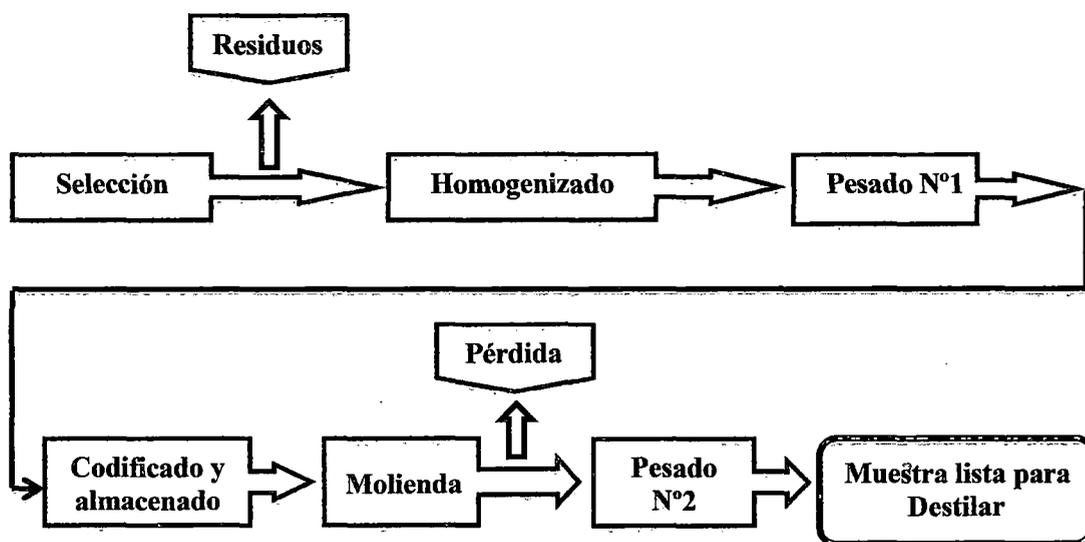


Figura 3.4 Diagrama De flujo de pre-tratamiento de la muestra

3.3.3 ANÁLISIS FÍSICO DE LA MUESTRA

3.3.3.1 Composición física de la muestra

Para determinar la composición física de la muestra se ha tomado aproximadamente 8 kg de muestra de diferentes puntos del montículo de semillas después del homogenizado. La muestra obtenida se ha vertido sobre una superficie plana y empleando el método de cuarteo se queda finalmente con 764.8 g para proceder con el análisis físico, los resultados se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 3.2 Resultados de análisis físico

Clasificación	g	%
Peso de semillas maduras	724	94.70
Peso de semillas verdes	30	3.90
Peso de residuo inerte *	10.8	1.40
Total	764.8	

*Los residuos inertes constan de tallos, cáscara de molle y piedras minúsculos.

Fuente: Elaboración propia



Figura 3.5 A la Derecha, Clasificación de la muestra en semillas de molle maduras y verdes. A la izquierda, se puede ver las impurezas y semillas de molle verde cuyo contenido de aceite esencial es bajo.

3.3.3.2 Análisis granulométrico de las semillas de molle enteras

Las semillas de molle entera tienen formas regulares que permiten determinar su diámetro mediante calibres o micrómetros como vernier. Para este fin se pesa una cantidad determinada de la muestra y se toma al azar las semillas de molle para determinar su diámetro.

3.65	3.75	3.60
4.05	3.30	4.65
4.50	3.55	4.50
3.00	3.10	3.40
2.70	3.10	5.00
2.90	3.15	3.80
3.10	3.30	4.20
3.50	2.70	2.45
3.90	4.20	3.30
3.15	4.85	5.00
4.60	3.70	3.50
3.35	2.45	2.90
4.60	2.85	4.35
2.80	2.85	2.55
4.00	3.50	3.80

Fuente: Elaboración propia

Haciendo un tratamiento estadístico de medidas repetidas se obtiene la media y desviación Estándar.

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \dots\dots\dots (3.1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \dots\dots\dots (3.2)$$

$$n = 45 \text{ datos}$$

$$\bar{x} = 3.58$$

$$\sum (x_i - \bar{x})^2 = 22.702$$

$$s = 0.709$$

Límites de Confianza de la Media para Muestras Pequeñas.

$$\bar{x} \pm t_{n-1} * s/\sqrt{n} \quad \dots\dots\dots (3.3)$$

$$t_{n-1} = t_{44}$$

De la tabla estadística A.2 se tiene:

$$t_{44} = 2.02 \quad \text{al } 95 \% \text{ de confiabilidad}$$

El diámetro promedio de las partículas de la semilla de molle enteras se encuentra dentro de los límites de confianza al 95%

$$3.58 \text{ mm} \pm 2.02 * 0.709/\sqrt{45}$$

$$3.58 \text{ mm} \pm 0.21 \text{ mm}$$

3.3.3.3 Análisis granulométrico de las semillas de molle molidas

Para determinar la respuesta de tamaño de partículas (grado de molienda) en el rendimiento de la extracción de aceite esencial de molle, se ha evaluado dos grados de molienda: M1 (molienda gruesa) y M2 (molienda ligeramente fina). No se evaluó en más grados de molienda porque una molienda más fina provoca la compactación del lecho.

Puesto que las semillas de molle molidas tienen formas irregulares, sus tamaños no pueden ser especificados por una sola dimensión, por tanto, para dimensionar sus formas se empleará el método de tamizado.

En el análisis granulométrico por tamizado el tamaño de la partícula es igual a la abertura de una malla cuadrada de un tamaño estándar, la cual retendrá justamente a la

partícula que tenga el tamaño igual o superior a la apertura de la malla. Para este caso se dispone una batería de tamices de mallas de 3.35 mm, 2.36 mm, 1.70 mm, 1.40 mm, 1.18 mm, colocando la malla de abertura más pequeña en el fondo y el de mayor abertura en la parte superior. El análisis se lleva a cabo colocando la muestra en el tamiz superior y agitando mecánicamente la batería de tamices durante un tiempo definido, luego se determina el peso de partículas retenidas en cada tamiz por diferencia de pesos; pesando primero el cedazo vacío y luego con el material retenido.

Para Analizar la distribución cuantitativa de partículas de molle se usará la función de Gates-Gaudin-Schuhman que tiene la siguiente expresión:

$$\%Ac(-) = 100 \left(\frac{x}{x_0} \right)^s \dots\dots\dots (3.4)$$

Donde:

$\%Ac (-)$ = porcentaje acumulado de partículas pasantes a través de la malla

x = abertura de la malla, mm.

x_0 = Tamaño máximo de la distribución, mm.

s = constante

Linealizando la expresión anterior se tiene:

$$\log \%Ac(-) = s \cdot \log x + \log \left(\frac{100}{x_0^s} \right) \dots\dots\dots (3.5)$$

Para determinar el tamaño medio de las partículas de las semillas se emplea la relación:

$$\text{Tamaño medio} = x_0 * \frac{s}{(s+1)} \dots\dots\dots (3.6)$$

A. Análisis de la distribución de partículas de grado de molienda "M1"

Tabla 3.4 Resultados de análisis de malla de muestras de semilla de molle con grado de molienda M1.

SERIE TYLER		Peso muestra (g)	% peso	% Ac (+) Retenido	% Ac (-) Pasante	Log x	log % Ac(-)
Malla	mm						
6	3.35	24.1	6.54	6.54	93.46	0.525	1.9706
8	2.36	200.5	54.42	60.97	39.03	0.3729	1.5914
10	1.70	62.2	16.88	77.85	22.15	0.2304	1.3454
12	1.40	19	5.16	83.01	16.99	0.1461	1.2303
14	1.18	13.3	3.61	86.62	13.38	0.0719	1.1265
-14	0	49.3	13.38	100			
TOTAL		368.4	100				

Fuente: Elaboración propia

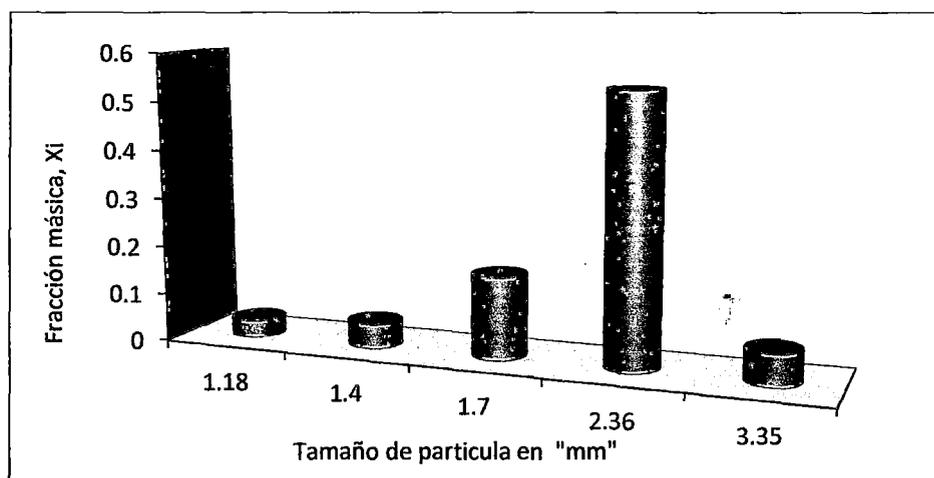


Figura 3.6 Distribución de tamaño de partículas de semilla de molle con grado de molienda M1

Fuente: Elaboración propia

Linealizando la ecuación 3.4 se tiene:

$$\log \%Ac(-) = s \cdot \log x + \log \left(\frac{100}{x_0^s} \right)$$

La ecuación anterior es del siguiente tipo:

$$Y = m \cdot X + a \quad \dots \dots \dots (3.7)$$

Donde:

$$Y = \log \%Ac(-)$$

$$m = s$$

$$x = \log(x)$$

$$a = \log(100/x_0^s)$$

Haciendo un ajuste por mínimos cuadrados se tiene la ecuación del tipo lineal:

$$Y = 1.8422 * X + 0.9568$$

De la ecuación anterior se obtiene:

$$s = 1.8422$$

$$a = 0.9568$$

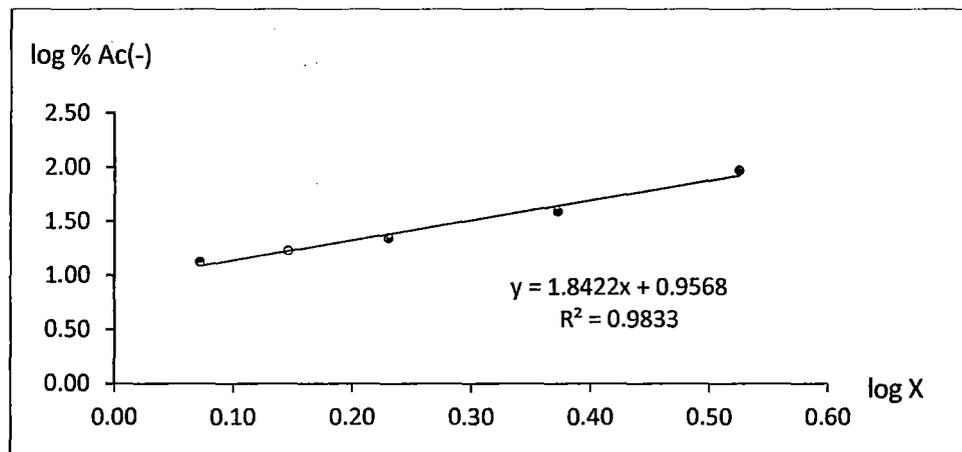


Figura 3.7 Linealización de la ecuación de Gates-Gaudin-Schuhman para analizar la distribución cuantitativa de las partículas de semilla de molle con grado de molienda M1.

Fuente: Elaboración propia

De la siguiente expresión, aplicando el antilogaritmo se despeja x_0

$$a = \log\left(\frac{100}{x_0^s}\right) \dots\dots\dots (3.8)$$

$$0.9568 = \log\left(\frac{100}{x_0^s}\right)$$

$x_0 = 3.6837 \text{ mm}$, que es el tamaño máximo de la distribución

Para determinar el tamaño medio de las partículas de la distribución se emplea la relación:

$$\text{tamaño medio} = x_o * \left(\frac{s}{s+1}\right) \dots\dots\dots (3.9)$$

$$\text{tamaño medio} = 3.6837 * \left(\frac{1.8422}{1.8422 + 1}\right)$$

$$\text{tamaño medio} = 2.39 \text{ mm}$$

Finalmente se tiene la función de distribución cuantitativa Gates-Gaudin-Schuhman para el grado de molienda M1, que describe la distribución acumulativa corregida de las partículas pasantes en función de la abertura de cada malla.

$$\%Ac(-) = 100 \left(\frac{x}{3.6837}\right)^{1.8422} \dots\dots\dots (3.10)$$

B. Análisis de la distribución de partículas de grado de molienda “M2”

Tabla 3.5 Resultados de análisis de malla de muestras de semilla de molle con grado de molienda M2.

SERIE TYLER		Peso muestra	%	% Ac (+)	% Ac (-)		
Malla	mm	(g)	peso	Retenido	Pasante	Log x	log % Ac(-)
6	3.35	10.1	2.96	2.96	97.04	0.5250	1.987
8	2.36	83.7	24.51	27.47	72.53	0.3729	1.8605
10	1.70	86.2	25.24	52.71	47.29	0.2304	1.6748
12	1.40	29.3	8.58	61.29	38.71	0.1461	1.5878
14	1.18	18.0	5.27	66.56	33.44	0.0719	1.5243
-14	0	114.2	33.44	100			
TOTAL		341.5	100				

Fuente: Elaboración propia

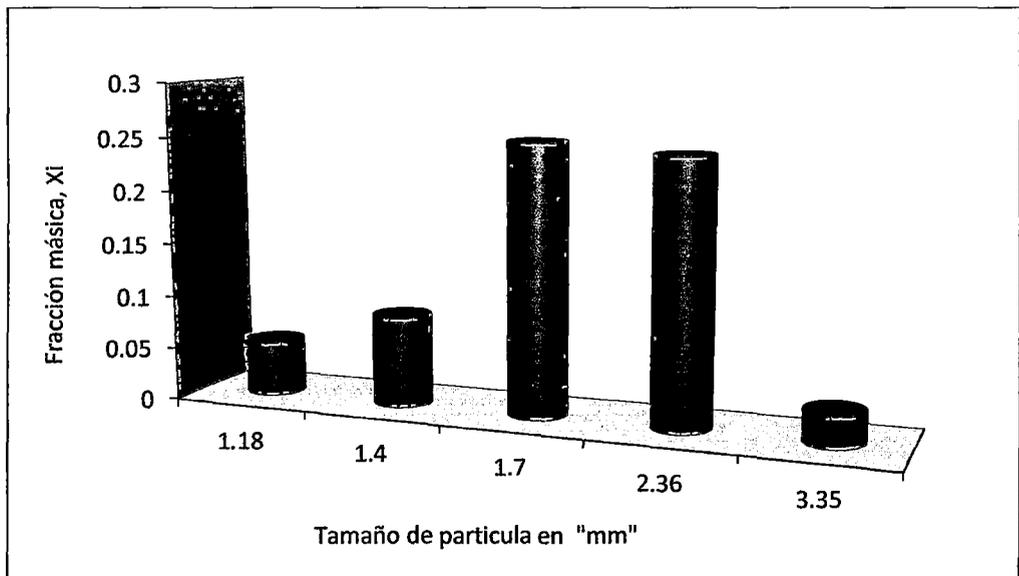


Figura 3.8 Distribución de tamaño de partículas de semilla de molle con grado de molienda M2.
Fuente: Elaboración propia

Linealizando la ecuación 3.4 se tiene:

$$\log \%Ac(-) = s \cdot \log x + \log \left(\frac{100}{x_0^s} \right)$$

Expresando en su forma canónica, se tiene:

$$Y = m \cdot X + a$$

Donde:

$$Y = \log \%Ac(-)$$

$$m = s$$

$$x = \log(x)$$

$$a = \log(100/x_0^s)$$

Haciendo un ajuste por mínimos cuadrados se tiene la ecuación del tipo lineal:

$$Y = 1.0585 \cdot X + 1.4418$$

De la ecuación anterior se obtiene:

$$s = 1.0585$$

$$a = 1.4418$$

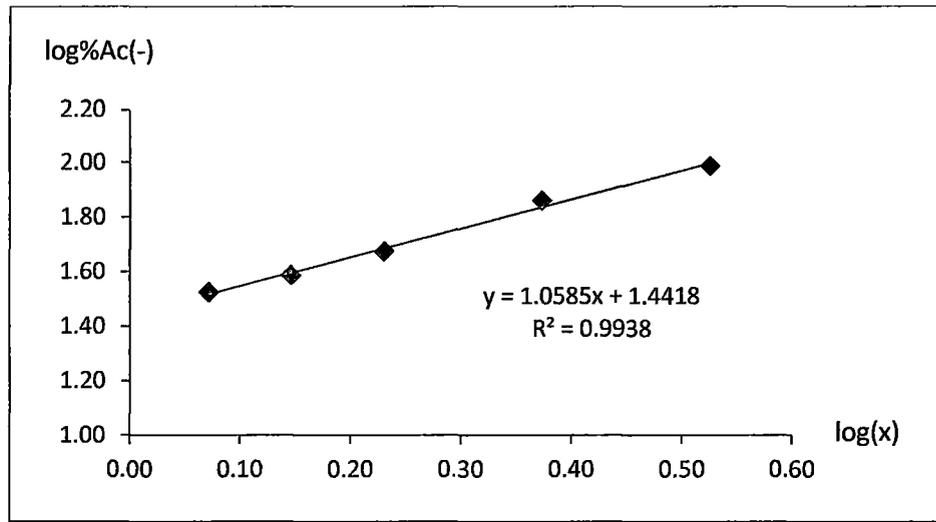


Figura 3.9 Linealización de la ecuación de Gates-Gaudin-Schuhman para analizar la distribución cuantitativa de las partículas de semilla de molle con grado de molienda M2.
Fuente: Elaboración propia

De la siguiente expresión, aplicando el antilogaritmo se despeja x_0

$$a = \log\left(\frac{100}{x_0^s}\right)$$

$$1.4418 = \log\left(\frac{100}{x_0^s}\right)$$

$x_0 = 3.3678$ mm, que es el tamaño máximo de la distribución

Para determinar el tamaño medio de las partículas de la distribución se emplea la relación:

$$\text{tamaño medio} = x_o * \left(\frac{s}{s + 1} \right)$$

$$\text{tamaño medio} = 3.3678 * \left(\frac{1.0585}{1.0585 + 1} \right)$$

$$\text{tamaño medio} = 1.73 \text{ mm}$$

Finalmente se tiene la función de distribución cuantitativa Gates-Gaudin-Schuhman para el grado de molienda M2, que describe la distribución acumulativa corregida de las partículas pasantes en función de la abertura de cada malla.

$$\%Ac(-) = 100 \left(\frac{x}{3.3678} \right)^{1.0585}$$

3.3.3.4 Determinación de porosidad de la muestra molida

Un lecho poroso como el que se va a trabajar está formado por un conjunto de semillas de molle partidas que dejan huecos y conductos entre sí, por donde circulará el vapor de agua al ser inyectado. La porosidad del lecho (ϵ) se define como la relación existente entre el volumen de huecos en el lecho y el volumen total del lecho. La magnitud de la porosidad está definida entre cero y uno.

$$\epsilon = \frac{\text{volumen de huecos en el lecho}}{\text{volumen total del lecho (huecos+sólidos)}} \dots\dots\dots (3.11)$$

Existe muchos métodos para calcular la fracción de huecos, en este caso será suficiente calcular por el método de densidad. Este método depende de la determinación de la densidad real y la densidad aparente de la semilla de molle al conformar el lecho, tenemos lo siguiente:

$$m = \rho_r V_r = \rho_{ap} V_{ap} \quad \dots\dots\dots (3.12)$$

Donde m es la masa de la muestra, ρ_r es la densidad real de la semilla y ρ_{ap} es la densidad aparente de la semilla al conformar el lecho.

Por la definición de la porosidad:

$$\varepsilon = 1 - \frac{V_r}{V_{ap}} = 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_r} \quad \dots\dots\dots (3.13)$$

La densidad real de la semilla de molle se ha determinado con volumómetro, para ello se llena este matraz con agua destilada hasta el aforo y se añade una cantidad determinada de semilla molida. Del incremento de volumen leído en la escala se deduce la densidad real de semilla de molle empleada.

La densidad aparente se determinó llenando una probeta hasta la marca (100 mL) con semilla de molle triturada, determinando su peso. Pueden obtenerse valores distintos en función de grado de compactación en la probeta de semilla triturada de molle, por ello se ha compactado ligeramente la muestra dando vibraciones verticales para reproducir lo más cercano a la condición real de compactación del lecho de las pruebas experimentales a escala piloto.

Tabla 3.6 Determinación de densidad Aparente para Molienda "M1" y "M2"

Molienda "M1"			Molienda "M2"		
m (g)	V (mL)	ρ aparente (g/mL)	m (g)	V (mL)	ρ aparente (g/mL)
50.4273	100	0.5043	59.4295	100	0.5943
51.7173	100	0.5172	59.2103	100	0.5921
51.1017	100	0.5110	60.8402	100	0.6084
50.9348	100	0.5093	60.1146	100	0.6011
51.5244	100	0.5152	60.7601	100	0.6076
Promedio		0.5114	Promedio		0.6007

Fuente: Elaboración propia

Tabla 3.7 Determinación de densidad verdadera de semillas de molle.

m (g)	ΔV (mL)	ρ verdadera (g/mL)
4.8768	4.0	1.218
4.9457	4.1	1.197
5.0540	4.2	1.203
4.9628	4.1	1.211
5.0626	4.2	1.199
promedio		1.206

Fuente: Elaboración propia

Tabla 3.8 Determinación de porosidad de carga del lecho con semillas molle molidas

Molienda "M1"			Molienda "M2"		
ρ apar. (g/mL)	ρ verd. (g/mL)	ϵ (porosidad)	ρ apar. (g/mL)	ρ verd. (g/mL)	ϵ (porosidad)
0.5043	1.2056	0.5817	0.5943	1.2056	0.5071
0.5172	1.2056	0.5710	0.5921	1.2056	0.5089
0.5110	1.2056	0.5761	0.6084	1.2056	0.4954
0.5093	1.2056	0.5775	0.6011	1.2056	0.5014
0.5152	1.2056	0.5726	0.6076	1.2056	0.4960
Promedio		0.5758	Promedio		0.5017

Fuente: Elaboración propia

3.4 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO MODULAR DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

El equipo de extracción de aceite esencial por arrastre con vapor de agua que se va emplear para evaluar los variables de operación de extracción de aceite esencial de molle, cuenta con toda instrumentación de control que permite el fácil acondicionamiento del equipo a las necesidades del diseño experimental que se requiere evaluar.

3.4.1 GENERADOR DE VAPOR DE AGUA

El generador de vapor que se empleó cuenta con suavizador o ablandador de agua en la entrada cuya finalidad es ablandar el agua que ingresa al generador de vapor a través de una bomba de activación automática. El generador de vapor opera a una presión

máxima de 5 bar; la peculiaridad de este generador es que ante el decaimiento de la presión hay que estar atento para activar la resistencia eléctrica girando la perilla “RESET” del tablero de control con la finalidad de mantener la presión de operación en 4 bar, es decir opera en forma intermitente.

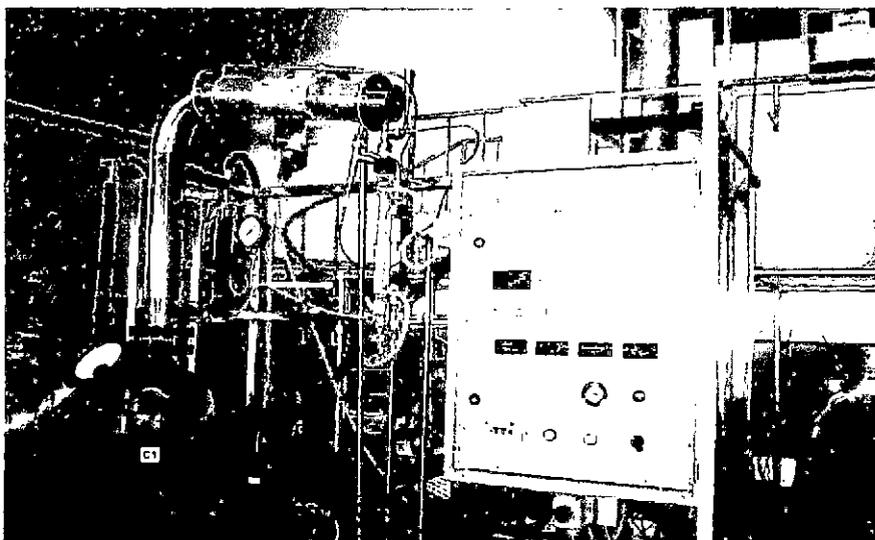


Figura 3.10 Módulo de extracción de aceites esenciales de laboratorio de Transferencia de masa de la Facultad de Ingeniería Química de la UNSCH empleado en la corrida experimental a escala planta piloto.

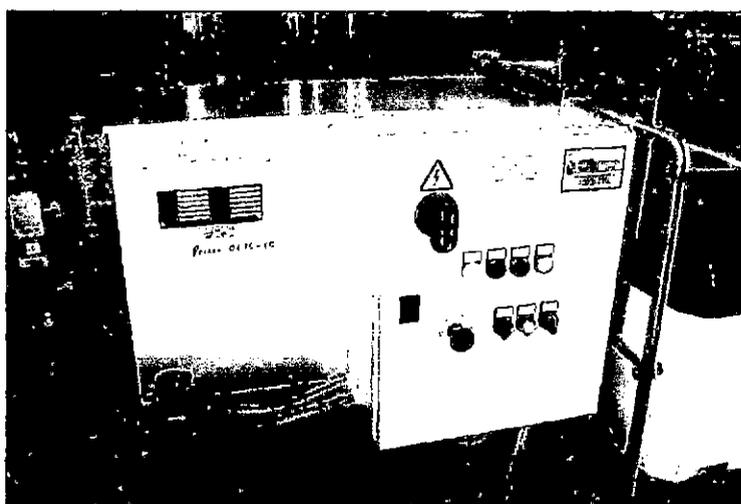


Figura 3.11 Generador de vapor del equipo de extracción de aceites esenciales.

3.4.2 RECIPIENTE DESTILADOR

El recipiente destilador tiene una capacidad útil de 40.84 litros y está fabricada de vidrio borosilicato, en la parte inferior está provista de resistencia de calentamiento de 15 kW y difusor del flujo de vapor de agua. Por encima de difusor de vapor posee un disco de acero perforado cuya finalidad es mantener suspendido la materia prima empleada por encima de punto de inyección del vapor. Dentro de la columna del destilador posee un sensor de temperatura con código "TI1" cuya finalidad es determinar la temperatura interna del lecho.

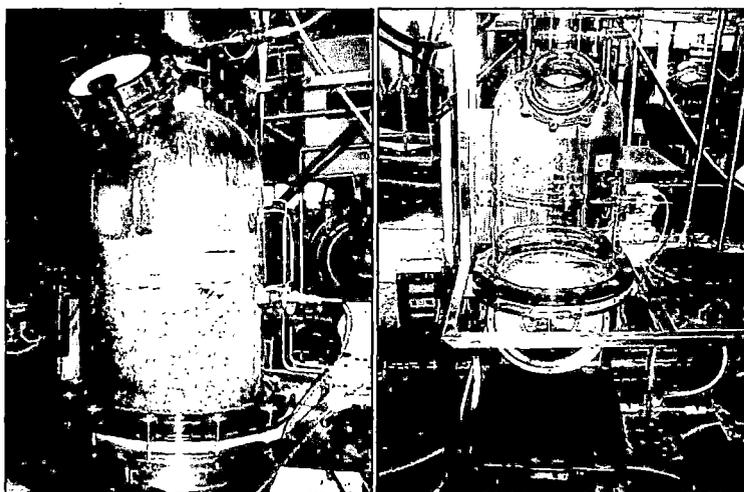


Figura 3.12 Recipiente destilador del equipo de extracción de aceites esenciales.

3.4.3 CONDENSADOR

El condensador original de fábrica es de tipo serpentín y carcasa de acero inoxidable. Al evaluar el condensador se determinó su ineficiencia, dando una temperatura de salida de agua floral-aceite esencial por encima de 40 °C. Por la necesidad de obtener el producto por debajo de 25 °C se reemplazó el condensador original por uno de tubos y carcasa construido en el taller electromecánico "HOLGER HANSEN" de la Facultad de Ingeniería Química que demostró mayor eficiencia por tener mayor área de transferencia de calor. En todas las corridas experimentales con este condensador se

obtuvo aproximadamente 22 °C de temperatura promedio de salida de condensados (agua floral-aceite esencial).

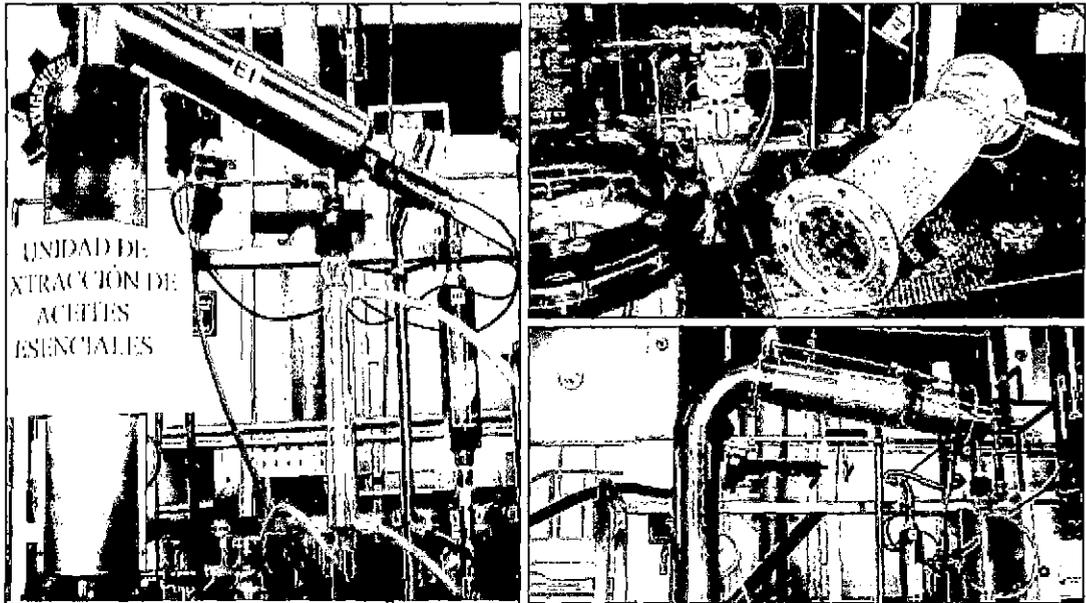


Figura 3.13 A la izquierda, condensador original del equipo de extracción de aceites esenciales de fábrica. A la derecha arriba, condensador de tubos y carcasa construido en taller electromecánico "HOLGER HANSEN". A la derecha abajo, ensamblado de condensador de tubos y coraza en el equipo modular de extracción de aceite esencial.

3.4.4 FLORENTINO SEPARADOR DE FASES

Esta hecho de vidrio borosilicato de dos tubos concéntricos, por la región anular entre el tubo externo e interno fluye agua de refrigeración y por el tubo interior fluye la mezcla líquida agua-aceite esencial de molle que sale del condensador. Tiene una capacidad de 25 mL, el tamaño del diseño estaría adecuado para matrices herbáceos con poco contenido de aceite esencial pero en este caso se trabaja con contenido alto 7.6 %; como se sobreentenderá para la magnitud de flujo inicial de 1.9 mL/s de mezcla líquida de agua floral-aceite esencial que sale del condensador, la capacidad del separador de fases es insuficiente para separar adecuadamente la magnitud de flujo de mezcla vapor condensado agua-aceite esencial de molle.

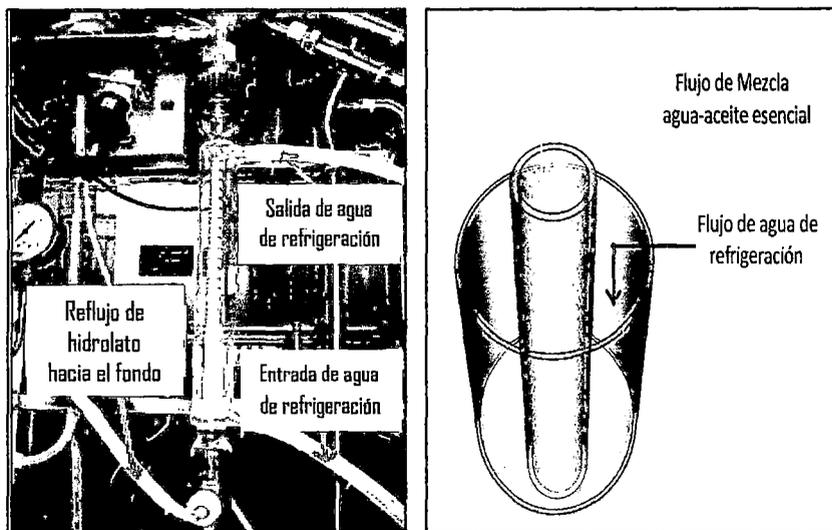


Figura 3.14 Florentador de 25 mL de capacidad. Posee una capa de enfriamiento externo por donde circula agua para enfriamiento de mezcla líquida condensada de agua-aceite.

3.4.5 SUMINISTRO DE SERVICIOS

Los suministros de servicio para el funcionamiento del equipo modular de extracción de aceites esenciales son energía eléctrica, aire comprimido para el funcionamiento de válvula neumática para regular el flujo de vapor de agua a la caldera, agua de alimentación a la caldera, agua de refrigeración del condensador de tubos-carcaza y el florentador.

3.4.6 SISTEMA DE CONTROL DE PROCESO

El equipo modular de extracción de aceite esencial cuenta con un tablero eléctrico de control, que consta de:

- 4 indicadores digitales de temperatura
- Válvula de control de flujo de vapor, % de apertura.
- Pulsadores de marcha y parada
- Interruptor automático diferencial

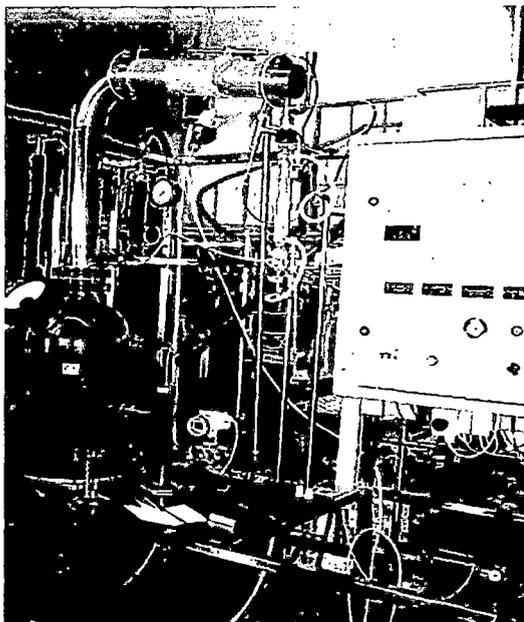


Figura 3.15 Equipo piloto de extracción de aceites esenciales con instrumentación de control de operación.

3.5 OPERACIÓN DEL EQUIPO DE EXTRACCION

3.5.1 PUESTA EN MARCHA Y PARADA DE GENERADOR DE VAPOR

Instalación

- Conectar el suavizador entre del agua de la red y el tubo de descarga usando el tubo de goma y las abrazaderas metálicas suministradas con el equipo. Ver anexo A.3 para mayor detalle.
- Conectar la válvula V8 del generador de vapor a un tubo de descarga.
- Abrir la válvulas V4, V5, V6 y V7.
- Cerrar las válvulas V1, V2, V3 y V8.
- Conectar el suavizador a la alimentación eléctrica monofásica + T.
- Conectar el generador de vapor a la alimentación eléctrica trifásica + N + T; P = 16 kW.

- Desaguar el generador abriendo las válvulas V8 y V9 hasta que el nivel del agua llegue a mitad de la mirilla del medidor de nivel LG1.
- Cerrar las válvulas V8 y V9.

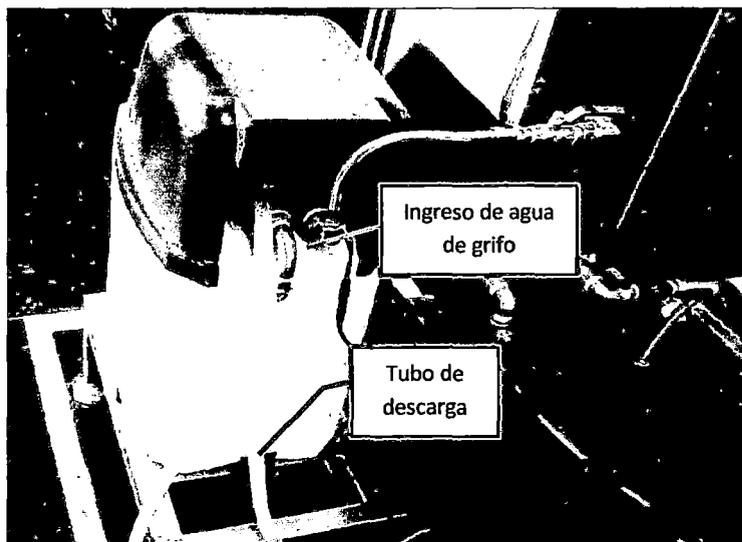


Figura 3.16 Suavizador de agua que se suministra al generador de vapor.

Puesta en marcha

- Apretar el pulsador "RESET".
- Girar el selector de la bomba G1 a la posición "AUT".
- Encender los calentadores.
- Esperar que la presión del manómetro aumente hasta 1 bar.
- Sacar el aire del generador abriendo parcialmente la válvula V9.
- Repetir esta operación hasta que el vapor salga a través de la válvula V9.
- Cerrar la válvula V9.
- Cuando la presión en el manómetro PI1 alcanza los 4 bar, abrir la válvula V1.

Parada

- Cerrar la válvula V1.
- Apagar la bomba G1 (posición “0”).
- Apagar los calentadores.
- Para paradas de emergencia, apretar el pulsador de emergencia rojo.

3.5.2 PUESTA EN MARCHA DE UNIDAD DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Puesta en marcha

- Conectar el grupo reductor de presión incorporados en la planta piloto a la red del aire comprimido utilizando la manguera para aire comprimido suministrada y regular la presión con el reductor a 1.5 bares, como se indica en la etiqueta.
- Situar el interruptor de la resistencia J1 en la posición “Ø”.
- Activar el interruptor automático diferencial.
- Apretar el pulsador START.
- Cerrar las válvulas V1, V2, V3, V6, FV1. La válvula FV1 puede ser abierta y cerrada utilizando el regulador neumático ubicado en el cuadro de control: girando el reductor en sentido horario la válvula se abre proporcionalmente; la válvula está completamente abierta cuando el manómetro ubicado en el cuadro de control indica 1 bar.
- Abrir las válvulas V4 parcialmente.
- Regular el caudal del agua a través del caudalímetro FI1 a alrededor de 200 L/h utilizando la válvula V7.
- Introducir el producto que hay que tratar en la columna del destilador “C1”.
- Abrir la válvula V1.
- Abrir la válvula FV1 de modo que el porcentaje de apertura de flujo de vapor FI2 sea alrededor de 50%.

- La válvula V5 debe ser regulada (parcialmente cerrada) de forma tal que en el fondo del separador E2 queden siempre aproximadamente 3 cm de H₂O, para que el aceite no regrese a la caldera a través de válvula V5.
- Situar el selector de la resistencia J1 en la posición 1: la resistencia se encenderá solamente cuando estará completamente sumergido en el agua producida por la condensación del vapor.
- A este punto es posible proceder utilizando el agua contenida en el fondo del extractor a ciclo cerrado. Cerrar la válvula FV1 y dejando encendida la resistencia J1. El agua y el aceite se separarán en el intercambiador/separador E2; el agua del fondo del separador se desbordará a través de la válvula V5, nuevamente a la caldera.
- Cuando el separador E2 esté lleno de aceite, abrir la válvula V6, descargar el hidrolato en uno de los Beaker de 5 litros y el aceite esencial en el otro.

Parada

- Situar el interruptor de la resistencia J1 en la posición “Ø”.
- Cerrar las válvulas V1, V4, V7 y FV1.
- Desactivar el interruptor automático diferencial.

3.6 EVALUACIÓN PRELIMINAR DEL EQUIPO MODULAR

3.6.1 EVALUACIÓN DE FLUJO NETO DE VAPOR DE AGUA GENERADO

Para evaluar la eficiencia del generador de vapor se desmonta el equipo modular de extracción de aceites esenciales, quedando sólo generador de vapor y condensador. Se apertura la válvula de control de flujo de vapor a 100% de apertura, se recoge el vapor condensado en una probeta graduada en un intervalo de tiempo y finalmente se toma lectura de volumen recogido y temperatura del condensado.

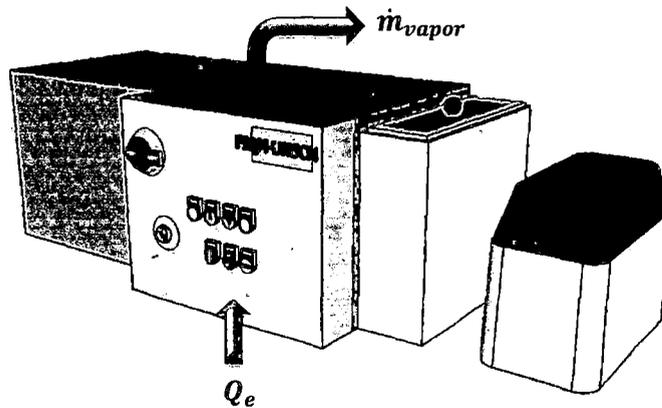


Figura 3.17 Generador de vapor del equipo de extracción de aceites esenciales.

Primero se determina el flujo de vapor teórico según las especificaciones técnicas del generador de vapor después se relacionan con el flujo de vapor experimental obtenido directamente, tal como se ha descrito en el párrafo anterior. La siguiente fórmula es para determinar el flujo teórico de vapor generado.

$$Q_e = \dot{m}_v * \lambda_{H_2O} \dots\dots\dots (3.14)$$

Donde:

Q_e = Potencia eléctrica suministrada

\dot{m}_v = flujo másico de vapor suministrado

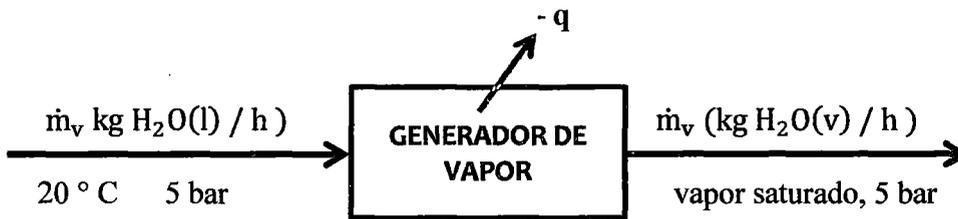
λ_{H_2O} = calor de vaporización de agua

Datos del equipo:

Potencia eléctrica de suministro: 15 kW

Temperatura Máxima: 158 °C

Presión PS : 5 bar



Balance de energía

$$\dot{Q} - \dot{W}_s = \Delta \dot{E}_k + \Delta \dot{E}_p + \Delta \dot{H}$$

$$\dot{W}_s = 0 \text{ (No hay partes móviles)}$$

$$\Delta \dot{E}_k = 0 \text{ (Energía cinética despreciable)}$$

$$\Delta \dot{E}_p = 0 \text{ (Energía potencial despreciable)}$$

Se tiene la relación

$$\dot{Q} = \dot{m}_v * \Delta \hat{H} \quad \dots\dots\dots (3.15)$$

– Potencia neta para la evaporación

Para el cálculo de potencia neta para la evaporación se asume que la resistencia eléctrica de 15 kW especificada en el equipo tiene una eficiencia de 90 %, despejando la relación de eficiencia de la resistencia eléctrica se tiene:

$$n = \frac{P_{evap}}{P_{teor}} \quad \dots\dots\dots (3.16)$$

$$P_{evap} = n * P_{teor}$$

$$P_{evap} = 0.90 * 15 \text{ kW}$$

$$P_{evap} = 13.5 \text{ kW}$$

Donde

P_{evap} : Potencia neta para la evaporación

P_{teor} : Potencia teórica

n : Eficiencia de la resistencia eléctrica

– **Flujo de vapor teórico**

A partir de los cálculos anteriores se puede obtener el flujo teórico de vapor de agua generado en el equipo, para lo cual se emplea los siguientes datos:

$$\dot{Q} = 13.5 \text{ kW} = 13.5 \text{ kJ/s}$$

$$\hat{H}_1 = 83.9 \text{ kJ/kg} \quad (\text{Agua líquido saturado a } 20^\circ\text{C, suponiendo la entalpía independiente de la temperatura})$$

$$\hat{H}_2 = 2747.5 \text{ kJ/kg} \quad (\text{Vapor de agua saturado a 5 bar})$$

$$\hat{V} = 0.375 \text{ m}^3/\text{kg} \quad (\text{Volumen específico de agua, vapor saturado a 5 bar})$$

$$\dot{m}_{v,t} = \dot{Q}/\Delta\hat{H} \quad \dots\dots\dots (3.17)$$

$$\dot{m}_{v,t} = \frac{\left(13.5 \frac{\text{kJ}}{\text{s}} * \frac{3600 \text{ s}}{1 \text{ h}}\right)}{(2747.5 - 83.9)\text{kJ/kg}} = 18.25 \text{ kg/h}$$

– **Pérdida de energía térmica**

$$\% \text{ pérdida E. T} = \left(\frac{\dot{m}_{v,t} - \dot{m}_{v,exp}}{\dot{m}_{v,t}}\right) * 100 \quad \dots\dots\dots (3.18)$$

Donde:

$\dot{m}_{v,t}$, Flujo másico de vapor de agua generado teóricamente.

$\dot{m}_{v,exp}$, Flujo másico de vapor de agua determinado experimentalmente.

– **Eficiencia térmica**

$$\% \text{ eficiencia E. T} = (1 - \% \text{pérdida E. T}) * 100 \quad \dots\dots\dots (3.19)$$

Tabla 3.9 Evaluación de flujo neto de vapor generado.

Prueba Nº	$\dot{m}_{\text{vap}}(\text{kg/h})_{\text{teórico}}$	$\dot{m}_{\text{vap}}(\text{kg/h})_{\text{exper.}}$	% Pérdida	% Eficiencia
1	18.25	7.54	58.68	41.32
2	18.25	7.65	58.08	41.92
3	18.25	7.49	58.96	41.04
			Promedio	41.43

Fuente: Elaboración propia

Del cuadro anterior se puede notar que la eficiencia térmica del generador de vapor es baja (41 %) a pesar que la especificación técnica del equipo detalla que tiene una resistencia térmica de 15 kW, el cual puede generar teóricamente 18.25 kg/h de vapor de agua. Esta aparente baja eficiencia del generador de vapor se debe a que por cuestiones de seguridad el equipo trabaja en forma intermitente, apagando automáticamente la resistencia eléctrica cada vez que la presión de vapor supera los 4 bar, hasta que la presión baje a 3.5 bar; es en este punto que hay que girar a la derecha la perilla "Reset" para activar la resistencia eléctrica para continuar con la generación de vapor de agua.

3.6.2 CONVERSIÓN DE LECTURA DE FLUJO DE VAPOR DE AGUA EN FLUJO MÁSSICO

En el sistema de control del equipo modular de extracción de aceites esenciales el display de la válvula neumática que controla el flujo de vapor de agua inyectado al lecho está en términos de porcentaje de apertura de válvula (0% - 100%). Siendo el flujo de vapor agua inyectado al lecho uno de los variables que se evaluará y como uno de los propósitos de la tesis es brindar información técnica para la extracción de aceite esencial de molle, es necesario, convertir el porcentaje de apertura de válvula a lecturas de flujo en términos de "kg/h" o "g/min" a fin de que los interesados puedan comparar el valor óptimo obtenido en otros equipos de extracción de aceite esencial por arrastre con vapor de agua.

Para la cuantificación de flujo másico de vapor de agua ha sido necesario desmontar el equipo modular de extracción de aceites esenciales y quedándonos sólo con el generador de vapor y el condensador. Primero se apertura la válvula neumática a escala de 24%, se espera unos minutos a fin de que el condensador y el vapor entren en equilibrio térmico y dé un flujo constante de vapor condensado. El vapor condensado se recibe en una probeta graduada controlando el tiempo de flujo por medio de un cronómetro. Por último se da lectura del volumen y temperatura de condensado. No se realizan mediciones de flujo de vapor menor a 24 % de apertura de válvula por considerar flujos débiles sin importancia para nuestro propósito de investigación de extracción de aceite esencial de mólle.

Se repite el procedimiento anterior a escalas de 35%, 45%, 55%, 65%, 75%, 85% y 95% de apertura de flujo de vapor de agua del sistema de control.

Tabla 3.10 Datos de cuantificación de flujo de vapor de agua.

% apertura de válvula	Q (mL/min) condensado	T (°C)	ρ (kg/m ³) condensado	\dot{m} (kg/h)	\dot{m} (g/min)
24	25.7	22.3	997.702	1.54	25.6
35	39.6	25.0	997.045	2.37	39.5
45	52.7	29.1	995.915	3.15	52.5
55	65.0	31.9	995.058	3.88	64.7
65	80.4	35.5	993.859	4.79	79.9
75	92.6	37.5	993.148	5.52	92.0
85	103.3	39.2	992.519	6.15	102.6
95	117.3	40.0	992.215	6.98	116.4

Fuente: Elaboración propia

Haciendo un ajuste de los datos obtenidos por mínimos cuadrados en programa Excel, se obtiene la gráfica que establece la correlación entre la escala porcentual de apertura de válvula neumática y el flujo másico de vapor de agua inyectado al lecho.

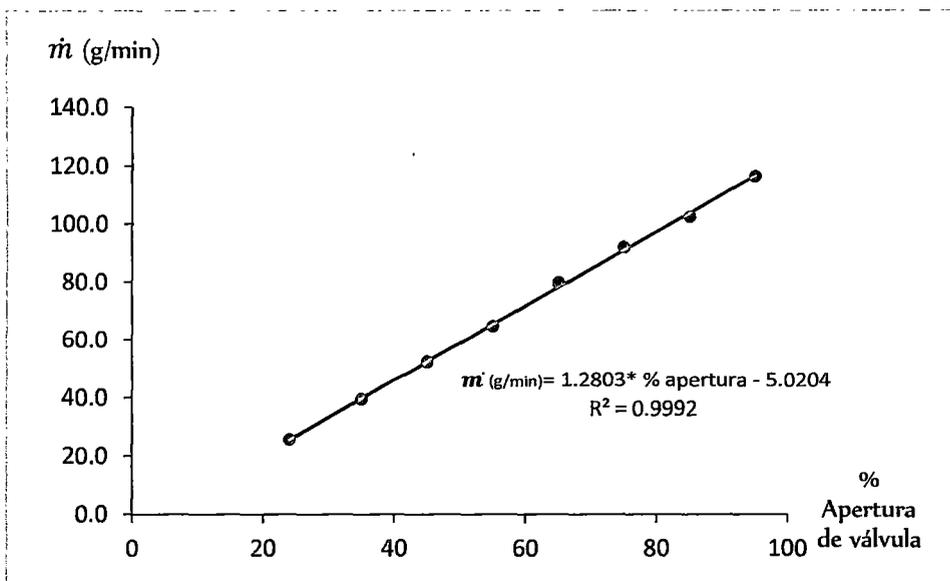


Figura 3.18 Línea de calibración de lectura de flujo de vapor de agua en "g/min".
Fuente: Elaboración propia

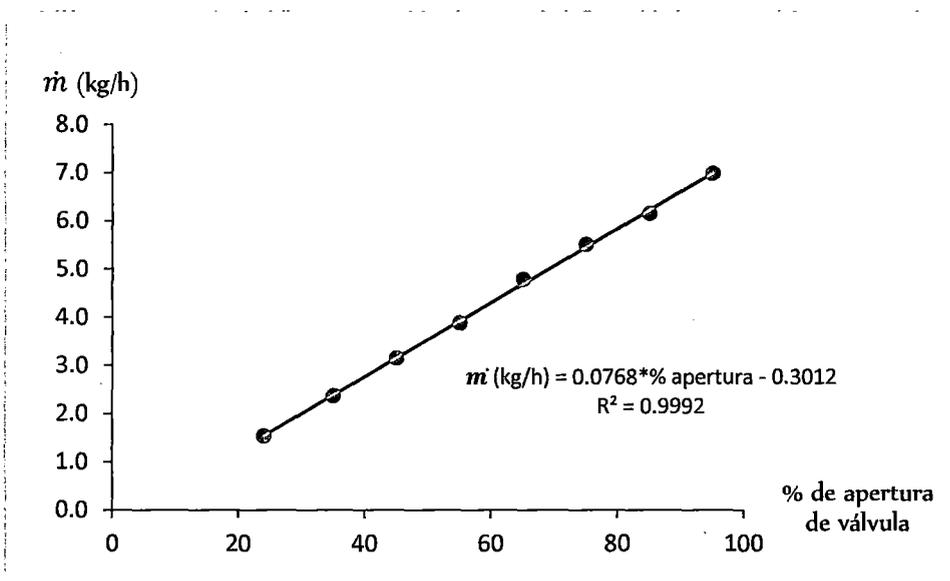


Figura 3.19 Línea de calibración de lectura de flujo de vapor de agua en kg/h.
Fuente: Elaboración propia

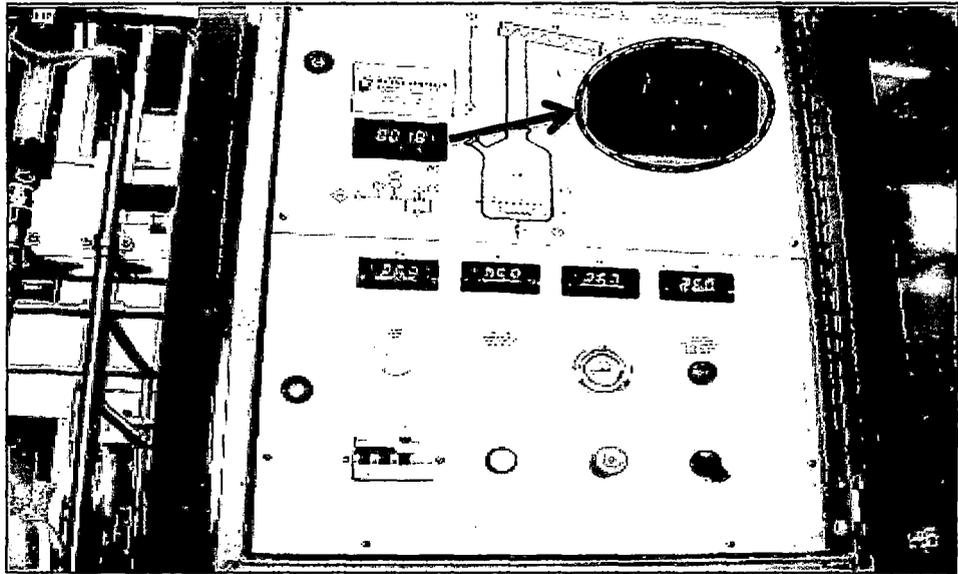


Figura 3.20 Display de control de flujo de vapor en términos de % de apertura de válvula del equipo de extracción de aceites esenciales.

De acuerdo a las figuras 2.18 y 2.19 se puede apreciar que la relación entre la escala “ % apertura de válvula” y flujo másico de vapor de agua inyectado es del tipo lineal, con una regresión muy satisfactoria, cercana a la unidad (0.9992), a partir de cual se puede expresar el flujo másico de vapor (kg/h o g/min) en función a la lectura de % de apertura de válvula neumática del sistema de control.

$$\dot{m} = 1.2803 * (\% \text{ apert. valv}) - 5.0204 \quad \left[\frac{\text{g vapor}}{\text{min}} \right] \quad \dots\dots\dots (3.20)$$

$$\dot{m} = 0.0768 * (\% \text{ apert. valv}) - 0.3012 \quad \left[\frac{\text{kg vapor}}{\text{min}} \right] \quad \dots\dots\dots (3.21)$$

Ecuaciones válidas para flujos de rango 24 % - 100 % de apertura de válvula neumática del equipo modular de extracción de aceites esencial del laboratorio de Transferencia de Masa de la Facultad de Ingeniería Química.

3.6.3 EVALUACIÓN DE PÉRDIDAS DE FLUJO Y ENERGÍA TÉRMICA DEL VAPOR DE AGUA EN COLUMNA DEL EXTRACTOR SIN AISLAMIENTO.

Para la evaluación de pérdida de flujo de vapor en el sistema por falta de aislamiento del lecho del destilador, se hace circular vapor a un determinado flujo a través del lecho sin carga, recibiendo por el florentador el condensado en una probeta volumétrica en un periodo de tiempo y tomando la lectura de temperatura del condensado. Con estos datos obtenidos se determina el flujo en kg/h de vapor de agua que llega al tope del destilador y el flujo de agua condensada que retorna al fondo del destilador por pérdida térmica.

Los resultados presentados son el promedio de cuatro lecturas tomadas para cada condición de flujo de vapor al que se evaluará al equipo extractor.

Tabla 3.11 Evaluación de porcentaje de pérdida de flujo de vapor inyectado en sistema sin aislamiento.

% apertura de válvula	\dot{m}_{vap} (kg/h) inyectado	\dot{m}_{vap} (kg/h) Tope (vapor)	\dot{m}_{vap} (kg/h) Fondo (líquido)	% pérdida de flujo	Pérdida de energía térmica, KJ/s
40	2.771	0.548	2.223	80.2	-1.470
50	3.539	1.220	2.319	65.5	-1.547
70	5.075	2.794	2.281	44.9	-1.556
90	6.611	4.335	2.276	34.4	-1.586

Fuente: Elaboración propia

Donde:

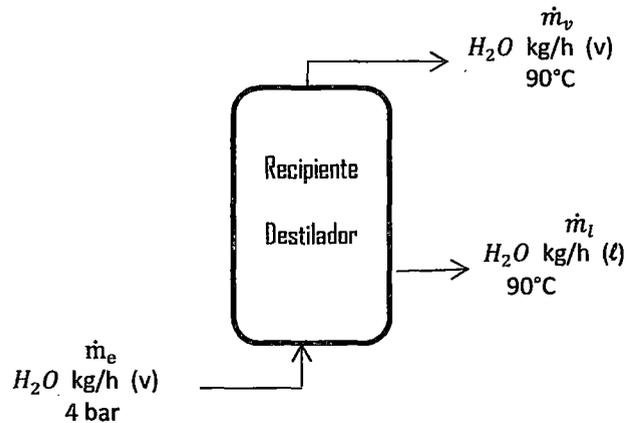
\dot{m}_{vap} (g/min)_{inyectado}, flujo másico de vapor inyectado desde el generador de vapor.

\dot{m}_{vap} (g/min)_{fondo}, flujo de agua condensado que retorna hacia el fondo del destilador.

\dot{m}_{vap} (g/min)_{tope}, flujo de vapor que llega al condensador después de sufrir pérdida por la condensación parcial del flujo de vapor a causa de transferencia de su energía térmica del vapor a través del pared del recipiente destilador y su entorno.



Cálculo de pérdida de energía térmica



$$\dot{Q} - \dot{W}_s = \Delta \dot{E}_k + \Delta \dot{E}_p + \Delta \dot{H} \quad \dots\dots\dots (3.22)$$

$$\dot{W}_s = 0 \quad (\text{No hay partes móviles})$$

$$\Delta \dot{E}_k = 0 \quad (\text{Energía cinética despreciable})$$

$$\Delta \dot{E}_p = 0 \quad (\text{Energía potencial despreciable})$$

Se tiene la relación:

$$\dot{Q} = \dot{m} * \Delta \hat{H}$$

$$\dot{Q} = \dot{m}_l \hat{H}_l + \dot{m}_v \hat{H}_v - \dot{m}_e \hat{H}_e \quad \dots\dots\dots (3.23)$$

Datos:

$$\hat{H}_e = 2737.6 \text{ kJ/kg} \quad (\text{vapor de agua saturado a 4 bar.})$$

$$\hat{H}_l = 377.0 \text{ kJ/kg} \quad (\text{Agua líquido saturado a } 90 \text{ } ^\circ\text{C})$$

$$\hat{H}_v = 2659 \text{ kJ/kg} \quad (\text{Vapor de agua saturado a } 90 \text{ } ^\circ\text{C})$$

Reemplazando los flujos másicos respectivos de la tabla 3.11 se calcula la pérdida de energía térmica del vapor de agua inyectado al lecho. Los cálculos son similares para los demás datos de la tabla.

$$\dot{Q} = 2.276 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 377 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} + 4.335 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 2659 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} - 6.611 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 2737.6 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$$

$$\dot{Q} = -5711.45 \frac{\text{kJ}}{\text{h}} = -1.586 \frac{\text{kJ}}{\text{s}}$$

El signo negativo indica la pérdida de energía térmica del vapor inyectado ocasionando que una parte del flujo de vapor inyectado se condense y retorne hacia el fondo del destilador.

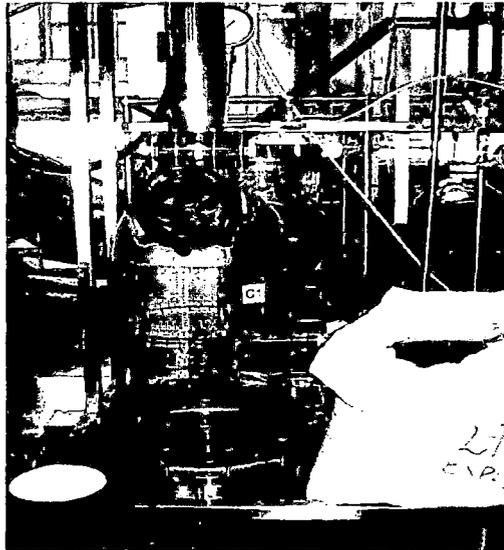


Figura 3.21 Columna de extractor de aceite esencial sin aislamiento por donde se hizo circular el flujo de vapor de agua para evaluar pérdida de energía térmica.

3.6.4 EVALUACIÓN DE PÉRDIDAS DE FLUJO Y ENERGÍA TÉRMICA DE VAPOR DE AGUA EN COLUMNA DE EXTRACTOR CON AISLAMIENTO

Es el mismo procedimiento que en punto 3.6.3 con la única diferencia que todo el lecho (recipiente destilador) está aislado. Al cumplirse el tiempo establecido de circulación de vapor de agua por la columna aislada del extractor, se hace la parada del equipo cerrando la válvula de entrada de vapor de agua hacia el lecho, se abre la válvula del

fondo del lecho para extraer agua condensada y determinar la temperatura y volumen del condensado. Este último representará las pérdidas de flujo de vapor de agua a causa de la condensación por el intercambio de calor de las paredes del lecho con el entorno. En la siguiente tabla se resume los datos.

Tabla 3.12 Evaluación de porcentaje de pérdida de flujo de vapor inyectado en sistema con aislamiento.

% apertura de válvula	$\dot{m}_{vap}(kg/h)$ inyectado	$\dot{m}_{vap}(kg/h)$ tope.	$\dot{m}_{vap}(kg/h)$ fondo	% pérdida de flujo	Pérdida de energía térmica, kJ/s
40	2.771	1.095	1.676	60.5	-0.588
50	3.539	1.833	1.706	48.2	-0.634
70	5.075	3.360	1.715	33.8	-0.652
90	6.611	4.879	1.732	26.2	-0.678

Fuente: Elaboración propia

Donde:

$\dot{m}_{vap}(kg/h)_{inyectado}$, flujo másico de vapor inyectado desde el generador de vapor.

$\dot{m}_{vap}(kg/h)_{fondo}$, flujo de vapor de agua condensado en fondo del destilador.

$\dot{m}_{vap}(kg/h)_{tope}$, flujo de vapor que llega al condensador después de sufrir pérdidas



Figura 3.22 Columna de extractor de aceite esencial con aislamiento

3.6.5 DETERMINACIÓN DE VOLUMEN ÚTIL DEL DESTILADOR DE EXTRACTOR PILOTO DE ACEITES ESENCIALES

Para este fin se determinan las dimensiones del recipiente del destilador, tal como se muestra en la tabla adjunta.

Tabla 3.13 Volumen útil del destilador

$P_{ext}(m)$	Espesor de pared (m)	$D_{ext}(m)$	$D_{int}(m)$	H(m)	$V_{\text{útil}}(L)$
1.0	0.004	0.3183	0.3103	0.54	40.836

Donde:

$P_{ext}(m)$, perímetro externo del recipiente del destilador

$D_{ext}(m)$, diámetro externo del recipiente del destilador

$D_{int}(m)$, diámetro interno del recipiente del destilador

H (m), altura del recipiente del destilador

$V_{\text{útil}}(L)$, volumen útil del destilador

La carga máxima a procesar por tipo de molienda se puede calcular empleando la siguiente relación:

$$m_{\text{molle}} = V_{\text{aparente molle}} * \rho_{\text{aparente molle}} \dots\dots\dots (3.24)$$

Tabla 3.14 Capacidad de carga máxima por tipo de molienda

$\rho_{ap}(kg/L)$	Molienda "M1"		Molienda "M2"		
	Volumen útil (m)	$m_{\text{semilla}}(kg)$	$\rho_{ap}(kg/L)$	Volumen útil (m)	$m_{\text{semilla}}(kg)$
0.5114	40.836	20.884	0.6007	40.836	24.530

3.7 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN

La materia prima es molida en dos tipos de tamaño de partícula (M1 y M2) posteriormente pesada para conocer exactamente la cantidad de materia prima empleada. Se coloca dentro del recipiente destilador distribuyendo uniformemente, se inyecta vapor de agua a 4 bar de presión y a un flujo de vapor determinado. El vapor de agua tarda un intervalo tiempo en atravesar desde el fondo hasta la superficie del lecho, esto se debe a que en ese tiempo el vapor de agua inyectado entra en equilibrio térmico con las semillas y las paredes del recipiente destilador, cediendo parte de su calor latente y condensándose. En este intervalo de tiempo existe mayor reflujo de vapor de agua condensado hacia el fondo del lecho. Una vez que se alcance el equilibrio térmico el flujo de vapor de agua logrará atravesar en mayor proporción todo el lecho arrastrando consigo gotas microscópicas vaporizadas de aceite esencial del molle, esta mezcla de vapor atraviesa el condensador enfriándose de 70 °C hasta 20 °C - 23 °C formando una mezcla líquida inmiscible que sale a través del florentador.

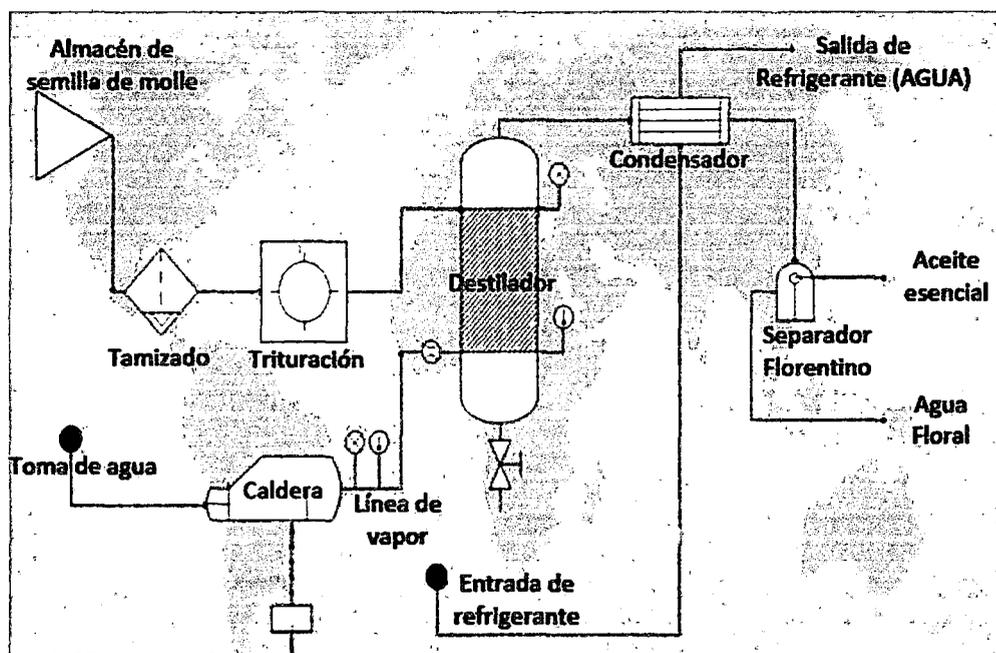


Figura 3.23 Diagrama de flujo de operación de extracción de aceite esencial de molle
Fuente: Elaboración propia

La mezcla líquida se recibe en una probeta de 250 mL para dar lectura del volumen obtenido y determinar el flujo en un intervalo de tiempo; finalmente se vierte la mezcla líquida en una pera decantadora dejando reposar y separar la fracción de aceite esencial del hidrosol o hidrolato.

3.8 DISEÑO EXPERIMENTAL DE EVALUACIÓN DE VARIABLES DE OPERACIÓN

El interés de esta tesis es estudiar el efecto sobre el rendimiento de extracción de tres factores en la destilación de aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua; Q (flujo de vapor de agua inyectado), d_p (diámetro promedio de partícula, que es consecuencia de grado de molienda) y h (altura de carga de lecho). En este punto uso el término **factor** en un sentido general para denotar cualquier característica del experimento que se puede variar y defino los **niveles** de un factor como los valores reales que se utiliza en el experimento.

Para estudiar el efecto de los tres factores se emplea el diseño factorial porque produce experimentos más eficientes, pues cada observación proporciona información sobre todos los factores y es factible ver las respuestas de un factor en diferentes niveles de otro factor en el mismo experimento. La respuesta a cualquier factor observado en diferentes condiciones indica si los factores actúan en las unidades experimentales de manera independiente. La interacción entre factores ocurre cuando su actuación no es independiente.

Más abajo se da algunas especificaciones para que cualquier lector de esta tesis tenga mejor panorama del estudio factorial de este experimento.

Objetivo de la investigación: Se desea conocer cómo influye el flujo de vapor de agua inyectado, grado de molienda de semillas de molle y la altura de carga del lecho del

destilador sobre el rendimiento en la extracción de aceite esencial de molle por arrastre de vapor de agua y si estos factores actúan independientemente sobre el rendimiento.

Diseño del tratamiento: Se usa un arreglo factorial con tres factores: caudal de vapor de agua inyectado en 4 niveles (2.77 kg/h, 3.54 kg/h, 5.07 kg/h, 6.61 kg/h); grado de molienda de semillas de molle en dos niveles “M1” y “M2” que se traduce en diámetro promedio de partícula (2.39 mm, 1.73 mm) respectivamente y altura promedio de carga de lecho en dos niveles (33 cm, 53 cm).

Diseño del experimento: El diseño del experimento consiste en una réplica para cada una de las 16 combinaciones de tratamiento factorial “4 x 2 x 2 x 2”, las 32 muestras codificadas se asignó al azar a cada una de las combinaciones en un diseño totalmente aleatorizado. En la tabla 3.15 se muestra la asignación aleatoria de cada muestra para cada combinación factorial.

Tabla 3.15: Asignación aleatorio de número de experimento para cada combinación factorial.

Altura de carga	M1 (2.39 mm)				M2 (1.73 mm)			
	Q1 (2.77)	Q2 (3.54)	Q3 (5.07)	Q4 (6.61)	Q1 (2.77)	Q2 (3.54)	Q3 (5.07)	Q4 (6.61)
h1 (0.33 m)	08	17	01	28	20	15	04	03
	25	22	26	07	05	27	30	13
h2 (0.53 m)	09	11	06	19	31	02	14	21
	24	18	23	12	10	32	29	16

Fuente: Elaboración propia

Donde:

Q = flujo de vapor de agua inyectado al lecho, kg/h

M1 = molienda gruesa con diámetro promedio de partícula de 2.39 mm

M2 = molienda ligeramente fina con diámetro promedio de partícula de 1.73 mm

h = altura de carga de lecho de relleno, m

CAPÍTULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIONES

4.1 EVALUACIÓN DE VARIABLES DE OPERACIÓN

4.1.1 EFECTO DE ADECUADA PREPARACIÓN DE LA SEMILLA DE MOLLE

Para un mejor rendimiento las semillas de molle tienen que ser lavadas para quitar el contenido de azúcar de la superficie de la semilla y secadas bajo sombra a temperatura ambiental. También en un punto anterior se habló de la importancia de tamizar las semillas antes de ser molidas con la finalidad de quitar las impurezas y polvillos finos (tierra) que al ser introducidas conjuntamente al lecho con las semillas de molle pueden causar mayor resistencia a la libre circulación de flujo de vapor a través de intersticios del lecho, originando mayor caída de presión, incremento de tensión superficial de los poros del lecho y disminución de la difusión por convección de aceite esencial hacia la corriente de flujo de vapor de agua.

Para este fin, antes de tamizar y lavar las semillas de molle se ha separado una muestra con condiciones iniciales tal como se ha acopiado. Con fines comparativos se ha ejecutado la extracción de aceite esencial de molle empleando dos tipos de muestra (muestra sin acondicionar y muestra acondicionada) a la misma condición de operación. La muestra acondicionada o preparada se refiere a semillas de molle tamizadas y lavadas.

Tabla 4.1 Evaluación del efecto de semillas de molle sin acondicionar en el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle.

DATOS OBTENIDOS	Muestra sin acondicionar	Muestra acondicionada
Peso de muestra (g)	20 386	20 476
Tipo de molinda	M2	M2
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	2.80	2.8
Altura de Lecho (m)	0.54	0.54
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	40.20	40.20
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	61	44
Tiempo de extracción (min)	150	150
Volumen obtenido (mL)	1065	1416
% Rendimiento	5.22	6.92
% Recuperación	61.39	81.29

Fuente: Elaboración propia

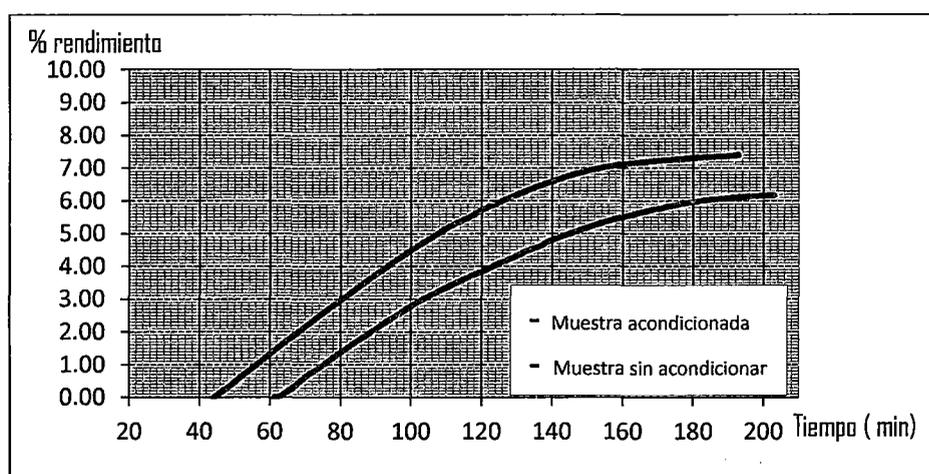


Figura 4.1 Curva de evolución de porcentaje de rendimiento a través del tiempo de extracción de aceite esencial de molle con muestra acondicionada (rojo) y sin acondicionamiento (azul), extraídas a las mismas condiciones.

La tabla y figura 4.1 muestran que la extracción realizada con semillas de molle acondicionada (Tamizada, desazucarada) presenta un mejor desempeño, es decir, en un mismo tiempo de operación (150 minutos) se obtiene mayor rendimiento 6.92 % en extracción de aceite esencial empleando semillas de molle acondicionadas y 5.22 % empleando semillas de molle sin previo acondicionamiento.

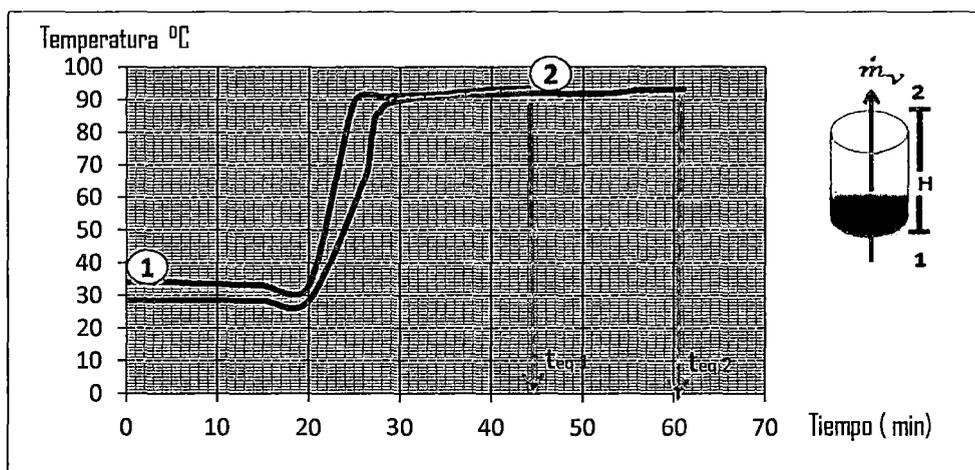


Figura 4.2 Curva de evolución de temperatura del lecho. La línea roja representa una extracción con semillas acondicionadas y la línea azul una extracción con semillas sin acondicionamiento.

Los números 1 y 2 de la figura 4.2 representan el fondo y el tope respectivamente del lecho de semillas de molle cargadas dentro de la columna de destilación del extractor de aceites esenciales. Las etiquetas t_{eq1} y t_{eq2} representan el tiempo que demora el lecho en alcanzar el equilibrio térmico la muestra acondicionada y muestra sin acondicionar respectivamente. Con fines de simplificación se ha visto conveniente suponer que el lecho de semillas dentro del extractor alcanza el equilibrio térmico desde el momento que cae la primera gota de aceite esencial en el florentador, hasta ese momento se supone que el vapor de agua atraviesa todos los intersticios de lecho cediendo parte de su calor latente hasta condensarse ($\sim - 40.6$ kJ/mol) para calentar todo el material de carga y el equipo extractor hasta que alcancen el equilibrio térmico. El tiempo de equilibrio térmico prácticamente es el tiempo que demora el flujo de vapor de agua en atravesar el lecho desde el momento de inyección hasta llegar al condensador.

En la figura 4.2 se puede observar que la línea rojo que corresponde a una extracción empleando semillas de molle acondicionadas alcanza su equilibrio térmico en menor tiempo, 44 minutos; mientras que la línea azul que corresponde a una extracción con semillas de molle sin previo acondicionamiento alcanza su equilibrio térmico en mayor tiempo, 61 minutos. La explicación a este efecto se debe a que cuando se trabaja con carga de lecho que contienen materiales inerte, polvillos conformado con cascarillas de semillas y el contenido de azúcar que envuelve todo el pericarpio de la semilla de molle al ingresar conjuntamente al lecho con las semillas de molle generan mayor caída de presión y mayor resistencia al paso de flujo de vapor por la oclusión parcial de los intersticios del lecho. Cuando el material contaminante es mayor, se puede llegar al enlodamiento de los intersticios del lecho con consecuencias negativas de disminución en el rendimiento de extracción. Por la razón expuesta los ensayos posteriores se trabajaron con semillas de molle desazucaradas y libres de impurezas.

4.1.2 EFECTO DE FLUJO DE VAPOR DE AGUA

Evidentemente una buena circulación de flujo de vapor de agua a través de los intersticios del lecho es determinante sobre el rendimiento, es decir a mayor flujo de vapor de agua, mayor es la velocidad de extracción. En este punto se va a evaluar el efecto sobre el rendimiento del flujo de vapor de agua alimentado a la columna de extracción en cuatro niveles.

Tabla 4.2 Evaluación de efecto de flujo vapor.

Flujo de vapor	% apertura de válvula	kg / h (v)
Q1	40	2.77
Q2	50	3.54
Q3	70	5.07
Q4	90	6.61

Fuente: Elaboración propia

En cada uno de los cuatro bloques experimentales realizados se ha variado el caudal de flujo de vapor de agua inyectado a la columna de extracción manteniendo constante la altura de carga de lecho, masa de semillas de molle y grado de molienda. Los resultados se muestran en tablas con sus respectivos gráficos de curva de rendimiento versus tiempo de extracción generados a partir de datos de extracción de aceite esencial de molle adjuntos en anexo B.3.

Tabla 4.3 Resumen de resultados de evaluación de caudal de flujo de vapor de agua (kg/h) inyectado a la columna de extracción de aceites esenciales de 36 cm de altura de carga de lecho (h1) y grado de molienda M1 (partículas de 2.39 mm de diámetro promedio).

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra
	M1Q1h1	M1Q2h1	M1Q3h1	M1Q4h1
Peso de muestra (g)	11767	11772	11758	11768
Tipo de molienda	M1	M1	M1	M1
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	2.77	3.54	5.07	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	0.75	1.34	2.57	4.10
Flujo de vapor de agua retenido (kg/h)	2.02	2.20	2.50	2.51
Flujo de vapor de agua retenido (%)	72.92	62.15	49.31	37.97
Constante de cinética de extracción	0.58	0.73	1.26	1.39
Altura de Lecho (m)	0.36	0.36	0.36	0.36
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	26.8	26.8	26.8	26.8
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	43	33	18	16
Tiempo de extracción (min)	100	100	100	100
Volumen obtenido de aceite esencial (mL)	604	660	879	900
Rendimiento (%)	5.1	5.6	7.5	7.7
Aceite esencial de molle extraído (%)	60.3	65.9	87.8	89.9

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 4.3 y en todas las posteriores el **flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)** se refiere al vapor de agua inyectado a 98 °C y 4 bar de presión desde el fondo de la columna de extracción de aceites esencial, el **flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)** es el flujo de vapor de agua que atraviesa el área transversal superior del lecho arrastrando consigo gotas microscópicas de aceite esencial de molle hacia el condensador, **flujo de vapor retenido (%)** es la fracción de flujo de vapor de agua inyectado que refluja hacia el fondo del lecho como agua condensada y la **constante de cinética de extracción** tiene unidades de $\left[\frac{g \text{ aceite esencial}}{g \text{ materia prima}}\right]^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$ que corresponde a una velocidad de extracción de segundo orden. Ver figura 4.3 para más detalle.

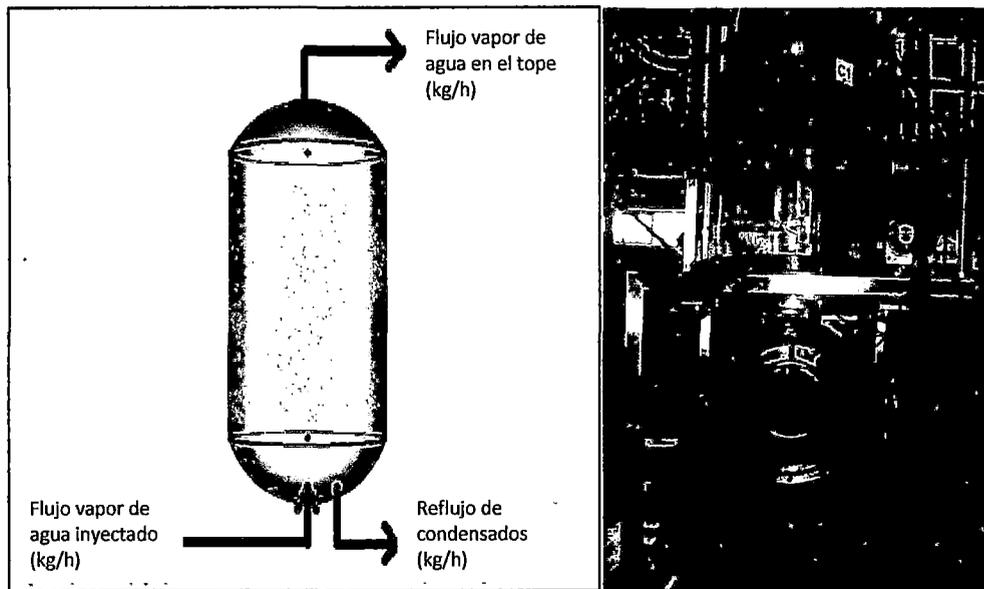


Figura 4.3 A la izquierda, Trayectoria de flujo de vapor inyectado en el lecho. A la derecha, se muestra el anillo distribuidor de flujo de vapor desde el fondo de la columna de destilador del equipo piloto de extracción de aceites esencial.

Gráficamente el efecto de flujo de vapor inyectado se puede apreciar a continuación.

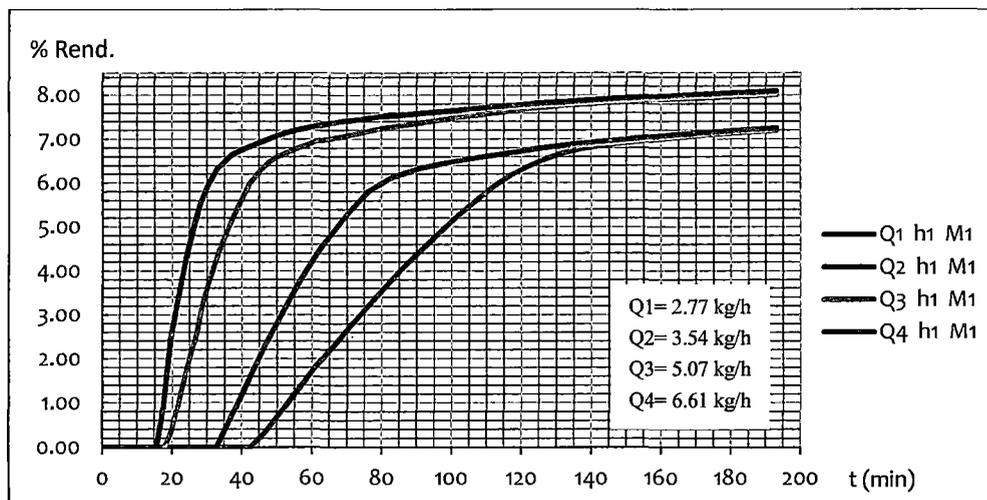


Figura 4.4 Curva de efecto de caudal de vapor de agua inyectado en el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle, en un lecho con grado de molienda M1 (2.39 mm de diámetro de partícula) y h1 (36 cm de altura de carga).

Fuente: Elaboración propia

Manteniendo todas las variables constantes se observa que a flujos de vapor de agua inyectados de Q3 (5.07 kg/h) y Q4 (6.61 kg/h) se tiene mejores rendimientos en la extracción, 7.5 % y 7.7 % respectivamente, tal como se muestra en la tabla 4.3. También se aprecia que la constante de cinética de extracción ($0.58 C^{-1}min^{-1}$, $0.73 C^{-1}min^{-1}$, $1.26 C^{-1}min^{-1}$, $1.39 C^{-1}min^{-1}$) es directamente proporcional al flujo de vapor inyectado (2.77 kg/h, 3.54 kg/h, 5.07 kg/h, 6.61 kg/h) respectivamente. Donde “ C^{-1} ” es la cantidad de aceite esencial de molle contenido en el lecho, su unidad es $\left[\frac{g_{aceite\ esencial}}{g_{materia\ prima}}\right]^{-1}$.

Algo que hay que resaltar de los resultados de la tabla 4.3, cuando el flujo de vapor de agua inyectado es insuficiente para vencer la resistencia hidráulica del lecho, mayor es la fracción retenida del flujo de vapor inyectado dentro del lecho, presentando mayor reflujos de condensados al fondo. Por ejemplo se tiene el porcentaje retenido de flujo de vapor de agua inyectado desde el fondo del lecho (72.92 %, 62.15 %, 49.31 %, 37.97 %) a flujos de inyección (2.77 kg/h, 3.54 kg/h, 5.07 kg/h, 6.61 kg/h) respectivamente. Esta retención de agua en cantidades grandes dentro del lecho de extracción puede generar la hidrólisis, una reacción química indeseada de los componentes (ésteres) de aceite esencial de molle con agua, especialmente a altas temperaturas, produciendo ácidos y alcoholes; disminuyendo así la calidad de aceite esencial obtenido. Por consiguiente, si la cantidad de agua es grande, entonces las cantidades de alcohol y ácidos formados también serán grandes. Refiérase al capítulo 2 en el punto 2.5.2 para más detalle.

Tabla 4.4 Resumen de resultados de evaluación de caudal de flujo de vapor (kg/h) inyectado a la columna de extracción de aceites esenciales en lecho de 31 cm de altura de carga (h1) y grado de molienda M2 (partículas de 1.73 mm de diámetro promedio).

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra
	M2Q1h1	M2Q2h1	M2Q3h1	M2Q4h1
Peso de muestra (g)	11768.2	11769.3	11763.4	11770.1
Tipo de molienda	M2	M2	M2	M2
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	2.77	3.54	5.07	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	0.77	1.37	2.76	3.93
Flujo de vapor de agua retenido (kg/h)	2.00	2.17	2.31	2.68
% de flujo de vapor de agua retenido	72.20	61.30	45.56	40.54
Constante de cinética e extracción	0.48	0.91	2.30	2.54
Altura de Lecho (m)	0.31	0.31	0.31	0.31
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	22.7	22.7	22.7	22.7
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	42	32	19	13
Tiempo de extracción (min)	100	100	100	100
Volumen obtenido (mL)	600	800	898	927
Rendimiento (%)	5.1	6.8	7.6	7.9
Aceite esencial de molle extraído (%)	60.0	79.9	89.7	92.5

Fuente: Elaboración propia

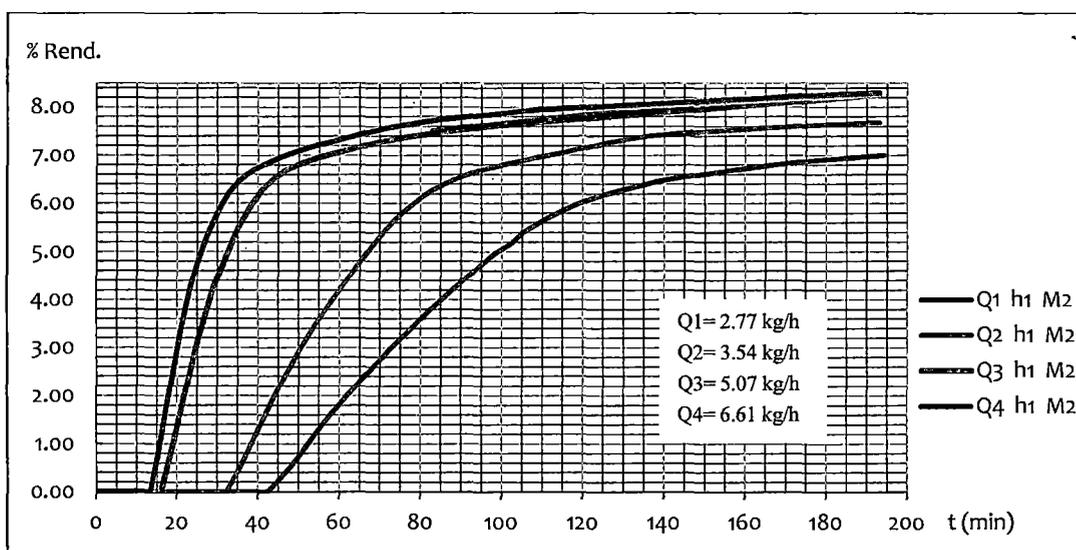


Figura 4.5 Curva de efecto de caudal de vapor de agua inyectado en el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho con grado de molienda M2 (1.73 mm de diámetro de partícula) y h1 (31 cm de altura).

Fuente: Elaboración propia

Al igual que el caso anterior los caudales de vapor de agua inyectado 5.07 kg/h y 6.61 kg/h alcanzan mayores rendimientos de extracción, 7.6% y 7.9% respectivamente. A diferencia de tabla 4.3 se puede observar que las constantes cinéticas de extracción de la tabla 4.4 son mayores ($0.48 C^{-1}min^{-1}$, $0.91 C^{-1}min^{-1}$, $2.30 C^{-1}min^{-1}$ $2.54 C^{-1}min^{-1}$), esto indica que el efecto del flujo de vapor inyectado es mayor cuando se tiene una molienda con granulometría de partículas con 1.73 mm de diámetro promedio a diferencia de una muestra con molienda más granulada de 2.39 mm de diámetro promedio de partícula. Las líneas de Q_1 y Q_2 no se juntan como en la figura 4.4 porque en un lecho de semillas de molle con molienda más fina se incrementa la resistencia hidráulica, consecuentemente la velocidad de extracción. Esto demuestra que la transferencia de masa por convección de aceite esencial es predominante sobre la difusión.

En las tablas anteriores y posteriores se observa que a medida que se incrementa el flujo de vapor de agua inyectado, el porcentaje de flujo de vapor retenido como condensado en el fondo disminuye. Por ejemplo, cuando se inyecta un flujo de vapor de 2.77 kg/h el 72.2 % de flujo de vapor inyectado se condensa y refluja hacia el fondo del destilador, mientras que cuando se inyecta un flujo de vapor de 6.61 kg/h sólo el 40.54 % de flujo de vapor de agua inyectado se condensa, ver figura 4.6 . También se puede observar que a medida que el flujo de vapor inyectado se incrementa, el tiempo en el que todo el lecho alcanza el equilibrio térmico disminuye y la constante cinética de extracción crece; por ende mayor es la velocidad de extracción cuando el flujo de vapor de agua inyectado es suficientemente fuerte para vencer la resistencia hidráulica del lecho.

Si comparamos en términos de rendimiento de extracción para un mismo tiempo de operación (100 minutos), se puede notar que con un flujo mayor de vapor inyectado al lecho (6.61 kg/h) se obtiene 7.9% de rendimiento de extracción en contraste con un flujo de vapor inyectado débil 2.77 kg/h con el cual sólo se obtiene 5.1% de rendimiento.

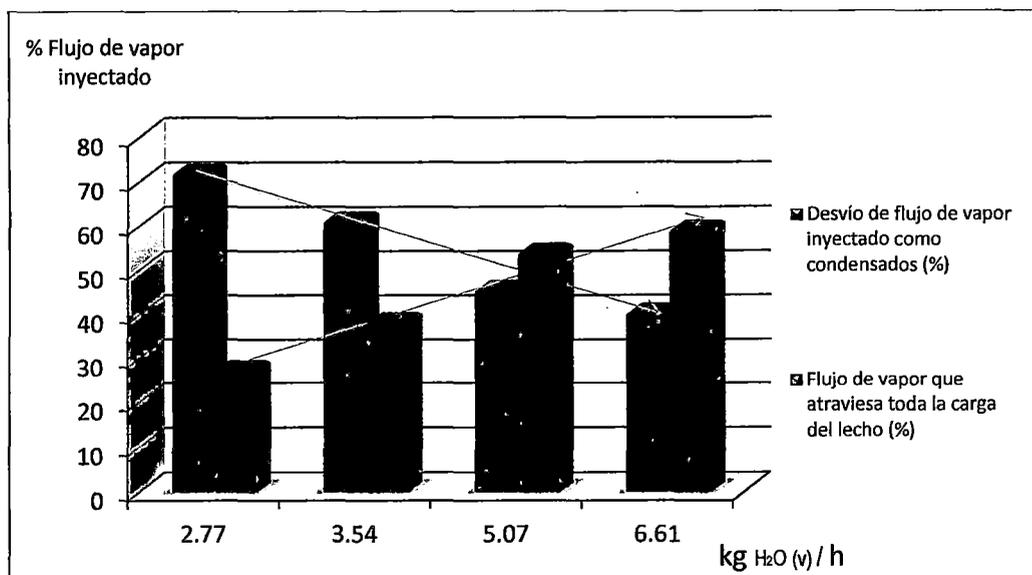


Figura 4.6 Se puede observar que a medida que crece el flujo de vapor de agua inyectado al lecho, disminuye el porcentaje de flujo de vapor retenido como condensado en el fondo, con efecto del incremento del porcentaje de flujo de vapor de agua disponible para la extracción que termina atravesando la superficie del lecho (mayor flujo de arrastre de gotas microscópicas de aceite esencial depositados en la superficie de la semilla de molle molido).
Fuente: Elaboración propia.

Tabla 4.5 Resumen de resultados de evaluación de caudal de flujo de vapor (kg/h) inyectado a la columna de extracción de aceites esenciales a un lecho de 54 cm de altura de carga (h2) y grado de molienda M1 (partículas de 2.39 mm de diámetro promedio).

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra
	M1Q1h2	M1Q2h2	M1Q3h2	M1Q4h2
Peso de muestra (g)	20468.8	20483.8	20487	20467.3
Tipo de molienda	M1	M1	M1	M1
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	2.77	3.54	5.07	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	0.95	1.40	2.67	3.97
% de flujo de vapor de agua retenido	65.90	60.60	47.30	39.95
Constante de cinética e extracción	0.70	0.85	0.82	1.54
Altura de Lecho (m)	0.54	0.54	0.54	0.54
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	40.2	40.2	40.2	40.2
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	44	43	29	22
Tiempo de extracción (min)	100	100	100	100
Volumen obtenido (mL)	920	1210	1435	1551
Rendimiento (%)	4.5	5.9	7.0	7.6
Aceite esencial de molle extraído (%)	52.8	69.4	82.3	89.0

Fuente: Elaboración propia

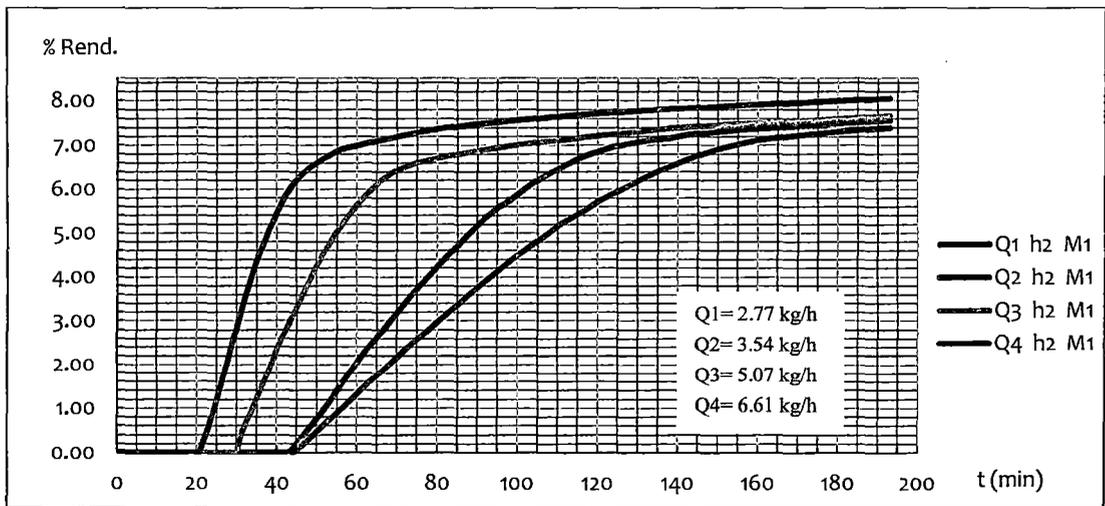


Figura 4.7 Curva de efecto de caudal de vapor de agua inyectado en el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle, en un lecho con grado de molienda M1 (2.39 mm de diámetro de partícula) y h2 (54 cm de altura de carga).

Fuente: Elaboración propia

En figura 4.7 se observa una diferencia marcada del efecto de caudal de vapor inyectado puesto que se ha duplicado la altura de carga del lecho. A mayor altura de carga del lecho habrá mayor resistencia al paso del flujo de vapor de agua, esto explica que las líneas de trazado tengan buen distanciamiento unas con otras a diferencias de las gráficas anteriores están superpuestas, además el tiempo en que llegue alcanzar el equilibrio térmico será mayor. A pesar de haberse duplicado la altura de lecho se ha alcanzado rendimientos similares 7.0% y 7.6% con flujos de vapor 5.07 kg/h y 6.61 kg/h en un mismo tiempo de extracción.

Tabla 4.6 Resumen de resultados de evaluación de caudal de flujo de vapor (kg/h) inyectado a la columna de extracción de aceites esenciales en un lecho de 51 cm de altura de carga (h2) y grado de molienda M2 (partículas de 1.73 mm de diámetro promedio).

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra
	M2Q1h2	M2Q2h2	M2Q3h2	M2Q4h2
Peso de muestra (g)	20476	20471.4	20479.3	20000.3
Tipo de molienda	M2	M2	M2	M2
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	2.77	3.54	5.07	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	0.9	1.41	2.59	4.36
% de flujo de vapor de agua retenido	67.66	60.06	48.86	34.0
Constante de cinética e extracción	0.45	1.15	1.02	1.34
Altura de Lecho (m)	0.51	0.51	0.51	0.51
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	37.3	37.3	37.3	37.3
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	52	34	25	17
Tiempo de extracción (min)	100	100	100	100
Volumen obtenido (mL)	724	1306	1502	1546
Rendimiento (%)	3.5	6.4	7.3	7.8
Aceite esencial de molle extraído (%)	41.5	75.0	86.2	90.8

Fuente: Elaboración propia

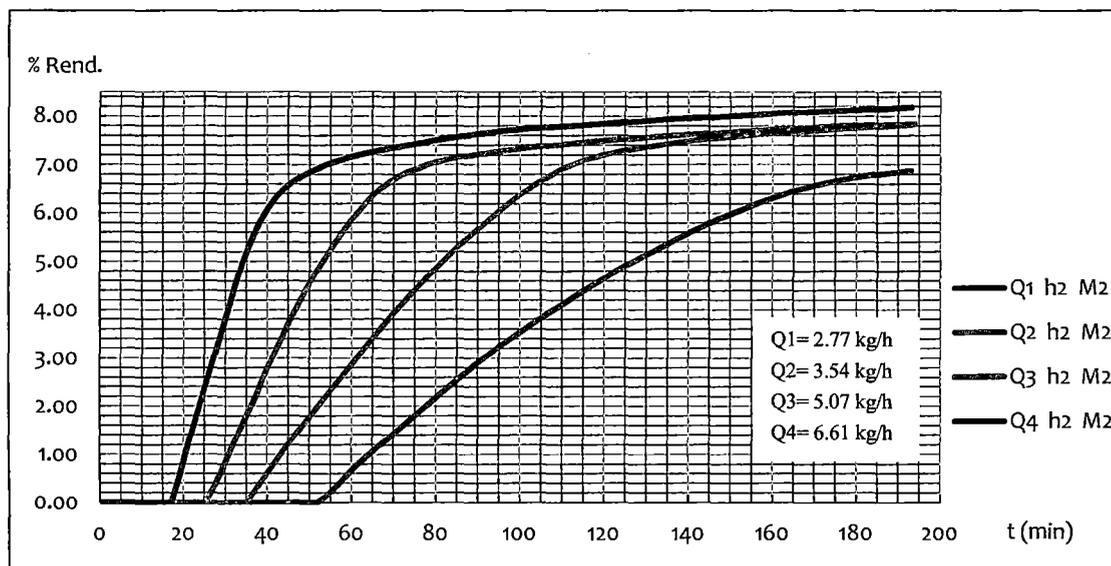


Figura 4.8 Curva de efecto de caudal de vapor de agua inyectado en el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho con grado de molienda M2 (1.73 mm de diámetro de partícula) y 51 cm de altura de carga (h2).

Fuente: Elaboración propia

En figura 4.8 se puede notar aún más la suma de los efectos del aumento de altura del lecho y grado de molienda (disminución de la porosidad). Al aumentar el grado de molienda las partículas de semillas de molle se hacen más finas ocluyendo aún más el paso del flujo de vapor y dificultando el arrastre de gotas microscópicas de aceite esencial liberado, es decir que a menor flujo de vapor el lecho tardará más tiempo en alcanzar su equilibrio térmico y por ende habrá mayor re-condensación de vapor de agua y aceite esencial antes de alcanzar la parte superior del lecho. Como se puede apreciar en la figura 4.8 la combinación de “Q1 h2 M2” (2.77 kg/h de flujo de vapor) alcanza su equilibrio térmico en 52 minutos y su rendimiento de extracción apenas puede ser de 3.5 % en 100 minutos de operación, a diferencia de la combinación “Q3 h2 M2” (5.07 kg/h de flujo de vapor) que alcanza su equilibrio térmico en 25 minutos y rendimiento de extracción de 7.3% en el mismo tiempo de operación.

En general, de las cuatro tablas anteriores se puede observar que cuando se trabaja con flujos altos de inyección de vapor de agua se tiene una velocidad y rendimiento de extracción altos; tiempo de demora en alcanzar el equilibrio térmico, porcentaje de retención de humedad y reflujo de vapor de agua condensado al fondo del destilador bajos. Se tiene el efecto contrario cuando se trabaja con un flujo débil de vapor de agua, reduciéndose en la mitad el rendimiento de extracción y ocasionando la condensación mayor a 70% de flujo de vapor inyectado, el mismo que refluja hacia el fondo del lecho produciendo un film que cubre la superficie de las semillas generando una resistencia adicional a la convección libre de transferencia de aceite esencial de molle hacia la corriente de vapor de agua. Esto indica que la mayor transferencia del aceite esencial de molle al vapor se produce cuando existe mayor convección del vapor en el lecho.

El excesivo reflujo hacia el fondo de vapor de agua condensado se da cuando el flujo de vapor inyectado es muy débil para vencer la resistencia hidráulica del lecho, existe mayor posibilidad de que se desvíe de su trayectoria y se condense cediendo casi todo su calor latente. Ocurre lo contrario cuando el flujo de vapor es lo suficientemente

mayor para vencer la resistencia hidráulica del lecho, es decir, tiene efecto de flujo pistón dando menor posibilidad de desvío de trayectoria y reflujo de condensados.

También se observa las tendencias de curva de las gráficas, presentan desviaciones negativas conforme el flujo del vapor disminuye y desviación positiva cuando el flujo de vapor aumenta, donde habrá menor posibilidad que el flujo de vapor inyectado se “desvíe” de su trayectoria hacia el tope del destilador.

4.1.3 EFECTO DEL TAMAÑO DE LA PARTÍCULA

El efecto de tamaño de partícula sobre el rendimiento en la extracción se cuantifica en función de grado de molienda M1 y M2. La molienda (M1) es una molienda gruesa y la molienda (M2) es una molienda ligeramente fina. Para efectos cuantitativos se ha realizado el análisis granulométrico por tamizado y se ha determinado su diámetro equivalente de cada grado de molienda, ver sección de preparación de materia prima.

La molienda de las semillas de molle se efectúa sólo cuando se va extraer el aceite esencial el mismo día, es preferible no moler las semillas con días de anticipación porque se perdería parte del aceite esencial por su volatilidad y principalmente porque el aceite esencial reacciona con oxígeno del medio ambiente degradándose su aroma.

Tabla 4.7 Característica de carga del lecho en los dos tipos de molienda

Grado de molienda	Diámetro equivalente de semilla molidura (mm)	Porosidad promedio de lecho (ϵ)
M1	2.39	0.5758
M2	1.73	0.5017

Fuente: Elaboración propia

Se ha efectuado la extracción variando el grado de molienda, manteniendo el caudal de flujo de vapor óptimo 6.61 kg/h y altura de carga del lecho constante en sus dos niveles (31 cm y 54 cm). En cada carga de lecho del destilador se ha tratado reproducir la

porosidad del lecho por cada tipo de molienda tal como se muestra en la tabla anterior. Una molienda más fina “M2” formará un lecho más compacto con una menor porosidad (0.5017) en contraste de un lecho con molienda gruesa “M1” que presentará una porosidad mayor (0.5758).

Como se explicó en el punto de preparación de materia prima, no se realizó más de dos grados de molienda porque una molienda muy fina provoca la compactación del lecho durante el transcurso de extracción debido al alto contenido de resina en la semilla de molle.

Se muestran datos de resumen y gráfica de curva obtenida a partir de datos de las tablas del anexo B.3.

Tabla 4.8 Resumen de resultados de evaluación de efecto de grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 36 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 kg/h.

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra
	M1 Qopt h1	M2 Qopt h1
Peso de muestra (g)	11768	11770.1
Tipo de molienda	M1 "grosero"	M2 "intermedio"
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	6.61	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	4.10	3.93
% de flujo de vapor de agua retenido	38.00	40.60
Constante de cinética de extracción	1.39	2.54
Altura de carga de Lecho (m)	0.36	0.31
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	26.8	22.7
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	16	13
Tiempo de extracción (min)	100	100
Volumen obtenido (mL)	900	927
% Rendimiento	7.7	7.9
Aceite esencial de molle extraído (%)	89.9	92.5

Fuente: Elaboración propia

De la tabla 4.8 se puede observar que para la misma masa de semilla de molle pero con diferente grado de molienda la altura de carga son diferentes; esto quiere decir que a mayor grado de molienda menor es el volumen que ocupa el sólido, menor es la porosidad del lecho y mayor será la caída de presión para el flujo de vapor de agua

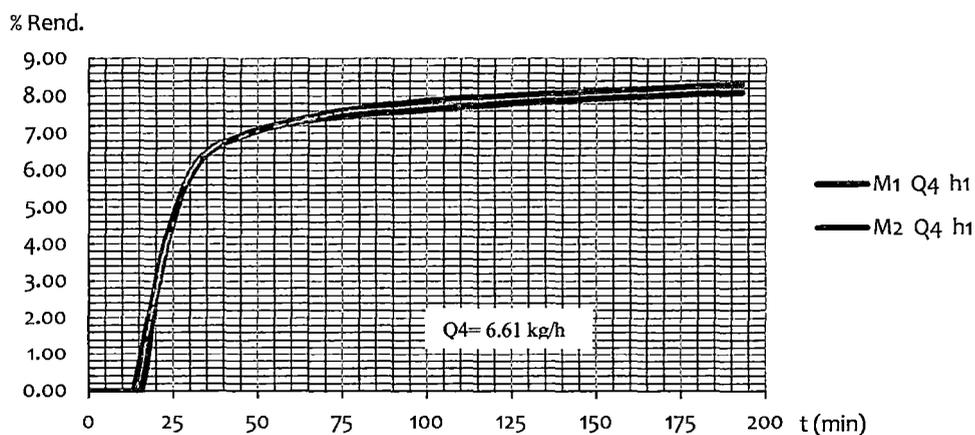


Figura 4.9 Curva de efecto del grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 36 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 kg/h.
Fuente: Elaboración propia

Tabla 4.9 Resumen de resultados de evaluación de efecto de grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 54 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 kg/h.

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra
	M1 Qopt h2	M2 Qopt h2
Peso de muestra (g)	20467.3	20000.3
Tipo de molienda	M1	M2
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	6.61	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	3.97	4.36
% de flujo de vapor de agua retenido	39.95	34%
Constante de cinética e extracción	1.54	1.34
Altura de Lecho (m)	0.54	0.51
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	40.2	37.3
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	22	17
Tiempo de extracción (min)	100	100
Volumen obtenido (mL)	1546	1546
% Rendimiento	7.6	7.8
% Recuperación	88.7	90.8

Fuente: Elaboración propia

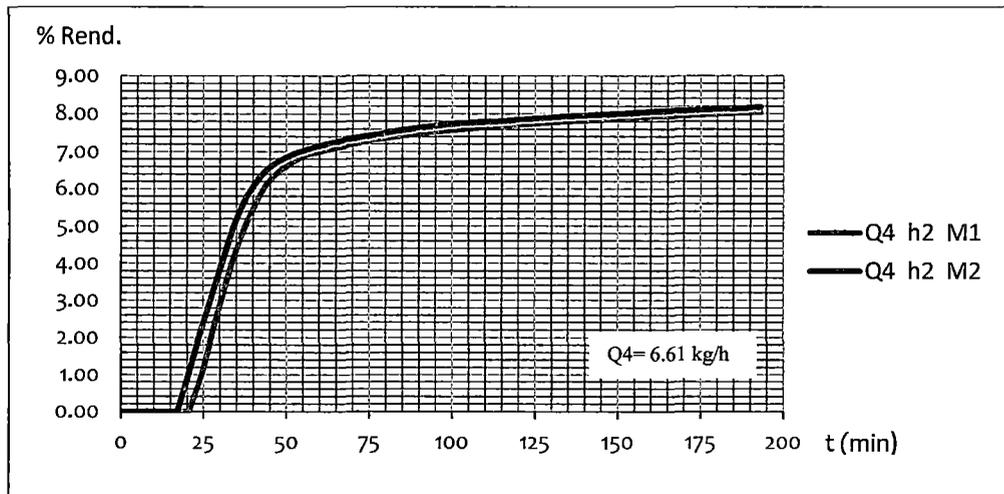


Figura 4.10 Curva de efecto del grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 54 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 kg/h.
Fuente: Elaboración propia

De los datos de la tabla 4.8, 4.9 y la curva de figuras 4.9, 4.10 se deduce que al mantener el caudal del vapor constante y la altura de lecho, la constante cinética de la velocidad de extracción es el doble conforme la porosidad del lecho disminuye (disminución de tamaño de partícula de 2.39 mm a 1.73 mm). Lo cual indica que la mayor transferencia del aceite esencial al vapor se produce cuando el lecho está cargado con semillas de molle con mayor molturación (menor porosidad), es decir, mayor grado de liberación de aceite esencial de la matriz de los depósitos que la contiene, dentro del pericarpio de la semilla de molle. Esto demuestra que en la extracción de aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua la transferencia de masa predominante es por convección.

No se ha hecho un estudio aparte de la porosidad de carga porque en un lecho sin comprimir la porosidad está en función de grado de molturación de las semillas de molle, es decir, a mayor grado de molturación menor porosidad. Se sabe que la porosidad de un lecho se puede modificar de acuerdo al grado de compresión ejercida sobre la carga, sin embargo, se ha visto conveniente no ejercer ningún tipo de compresión a la carga de las semillas de molle porque a diferencia de otras matrices

herbáceas, las semillas de molle secos se dilatan al entrar en contacto con el flujo de vapor condensado de agua (hidratación), expandiéndose hasta 9.27% del volumen inicial de carga. Al inicio de nuestro experimento se ha hecho una extracción con una carga de lecho ligeramente comprimida, el cual a la mitad de operación de extracción presentó rajaduras en todo el lecho, creando vías de canalización preferencial del flujo de vapor; esto hace que la extracción sea ineficiente por la pobre circulación del vapor por toda la matriz de la carga de las semillas de molle. Por lo expuesto no hay necesidad de comprimir la carga de lecho cuando se hace la extracción de aceite esencial de molle a partir de su semilla.

Así mismo no se realizó una molienda muy fina por el efecto negativo que este representa en la etapa de extracción, se ha hecho una corrida de extracción de lecho conformada con semillas de molle con mayor grado de molturación de diámetro promedio de partículas equivalente a 0.7 mm, esta a su vez representa un lecho más compacto (menos poroso); el efecto negativo se produce cuando el flujo de vapor de agua inyectado al encontrar mayor resistencia hidráulica a su paso crea canales preferenciales para su paso sin distribuirse uniformemente a través de todo el cuerpo del lecho, ver figura 4.11. Este efecto negativo ocurre que a medida que transcurre la extracción las resinas de la semilla de molle causa el empaquetamiento entre las semillas molturadas, ocluyendo cada vez más la poca porosidad del lecho dando lugar al rajadura del lecho y una pobre extracción de aceite esencial de molle.

Cuando se trabaja con flujo de vapor menores de 6.61 kg/h e insuficiente para vencer la resistencia hidráulica de carga de un lecho que tiene menor porosidad, se tiene muchas dificultades de paso de flujo de vapor por toda la cavidad tortuoso del lecho, ocasionando que el tiempo en alcanzar el equilibrio térmico sea mayor por la condensación excesiva de vapor de agua en la superficie de la semilla y las paredes internas columna del extractor antes que el vapor pueda alcanzar la superficie externa del lecho. El exceso reflujo de vapor condensado hacia la parte inferior del lecho crea

una resistencia adicional a la transferencia de masa de aceite esencial desde el seno de las semillas molturadas hacia la corriente de vapor.

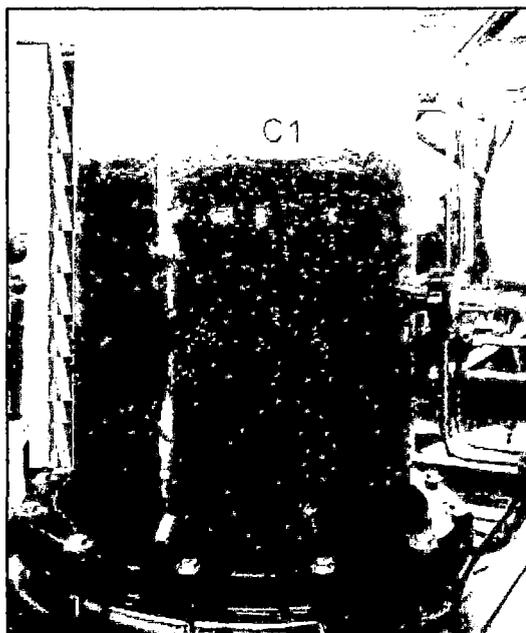


Figura 4.11 Efecto negativo en la extracción de aceite esencial de molle por compactación, se observa rajaduras o creación de canales preferenciales de circulación del flujo de vapor de agua inyectado

Comparando las tablas 4.8 y 4.9 se observa que a pesar de haber duplicado el volumen de carga del lecho, la constante cinética y rendimiento de extracción siguen siendo significativamente altos. Este resultado hace ver que un diseño vertical de columna de extracción de aceites esenciales por arrastre con vapor de agua es más eficiente que un diseño horizontal. Un diseño vertical consiste en una columna de extracción con altura de carga de lecho dos veces mayor que su diámetro de base.

Es importante aclarar que la reducción de tamaño excesiva no es beneficiosa para la calidad del aceite obtenido porque la fricción mecánica puede degradarlo térmicamente antes de ser extraído, por lo que se recomienda trabajar máximo con una reducción que tenga granulometría de partículas aproximado a 1.73 milímetros de diámetro promedio.

Así mismo es importante mezclar cada cierta cantidad de carga de las semillas vertida a la columna de extracción a fin de conseguir una distribución uniforme de partículas y porosidad homogénea en todo el lecho y de este forma evitar la creación de vías preferenciales del flujo de vapor inyectado alrededor de las paredes internas del lecho. Como se puede ver en la ilustración, cuando se vierte partículas de diferentes tamaños sobre un montículo por efecto de rodamiento las partículas más grandes y casi esféricas se acomodarán hacia la parte más externa del montículo (mayor porosidad) cerca de la pared interna de la columna del destilador y las partículas finas de menor granulometría se quedarán sobre el montículo o en las áreas más cercanas de este. El flujo de vapor tendrá mayor dificultad al circular por área de menor porosidad creando vías de mayor circulación de este a través de áreas donde se encuentren partículas de mayor porosidad. El flujo de vapor a través de lecho de porosidad uniforme permite un contacto óptimo entre el vapor de agua y la matriz donde se encuentra el aceite esencial de molle dando mejores resultados en rendimiento de extracción.

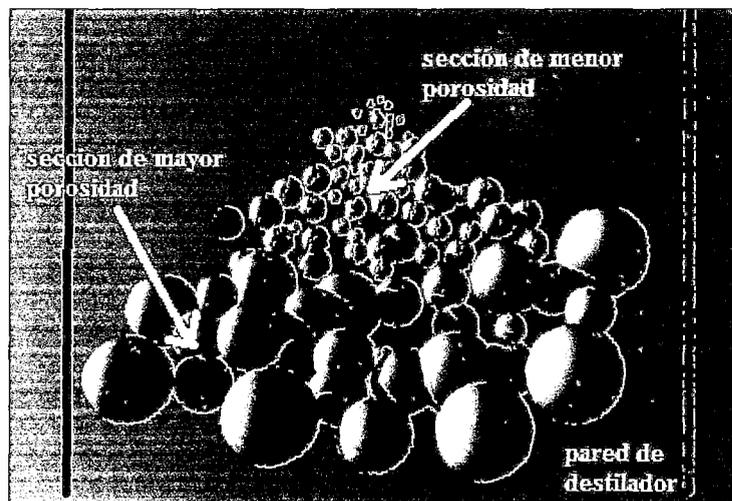


Figura 4.12 Acomodamiento de partículas de mayor granulometría hacia la parte más externa del montículo por efecto de rodamiento, creando secciones de mayor porosidad.

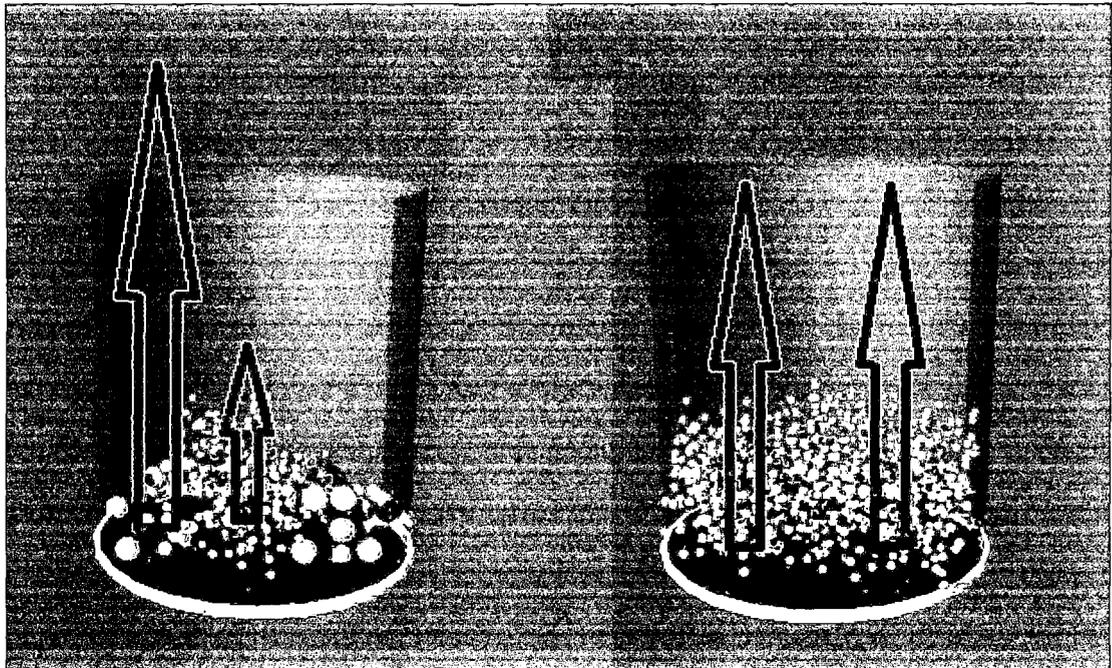


Figura 4.13 A la izquierda, perfil de flujo de vapor a través de carga de lecho con partículas de semilla de molle mal distribuidas donde la porosidad no es homogénea en cualquier punto del lecho; en este tipo de lecho se puede apreciar la canalización del flujo de vapor por vías preferenciales donde se encuentran las partículas de mayor granulometría (mayor porosidad). A la derecha, perfil de flujo de vapor a través de carga de lecho con partículas distribuidas uniformemente donde la porosidad y flujo de vapor de agua es homogénea en cualquier punto del lecho.

4.1.4 EFECTO DE LA ALTURA DE CARGA DEL LECHO

Para determinar el efecto de la altura de carga de lecho sobre el rendimiento de la extracción de aceite esencial de molle, se ha evaluado en dos alturas de carga “h1” y “h2” en las combinaciones de factores como se muestra en la tabla siguiente:

Masa de semilla, g	Flujo de vapor kg/h	Grado de molienda	Altura de carga	Altura de carga, cm
11767.0	6.61	M1	h1	36.0
11767.0	6.61	M2	h1	30.5
20477.0	6.61	M1	h2	54.0
20477.0	6.61	M2	h2	52.0

Fuente: Elaboración propia

Del cuadro anterior se observa que para el mismo peso de semilla de molle pero con diferente grado de molienda la altura de carga son ligeramente diferentes; esto quiere decir que a mayor grado de molienda menor es el volumen que ocupa el sólido por tanto menor es la porosidad del lecho y mayor la caída de presión para el flujo de vapor de agua que atraviesa todo los intersticios del lecho.

En figura 4.14 y los sucesivos compararemos el efecto de la altura de lecho sobre el rendimiento en la extracción, para este fin sólo variaremos las alturas “h1 y h2” quedando fijas los caudales de inyección de vapor de agua y grado de molienda.

Tabla 4.10 Resultados de evaluación de efecto de altura de lecho sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle con flujo de vapor de inyección 6.61 kg/h y grado de molienda M1 (2.39 mm de diámetro de partícula).

DATOS OBTENIDOS	Muestra M1 Q4 h1	Muestra M1 Q4 h2
Peso de muestra (g)	11768	20467.3
Tipo de molienda	M1	M1
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	6.61	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	4.10	3.97
% de flujo de vapor de agua retenido	37.97	39.94
Constante de cinética e extracción	1.39	1.54
Altura de Lecho (m)	0.36	0.54
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	26.8	40.2
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	16	22
Tiempo de extracción (min)	100	100
Volumen obtenido (mL)	900	1551
% Rendimiento	7.7	7.6
% Recuperación	89.9	89.0

Fuente: Elaboración propia

A pesar que el volumen de carga es el doble (mayor altura de carga) los rendimientos de extracción, constante cinética de extracción y pérdida de flujo de vapor inyectado son similares con la única diferencia de que se procesa el doble de materia prima, obteniéndose mayor volumen de aceite esencial extraído.

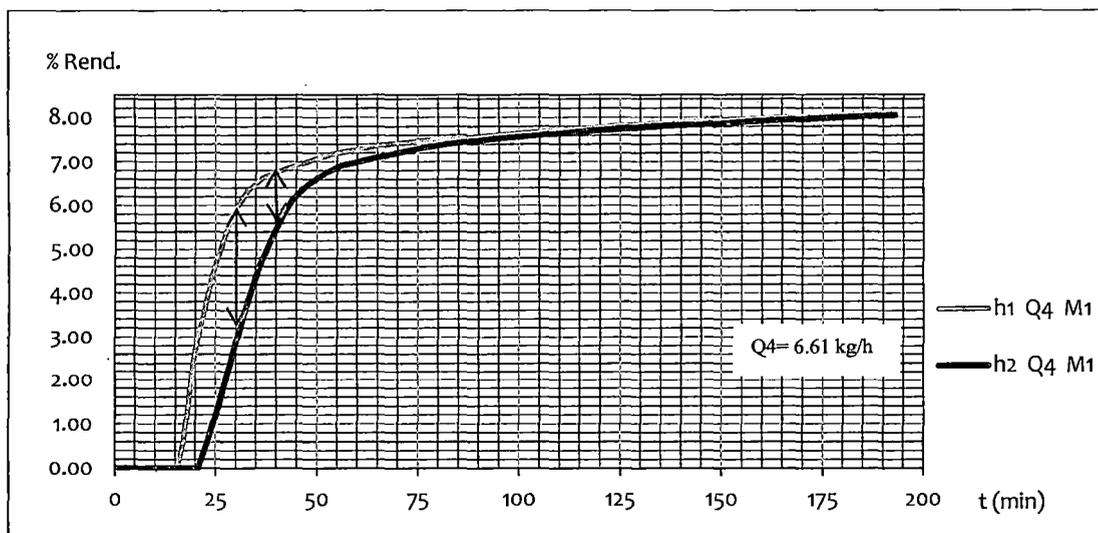


Figura 4.14 Curva de efecto del grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 54 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 Kg/h.
Fuente: Elaboración propia

En figura 4.14 se observa que para un tiempo “ $t < 75$ minutos” la línea de curva amarilla que corresponde a un lecho cuya altura de carga es igual a la longitud de su diámetro, tiene una desviación positiva (mayor rendimiento) con respecto a la curva roja que corresponde a un lecho cuya altura de carga es equivalente al doble de la longitud de su diámetro. En la misma gráfica se nota para un tiempo “ $t > 75$ minutos” ambas curvas se superponen sin tener diferencia significativa (igual rendimiento). El resultado es lo que se esperaba, un lecho con menor altura de carga alcanza el equilibrio térmico en menor tiempo que un lecho de mayor altura de carga por la doble resistencia y distancia que tiene que recorrer el flujo de vapor antes de llegar a la superficie externa del lecho.

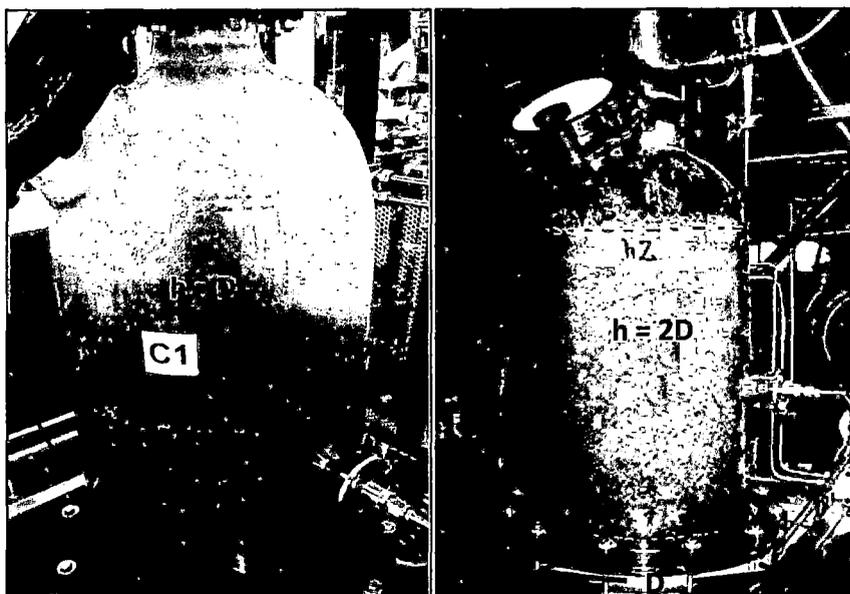


Figura 4.15 A la izquierda, lecho con altura de carga equivalente a longitud de su diámetro base. A la derecha, lecho con doble altura de carga equivalente al doble de la longitud de su diámetro base del lecho.

Tabla 4.11 Resumen de resultados de evaluación de efecto de grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 54 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 kg/h.

DATOS OBTENIDOS	Muestra	Muestra
	M2 Q4 h1	M2 Q4 h2
Peso de muestra (g)	11770.1	20000.3
Tipo de molienda	M2	M2
Flujo de vapor de agua inyectado (kg/h)	6.61	6.61
Flujo de vapor de agua en el tope (kg/h)	3.93	4.36
% de flujo de vapor de agua retenido	40.54	34.04
Constante de cinética e extracción	2.54	1.78
Altura de Lecho (m)	0.31	0.51
Diámetro de lecho (m)	0.308	0.308
Área transversal de lecho (m ²)	0.075	0.075
Volumen de lecho (L)	22.7	37.3
Tiempo en alcanzar el equilibrio térmico (min)	13	17
Tiempo de extracción (min)	100	100
Volumen obtenido (mL)	927	1546
% Rendimiento	7.9	7.8
% Recuperación	92.5	90.8

Fuente: Elaboración propia

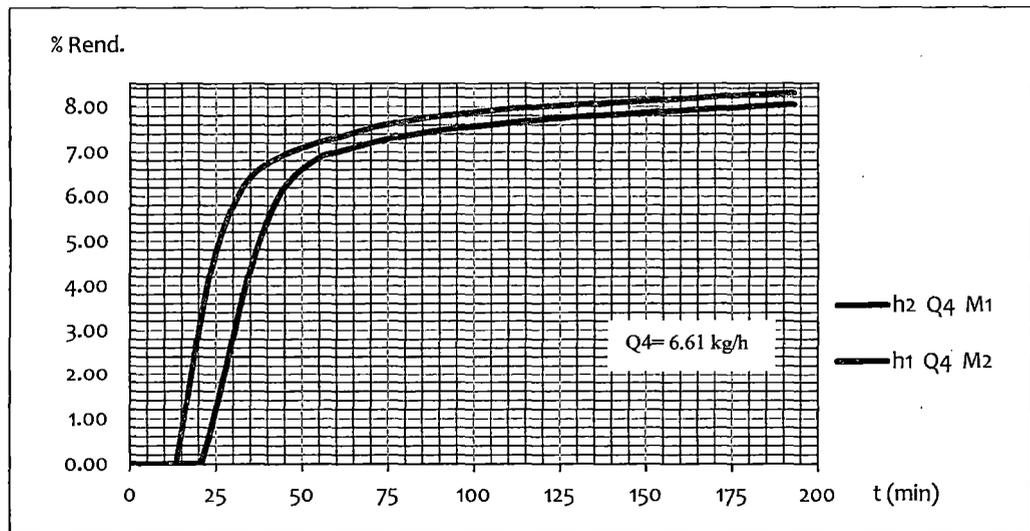


Figura 4.16 Curva de efecto del grado de molienda sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle en un lecho de 54 cm de altura y flujo óptimo de vapor inyectado, 6.61 kg/h.
Fuente: Elaboración propia.

Analizando los datos de la tabla 4.11 y figura 4.16 se puede observar que se obtienen rendimientos de 7.9 % y 7.8 % con alturas de carga 31 cm y 51 cm respectivamente, las constantes cinéticas de extracción también son cercanas $(1.39, 1.54) \left[\frac{g_{\text{aceite esencial}}}{g_{\text{materia prima}}} \right]^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$. A pesar que el lecho con altura de carga de 51 cm toma más tiempo en alcanzar el equilibrio térmico y presenta menos rendimiento de extracción en un tiempo “ $t < 50$ minutos”; por encima de 50 minutos de extracción los rendimientos de extracción son ligeramente diferentes no existiendo una diferencia notoria para ambas condiciones de altura de carga de lecho, con la única diferencia que en las mismas condiciones de trabajo se puede extraer mayor volumen de aceite esencial de molle trabajando con una altura de carga equivalente al doble de la longitud de diámetro base que con lecho cuya altura de carga sea igual a la longitud de su diámetro.

4.1.5 TIEMPO ÓPTIMO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE

El tiempo óptimo de operación en la extracción de aceite esencial de molle desde la perspectiva económico se determina trazando dos líneas tangentes a través de la curva de las figuras 4.4, 4.5, 4.7 y 4.8 donde el punto de intersección de ambas rectas proyectado al eje de abscisa es el tiempo óptimo de operación. Seguir extrayendo por encima de ese tiempo no es beneficioso económicamente porque el incremento de rendimiento de proceso de extracción es insignificante.

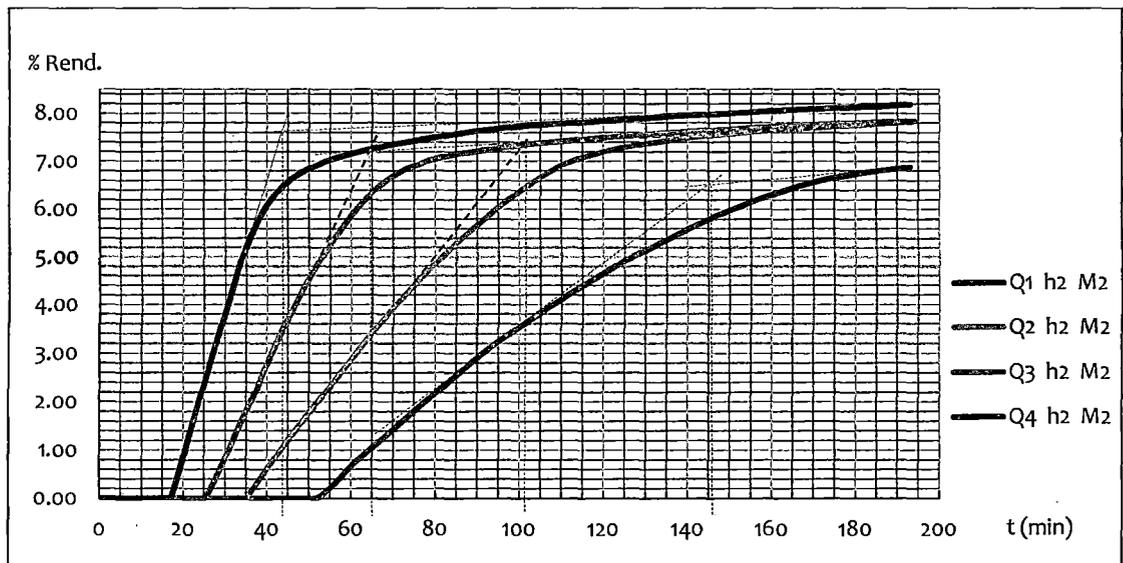


Figura 4.17 Punto de óptimo de operación en la extracción de aceite esencial de molle
Fuente: Elaboración propia

Tabla 4.12 Tiempo óptimo de extracción de aceite esencial de molle para cada experimento de combinación factorial.

	M1 (dp = 2.39 mm)				M2 (dp = 1.73 mm)			
	2.77 kg/h	3.54 kg/h	5.07 kg/h	6.61 kg/h	2.77 kg/h	3.54 kg/h	5.07 kg/h	6.61 kg/h
h1 (33 cm)	116 min	74 min	42 min	31 min	114 min	77 min	38 min	30 min
h2 (53 cm)	129 min	106 min	64 min	45 min	146 min	102 min	65 min	44 min

Fuente: Elaboración propia

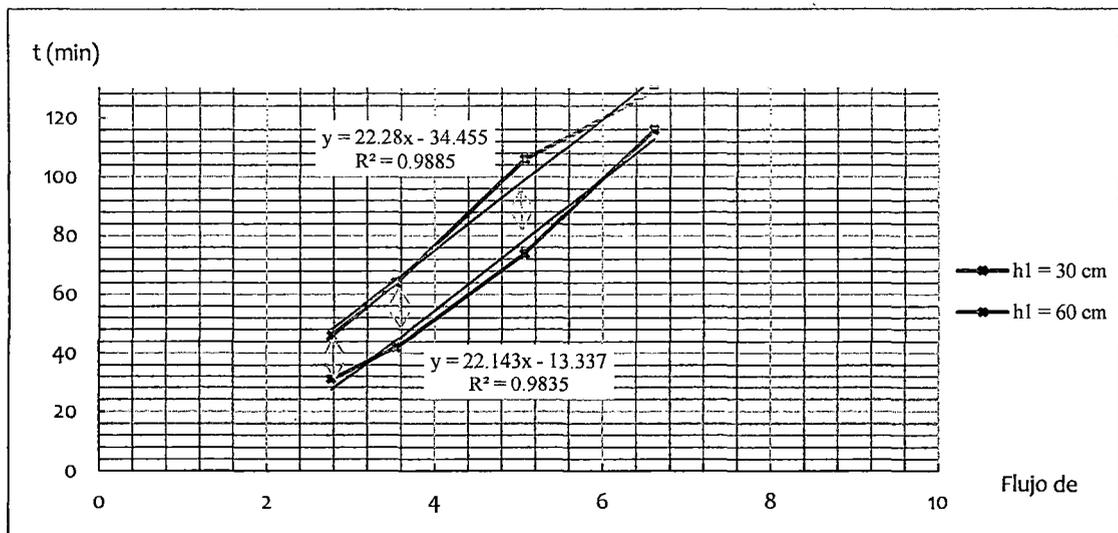


Figura 4.18 Efecto de altura de lecho en tiempo de extracción óptimo
Fuente: Elaboración propia

En la figura 4.18 se observa que al duplicar la altura de carga de lecho el tiempo óptimo de extracción se incrementa proporcionalmente en 1.42 ($t_{h2} = 1.42 \times t_{h1}$). Esto demuestra que al incrementar la carga de lecho se incrementa la resistencia hidráulica por el incremento de su área superficial. Del tabla 4.12 se observa que el flujo de vapor inyectado 6.61 kg/h tiene menor tiempo de operación (menor costo) a pesar que la altura de carga de lecho se ha duplicado.

4.2 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

En la producción de aceite esencial de molle son de interés estudiar el efecto en el rendimiento de extracción de cada uno o de variar de manera simultánea dos a tres factores como: flujo de vapor inyectado (2.77 kg/h, 3.54 kg/h, 5.07 kg/h, 6.61 kg/h); M, el grado de molienda que se traduce en diámetro promedio de partícula (2.39 mm y 1.73 mm); y h, la altura de carga de lecho en relación con el diámetro de la columna de lecho ($h1 = D$, $h2 = 2 \times D$). Para probar estos efectos significativos se realiza el análisis de varianza de experimento factorial.

El análisis de varianza de este experimento con tres factores se ha hecho uso de observaciones repetidas en un diseño completamente aleatorizado, haciendo una réplica de cada una de las combinaciones de los tratamiento que se determinan por “4” niveles del factor **Flujo de vapor**, “2” niveles del factor **grado de molienda** y “2” niveles del factor **altura de carga de lecho**. Las observaciones se clasifican por medio de un arreglo rectangular donde los renglones representan los niveles del factor **Altura de carga** y las columnas los niveles del factor **flujo de vapor y grado de molienda** de modo que tenemos 4*2*2*2 observaciones, ver tabla 4.13. Para cada uno de estos casos es importante no sólo determinar si los tres factores tienen una influencia significativa en la respuesta (rendimiento), sino también si hay una interacción significativa entre los tres factores a evaluarse.

Tabla 4.13 Asignación aleatorio de número de experimento para cada combinación factorial.

	M1 (2.39 mm)				M2 (1.73 mm)			
	2.77 kg/h	3.54 kg/h	5.07 kg/h	6.61 kg/h	2.77 kg/h	3.54 kg/h	5.07 kg/h	6.61 kg/h
h1 (33 cm)	08 25	17 22	01 26	28 07	20 05	15 27	04 30	03 13
h2 (53 cm)	09 24	11 18	06 23	19 12	31 10	02 32	14 29	21 16

Fuente: Elaboración propia

TABLA 4.14 Rendimiento porcentual de extracción de aceite esencial de molle ($\frac{mL_{aceite\ esencial}}{kg_{semillas}}$) con diferentes niveles de flujo de vapor (Q), grado de molienda (M1 y M2) y altura de carga de lecho (h).

	M1 (2.39 mm)				M2 (1.73 mm)			
	2.77 kg/h	3.54 kg/h	5.07 kg/h	6.61 kg/h	2.77 kg/h	3.54 kg/h	5.07 kg/h	6.61 kg/h
h1 (33 cm)	5.02 5.05	6.47 6.43	7.47 7.50	7.65 7.69	5.06 5.11	6.80 6.78	7.66 7.70	7.86 7.82
h2 (53 cm)	4.48 4.53	5.88 5.90	7.01 6.98	7.54 7.57	3.54 3.58	6.36 6.34	7.33 7.29	7.73 7.68

Fuente: Elaboración propia

El rendimiento porcentual está expresado como:

$$\%Rend = \left(\frac{mL_{aceite\ esencial\ obtenido}}{g_{semilla\ de\ molle\ empleado}} \right) * 100$$

La interpretación ambas tablas es: El experimento N° 01 se ha realizado bajo la combinación factorial de flujo de vapor de agua inyectado “5.07 kg/h”, grado de molienda “M1 (dp = 2.39 mm)” y altura de carga de lecho “33 cm”, obteniendo un rendimiento de 7.47 %; el experimento N° 02 se ejecutó bajo la combinación factorial de caudal de vapor de agua inyectado “3.54 kg/h”, grado de molienda “M2 (dp = 1.73 mm)” y altura de carga de lecho “53 cm”, obteniendo un rendimiento de 6.36 % y así sucesivamente.

Para evaluar los datos experimentales obtenidos de acuerdo a la tabla 4.15 y predecir el comportamiento sobre el rendimiento de extracción de las factores como el flujo de vapor de agua inyectado al lecho, el grado de molienda de las semillas de molle y la altura de carga de lecho se hará uso de herramienta de software estadístico SPSS 15.0, Alimentando los datos al software se obtiene la tabla 4.16.

Todas las observaciones de la tabla 4.16 constituyen una muestra aleatoria de una población distribuida normalmente con media μ (6.49) y varianza σ^2 (1.30). Las hipótesis nulas y alternativas a probar son:

1. $H_0^1: Q_1 = Q_2 = Q_3 = Q_4 = 0$
 H_a^1 : Al menos uno de los efectos de i-ésimo nivel del factor “Q” es diferente de cero
2. $H_0^2: h_1 = h_2 = 0$
 H_a^2 : Al menos uno de los efectos de i-ésimo nivel del factor “h” es diferente de cero
3. $H_0^3: dp_1 = dp_2 = 0$
 H_a^3 : Al menos uno de los efectos de i-ésimo nivel del factor “dp” es diferente de cero
4. $H_0^4: (Q.h)_{11} = (Q.h)_{12} = (Q.h)_{ij} = 0$
 H_a^4 : Al menos uno de los efectos de ij-ésimo nivel del factor “Q*h” es diferente de cero
5. $H_0^5: (Q.dp)_{11} = (Q.dp)_{12} = (\alpha\gamma)_{ij} = 0$
 H_a^5 : Al menos uno de los efectos de ij-ésimo nivel del factor “Q*dp” es diferente de cero
6. $H_0^6: (h.dp)_{11} = (h.dp)_{12} = (h.dp)_{ij} = 0$
 H_a^6 : Al menos uno de los efectos de ij-ésimo nivel del factor “h*dp” es diferente de cero
7. $H_0^7: (Q.h.dp)_{111} = (Q.h.dp)_{112} = (Q.h.dp)_{ijk} = 0$
 H_a^7 : Al menos uno de los efectos de ijk-ésimo nivel del factor “Q*h*dp” es diferente de cero

Donde los factores son:

Q: flujo de vapor de agua inyectado “kg/h”, con cuatro niveles

h: Altura de carga de lecho “m”, con dos niveles

dp: Diámetro promedio de partícula de distintos tipos molienda “mm”, con dos niveles

Tabla 4.15 Datos experimentales obtenidos del diseño experimental de extracción de aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua.

Ensayo N°	Masa empleada (g)	Flujo Vapor (kg/h)	Grado de Molienda	Altura de Carga (cm)	Aceite Extraído (mL)	Rendimiento de extracción %	Tiempo en alcanzar equilibrio térmico (min)	% recuperación
8	11767	2.77	M1	36	601.6	5.02	42.5	60.08
17	11772	3.54	M1	36	762.0	6.47	32.7	76.06
01	11758	5.07	M1	36	878.5	7.47	17.9	87.88
28	11768	6.61	M1	36	900.0	7.65	15.5	89.87
20	11768	2.77	M2	30.5	595.2	5.06	42.3	59.43
15	11769	3.54	M2	30.5	800.0	6.80	32.2	78.87
04	11768	5.07	M2	30.5	898.4	7.66	16.0	89.67
03	11770	6.61	M2	30.5	927.8	7.86	13.3	92.55
09	20469	2.77	M1	54	917.7	4.48	44.0	52.68
11	20484	3.54	M1	54	1205.3	5.88	43.2	69.14
06	20487	5.07	M1	54	1436.7	7.01	28.5	82.46
19	20484	6.61	M1	54	1551.4	7.54	20.6	88.98
31	20476	2.77	M2	52	724.1	3.54	51.7	41.55
02	20471	3.54	M2	52	1306.7	6.36	34.2	74.97
14	20479	5.07	M2	52	1502.6	7.33	25.2	86.18
21	20000	6.61	M2	52	1546.0	7.73	21.5	90.83
25	11759	2.77	M1	36	602.2	5.05	45.3	60.18
22	11765	3.54	M1	36	761.4	6.43	31.8	76.04
26	11778	5.07	M1	36	879.3	7.50	19.2	87.73
07	11757	6.61	M1	36	903.8	7.69	14.6	90.33
05	11771	2.77	M2	30.5	597.7	5.11	48.7	59.67
27	11779	3.54	M2	30.5	798.6	6.78	31.3	79.67
30	11763	5.07	M2	30.5	900.9	7.70	18.4	89.99
13	11773	6.61	M2	30.5	926.2	7.82	12.9	92.45
24	20474	2.77	M1	54	919.1	4.53	43.5	52.75
18	20482	3.54	M1	54	1207.8	5.90	45.7	69.29
23	20480	5.07	M1	54	1435.0	6.98	30.1	82.34
12	20467	6.61	M1	54	1544.3	7.57	23.2	88.65
10	20481	2.77	M2	52	727.9	3.58	49.5	41.76
32	20469	3.54	M2	52	1302.7	6.34	34.9	74.79
29	20478	5.07	M2	52	1501.1	7.29	23.8	86.14
16	20466	6.61	M2	52	1554.6	7.68	22.4	89.26

El análisis de varianza generado por el software se muestra en la tabla 4.16, mas abajo se señalará las pruebas de significancia para los tres efectos principales e interacciones que se involucra.

Tabla 4.16 Salida de resultados de ANOVA del software SPSS15.0 de los datos experimentales de extracción de aceite esencial de molle por arrastre con vapor de agua.

Fuente	Suma de cuadrados tipo I	gl	Media cuadrática	F	Significación P(0.05)
Modelo corregido	6.244(b)	15	0.416	208.801	0.000
Intersección	1894.201	1	1894.201	950069.592	0.000
Q	5.135	3	1.712	858.545	0.000
dp	0.088	1	0.088	44.238	0.000
h	0.009	1	0.009	4.571	0.048
Q * dp	0.534	3	0.178	89.317	0.000
Q * h	0.401	3	0.134	67.070	0.000
dp * h	0.067	1	0.067	33.411	0.000
Q * dp * h	0.010	3	0.003	1.666	0.214
Error	0.032	16	0.002		
Total	1900.478	32			
Total corregida	6.276	31			

a Calculado con $\alpha = 0.05$

b R cuadrado = 0.995 (R cuadrado corregida = 0.990)

Fuente: Elaboración propia

Analizando la tabla de ANOVA se concluye:

1. Rechazar la H_0^1 y concluir que los diversos niveles de Flujo de vapor inyectado tiene como resultado diferentes rendimientos en la extracción de aceite esencial de molle. El valor P es aproximadamente 0.00, menor que el nivel de significancia asumido 5%.
2. Rechazar la H_0^2 y concluir que el rendimientos en la extracción de aceite esencial de molle no son las mismas en los diversos niveles de diámetro de partícula (grado de molturación de semillas de molle). El valor P es aproximadamente 0.00, menor que el nivel de significancia asumido 5%.

3. El efecto de los diferentes niveles de altura de carga de lecho apenas es significativa en el nivel de $\alpha=0.05$, es decir, no tiene mucho efecto sobre el rendimiento si se trabaja con lecho cuya altura es igual al diámetro base de la columna. En este punto hay que hacer algún tipo de interpretación para enfatizar la significancia estadística del efecto verdadero de altura de carga de lecho sobre el rendimiento.

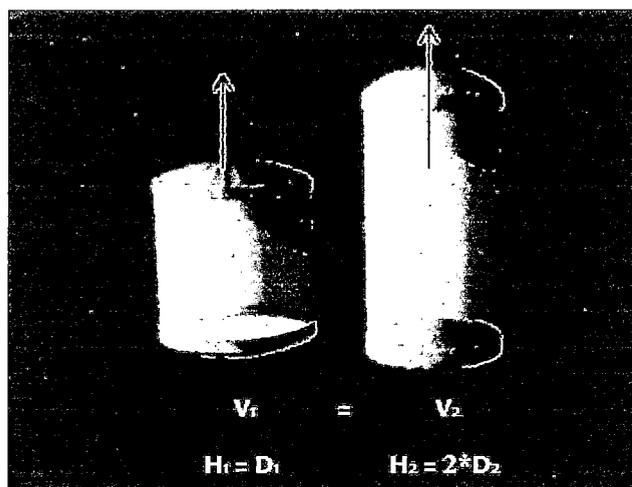


Figura 4.19 Dos tipos de diseño de columna del extractor de aceite esencial. Primera, columna cuya altura de lecho es equivalente a la longitud de su diámetro; segunda, columna del extractor cuya altura de carga es equivalente al doble de su diámetro. Este último asegura que el flujo de vapor no se expanda mucho y se distribuya en forma de flujo pistón.

De la conclusión anterior se puede inferir que un diseño de columna de extractor de aceite esencial que tiene una altura de lecho equivalente al doble de su diámetro base tiene un mejor desempeño que un extractor con columna de extracción cuya altura de lecho es equivalente a su diámetro base. Consideremos que una misma cantidad de flujo de vapor de agua inyectado pasa por ambas columnas de lecho de igual volumen de carga ($V_1=V_2$), tendremos los siguientes efectos: al pasar el flujo de vapor por una sección transversal de mayor área sufre mayor expansión, disminuyendo su velocidad; al contrario si pasa por una sección menos estrecha se

expande menos y tiene mayor velocidad (flujo pistón) al circular por toda la porosidad de carga del lecho.

4. Rechazar las tres hipótesis nulas H_0^4 , H_0^5 y H_0^6 y aceptar la hipótesis alterna de que la interacción de dos factores ($Q*dp$, $Q*h$, $dp*h$) tienen un efecto significativo sobre el rendimiento en la operación de extracción de aceites esenciales.
5. Aceptar la hipótesis nula H_0^7 , el efecto de la interacción de los tres factores ($Q*h*dp$) no es significativo sobre el rendimiento en la extracción ($P=0.214 >0.05$, a nivel de significancia $\alpha=0.05$). En experimentos factoriales es común que el efecto de interacción de tres o más factores sea insignificante.

Se debe discutir más el impacto de las interacciones de los factores (flujo de vapor, grado de molienda y altura de lecho) sobre el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle. Cada uno de esos factores se evaluará en dos niveles. Denotamos esos niveles como “alto” y “bajo”. Este diseño factorial requiere que cada nivel de todos los factores ocurra con cada nivel de todos los demás factores.

Niveles codificados	-1	+1
Q Caudal de vapor inyectado, kg/h	2.77	6.61
dp Diámetro de partícula, mm	1.73	2.39
h Altura de carga de lecho, m	0.33	0.53

Fuente: Elaboración propia

El propósito es determinar cuáles efectos (efectos principales y de interacción) influyen significativamente en el rendimiento de extracción de aceite esencial de molle por arrastre de vapor.

Interpretación de la interacción de las media de dos factores, se tiene:

	6.61	7.77	7.61
Q (caudal de vapor, kg/h)	2.77	4.32	4.77
		1.73	2.39
		dp (mm)	

En la extracción de aceite esencial, el efecto de flujo de vapor de agua inyectado sobre el rendimiento es altamente positivo (significativo) a pesar del nivel de molturación que hayan sufrido las semillas de molle pero claramente más positivo en partículas de menor granulometría (mayor liberación de aceite esencial). El tipo de molturación de las semillas de molle tiene un efecto positivo sobre el rendimiento de extracción a bajos niveles de flujo de vapor. En resumen, combinando ambos factores se obtiene mayor rendimiento en la extracción de aceite esencial trabajando a altos flujos de vapor de agua y semillas de molle con mayor grado de molturación.

La tabla anterior, nos indica que cuando se trabaje con flujos muy bajos de vapor de agua se debe evitar trabajar con material excesivamente molido (fino), por ser un flujo de vapor insuficiente para vencer la resistencia hidráulica de lecho y sufrir mayor condensación y reflujo de condensando hacia el fondo del lecho (inundación de porosidad de lecho). Cuando se disponga de un buen flujo de vapor capaz de atravesar las cavidades de lecho sin mayor dificultad se puede trabajar con semillas de molle de granulometría ligeramente fina con el cual se obtendrá mayor rendimiento de extracción

dp (diámetro de partícula, mm)	2.39	6.66	6.24
	1.73	6.85	6.23
		33	53
		h	
		(altura de relleno de lecho, cm)	

Al incrementar la altura de carga de lecho este tiene un efecto negativo en el rendimiento de extracción en los dos niveles de grado de molienda. Esto es lógico debido a que cuando se incrementa la carga también se incrementa la resistencia al paso de flujo de vapor, pero lo destacable es que al duplicarse la carga se duplica también la producción por Bach de aceite esencial. El efecto de nivel más bajo del grado de molturación sobre el rendimiento de extracción es positivo a menor nivel de altura de carga de lecho e indistinto a mayor altura de carga. En resumen, se tendrá mayor rendimiento en la extracción de aceite esencial de molle (considerando el volumen de producción) si se trabaja en condiciones de grado de molturación apropiada (no muy fina, sin exceso de molienda) y altura de columna de carga equivalente a dos veces el diámetro de base de lecho.

Q (caudal de vapor, kg/h)	6.61	7.76	7.63
	2.77	5.06	4.03
		33	53
		h	
		(diámetro de partícula, mm)	

Se puede observar que al incrementar el flujo de vapor de agua inyectado tiene un efecto positivo sobre el rendimiento de extracción en ambos niveles de carga de lecho, el incremento es mayor a mayor nivel de carga. El efecto de la altura de carga es negativo a bajos niveles de flujo de vapor, pero el efecto negativo de altura carga disminuye al aumentar el nivel de flujo de vapor de agua inyectado. Para obtener mayor rendimiento en la extracción de aceite esencial de molle el flujo de inyección de vapor de agua debe ser suficientemente necesario para vencer la resistencia hidráulica del lecho para evitar la condensación de vapores y posterior reflujos hacia el fondo del lecho.

4.3 BALANCE DE MATERIA Y ENERGÍA

El balance de materia se realizará en el condensador y la columna de extracción de aceite esencial. El balance de materia y energía del generador de vapor ya no se realizará en este punto puesto que se realizó en el capítulo 3 para la evaluación preliminar del generador.

4.3.1 BALANCE DE ENERGÍA EN EL CONDENSADOR

Para realizar el balance de energía en el condensador se considera el cambio de fase que sufre la mezcla de flujo de vapor de agua y aceite esencial. El condensador empleado se muestra en la figura 4.20 y tiene las siguientes características:

TUBO

Numero de tubos: 13
Longitud: 0.505 m
Diámetro externo: 0.0127 m
Espesor: 1.5 mm

CARCAZA

Longitud: 0.505 m
Longitud de casco: 0.045 m
Diámetro externo: 0.1016 m
Espesor: 1.65 mm

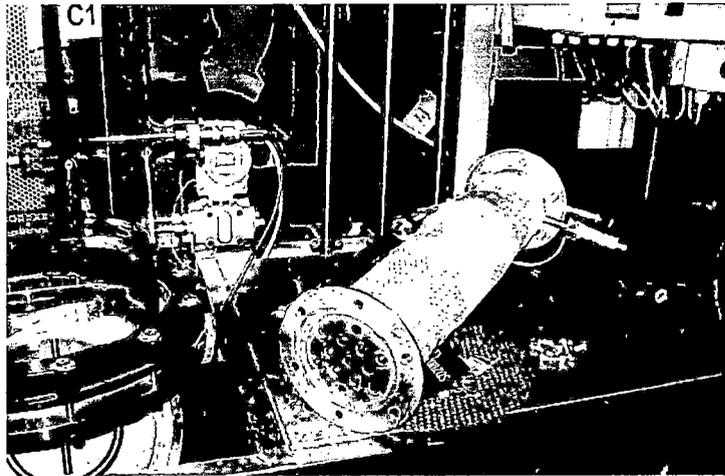


Figura 4.20 Intercambiador de calor de tubos y carcaza de un paso empleado para condensar la mezcla de vapor de agua y aceite esencial.

Para el cálculo se ha hecho la suposición de transferencia de calor insignificante entre el intercambiador y los alrededores, y cambios de energía cinética y potencial despreciables. Para las propiedades físicas, la mezcla de flujo de vapor de agua y aceite esencial se ha supuesto como flujo únicamente de vapor de agua debido a que la proporción de flujo de aceite esencial es mínimo en comparación al flujo de agua.

- **Energía transferida desde el lado de flujo de vapor caliente hacia la superficie externa de los tubos.**

$$q_{\text{total,c}} = q_1 + q_2 \dots\dots\dots (4.1)$$

Donde:

$q_{\text{total,c}}$: Energía transferida total transferida por el vapor de agua caliente

q_1 : Energía transferida por la condensación de vapor a 68°C

q_2 : Energía transferida por el enfriamiento de vapor condensado de 68°C a 21°C

- Energía transferida por la condensación de vapor agua a 68°C

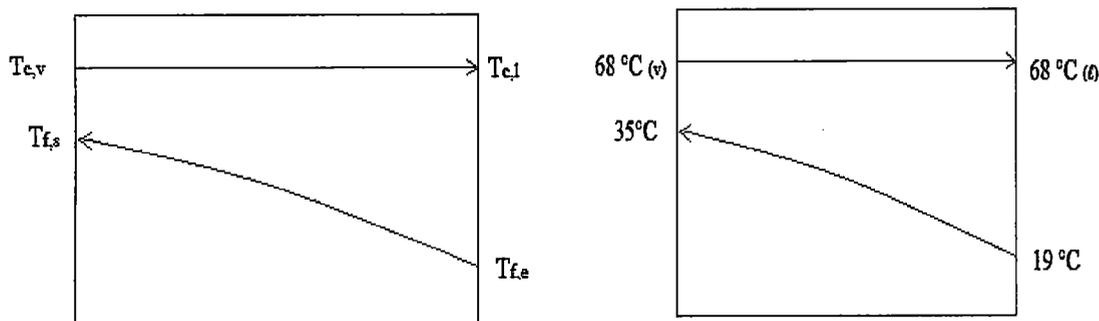


FIGURA 4.21 Condición especial de intercambiador donde ocurre la condensación del flujo de vapor de mezcla de aceite esencial y agua a 68 °C. La línea azul representa al agua de refrigeración y la línea roja al flujo de vapor caliente de la mezcla agua-aceite esencial.

$$q_1 = \dot{m}_c * (h_{fg}) \dots\dots\dots (4.2)$$

$$q_1 = 4.36 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 2342 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$$

$$q_1 = 10211.12 \frac{\text{kJ}}{\text{h}}$$

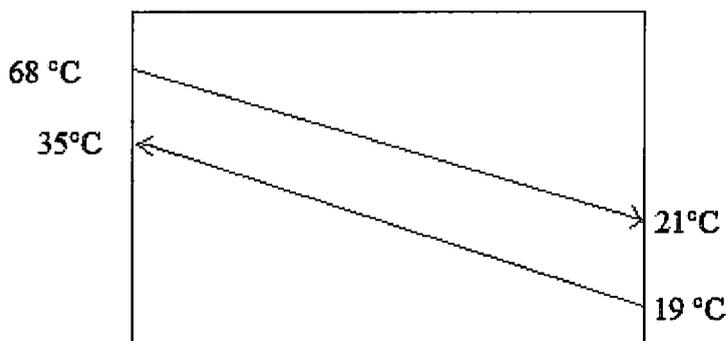
Donde:

q_1 : Energía latente transferida por la condensación

\dot{m}_c : Flujo másico de vapor de agua que atraviesa la superficie del lecho

h_{fg} : Entalpía de vaporización de agua

- Energía transferida por el enfriamiento de vapor condensado de 68°C a 21°C :



$$q_2 = \dot{m}_c * c_{p,c} * (T_{c,e} - T_{c,s}) \dots\dots (4.3)$$

$$q_2 = 4.36 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 4.179 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * (68 - 21)^\circ\text{C}$$

$$q_2 = 856.36 \frac{\text{kJ}}{\text{h}}$$

Donde:

\dot{m}_c : Flujo másico de vapor de agua

$C_{p,c}$: Calor específico de agua

$T_{c,e}$: Temperatura de entrada de flujo de vapor caliente

$T_{c,s}$: Temperatura de salida de flujo de vapor caliente

– Energía total transferida del flujo de vapor de agua caliente:

$$q_{\text{total,c}} = q_1 + q_2 = 11067.48 \frac{\text{kJ}}{\text{h}}$$

➤ **Energía absorbida por el flujo de agua refrigerante alimentado al condensador**

Como el área de transferencia de calor entre los fluidos caliente y frío es la misma se puede comprobarse que la energía absorbida por el agua de enfriamiento es la misma cantidad de energía que libera el fluido caliente:

$$q_f = \dot{m}_f * c_{p,f} * (T_{f,s} - T_{f,e}) \dots\dots\dots (4.4)$$

$$q_f = 165.50 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 4.179 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * (35 - 19)^\circ\text{C}$$

$$q_3 = 11066.00 \frac{\text{kJ}}{\text{h}}$$

Donde:

\dot{m}_f : Flujo másico de agua refrigerante

$C_{p,f}$: Calor específico de agua

$T_{f,e}$: Temperatura de entrada de flujo de agua refrigerante

$T_{f,s}$: Temperatura de salida de flujo de agua refrigerante

4.3.2 BALANCE DE MATERIA EN LA COLUMNA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL

Realizando balance de materia para la operación de extracción de aceite esencial de molle, se obtiene:

$$\text{Masa entrada} - \text{Masa salida} + \text{Masa generada} = \text{Masa acumulada} \dots\dots\dots (4.5)$$

En este tipo de operación de extracción no hay reacción química por lo tanto no existe generación, parte de flujo de vapor de agua inyectado al lecho sufre condensación y refluja hacia el fondo acumulándose. Puesto que la operación de extracción es Batch, se puede realizar el Balance de materia por componente.

➤ Agua

Al iniciar la operación de extracción el flujo de vapor de agua inyectado pasa a través de los poros del lecho, a medida que se desarrolla la extracción parte de éste flujo se condensa debido a la diferencia inicial de temperatura entre él y las semillas de molle; luego de alcanzar el equilibrio térmico el vapor condensado es evaporado para luego pasar como mezcla aceite esencial-vapor hacia el condensador. El vapor de agua condensado y retenido en el fondo de lecho es debido a la condensación fraccional del flujo de vapor de agua al sufrir una expansión súbita en el punto de inyección.

Tiempo de extracción: 100 minutos

Flujo de vapor de agua inyectado: 6.61 kg/h

Flujo de vapor de agua acumulado en fondo: 2.06 kg/h

Flujo de vapor de agua a salida del lecho: 4.36 kg/h

Masa de vapor de agua absorbida por las semillas de molle (lecho): 0.19 kg/h

$$m_{\text{entrada}} - m_{\text{salida}} + m_{\text{generada}} = m_{\text{acumulada en el lecho}}$$

$$m_{\text{generada}} = 0$$

$$m_{\text{agua acumulado}} \left(\frac{\text{kg}}{\text{Bach}} \right) = 6.61 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 1.67 \frac{\text{h}}{\text{Bach}} - 4.36 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 1.67 \frac{\text{h}}{\text{Bach}} + 0$$
$$m_{\text{agua acumulada}} = 3.76 \frac{\text{kg}}{\text{Bach}}$$

$$m_{\text{agua acumulada}} = m_{\text{agua retenida en fondo}} + m_{\text{agua absorbida por semillas}}$$

$$m_{\text{agua absorbida por semillas}} = m_{\text{agua acumulada}} - m_{\text{agua retenida en fondo}}$$

$$m_{\text{agua absorbida por semillas}} = 3.76 \frac{\text{kg}}{\text{Bach}} - 2.06 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 1.67 \frac{\text{h}}{\text{Bach}}$$

$$m_{\text{agua absorbida por semillas}} = 0.32 \frac{\text{kg}}{\text{Bach}}$$

➤ **Aceite esencial de molle:**

Contenido de aceite esencial en semillas de molle: 8.50 %

Contenido de humedad en semillas de molle: 9.2 %

Cantidad de semilla empleada: 20.0003 kg

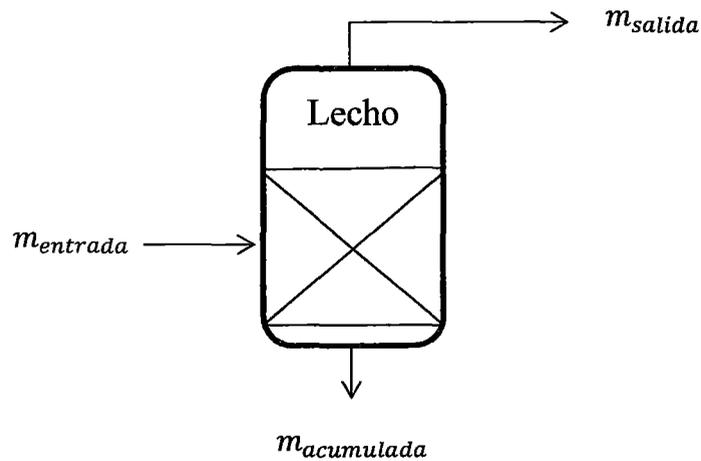
Tiempo de extracción: 1.67 h

Masa de vapor de agua absorbida por las semillas de molle (lecho): 0.19 kg/h

Producción por Bach de aceite esencial: 1.546 L

Rendimiento de extracción de aceite esencial de molle: 7.73 %

Porcentaje de recuperación de aceite esencial contenida en la semilla de molle: 90.8 %



$$m_{acumulada \text{ en el lecho}} = m_{entrada} - m_{salida}$$

$$m_{entrada} = m_{semilla \text{ de molle}} + m_{vapor \text{ de agua}}$$

$$m_{entrada} = 20.0003 \frac{kg}{Bach} + 6.61 \frac{kg}{h} * 1.67 \frac{h}{Bach}$$

$$m_{entrada} = 20.0003 \frac{kg}{Bach} + 11.039 \frac{kg}{Bach}$$

$$m_{entrada} = 31.039 \frac{kg}{Bach}$$

4.3.2.1 Composición fraccional de la semilla molle a la entrada del extractor

Dato:

Rendimiento máximo de extracción = 8.50 %

El peso total de aceite esencial que se puede obtener de 20.00 kg de semilla de molle es:

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{m_{L.a.e}}{m_{muestra}} * 100 \dots\dots\dots (4.6)$$

$$V_{a.esencial} = \frac{\% \text{ rend.} * m_{semilla}}{100}$$

$$V_{a.esencial} = 0.085 \frac{\text{mL}}{\text{g}} * 20\ 000.3 \text{ g}$$

$$V_{a.esencial} = 1700.026 \text{ mL}$$

$$\rho_{a.esencial} = 0.8354 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$m_{a.esencial} = 1700.026 \text{ mL} * 0.8354 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$m_{a.esencial} = 1420.20 \text{ g}$$

Donde:

$V_{a.esencial}$, Volumen de aceite esencial de molle que se puede extraer completamente

$\rho_{a.esencial}$, Densidad de aceite esencial de molle

$m_{a.esencial}$, Peso de aceite esencial de molle inicial que entra al extractor

Con los datos anteriores se puede calcular se puede calcular la composición fraccional de la semilla de molle:

$$x_{\text{agua}} = 0.092$$

$$x_{a.esencial} = \frac{1420.20 \text{ g}}{20\ 000.3 \text{ g}} = 0.071$$

$$x_{\text{materia restante}} = 0.837$$

Donde:

x_{agua} , Fracción de humedad de la semilla al inicio de extracción

$x_{a.esencial}$, Fracción de aceite esencial en la semilla de molle al inicio de extracción

$x_{\text{materia restante}}$, Fracción de materia restante de la semilla de molle

4.3.2.2 Balance de materia en la salida de columna del extractor de aceite esencial

Agua

$$m_{\text{agua s.ext}} = 4.36 \frac{\text{kg}}{\text{h}} * 1.67 \frac{\text{h}}{\text{Bach}}$$

$$m_{\text{agua s.ext}} = 7.281 \frac{\text{kg}}{\text{Bach}}$$

Aceite esencial

$$m_{\text{aceite esencial}} = V_{\text{ext.Bach}} * \rho_{\text{a.esencial}}$$

$$m_{\text{aceite esencial}} = 1.546 \frac{\text{L}}{\text{Bach}} * 0.8354 \frac{\text{kg}}{\text{L}}$$

$$m_{\text{aceite esencial}} = 1.292 \frac{\text{kg}}{\text{Bach}}$$

4.3.2.3 Balance de materia en fondo de la columna del extractor de aceite esencial

$$m_{\text{sem.agot}} = m_{\text{sem.in}} - m_{\text{a.e.ext}} + m_{\text{agua.r.f}} \dots\dots\dots (4.7)$$

Donde:

$m_{\text{sem.agot}}$, peso de la semilla de molle agotada al finalizar la extracción

$m_{\text{sem.in}}$, peso de la semilla de molle inicial

$m_{\text{a.e.ext}}$, peso de aceite esencial residual en la semilla de molle agotada

$m_{\text{agua.r.f}}$, peso de vapor de agua retenido en la semilla de molle agotada

$$m_{\text{sem.agot}} = 20.000 \frac{\text{kg}}{\text{bach}} - 1.29 \frac{\text{kg}}{\text{bach}} + 0.32 \frac{\text{kg}}{\text{bach}}$$

$$m_{\text{sem.agot}} = 19.03 \frac{\text{kg}}{\text{bach}}$$

Agua acumulada en el fondo del destilador

$$m_{ac.fondo} = 2.06 \frac{kg}{h} * 1.67 \frac{h}{Bach}$$

$$m_{ac.fondo} = 3.44 \frac{kg}{bach}$$

Componentes fraccionales de la semilla de molle agotadas

$$m_{a.e.r} = m_{a.e.e} - m_{a.e.s}$$

$$m_{a.e.r} = 1.420 \frac{kg}{Bach} - 1.292 \frac{kg}{Bach}$$

$$m_{a.e.r} = 0.128 \frac{kg}{Bach}$$

Donde:

$m_{a.e.r}$, peso de aceite esencial de molle retenido en la semilla de molle agotada

$m_{a.e.e}$, peso de aceite esencial de molle a la entrada del destilador

$m_{a.e.s}$, peso de aceite esencial de molle a la salida del destilador

Al reemplazar los datos anteriores calculados, se tiene las fracciones:

$$x_{agua,s,a} = 0.1135 \text{ (Humedad retenida en las semillas al finalizar la extracción)}$$

$$x_{a,esen,s,a} = \frac{m_{a.e.r}}{m_{sem.agot}} = \frac{0.128 \frac{kg}{Bach}}{19.03 \frac{kg}{bach}}$$

$$x_{a,esen,s,a} = 0.0068$$

$$x_{m.s.a} = 1 - x_{\text{agua,s.a}} - x_{\text{a,esen,s.a}}$$

$$x_{m.s.a} = 1 - 0.1135 - 0.0068$$

$$x_{m.s.a} = 0.8797$$

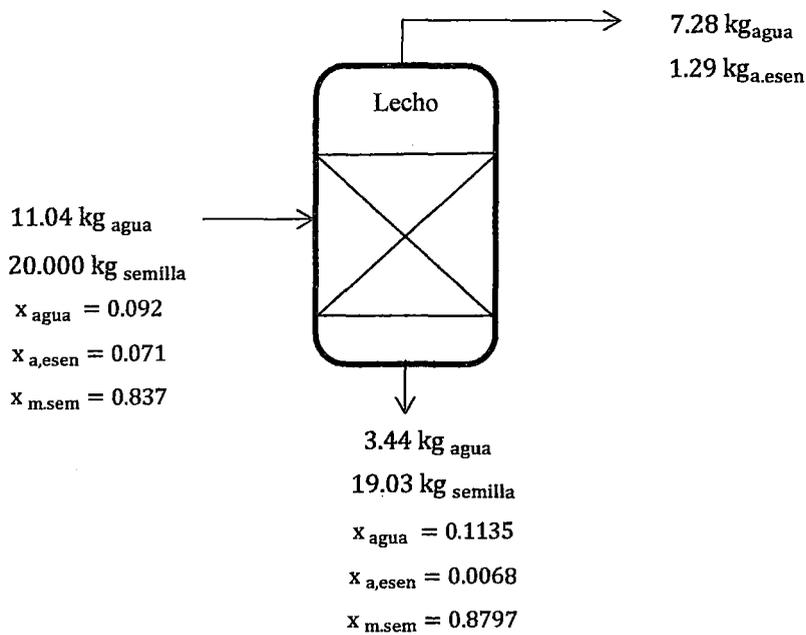
Donde:

$x_{\text{agua,s.a}}$, fracción de agua en semilla agotada

$x_{\text{a,esen,s.a}}$, fracción de aceite esencial en la semilla de molle agotada

$x_{m.s.a}$, fracción de materia restante de la semilla de molle agotada

Resumen esquemático de balance de materia en la columna de extractor para aceite esencial de molle por batch:



4.4 BALANCE DE ENERGÍA MECÁNICA EN LECHO RELLENO DE SEMILLAS DE MOLLE ²⁰

Considerando el sistema de flujo de la figura 4.22, un balance de energía mecánica entre los puntos de entrada y salida del flujo se tiene:

$$\frac{g}{g_c} \Delta z + \Delta \left(\frac{u^2}{2g_c} \right) + \int \frac{dp}{\rho} + W_s + \Sigma F = 0 \quad \left[\frac{J}{kg} \right] \dots (4.8)$$

Consideraciones:

- Término de fricción, ΣF . La pérdida friccional para este tipo de lecho es muy grande debido a que la sección interfacial es muy grande.

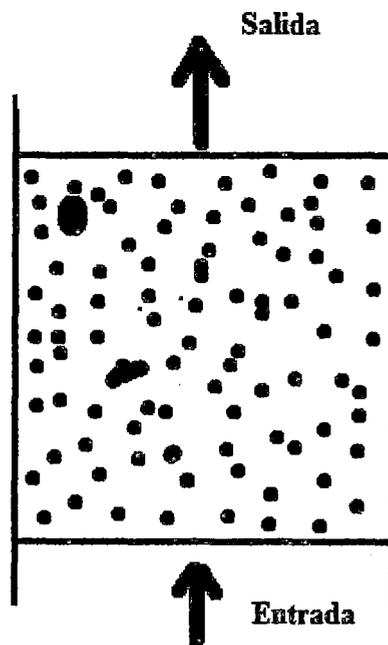


Figura 4.22 representación del flujo de vapor de agua a través del lecho

²⁰ Levenspiel Octave, "FLUJO DE FLUIDOS E INTERCAMBIO DE CALOR" – Oregon State University Corvallis, - Editorial Reverté, s.a, 1993 - Impreso en España. Página 127 – 129.

- Término de energía potencial, $\frac{g}{g_c} \Delta z$. Para gases es normalmente despreciable.
- Término de trabajo de flujo, W_s . Normalmente se puede despreciar.
- Término de trabajo debido para gases que presentan grandes cambios de densidad, $\int \frac{dp}{\rho}$
- Cuando la pérdida de presión friccional es grande, es decir, cuando $\Delta P > 0.1\bar{p}$ se tiene en cuenta la variación de la densidad con la presión.

Por tanto, despreciando los términos de la energía cinética y potencial, dividiendo por u^2 e introduciendo la velocidad másica superficial $G_o = (u \cdot \epsilon)_p$

$$\int \frac{\rho_g dp}{G_o^2} + \frac{150(1-\epsilon)\mu h}{g_c \epsilon^3 dp^2 G_o} + \frac{1.75(1-\epsilon)h}{g_c \epsilon^3 dp} = 0 \quad \dots\dots\dots (4.9)$$

Como la densidad varía con la presión:

$$\rho_g = \left(\frac{\bar{M}_g}{RT}\right) \cdot P \quad \dots\dots\dots (4.10)$$

Integrando desde el punto de entrada y salida

$$\frac{g_c \bar{M}_g}{2 G_o^2 R T} (P_{sal}^2 - P_{ent}^2) + \frac{150(1-\epsilon)^2 \mu h}{g_c \epsilon^3 dp^2 G_o} + \frac{1.75(1-\epsilon) h}{g_c \epsilon^3 dp} = 0 \quad \dots\dots\dots (4.11)$$

Para determinar la caída de presión de flujo de vapor de agua inyectado, se despeja los términos de presión de la ecuación 4.11 y se tiene la siguiente expresión:

$$(P_{\text{sal}}^2 - P_{\text{ent}}^2) = - \frac{\left(\frac{150(1-\varepsilon)^2 \mu h}{g_c \varepsilon^3 dp^2 G_o} + \frac{1.75(1-\varepsilon) h}{g_c \varepsilon^3 dp} \right)}{\frac{g_c \bar{M}_g}{2 G_o^2 R T}}$$

Reemplazando los siguientes datos se tiene:

ε = porosidad de lecho = 0.5758

μ = viscosidad de vapor de agua = 0.00001169 N.s/m²

h = Longitud de lecho = 0.53 m

g_c = Factor de conversión = 1 kg.m /s²/N

dp = tamaño de partícula = 1.73 x 10⁻³ m

G_o = velocidad másica superficial = 0.024282265 kg/m²/s

\bar{M}_g = peso molecular de agua = 0.018kg/mol

R = constante universal de gases = 8.315 N.m / mol.°C

T = Temperatura promedio de vapor de agua = 92 °C

$$(P_{\text{sal}}^2 - P_{\text{ent}}^2) = - 610.0756323 \times 10^5 \text{ N}^2/\text{m}^4$$

Considerando la presión manométrica en el tope del lecho aproximadamente 1.548615x10⁵ N/m². Podemos calcular la presión manométrica de flujo de vapor expandido que se requiere justo por debajo de la carga de lecho.

$$P_{\text{ent}} = \sqrt{P_{\text{sal}}^2 + 610.0756323 \times 10^5 \text{ N}^2/\text{m}^4}$$

$$P_{\text{ent}} = \sqrt{(1.548615 \times 10^5 \text{ N/m}^2)^2 + 610.0756323 \times 10^5 \text{ N}^2/\text{m}^4}$$

$$P_{\text{ent}} = 1.5505835 \times 10^5 \text{ N/m}^2$$

Como se esperaba, la caída de presión ($P_{sal} - P_{ent}$) es muy pequeña $-196.849487 \text{ N/m}^2$ debido a la alta porosidad del lecho.

La caída de presión en el lecho debido a la fricción también se puede calcular a través de la ecuación de Ergun, valido para gases que tengan una variación de presión menor a 10%.

$$\Delta P = \frac{150(1-\epsilon)^2 \mu u_o h}{\epsilon^3 d_p^2} + \frac{1.75(1-\epsilon) \rho u_o^2 h}{\epsilon^3 d_p} \dots\dots\dots (4.12)$$

La pérdida friccional para el lecho relleno para el flujo de vapor de agua que circula por todos los intersticios conformado por la semilla de molle se puede calcular empleando la ecuación de Ergun.

$$\sum F = \frac{150(1-\epsilon)^2 \mu v_o h}{g_c \epsilon^3 d_p^2 \rho} + \frac{1.75 (1-\epsilon) v_o^2 h}{g_c \epsilon^3 d_p} \left[\frac{\text{J}}{\text{kg}} \right] \dots\dots\dots (4.13)$$

Reemplazando los datos anteriores de tiene:

$$\sum F = 3492.144 \text{ J/kg}$$

4.5 CÁLCULO DE FLUJO DE INYECCIÓN DE VAPOR DE AGUA PARA PRODUCCIÓN INDUSTRIAL DE ACEITE ESENCIAL DEL MOLLE.

En el procedimiento de escalado utilizado para Destilación por arrastre con vapor de agua se asume que tanto el rendimiento y el tiempo de extracción de una unidad a escala industrial serían semejante a la unidad de escala de laboratorio si la relación entre la masa de Flujo de vapor de agua y la masa de semilla de molle ($\dot{m}_{vapor \text{ H}_2\text{O}} / m_{molle}$) se mantiene constante.

Considerando que las densidades aparentes de lecho para las unidades de escala piloto e industrial son iguales, es posible calcular la masa de alimentación de semilla de molle que se debe utilizar para cada ciclo de extracción en la columna industrial.

Usando la velocidad de flujo de masa de vapor de agua y el tiempo de la extracción de la unidad a escala de laboratorio, es posible calcular la masa de vapor utilizado en cada ciclo en la unidad de escala industrial, y, por tanto, calcular la velocidad de flujo de vapor de agua:

$$\dot{Q}_{s_ind} = \frac{m_{s_ind} * (m_{v_pil} / t_{ciclo})}{m_{s_pil}} \dots\dots\dots (4.14)$$

Donde \dot{Q}_{s_ind} es la velocidad de flujo de vapor de agua a escala industrial, m_{s_ind} es el peso de semillas de molle en la columna de destilación a escala industrial, m_{s_pil} es el peso de semilla de molle en la columna de destilación a escala piloto, m_{v_pil} es el peso de vapor de agua usado en un ciclo a escala piloto y t_{ciclo} es el tiempo de ciclo de una extracción de aceite esencial por arrastre con vapor de agua.

La velocidad másica de flujo de vapor también se puede calcular a partir de la ecuación de Ergun, puesto que en situaciones industriales ya se conoce el área transversal “ A_{tl} ” y la altura de carga de lecho “ h ” y las características de las partículas de semilla de molle; introduciendo la fórmula 4.16 en la ecuación de Ergun, se puede despejar “ $\dot{m}_{v,a}$ ” y obtener el flujo másico de vapor de agua requerido para la extracción de aceite esencial de molle a nivel industrial.

$$\frac{g_c \bar{M}_g}{2 G^2 RT} (P_{sal}^2 - P_{ent}^2) + \frac{150(1-\epsilon)^2 \mu h}{g_c \epsilon^3 d p^2 G} + \frac{1.75(1-\epsilon)h}{g_c \epsilon^3 dp} = 0$$

Despejando G_o de la ecuación 4.11 se tendría una ecuación de la forma

$G_o^2 * C + G_o * B + A = 0$, reescribiendo la ecuación se tendría:

$$G_o^2 \frac{1.75(1-\varepsilon)h}{g_c \varepsilon^3 dp} + G_o \frac{150(1-\varepsilon)^2 \mu h}{g_c \varepsilon^3 dp^2 G_o} + \frac{g_c \bar{M}_g}{2 G_o^2 RT} (P_{sal}^2 - P_{ent}^2) = 0 \dots\dots\dots (4.15)$$

Resolviendo la ecuación anterior se obtiene dos valores uno de los cuales será inconsistente, el cual se puede discriminar y trabajar con el valor consistente.

Donde:

$$G_o = \frac{\dot{m}_{v,a} \hat{V}_{v,a} \varepsilon \rho_{v,a}}{A_{t,l}} \left[\frac{kg}{m^2 / s} \right] \dots\dots\dots (4.16)$$

G_o , velocidad másica superficial “kg/m²/s”

$\dot{m}_{v,a}$, flujo másico de vapor de agua requerido “kg/s”

$\hat{V}_{v,a}$, volumen específico de vapor de agua “m³/kg”

$\rho_{v,a}$, densidad de vapor de agua “kg/m³”

$A_{t,l}$, área transversal de columna de extracción de lecho “m²”

Despejando la ecuación 4.16 finalmente se puede calcular el flujo másico de vapor de agua necesario para la extracción de aceite esencial de molle a nivel industrial.

$$\dot{m}_{v,a} = \frac{G_o * A_{t,l}}{\hat{V}_{v,a} \varepsilon \rho_{v,a}} \text{ [kg/s]} \dots\dots\dots (4.17)$$

Ecuación 4.15 y 4.16 válida para el rango de valores:

$$5.57 \text{ kg/h} < Q_{\text{vapor de agua}} < 7.65 \text{ kg/h}$$

$$\text{Altura de carga de lecho} = 2 \cdot \text{Diámetro de columna}$$

$$1.17 \text{ mm} < d_p < 2.39 \text{ mm} \quad \text{“diámetro promedio de partícula”}$$

$$0.5057 < \varepsilon < 0.5758 \quad \text{“porosidad de lecho”}$$

$$P_{\text{sal}}^2 - P_{\text{ent}}^2 \cong -610.0756 \times 10^5 \left(\frac{N}{m^2} \right)^2$$

$$92 \text{ °C} < T < 94 \text{ °C} \quad \text{“temperatura interna de lecho”}$$

4.6 CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE MOLLE

Graficando los datos experimentales de extracción de aceites esenciales “ $1/C_{a.e}$ vs t ” los datos caen en una línea recta, esto demuestra que la cinética de extracción es de segundo orden y la pendiente de la recta es igual a la constante de velocidad.

Integrando de $C_{a.e}^0$ a $C_{a.e}$ y de t_0 a t la siguiente ecuación se tiene:

$$-\frac{dC_{a.e}}{dC_{a.e}^2} = K \cdot dt$$

$$\frac{1}{C_{a.e}} - \frac{1}{C_{a.e}^0} = K \cdot t \quad \dots\dots\dots (4.18)$$

Donde:

$C_{a.e}^0$: concentración inicial de aceite esencial en la semilla de molle

$C_{a.e}$: concentración de aceite esencial contenido en la semilla de molle en un tiempo “ t ” después de haber iniciado la extracción.

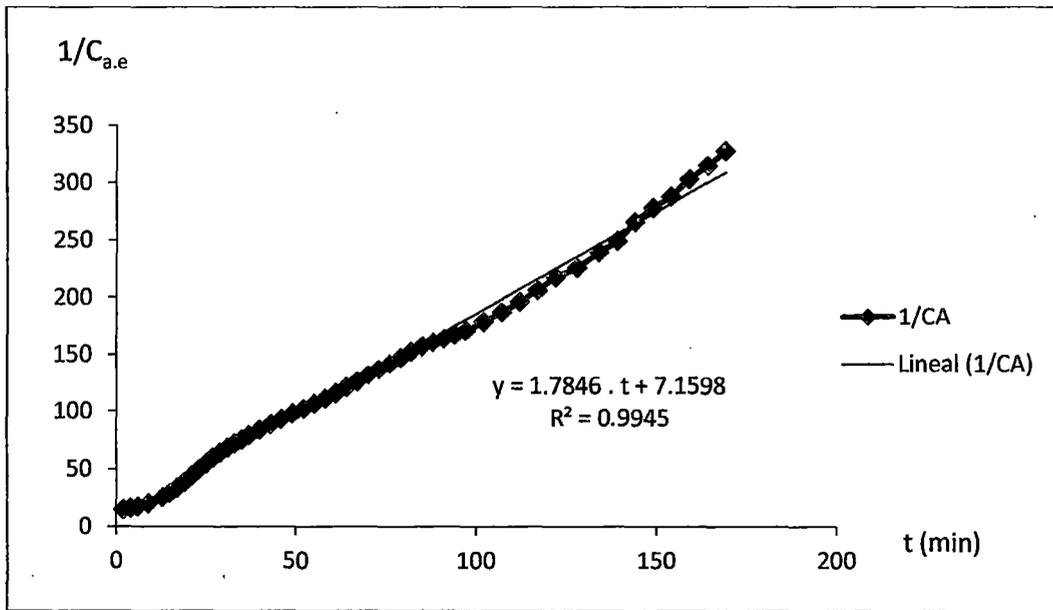


Figura 4.23 Tabulación de datos de extracción de aceite esencial de molle $\frac{1}{C_{a.e}}$ vs t
Fuente: Elaboración propia.

Finalmente, podemos determinar en un tiempo determinado la cantidad de aceite esencial que queda por extraer de la matriz de semilla de molle por la siguiente ecuación:

$$\frac{1}{C_{a.e}} = k * t + \frac{1}{C_{a.e}^0}$$

$$\frac{1}{C_{a.e}} = 1.7846 \left(\frac{g_{a.e}}{g_{m.p}} \right)^{-1} (\text{min}^{-1}) * t + \frac{1}{C_{a.e}^0} \dots\dots\dots (4.19)$$

CONCLUSIONES

- 1) Bajo las mismas condiciones de operación de extracción se obtiene mayor rendimiento de extracción con semillas de molle acondicionadas y desazucaradas previamente (6.92 %) en contraste de semillas de molle con impurezas (5.22 %). Las impurezas al ingresar al lecho conjuntamente con las semillas de molle generan mayor caída de presión y resistencia al paso de flujo de vapor por la oclusión parcial de los intersticios del lecho, disminuyendo la difusión por convección de aceite esencial de molle hacia la corriente de vapor de agua.
- 2) Manteniendo la misma altura de carga, al incrementar los flujo de vapor de agua inyectado 2.77 kg/h, 3.53 kg/h, 5.07 kg/h y 6.61 kg/h los rendimientos y la constante cinético de extracción se incrementan proporcionalmente; lo cual indica que la mayor transferencia de aceite esencial al vapor se produce cuando existe mayor convección de vapor en el lecho. Un flujo débil de vapor de agua (2.77 kg/h) puede llegar a condensarse, inundar los poros del lecho y reflujar más de 70% de flujo inicial; un flujo de vapor de agua inyectado por encima 5.07 kg/h es suficiente para vencer la resistencia hidráulica de lecho sin perder más de 40% de su flujo inicial por condensación.
- 3) Se ha evaluado dos grados de molienda cuya partículas se ha caracterizado por granulometría, molienda "M1" con diámetro promedio de partícula 2.39 mm y molienda "M2" con diámetro promedio de partícula 1.73 mm, al cargarse sin compactación a la columna del extractor han formado un lecho con porosidad 0.5758 y 0.5017 respectivamente. Se ha obtenido mayor rendimiento en la extracción de aceite esencial con semillas con mayor molturación (1,73 mm diámetro promedio de partícula) a pesar que genera mayor caída de presión, esto demuestra que la transferencia de masa por convección es dominante sobre

la difusión en operación de extracción de aceite esencial de molle, debido a la mayor cantidad de aceite esencial liberado durante la molturación.

- 4) Al evaluarse la altura de carga se ha trabajado con altura de carga equivalente al diámetro de su base y con altura de carga equivalente al doble de su diámetro base del extractor. A pesar que el volumen de carga es doble (mayor altura de carga, 0.54 m) los rendimientos de extracción, constante cinética de extracción y pérdida de flujo de vapor inyectado son similares. Un diseño vertical de columna permite incrementar la velocidad de flujo de vapor en los intersticios del lecho generando mayor transferencia de masa por convección de aceite esencial hacia la corriente de vapor.
- 5) El tiempo óptimo de extracción de aceite esencial de molle está comprendida en el intervalo de 65 minutos cuando se trabaja con flujo de vapor de agua inyectado superior a 5.51 kg/h, presentan menor tiempo de operación (menor costo) a pesar que la altura de carga y área superficial del lecho se ha duplicado.
- 6) Se requiere 14 676.44 kJ/h de energía térmica para la operación de extracción de aceite esencial de molle a partir de su semilla en el equipo modular de extracción de la FIQM – UNSCH a 5.51 kg/h de flujo de inyección de vapor de agua en lecho de semillas de molle molturadas cuyas características son: 0.54 m de altura de carga, 0.5017 porosidad de lecho y 1.73 mm de diámetro promedio de partícula.

RECOMENDACIONES

- 1) Realizar el análisis cromatográfico por intervalos de tiempo de extracción para la construcción de la curva de equilibrio líquido-vapor que permita en futuro realizar modelamientos matemáticos y cálculos de composición química de aceite esencial de molle en determinado tiempo de extracción.
- 2) Ampliar el estudio de aplicación de aceite esencial de molle en campos de bioinsecticidas, farmacológica, cosmética y otras para dar mayor valor agregado al aceite esencial de molle.
- 3) Diseñar y construir equipo de extracción de aceite esencial que tenga una relación de altura y diámetro del lecho mayor a cuatro ($H/D > 4$) para determinar si los extractores de geometría vertical son más eficientes que los de geometría horizontal. Se podría investigar la influencia del flujo tipo pistón sobre el rendimiento y calidad de aceite esencial extraído.

BIBLIOGRAFÍA

- 1) Alejandro Martínez M. “ACEITES ESENCIALES” Universidad De Antioquia – Colombia 2001 – pp. 09 – 21.
- 2) Alnicolsa (s.f.) [En línea]: Molle. SCHINUS MOLLE. Lima Perú.- [Fecha de consulta: 14 de enero de 2013]. Disponible en: <http://taninos.tripod.com/mollees.htm>
- 3) Castro, S.; Silva, C.; Meserve, P.; Gutiérrez, J.; Contreras, L.; Jaksic, F. (1994).- FRUGIVORÍA Y DISPERSIÓN DE SEMILLAS DE PIMIENTO (SCHINUS MOLLE) POR EL ZORRO CULPEO (PSEUDALOPEX CULPAEUS) EN EL PARQUE NACIONAL FRAY JORGE (IV Región, Chile). Revista Chilena de Historia Natural 67:169-176.
- 4) Cerpa, M. G. 2007. “HIDRODESTILACION DE ACEITES ESENCIALES”. Doctoral diss., Department of Chemical Engineering and Environmental Technology, University of Valladolid, Spain.
- 5) Cerpa, M. G., R. B. Mato, and M. J. Cocero. 2008. “MODELING STEAM DISTILLATION OF ESSENTIAL OILS: APPLICATION TO LAVANDIN SUPER OIL”. AIChE Journal 54 (4): 909–917.
- 6) Donald M. Mattox. “HANDBOOK OF PHYSICAL VAPOR DEPOSITION (PVD) PROCESSING”. Film Formation, Adhesion, Surface Preparation and Contamination Control. U.S.A – 1998. pp. 619 – 683
- 7) “EXTRACTION TECHNOLOGIES FOR MEDICINAL AND AROMATIC PLANTS” United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology, 2008 – pp. 38 – 121

- 8) González P., D. J.; "UTILIZACIÓN TERAPEÚTICA DE NUESTRAS PLANTAS MEDICINALES", Universidad de La Salle, Bogotá, 1984, Capítulo VI.
- 9) Gundiza M. "LA ACTIVIDAD DE ANTIMICROBIAL DE ACEITE ESENCIAL DE SCHINUS MOLLE LINNEO. REVISTA MÉDICA AFRICAN". 1993. 39 (11): 231-234. Brasil.
- 10) Kern, Donald, "PROCESOS DE TRANSFERENCIA DE CALOR". Traducido del inglés por Ing. Nicolás Marino Ambrossi. Primera ed. México, MacGraw Hill, 1992.
- 11) Knudsen, J. G., H. C. Hottel, A. F. Sarofim, et al. 1999. HEAT AND MASS TRANSFER. IN PERRY'S CHEMICAL ENGINEERS HANDBOOK, 7TH ED., EDITED BY R. H. Perry and D. W. Green. New York: McGraw-Hill.
- 12) Levenspiel Octave, "FLUJO DE FLUIDOS E INTERCAMBIO DE CALOR" – Oregon State University Corvallis, - Editorial Reverté, s.a, 1993 - Impreso en España.
- 13) Maria Angela A. Meireles "EXTRACTING BIOACTIVE COMPOUNDS FOR FOOD PRODUCT" - U.S.A pp. 3-12.
- 14) Morales, H. (2009). [En línea]: PLANTAS MEDICINALES: SCHINUS MOLLE LINNEO - [Fecha de consulta: 14 de enero de 2013]. Disponible en: <http://aceiteesencialdemolle.blogspot.com/>
- 15) Perry Robert, Down Green. 2001. "MANUAL DE INGENIERO QUÍMICO". 7ª edición, McGraw hill. España. pág 4512.

- 16) Perú Ecológico (s.f.) [En línea] - MOLLE (Schinus Molle): LA PIMIENTA DEL PERÚ – [Fecha de consulta: 02 febrero 2013]. Disponible en: http://www.peruecologico.com.pe/flo_molle_1.htm
- 17) Pretell, J. 1985. APUNTES SOBRE ALGUNAS ESPECIES FORESTALES NATIVAS DE LA SIERRA PERUANA. Lima. Proyecto FAO/Holanda/INFOR. Pág-65.
- 18) Rexwinkel, G., A. B. M. Heesink, and W. P. M. Van Swaaij. 1997. MASS TRANSFER IN PACKED BEDS AT LOW PECKET NUMBERS—Wrong experiments or wrong interpretations *Chemical Engineering Science* 52 (21–22): 3995–4003.
- 19) Stashenko, E.; En: MEMORIAS DEL IV CONGRESO NACIONAL DE FITOQUÍMICA, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Química, Bucaramanga, febrero de 1996, pp. 29-53.
- 20) Treybal, Robert. 2002. “OPERACIONES DE TRANSFERENCIA DE MASA”. 2ª Edición, Editorial McGraw Hill. México. 852 pp.

ANEXO A

A.1 Tabla de mallas ASTM y su equivalente en mallas TYLER ^[3]

ASTM malla (U.S. Standard Series)	Tyler Standard Series	Abertura de malla
0,265 in	3	6,7 mm
4	4	4,75 mm
6	6	3,35 mm
8	8	2,36 mm
12	10	1,70 mm
16	14	1,18 mm
20	20	850 μm
30	28	600 μm
40	35	425 μm
50	48	300 μm
70	65	212 μm
100	100	150 μm
140	150	106 μm
200	200	75 μm

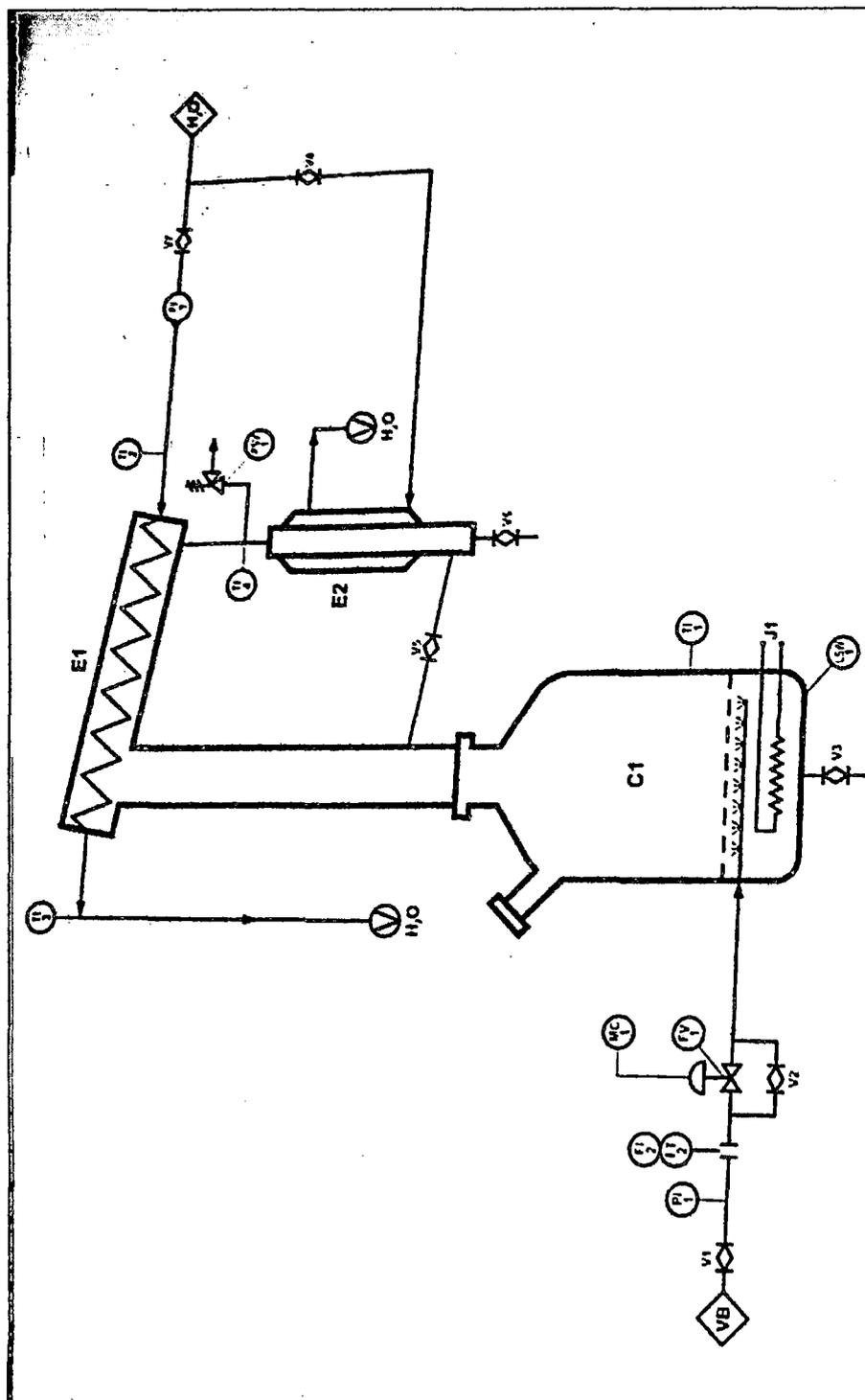
Fuente: ASTM C-92 standard test methods for sieve analysis and water content of refractory materials, United States of America, 1999

A.2 Tabla estadístico de distribución "t"

<i>Valor de t para un intervalo de confianza de</i> <i>Valor crítico de t para valores de P de número</i> <i>de grados de libertad</i>	<i>90%</i>	<i>95%</i>	<i>98%</i>	<i>99%</i>
	<i>0.10</i>	<i>0.05</i>	<i>0.02</i>	<i>0.01</i>
1	6.31	12.71	31.82	63.66
2	2.92	4.30	6.96	9.92
3	2.35	3.18	4.54	5.84
4	2.13	2.78	3.75	4.60
5	2.02	2.57	3.36	4.03
6	1.94	2.45	3.14	3.71
7	1.89	2.36	3.00	3.50
8	1.86	2.31	2.90	3.36
9	1.83	2.26	2.82	3.25
10	1.81	2.23	2.76	3.17
12	1.78	2.18	2.68	3.05
14	1.76	2.14	2.62	2.98
16	1.75	2.12	2.58	2.92
18	1.73	2.10	2.55	2.88
20	1.72	2.09	2.53	2.85
30	1.70	2.04	2.46	2.75
50	1.68	2.01	2.40	2.68
∞	1.64	1.96	2.33	2.58

Los valores críticos de $|t|$ son adecuados para un contraste de *dos* colas. Para un contraste de *una* cola el valor se toma de la columna para *dos veces* el valor de P deseado, es decir, para un contraste de una cola, $P = 0.05$, 5 grados de libertad, el valor crítico se lee de la columna $P = 0.10$ y es igual a 2.02.

A.3 Esquema de equipo modular de destilación de aceites esenciales



ANEXO B

B.1 Extracción con semillas de molle con acondicionamiento

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
37.0	92.4	20.1	19.6	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
38.0	92.7	20.1	19.6	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
39.0	92.9	20.1	19.6	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
39.7	93.1	20.1	19.7	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
40.7	93.3	20.1	20.5	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
43.5	93.5	20.2	21.4	25.0	0	0	0	0	0.00	0.00
44.0	93.6	20.2	24.8	24.6	0	0	0	0	0.00	0.00
47.0	93.7	20.3	27.8	22.0	83	38	45	45	2.58	0.22
50.0	93.9	20.3	30.4	21.3	96	45	51	96	5.51	0.47
53.0	93.9	20.3	30.2	21.1	103	49	54	150	8.61	0.73
56.0	93.9	20.3	30.2	21.1	98	47	51	201	11.54	0.98
60.0	94	20.3	29.4	21.7	134	64	70	271	15.56	1.32
63.0	94	20.3	29.4	21.8	101	47	54	325	18.66	1.59
66.0	94	20.3	30.1	21.8	99	48	51	376	21.59	1.84
69.0	94	20.3	31.1	21.8	101	50	51	427	24.51	2.09
72.0	94.1	20.3	30.6	21.8	100	49	51	478	27.44	2.34
75.0	94.1	20.3	30.5	21.8	98	48	50	528	30.31	2.58
78.0	94.1	20.3	31	21.8	95	47	48	576	33.07	2.81
81.0	94.1	20.3	31.7	21.8	95	48	47	623	35.77	3.04
85.0	94.1	20.3	31.7	21.7	133	66	67	690	39.61	3.37
88.0	94.1	20.3	31.2	21.7	98	50	48	738	42.37	3.61
91.0	94.1	20.3	31	21.8	95	48	47	785	45.07	3.84
95.0	94.1	20.3	30	21.8	124	63	61	846	48.57	4.13
99.0	94.1	20.3	31.4	21.9	123	64	59	905	51.95	4.42
103.5	94.1	20.3	30.8	21.9	135	72	63	968	55.57	4.73
107.0	94.1	20.3	31	21.8	104	57	47	1015	58.27	4.96
111.0	94.1	20.3	31.9	21.8	122	68	54	1069	61.37	5.22
116.5	94.1	20.3	31.6	21.8	139	81	58	1127	64.70	5.51
120.0	94.1	20.3	31.4	21.8	109	65	44	1171	67.23	5.72
125.0	94.1	20.3	30.9	21.8	123	74	49	1220	70.04	5.96
130.0	94.1	20.3	31.8	21.8	129	81	48	1268	72.79	6.19
135.0	94.1	20.3	31.7	21.8	129	85	44	1312	75.32	6.41
140.0	94.1	20.4	31	21.8	122	84	38	1350	77.50	6.60
145.0	94.1	20.4	30.9	21.9	122	86	36	1386	79.57	6.77
150.0	94.1	20.4	30.2	21.9	118	88	30	1416	81.29	6.92
155.0	94	20.3	29.9	21.9	105	82	23	1439	82.61	7.03
160.0	94	20.3	30	21.8	105	86	19	1458	83.70	7.12
165.0	94	20.3	29.2	21.8	92	80	12	1470	84.39	7.18
170.0	94	20.3	30.2	21.8	94	84	10	1480	84.96	7.23
175.0	94	20.3	29.5	21.8	89	80	9	1489	85.48	7.27
180.0	94	20.2	29.1	21.7	90	82	8	1497	85.94	7.31
185.0	94	20.2	29.1	21.6	89	82	7	1504	86.34	7.35

B.2 Extracción con semillas de molle sin acondicionamiento

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V a.e (mL)	V acum. a.e (mL)	% recuperación	% rend.
61.0	93.3	20.5	23	24.4	0	0	0	0	0.00	0.00
63.0	93.4	20.5	24	23.5	25	14	11	11	0.63	0.05
65.0	93.8	20.5	24	23	52	25	27	38	2.19	0.19
67.0	93.8	20.5	24.5	22.9	64	31	33	71	4.09	0.35
69.0	93.8	20.5	24.6	22.9	58	19	39	110	6.34	0.54
71.0	94	20.5	24.6	22.9	56	22	34	144	8.30	0.71
73.0	94	20.5	24.3	22.9	57	29	28	172	9.91	0.84
75.0	94	20.5	24.3	22.7	60	28	32	204	11.76	1.00
77.0	94	20.5	24.3	22.7	59	28	31	235	13.55	1.15
79.0	94	20.5	24.3	22.7	59	28	31	266	15.33	1.30
81.0	94	20.5	24.3	22.7	59	28	31	297	17.12	1.46
83.0	94	20.5	24	22.7	58	28	30	327	18.85	1.60
85.0	94	20.5	24	22.7	59	29	30	357	20.58	1.75
87.0	94	20.5	24	22.7	58	30	28	385	22.19	1.89
89.0	94	20.5	24.1	22.4	59	30	29	414	23.86	2.03
91.0	94	20.5	24.1	22.4	59	30	29	443	25.54	2.17
93.0	94	20.5	24.1	22.4	58	29	29	472	27.21	2.32
95.0	94	20.5	24.1	22.3	58	30	28	500	28.82	2.45
97.0	94	20.5	24.4	22.4	58	30	28	528	30.43	2.59
99.0	94	20.5	24.4	22.4	59	31	28	556	32.05	2.73
101.0	94	20.5	24.6	22.4	57	30	27	583	33.61	2.86
103.0	94	20.5	23.9	22.4	56	32	24	607	34.99	2.98
105.0	94	20.5	23.9	22.4	54	31	23	630	36.31	3.09
107.0	94	20.5	23.9	22.6	57	34	23	653	37.64	3.20
109.0	94	20.5	23.9	22.2	53	30	23	676	38.97	3.32
111.0	94	20.5	24.2	22.2	54	33	21	697	40.18	3.42
115.0	94	20.5	24	22.2	49	29	40	737	42.48	3.62
121.0	94	20.5	24.2	22.2	51	34	56	793	45.71	3.89
125.0	94	20.5	24.2	22.2	53	32	43	836	48.19	4.10
127.0	94	20.5	24.2	22.2	50	34	16	852	49.11	4.18
129.0	94	20.5	24.2	22.2	52	31	21	873	50.32	4.28
131.0	94	20.5	24.2	22.2	51	31	20	893	51.47	4.38
133.0	94	20.5	24.2	22.2	53	31	22	915	52.74	4.49
137.0	94	20.5	24.2	22.2	46	30	31	946	54.53	4.64
139.0	94	20.5	24.3	22.2	58	31	27	973	56.09	4.77
141.0	94	20.5	24.2	22.3	46	31	15	988	56.95	4.85
143.0	94	20.5	24.2	22.3	47	30	17	1005	57.93	4.93
145.0	94	20.5	23.8	22.3	43	28	15	1020	58.79	5.00
147.0	94	20.5	23.8	22.3	48	33	15	1035	59.66	5.08
149.0	94	20.5	23.8	22.3	45	30	15	1050	60.52	5.15
151.0	94	20.5	24.2	22.4	46	31	15	1065	61.39	5.22
153.0	94	20.5	24.2	22.4	46	32	14	1079	62.20	5.29
155.0	94	20.5	24.2	22.4	46	33	13	1092	62.94	5.36
157.0	94	20.5	24.2	22.4	46	33	13	1105	63.69	5.42
159.0	94	20.5	24.2	22.4	42	31	11	1116	64.33	5.47
161.0	94	20.3	24.3	22.4	42	30	12	1128	65.02	5.53
163.0	94	20.3	24	22.2	43	31	12	1140	65.71	5.59
165.0	94	20.3	24.1	22.1	41	30	11	1151	66.35	5.65
167.0	94	20.3	24.1	22	42	32	10	1161	66.92	5.70
169.0	94	20.2	24.1	22	39	29	10	1171	67.50	5.74

B.3 Datos de extracción de aceite esencial de molle de acuerdo a las combinaciones factoriales de la tabla 3.15

EXPERIMENTO N° 008

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11766.9

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 2.771

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.36

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
0	25.7	21.2	23.3	27.0				0.0	0.00	0.00
42.5	91.2	18.9	21.3	20.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
47	91.8	18.8	21.4	20.0	86.0	42.0	44.0	44.0	4.39	0.37
50	92.5	18.8	21.2	19.9	74.0	38.0	36.0	80.0	7.99	0.68
54	92.7	18.8	21.5	19.8	100.0	50.0	50.0	130.0	12.98	1.10
58	92.7	18.7	21.3	19.7	96.0	48.0	48.0	178.0	17.78	1.51
61	92.3	18.7	21.2	20.4	77.0	40.0	37.0	215.0	21.47	1.83
64	92.1	18.7	21.4	20.8	66.0	34.0	32.0	247.0	24.67	2.10
67	92.0	18.7	21.5	21.0	71.0	40.0	31.0	278.0	27.76	2.36
71	91.7	18.7	21.5	21.0	100.0	54.0	46.0	324.0	32.36	2.75
74	91.4	18.7	21.2	21.0	73.0	42.0	31.0	355.0	35.45	3.02
78	91.1	18.7	21.4	21.0	92.0	50.0	42.0	397.0	39.65	3.37
82	91.0	18.7	20.7	20.3	94.0	53.0	41.0	438.0	43.74	3.72
86	90.9	18.7	20.6	20.7	92.0	52.0	40.0	478.0	47.73	4.06
90	90.8	18.7	21.4	20.3	82.0	46.0	36.0	514.0	51.33	4.37
94	90.7	18.7	21.0	20.3	84.0	48.0	36.0	550.0	54.93	4.67
98	90.6	18.7	21.3	20.9	88.0	53.0	35.0	585.0	58.42	4.97
102	90.6	18.6	21.3	21.1	86.0	51.0	35.0	620.0	61.92	5.27
107	90.6	18.6	21.3	21.1	104.0	64.0	40.0	660.0	65.91	5.61
112	90.6	18.6	21.3	21.2	103.0	66.0	37.0	697.0	69.61	5.92
117	90.6	18.6	21.1	21.2	96.0	66.0	30.0	727.0	72.60	6.18
122	90.6	18.6	20.8	21.2	92.0	68.0	24.0	751.0	75.00	6.38
127	90.6	18.6	20.8	21.4	90.0	70.0	20.0	771.0	77.00	6.55
132	90.6	18.6	20.7	21.4	84.0	68.0	16.0	787.0	78.59	6.69
137	90.6	18.6	20.4	21.5	75.0	64.0	11.0	798.0	79.69	6.78
144	90.5	18.5	20.6	21.5	98.0	88.0	10.0	808.0	80.69	6.87
150	90.5	18.5	19.9	21.7	80.0	74.0	6.0	814.0	81.29	6.92
160	90.5	18.5	19.8	21.8	125.0	115.0	10.0	824.0	82.29	7.00
170	90.5	18.5	19.8	21.8	96.0	88.0	8.0	832.0	83.09	7.07
180	90.5	18.5	19.8	21.8	97.0	90.0	7.0	839.0	83.79	7.13
190	90.6	18.8	19.8	21.1	109.0	103.0	6.0	845.0	84.38	7.18
193	90.6	18.3	20.0	20.9	38.0	36.0	2.0	847.0	84.58	7.20
200.5	90.6	18.3	20.0	20.9	96.0	91.0	5.0	852.0	85.08	7.24
210	90.6	18.3	19.7	19.7	119.0	112.0	7.0	859.0	85.78	7.30

EXPERIMENTO N° 001

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11757.6

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 5.075

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.36

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V a.e (mL)	V acum. a.e (mL)	% recuperación	% rend.
17.9	90.1	19.8	22.5	22.5				0	0	0
20.0	91.6	19.8	23.6	21.8	108	60	48	48	4.80	0.41
21.7	92.1	19.7	24.6	21.4	132	63	69	117	11.69	1.00
23.4	92.2	19.6	25	21.2	134	70	64	181	18.09	1.54
25.3	92.4	19.6	25.2	21	136	66	70	251	25.09	2.13
27.0	92.5	19.6	24.6	20.8	118	68	50	301	30.08	2.56
28.5	92.6	19.6	24.7	20.8	144	68	76	377	37.68	3.21
30.7	92.6	19.5	24.8	20.8	160	92	68	445	44.47	3.78
33.3	92.7	19.5	24.5	20.7	185	110	75	520	51.97	4.42
35.8	92.8	19.5	24.4	20.6	152	94	58	578	57.77	4.92
38.2	92.8	19.4	24.6	20.6	155	105	50	628	62.76	5.34
40.3	92.8	19.4	24.7	20.6	138	96	42	670	66.96	5.70
42.3	92.8	19.4	24.3	20.6	128	92	36	706	70.56	6.00
44.8	92.8	19.4	24.6	20.7	124	96	28	734	73.36	6.24
47.5	92.8	19.4	24.3	20.8	148	122	26	760	75.96	6.46
50.0	92.8	19.4	24.5	21	128	112	16	776	77.56	6.60
53.0	92.8	19.4	24.6	21	144	132	12	788	78.75	6.70
56.2	92.8	19.4	24.8	21.1	150	138	12	800	79.95	6.80
59.0	92.8	19.4	21.9	21.1	140	130	10	810	80.95	6.89
61.0	92.8	19.4	24.8	21.1	138	130	8	818	81.75	6.96
64.0	99.9	19.4	23.8	21.1	122	118	4	822	82.15	6.99
68.0	93	19.4	24.7	21.1	158	152	6	828	82.75	7.04
71.0	93.1	19.4	24.6	21.1	144	138	6	834	83.35	7.09
74.0	93.1	19.4	24.5	21.2	142	136	6	840	83.95	7.14
77.0	93.1	19.4	24.5	21.2	142	136	6	846	84.55	7.20
80.0	93.1	19.4	24.7	21.2	142	136	6	852	85.15	7.25
83.0	93.1	19.4	24.7	21.2	132	128	4	856	85.55	7.28
86.0	93.2	19.3	24.3	21.2	134	130	4	860	85.95	7.31
89.0	93.2	19.3	25.1	21.2	134	130	4	864	86.35	7.35
92.0	93.2	19.3	25.1	21.2	140	136	4	868	86.75	7.38
95.0	93.2	19.3	24.5	21.2	134	130	4	872	87.15	7.42
98.0	93.2	19.3	24.8	21.2	136	132	4	876	87.55	7.45
102.0	93.2	19.3	24.8	21.2	185	180	5	881	88.05	7.49
105.0	93.2	19.3	25	21.2	116	112	4	885	88.45	7.53
108.0	93.2	19.3	25	21.2	140	137	3	888	88.75	7.55
111.1	93.2	19.3	24.3	21.2	152	148	4	892	89.15	7.59

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V a.e (mL)	V acum. a.e (mL)	% recuperación	% rend.
115.0	93.2	19.3	24.2	21.2	150	146	4	896	89.55	7.62
118.0	93.2	19.3	24.7	21.2	132	128	4	900	89.95	7.65
121.0	93.2	19.3	25	21.2	133	130	3	903	90.25	7.68
124.0	93.2	19.3	25.3	21.2	134	131	3	906	90.55	7.71
129.0	93.1	19.3	25	21.1	242	238	4	910	90.95	7.74
134.0	93.1	19.3	23.9	21.1	194	190	4	914	91.35	7.77
139.0	93	19.3	25	21.1	209	206	3	917	91.65	7.80
144.0	92.8	19.3	24.4	21.1	223	220	3	920	91.95	7.82
149.0	92.7	19.3	24.6	21.1	215	212	3	923	92.25	7.85
154.0	92.5	19.3	24.6	21.1	211	208	3	926	92.55	7.88
159.0	92.4	19.3	24.2	21	218	216	2	928	92.75	7.89
164.0	92.2	19.3	24	21	206	204	2	930	92.95	7.91
170.0	91.9	19.3	23.9	21	248	246	2	932	93.15	7.93
175.0	91.7	19.3	24	21	200	198	2	934	93.35	7.94
180.0	91.6	19.3	24.5	20.8	214	212	2	936	93.55	7.96
185.0	91.6	19.3	23	20.8	212	210	2	938	93.75	7.98
190.0	91.5	19.3	23.3	20.8	284	282	2	940	93.95	7.99
193.0	91.5	19.3	23.2	20.8	133	132	1	941	94.05	8.00

EXPERIMENTO N° 017

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11772.4

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 3.539

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.36

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
0	21.7	19.6	19.2	22.2		0.0		0.0	0.0	0.0
8	21.8	19.4	19.0	22.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
18	21.9	19.2	18.8	22.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
24	84.3	19.2	18.8	21.8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
25	88.5	19.2	18.8	21.8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
26	89.1	19.2	18.8	21.8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
27	89.4	19.2	18.8	21.6	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
30.2	90.2	19.2	18.7	21.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
32.7	90.5	19.2	21.4	21.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00
36	92.0	19.2	22.9	20.2	122.0	59.0	63.0	63.0	6.29	0.54
41	92.1	19.2	22.7	19.9	202.0	101.0	101.0	164.0	16.37	1.39
46	92.1	19.1	22.2	19.8	208.0	111.0	97.0	261.0	26.05	2.22
52	92.2	19.1	23.1	19.8	234.0	129.0	105.0	366.0	36.53	3.11
57	91.8	19.1	23.3	19.7	200.0	115.0	85.0	451.0	45.02	3.83
63	91.7	19.1	22.5	19.7	223.0	135.0	88.0	539.0	53.80	4.58
70	91.6	23.1	19.7	19.9	246.0	163.0	83.0	622.0	62.09	5.28
76	91.6	19.1	22.8	19.7	207.0	145.0	62.0	684.0	68.27	5.81
83	91.6	19.1	22.5	19.8	199.0	161.0	38.0	722.0	72.07	6.13
91	91.5	19.1	22.8	19.8	216.0	192.0	24.0	746.0	74.46	6.34
99	91.3	19.1	22.8	19.8	218.0	202.0	16.0	762.0	76.06	6.47
108	91.1	19.1	23.2	19.8	240.0	226.0	14.0	776.0	77.46	6.59
117	91.0	19.1	23.2	19.8	242.0	230.0	12.0	788.0	78.66	6.69
125	90.9	19.1	22.8	19.8	226.0	214.0	12.0	800.0	79.85	6.80
136	90.8	19.1	22.9	19.7	288.0	276.0	12.0	812.0	81.05	6.90
148	90.7	19.1	22.8	19.7	305.0	295.0	10.0	822.0	82.05	6.98
157	90.7	19.1	22.8	19.7	230.0	222.0	8.0	830.0	82.85	7.05
166	90.7	19.1	22.9	19.6	234.0	227.0	7.0	837.0	83.55	7.11
174	90.7	19.1	22.9	19.6	206.0	200.0	6.0	843.0	84.15	7.16
183	90.7	19.1	22.8	19.6	224.0	218.0	6.0	849.0	84.74	7.21
193	90.7	19.1	22.0	19.6	254.0	248.0	6.0	855.0	85.34	7.26

EXPERIMENTO N° 028

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11 768.20

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 6.611

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.36

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
0	21.7	19.6	19.2	22.2		0		0	0	0.0
10	21.9	19.9	19.5	22.7	0	0	0	0.0	0.00	0.00
15	89.5	19.9	19.7	22.3	0	0	0	0.0	0.00	0.00
15.5	89.5	19.9	26.5	22.3	0	0	0	0.0	7.19	0.61
17	91.2	19.8	35.8	21.8	262	190	72	72.0	28.66	2.44
19.5	92.0	19.8	37.5	21.6	440	225	215	287.0	39.04	3.32
21.5	92.3	19.8	39.0	21.5	226	122	104	391.0	50.53	4.30
24	92.7	19.8	38.9	21.4	275	160	115	506.0	58.01	4.94
26	92.9	19.8	40.8	21.4	202	127	75	581.0	64.70	5.51
28	93.2	19.8	39.4	21.4	207	140	67	648.0	69.50	5.91
30	93.3	19.8	40.2	21.3	174	126	48	696.0	74.49	6.34
33	93.5	19.8	41.5	21.3	255	205	50	746.0	76.49	6.51
35.3	93.6	19.9	41.7	21.3	166	146	20	766.0	78.08	6.65
37	93.7	19.9	41.7	21.3	144	128	16	782.0	79.38	6.76
40	93.8	19.9	41.3	21.3	250	237	13	795.0	80.58	6.86
43	93.8	19.9	41.7	21.4	180	168	12	807.0	81.68	6.95
46	93.9	20.0	43.2	21.4	215	204	11	818.0	83.18	7.08
50	94.0	20.0	43.9	21.5	300	285	15	833.0	84.18	7.16
53.5	94.0	20.0	44.8	21.5	244	234	10	843.0	84.78	7.21
56	94.0	20.0	43.0	21.6	178	172	6	849.0	85.37	7.27
59	94.0	20.0	43.0	21.6	210	204	6	855.0	85.97	7.32
62	94.0	20.0	39.9	21.6	202	196	6	861.0	86.57	7.37
65	94.0	20.0	37.9	21.6	208	202	6	867.0	87.07	7.41
69	94.0	20.0	31.4	21.6	270	265	5	872.0	87.47	7.44
73	94.0	19.8	37.8	20.3	280	276	4	876.0	87.87	7.48
76	93.9	19.7	35.1	21.6	208	204	4	880.0	88.27	7.51
79	93.9	19.7	33.7	21.5	212	208	4	884.0	88.47	7.53
82	93.9	19.7	32.9	21.5	200	198	2	886.0	88.77	7.55
86	93.8	19.6	31.9	21.4	285	282	3	889.0	89.07	7.58
90	93.8	19.6	32.0	21.4	295	292	3	892.0	89.47	7.61
95	93.8	19.6	34.5	21.5	345	341	4	896.0	89.87	7.65
100	93.7	19.5	33.7	21.5	360	356	4	900.0	90.27	7.68
105	93.6	19.5	33.4	21.5	355	351	4	904.0	90.67	7.72

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
110	93.6	19.5	33.3	21.5	358	354	4	908.0	91.07	7.75
115	93.5	19.5	32.7	21.6	345	341	4	912.0	91.47	7.78
120	93.5	19.5	32.7	21.7	355	351	4	916.0	91.86	7.82
125	93.5	19.5	32.7	21.7	349	345	4	920.0	92.26	7.85
132	93.4	19.5	32.0	21.8	454	450	4	924.0	92.66	7.89
139	93.3	19.5	31.5	21.7	473	469	4	928.0	93.06	7.92
146	93.3	19.4	32.0	22.1	475	471	4	932.0	93.26	7.94
150	93.2	19.4	32.4	21.9	278	276	2	934.0	93.56	7.96
157	93.2	19.4	32.3	21.8	465	462	3	937.0	93.86	7.99
163	93.2	19.4	30.6	21.6	398	395	3	940.0	94.16	8.01
170	93.2	19.3	31.4	21.1	478	475	3	943.0	94.46	8.04
177	93.1	19.3	31.2	20.8	483	480	3	946.0	94.66	8.06
182	93.1	19.2	31.2	20.6	328	326	2	948.0	94.86	8.07
187	92.9	19.2	30.0	20.6	329	327	2	950.0	95.06	8.09
193	92.7	19.2	30.7	20.4	408	406	2	952.0	95.06	8.09

EXPERIMENTO N° 009

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20 468.8

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 2.771

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
0.0	34					0		0	0	0
5.0	34.1	20	19.6	24.5	0	0	0	0	0.00	0.00
7.0	33.8	20	19.6	24.6	0	0	0	0	0.00	0.00
10.0	33.5	19.9	19.6	24.7	0	0	0	0	0.00	0.00
15.0	33.1	20	19.6	24.8	0	0	0	0	0.00	0.00
20.0	32.9	20	19.6	24.9	0	0	0	0	0.00	0.00
25.0	89.5	20	19.6	25	0	0	0	0	0.00	0.00
28.0	90.8	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
28.2	90.9	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
29.0	91	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
30.0	91.2	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
31.0	91.4	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
32.0	91.5	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
34.0	91.7	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
36.0	92.1	20	19.6	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
37.0	92.4	20.1	19.6	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
38.0	92.7	20.1	19.6	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
39.0	92.9	20.1	19.6	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
39.7	93.1	20.1	19.7	25.2	0	0	0	0	0.00	0.00
40.7	93.3	20.1	20.5	25.1	0	0	0	0	0.00	0.00
43.5	93.5	20.2	21.4	25	0	0	0	0	0.00	0.00
44.0	93.6	20.2	24.8	24.6	0	0	0	0	0.00	0.00
47.0	93.7	20.3	27.8	22	83	38	45	45	2.58	0.22
50.0	93.9	20.3	30.4	21.3	96	45	51	96	5.51	0.47
53.0	93.9	20.3	30.2	21.1	103	49	54	150	8.61	0.73
56.0	93.9	20.3	30.2	21.1	98	47	51	201	11.54	0.98
60.0	94	20.3	29.4	21.7	134	64	70	271	15.56	1.32
63.0	94	20.3	29.4	21.8	101	47	54	325	18.66	1.59
66.0	94	20.3	30.1	21.8	99	48	51	376	21.59	1.84
69.0	94	20.3	31.1	21.8	101	50	51	427	24.51	2.09
72.0	94.1	20.3	30.6	21.8	100	49	51	478	27.44	2.34
75.0	94.1	20.3	30.5	21.8	98	48	50	528	30.31	2.58
78.0	94.1	20.3	31	21.8	95	47	48	576	33.07	2.81

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
81.0	94.1	20.3	31.7	21.8	95	48	47	623	35.77	3.04
85.0	94.1	20.3	31.7	21.7	133	66	67	690	39.61	3.37
88.0	94.1	20.3	31.2	21.7	98	50	48	738	42.37	3.61
91.0	94.1	20.3	31	21.8	95	48	47	785	45.07	3.84
95.0	94.1	20.3	30	21.8	124	63	61	846	48.57	4.13
99.0	94.1	20.3	31.4	21.9	123	64	59	905	51.95	4.42
103.5	94.1	20.3	30.8	21.9	135	72	63	968	55.57	4.73
107.0	94.1	20.3	31	21.8	104	57	47	1015	58.27	4.96
111.0	94.1	20.3	31.9	21.8	122	68	54	1069	61.37	5.22
116.5	94.1	20.3	31.6	21.8	139	81	58	1127	64.70	5.51
120.0	94.1	20.3	31.4	21.8	109	65	44	1171	67.23	5.72
125.0	94.1	20.3	30.9	21.8	123	74	49	1220	70.04	5.96
130.0	94.1	20.3	31.8	21.8	129	81	48	1268	72.79	6.19
135.0	94.1	20.3	31.7	21.8	129	85	44	1312	75.32	6.41
140.0	94.1	20.4	31	21.8	122	84	38	1350	77.50	6.60
145.0	94.1	20.4	30.9	21.9	122	86	36	1386	79.57	6.77
150.0	94.1	20.4	30.2	21.9	118	88	30	1416	81.29	6.92
155.0	94	20.3	29.9	21.9	105	82	23	1439	82.61	7.03
160.0	94	20.3	30	21.8	105	86	19	1458	83.70	7.12
165.0	94	20.3	29.2	21.8	92	80	12	1470	84.39	7.18
170.0	94	20.3	30.2	21.8	94	84	10	1480	84.96	7.23
175.0	94	20.3	29.5	21.8	89	80	9	1489	85.48	7.27
180.0	94	20.2	29.1	21.7	90	82	8	1497	85.94	7.31
185.0	94	20.2	29.1	21.6	89	82	7	1504	86.34	7.35

EXPERIMENTO N° 011

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20 483.8

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 3.539

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
29.0	90.7	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
30.0	90.9	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
31.0	91.1	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
32.0	91.3	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
33.0	91.4	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
34.0	91.5	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
35.0	91.6	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
36.0	91.7	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
37.0	91.9	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
38.2	92.0	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
39.0	92.2	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
40.0	92.4	19.1	18.7	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
41.0	92.8	19.1	18.7	23.4	0	0	0	0	0.00	0.00
42.0	93.2	19.1	18.8	23.4	0	0	0	0	0.00	0.00
43.0	93.3	19.1	20.4	23.4	0	0	0	0	0.00	0.00
43.2	93.4	19.1	22.9	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
45.0	93.6	19.1	24.6	22.7	80	40	40	40	2.29	0.20
47.0	93.7	19.1	24.7	21.8	90	43	47	87	4.99	0.42
49.0	93.8	19.1	25.1	21.5	90	43	47	134	7.69	0.65
51.0	93.9	19.1	24.8	21.4	88	41	47	181	10.38	0.88
54.0	94	19.1	25.7	21.4	154	75	79	260	14.92	1.27
56.0	94	19.1	25.7	21.2	104	50	54	314	18.01	1.53
58.0	94	19.1	25.7	21.2	104	50	54	368	21.11	1.80
60.0	94.1	19.1	25.7	21.2	102	50	52	420	24.09	2.05
62.0	94.1	19.1	25.5	21.2	96	47	49	469	26.90	2.29
64.0	94.1	19.1	25.3	21.2	90	44	46	515	29.54	2.51
67.0	94.1	19.1	25.3	21.3	139	69	70	585	33.56	2.86
70.0	94.1	19.1	25.4	21.3	138	69	69	654	37.52	3.19
74.0	94.1	19.2	25.2	21.5	182	92	90	744	42.68	3.63
77.0	94.1	19.2	25.1	21.4	130	68	62	806	46.24	3.93
80.0	94.1	19.3	25.4	21.4	129	68	61	867	49.74	4.23
83.0	94.2	19.3	25.5	21.4	134	74	60	927	53.18	4.53
86.0	94.2	19.3	26.4	21.5	130	72	58	985	56.51	4.81

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
89.0	94.2	19.4	25.8	21.4	128	72	56	1041	59.72	5.08
92.0	94.2	19.4	25.8	21.4	126	72	54	1095	62.82	5.35
95.0	94.2	19.4	25.3	21.5	116	68	48	1143	65.57	5.58
98.0	94.1	19.4	25.9	21.5	104	72	32	1175	67.41	5.74
101.0	94.1	19.4	26.4	21.5	117	74	43	1218	69.87	5.95
104.0	94.2	19.4	26.9	21.6	121	80	41	1259	72.22	6.15
108.0	94.2	19.4	27.3	21.7	139	95	44	1303	74.75	6.36
112.0	94.1	19.5	27.8	21.9	133	93	40	1343	77.04	6.56
115.0	94.2	19.5	27.6	21.9	101	73	28	1371	78.65	6.69
118.0	94.1	19.5	26.6	22	94	72	22	1393	79.91	6.80
121.0	94.1	19.5	28.5	22	79	62	17	1410	80.89	6.88
124.0	94.1	19.5	28.8	22.1	94	76	18	1428	81.92	6.97
127.0	94.1	19.5	28.6	22.1	86	74	12	1440	82.61	7.03
130.0	94.1	19.6	25.7	22.2	81	71	10	1450	83.18	7.08
134.0	94.1	19.6	25.2	22.3	107	97	10	1460	83.76	7.13
138.0	94.1	19.7	25.4	22.4	101	93	8	1468	84.21	7.17
143.0	94.1	19.7	25.9	22.4	139	121	18	1486	85.25	7.25
148.0	94.1	19.7	26	22.4	132	124	8	1494	85.71	7.29
153.0	94.1	19.7	26.6	22.5	128	120	8	1502	86.16	7.33
158.0	94.1	19.7	26.2	22.5	130	122	8	1510	86.62	7.37
163.0	94.1	19.7	27.1	22.5	130	124	6	1516	86.97	7.40
168.0	94.1	19.8	27	22.4	125	119	6	1522	87.31	7.43
173.0	94.1	19.8	27.2	22.5	128	122	6	1528	87.66	7.46
178.0	94.1	19.8	28	22.5	127	121	6	1534	88.00	7.49
183.0	94.1	19.9	28.6	22.5	131	126	5	1539	88.29	7.51
188.0	94.1	19.9	28.6	22.4	131	126	5	1544	88.57	7.54
193.0	94.1	19.8	28.8	22.5	125	120	5	1549	88.86	7.56

EXPERIMENTO N° 008

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20 487.00

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 5.075

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
16.0	85.0	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
16.2	86.5	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
16.5	88.1	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
16.8	88.7	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
17.0	89.0	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
17.5	89.2	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
18.0	89.5	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
18.5	89.7	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
19.0	89.9	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
19.5	90.1	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
20.0	90.2	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
21.0	90.3	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
22.0	91.1	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
22.5	91.5	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
23.0	91.7	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
24.0	92.2	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
25.0	92.5	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
25.7	92.7	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
26.5	92.8	18.9	18.5	20.6	0	0	0	0	0.00	0.00
27.5	93.1	18.9	18.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
28.5	93.2	18.9	19.5	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
29.0	93.3	18.9	22.9	20.5	0	0	0	0	0.00	0.00
30.0	93.4	18.9	26.9	20.4	0	0	0	0	0.00	0.00
31.0	93.5	18.9	27.3	20.1	156	76	80	80	4.59	0.39
33.0	93.6	18.9	28.6	19.9	155	70	85	165	9.46	0.81
35.0	93.8	18.9	28.9	19.8	172	81	91	256	14.68	1.25
38.0	93.9	18.9	29.0	19.7	260	130	130	386	22.14	1.88
40.0	94.0	18.9	28.8	19.7	178	84	94	480	27.53	2.34
42.0	94.0	18.8	29.2	19.7	170	86	84	564	32.35	2.75
44.0	94.1	18.8	29.5	19.7	166	86	80	644	36.94	3.14
46.0	94.2	18.8	28.9	19.7	171	93	78	722	41.41	3.52
48.0	94.2	18.8	28.4	19.7	164	88	76	798	45.77	3.90
50.0	94.2	18.8	28.4	19.7	156	82	74	872	50.02	4.26

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	Ve.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
52.0	94.3	18.8	28.8	19.7	152	82	70	942	54.03	4.60
54.0	94.3	18.8	28.5	19.7	146	80	66	1008	57.82	4.92
57.0	94.3	18.8	28.9	19.7	213	136	77	1085	62.23	5.30
60.0	94.4	18.8	28.6	19.7	207	136	71	1156	66.31	5.64
63.0	94.4	18.8	28.2	19.7	193	130	63	1219	69.92	5.95
66.0	94.4	18.7	27.4	19.7	185	133	52	1271	72.90	6.20
69.0	94.4	18.7	28.5	19.7	167	128	39	1310	75.14	6.39
72.0	94.4	18.7	28.6	19.8	162	136	26	1336	76.63	6.52
75.0	94.4	18.7	29.0	19.8	166	148	18	1354	77.66	6.61
79.0	94.4	18.7	29.1	19.9	193	176	17	1371	78.64	6.69
82.0	94.4	18.7	28.3	20.1	142	130	12	1383	79.33	6.75
87.0	94.4	18.7	30.9	20.3	240	224	16	1399	80.24	6.83
90.0	94.4	18.7	29.1	20.4	146	136	10	1409	80.82	6.88
93.0	94.4	18.7	29.2	20.5	148	139	9	1418	81.33	6.92
96.0	94.4	18.7	29.4	20.5	130	122	8	1426	81.79	6.96
99.0	94.4	18.7	29.9	20.5	146	138	8	1434	82.25	7.00
102.0	94.4	18.7	29.9	21.5	138	130	8	1442	82.71	7.04
105.0	94.4	18.7	28.8	20.5	133	126	7	1449	83.11	7.07
108.0	94.4	18.7	29.4	20.5	152	146	6	1455	83.46	7.10
111.0	94.4	18.7	29.1	20.5	138	132	6	1461	83.80	7.13
114.0	94.4	18.7	29.8	20.5	134	128	6	1467	84.14	7.16
117.0	94.4	18.7	27.4	20.5	155	149	6	1473	84.49	7.19
120.0	94.4	18.7	30.0	20.5	106	100	6	1479	84.83	7.22
123.0	94.4	18.8	29.9	20.6	124	118	6	1485	85.18	7.25
126.0	94.4	18.7	31.4	20.7	144	138	6	1491	85.52	7.28
129.0	94.4	18.7	32.7	20.7	138	132	6	1497	85.86	7.31
132.0	94.4	18.7	33.0	20.7	138	132	6	1503	86.21	7.34
135.0	94.4	18.7	33.9	20.8	130	124	6	1509	86.55	7.37
138.0	94.4	18.7	33.8	20.8	142	137	5	1514	86.84	7.39
145.0	94.4	18.9	38.8	20.8	315	308	7	1521	87.24	7.42
150.0	94.4	18.9	37.2	20.8	216	210	6	1527	87.59	7.45
155.0	94.4	18.9	37.7	20.8	232	226	6	1533	87.93	7.48
160.0	94.4	18.9	38.5	20.8	265	260	5	1538	88.22	7.51
170.0	94.4	19.0	39.7	20.9	400	391	9	1547	88.73	7.55
180.0	94.4	19.0	40.9	21.0	450	441	9	1556	89.25	7.60
193.0	94.3	19.1	33.1	21.0	576	563	13	1569	89.99	7.66

EXPERIMENTO N° 019

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20 483.50

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 6.611

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
5.0	25.7	21.3	24.1	24	0	0	0	0	0.00	0.00
11.0	48	19.3	19.1	23.8	0	0	0	0	0.00	0.00
13.0	88.6	19.3	18.9	23.7	0	0	0	0	0.00	0.00
15.7	89.8	19.3	18.9	23.7	0	0	0	0	0.00	0.00
17.0	90.9	19.3	18.9	23.6	0	0	0	0	0.00	0.00
19.0	92.3	19.4	18.9	23.5	0	0	0	0	0.00	0.00
20.6	92.8	19.4	28.4	22.9	0	0	0	0	0.00	0.00
23.0	93.3	19.4	33.1	21.8	257	135	122	122	7.00	0.60
25.0	93.5	19.4	33.1	21.7	252	126	126	248	14.23	1.21
28.0	93.7	19.4	32.5	21.5	397	195	202	450	25.82	2.20
30.0	93.8	19.4	30.8	21.4	253	116	137	587	33.67	2.87
32.0	93.8	19.4	30.8	21.4	280	145	135	722	41.42	3.52
34.0	93.8	19.4	30.7	21.3	251	132	119	841	48.25	4.11
36.0	93.8	19.4	30	20.4	241	135	106	947	54.33	4.62
38.0	94.1	19.4	29.6	20.9	221	128	93	1040	59.66	5.08
40.0	94.1	19.4	31.5	20.9	207	128	79	1119	64.19	5.46
42.0	94.2	19.5	32.5	21	216	140	76	1195	68.55	5.83
44.0	94.2	19.5	31.7	21	197	138	59	1254	71.94	6.12
46.0	94.3	19.5	31.5	21.1	186	145	41	1295	74.29	6.32
48.0	94.3	19.5	30.5	21.1	172	138	34	1329	76.24	6.49
50.0	94.3	19.5	31.5	21.5	170	145	25	1354	77.68	6.61
52.0	94.3	19.5	31.4	21.3	164	140	24	1378	79.05	6.73
54.0	94.3	19.5	33.3	21.3	155	135	20	1398	80.20	6.83
56.0	94.3	19.5	33.5	21.4	166	147	19	1417	81.29	6.92
60.0	94.3	19.5	33.2	21.5	286	270	16	1433	82.21	7.00
63.0	94.3	19.5	32.7	21.6	221	207	14	1447	83.01	7.06
66.0	94.3	19.5	32.8	21.7	228	216	12	1459	83.70	7.12
69.5	94.4	19.4	32.6	21.7	246	232	14	1473	84.50	7.19
72.0	94.4	19.4	32.1	21.7	190	180	10	1483	85.08	7.24
74.0	94.4	19.4	32.2	21.7	152	144	8	1491	85.54	7.28
76.0	94.4	19.4	32.5	21.5	129	122	7	1498	85.94	7.31
79.0	94.4	19.3	34.1	21.7	215	206	9	1507	86.45	7.36
82.0	94.4	19.3	34	21.8	216	208	8	1515	86.91	7.40

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
85.0	94.4	19.3	34	21.9	214	207	7	1522	87.31	7.43
88.0	94.4	19.3	33.4	21.9	216	209	7	1529	87.71	7.46
91.0	94.4	19.3	32.5	21.7	208	202	6	1535	88.06	7.49
94.0	94.4	19.3	33.1	21.7	217	211	6	1541	88.40	7.52
97.0	94.4	19.3	32.2	21.7	207	202	5	1546	88.69	7.55
100.0	94.4	19.3	32.8	21.7	210	205	5	1551	88.98	7.57
105.0	94.4	19.3	32.9	21.5	352	345	7	1558	89.38	7.61
108.0	94.4	19.3	32.5	21.4	213	208	5	1563	89.67	7.63
111.0	94.4	19.3	32.9	21.3	227	222	5	1568	89.95	7.65
114.0	94.4	19.3	32.8	21.1	200	195	5	1573	90.24	7.68
117.0	94.3	19.3	32.7	21	209	205	4	1577	90.47	7.70
120.0	94.3	19.3	33.2	20.8	209	205	4	1581	90.70	7.72
124.0	94.3	19.3	34.1	20.7	282	277	5	1586	90.98	7.74
127.5	94.3	19.3	34	20.7	241	237	4	1590	91.21	7.76
131.0	94.3	19.3	34.4	20.7	243	239	4	1594	91.44	7.78
134.0	94.3	19.3	33.3	20.7	240	237	3	1597	91.62	7.80
138.0	94.3	19.3	33.3	20.7	238	234	4	1601	91.85	7.82
144.0	94.3	19.3	34.8	20.6	404	400	4	1605	92.07	7.84
150.0	94.3	19.3	34.5	20.3	405	399	6	1611	92.42	7.86
156.0	94.3	19.3	31.7	20.3	411	405	6	1617	92.76	7.89
162.0	94.3	19.3	32.5	20.2	409	403	6	1623	93.11	7.92
168.0	94.3	19.3	31.2	20.1	410	405	5	1628	93.39	7.95
174.0	94.3	19.1	31.9	20.1	401	396	5	1633	93.68	7.97
180.0	94.3	19.1	29.4	20	395	390	5	1638	93.97	8.00
187.0	94.3	19.1	32.7	20	409	403	6	1644	94.31	8.03
193.0	94.2	19.1	32.7	19.9	425	420	5	1649	94.60	8.05

EXPERIMENTO N° 012

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20467.30

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 6.611

Tipo de molturación: M1

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
10.0	25.8	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
12.2	45.8	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
12.5	67.8	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
12.7	77.2	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
12.8	81.9	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
13.0	85	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
13.7	88.3	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
13.8	88.6	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
14.0	88.9	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
14.5	89	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
15.2	89.6	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
16.0	90	20	19.6	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
17.0	90.6	20	19.6	21.8	0	0	0	0	0.00	0.00
18.0	90.8	20	19.6	21.8	0	0	0	0	0.00	0.00
19.0	91.1	20	19.6	21.8	0	0	0	0	0.00	0.00
20.0	91.5	19.9	19.5	21.8	0	0	0	0	0.00	0.00
20.5	92	19.9	19.5	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
22.2	93	19.9	25.4	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
24.0	93.5	19.9	33.5	21.3	160	88	72	72	4.13	0.35
28.0	94	19.9	36	21.3	480	231	249	321	18.43	1.57
30.0	94	19.9	35.8	21.6	253	123	130	451	25.89	2.20
32.0	94.2	19.8	34.9	21.3	257	128	129	580	33.30	2.83
34.0	94.3	19.8	34.7	21.3	257	128	129	709	40.71	3.46
36.0	94.4	19.8	35.6	21.3	262	140	122	831	47.71	4.06
38.0	94.4	19.8	35.1	21.2	222	120	102	933	53.57	4.56
40.0	94.4	19.8	35.5	21.3	222	124	98	1031	59.19	5.04
42.0	94.5	19.8	34.7	21.1	222	130	92	1123	64.47	5.49
44.0	94.5	19.8	35.5	21.1	210	130	80	1203	69.07	5.88
46.0	94.5	19.8	34.8	21.2	198	132	66	1269	72.86	6.20
48.0	94.5	19.8	34	21.2	174	123	51	1320	75.79	6.45
50.0	94.5	19.7	35.5	21.3	174	134	40	1360	78.08	6.64
52.0	94.5	19.7	35.7	21.5	160	134	26	1386	79.57	6.77
54.0	94.5	19.7	36	21.6	157	140	17	1403	80.55	6.85
56.0	94.5	19.7	35.8	21.8	152	137	15	1418	81.41	6.93

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
59.0	94.5	19.7	36.3	21.9	220	202	18	1436	82.45	7.02
62.0	94.5	19.7	37.6	21.9	220	205	15	1451	83.31	7.09
65.0	94.6	19.7	38.5	22.1	222	209	13	1464	84.05	7.15
68.0	94.6	19.7	39.6	22.1	214	204	10	1474	84.63	7.20
71.0	94.6	19.7	40.6	22.2	211	202	9	1483	85.14	7.25
74.0	94.6	19.7	41.7	22.2	212	203	9	1492	85.66	7.29
77.0	94.6	19.8	41.8	22.3	211	204	7	1499	86.06	7.32
80.0	94.6	19.8	39.1	22.2	156	149	7	1506	86.46	7.36
83.0	94.6	19.8	34.3	22.2	210	204	6	1512	86.81	7.39
86.0	94.6	19.8	33.8	22.3	217	211	6	1518	87.15	7.42
91.0	94.6	19.7	33.9	22.3	343	333	10	1528	87.73	7.47
96.0	94.6	19.7	32.4	22.5	348	339	9	1537	88.24	7.51
101.0	94.6	19.7	33.5	22.5	358	349	9	1546	88.76	7.55
106.0	94.6	19.7	33.7	22.5	349	340	9	1555	89.28	7.60
111.0	94.6	19.7	32.8	22.5	354	345	9	1564	89.79	7.64
116.0	94.6	19.7	31.9	22.5	359	350	9	1573	90.31	7.69
121.0	94.6	19.8	32	22.5	343	335	8	1581	90.77	7.72
126.0	94.5	19.8	31.8	22.5	348	340	8	1589	91.23	7.76
131.0	94.5	19.8	32	22.5	353	345	8	1597	91.69	7.80
136.0	94.5	19.8	31.8	22.5	350	342	8	1605	92.15	7.84
141.0	94.5	19.8	31.8	22.5	350	342	8	1613	92.61	7.88
146.0	94.5	19.9	31.8	22.5	352	345	7	1620	93.01	7.92
151.0	94.5	19.9	31	22.5	342	335	7	1627	93.41	7.95
156.0	94.5	19.9	31	22.7	354	348	6	1633	93.76	7.98
161.0	94.5	19.9	31.5	22.8	351	345	6	1639	94.10	8.01
166.0	94.5	19.9	30.3	22.8	353	347	6	1645	94.44	8.04
171.0	94.5	19.9	31.4	22.8	347	342	5	1650	94.73	8.06
176.0	94.5	19.9	31.1	22.6	338	333	5	1655	95.02	8.09
181.0	94.5	20	30.2	22.7	344	340	4	1659	95.25	8.11
186.0	94.5	19.9	30.8	22.7	346	342	4	1663	95.48	8.13
191.0	94.5	19.9	30.8	22.8	355	351	4	1667	95.71	8.14
193.0	94.5	20	30.8	22.9	148	146	2	1669	95.82	8.15

EXPERIMENTO N° 020

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11768.20

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 2.771

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.31

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
31.7	85.8	19.6	19.2	21.9	0	0	0	0	0.00	0.00
31.8	86	19.6	19.2	21.9	0	0	0	0	0.00	0.00
32.0	87.1	19.6	19.2	21.9	0	0	0	0	0.00	0.00
32.5	88.5	19.6	19.2	21.9	0	0	0	0	0.00	0.00
32.8	88.7	19.6	19.2	21.9	0	0	0	0	0.00	0.00
34.3	89.6	19.6	19.2	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
35.0	90.1	19.6	19.2	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
37.0	90.6	19.6	19.2	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
39.0	91	19.6	19.2	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
40.0	91.2	19.6	19.2	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
42.0	91.5	19.6	20.4	21.7	0	0	0	0	0.00	0.00
42.3	91.5	19.6	21.2	21.8	0	0	0	0	0.00	0.00
44.0	91.8	19.6	22.3	20.8	33	16	17	17	1.70	0.14
46.0	91.9	19.6	22.6	20.6	42	20	22	39	3.89	0.33
48.0	92.1	19.6	22.9	20.6	44	22	22	61	6.09	0.52
50.0	92.5	19.6	22.8	20.9	49	24	25	86	8.59	0.73
52.0	92.7	19.6	22.8	20.5	53	25	28	114	11.38	0.97
54.0	92.8	19.6	23.2	20.4	52	25	27	141	14.08	1.20
56.0	92.8	19.6	22.6	20.4	52	26	26	167	16.68	1.42
58.0	92.8	19.6	22.9	20.4	48	24	24	191	19.07	1.62
60.0	92.8	19.6	23.3	20.4	48	25	23	214	21.37	1.82
62.0	92.9	19.6	23	20.4	51	28	23	237	23.67	2.01
64.0	92.8	19.6	23.3	20.4	49	27	22	259	25.86	2.20
66.0	92.9	19.5	23	20.4	49	27	22	281	28.06	2.39
68.0	92.9	19.4	23.2	20.4	49	28	21	302	30.16	2.57
70.0	92.9	19.5	23	20.4	49	28	21	323	32.25	2.74
72.0	92.9	19.5	23.1	20.4	48	27	21	344	34.35	2.92
74.0	92.9	19.5	23	20.4	47	27	20	364	36.35	3.09
76.0	92.9	19.5	23.2	20.4	48	28	20	384	38.34	3.26
78.3	92.9	19.5	22.9	20.4	52	30	22	406	40.54	3.45
80.0	92.9	19.5	23	20.4	40	23	17	423	42.24	3.59
82.0	92.9	19.5	23.1	20.5	47	28	19	442	44.13	3.76
85.0	92.9	19.5	22.9	20.5	65	38	27	469	46.83	3.99

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
88.0	92.9	19.5	23.1	20.6	68	41	27	496	49.53	4.21
92.0	92.9	19.5	23.1	20.6	89	54	35	531	53.02	4.51
95.0	93.1	19.5	23.1	20.6	67	41	26	557	55.62	4.73
98.0	93.3	19.5	23.4	20.7	69	43	26	583	58.21	4.95
102.3	93.3	19.5	23.4	20.8	75	49	26	609	60.81	5.17
105.0	93.4	19.5	23.1	20.9	73	48	25	634	63.31	5.39
108.0	93.5	19.5	23	21	56	38	18	652	65.10	5.54
111.0	93.5	19.5	22.9	21.1	57	40	17	669	66.80	5.68
114.0	93.5	19.5	22.8	21.1	57	42	15	684	68.30	5.81
117.0	93.5	19.5	23.2	21.1	54	40	14	698	69.70	5.93
120.0	93.6	19.5	22.7	21.2	52	40	12	710	70.90	6.03
123.0	93.6	19.5	22.8	21.3	52	41	11	721	71.99	6.13
126.0	93.6	19.5	22.9	21.4	49	41	8	729	72.79	6.19
129.0	93.6	19.5	22.5	21.5	46	38	8	737	73.59	6.26
132.0	93.6	19.5	22.9	21.5	48	40	8	745	74.39	6.33
135.0	93.6	19.5	22.9	21.5	46	39	7	752	75.09	6.39
138.0	93.6	19.5	23	21.5	48	41	7	759	75.79	6.45
141.0	93.6	19.5	23	21.5	48	42	6	765	76.39	6.50
144.0	93.6	19.5	23.1	21.5	47	42	5	770	76.89	6.54
147.0	93.6	19.5	22.9	21.6	47	43	4	774	77.29	6.58
150.0	93.6	19.5	23.3	21.7	48	44	4	778	77.69	6.61
153.0	93.6	19.5	23.1	21.7	49	45	4	782	78.08	6.65
156.0	93.6	19.5	23.2	21.7	46	42	4	786	78.48	6.68
159.0	93.6	19.5	23.1	21.9	45	41	4	790	78.88	6.71
162.0	93.6	19.5	23	21.9	44	40	4	794	79.28	6.75
165.0	93.6	19.5	23	21.9	42	38	4	798	79.68	6.78
168.0	93.6	19.5	22.7	21.9	43	39	4	802	80.08	6.81
171.0	93.6	19.5	23.1	21.9	58	55	3	805	80.38	6.84
174.0	93.6	19.5	22.6	21.8	47	44	3	808	80.68	6.87
177.0	93.6	19.5	23.1	21.8	44	41	3	811	80.98	6.89
180.0	93.6	19.5	23.1	21.9	47	45	2	813	81.18	6.91
183.5	93.6	19.5	23.3	21.9	49	46	3	816	81.48	6.93
186.0	93.6	19.5	22.9	22	39	37	2	818	81.68	6.95
189.0	93.6	19.5	22.5	22	45	43	2	820	81.88	6.97
192.0	93.6	19.5	22.8	22.1	41	39	2	822	82.08	6.98
194.0	93.6	19.5	23.2	22.1	30	28	2	824	82.28	7.00

EXPERIMENTO N° 015

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11769.30

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 3.539

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.31

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
25.7	88.1	19.9	19.5	22.2	0	0	0	0	0.00	0.00
26.3	88.7	19.9	19.5	22.2	0	0	0	0	0.00	0.00
26.8	89.1	19.9	19.5	22.2	0	0	0	0	0.00	0.00
27.5	89.4	19.9	19.5	22.2	0	0	0	0	0.00	0.00
29.0	90.1	19.9	19.5	22.2	0	0	0	0	0.00	0.00
30.0	90.5	19.9	19.5	22	0	0	0	0	0.00	0.00
32.0	91.1	19.9	19.5	22.3	0	0	0	0	0.00	0.00
32.2	91.2	19.9	22.6	21.6	0	0	0	0	0.00	0.00
34.0	91.5	19.8	22.9	21.2	61	30	31	31	3.10	0.26
36.0	91.7	19.8	22.8	21.1	74	37	37	68	6.79	0.58
38.0	91.7	19.8	22.8	21.1	82	41	41	109	10.88	0.93
40.0	92.1	19.7	23	21	87	44	43	152	15.18	1.29
42.0	92.2	19.7	23	21.9	85	44	41	193	19.27	1.64
44.0	92.3	19.7	22.8	20.9	85	44	41	234	23.36	1.99
46.0	92.3	19.7	22.8	20.2	84	46	38	272	27.16	2.31
48.0	92.3	19.7	22.9	20.2	84	47	37	309	30.85	2.63
50.0	92.3	19.7	23	20.8	80	45	35	344	34.35	2.92
52.0	92.4	19.7	25.4	20.8	78	45	33	377	37.64	3.20
54.0	92.5	19.7	25	20.8	79	47	32	409	40.84	3.48
56.0	92.6	19.7	25	20.8	73	44	29	438	43.73	3.72
58.0	92.6	19.7	25.1	20.7	72	44	28	466	46.53	3.96
60.0	92.7	19.7	25.2	20.7	72	44	28	494	49.32	4.20
62.0	92.4	19.7	25.3	20.7	72	44	28	522	52.12	4.44
64.0	93.1	19.7	24.9	20.7	74	46	28	550	54.91	4.67
66.0	93.2	19.7	24.9	20.5	74	48	26	576	57.51	4.89
68.0	93.3	19.7	25.5	20.5	68	43	25	601	60.01	5.11
70.0	93.4	19.7	24.7	20.5	73	48	25	626	62.50	5.32
72.0	93.5	19.7	25.4	20.5	68	45	23	649	64.80	5.51
74.0	93.5	19.7	25.5	20.6	66	45	21	670	66.90	5.69
76.0	93.6	19.7	25.7	20.7	65	48	17	687	68.59	5.84
78.0	93.6	19.7	25.1	20.8	64	48	16	703	70.19	5.97
80.0	93.7	19.7	25.4	21	65	49	16	719	71.79	6.11
82.0	93.7	19.7	25.4	21.2	64	50	14	733	73.19	6.23

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
84.0	93.7	19.7	25.4	21.3	57	46	11	744	74.28	6.32
86.0	93.7	19.6	25.1	21.4	60	50	10	754	75.28	6.41
88.0	93.7	19.6	25.1	21.4	59	50	9	763	76.18	6.48
90.0	93.8	19.6	25.4	21.5	56	48	8	771	76.98	6.55
92.0	93.8	19.6	25.4	21.5	55	48	7	778	77.68	6.61
94.0	93.8	19.6	25	21.5	56	49	7	785	78.38	6.67
96.0	93.8	19.6	25.2	21.5	55	50	5	790	78.88	6.71
98.0	93.9	19.7	25	21.5	50	45	5	795	79.38	6.75
100.0	93.9	19.7	25.1	21.6	54	49	5	800	79.87	6.80
102.0	93.9	19.7	25.4	21.6	53	48	5	805	80.37	6.84
104.0	93.9	19.7	25.1	21.7	53	49	4	809	80.77	6.87
106.0	93.9	19.7	25.4	21.3	49	45	4	813	81.17	6.91
108.0	93.9	19.7	24.7	21.9	48	44	4	817	81.57	6.94
110.0	93.9	19.7	25.1	21.9	46	42	4	821	81.97	6.98
112.0	93.9	19.7	22.6	21.9	45	41	4	825	82.37	7.01
114.0	93.9	19.7	23.5	21.9	25	21	4	829	82.77	7.04
116.0	93.9	19.6	24.4	21.9	44	40	4	833	83.17	7.08
118.0	93.9	19.6	24.6	21.9	47	42	5	838	83.67	7.12
120.0	93.9	19.6	24.8	21.8	46	42	4	842	84.07	7.15
122.0	93.9	19.6	24.5	21.8	48	44	4	846	84.47	7.19
124.0	93.9	19.6	24.1	21.7	42	38	4	850	84.87	7.22
126.0	93.9	19.6	24.2	21.7	46	42	4	854	85.27	7.26
128.0	93.9	19.6	24.6	21.7	50	46	4	858	85.67	7.29
130.0	93.9	19.6	24.9	21.8	46	42	4	862	86.07	7.32
132.0	93.9	19.7	24.8	21.8	47	43	4	866	86.46	7.36
134.0	93.9	19.7	24.5	21.9	46	44	2	868	86.66	7.38
136.0	93.9	19.7	25.2	21.9	51	48	3	871	86.96	7.40
139.0	93.9	19.7	23.9	21.9	64	61	3	874	87.26	7.43
142.0	93.9	19.7	24.7	21.9	70	67	3	877	87.56	7.45
145.0	93.9	19.7	24.1	21.9	71	69	2	879	87.76	7.47
150.0	93.9	19.7	23.6	22	108	105	3	882	88.06	7.49
155.0	93.9	19.7	23.3	22	98	95	3	885	88.36	7.52
160.0	93.9	19.7	24.9	22	108	105	3	888	88.66	7.55
165.0	93.9	19.6	25.1	21.9	113	110	3	891	88.96	7.57
170.0	93.9	19.6	24.9	21.8	117	114	3	894	89.26	7.60
175.0	93.9	19.7	24.9	21.9	115	112	3	897	89.56	7.62
180.0	93.9	19.7	24.9	22	114	112	2	899	89.76	7.64
185.0	93.9	19.7	24.6	22.1	115	113	2	901	89.96	7.66
190.0	93.9	19.7	23.8	22.1	115	113	2	903	90.16	7.67
193.0	93.9	19.6	24.9	22	68	67	1	904	90.26	7.68

EXPERIMENTO N° 030

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11768.2

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 5.075

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.31

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
5.0	31.6	21.2	21.8	26.3	0	0	0	0	0.00	0.00
10.0	31.6	20.1	19.7	26.1	0	0	0	0	0.00	0.00
15.0	89.1	19.9	19.6	25.3	0	0	0	0	0.00	0.00
16.0	89.6	20	22.8	25.6	0	0	0	0	0.00	0.00
19.0	91.4	20.1	30.4	22.7	233	115	118	118	11.78	1.00
22.0	92.1	20.1	30.4	22.5	254	128	126	244	24.36	2.07
25.0	93.1	20.1	30.3	22.5	264	140	124	368	36.75	3.13
27.0	93.2	20.1	31.3	22.5	152	84	68	436	43.54	3.70
29.0	93.4	20.1	31.4	22.3	158	92	66	502	50.13	4.27
32.0	93.4	20.1	31.2	22.3	214	140	74	576	57.52	4.89
35.0	93.5	20.1	31.8	22.3	218	149	69	645	64.41	5.48
38.0	93.8	20.1	31.3	22.4	192	140	52	697	69.60	5.92
41.0	94	20.1	31.3	22.4	190	148	42	739	73.79	6.28
44.0	94	20.1	30.2	22.5	172	143	29	768	76.69	6.53
47.2	94	20.1	30.8	22.6	172	151	21	789	78.78	6.70
51.0	94.1	20.1	31.5	22.6	210	193	17	806	80.48	6.85
55.0	94.1	20.1	30.6	22.7	192	179	13	819	81.78	6.96
60.0	94.1	20.1	31.2	22.7	260	247	13	832	83.08	7.07
65.0	94.1	20.1	30.8	22.7	260	247	13	845	84.38	7.18
70.0	94.1	20.1	30.4	22.7	260	248	12	857	85.57	7.28
77.0	94.1	20.1	31.3	22.7	353	340	13	870	86.87	7.39
82.0	94.1	20	31	22.6	201	195	6	876	87.47	7.44
86.0	94.1	19.9	29.4	22.4	236	230	6	882	88.07	7.49
90.0	94.1	20	30.8	22.4	188	183	5	887	88.57	7.54
95.0	94.1	20	30.6	22.4	239	233	6	893	89.17	7.59
100.0	94.1	20.1	30.6	22.6	250	245	5	898	89.67	7.63
105.0	94.1	20.1	30.2	22.3	222	217	5	903	90.17	7.67
110.0	94.1	20	30.2	22.3	239	234	5	908	90.67	7.72
115.0	94.1	20	31.2	22.3	236	231	5	913	91.17	7.76
120.0	94.1	20	30.9	22.3	238	233	5	918	91.66	7.80
125.0	94.1	20	31.6	22.3	220	215	5	923	92.16	7.84

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
130.0	94.1	20	31.7	22.3	234	229	5	928	92.66	7.89
135.0	94	20	32.2	22.3	234	229	5	933	93.16	7.93
140.0	94	20	32.2	22.4	247	243	4	937	93.56	7.96
146.0	94	19.9	34.4	22.2	290	285	5	942	94.06	8.00
150.0	94	19.9	33.1	22.2	191	188	3	945	94.36	8.03
155.0	94	20.1	33.9	22.2	240	236	4	949	94.76	8.06
160.0	94	20.1	33.2	22.2	244	240	4	953	95.16	8.10
165.0	94	20	34.4	22.1	236	232	4	957	95.56	8.13
170.0	93.9	19.9	33.5	22.1	240	236	4	961	95.96	8.17
175.0	93.9	20.1	33.1	22.1	249	246	3	964	96.26	8.19
180.0	93.9	20.1	32.6	22	220	217	3	967	96.56	8.22
185.0	93.9	20.1	33.7	22	235	233	2	969	96.76	8.23
190.0	93.9	20.1	33.2	22	227	225	2	971	96.96	8.25
193.0	93.9	20.1	33	22	136	135	1	972	97.06	8.26

EXPERIMENTO N° 004

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11763.4

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 5.075

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.31

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
15.2	87.6	20.3	20	24.4	0	0	0	0	0.00	0.00
15.3	88.2	20.3	20	24.4	0	0	0	0	0.00	0.00
15.7	88.6	20.3	20	24.3	0	0	0	0	0.00	0.00
16.0	88.8	20.3	20	24.3	0	0	0	0	0.00	0.00
16.2	89	20.3	20	24.3	0	0	0	0	0.00	0.00
16.5	89.1	20.3	20	24.3	0	0	0	0	0.00	0.00
17.0	89.2	20.3	20	24.2	0	0	0	0	0.00	0.00
19.0	90.1	20.3	21	24.2	0	0	0	0	0.00	0.00
19.2	90.2	20.3	22.2	24.3	0	0	0	0	0.00	0.00
21.0	90.7	20.2	27.6	23.7	122	60	62	62	6.19	0.53
23.0	91	20.2	30	22.7	158	78	80	142	14.18	1.21
25.0	91.2	20.2	30.3	22.4	158	79	79	221	22.08	1.88
27.0	91.9	20.2	29.5	22.3	162	84	78	299	29.87	2.54
29.0	92.1	20.2	30.1	22.2	162	88	74	373	37.26	3.17
31.0	92.3	20.2	30.1	22	165	94	71	444	44.35	3.77
33.0	92.5	20.2	29.5	22	140	83	57	501	50.05	4.26
35.0	92.8	20.1	30	22	145	91	54	555	55.44	4.72
37.0	93	20.1	28.9	22	131	86	45	600	59.94	5.10
39.0	93.2	20.3	30.1	22	132	90	42	642	64.13	5.46
41.0	93.3	20.4	30.4	22	128	89	39	681	68.03	5.79
43.0	93.5	20.4	30.6	22	131	93	38	719	71.82	6.11
45.0	93.6	20.5	30.7	22.1	125	94	31	750	74.92	6.38
47.7	93.6	20.8	31	22.2	153	123	30	780	77.92	6.63
49.0	93.6	21	31.4	22.3	87	73	14	794	79.32	6.75
51.0	93.6	20.3	30.5	22.5	100	87	13	807	80.61	6.86
53.0	93.7	20.3	30.5	22.5	104	92	12	819	81.81	6.96
55.0	93.7	20.2	30.6	22.5	115	106	9	828	82.71	7.04
57.0	93.7	20.3	30.4	22.5	91	84	7	835	83.41	7.10
59.0	93.8	20.3	29.6	22.6	100	93	7	842	84.11	7.16
61.0	93.8	20.3	30.6	22.6	98	92	6	848	84.71	7.21
63.0	93.9	20.3	30.5	22.6	100	95	5	853	85.21	7.25
65.0	93.9	20.3	30.4	22.6	114	109	5	858	85.71	7.29
68.0	93.9	20.3	30.3	22.7	134	129	5	863	86.21	7.34

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
71.0	93.9	20.1	29.9	22.7	130	125	5	868	86.71	7.38
74.0	93.9	20	30.1	22.7	150	145	5	873	87.21	7.42
77.0	93.9	20	29.4	22.7	148	143	5	878	87.71	7.46
80.0	93.9	20	29.8	22.7	140	137	3	881	88.01	7.49
83.0	93.9	20	29.5	22.7	130	127	3	884	88.31	7.51
86.0	93.9	20	29.9	22.7	138	135	3	887	88.61	7.54
89.0	93.9	20	29.5	22.7	167	164	3	890	88.91	7.57
92.0	93.9	20.1	30	22.6	104	101	3	893	89.20	7.59
95.0	93.9	20.1	30	22.7	124	121	3	896	89.50	7.62
98.0	93.9	20.1	30.6	22.7	148	145	3	899	89.80	7.64
101.0	94	20.1	30.3	22.7	136	133	3	902	90.10	7.67
104.0	94	20.2	30.8	22.9	144	141	3	905	90.40	7.69
107.0	94	20.2	30.5	22.9	143	140	3	908	90.70	7.72
110.0	94	20.2	30.1	22.9	146	143	3	911	91.00	7.74
113.0	94	20.2	30.6	22.9	148	145	3	914	91.30	7.77
116.0	94	20.2	30.2	22.9	143	140	3	917	91.60	7.80
119.0	94	20.2	30.5	22.9	149	146	3	920	91.90	7.82
121.0	94	20.1	30.1	22.9	95	92	3	923	92.20	7.85
125.0	94	20.1	30.5	22.9	188	184	4	927	92.60	7.88
129.0	94	20.1	29.9	22.9	194	190	4	931	93.00	7.91
133.0	94	20.2	30.1	23	176	172	4	935	93.40	7.95
137.0	94	20.2	30.5	23.1	189	185	4	939	93.80	7.98
141.0	94	20.1	30.3	23.1	204	200	4	943	94.20	8.02
145.0	94	20.2	29.6	23	189	185	4	947	94.60	8.05
149.0	94	20.2	30.1	23	174	171	3	950	94.90	8.08
153.0	94	20.2	29.5	23	171	169	2	952	95.10	8.09
157.0	94	20.2	30.2	23	188	186	2	954	95.30	8.11
161.0	94	20.2	29.9	23	188	186	2	956	95.50	8.13
165.0	94	20.1	30.2	23	190	188	2	958	95.70	8.14
169.0	94	20.2	30.5	23	185	183	2	960	95.90	8.16
173.7	94	20.2	30.5	23.1	207	205	2	962	96.10	8.18
177.0	94	20.3	29.8	23.1	160	158	2	964	96.30	8.19
181.0	94	20.3	29.8	23.3	198	196	2	966	96.50	8.21
185.0	94	20.3	28.7	23.4	184	182	2	968	96.70	8.23
189.0	94	20.3	29.1	23.4	168	166	2	970	96.90	8.25
193.0	94	20.3	29.3	23.4	177	175	2	972	97.10	8.26

EXPERIMENTO N° 003

Peso de semilla de molle / Batch, g: 11770.10

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 6.611

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.31

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
15.0	91	19.9	33.2	23.2	163	82	81	81	8.09	0.69
17.0	92	19.9	32	22.8	220	109	111	192	19.17	1.63
19.0	92.7	19.9	34.5	22.6	217	108	109	301	30.05	2.56
21.0	93.2	19.9	34.8	22.6	230	125	105	406	40.53	3.45
23.2	93.5	19.9	33.2	22.4	232	137	95	501	50.02	4.26
25.0	93.7	19.9	34.8	22.3	167	107	60	561	56.01	4.77
27.0	93.8	19.9	34.7	22.3	197	139	58	619	61.80	5.26
29.0	93.9	19.9	34	21.9	172	128	44	663	66.19	5.63
31.0	93.9	19.9	34.7	21.8	167	128	39	702	70.09	5.96
33.0	94	19.9	34.9	22.4	162	129	33	735	73.38	6.24
35.0	94.1	19.8	34.2	22.4	157	135	22	757	75.58	6.43
37.0	94.1	19.8	34.2	22.4	151	134	17	774	77.27	6.58
39.2	94.1	19.8	35	22.4	170	155	15	789	78.77	6.70
41.0	94.2	19.8	35.2	22.3	127	117	10	799	79.77	6.79
43.0	94.2	19.8	35	22.3	146	137	9	808	80.67	6.86
45.0	94.1	19.8	34	22.3	140	131	9	817	81.57	6.94
47.0	94.2	19.8	34.6	22.3	142	134	8	825	82.37	7.01
49.0	94	19.8	34.7	22.3	138	131	7	832	83.06	7.07
51.0	94.2	19.8	34.5	22.3	145	139	6	838	83.66	7.12
53.0	94.3	19.8	34.7	22.3	145	139	6	844	84.26	7.17
55.0	94.2	19.8	35.1	22.4	144	138	6	850	84.86	7.22
57.0	94.3	19.8	34.7	22.4	143	138	5	855	85.36	7.26
59.0	94.4	19.9	35.1	22.5	144	139	5	860	85.86	7.31
61.0	94.4	19.9	35.1	22.5	111	106	5	865	86.36	7.35
63.0	94.4	19.9	35.2	22.4	174	169	5	870	86.86	7.39
65.0	94.4	19.9	34.5	22.4	143	138	5	875	87.36	7.43
67.0	94.4	19.9	35.1	22.4	141	136	5	880	87.86	7.48
69.0	94.4	19.9	34.2	22.4	134	129	5	885	88.36	7.52
71.0	94.4	19.9	34.7	22.4	157	152	5	890	88.85	7.56
73.0	94.4	19.9	34.5	22.4	127	123	4	894	89.25	7.60
75.0	94.4	19.9	35.1	22.4	143	140	3	897	89.55	7.62
77.0	94.4	19.9	34.7	22.4	144	141	3	900	89.85	7.65
79.0	94.4	19.9	32.9	22.4	115	112	3	903	90.15	7.67
81.0	94.4	19.9	34.9	22.3	143	140	3	906	90.45	7.70
83.0	94.4	19.9	35.3	22.3	136	133	3	909	90.75	7.72

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
85.0	94.4	19.9	35.1	22.3	141	138	3	912	91.05	7.75
87.0	94.4	19.9	34.5	22.4	142	140	2	914	91.25	7.77
89.0	94.4	19.9	34.3	22.4	140	138	2	916	91.45	7.78
91.0	94.4	19.9	31	22.4	110	108	2	918	91.65	7.80
93.0	94.4	19.9	33.9	22.2	132	130	2	920	91.85	7.82
95.0	94.4	19.9	32.9	22.2	126	124	2	922	92.05	7.83
97.0	94.4	19.9	34.7	22.3	140	138	2	924	92.25	7.85
99.0	94.4	19.9	34.8	22.3	138	136	2	926	92.45	7.87
101.0	94.5	19.9	34.1	22.4	140	138	2	928	92.65	7.88
103.0	94.5	19.9	33.9	22.4	148	146	2	930	92.85	7.90
105.0	94.5	19.9	34.2	22.4	132	130	2	932	93.05	7.92
107.0	94.5	19.9	34.3	22.4	142	140	2	934	93.25	7.94
109.0	94.5	19.8	34.4	22.4	140	138	2	936	93.45	7.95
111.0	94.5	19.8	33.6	22.4	141	140	1	937	93.55	7.96
113.0	94.5	19.8	34.6	22.4	160	159	1	938	93.65	7.97
115.0	94.5	19.8	34.6	22.4	113	112	1	939	93.75	7.98
117.0	94.5	19.8	33.9	22.5	141	140	1	940	93.85	7.99
119.0	94.5	19.8	34.3	22.5	139	138	1	941	93.95	7.99
121.0	94.5	19.9	34.7	22.5	140	139	1	942	94.05	8.00
123.0	94.5	19.9	34.6	22.6	139	138	1	943	94.15	8.01
125.0	94.5	19.9	32.6	22.6	139	138	1	944	94.25	8.02
127.0	94.5	19.9	34.4	22.6	129	128	1	945	94.35	8.03
129.0	94.5	19.9	33.7	22.6	135	134	1	946	94.45	8.04
131.0	94.5	19.9	34.6	22.6	139	138	1	947	94.55	8.05
133.0	94.5	19.9	34.5	22.6	135	134	1	948	94.65	8.05
135.0	94.5	19.8	34	22.7	138	137	1	949	94.75	8.06
137.0	94.5	19.8	34.8	22.7	137	136	1	950	94.84	8.07
139.0	94.5	19.9	33.4	22.6	150	149	1	951	94.94	8.08
141.0	94.5	19.9	34.1	22.5	144	143	1	952	95.04	8.09
143.0	94.5	19.9	34.7	22.5	128	127	1	953	95.14	8.10
145.0	94.5	19.9	34.8	22.5	135	134	1	954	95.24	8.11
147.0	94.5	19.9	34.1	22.5	137	136	1	955	95.34	8.11
149.0	94.5	19.9	32.4	22.5	138	137	1	956	95.44	8.12
151.0	94.5	19.9	32.4	22.5	141	140	1	957	95.54	8.13
155.0	94.5	19.9	34.3	22.5	246	244	2	959	95.74	8.15
159.0	94.5	19.9	31.9	22.5	250	248	2	961	95.94	8.16
163.0	94.5	19.9	34.1	22.5	247	245	2	963	96.14	8.18
168.0	94.5	19.9	34.1	22.4	372	369	3	966	96.44	8.21
173.0	94.5	19.9	34.8	22.4	347	344	3	969	96.74	8.23
178.0	94.5	19.9	33.3	22.4	321	319	2	971	96.94	8.25

EXPERIMENTO N° 031

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20476.00

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 2.771

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
45.2	92.1	20.4	20	24.6	0	0	0	0	0.00	0.00
47.7	92.7	20.4	20	24.5	0	0	0	0	0.00	0.00
51.7	93.5	20.4	22.9	24.4	0	0	0	0	0.00	0.00
53.0	93.6	20.4	23.9	23.5	30	16	14	14	0.80	0.07
55.0	93.7	20.4	23.9	23	56	26	30	44	2.53	0.21
57.0	93.8	20.4	24.3	22.9	67	32	35	79	4.53	0.39
59.0	93.8	20.4	24.6	22.7	62	21	41	120	6.89	0.59
61.0	93.8	20.4	24.5	22.6	59	25	34	154	8.84	0.75
63.0	93.8	20.4	24.2	22.5	62	30	32	186	10.67	0.91
65.0	93.8	20.4	24.4	22.4	62	31	31	217	12.45	1.06
67.0	93.9	20.3	24.2	22.3	62	31	31	248	14.23	1.21
69.0	93.9	20.3	24.3	22.3	63	32	31	279	16.01	1.36
71.0	94	20.3	24.3	22.2	61	30	31	310	17.79	1.51
73.0	94	20.3	24	22.2	61	30	31	341	19.57	1.67
75.0	94	20.3	24.3	22.2	61	31	30	371	21.29	1.81
77.0	94	20.3	24.5	22.2	61	31	30	401	23.01	1.96
79.0	94	20.3	24.1	22.2	62	32	30	431	24.73	2.10
81.0	94	20.3	24.3	22.2	62	32	30	461	26.46	2.25
83.0	94	20.3	24.6	22.2	60	30	30	491	28.18	2.40
85.0	94	20.3	24.4	22.2	61	31	30	521	29.90	2.54
87.0	94	20.3	24.4	22.2	61	31	30	551	31.62	2.69
89.0	94	20.3	24.4	22.2	62	32	30	581	33.34	2.84
91.0	94	20.3	24.6	22.2	59	30	29	610	35.01	2.98
93.0	94	20.3	23.9	22.2	58	31	27	637	36.56	3.11
95.0	94	20.3	24.6	22.2	56	30	26	663	38.05	3.24
97.0	94	20.3	24.6	22.2	59	34	25	688	39.48	3.36
99.0	94	20.3	24.4	22.2	54	30	24	712	40.86	3.48
101.0	94	20.3	24.2	22.2	56	32	24	736	42.24	3.59
103.0	94	20.3	24.4	22.3	59	35	24	760	43.62	3.71
105.0	94	20.3	24	22.3	53	29	24	784	44.99	3.83
107.0	94	20.3	24.3	22.3	60	34	26	810	46.48	3.96
109.0	94	20.3	24.1	22.3	50	29	21	831	47.69	4.06
111.0	94	20.3	24.2	22.3	54	31	23	854	49.01	4.17
113.0	94	20.3	24.5	22.3	53	31	22	876	50.27	4.28
115.0	94	20.3	24.1	22.3	55	32	23	899	51.59	4.39

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
117.0	94	20.3	24.4	22.3	53	31	22	921	52.85	4.50
119.0	94	20.3	24.2	22.3	54	33	21	942	54.06	4.60
121.0	94	20.3	24.2	22.3	55	33	22	964	55.32	4.71
123.0	94	20.3	24.2	22.3	55	33	22	986	56.59	4.82
125.0	94	20.2	24	22.4	50	30	20	1006	57.73	4.91
127.0	94	20.2	24	22.4	50	31	19	1025	58.82	5.01
129.0	94	20.3	24.3	22.3	51	32	19	1044	59.91	5.10
131.0	94	20.3	24.2	22.4	51	33	18	1062	60.95	5.19
133.0	94	20.3	24.2	22.4	50	32	18	1080	61.98	5.27
135.0	94	20.2	24.5	22.4	46	28	18	1098	63.01	5.36
137.0	94	20.3	24.1	22.4	50	32	18	1116	64.05	5.45
139.0	94	20.3	23.8	22.4	48	30	18	1134	65.08	5.54
141.0	94	20.3	24.2	22.3	49	31	18	1152	66.11	5.63
143.0	94	20.3	24.2	22.3	49	32	17	1169	67.09	5.71
145.0	94	20.3	24.2	22.3	49	32	17	1186	68.06	5.79
147.0	94	20.3	24.2	22.3	49	32	17	1203	69.04	5.88
149.0	94	20.3	24.2	22.2	45	31	14	1217	69.84	5.94
151.0	94	20.3	24.3	22.2	44	30	14	1231	70.65	6.01
153.0	94	20.3	24	22.2	45	31	14	1245	71.45	6.08
155.0	93.9	20.3	24.1	22.1	45	31	14	1259	72.25	6.15
157.0	93.9	20.3	23.8	22	46	32	14	1273	73.06	6.22
159.0	93.9	20.3	23.9	22	42	30	12	1285	73.74	6.28
161.0	93.9	20.3	23.9	22	42	30	12	1297	74.43	6.33
163.0	93.9	20.3	24	21.9	43	31	12	1309	75.12	6.39
165.0	93.9	20.2	24	21.9	45	33	12	1321	75.81	6.45
167.0	93.9	20.2	23.7	21.8	44	33	11	1332	76.44	6.51
169.0	93.9	20.2	23.9	21.8	38	29	9	1341	76.96	6.55
171.0	93.9	20.2	24.1	21.8	37	29	8	1349	77.42	6.59
173.0	93.9	20.2	23.8	21.7	41	33	8	1357	77.88	6.63
175.0	93.9	20.2	23.8	21.7	40	33	7	1364	78.28	6.66
177.0	93.9	20.2	23.8	21.7	38	31	7	1371	78.68	6.70
179.0	93.9	20.2	23.8	21.7	36	30	6	1377	79.02	6.72
181.0	93.9	20.2	23.8	21.7	36	30	6	1383	79.37	6.75
183.0	93.9	20.2	23.3	21.7	39	34	5	1388	79.66	6.78
185.0	93.9	20.2	23.6	21.7	26	22	4	1392	79.88	6.80
187.0	93.9	20.2	23.8	21.7	36	32	4	1396	80.11	6.82
189.0	93.9	20.2	24	21.7	34	30	4	1400	80.34	6.84
191.0	93.9	20.2	23.9	21.7	36	32	4	1404	80.57	6.86
193.0	93.9	20.2	23.7	21.7	36	32	4	1408	80.80	6.88

EXPERIMENTO N° 002

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20471.40

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 3.539

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
35.0	92.1	20.3	20.1	25.9	0	0	0	0	0.00	0.00
40.0	93.3	20.3	26.1	23.5	251	125	126	126	7.23	0.62
45.0	93.8	20.3	26.1	22.9	239	115	124	250	14.35	1.22
50.0	93.9	20.3	26.3	22.4	231	115	116	366	21.01	1.79
55.0	94	20.2	26.1	22.4	226	115	111	477	27.38	2.33
60.0	94	20.2	25.9	22.2	224	113	111	588	33.75	2.87
65.0	94	20.1	25.7	22.2	221	110	111	699	40.12	3.41
70.0	94	20.3	25.9	22.1	226	119	107	806	46.27	3.94
75.0	94	20.3	26.1	21.9	218	120	98	904	51.89	4.42
80.0	94	20.3	26.2	21.9	213	120	93	997	57.23	4.87
85.0	94	20.2	26	21.8	212	125	87	1084	62.22	5.30
90.0	94	20.1	25.8	21.6	198	121	77	1161	66.64	5.67
95.0	94	20.2	26	21.8	196	120	76	1237	71.01	6.04
100.0	94	20.3	25.9	21.8	189	120	69	1306	74.97	6.38
105.0	94	20.3	26	21.7	191	130	61	1367	78.47	6.68
110.0	94	20.3	25.9	22	166	117	49	1416	81.28	6.92
115.0	94	20.3	26.1	22.1	165	130	35	1451	83.29	7.09
120.0	94	20.3	25.9	22.2	151	127	24	1475	84.67	7.21
125.0	94	20.3	25.9	22.4	149	130	19	1494	85.76	7.30
130.0	94	20.3	26.1	22.5	140	125	15	1509	86.62	7.37
135.0	94	20.3	25.7	22.5	142	130	12	1521	87.31	7.43
140.0	94	20.3	25.6	22.4	136	124	12	1533	88.00	7.49
145.0	94	20.3	25.9	22.4	133	123	10	1543	88.57	7.54
150.0	94	20.3	26	22.4	132	125	7	1550	88.97	7.57
155.0	94	20.3	26.3	22.4	141	133	8	1558	89.43	7.61
160.0	94	20.3	26.5	22.3	142	135	7	1565	89.83	7.64
165.0	94.1	20.3	26.6	22.2	155	149	6	1571	90.18	7.67
170.0	94.1	20.3	26.6	22.2	146	140	6	1577	90.52	7.70
175.0	94.1	20.3	26.4	22.2	146	140	6	1583	90.87	7.73
180.0	94.1	20.3	26.6	22.1	149	144	5	1588	91.15	7.76
185.0	94.1	20.3	26.7	22.1	147	142	5	1593	91.44	7.78
190.0	94.1	20.3	26.8	22.1	144	139	5	1598	91.73	7.81
193.0	94.1	20.3	26.4	22.1	84	81	3	1601	91.90	7.82

EXPERIMENTO N° 014

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20479.30

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 5.075

Tipo de molturación: M2

Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
25.2	93.7	19.8	23.9	22.9	0	0	0	0	0.00	0.00
27.0	94.1	19.9	29	22.2	114	58	56	56	3.21	0.27
29.0	94.2	19.9	29.6	21.9	150	73	77	133	7.63	0.65
31.0	94.4	19.9	29.2	21.8	154	74	80	213	12.22	1.04
33.0	94.4	19.9	29.8	21.7	158	78	80	293	16.81	1.43
35.0	94.5	19.9	30.1	21.6	162	81	81	374	21.46	1.83
37.3	94.5	19.9	29.6	21.6	162	81	81	455	26.11	2.22
39.0	94.5	19.9	30.1	21.5	162	84	78	533	30.58	2.60
41.0	94.6	19.9	30	21.5	160	82	78	611	35.06	2.98
43.0	94.6	19.9	30.5	21.5	156	79	77	688	39.48	3.36
45.0	94.6	19.9	30.7	21.4	164	89	75	763	43.78	3.73
47.0	94.7	19.9	31.1	21.4	141	71	70	833	47.80	4.07
49.0	94.7	19.9	30.9	21.5	152	84	68	901	51.70	4.40
51.3	94.7	19.9	30.1	21.5	170	97	73	974	55.89	4.76
54.0	94.7	19.9	30.4	21.5	188	112	76	1050	60.25	5.13
56.0	94.7	19.9	31.1	21.5	143	89	54	1104	63.35	5.39
58.3	94.7	19.9	30.3	21.5	156	100	56	1160	66.56	5.66
60.0	94.7	19.9	30.9	21.5	120	78	42	1202	68.97	5.87
63.0	94.7	19.9	31	21.5	194	133	61	1263	72.47	6.17
65.0	94.7	19.9	30.3	21.5	134	95	39	1302	74.71	6.36
67.0	94.7	19.9	30.5	21.5	129	96	33	1335	76.60	6.52
69.0	94.7	19.9	30.4	21.5	115	88	27	1362	78.15	6.65
71.0	94.7	19.9	30.5	21.5	111	90	21	1383	79.36	6.75
73.0	94.7	19.9	30.5	21.5	112	93	19	1402	80.45	6.85
76.0	94.7	19.9	30.8	21.5	114	97	17	1419	81.42	6.93
78.0	94.7	19.9	30.5	21.5	146	130	16	1435	82.34	7.01
80.0	94.7	19.9	30.8	21.6	103	93	10	1445	82.91	7.06
82.0	94.7	19.9	29.5	21.6	101	92	9	1454	83.43	7.10
84.0	94.7	19.9	30.4	21.6	96	89	7	1461	83.83	7.13
86.0	94.7	19.9	30.7	21.6	96	90	6	1467	84.18	7.16
88.0	94.7	19.9	30.7	21.6	96	91	5	1472	84.46	7.19
90.0	94.7	19.9	30.6	21.6	98	93	5	1477	84.75	7.21
92.0	94.7	19.9	29.3	21.6	95	90	5	1482	85.04	7.24
94.0	94.7	19.9	30.4	21.5	90	85	5	1487	85.32	7.26
96.0	94.7	19.9	30.4	21.5	97	92	5	1492	85.61	7.29

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
98.0	94.7	19.9	30.3	21.5	97	92	5	1497	85.90	7.31
100.0	94.7	19.9	30.2	21.5	97	92	5	1502	86.18	7.33
102.0	94.7	19.9	28.9	21.5	98	94	4	1506	86.41	7.35
104.0	94.7	19.9	30.2	21.5	96	92	4	1510	86.64	7.37
106.0	94.7	19.9	30.3	21.5	95	92	3	1513	86.81	7.39
108.0	94.7	19.9	30.4	21.5	96	93	3	1516	86.99	7.40
110.0	94.7	19.9	30.4	21.5	96	93	3	1519	87.16	7.42
112.3	94.7	19.9	30.3	21.5	110	106	4	1523	87.39	7.44
114.0	94.7	19.9	30	21.5	86	83	3	1526	87.56	7.45
118.0	94.7	19.9	30.2	21.5	97	94	3	1532	87.91	7.48
120.0	94.7	20	31.1	21.5	102	99	3	1535	88.08	7.50
122.0	94.7	19.9	29.5	21.5	82	79	3	1538	88.25	7.51
124.0	94.7	19.9	30	21.5	92	89	3	1541	88.42	7.52
126.0	94.7	19.9	29.8	21.6	94	91	3	1544	88.59	7.54
128.0	94.7	19.8	29.8	21.6	94	91	3	1547	88.77	7.55
130.0	94.7	19.9	29.3	21.6	92	89	3	1550	88.94	7.57
134.0	94.7	19.9	30	21.5	98	95	3	1555	89.22	7.59
136.0	94.6	20	30	21.5	90	88	2	1557	89.34	7.60
138.0	94.6	20	28.9	21.5	94	92	2	1559	89.45	7.61
140.0	94.6	20	28.3	21.5	82	80	2	1561	89.57	7.62
144.0	94.6	20	29.9	21.5	89	87	2	1565	89.80	7.64
146.0	94.6	20	30	21.5	93	91	2	1567	89.91	7.65
148.0	94.6	20	29.9	21.5	95	93	2	1569	90.03	7.66
150.0	94.6	20	28.8	21.5	94	92	2	1571	90.14	7.67
152.0	94.6	20	29.4	21.5	97	95	2	1573	90.26	7.68
154.0	94.6	20	29.4	21.5	99	97	2	1575	90.37	7.69
156.0	94.6	20	29.3	21.5	94	92	2	1577	90.49	7.70
158.0	94.5	20	29.3	21.5	92	90	2	1579	90.60	7.71
160.0	94.5	20	29.3	21.5	94	92	2	1581	90.72	7.72
162.0	94.6	20	29.8	21.6	96	94	2	1583	90.83	7.73
164.0	94.6	20	29.3	21.6	93	91	2	1585	90.95	7.74
166.0	94.6	20	29.7	21.6	98	96	2	1587	91.06	7.75
168.0	94.6	20	29.3	21.6	96	94	2	1589	91.18	7.76
170.0	94.6	20	29.3	21.6	102	100	2	1591	91.29	7.77
172.0	94.6	20	30.2	21.6	82	80	2	1593	91.41	7.78
174.0	94.6	19.9	29.6	21.5	88	86	2	1595	91.52	7.79
176.0	94.6	19.8	29.5	21.5	94	93	1	1596	91.58	7.79
178.3	94.6	19.8	29.5	21.5	106	105	1	1597	91.63	7.80
180.0	94.6	19.9	29.8	21.4	84	83	1	1598	91.69	7.80
182.0	94.6	19.9	29.8	21.4	92	91	1	1599	91.75	7.81

EXPERIMENTO N° 021

Peso de semilla de molle / Batch, g: 20000.30
 Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 6.611
 Tipo de molturación: M2
 Altura de carga de lecho, m: 0.54

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
0.0	23.2	20.2	21	26.1						
3.0	23.2	20.2	20.7	26.1	0	0	0	0	0.00	0.00
4.0	23.2	20.2	20.4	26	0	0	0	0	0.00	0.00
5.0	85.9	20.3	20.3	25.9	0	0	0	0	0.00	0.00
9.0	88.6	20.4	20.2	25.9	0	0	0	0	0.00	0.00
11.5	89	20.4	20.1	25.9	0	0	0	0	0.00	0.00
13.0	89.6	20	20	25.8	0	0	0	0	0.00	0.00
13.5	89.9	20	19.8	25.8	0	0	0	0	0.00	0.00
14.5	90.8	20	19.8	25.7	0	0	0	0	0.00	0.00
15.5	92.1	20	19.8	25.7	0	0	0	0	0.00	0.00
16.0	92.7	20	19.7	28.2	0	0	0	0	0.00	0.00
17	92.8	20	25.9	23.8	0	0	0	0	0.00	0.00
19	93.2	20	32.7	22.3	209	98	111	111	6.52	0.55
21	93.3	20	28.7	22.3	256	126	130	241	14.16	1.20
23	93.3	20	28.7	22.3	231	113	118	359	21.09	1.79
26	93.5	20.1	29.3	21.7	351	175	176	535	31.43	2.67
30	93.6	20.1	29.3	21.7	454	222	232	767	45.06	3.83
32	93.7	20.1	29.4	21.4	252	136	116	883	51.88	4.41
34	93.7	20.1	29.4	21.4	255	144	111	994	58.40	4.97
36	93.7	20.1	29.4	21.3	233	144	89	1083	63.63	5.41
38	93.7	20.1	29.4	21.4	223	148	75	1158	68.04	5.79
40	93.8	20.1	29.4	21.4	200	142	58	1216	71.44	6.08
42	93.8	20.1	29.4	21.4	193	146	47	1263	74.21	6.31
44	93.8	20.1	29.4	21.4	194	155	39	1302	76.50	6.51
46	93.8	20.1	29.4	21.4	182	154	28	1330	78.14	6.65
48	93.8	20	29.4	21.4	169	147	22	1352	79.43	6.76
50	93.8	20	28.9	21.4	167	149	18	1370	80.49	6.85
52	93.8	20	29	21.4	169	154	15	1385	81.37	6.92
54	93.8	20	29	21.4	161	146	15	1400	82.25	7.00
57	93.8	20	29	21.4	241	224	17	1417	83.25	7.08
60	93.8	20	29	21.4	249	234	15	1432	84.14	7.16
63	93.8	20	29	21.4	225	212	13	1445	84.90	7.22
66	93.9	19.9	29	21.3	241	229	12	1457	85.60	7.28
69	93.9	19.9	29	21.3	257	246	11	1468	86.25	7.34

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	Ve.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperación	% rend.
72	93.9	19.9	29	21.3	265	256	9	1477	86.78	7.38
75	93.9	19.9	28.3	21.2	233	224	9	1486	87.31	7.43
78	93.9	19.9	28.3	21.2	247	238	9	1495	87.84	7.47
81	93.9	19.9	28.3	21.2	245	236	9	1504	88.37	7.52
84	93.9	19.9	28.3	21.2	246	238	8	1512	88.84	7.56
87	93.9	19.9	28.3	21.2	248	240	8	1520	89.31	7.60
90	93.9	19.9	28.1	21.2	247	240	7	1527	89.72	7.63
93	93.9	19.9	28.1	21.2	250	244	6	1533	90.07	7.66
96	93.9	19.9	28.1	21.2	239	233	6	1539	90.42	7.69
99	93.9	19.9	28.1	21.2	252	246	6	1545	90.77	7.72
102	93.9	19.9	28.1	21.2	251	246	5	1550	91.07	7.75
105	93.9	19.8	27.4	21.2	225	222	3	1553	91.24	7.76
108	93.9	19.8	27.4	21.2	231	228	3	1556	91.42	7.78
111	93.9	19.8	27.5	21.2	255	252	3	1559	91.60	7.79
114	93.9	19.8	27.5	21.2	234	231	3	1562	91.77	7.81
119	93.9	19.8	27.5	21.2	406	400	6	1568	92.13	7.84
124	93.9	19.8	27.5	21.2	399	393	6	1574	92.48	7.87
129	93.9	19.8	27.5	21.2	403	397	6	1580	92.83	7.90
134	93.9	19.8	27.5	21.2	401	395	6	1586	93.18	7.93
139	93.9	19.8	27.5	21.2	404	398	6	1592	93.54	7.96
145	93.9	19.8	27.5	21.2	479	475	4	1596	93.77	7.98
151	93.9	19.8	27.5	21.2	486	480	6	1602	94.12	8.01
156	93.9	19.8	29.5	21.2	419	415	4	1606	94.36	8.03
161	93.9	19.8	29.5	21.2	484	478	6	1612	94.71	8.06
166	93.9	19.8	29.5	21.2	398	394	4	1616	94.95	8.08
171	93.9	19.8	29.5	21.2	403	400	3	1619	95.12	8.09
176	93.9	19.8	29.5	21.2	399	395	4	1623	95.36	8.11
181	93.9	19.8	29.5	21.2	403	400	3	1626	95.53	8.13
186	93.9	19.8	29.5	21.2	402	399	3	1629	95.71	8.14
193	93.9	19.8	29.5	21.2	658	650	8	1637	96.18	8.18

EXPERIMENTO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO TOTAL APROXIMADO DE
ACEITE ESENCIAL EN LA SEMILLA DE MOLLE

Peso de semilla de molle / Batch, g: 3690.7

Flujo de vapor de agua inyectado, kg/h: 5.075

Tipo de molturación: M2

t(min)	T1 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	V2 (mL)	V1 (mL)	V e.o (mL)	V acum.e.o (mL)	% recuperacion	% rend.
13	82.9	18.8	18.4	17.6	0	0	0	0	0.00	0.00
14	87.1	18.8	18.4	17.6	0	0	0	0	0.00	0.00
14.8	88.3	18.8	20.9	18.1	0	0	0	0	0.00	0.00
17	89	18.8	22	18.2	99	60	39	39	12.42	1.07
19	89.6	18.8	22.4	18.4	102	68	34	73	23.24	2.01
21	89.8	18.8	22.6	18.2	98	72	26	99	31.52	2.72
23	89.9	18.8	22.7	18.2	102	80	22	121	38.53	3.33
25	90	18.7	22.6	18.3	102	82	20	141	44.90	3.87
27	90	18.7	22.9	18.4	106	88	18	159	50.63	4.37
29	90.1	18.7	22.7	18.5	98	83	15	174	55.41	4.78
32	90.2	18.7	23.1	18.5	151	132	19	193	61.46	5.30
35	90.3	18.6	23.1	18.5	144	130	14	207	65.91	5.69
38	90.4	18.6	22.9	18.5	150	138	12	219	69.73	6.02
41	90.5	18.6	23	18.5	144	136	8	227	72.28	6.24
44	90.5	18.6	23.1	18.5	146	139	7	234	74.51	6.43
47	90.5	18.6	23.1	18.7	148	142	6	240	76.42	6.60
50	90.5	18.5	22.9	18.7	137	133	4	244	77.70	6.71
53	90.5	18.5	23.2	18.7	144	141	3	247	78.65	6.79
56	90.5	18.5	23.1	18.7	145	142	3	250	79.61	6.87
59	90.5	18.5	23.2	18.7	147	144	3	253	80.56	6.95
62	90.5	18.5	23.2	18.7	145	142	3	256	81.52	7.03
65	90.5	18.5	22.9	18.7	151	148	3	259	82.47	7.12
70	90.5	18.5	22.7	18.7	233	229	4	263	83.75	7.23
80	90.5	18.5	22.2	18.6	234	231	3	266	84.70	7.31
85	90.5	18.5	22.7	18.6	230	228	2	268	85.34	7.36
90.5	90.5	18.5	22.3	18.7	249	247	2	270	85.97	7.42
95	90.6	18.5	22.4	18.7	211	210	1	271	86.29	7.45
100	90.6	18.5	22.9	19	227	226	1	272	86.61	7.47
105	90.6	18.5	22.8	19.4	227	226.5	0.5	272.5	86.77	7.49
110	90.6	18.5	23.1	18.9	237	236.5	0.5	273	86.93	7.50
120	90.6	18.5	23.1	19	512	510	2	275	87.57	7.56
130	90.6	18.5	24.2	19.4	512	510	2	277	88.20	7.61
140	90.6	18.5	25.7	19.4	512	510	2	279	88.84	7.67
150	90.6	18.5	25.7	19.4	513	511.5	1.5	280.5	89.32	7.71