

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA**

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA Y MANUFACTURERA



**PROYECTO TECNICO-EXPERIMENTAL  
PARA LA RECTIFICACION DEL  
ACEITE DE EUCALIPTO**

**TESIS**

PARA OBTENER EL TITULO PROFESIONAL DE  
**INGENIERO QUIMICO**

**ANA MARIA BUTRON RIVEROS  
ISABEL DANIDTZA SUAREZ CASTILLO**

**LIMA-PERU**

**1992**

A mis padres, Betzy, Mara,  
Calín, Johnny, Richi  
y...  
...a mi amigo.

A mis padres, a Eddy, a mis hermanos  
Toño, Soledad, Lourdes, Rossy y Lucy  
y...  
... a Hugo.

## **AGRADECIMIENTO**

A los Ingenieros Emerson Collado, Adolfo Marcelo y Enrique Neira por habernos brindado su asesoría y apoyo desinteresado.

A la Cía. H. Villar por la facilidad que nos brindaron en el uso de sus equipos.

A Víctor y al Sr. Vera por su ayuda técnica.

A todos y a cada uno de ellos

Muchas Gracias!

## I N D I C E

	Pág.
1. INTRODUCCION	1
2. ESTUDIO DE MATERIA PRIMA	4
2.1. Historia del Eucalipto en el Perú y en el mundo	5
2.2 Estudio botánico del Eucalipto	9
2.2.1. Las hojas del Eucalipto	11
2.2.1.1. Glándulas de aceite en las hojas de Eucalipto	13
2.2.2. Especies de Eucalipto	16
2.2.2.1. Eucalyptus Glóbulus Labillardiere	20
2.3. Producción nacional de Eucalipto	23
2.4. Materia prima: Aceite esencial de Eucalipto	24
2.4.1. Historia del aceite esencial de Eucalipto	26
2.4.2. Composición Química de aceite esencial	27
2.4.3. Rendimiento de la extracción del aceite esencial de Eucalipto	35
2.4.4. Métodos de extracción	36
2.4.4.1. Destilación con agua	36
2.4.4.2. Destilación con agua y vapor	37

2.4.4.3. Destilación con vapor	
directo	38
3. ESTUDIO DEL PRODUCTO: ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO RECTIFICADO	41
3.1. Aceites Comerciales de Eucalipto	42
3.1.1. Aceite de Eucalipto medicinal	43
3.1.1.1. Especificaciones del aceite	
de Eucalipto medicinal	47
3.1.2. Aceite de Eucalipto de perfumería	48
3.1.3. Aceite de Eucalipto industrial	51
3.2. Técnicas de análisis	53
3.2.1. Análisis organolépticos	53
3.2.2. Análisis fisico-químicos	54
3.2.2.1. Densidad relativa	54
3.2.2.2. Índice de refracción	55
3.2.2.3. Desviación polarimétrica y	
poder rotatorio específico	55
3.2.2.4. Solubilidad en alcohol	56
3.2.3. Cromatografía de gases	57
3.3. Aplicaciones del aceite esencial de Eucalipto rectificado	57
3.3.1. Aplicaciones de los productos livianos	58
3.3.2. Aplicaciones del producto rico en Cineol	58
3.3.3. Aplicaciones de los productos pesados	60

3.4. Almacenamiento del aceite esencial de Eucalipto	61
3.4.1. Antioxidantes para aumentar la estabilidad en el almacenaje	62
3.4.2. Materiales de empaque para productos terminados	63
3.5. Demanda del aceite esencial de Eucalipto en el Perú y el Pacto Andino	63
4. DESARROLLO EXPERIMENTAL	73
4.1. Métodos de rectificación	74
4.1.1. Desterpenación por disolución selectiva	76
4.1.2. Desterpenación por destilación fraccionada	76
4.1.3. Desterpenación por procesos combinados	78
4.1.4. Desterpenación por arrastre de vapor	79
4.1.5. Desterpenación cromatográfica	81
4.2. Selección del método a emplear	82
4.3. Desarrollo experimental a nivel laboratorio	85
4.3.1. Análisis de la materia prima	87
4.3.1.1. Análisis organolépticos	89
4.3.1.2. Análisis físico químicos	90
4.3.1.3. Cromatografía de gases	94
4.3.2. Preparación de la curva de distribución	99

4.3.2.1.	Descripción del destilador OTHMER	101
4.3.2.2.	Curva de distribución de terpenos	105
4.3.2.3.	Curva de distribución del Cineol	112
4.3.3.	Determinación de la Altura Equivalente a un Plato Teórico (H.E.T.P.)	118
4.3.3.1.	Descripción del destilador Batch	120
4.3.3.2.	Obtención del número de etapas teóricas y del H.E.T.P.	121
4.3.4.	Verificación de las curvas de distribución	127
4.3.5.	Determinación de la razón de hervido óptima	141
4.3.6.	Destilación óptima a composición constante	159
4.3.6.1.	Destilación de Terpenos	160
4.3.6.2.	Destilación de Cineol	169
4.4.	Discusión de resultados	181
5.	DISEÑO DEL SISTEMA DE DESTILACION CONTINUA	185
5.1.	Descripción del proceso	186
5.2.	Capacidad	186

5.3. Balance de masa	187
5.4. Columna de destilación de Terpenos	191
5.5. Columna de destilación del Cineol	201
5.6. Condensadores	205
5.7. Rehervidores	211
6. ESTIMACION DE COSTO DEL PRODUCTO	217
6.1. Inversión de capital fijo	218
6.2. Costo del producto	231
7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	236
8. BIBLIOGRAFIA	240
9. APENDICE	248



C A P I T U L O 1

I N T R O D U C C I O N

## 1. INTRODUCCION

Durante muchos años las plantas de Eucalipto fueron valorizadas tan sólo por la madera que se podía obtener de ellas, sin embargo, en la actualidad otro de sus productos que ha cobrado gran importancia es el aceite esencial obtenido a partir de sus hojas. Para la obtención del aceite esencial es necesario una extracción a partir de sus hojas. Este aceite extraído presenta una composición muy baja del componente más valioso, EL CINEOL, por lo cual se ve la necesidad de la refinación del mismo.

A pesar de existir a nivel nacional muchas plantaciones de Eucalyptus Glóbulus no se ha llegado a obtener el aceite esencial a nivel industrial por lo que el país se ve en la necesidad de importar aceite rectificado pudiéndose producir en nuestra sierra peruana por cuanto contamos con la materia prima necesaria.

Nuestro país está lleno de una variedad de plantas de las cuales se puede obtener aceite esencial. El presente estudio comprende la metodología a seguir para la rectificación de aceites esenciales de una diversa gama de plantas, pudiéndose constituir de esta manera un parque industrial.

El objetivo del presente trabajo es el de desarrollar un estudio técnico-experimental para la

rectificación del aceite esencial de Eucalyptus Glóbulus Labillardiere cumpliendo con las especificaciones que existen a nivel comercial con un contenido de Cineol del 70-75% en peso. Para ello nos hemos basado en los conocimientos adquiridos en los fenómenos de transferencia de masa y en las técnicas existentes para conseguir una buena rectificación realizando todo el estudio experimental a nivel banco-planta. Luego este método desarrollado podrá ser utilizados para la obtención de aceite rectificado de otras plantas.

C A P I T U L O 2

E S T U D I O D E L A M A T E R I A P R I M A

## 2. ESTUDIO DE LA MATERIA PRIMA

En este capítulo veremos algunos antecedentes de la materia prima: el aceite esencial crudo obtenido a partir del *Eucalyptus Glóbulus Labillardiere*.

Previamente se presentará información referente a las características inherentes a la planta lo que nos ayudará a tener un mejor conocimiento de la misma.

### 2.1. HISTORIA DEL EUCALIPTO EN EL PERU Y EN EL MUNDO

#### **En el Perú.**

Entre los años 1860 y 1870 se empezó a introducir el Eucalipto en el Perú desde Australia, lo cual dió origen a una serie de plantaciones de esta especie forestal que fueron utilizados principalmente para la demarcación de parcelas y como cortinas rompevientos, a fin de brindar una adecuada protección de los cultivos agrícolas contra los vientos y las heladas.

Luego de 100 años, se realizaron los primeros intentos para establecer plantaciones con criterio planificado por parte del Estado, quien promovió la forestación otorgando asistencia técnica y crediticia, principalmente a favor de las comunidades campesinas.

Con el avance de las líneas férreas y el incremento de la explotación de las minas, se presentó la oportunidad para que se desarrollara una importante industria reforestadora en casi toda la Sierra del país hasta los 3600 m.s.n.m., encontrándose las principales concentraciones en los departamentos de Junín, Cuzco, Cajamarca, Ancash (Callejón de Huaylas), Apurímac (Andahuaylas), Arequipa, Lima, Huánuco y Pasco, calculándose que existe una superficie de algo más de 100,000 Ha. de esta especie en el Perú (Dato del Ministerio de Agricultura); siendo la especie más difundida el Eucaliptus Glóbulus.

En los últimos 15 años el gobierno viene preocupándose por el fomento de la plantación de Eucalipto en distintas regiones, por medio de la instalación de viveros forestales en los cuales se donan almácigos listos para ser colocados en lugar definitivo. (Schwartz)<sup>4</sup>

### **En el mundo**

La difusión de los Eucaliptos fuera de sus áreas originales se inició en 1770, cuando el botánico J. Cook llevó semillas a Inglaterra. Pero fué un poco más tarde, a principios del Siglo XIX, cuando comienza su propagación en Europa. El primer Eucalipto cultivado fué señalado en 1803 en el Jardín Botánico de Caserta,

Italia y pertenecía a la especie Robusta, luego de 1814 a 1840 en el Hortus Camaldubensis, cercano a Nápoles, se cultivaban numerosas especies que sirvieron de material de estudio para que los taxonomistas crearan nuevas entidades botánicas, tales como: Camaldulensis, Glóbulus, Lineans, Viminalis, etc.

Realmente el ímpetu arrollador del cultivo del Eucalipto en Europa y en el resto del mundo se desarrolla desde mediados del siglo pasado, cuando en casi todos los países se inicia con ellos la plantación de montes, cortinas, bosques, etc., quizás debido a la actividad de los grandes semilleros Europeos que por ese entonces se crearon. Primero se propagó a través de la región Mediterránea de España, Francia, Italia, Grecia, Turquía, pasando a la costa africana y de aquí saltó a América.

La especie Glóbulus fué al principio la especie más difundida y con el que se inició por todas partes la Eucaliptucultura, probablemente por su rápido crecimiento, gran volumen de copa, follaje balsámico, etc. Era empleada para arbolar avenidas y caminos, ornamentar paseos, parques, plazas, hacer cortinas ataja-vientos. Posteriormente sirvió para proveer de combustible y postes de madera.

En 1860 existían eucaliptos en casi todos los países del mundo. En los Estados Unidos, para esa fecha, un pastor metodista que había dado conferencias

en Australia, envió a su casa de California semillas de Eucaliptos. Y para 1890 más de cincuenta especies se estaban experimentando en la Estación Forestal de Santa Mónica, California. (Cozzo)<sup>1</sup>

### **Razones para fomentar la reforestación del Eucalipto**

Se ha probado ampliamente, en el Brasil que terrenos en los cuales hubo plantaciones de Eucaliptos y que después se dedicaron a fines agrícolas, rindieron óptimas cosechas, superiores a las que se obtuvieron en los campos aledaños que nunca tuvieron dichos árboles.

Por otro lado, una plantación de Eucaliptos en hojas, ramillas, cortezas, flores y frutos devuelve al terreno varios centenares de toneladas de sustancias orgánicas, por año, por Ha., las cuales contienen un altísimo poder nutriente, infinitamente más elevado que el producido por otras especies vegetales.

El químico Joao Baptista da Rocha descubrió que en las cenizas de esos desechos se destacaban las siguientes sustancias: (Schwartz)<sup>4</sup>

Sílice

Fierro y Alúmina

Calcio

Magnesio

Potasio



Sodio.

Ac. Fosfórico

Ac. Sulfúrico

Cloro

Residuos

Además los deshechos contenían:

Nitrógeno, en Nitratos

Nitrógeno, en materiales albuminoideas

## 2.2. ESTUDIO BOTANICO DEL EUCALIPTO

El Eucalipto fue conocido como una nueva planta, de manera oficial para la ciencia, en 1788 con la especie *Eucalyptus Oblicua*, con la cual se fundó el género *Eucalyptus*.

Este género de plantas pertenece a la familia botánica de las **Mirtáceas** y está comprendido en la sección **Leptospermoideal** de esta familia, junto con otros géneros de vegetales que son todos originarios del continente australiano:

BACKHOUSIA

CALLISTEMON

TRISTANIA

KUNTZEA

ANGOPHORA

EUCALYPTUS

LEPTOSPERMUM

Todos ellos poseen frutos secos y capsulares.

El término "Eucalyptus" significa en griego "cubro bien", por el hecho de que los opérculos de los botones florales cubren a sus flores mucho mejor que en otros géneros de plantas .

El género Eucalyptus es muy vasto comprendido de unas 400 especies y para otros mas de 600. En el trabajo sistemático de Blakely estaban registradas 478 especies, 133 variedades y 33 híbridos reconocidos. De este total no son mas de veinte las que poseen un amplio y reconocido valor forestal actual.

Desde el punto de vista botánico, las numerosas entidades del género están reunidas en tres grupos que constituyen subdivisiones del género:

- a) **Parallelantherae** con anteras paralelas y abiertas en largas hendiduras lineales.
- b) **Renantherae**. con anteras lobadas o reniformes y en forma de herradura.
- c) **Porantherae** con anteras oblongas u ovoides, y que poseen poros de dehiscencia terminal.

La correcta identificación de las especies de Eucalyptus es muy difícil y constituye uno de los mayores inconvenientes de la botánica moderna, aún para

los especialistas en la taxonomía de estas plantas. Las afinidades y formas transicionales son muy comunes fuera de las amplias variaciones que suelen originar las modificaciones ambientales durante el crecimiento. A ésto se agrega las dificultades derivadas por la creación de especies y variedades fundadas en rasgos no visibles a simple vista, como ocurre entre la variedad australiana y la especie radiata, cuyo único rasgo diferencial sistemático está en la mayor riqueza (4%) de aceites esenciales con alto contenido de Cineol y falta de Felandreno en la primera de ellas.

El uso de nombres vulgares iguales para numerosas especies muy diferentes, aún creciendo en diferentes regiones, contribuye a aumentar la confusión. Así se conocen con el nombre de "blue gum" a más de diez especies (entre ellas Glóbulus en Victoria y Saligna en Nueva Gales del Sur). Además una misma especie suele cambiar de nombre vulgar según el lugar de su crecimiento, y así el glóbulus cuenta con mas de seis designaciones distintas. (Cozzo)<sup>1</sup>

### 2.2.1. LAS HOJAS DE EUCALIPTO

Las hojas de Eucalipto cambian mucho según la especie, y además ofrecen un acentuado diformismo según

la edad de las plantas y su coloración en el árbol. Las hojas pueden ser : sencillas, enteras, horizontales o verticales, opuestas o alternas, sésiles o pedunculadas, cordiformes, redondas, trasovadas, lanceoladas, lineares, acuminadas, rectas o falciformes. Además son rígidas, coriáceas, generalmente lisas, excepto en raras ocasiones en que las de los vástagos jóvenes están cubiertas de una pelusilla blanca, de color azulado y de consistencia cerosa. Las de casi todas las especies, con muy pocas excepciones, son ricas en glándulas oleorresinosas y de esencias volátiles. Las esencias son aromáticas, ligeramente caústicas y de sabor amargo pero producen una sensación grata y refrescante.

El color de las hojas cambia de una especie a otra y del anverso al reverso debido a la presencia de manchas de aceite, de gomas, resinas y de puntos suberosos. También cambia con la edad de los árboles y con la edad de las mismas hojas.

El dimorfismo debido a la edad de las plantas ofrece importantes aspectos que han dado lugar a observaciones muy detenidas en el Eucalipto Glóbulus obteniéndose los siguientes resultados:

La transición no se verifica de una manera repentina y brusca. La primera señal que tenemos que las hojas definitivas que también llamamos secundarias, van ha aparecer, consiste en la formación de un

pedúnculo en las hojas primarias. Al principio se nota un peciolo rudimentario que va alargándose poco a poco, de un par de hojas a la siguiente. Las hojas primarias principian a tener peciolo de 6 a 10 pares antes de la salida de las definitivas. Las primeras hojas sufren una transformación general lenta y gradual, lo cual parece constituir una ley orgánica constante. Las últimas hojas primarias, en vez de perder bruscamente la punta triangular en que terminan y que aparece como agregada a la extremidad redonda de la hoja, va confundiéndose poco a poco con ella, y ésta a su vez, pierde insensiblemente la forma obtusa, y se alarga de manera que la extremidad de las últimas hojas y su punta terminal siguen normalmente. Las hojas definitivas de la especie *Glóbulus* aparecen primero en la cima del árbol, luego la transformación se manifiesta en la extremidad de las primeras ramas y va bajando hasta alcanzar los órganos inferiores.

Las hojas contienen tanino, resina, ácidos grasos, etc. y sobre todo esencia de Eucalipto. (Pulgar)<sup>16</sup>

#### **2.2.1.1. GLANDULAS DE ACEITE EN LAS HOJAS DE EUCALIPTO**

Uno de los rasgos más característicos de los Eucaliptos es la presencia de las glándulas conteniendo

aceite en las hojas de casi todas las especies. Estas glándulas, conteniendo aceite, también aparecen en los botones, flores, peciolos, tallos jóvenes y en muchas cortezas.

Welch, en una investigación de las glándulas de aceite en las hojas de casi 50 especies, fue capaz de clasificar las especies en grupos de acuerdo a la distribución de las glándulas, también indicó que las glándulas en sección transversal eran ovaladas, elípticas o circulares, y que cada una era cubierta en la superficie de la hoja por dos celdas delgadas y tapadas. Esta celda doblemente tapada, es frecuentemente difícil de distinguir visualmente en la superficie de la hoja. De acuerdo a Welch, las glándulas de aceite son schizo-lysigenous en origen, esto significa que las celdas que forman las glándulas en sus etapas tempranas, se separan y finalmente se rompen para formar el aceite.

Sin embargo Fohn explicó que las glándulas eran lysigenous en origen, y esto parece más probable debido a que Chattaway mostró que las glándulas de aceite en la corteza son definitivamente lysigenous y que parece improbable que el desarrollo de las glándulas difieran en los órganos separados.

Dawkins y Welch han tratado de correlacionar el número de glándulas de aceite en las hojas (admitiendo variaciones por tamaño), con el rendimiento actual de

aceite obtenido por destilación. Welch no encontró relación debido a que los rendimientos de destilación fueron obtenidos a partir de volúmenes de follaje con hojas de diferentes edades y con variaciones en las cantidades de ramas, y no con una sola clase de hoja.

La función del aceite esencial contenido en las glándulas, ha sido por varias veces motivo de discusiones considerables. Varios observadores sostienen consideran que los aceites son una protección contra los ataques de los insectos y de los hongos, otros sugieren que los aceites son la alimentación en reserva, mientras que la teoría de que los aceites protegen la hoja contra pérdidas de agua, es defendida por muchos.

No hay data experimental que sustente la primera consideración, la segunda es improbable debido al hecho que los aceites no son transferidos a los tallos antes que a las hojas; mientras que la tercera teoría ha sido desaprobada por Andus & Cheetham y otros. Consecuentemente no es posible, en nuestro presente estado de conocimiento, asignar una definitiva función de los aceites, y ello puede ser debido a que ellos son simplemente productos de desechos no-funcionales del metabolismo. (Penfold)<sup>2</sup>

### 2.2.2 ESPECIES DE EUCALIPTOS

En el primer tiempo los botánicos eucaliptólogos suponían que no podía concebirse la existencia de híbridos entre las especies de Eucaliptus, dada la gran protección que dan los opérculos a estambres y pistilos, con su consiguiente aislamiento, pero pronto se descubrieron híbridos originados naturalmente, y posterior a ésto, híbridos generados por el mismo hombre.

En Africa del Norte el eucaliptólogo Trabut logró una serie de híbridos usando casi siempre como progenitores las especies Glóbulus o Camaldulensis, tales como: Algeriensis, Antipolitensis, Trabuti, etc.. En Australia se están realizando experiencias de hibridaciones sobre planes técnicamente planeados.

A continuación sigue una lista con los nombres científicos de los Eucalyptus más comunmente citados. (Cozzo)<sup>1</sup>

Acaciaeformis	Bicostata
Accedens	Blaakelyi
Affinis	Bosistoana
Agglomerata	Botryoides
Aggregata	Bridgesiana
Alba	Brockwayi
Albens	Caesia



Amplifolis	Caleyi
Amygdalina	Calophylla
Andreana	Calycogona
Andrewsi	Camaldulensis
Angulosa	Cambageana
Astringens	Cambagei
Badjensis	Campanulata
Baileyana	Campaspe
Bakeri	Camphora
Banksii	Capitellata
Baueriana	Cinerea
Baxteri	Citriodora
Behriana	Cladocalyx
Benthami	Cloeziana
Conica	Gracilis
Consideniana	Grandifolia
Coolabah	Grandis
Cornuta	Griffithsii
Crebra	Guilfoylei
Dalrympleana	Gummifera
Dawsoni	Gunnii
Dealbata	Haematoma
Deanei	Hemiphloia
Decipiens	Huberiana
Decurva	Hybrida
Deglupta	Incrassata
Delegatensis	Intermedia

Diversicolor	Johnstoni
Dives	Kruseana
Drummondi	Laevopinea
Dumosa	Lanepoolei
Erythrocorys	Lariflorens
Erythronema	Lehmannii
Eximia	Lescuefii
Exserta	Leucoxylon
Falcata	Linearis
Fasciculosa	Longicornis
Fastigata	Longifolia
Ficifolia	Loxophleba
Flocktonia	Macarthuri
Foecunda	Macrocarpa
Forrestiana	Macrorrhyncha
Fraxinoides	Maculata
Froggattii	Maculosa
Fruticetorum	Maideni
Globoides	Marginata
Glóbulus (cordata, glauca,perfoliata)	Megacarpa
Goniocalyx	Melanophloia
Gomophocephala	Microcarpa
Niphophila	Microcorys
Nitida	Microtheca
Notabilis	Miniata
Obliqua	Moorei

Obtusiflora	Morissii
Occidentalis	Redunca
Ochrophloia	Regnans
Odorata	Resinifera
Oleosa	Risdoni
Oreades	Robertsoni
Ovata	Robusta
Oviformis	Rubida
Paniculata	Rudis
Patens	Saligna
Patentinervis	Salmonophloia
Pilligaensis	Salubris
Piperita	Scabra
Planchoniana	Sieberiana
Preissiana	Siderophloia
Propinqua	Sideroxylon
Pulverulenta	Smithii
Pyriformis	Spathulata
Punctata	Staigeriana
Radiata	Stellulata
Stjohnii	Stoatei
Squamosa	Subcrenulata
Tasmanica	Tereticornis
Tetragona	Torquata
Triantha	Umbra
Uncinata	Unialata
Urnigera	Vernicosa

Viminalis

Viridis

Vitellina

Woodwardi

### 2.2.2.1. EUCALYPTUS GLOBULUS LABILLARDIERE

Sinónimos: Cordata, Diversifolia, Glauca, Perfoliata

Especies afines: Bicostata, Cambagei, Maideni

Megacarpa, Unialata (Cozzo)<sup>1</sup>.

El Eucalipto Glóbulus es un árbol de gran porte que puede rebasar los 100 m. de altura, verde todo el año. Cuando joven o, cuando cortado el árbol, se renueva con vástagos que brotan de su cepa, tiene tallos cuadrados, con aristas prominentes que forman sendas aletas en sus cuatro esquinas. Los cuatro costados del tallo tienen color glauco, porque están recubiertos de una pruina que se quita con solo pasarles el dedo por encima y también muchas asperezas o regularidades en la superficie; a menudo el filo de los cantos tiene color purpíneo. Las hojas de éstos vástagos jóvenes se disponen acopladas, una frente a otra, tienen figura prolongadamente ovoidal y el ápice obtuso, pero con un pequeño mucrón agudísimo, y carecen de rabillo y de toda clase de vello, sus bordes son enteros y su consistencia ligeramente coriácea. Tienen

verde la haz y color verde claro (glauco) en el envés, con la misma pruina del tallo y numerosos puntos translúcidos de desiguales dimensiones, que corresponden a otras tantas bolsitas de esencia. En las ramas del árbol ya crecido, las hojas son largas y estrechas, ligeramente curvadas, a manera de guadaña, puntiagudas y de bordes enteros, lampiñas, endurecidas y coriáceas, sostenidas por un rabillo de 1.5 a 2.5 cm., y con la lámina colocada verticalmente; una vena de color mas claro la recorre de la base al ápice, y por transparencia, se ven otras venas secundarias que, arrancando de la principal, se dirigen a los bordes. Esas hojas se hallan esparcidas en las ramas, no opuestas y de dos en dos, así mismo a contraluz muestran numerosos lunares pálidos que corresponden a otros tantos pequeños depósitos de esencia.

Las flores se abren en las sumidades de las ramitas del año anterior; cada una de ellas nace en el encuentro de una hoja con la rama, y está sostenida por un corto cabello rechoncho de 0.5 cm. cuando mas, con su tapadera la cual tiene figura cónica truncada, en el borde redondo, y en los flancos, cuatro cantos muy manifiestos, de manera que se forman otras tantas caras casi planas.

El *Eucalyptus Glóbulus Labillardiere* florece en otoño e invierno, es un árbol que teme los fríos

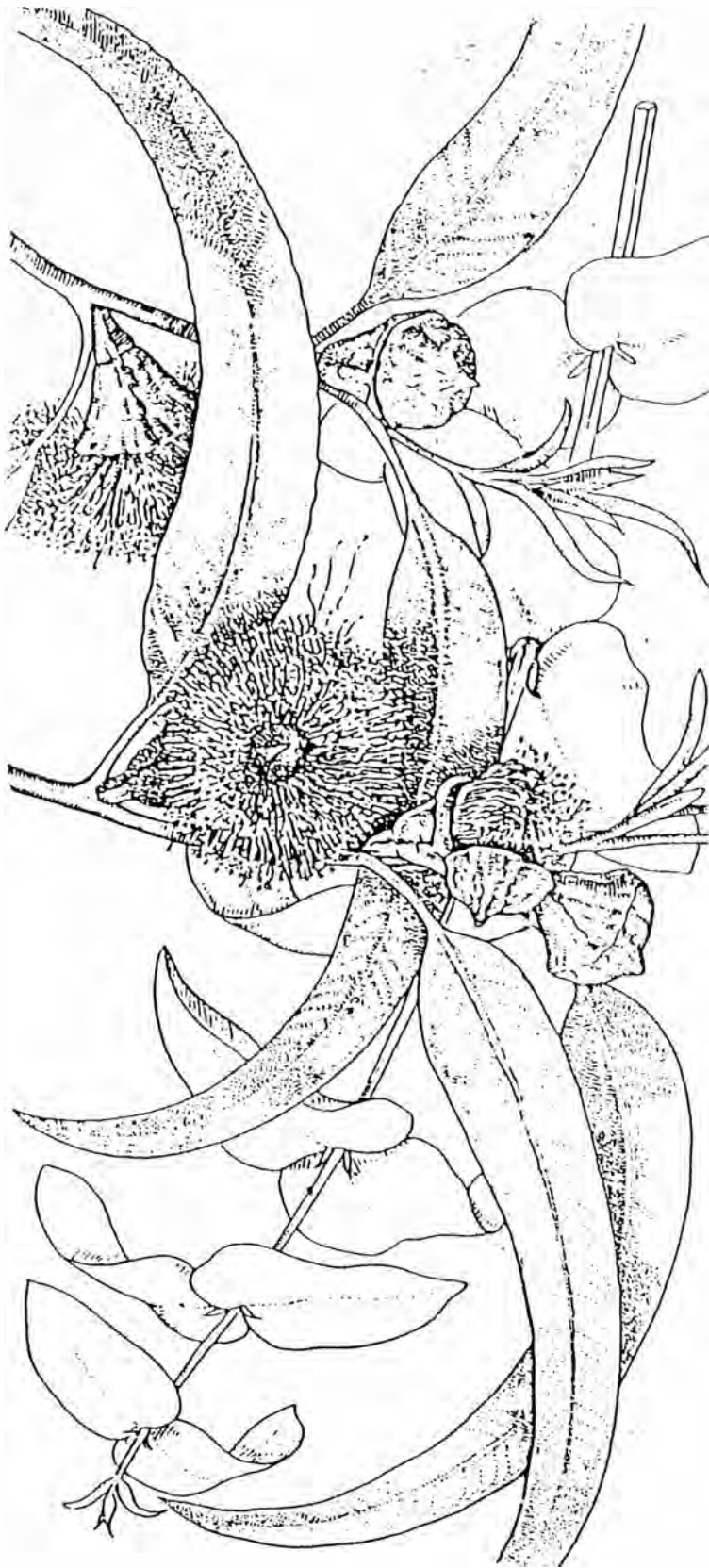


Fig. 2.1. **EUCALIPTO GLOBULUS LABILLARDIERE**

intensos, las grandes heladas que acaban con ellos.  
(Font)<sup>12</sup>

En la Fig.2.1 se aprecia la planta del Eucalipto  
Glóbulus Labillardiere

### 2.3. PRODUCCION NACIONAL DE EUCALIPTO

En la actualidad, el Eucalipto se encuentra distribuido en casi toda la Sierra del país hasta los 3,600 m.s.n.m. En su mayoría fueron establecidas sin tener en cuenta su destino o uso final, constituyen un importante potencial maderero para la industria de la construcción, minería y electrificación, así como para otros usos, tales como leña, carbón, estacas para cercos entre otros.

Se tiene que el 99% de las plantaciones forestales corresponden a la especie Eucaliptus Glóbulus y el 1% restante corresponde a la especies introducidas con fines ornamentales, tales como el Ciprés (Cupressus macrocarpa) y algunas variedades de Pinos y Eucaliptos.

En la Tabla 2.1. y en la Fig.2.2. se muestran las superficies reforestadas en el Perú hasta 1980. (Datos del Ministerio de Agricultura)

## **2.4. MATERIA PRIMA: ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO**

Muchas plantas contienen aceite tanto en las cortezas, flores, frutos, como en la raíz y la madera. Dichos aceites son llamados aceites esenciales y se encuentran en las hojas de todos los Eucaliptos, (Penfold)<sup>2</sup> pero solo pocas especies son importantes para la producción del aceite esencial. El aceite se destila principalmente de las hojas de los árboles (y en ocasiones de las ramas) por arrastre de vapor . (Robbins)<sup>12</sup>

El término aceite probablemente se origina del hecho que el aroma de una planta existe en las glándulas o entre las células en forma líquida, el cual al igual que los aceites grasos son inmiscibles en el agua.

La palabra esencial fue derivada del latín "quinta essentia" que significa "el quinto elemento", y fue asignado a estos aceites ya que la tierra, el fuego , el viento, y el agua fueron considerados los cuatro primeros elementos.

### **2.4.1. HISTORIA DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO**

Los Eucaliptos se hicieron famosos en el mundo debido a que sus hojas contenían productos oleosos



TABLA 2.1.

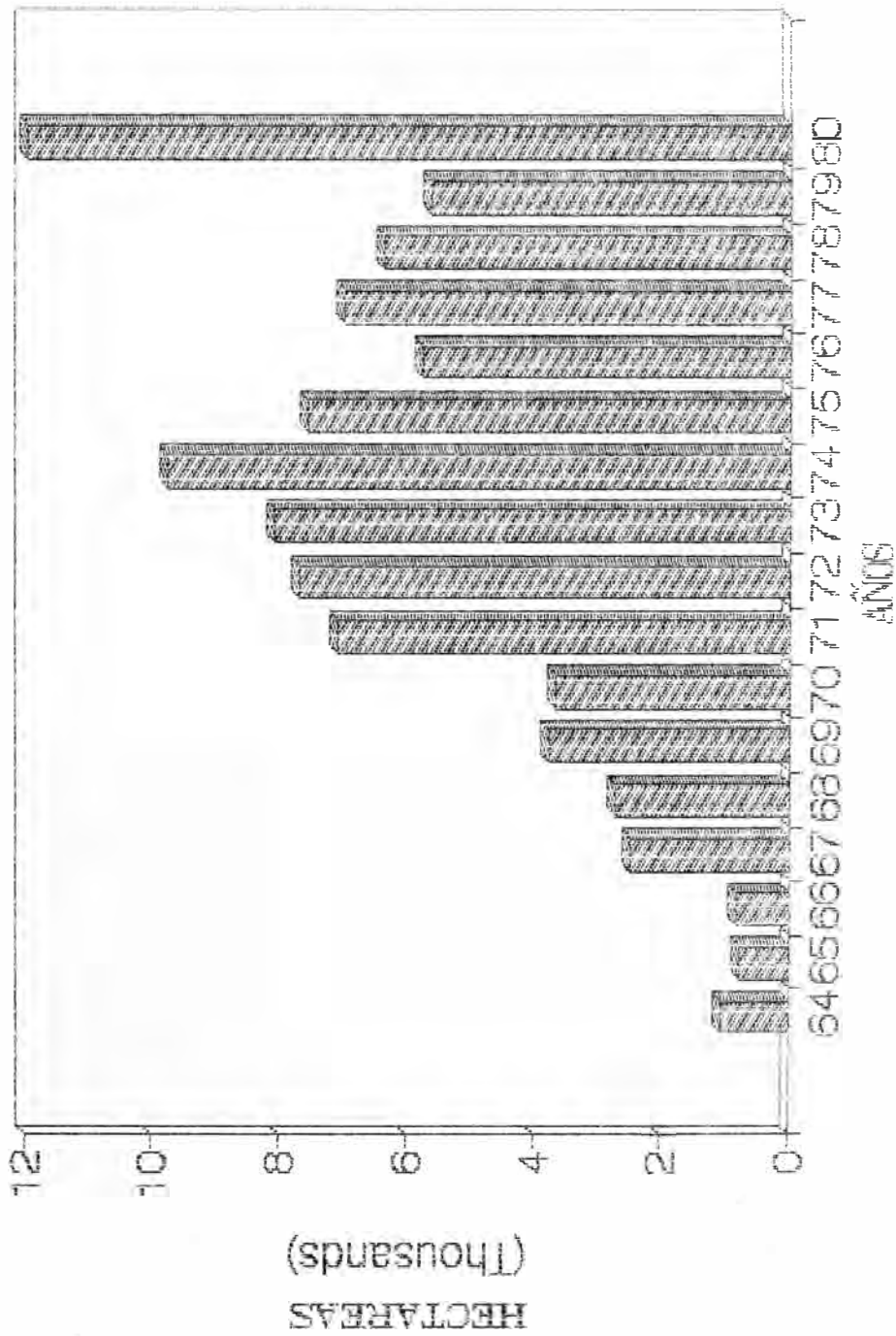
**SUPERFICIE REFORESTADA EN EL PERU**

Años 1870/1963-1980

<b>Años</b>	<b>Hectáreas</b>	<b>Plantaciones</b>
1870-1963	44, 970	122, 425, 000
1964	1, 041	2, 802, 500
1965	751	1, 877, 500
1966	819	2, 047, 500
1967	2, 472	8, 180, 000
1968	2, 898	7, 240, 000
1969	3, 789	9, 422, 500
1970	3, 888	9, 215, 000
1971	7, 059	17, 847, 500
1972	7, 882	19, 155, 000
1973	8, 053	20, 132, 500
1974	9, 704	24, 280, 000
1975	7, 541	18, 852, 500
1976	5, 717	14, 292, 500
1977	8, 935	17, 337, 500
1978	8, 311	15, 777, 500
1979	5, 803	14, 507, 500
1980	11, 918	29, 795, 000
<b>Total</b>	<b>125, 189</b>	<b>322, 972, 500</b>

# FIG.2.2. AREA REFORESTADA EN PERU

1964-1980



balsámicos o perfumados de gran valor medicinal e industrial que generalmente son denominados bajo el término genérico de "Eucaliptol". (Cozzo)<sup>1</sup>

Los aceites esenciales contenidos en las hojas de Eucalipto, ganaron interés en Australia desde las primeras épocas de la colonia. Es significativo resaltar que uno de los primeros artículos de exportación proveniente de la colonia, recién establecida de New South Wales en 1778, fue una muestra de aceite esencial de Eucalipto. Cuando se encontró que el Eucaliptol (Cineol) era mas eficaz que el aceite obtenido a partir de la hierba inglesa "peppermint" en la remoción del "cholicky complaints", éste fue enviado a Londres para análisis. Siguiendo este descubrimiento de las propiedades terpénicas del aceite de Eucalipto, el botánico Barón Ferdinand von Muller sugirió a Joseph Bosisto, un farmacéutico, que investigara el aceite esencial de otras especies de Eucaliptos con una visión comercial. Como resultado de esta colaboración, en 1852 empezó en Australia la industria del Aceite Esencial, cuando Bosisto comenzó a operar un destilador pequeño, construído rudimentariamente, usando las hojas del Eucalipto Radiata que crecía abundantemente. Bosistó ayudó a mostrar aceites comerciales de Eucalipto en no menos de 17 exposiciones entre los años 1854 y 1891, y desde entonces dichos aceites han sido producidos en Portugal, España, Brasil, Colombia, Guatemala, Méjico,

California y la República del Congo, y exportadas a Europa, Asia y Norte América. (Penfold)<sup>2</sup>

Las primeras investigaciones del aceite de Eucalipto, fueron realizadas en 1840 por Cloez utilizándose con el Eucalipto Glóbulus. El uso correcto de "Eucaliptol" se debió a Jahns que en 1884 logró separarlo en forma pura, por otro lado, en 1884 Wallach & Brass lo identificó como Cineol. (Nagatani)<sup>7</sup>

De aproximadamente 600 especies y variedades de Eucaliptos que han sido encontrados, se han examinado los aceites esenciales de 200, pero de éstos menos de 20 han sido explotados comercialmente. (Penfold)<sup>2</sup>

#### 2.4.2. COMPOSICION QUIMICA

Todas las características del aceite esencial serán referidas al aceite esencial del Eucalipto Glóbulus debido a que el presente estudio se ha llevado a cabo con dicha especie.

El aceite de Eucalipto fue investigado primero por Cloez quien aisló una sustancia de punto de ebullición de 175°C, al que llamó Eucaliptol, pero que estaba evidentemente aún acompañado por Terpenos, y por lo tanto no estaba puro.

La verdadera naturaleza del Eucaliptol  $C_{10}H_{18}O$  (el principal constituyente del aceite de Eucalipto) y su identidad como Cineol, fue reconocida por Jahns.

El aceite de Eucalipto Glóbulus ha sido materia de muchas investigaciones debido a lo cual, hoy en día, nuestro conocimiento relativo de la composición química de este aceite es amplio.

El aceite crudo es un líquido móvil, usualmente de color amarillo brillante, con olor pronunciado debido a los aldehídos volátiles (principalmente el Isovaleraldehído) que usualmente son responsables de provocar un efecto de tos, que no es exactamente lo que se desea en el aceite de Eucalipto que se usa en la fabricación de pastillas para la tos. Debido a esto frecuentemente se lleva a cabo una rectificación o "redestilación" para eliminar este constituyente del aceite esencial crudo.

De acuerdo con Bordes, las propiedades del aceite de Eucalipto crudo (no rectificado) varían dentro de los siguientes límites: (Güenther)<sup>14</sup>

Gravedad Específica a 15°C	0.9175 a 0.930
Desviación Polarimétrica a 20°C	+2°0' a +7°12'
Contenido de Cineol	60.5 a 73.3%
Solubilidad en Alcohol(70%)	soluble en 2.2 a 11 vol.frecuentemente con separación de parafinas

Los siguientes compuestos han sido identificados en el aceite crudo del Eucalipto Glóbulus:

**Alcohol Etílico.**- En los adelantos de acuerdo con Bonchardot y Olivero.

**Alcohol Isoamílico.**- Fue aislado por Schimmel & Co. a través del cloruro de calcio, formando un compuesto de adición, e identificado como feniluretano de punto de fusión de 52°-53°C.

**Buteraldehído, Valeraldehído, y Caproaldehído.**- De acuerdo a Schimmel & Co., estos aldehídos que se encuentran como los compuestos mas volátiles del aceite, son principalmente responsables por el olor desagradable, picante y que provoca la tos en el aceite crudo y debe ser removido por fraccionamiento.

**d- $\alpha$  Pineno y  $\beta$ -Pineno.**- Son terpenos de rotación dextrógira que se encuentran en forma abundante en la naturaleza. Son ópticamente activos con un punto de ebullición de 156°C para el d- $\alpha$ -pineno y de 158.3°C para el  $\beta$ -pineno y con una gravedad específica de 0.858 a 20°C. Su estructura molecular se muestra en la siguiente figura:

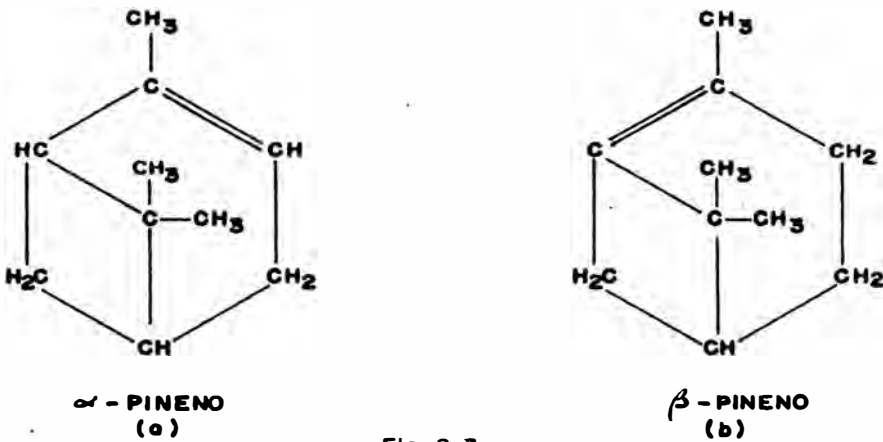


Fig. 2. 3.

y su fórmula es  $C_{10}H_{16}$ . Wallach y Gildemeister aislaron el d- $\alpha$ -pineno a partir de la fracción que se encontraba cerca de  $165^{\circ}C$ , y lo identificaron como un compuesto nitroso con p.f.  $129^{\circ}-130^{\circ}C$ , y como nitropiperidina con p.f.  $116^{\circ}C$ .

**Canfeno.**— Su punto de fusión es  $50-52^{\circ}C$  y de ebullición cerca de  $155^{\circ}C$  según Schimmel & Co.. Su densidad relativa es 0.863, y su índice de refracción es 1.454 a  $50^{\circ}C$ . Este se descompone a  $250^{\circ}C$ . En la Fig. 2.4. se muestra la estructura molecular.

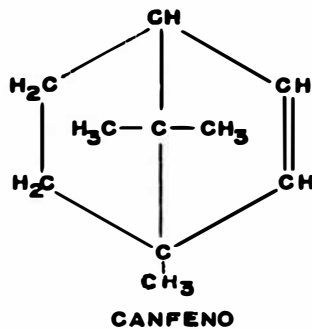


Fig. 2. 4.

**Cineol (Eucaliptol).**— Es el principal constituyente del aceite y fue reconocido e identificado en la fracción de punto de ebullición de  $173^{\circ}C$  a  $190^{\circ}C$  por Jahns. Su fórmula molecular es  $C_{10}H_{18}O$  y se presenta como un

líquido incoloro con un olor pronunciado a alcanfor. Cristaliza a bajas temperaturas. Es ópticamente inactivo. Tiene las siguientes propiedades fisicoquímicas:

Temperatura de Fusión	1°C
Temperatura de ebullición	176-177°C
Densidad Relativa a 20°C	0.930
Indice de Refracción a 20°C	1.4590

Su estructura molecular se muestra en la siguiente figura: (Craveri)<sup>6</sup>

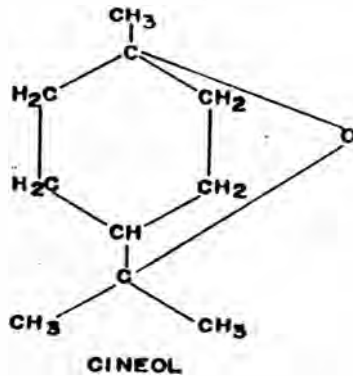


Fig. 2.5.

**1-Pinocarvenol.**— Es un alcohol bicíclico de rotación levógira con fórmula molecular de  $C_{10}H_{16}O$ . Su punto de ebullición va de 215°C a 218°C. Su densidad relativa a 20°C es 0.974. purificado con el ácido ftálico, el 1-pinocarvenol tiene las siguientes propiedades:

Punto de ebullición	92°
Desv. polarimétrica	52°27' (en sol. de 12.5%)
Indice de refracción	1.49630



**Terpineol.**- De acuerdo a Schmidt este alcohol es ópticamente inactivo identificado como feniluretano de p.f. 123°C e la última fracción de la destilación. Su fórmula molecular es  $C_{10}H_{17}OH$ . Su estructura molecular es la siguiente: (Güenther)<sup>14</sup>

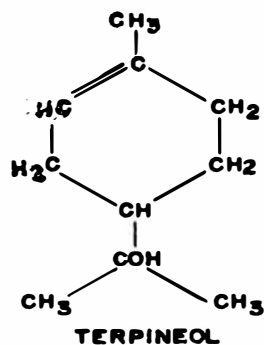


Fig. 2.6.

tratado con 20% de ácido sulfúrico, el terpineol es transformado a hidrato de terpino de p.f. de 118°C.

**Globulol.**- Según Schimmel & Co. es observado en la última fracción del aceite de E. Glóbulus. Su fórmula molecular es  $C_{15}H_{25}OH$ . Si el globulol se trata con ácido crómico, se obtiene un compuesto cristalino de p.f. 78°C (agujas naranjas).

**Sesquiterpenos.**- Según Ruzicka, Pontatli & Balas es extraído de la última fracción del aceite de Eucalipto, después de una destilación sobre sólido metálico obteniéndose una substancia aceitosa de p.e. 222-232° la cual en su mayoría está constituida por sesquiterpenos. Su fórmula molecular es  $C_{15}H_{24}$ . (Nagatani)<sup>7</sup>

**Alcoholes Sesquiterpenos.**- Según Pfan & Plattner se obtiene de la fracción del aceite de alto punto de ebullición después de ser fraccionado repetidas veces (finalmente sobre sodio metálico), dando 30% de mezclas de sesquiterpenos y alcoholes sesquiterpenos.

**Aromandreno.**- Briggs & Short llegaron a la conclusión que la fracción de sesquiterpenos separadas del aceite de Eucalipto, consiste mayormente de aromandrenos tricíclicos de fórmula  $C_{15}H_{24}$ . (Güenther)<sup>14</sup>

**$\alpha$ -Felandreno.**- Son conocidos dos isómeros  $\alpha$  y  $\beta$  felandreno, cuya estructura es la siguiente:

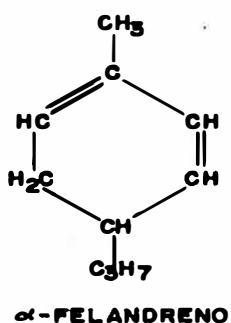


Fig. 2.7.

Es obtenido como subproducto del aceite esencial y utilizado como solvente. Mezclado con el aceite esencial es utilizado para la flotación de minerales especialmente para la separación de Zn y sulfuros asociados. Su punto de ebullición está entre  $174^{\circ}\text{C}$  y  $178^{\circ}\text{C}$  y su gravedad específica entre 0.844 y 0.848. Su fórmula molecular es  $C_{10}H_{18}$ . (Craveri)<sup>6</sup>

En el Apéndice se muestra la Tabla A-1 con las temperaturas de ebullición a diferentes presiones de algunos de éstos compuestos.

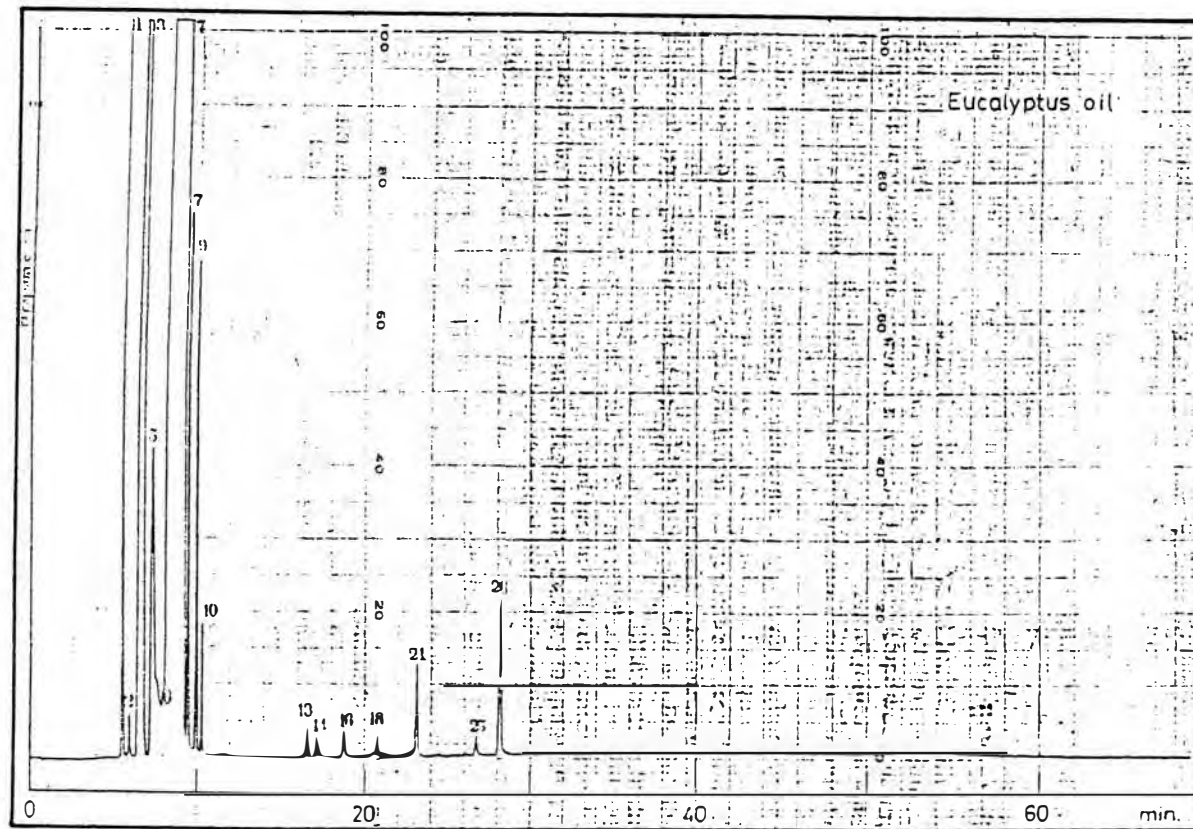
En la Fig.2.8. se aprecia el cromatograma del aceite de esencial de Eucalipto mostrando los picos de sus compuestos más representativos.

#### **2.4.3. RENDIMIENTO DE LA EXTRACCION DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO**

Frecuentemente las hojas de Eucalipto son destiladas solo cuando el dueño del terreno decide talar los árboles de Eucalipto y vender su madera a no ser que el aceite eleve su precio. El tiempo mas favorable para la destilación es en los meses de temperatura templada, debido a que el rendimiento del aceite promedia un 0.8% y el contenido de Cineol en el aceite crudo es de 63 a 73%. Durante los meses de invierno el rendimiento del aceite cae a cerca de 0.7% y el contenido de Cineol es de 60 a 65%.

El rendimiento mas alto del aceite se logra a partir de las hojas que se encuentran en el tope de los árboles; este aceite tiene una mejor solubilidad y un contenido de Cineol más alto que el aceite proveniente

Fig. 2.8. CROMATOGRAMA DEL ACEITE ESENCIAL DEL EUCALIPTO (Masada)<sup>18</sup>



Chromatogram of Eucalyptus Oil (Y. Masada).

1.  $\alpha$ -pinene, 2. camphene, 3.  $\beta$ -pinene, 4. phellandrene, 6. limonene, 7. cineol, 8.  $\gamma$ -terpinene, 9. p-cymene, 10.  $C_{15}$ -aldenol, 14. citronellal, 18. linalool, 21. terpinol-4, 25. citronellyl acetate, 26. borneol.

de las hojas más bajas. Un árbol de 6 a 8 años de edad rinde de 20 a 60 Kg. por año. (Güenther)<sup>14</sup>

#### **2.4.4. METODOS DE EXTRACCION**

Los aceites esenciales pueden presentarse en espacios intercelulares o en bolsas de aceite y éstos se encuentran situados en los capullos, flores, hojas, cortezas, tallos, frutos, semillas, maderas y raíces. En este caso daremos mayor énfasis a los métodos de extracción por destilación que han sido desarrollados por la industria de aceite esencial distinguiendo por lo tanto tres tipos de Hidrodestilación (Güenther)<sup>14</sup>:

- Destilación con agua
- Destilación con agua y vapor
- Destilación con vapor directo

##### **2.4.4.1. DESTILACION CON AGUA**

El material a destilar está en contacto directo con agua hirviendo, puede flotar o estar completamente sumergido, dependiendo de su gravedad específica y de la cantidad de materia prima por carga. El agua hierve por la aplicación de calor por cualquiera de los

métodos usuales (fuego directo, chaqueta de vapor, serpentín de vapor cerrado o en algunos casos, serpentín de vapor abierto o perforado). La característica principal de este método es el contacto directo entre el material vegetal y el agua hirviendo. (Güenther<sup>14</sup>)

#### 2.4.4.2. DESTILACION CON AGUA Y VAPOR

En este método el material vegetal descansa sobre una malla, pantalla o rejilla colocada a cierta distancia del fondo del alambique.

La parte inferior del tanque es relleno con agua, a un nivel algo menor que la malla. El agua se calienta por cualquier método antes mencionado produciéndose vapor saturado y mojado de baja presión, el cual se eleva a través del material vegetal.

Las características típicas de este método son:

- 1) El vapor siempre está completamente saturado, húmedo y nunca sobrecalentado.
- 2) El material vegetal solamente está en contacto con el vapor y no con agua hirviendo. (Güenther<sup>14</sup>)

#### 2.4.4.3. DESTILACION CON VAPOR DIRECTO

Por este método se extrajo el aceite esencial de Eucalipto que se usó como materia prima en todas las corridas experimentales del presente trabajo.

Conocido también como destilación con inyección directa de vapor, es similar al método anterior excepto en que nada de agua se mantiene en el fondo del alambique. Se introduce vapor vivo saturado o sobrecalentado a través de la carga que es soportada por la rejilla, normalmente a presiones mayores que la atmosférica.

Desde el punto de vista teórico, a lo que al proceso concierne, no existen diferencias entre estos tres métodos. Pero sin embargo, existen diferencias en cuanto a la práctica y a los resultados obtenidos en los cuales, en algunos casos, son considerables debido a ciertas reacciones que ocurren durante la destilación.

Los principales efectos que acompañan la destilación son:

1. Difusión del aceite esencial y agua caliente a través de las membranas de la planta, es decir la hidrofusión.
2. La hidrólisis de ciertos componentes del aceite esencial.
3. La descomposición ocasionada por el calor.

En la práctica los tres efectos térmicos ocurren simultáneamente y se afectarán frecuentemente entre sí. La velocidad de difusión usualmente se incrementará a medida que aumenta la temperatura. La solubilidad de los aceites esenciales en agua, en la mayoría de los casos, aumenta con la temperatura. Lo mismo es cierto para la velocidad y magnitud de la hidrólisis. Puesto que los productos de hidrólisis son en general más solubles en agua, también afectarán al proceso de difusión. Por lo tanto un análisis completo de varios procesos incidentales a la destilación ofrecen un difícil problema. En general, la observación de los siguientes principios conduce a los mejores rendimientos y a aceites esenciales de alta calidad:

- 1) Mantener la temperatura lo más baja posible sin olvidar que la velocidad de producción será determinada por la temperatura,
- 2) En el caso de la destilación con vapor, es aconsejable mantener la planta al menor contacto directo posible con el agua pero teniendo presente que algo de agua debe estar presente para ayudar a la difusión,
- 3) Realizar conminución antes de la destilación y una carga cuidadosa y uniforme del alambique. Debe recordarse que en todos los métodos menos en el de



destilación con agua, la excesiva conminución producirá una canalización del vapor a través de la masa del material, reduciendo así la eficiencia debido al poco contacto entre el vapor y la carga.

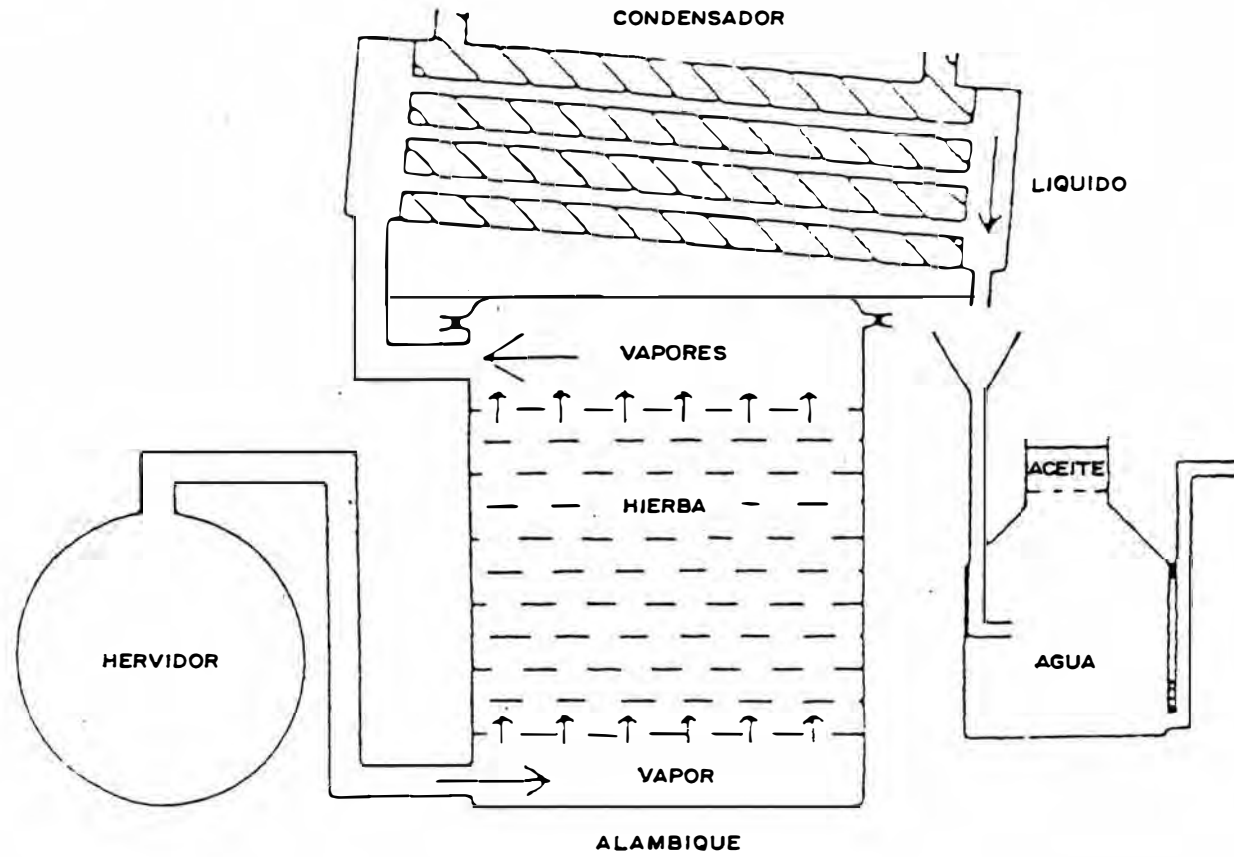
Debe ser mencionado que cada método puede ser modificado para cambiar la presión en el alambique.

Los efectos de estas variaciones pueden ser observadas en la relación de destilación (condensado) agua a aceite esencial.

De acuerdo con ésto, la destilación puede realizarse a presión atmosférica, reducida o en exceso. (Güenther)<sup>14</sup>

En la Fig.2.9. se aprecia un esquema del proceso de extracción.

**Fig.2.9. PROCESO DE EXTRACCION**



C A P I T U L O    3

E S T U D I O    D E L    P R O D U C T O :  
    A C E I T E    E S E N C I A L    D E  
E U C A L I P T O    R E C T I F I C A D O

### **3. ESTUDIO DEL PRODUCTO: ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO RECTIFICADO**

A continuación se hará una breve descripción de los diferentes aceites esenciales de Eucalipto que existen comercialmente al igual que sus diferentes aplicaciones.

También se presentará las aplicaciones que tienen los productos resultantes de la rectificación a la vez que las técnicas de análisis que se emplean para el control de calidad de los mismos, haciendo resaltar los objetivos de cada uno de ellos; al igual que los cuidados que se deben considerar para su almacenamiento.

Como en todo producto comercial es necesario conocer la demanda con que se cuenta para estimar la producción del mismo presentamos una recopilación de la demanda a nivel nacional y del Pacto Andino.

#### **3.1. ACEITES COMERCIALES DE EUCALIPTO**

En el comercio el término "aceite de Eucalipto" denota tres grupos de aceites enteramente distintos: en el primer grupo están los aceites que se distinguen por su alto contenido de Cineol y que poseen carácter

alcanforáceo; en el segundo grupo se encuentran los aceites con un carácter básicamente cítrico debido principalmente al predominio del componente Citronellal y en el tercer grupo los que son comparativamente ricos en Felandreno. El primer tipo de aceite suele denominarse "aceite de Eucalipto medicinal", debido a las propiedades medicinales del Cineol. Este grupo incluye también a un aceite procedente de China que no se destila de un Eucalipto sino de una especie de alcanforero. El segundo tipo de aceite se denomina a veces "aceite de Eucalipto de perfumería", aunque los tres tipos pueden usarse en perfumería. Al tercer tipo se le suele llamar "aceite de Eucalipto industrial". (Robbins)<sup>12</sup>

A continuación se detallan los tres grupos antes mencionados.

### **3.1.1. ACEITE DE EUCALIPTO MEDICINAL**

Los requerimientos de aceite de Eucalipto por las farmacopeas Británicas, Americanas y otras farmacopeas demandan un contenido mínimo de Cineol (el agente terapéutico activo) del 70%. Aunque un gran número de las diferentes especies de Eucalipto contienen Cineol, la mayoría de ellas rinden aceites con un contenido

menor al 70%, y solo un número limitado de ellas con un contenido de Cineol de 70 a 98 por ciento en sus aceites, son explotadas hoy en día para propósitos medicinales. También se usan algunas especies que rinden aceite con un contenido de Cineol cercano al 65%, siempre y cuando el contenido de Cineol pueda ser incrementado sobre el 70% por redestilación.

A continuación se describen las especies que producen un aceite de alto contenido de Cineol, encontrándose en ellos todos los requerimientos deseados para propósitos medicinales. (Penfold)<sup>2</sup>

### **Eucalipto Glóbulus.**

El aceite del Eucalipto Glóbulus es producido principalmente en España, Portugal y Brasil, siendo este último un menor productor, hay evidencias que el aceite fue producido en una primera oportunidad en Zaire.

En China se produce, en cantidades muy considerables, un aceite de Eucalipto natural muy similar al Eucalipto Glóbulus pero se cree que la especie usada es otra. Además los chinos también venden la fracción rica del Cineol del aceite alcanfor, como "aceite de Eucalipto" y en realidad este producto es muy similar al verdadero aceite de tipo Glóbulus, aunque existen diferencias. (Robbins)<sup>12</sup>

El contenido de aceite en el Eucalipto Glóbulus es bajo en comparación al contenido de aceite de otras especies, conteniendo el aceite crudo de un 55 a un 65% de Cineol. Por esta razón necesita ser rectificado para remover los aldehídos volátiles y cumplir con los requerimientos de las farmacopeas Inglesas y Americanas las que demandan un contenido mínimo de Cineol del 70%. (Penfold)<sup>2</sup>

### **Eucalipto Smithii**

El aceite de Eucalipto Smithii es producido principalmente en New South Wales, aunque también se produce a menor escala en Brasil, Guatemala y República de Congo. Es necesario una refinación del aceite para remover los objeccionables aldehídos volátiles. Su contenido de Cineol tiende a ser menor que la del Eucalipto Glóbulus. (Penfold, Cozzo)<sup>2.1</sup>

### **Eucalipto Radiata "Tipo"**

El aceite del Eucalipto Radiata es producido en New South Wales, en Victoria y también en la región Sud Africana y es destilado bajo el nombre de Eucalipto Australiano.

Este aceite de Eucalipto es considerado ser uno de los más finos para propósitos medicinales. El alto

contenido de Cineol (70%), en asociación con el  $\alpha$ -Terpineol y algunos cítricos (de 3 a 5 %) imparte al aceite un aroma muy refrescante. (Penfold)<sup>2</sup>

### **Eucalipto Dives Var. "C"**

El aceite de Eucalipto Dives Var. "C", es producido en Australia y Sud Africa. El aceite es similar al Eucalipto Radiata en sus propiedades fisico-químicas y es equivalente a este aceite en calidad para propósitos medicinales. (Penfold)<sup>2</sup>

### **Eucalipto Fructicetorum**

Este aceite es producido en New South Wales y Victoria y es destilado bajo el nombre de Eucalipto Polybractea. Muchos destiladores y exportadores están preservando esta especie en sus propiedades por la gran cantidad de Cineol que se encuentra en el Aceite. (Penfold)<sup>2</sup>



### 3.1.1.1. ESPECIFICACIONES DEL ACEITE DE EUCALIPTO MEDICINAL

Existen dos clasificaciones comerciales básicas del aceite esencial de Eucalipto Medicinal, esto es, "70/75" y "80/85". Estas cifras indican el rango de los porcentajes de Cineol, aunque muchos compradores prefieren que la cifra actual esté cerca al extremo superior del rango. Los aceites del tipo "80/85" tienen que haber sido sometidos a rectificación, ya que es difícil producir un aceite de "80/85" en la extracción.

Para el uso en aplicaciones farmacéuticas, el aceite de Eucalipto debe satisfacer los requerimientos establecidos por las farmacopeas tales como BP (British Pharmacopeia), USP (United States Pharmacopeia), DAP (Dentsches Apotheker Buch). (Robbins)<sup>12</sup>

Las especificaciones estándares para el aceite obtenido por medio de una destilación por arrastre de vapor de las hojas de Eucalyptus Glóbulus Labillardiere han sido publicadas por la ISO (ISO770-1980) (International Organization for Standardization) y por la BSI (BS2999/53:1975) (British Standards Institution). Se permite que especies no especificadas de Eucalipto puedan ser usadas, pero las especificaciones estándares solicitan que estos aceites sean rectificadas después de la destilación. La ISO ha publicado un estandar adicional (ISO3065-1974) para

aceite de Eucalipto de Australia (80-85% en contenido de Cineol), que define al aceite como producto de la destilación por arrastre de vapor de follaje de especies apropiadas de Eucaliptos de origen Australiano y poseyendo un contenido de Cineol en el rango de 80 a 85%. Los principales requerimientos de estos estándares se pueden apreciar en la Tabla 3.1. (Robbins)<sup>12</sup>, habiéndose las Normas ITINTEC en las Normas ISO 770-1980.

### **3.1.2. ACEITE DE EUCALIPTO DE PERFUMERIA**

Debido a la diversidad de composiciones químicas de aceites esenciales derivados a partir de los Eucaliptos, pocas especies rinden aceites que contienen sustancias de valor para la industria de perfumería y aledañas. El aceite de Eucalipto más representativo de este grupo es el obtenido a partir del Eucalipto Citriadora, que difiere fundamentalmente de los aceites ricos en Cineol, en su constituyente principal denominado Citronellal. El contenido de Citronellal es del 65 al 85% de los constituyentes totales del aceite. Este es producido principalmente en Brasil y China. Los aceites de cada uno de estos orígenes sirven para todo propósito práctico y son idénticos química y organolépticamente.

TABLA 3.1.

ESPECIFICACIONES COMERCIALES PARA EL ACEITE DE EUCALIPTO RECTIFICADO

	ISO770-1980	ISO3065-1974	BS2999/53-1975	INTEC
Densidad Aparente a 20º, g/ml	-	-	0.904 a 0.924	-
Densidad Relativa a 20º/20º	0.906 a 0.925	0.918 a 0.929	-	0.906 a 0.925
Índice de Refracción a 20º	1.4590 a 1.4670	1.4580 a 1.4650	1.4580 a 1.4700	1.4590 a 1.4670
Rotación Óptica a 20º	0º a +10º	-2º a +2º	-5º a +10º	0º a +10º
Solubilidad en 70%(V/V) de etanol a 20º	1 volumen en 5 volúmenes	1 volumen en 3 volúmenes	1 volumen en 5 volúmenes	1 volumen en 5 volúmenes
Contenido de Cineol (M/M)	70% mínimo	80% a 85%	70% mínimo	70% mínimo

Aunque el aceite es usado principalmente como un origen del Citronellal y en particular del hidróxicitronellal a través de un proceso químico del mismo, también es usado en jabones baratos, perfumes y desinfectantes, donde el bajo costo de los ingredientes es importante. El Citronellal como extracto del aceite de Eucalipto citriadora es usado en detergentes de lavado y productos similares; pero la mayor parte es procesado para obtener el hidroxicitronellal, que es usado en una amplia gama de productos de perfumería en ambos extremos del mercado (baratos y caros).

"El otro aceite de Eucalipto de Perfumería" denominado Eucalipto Macarthuri que es rico en el contenido de acetato de geranil, es raramente usado. Difiere de los demás aceites de Eucalipto comerciales en la ausencia de Cineol y Felandreno. El aceite crudo es usado en perfumería como origen del acetato de geranil, pero en Australia es usado principalmente como un desnaturante del alcohol. (Robbins)<sup>12</sup>

### 3.1.3. ACEITE DE EUCALIPTO INDUSTRIAL

Este grupo de aceites se utiliza casi exclusivamente para la extracción de Felandreno y, en menor medida, de piperitona que se usan para perfumería

y aplicaciones saponíferas. Estos aceites ricos en felandreno se producen principalmente a partir del Eucalipto Dives "Tipo" y Var. "A" y el Eucalipto Australiana Var. "B".

Los usos de aceite de Eucalipto para fines industriales más importantes se ubican entre desinfectantes y deodorantes, además como origen de la piperitona a partir de la cual se manufactura el Tineol y el Mentol.

Los aceites del Eucalipto Dives: "Tipo", Var. "A" y del Eucalipto Australiana: Var. "B", fueron originalmente explotados en Australia pero ahora hay varias producciones de este tipo de aceite en el Sur de Africa. De los dos aceites del Eucalipto Dives, el Var. "A" es el que se usa más comunmente, debido a que el contenido de Felandreno es mucho más alto encontrándose en un rango de 60 a 80%; mientras que la variedad "Tipo" es menos rica en Felandreno que en Piperitona. El contenido de Felandreno en el Eucalipto Australiana Var. "B" es de 35 a 40% con el predominio de Cineol sobre los otros constituyentes.

El felandreno es usado principalmente en perfumería y en productos baratos, aunque también es usado en ciertos productos con aroma. (Robbins)<sup>12</sup>

### **3.2. TECNICAS DE ANALISIS**

A continuación se dará una breve explicación de la finalidad de los análisis que se llevaron a cabo en el presente trabajo bajo las normas establecidas por ITINTEC. En la Tabla 2.2. se muestran las especificaciones dadas por este instituto para el aceite esencial de Eucalipto Glóbulus y en el Apéndice A.2. se muestra la norma que establece los requisitos que debe cumplir el aceite esencial de Eucaliptus Glóbulus Comercial.

#### **3.2.1. ANALISIS ORGANOLEPTICOS**

El estudio del aroma y del sabor sugiere con frecuencia la presencia de adulterantes, que puede ser confirmado por ensayos especiales.

Inversamente, los adulterantes indicados por el análisis pueden ser confirmados por el estudio del sabor; estas pruebas organolépticas son probablemente los únicos métodos satisfactorios para percibir la nota de "quemado" resultante de una destilación impropia y para detectar una ligera alteración de los aceites.

### 3.2.2. ANALISIS FISICO-QUIMICOS

Es difícil pero no imposible indicar límites generales y definidos para las propiedades fisicoquímicas de aceites concentrados, desterpenados y desesquiterpenados debido al hecho de que estas propiedades dependen del grado de concentración y de las proporciones relativas de constituyentes oxigenados originalmente presentes. Además todos los productores tienen sus propios estándares en los que fundamenta su proceso de manufactura particular.

Los análisis realizados en el presente estudio han sido efectuados respetando las normas establecidas por ITINTEC los que son presentados a continuación:

Densidad relativa,  
Indice de Refracción,  
Desviación polarimétrica,  
Solubilidad en alcohol.

#### 3.2.2.1. DENSIDAD RELATIVA

El presente análisis establece el método para determinar la densidad y la densidad relativa de los aceites esenciales líquidos a la temperatura de 20°C con la finalidad de obtener un indicio de los compuestos presentes.

Un valor alto de la densidad nos indicará la presencia de una mayor cantidad de compuestos pesados, en caso contrario un bajo valor de la densidad nos indicará mayor presencia de aldehídos y terpenos.

#### **3.2.2.2. INDICE DE REFRACCION**

Este análisis mide la cantidad de compuestos terpénicos que se hallan en el aceite. La presencia de estos compuestos disminuyen el índice de refracción de la sustancia y por consiguiente al separarlos del aceite aumenta el valor del mismo.

#### **3.2.2.3. DESVIACION POLARIMETRICA Y PODER ROTATORIO ESPECIFICO**

La desviación polarimétrica mide el ángulo sobre el cual gira el plano de polarización de la luz cuando ésta atraviesa cierto espesor del aceite esencial en condiciones determinadas, midiendo la cantidad de isómeros ópticos que posee una sustancia. En los aceites esenciales las moléculas no simétricas son las que presentan éstos isómeros. La desviación polarimétrica de los aceites refinados es menor que la



de los aceites originales debido a que los compuestos terpénicos son los que presentan este tipo de isómeros.

#### 3.2.2.4. SOLUBILIDAD EN ALCOHOL

El criterio más importante para un aceite desterpenado y desesquiterpenado es su solubilidad en alcohol diluído, empleándose usualmente alcohol etílico al 70%. Un aceite desterpenado debe ser soluble en un rango no mayor de 5 volúmenes de alcohol, mientras que un desesquiterpenado debe ser más soluble aún. Los terpenos en general son sólo ligeramente solubles, las parafinas y sesquiterpenos prácticamente insolubles. Por otro lado, los compuestos oxigenados poseen en general mucha mayor solubilidad encontrándose que los los alcoholes, aldehídos, cetonas y fenoles son los más solubles, mientras que ésteres y éteres ligeramente menos solubles.

La solubilidad da un indicio de la calidad del aceite. El ensayo sirve para descubrir alteraciones que se hacen presentes con la aparición de sustancias que se separan ubicándose al fondo o en la superficie de la solución de aceite.

### 3.2.3 CROMATOGRAFIA DE GASES

Con este método se halló la composición de Cineol con una previa comprobación de su linealidad realizada a partir de una muestra patrón (Ver capítulo 4.3.1.). Al mismo tiempo el método aplicado nos dará una idea de la cantidad presente de compuestos livianos y pesados, identificados por su tiempo de retención, para luego ser comparadas según los diferentes cromatogramas obtenidos en cada una de las experiencias realizadas. En el Apéndice A.3. se encuentra una descripción más detallada del funcionamiento del Cromatógrafo.

### 3.3. APLICACIONES DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO RECTIFICADO

Las primeras fracciones provenientes del proceso de refinación, compuestas de aldehídos volátiles y terpenos, tanto como la fracción rica en Cineol y los residuos de sesquiterpenos, aldehídos aromáticos, alcoholes, fenoles. etc., encuentran aplicaciones industriales importantes. A continuación se explicaran los diferentes usos de estos productos.

### 3.3.1. APLICACIONES DE LOS PRODUCTOS LIVIANOS

Los Aldehídos volátiles son incorporados en muchas preparaciones caseras que son usadas para la inmersión de la lana de oveja y productos relacionados.

Estas porciones de las primeras fracciones que son ricas en  $\alpha$ -pineno y otros terpenos son usados en la manufactura de ciertas mezclas de aguarrás.(Penfold)<sup>2</sup>

### 3.3.2. APLICACIONES DEL PRODUCTO RICO EN CINEOL

Los aceites ricos en Cineol son usados en productos farmacéuticos, productos de utilidad doméstica, en perfumería y aplicaciones generales como saborizantes.

Entre sus aplicaciones farmacéuticas están varios tipos de pastillas, tónicos y jarabes para el tratamiento de la tos, resfríos, inflamación de las vías respiratorias, también ungüentos para frotaciones sobre la piel en tratamientos de dolores musculares. De hecho, el aceite de Eucalipto es aún ampliamente vendido al menudeo, en botellas por químicos y farmacéuticos, aunque sólo los aceites más finos pueden ser empleados en esta forma. Para su uso en aplicaciones farmacéuticas, el aceite de Eucalipto debe

satisfacer los requerimientos establecidos en varias farmacopeas (BP, USP, DAP).

Las propiedades medicinales del aceite también lo hacen útil para usarlo en desinfectantes en una gama de productos sanitarios y de limpieza doméstica, para que imparta una fragancia agradable que ayuda a enmascarar los olores menos agradables de otros ingredientes activos.

En el campo de la perfumería, es usado en ciertos jabones, colonias, deodorizadores de ambiente y aceites de baño, mientras que en otros productos de olor, ayuda a aumentar la fragancia de los constituyentes principales sin fijar la atención en sí mismo. La extensión de su uso en perfumería varía muy considerablemente de firma en firma; encontrándose que así como varias de ellas difícilmente confían totalmente en él, otras usan grandes cantidades.

En el grupo de saborizantes, los aceites de Eucalipto ricos en Cineol son usados principalmente en ciertos tipos de dulces cocidos, frecuentemente junto con aceite de peppermint y de mentol

También el uso del Cineol puro, extraído a partir del aceite de Eucalipto, tiene un alto grado de demanda. Como es de esperarse el Cineol puro es más caro que el aceite base y es usado principalmente en productos de alta calidad. Tiene un carácter más suave que el que tiene el aceite base y esto, a veces, es

necesario cuando las consideraciones de calidad son particularmente críticas. El rango de aplicaciones es ampliamente similar al del aceite base, aunque está lejos de ser usado en productos más baratos tal como los desinfectantes domésticos.

Ambos, el aceite rico en Cineol y el mismo Cineol puro enfrentan muy poca competencia a partir de los sustitutos sintéticos ya que generalmente ellos son apreciados competitivamente. (Robbins)<sup>12</sup>

### 3.3.3. APLICACIONES DE LOS PRODUCTOS PESADOS

Los principales constituyentes de los productos pesados de la rectificación del aceite de Eucalipto son los aldehídos aromáticos: Cumenal y Felandral, las cetonas Criptona junto con varios de los alcoholes correspondientes, sesquiterpenos y p-isopropilfenol. El Cumenal, Felandral, Criptona, y p-isopropilfenol, todas poseen propiedades germicidas marcadas; consecuentemente los residuos de rectificación ricos en estos constituyentes son usados ampliamente por las industrias de desinfectantes y germicidas. (Penfold)<sup>2</sup>

### 3.4. ALMACENAMIENTO DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO

Una vez extraído el aceite esencial puede ser conservado por lo menos un año, bajo adecuadas condiciones de envasado y almacenaje. El envase debe ser limpio y ser resistente al ataque químico del aceite, por lo que envases de polietileno no deben tomarse en cuenta para los aceites esenciales. Conviene ante todo evitar el contacto con el aire, el agua y los oxidantes en general, los cuales resinifican la esencia debido a la propensión que tienen los terpenos a la descomposición, especialmente por el aire húmedo y la luz, por lo que el recipiente debe ser mantenido lleno y bien cerrado.

Para las cantidades pequeñas de aceite esencial se utilizan recipientes de vidrio de color, obturados con tapones de vidrio, o en su defecto, corcho recubierto por una capa inatacable. Para cantidades importantes se emplean bidones o barriles de hierro estañado, galvanizado o barnizado en su interior.

Si el aceite esencial filtrado presenta un aspecto turbio, conviene desecarlo con Sulfato Sódico llenando por completo el recipiente. Es prudente almacenarlo en lugar fresco y a una temperatura constante. (Craveri)<sup>6</sup>

### 3.4.1. ANTIOXIDANTES PARA AUMENTAR LA ESTABILIDAD EN EL ALMACENAMIENTO

Lakritz (1943) encontró que la hidroquinona era un buen antioxidante y una mezcla de aceite de germen de trigo e hidroquinona era aún mejor.

Flores y Morse (1952) encontraron que el ácido nordihidroguarético (NDGA) y el propil galato eran efectivos en la protección del aceite. Kenyon y Proctor (1951) encontraron que el alfatocoferol era más efectivo que el NDGA o el propil galato.

Gearhart, Stuckey y Sherwin (1951) observaron la efectividad del hidroxianisol butilado (BHA) y el hidroxitolueno butilado (BHT), ambos fueron muy efectivos siendo algo mejor el BHA. La concentración necesaria de estos dos antioxidantes es de 0.005-0.020 %.

En el uso de antioxidantes el problema de la toxicidad debe ser considerado cuidadosamente debido a que el aceite de Eucalipto es frecuentemente utilizado como agente saborizante. Además el antioxidante no debe tener sabores objetables por si mismos. (Castro)<sup>28</sup>

### 3.4.2. MATERIALES PARA EMPAQUE DE PRODUCTOS TERMINADOS

Para envasados de esencia se utilizan tambores de hierro estañado de aproximadamente 50 galones. El aceite esencial se presentará en tambores de esta capacidad, tanto para el mercado nacional como para el internacional. (Castro)<sup>28</sup>

### 3.5. DEMANDA DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO EN EL PERU Y EL PACTO ANDINO

Consideramos que la aplicación inmediata del aceite esencial de Eucalipto obtenido en un sistema de destilación continua debe ser orientado a cubrir la demanda nacional y del Pacto Andino, por lo cual la información presentada corresponde a los últimos 13 años en estos países.

#### **Demanda Nacional**

La demanda nacional de aceite esencial de Eucalipto está constituida por las importaciones de Cineol.

Estas importaciones tienen como base los pedidos correspondientes al extranjero, de laboratorios y firmas industriales que emplean Cineol como producto intermedio para la elaboración de productos de



farmacia, de tocador, de saborizantes, desinfectantes, etc.

De la fuentes de la División de Importaciones del Ministerio de Comercio se obtuvo la siguiente lista de consumidores y abastecedores extranjeros que laboran con el Cineol, con el fin anteriormente mencionado.

<b>Consumidor nacional</b>	<b>Abastecedor extranjero</b>
Laboratorio ALFA	Sisferid (Suiza)
	Cyanamid (USA)
Laboratorio ANAKOL	Dragoco (Alemania)
Teófilo E. Agiuro	Dahupin (Francia)
Industrial Panamericana	Lab. Coper (USA)
Sabores Globe Perú S.A.	Lantierfils
	(Francia)

Además de estos consumidores del Cineol se tienen otros secundarios que son:

Sidney Rose S.A.

Magma S.A.

Compañía de Productos Industriales S.A.

Iglesias Cia. S.A.

Otros.

Los datos de importaciones y los países de los cuales se importa anualmente se encuentran detallados

en las Tablas del Apéndice A.4.1. En la Tabla.3.2. y en la Fig.3.1. se presenta la demanda total de los últimos trece años. (Datos recopilados del Acuerdo de Cartagena en la División de Informática).

### **Demanda Internacional**

Debido a que oficialmente no existen centros productores de Cineol a nivel del Grupo Regional Andino y para proveerse de este producto para su respectiva industrialización, estos países se ven en la necesidad de importarlo.

En las Tablas del Apéndice A.4.2. se encuentran detallada la demanda de los últimos años del Pacto Andino y en la Tabla 3.3. y Fig. 3.2. se muestra la demanda total del aceite esencial de Eucalipto en este grupo, presentándose las importaciones anuales de Bolivia, Colombia, Chile, Venezuela y Ecuador. (Datos recopilados del Acuerdo de Cartagena en la División de Informática).

### **Proyección de la demanda nacional y del Pacto Andino**

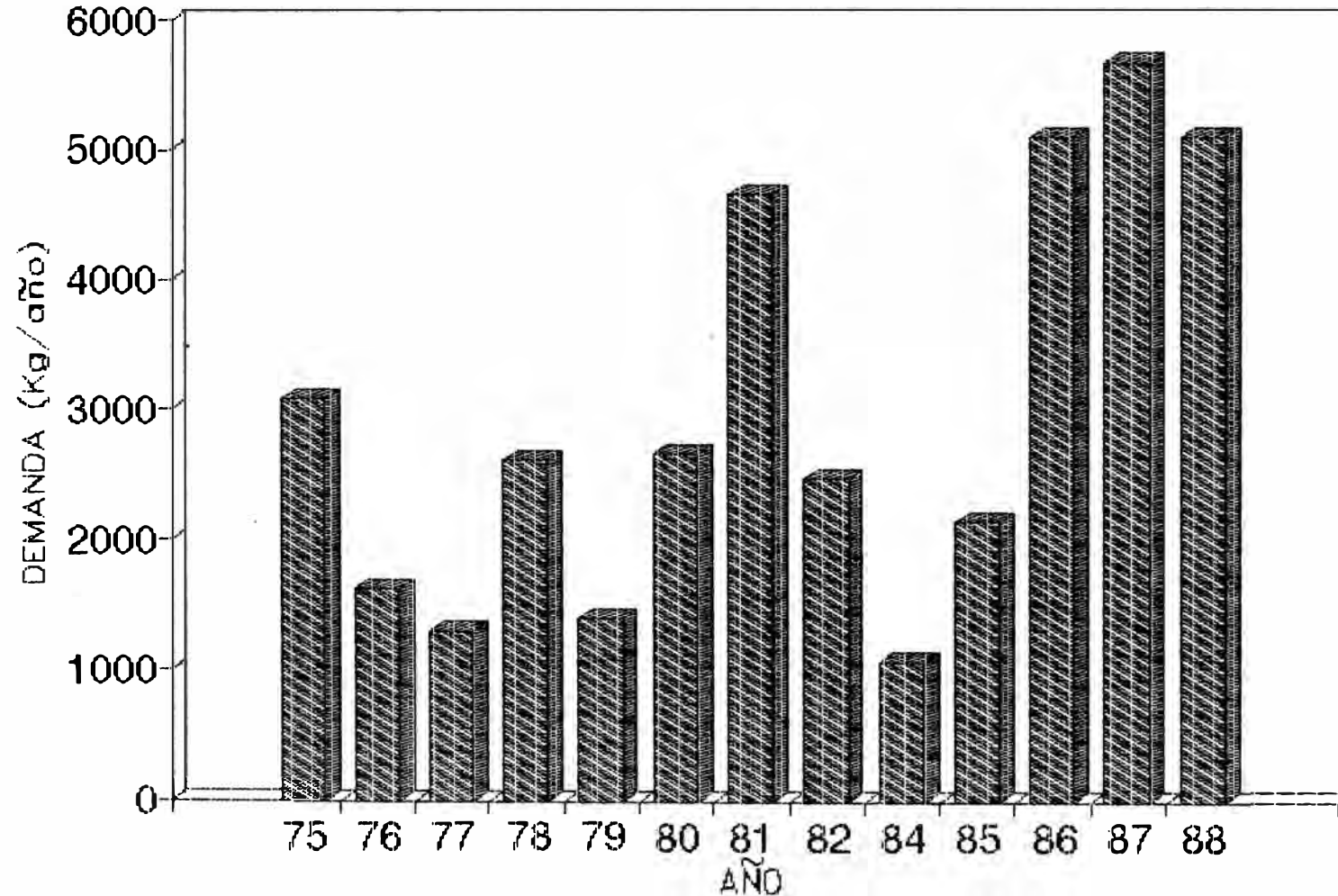
Con la finalidad de estimar la capacidad de un sistema de destilación continuo se procedió a realizar una proyección de ambas demandas para lo cual se hizo

TABLA 3.2.

DEMANDA NACIONAL DE  
ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO

Año	Kg/Año
1975	3090.00
1976	1633.00
1977	1309.00
1978	2608.00
1979	1398.00
1980	2658.00
1981	4651.00
1982	2474.00
1984	1086.00
1985	2138.10
1986	5087.00
1987	5655.90
1988	5088.45

**FIG. 3.1. DEMANDA NACIONAL  
ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO**

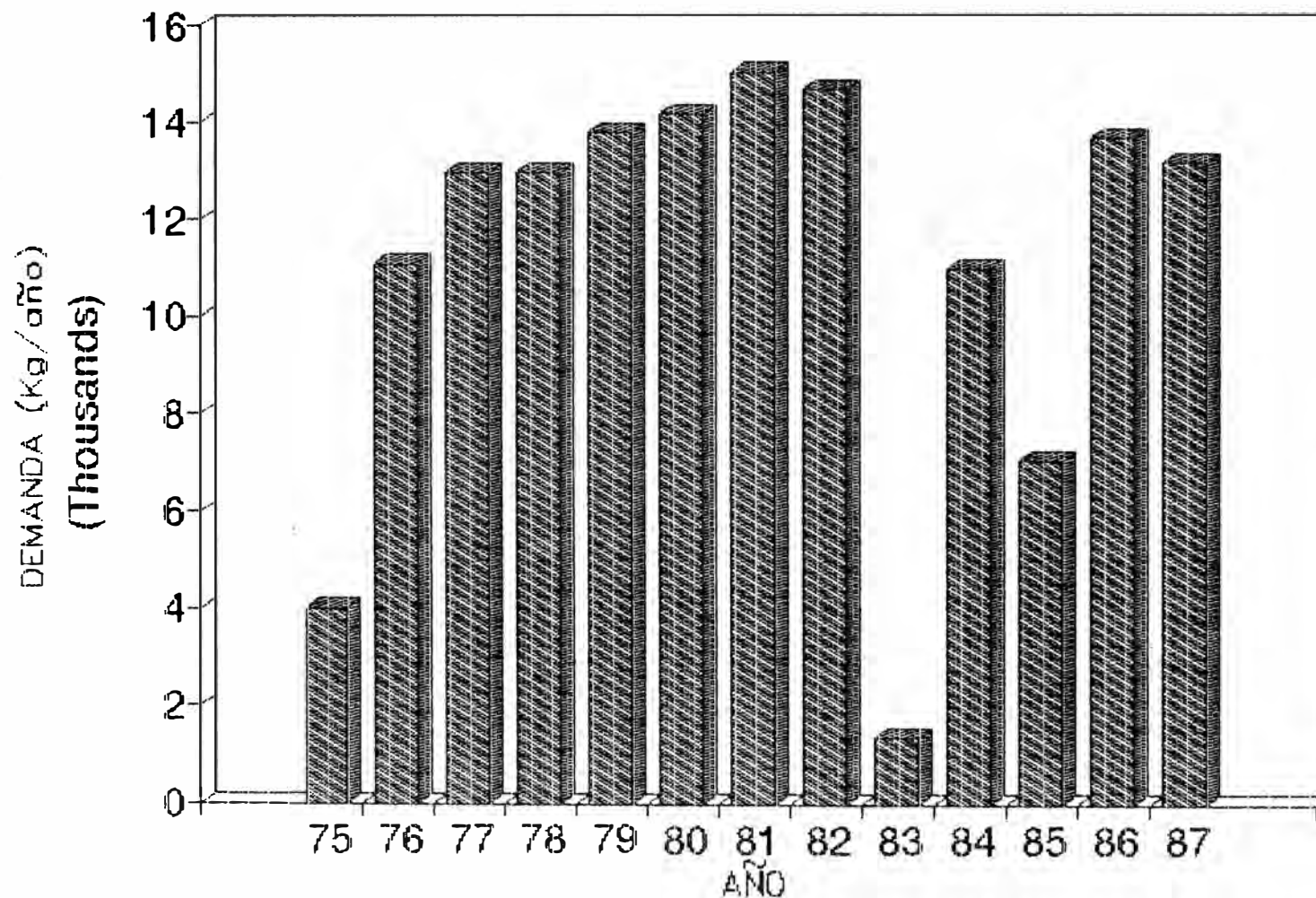


**TABLA 3.3**

**DEMANDA DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO  
PACTO ANDINO**

AÑO	VENEZUELA Kg/Año	BOLIVIA Kg/Año	COLOMBIA Kg/Año	ECUADOR Kg/Año	TOTAL Kg/Año
1975	1917	-	1467	626	4010
1976	7412	-	3642	16	11070
1977	7043	90	5157	640	12930
1978	7153	25	5496	260	12934
1979	6752	-	6032	970	13754
1980	7193	-	6630	305	14128
1981	4862	246	9669	200	14977
1982	10807	511	1427	1880	14625
1983	1319	15	-	-	1334
1984	8557	16	2317	75	10965
1985	3803	-	-	3221	7024
1986	6858	47	3174	3528	13607
1987	5830	-	6013	1275	13118

**FIG. 3.2. DEMANDA DEL PACTO ANDINO  
ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO**



una regresión lineal obteniéndose para la demanda nacional la siguiente ecuación:

$$Y = 217.93 * X - 428806.98$$

y para la demanda del Pacto Andino:

$$Y = 73.95 * X - 5123.54$$

donde:

X: año

Y: Kg/año del aceite esencial de Eucalipto

Con estas dos ecuaciones se construyó la Tabla 3.4. de donde se deduce que dentro de 10 años se necesitará cubrir una demanda de 20,000 Kg, siendo para el primer año de 17,300 Kg.

**Tabla 3.4.**

**DEMANDA PROYECTADA EN 10 AÑOS**

AÑO	PACTO ANDINO (Kg/año)	PERU (Kg/año)	TOTAL (Kg/año)
1992	11927	5302	17229
1993	12001	5520	17521
1994	12075	5738	17813
1995	12149	5956	18105
1996	12223	6174	18397
1997	12297	6392	18689
1998	12371	6610	18981
1999	12445	6828	19273
2000	12519	7046	19565
2001	12593	7264	19857



C A P I T U L O 4

D E S A R R O L L O E X P E R I M E N T A L

#### 4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La mayor parte de los aceites esenciales consisten de muestras de hidrocarburos (terpenos, sesquiterpenos, etc.), compuestos oxigenados (alcoholes, ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, etc.), y un menor porcentaje de residuos viscosos o residuos monovolátiles (parafinas, ceras, etc.). De éstos los compuestos oxigenados son los principales causantes del olor, aunque los terpenos y sesquiterpenos también contribuyen en cierto grado al olor y al sabor del aceite crudo. Las sustancias oxigenadas poseen la ventaja de una mejor solubilidad en el alcohol diluído, con excepción de algunos aldehídos, y de una gran estabilidad frente a la oxidación y resinificación. Los terpenos y sesquiterpenos, debido a su carácter insaturado, se oxidan y resinifican fácilmente bajo la influencia del aire y la luz, o bajo condiciones impropias de almacenaje, que estropean el olor y sabor, produciendo una baja en la solubilidad en alcohol.

Sin embargo durante muchos años, la industria de aceites esenciales se ha esforzado por suministrar a los usuarios, aceites desterpenados y desesquiterpenados teniendo en cuenta para ésto que son los compuestos oxigenados los que ayudan a que el aceite sea más soluble, más estable y con un olor mucho

más fuerte, reteniendo aún gran parte del olor y sabor característicos del aceite original.

El grado de concentración es automáticamente limitado por la cantidad de compuestos oxigenados presentes en el aceite crudo.

Por todo lo expuesto anteriormente se llega a la conclusión que es necesario rectificar el aceite esencial de Eucalipto crudo para que éste pueda cumplir con las especificaciones citadas anteriormente (ver Cap. 3.1.1.1.)

A continuación se explican los diferentes métodos de rectificación que se emplean a nivel industrial para los aceites esenciales.

#### **4.1. METODOS DE RECTIFICACION**

La literatura de aceites esenciales contiene muchas referencias para la preparación de aceites desterpenados y desesquiterpenados. Aún no se ha adaptado un método estandar y todos los productores usan su propio proceso.

Debido a las composiciones diferentes, la desterpenación de cada aceite esencial requiere un proceso especial. Los métodos mas empleados son los siguientes:

- a) Por extracción del compuesto oxigenado más soluble con alcohol diluido u otros solventes. (Disolución Selectiva)
- b) Remoción de terpenos, sesquiterpenos y parafinas por destilación fraccionada.
- c) Por procesos combinados.
- d) Desterpenación por arrastre de vapor
- e) Desterpenación cromatográfica.

El término comercial "aceites desesquiterpenados" convencionalmente incluye también al aceite desterpenado. En muchos casos especialmente cuando el contenido de sesquiterpenos en el aceite natural es pequeño, los dos términos son empleados en forma sinónima. Las designaciones comerciales y los nombres de muchas marcas en el mercado, no son siempre correctos según el punto de vista científico.

Sería más apropiado nombrar esos productos "Aceites Concentrados", "Aceites Desterpenados" y "Aceites Desterpenados y Desesquiterpenados".

Los "Aceites Concentrados" son aquellos en los que parte de sus hidrocarburos han sido removidos. Esto puede ser realizado por simple destilación. De acuerdo al proceso aplicado y la concentración fijada, se puede obtener un amplio rango de aceites concentrados con diferentes propiedades.

Los "Aceites Desterpenados" son aquellos donde todos o la mayoría de terpenos y ceras han sido removidos, usualmente por destilación fraccionada.

Los "Aceites Desterpenados y Desesquiterpenados" son aquellos en los que los terpenos, los sesquiterpenos y ceras han sido eliminados.

#### **4.1.1. DESTERPENACION POR DISOLUCION SELECTIVA**

El método descrito y patentado por Van Dijck y Ruys considera un proceso en el cual el aceite natural es extraído por dos solventes que son sólo parcialmente solubles entre sí, como por ejemplo pentano y alcohol metílico diluido. Los dos solventes pasan a contracorriente a través de un cilindro horizontal de vidrio siendo el aceite introducido en el medio. Los terpenos están disueltos en la fase pentano, y los compuestos oxigenados en la fase metilalcohólica.

#### **4.1.2. DESTERPENACION POR DESTILACION FRACCIONADA**

Un fraccionamiento repetido da como resultado varias fracciones intermedias que consisten de terpenos

y una pequeña cantidad de compuestos oxigenados, las últimas incrementando en proporción al aumento de la temperatura de destilación. El fraccionamiento puede ser conducido hasta que el aceite residual esté libre de terpenos, pero en este caso el aceite residual estará también privado de estas porciones de constituyentes oxigenados que han sido destilados en las primeras fracciones. A fin de recuperar estos compuestos, será necesario fraccionar nuevamente los primeros destilados. El fraccionamiento puede ser controlado probando cada fracción por solubilidad y por su desviación polarimétrica.

La eliminación de los sesquiterpenos presenta mas dificultad que el de los terpenos. En muchos casos los sesquiterpenos pueden ser separados a partir de los aceites desterpenados por una destilación. También cada fracción debe ser analizada por su desviación polarimétrica y por su solubilidad en alcohol diluido, aquellas que resulten insolubles serán rechazadas por contener principalmente sesquiterpenos. El índice de refracción de las muestras rechazadas, puede ser necesario.

La manufactura de estos productos requiere que el operador esté bien informado de la composición química, especialmente de los rangos de ebullición de los terpenos, sesquiterpenos y compuestos oxigenados que se encuentran en el aceite natural a concentrar. El rango

de ebullición de los terpenos varía en muchos casos de 150°C a 180°C a presión atmosférica; de los sesquiterpenos de 240°C a 280°C. Los puntos de ebullición de muchos compuestos oxigenados (alcoholes terpénicos, aldehídos, ésteres, etc.) se encuentran entre los puntos de ebullición de los terpenos y sesquiterpenos. Los fenoles, ésteres-fenol, y unos pocos aldehídos aromáticos son una excepción, al igual que los sesquiterpenos, alcoholes, ésteres, etc.; el rango de sus puntos de ebullición se encuentran dentro o encima del de los sesquiterpenos.

Se debe tener en cuenta que los terpenos no pueden ser removidos cuantitativamente del aceite natural por una mera destilación fraccionada, en verdad, las mas grandes desventajas de la destilación fraccionada se encuentran en la separación incompleta de los constituyentes, especialmente si sus puntos de ebullición están muy cerca. (Güenther)<sup>14</sup>

#### 4.1.3. DESTERPENACION POR PROCESOS COMBINADOS

La manufactura común es destilar primero los terpenos, y después extraer el aceite desterpenado con alcohol diluido u otros solventes, en donde los sesquiterpenos y ceras son eliminados; o los

sesquiterpenos y ceras pueden ser removidos por posterior fraccionamiento de los aceites desterpenados. El aceite desterpenado y desesquiterpenado resultante representa la mayor concentración posible que se puede obtener del aceite esencial natural.

Otra de las formas de realizar una desterpenación combinada es a partir del uso de solventes que disuelvan los terpenos y sesquiterpenos selectivamente. Después de la separación de las dos fases los solventes son removidos por destilación, para lo cual sólo se necesitan bajas temperaturas. Esto de acuerdo a los inventores, es la principal ventaja de este método, al lado del hecho que se obtienen aceites desterpenados de alto grado rendimiento cuantitativo. (Güenther)<sup>14</sup>

#### **4.1.4. DESTERPENACION POR ARRASTRE DE VAPOR**

Este método consiste en la rectificación y fraccionamiento de los aceites esenciales con vapor de agua. La destilación por arrastre de vapor también puede ser llamada "hidrodestilación", que es el término general empleado tanto para la destilación realizada hirviendo al material de la planta o el aceite esencial con agua, creando el vapor necesario dentro de la



columna o introduciendo el vapor vivo generado en un hervidor de vapor separado del sistema.

Un sistema de agua y aceite esencial forman un líquido de dos fases. En la destilación de aceites volátiles con vapor o agua hirviendo, la presión en el sistema se mantiene constante, ya sea por conectar el espacio de vapor con la atmósfera o por controles adecuados para mantener la presión reducida o elevada. Consideraremos una destilación a presión atmosférica. Si se calienta agua pura en un alambique, empezará a hervir (o en otras palabras su presión de vapor será igual a la atmosférica), cuando su temperatura ha alcanzado 100°C. Supongamos que un aceite insoluble en agua es introducido a un alambique con agua, cuando la suma de las presiones de vapor, tanto del agua como la del aceite esencial, sea igual a una atmósfera, la muestra comenzará a hervir y la temperatura será menor que la temperatura de ebullición de los compuestos por separado. Esto es una gran ventaja cuando se desea que la destilación ocurra a bajas temperaturas.

Este proceso es mas gentil que la destilación seca y deja los sesquiterpenos de alto punto de ebullición y ceras como residuos en el balón de destilación. (Güenther)<sup>14</sup>

#### 4.1.5. DESTERPENACION CROMATOGRAFICA

El método de la columna cromatográfica tiene ventajas con respecto a la simplicidad del equipo, de la operación y la completa separación de terpenos y de los constituyentes oxigenados en los aceites desterpenados con la ayuda de adsorbente.

Los factores principales que gobiernan la eficiencia de separación en los procesos cromatográficos se explican a continuación.

Será necesario seleccionar un tipo de adsorbente, de tal modo, que no se desarrollen transformaciones químicas.

Debido a que un relleno estrecho da mejores resultados es necesario utilizar un tamaño moderado.

Es importante considerar la actividad del adsorbente, ya que mientras más fuerte sea la actividad, la capacidad de adsorción será mayor, particularmente para las fracciones oxigenadas (desterpenadas).

Altas proporciones de adsorbente a aceite aseguran una completa separación de terpenos de la fracción desterpenada pero al mismo tiempo la operación se torna anti-económica.

El relleno seco de una columna, es preferida al relleno convencional con solventes no polares, por diferentes razones:

- economía
- eficiencia de separación
- conveniencia
- tiempo de operación menor

Aunque longitudes grandes de columnas de adsorbentes son idóneas, para trabajar con razones bajas de adsorbente y un costo más bajo, una razón de elución más lenta de columnas más altas serían indeseables. el porcentaje de producción de fracciones destiladas disminuye cuando el diámetro de la columna se incrementa. Además el tiempo elución disminuye con el incremento del diámetro de la columna usada.

El costo de la destilación depende de la cantidad de solvente requerido para la elución y si pueden ser económicamente recuperados. (Castro)<sup>28</sup>

#### **4.2. SELECCION DEL METODO A EMPLEAR**

Para determinar el método a emplear se hará una breve discusión de cada uno de los métodos presentados anteriormente.

### **Desterpenación por Disolución Selectiva**

La desterpenación y desesquiterpenación directa por disolución selectiva tiene la desventaja de ser muy costosa, debido al gran volumen de solvente empleado. Además, tiende a la formación de emulsiones.

### **Desterpenación por procesos combinados**

Al igual que la Desterpenación por Disolución Selectiva, el Cineol deberá ser separado por cantidades de solvente bastante grandes, el cual aún debe ser rectificado por destilación, lo que incrementará aún mas sus costos.

### **Desterpenación por arrastre de vapor**

Este método tiene la desventaja inherente que comparada con el de destilación lleva mucho mas tiempo, especialmente en el caso de aceites conteniendo un alto porcentaje de compuestos de temperatura alta de ebullición. Además de disolverse ciertos constituyentes del aceite en el agua de destilación.

### **Desterpenación Cromatográfica**

La desventaja de este método son los altos costos operativos.

### **Desterpenación por destilación fraccionada**

Después de descartar los métodos anteriores debido a las desventajas mencionadas, se optó por realizar la destesterpenación por destilación fraccionada, ya que el aceite esencial de Eucalipto es utilizado principalmente como saborizante y como componente de productos medicinales, lo cual limita el uso de compuestos ajenos al aceite.(Solventes). También a nivel industrial es práctica común rectificar estos aceites esenciales por medio de una columna de destilación que son equipadas con platos perforados aunque mas frecuentemente con anillos Raschig o bolas. Las columnas empacadas con anillos o bolas, tienen ventaja sobre las columnas equipadas con platos ya que la retención del líquido condensado en el empaque ejerce menor presión sobre el vapor ascendente.(Güenther)<sup>14</sup>.

En la destilación de mezclas de una sola fase, se debe tener en cuenta que cambiar la presión en el destilador tiene sólo un menor efecto sobre la operación global. Ya que en la destilación del aceite esencial la principal razón de operar a otras presiones que la atmosférica es para bajar la temperatura de destilación, la presión variará usualmente entre la atmosférica y alguna menor

Los aceites esenciales no son sustancias químicamente puras pero consisten de varios compuestos

(frecuentemente muchos) poseyendo diferentes propiedades químicas y físicas. Los puntos de ebullición de los compuestos volátiles en muchos casos están dentro del rango de 150°C a 300°C a 760 mm Hg de presión. De acuerdo a la preponderancia de los constituyentes de alto o bajo punto de ebullición, nosotros hablamos de un aceite de "alto punto de ebullición" o "bajo punto de ebullición". En el caso del aceite de Eucalipto el principal constituyente es el Cineol cuyo punto de ebullición es 176°C, por lo tanto se puede decir que es un aceite de "bajo punto de ebullición". (Güenther)<sup>14</sup>

#### 4.3. DESARROLLO EXPERIMENTAL A NIVEL LABORATORIO

El desarrollo experimental del presente trabajo se llevó a cabo de acuerdo al método seleccionado en el ítem 4.2. Para la desterpenación del aceite esencial de Eucalipto y la obtención del Cineol dentro de las especificaciones requeridas comercialmente, fue necesario dividir todo el proceso en dos etapas de destilación. Para esto se consideraron dos sistemas binarios, el primer sistema está constituido por "Terpenos" y por Cineol; y el segundo por Cineol y "Pesados". Hemos empleado el término "Terpenos" para

designar a la mezcla de todos los compuestos livianos (aldehídos volátiles y terpenos) representados principalmente por los pinenos (aproximadamente el 90% de los "Terpenos"); y el término "Pesados" para designar a la mezcla de compuestos de peso molecular elevados (aldehídos aromáticos, alcoholes, sesquiterpenos, etc.).

En la primera etapa se procedió a eliminar la mayor cantidad de "Terpenos" y en la segunda la obtención de la mayor cantidad posible de "Cineol" para lo cual se siguió la siguiente metodología:

- Análisis de la materia prima
- Preparación de una curva de distribución
- Determinación del número de etapas teóricas
- Verificación de las curvas de distribución
- Determinación de la razón de hervido óptima
- Destilación óptima a composición constante

Esto nos llevará a determinar las condiciones de operación para rectificar el aceite esencial de Eucalipto en un sistema continuo de destilación.

A continuación se dará una explicación de cada etapa experimental incluyendo datos, resultados y las observaciones respectivas.

#### 4.3.1. ANALISIS DE LA MATERIA PRIMA

La materia prima facilitada por H. Villar y Cía. fue obtenida a partir de una destilación por arrastre de vapor de las hojas de Eucalipto *Glóbulus Labillardiere* provenientes del norte del Perú, con un rendimiento en la extracción del mismo de un 0.8%

A fin de conocer las condiciones iniciales en las que se encontraba el aceite crudo con el que se realizaron todas las pruebas experimentales fue necesario analizarlo.

En la Tabla 4.1. se presentan los resultados obtenidos después de realizar los análisis organolépticos, fisicoquímicos y por cromatografía de gases.

De acuerdo a estos resultados podemos observar que partimos de una muestra con una densidad de  $0.9102 \text{ g/cm}^3$  e índice de refracción 1.4640 encontrándose éstos dentro del rango especificado por ITINTEC.

También podemos observar los resultados de la desviación polarimétrica con un valor de  $9^{\circ}10'$ , encontrándose éste en el límite superior del rango permitido, se tiene también que la solubilidad en alcohol es relativamente baja ya que se necesitan 11.6 volúmenes de alcohol por cada volumen de aceite en comparación a los 5 volúmenes de alcohol que se



Tabla 4.1.

ANALISIS DE LA MATERIA PRIMA

Gravedad específica (25°C)	0.9127
Índice de refracción (20°C)	1.4640
Desviación Polarimétrica (20°C)	9° 10'
Solubilidad en alcohol (70%)	11.6
Concentración (% Peso)	64.50%
Color	Amarillo brillante
Olor	Alcanforado penetrante

permiten como máximo. En ambos casos estos resultados nos indican la presencia de compuestos terpénicos.

Por cromatografía de gases se halló una composición promedio de 64.5 % en peso de Cineol, 20.0 % de "Terpenos" y 15.5 % de "Pesados".

A continuación se presenta el procedimiento a seguir de las pruebas realizadas y un ejemplo de cálculo.

#### **4.3.1.1. ANALISIS ORGANOLEPTICOS**

Para llevar a cabo este tipo de análisis se tomaron una ó dos gotas de aceite, se colocaron cerca del extremo de una tira de papel secante (de 10 cm de largo por 1 ó 2 cm. de ancho), que no tenga olor. En otra tira se coloca una cantidad igual de aceite patrón y las dos se colocan juntas en ángulo recto sujetos con una grapa para ser comparadas.

Luego de proceder de esta manera se obtuvo un olor penetrante alcanforado para el aceite esencial crudo.

#### 4.3.1.2. ANALISIS FISICOQUIMICOS

##### Densidad Relativa

Aparatos usados:

-Balanza analítica, con una precisión de 0.5 mg, marca SAUTER

-Picnómetro de 10.00 cm<sup>3</sup>.

Densidad del agua a 20°C	:0.99718 g/cm <sup>3</sup>
Volumen del picnómetro	:10.00 cm <sup>3</sup>
Peso del picnómetro vacío	:18.44245 g
Peso del picnómetro lleno	:27.54410 g
Temperatura	:20°C

$$\text{Densidad} = (27.54410 - 18.44245) / 10$$

$$\text{Densidad} = 0.910165 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Densidad relativa} = 0.910165 / 0.99718$$

$$\text{Densidad relativa} = 0.912738$$

##### Viscosidad Dinámica

Se empleó el viscosímetro Ostwald, con un factor de forma de 0.2153, con el que obtuvimos la viscosidad cinemática de la materia prima.

Tiempos	:14.56", 14.72", 14.60
---------	------------------------

Tiempo promedio :14.6266"  
 Densidad :0.910165 g/cm<sup>3</sup>

Viscosidad =  $14.6266 \times 0.2153 \times 0.910165$

**Viscosidad = 2.8662 centipoises**

### Indice de refracción

Aparatos usados:

- Un refractómetro W.H. CURTIN & CO.
- Dispositivo regulador de temperatura, que mantiene al aparato a una temperatura constante
- Fuente luminosa: Luz de sodio (longitud de onda 589.3 nm).

Para hacer la lectura, se verifica que la temperatura a la cual se efectúan las mediciones, no difiera mas de 2°C de la temperatura de referencia y que se mantenga constante a  $\pm 0.2^\circ\text{C}$  durante la operación.

Se lleva el aceite esencial a una temperatura aproximadamente igual a aquella en que se debe hacer la medición y se coloca en el dispositivo del aparato.

Se espera a que la temperatura se estabilice y se efectúa entonces la lectura.

Temperatura :20°C

**Indice de refracción** :1.4640

### **Desviación Polarimétrica**

Aparatos usados:

Polarímetro CARL ZEISS 116043

Longitud de la celda :1 dm

Se enciende el dispositivo de iluminación y se espera hasta obtener una buena luminosidad. Se regula el polarímetro con un tubo de observación vacío.

Se llena el tubo de observación con el aceite esencial que previamente debe haberse llevado a una temperatura de  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  ó a otra temperatura especificada.

Se debe asegurar que el tubo también esté a la misma temperatura del aceite esencial.

Se verifica que no haya dentro del tubo ninguna burbuja de aire.

Se coloca el tubo en el polarímetro y se mide la rotación polarimétrica dextrógira o levógira del aceite esencial.

Se efectúan varias mediciones y se asegura que los resultados de tres muestras no difieran entre ellas en mas de 5 minutos. Se calcula el promedio de estos tres resultados.

Lecturas del ángulo	8.4°, 8.35°, 8.4°, 8.35°, 8.25°
<b>Angulo promedio</b>	<b>8.35°</b>

### **Solubilidad en alcohol**

Aparatos usados:

- Bureta de 50 cm<sup>3</sup> graduada cada 0.1 cm<sup>3</sup>.
- Probeta de 25 cm<sup>3</sup> graduada cada 0.1 cm<sup>3</sup>.
- Pipeta volumétrica de 1 cm<sup>3</sup>.

Reactivo usado:

- Etanol al 70% en volumen.

Se coloca dentro de una probeta 1 cm<sup>3</sup> de aceite esencial medido con una pipeta.

Se coloca la probeta y su contenido en el baño de temperatura constante mantenido a 20°C ± 0.5°C.

Usando la bureta, se añade la solución diluída de etanol de concentración conocida, el cual se debe haber llevado previamente a una temperatura de 20°C ± 0.5°C, en incrementos de 0.1 cm<sup>3</sup> hasta que el aceite se disuelva completamente, agitando frecuentemente y vigorosamente durante la adición de solvente. Cuando la solución sea perfectamente clara, se anota el volumen de la solución de etanol añadido.

Se continúa añadiendo el solvente en incrementos de 0.5 cm<sup>3</sup> hasta llegar a 20 cm<sup>3</sup> y se sigue agitando después de cada adición. Si la solución se pone turbia

u opalescente antes de haber agregado un volumen total de 20 cm<sup>3</sup> de etanol, se anota el volumen en el momento en que aparece la turbidez u opalescencia, y eventualmente el volumen en el cual desaparece.

Volumen del aceite	:1.00 cm <sup>3</sup>
Volumen inicial de alcohol	:22.00 cm <sup>3</sup>
Volumen final	:33.6 cm <sup>3</sup>

**Solubilidad en alcohol=11.6 volúmenes**

#### **4.3.1.3. CROMATOGRAFIA DE GASES**

Por este análisis se determinaron la concentración del aceite crudo y de las demás muestras obtenidas. Para el desarrollo de éste método previamente se debe saber la relación que existe entre las áreas que se obtienen en los cromatogramas y las composiciones de Cineol que representan dichas áreas, a la vez que se conoce la forma del pico de Cineol

Equipo: Cromatógrafo de Gases Hewlett-Packard

Temperatura Inicial : 75°C

Temperatura Final para livianos: 105°C

Temperatura Final para pesados : 175°C

### **Obtención de la curva de calibración del Cineol**

Para averiguar si el Cineol cumplía con la linealidad para la determinación de la concentración de las muestras obtenidas en cada una de las experiencias por análisis de cromatografía de gases, se procedió a preparar diferentes concentraciones de Cineol a partir de diluciones conocidas de una muestra patrón con Metanol p.a.

Luego estas muestras fueron inyectadas al cromatógrafo dando como resultado una área determinada para cada concentración de Cineol. Se correlacionaron los porcentajes de Cineol con su respectiva área obteniéndose la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Cineol} = 1.3659\text{E}-8 * (\text{área}) + 0.02666515915$$

con coeficiente de correlación de 0.99964, lo que nos permite afirmar que si cumple con la linealidad.

Los datos se muestran en la Tabla 4.2. y en la Fig. 4.1.

### **Composición química**

La composición química se determinó por Cromatografía de gases. Se diluyó con metanol p.a. una

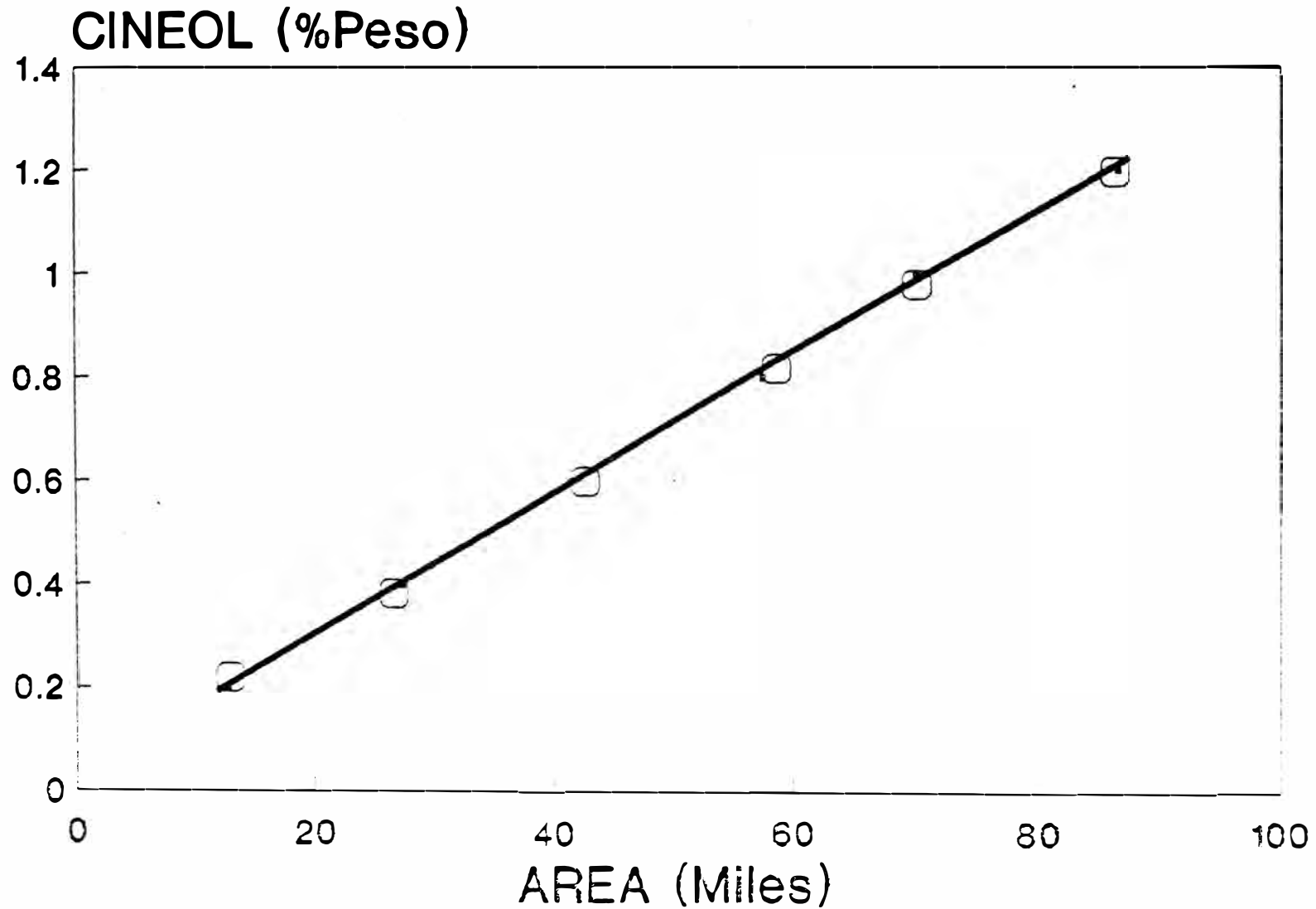


TABLE 4.2.

LINEARIDAD DEL CINEOL

% CINEOL	AREA
0.19983	12788752
0.39993	27390176
0.59974	41508736
0.79989	57581120
1.00048	70144896
1.20054	86398464

# FIG.4.1 LINEARIDAD DEL CINEOL



muestra de aceite esencial de Eucalipto crudo, aproximadamente al 1%:

Peso frasco vacío :36.81530 g

Peso frasco con muestra :36.99885 g

Peso de frasco+muestra+alcohol :55.18300 g

$$\text{Porcentaje de dilución} = \frac{(36.99885 - 36.81530)}{(55.18300 - 36.81530)} * 100$$

$$\text{Porcentaje de dilución} = 0.99931 \%$$

Luego de diluir la muestra se analiza por cromatografía de gases obteniendo una área de 45532960, con esta área se va a la Fig 4.1. y se lee la concentración de la muestra diluída.

$$\text{Concentración diluída} = 0.6440955 \%$$

$$\text{Concentración real} = (0.644955/0.99931)*100$$

$$\text{Concentración de Cineol} = 64.54 \%$$

Luego de determinada la concentración de Cineol, se suman las áreas de todos los picos que salen antes del Cineol al que hemos llamado "Terpenos" (14109996) y las áreas de los picos que salen después del Cineol al que hemos llamado "Pesados" (10907027), para luego determinar sus concentraciones por reparto

proporcional. Se tendrá que repartir el 35.46% restante (100-%Cineol) entre "Terpenos" y "Pesados".

Suma de áreas sin área de Cineol= 14109996+10907027

Suma de áreas sin área de Cineol= 25017023

Concentración de "Terpenos"=  $(14109996/25017023)*35.46$

**Concentración de "Terpenos"= 20.00%**

Concentración de "Pesados"=  $(10907027/25017023)*35.46$

**Concentración de "Pesados"=15.46%**

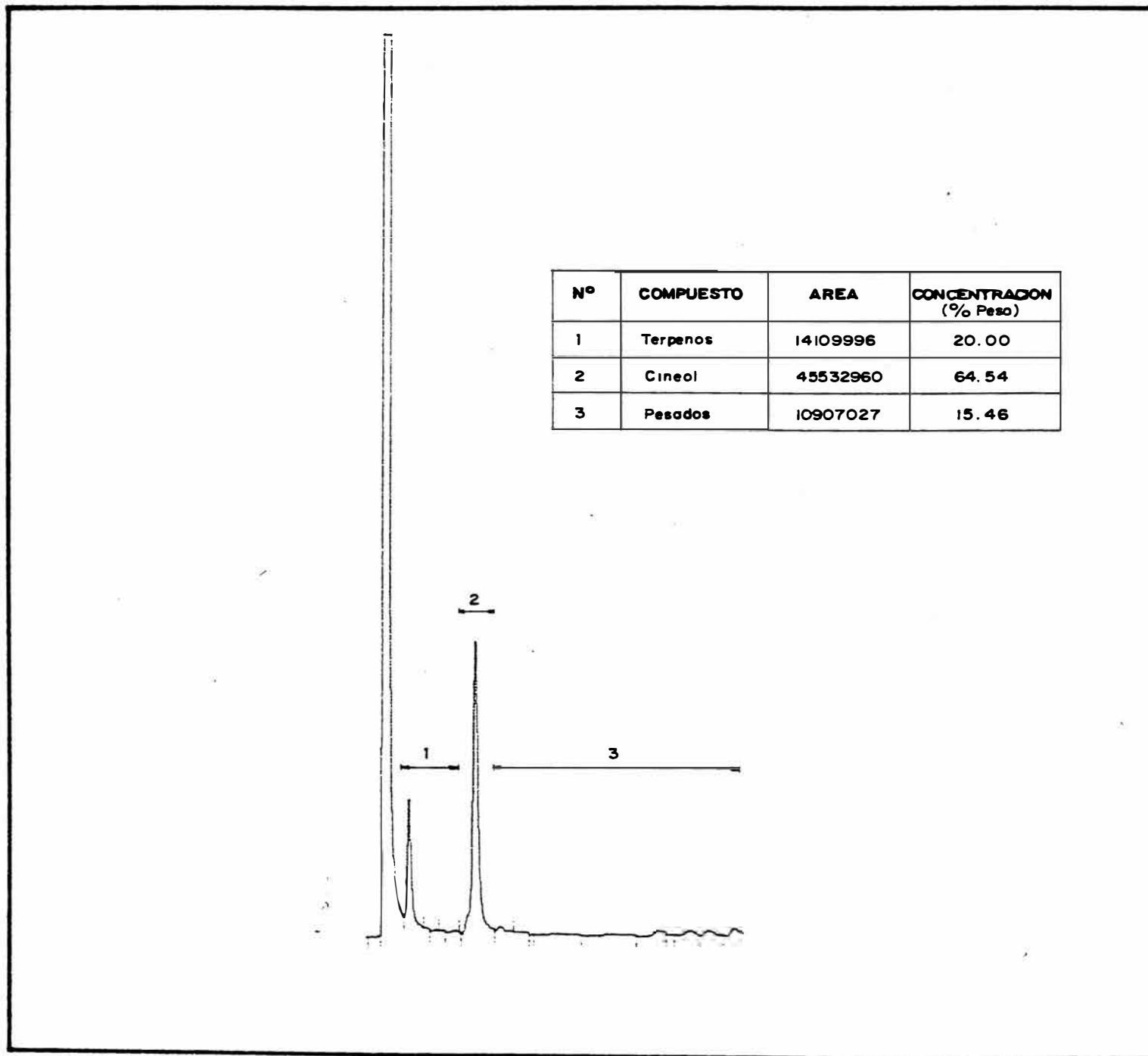
Siguiendo este procedimiento se obtuvieron todas las composiciones presentadas en este trabajo. En la Fig. 4.2. se muestra el cromatograma junto con las composiciones obtenidas.

#### 4.3.2. PREPARACION DE LA CURVA DE DISTRIBUCION

Las relaciones de equilibrio vapor-líquido (al igual que otras relaciones de equilibrio de interfase) son necesarias para resolver muchos problemas de ingeniería. Los datos requeridos para estas relaciones se miden a menudo en forma experimental.

El objetivo de esta experiencia radica en la determinación de la relación de equilibrio entre la fase líquida y la fase vapor de los principales

Fig.4. 2. CROMATOGRAMA DE ACEITE ESENCIAL CRUDO



compuestos del aceite esencial de Eucalipto. Con estas curvas se podrán determinar el número de etapas teóricas, los programas de las destilaciones a reflujos variables de las posteriores pruebas experimentales, y los cálculos de diseño.

Se determinaron dos curvas de distribución: una que considera la distribución de "Terpenos" en las fases líquido-vapor en una mezcla de Cineol-"Terpenos"; y la otra considera la distribución de Cineol en el aceite esencial de Eucalipto. Estas dos curvas serán usadas en la destilación de "Terpenos" y en la destilación de Cineol respectivamente.

Para la obtención experimental de dichas curvas de distribución se empleó el equipo de destilación Othmer que se detalla a continuación.

#### **4.3.2.1. DESCRIPCION DEL DESTILADOR OTHMER**

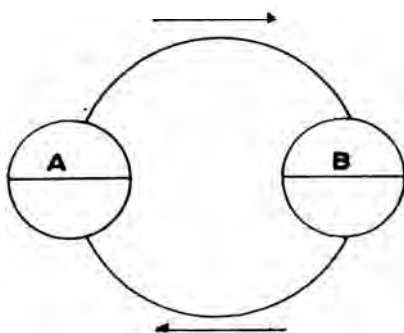
Para el diseño de columnas de destilación a nivel industrial y para determinar las condiciones de operación óptimas de la columna, es necesario tener información cuantitativa sobre el equilibrio líquido-vapor en sistemas cuyos componentes van a ser separados. Los métodos para la determinación directa de

los datos de equilibrio líquido-vapor pueden ser clasificados dentro de los siguientes :

- a) Método de circulación
- b) Método estático
- c) Método del punto de burbuja y de rocío
- d) Método del flujo.

De estos métodos el más usado es el "método de circulación". Es conveniente usarlo en la región de presiones medias y bajas.

Todos los recipientes para equilibrio con circulación simple están basados en un principio común que es mostrado esquemáticamente en la Fig. 4.3, a pesar que difieren considerablemente en los detalles de diseño.



**Fig. 4.3. Diagrama esquemático de la destilación circulante.**

El vapor producido a partir de la mezcla del balón de destilación A ( $\rightarrow$ ) pasa a través del conductor de

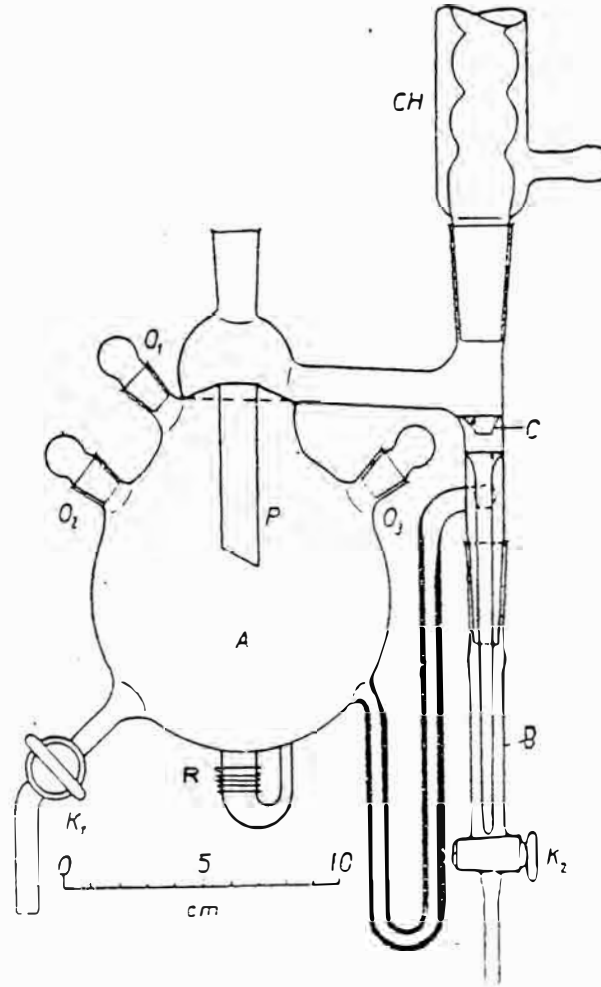
vapor y después de haber sido totalmente condensado, se le almacena en un colector B. Después que el colector ha sido llenado, el condensado retorna al balón A a través del conducto líquido ( $\leftarrow$ ) que usualmente está provisto de un sifón o una válvula (ver Fig. 4.4.), para prevenir que el líquido del balón refluje hacia el colector. Si empezamos la destilación con el colector B vacío, tenemos que al ir llenándose éste, el condensado colectado es más rico en el componente más volátil que el vapor producido a partir de la mezcla que se encuentra en el balón de destilación. A medida que la destilación prosigue, el contenido del balón se vuelve cada vez más rico en el componente más volátil, ocurriendo lo contrario en el colector. Este proceso continúa hasta que se alcanza el estado estacionario en el cual las composiciones de los dos recipientes ya no varían con el tiempo. Ambas composiciones son determinadas analíticamente. El tiempo que se debe esperar para tener la certeza que ya se llegó al equilibrio es de siete veces el tiempo que demora en llenar el colector. El desarrollo analítico para probar ésto se encuentra en el Apéndice A.5.

El primer destilador envolviendo la circulación de la fase vapor fue propuesto por Jamaguchi y Sameshina, pero el primero en funcionar satisfactoriamente fue construido por Othmer. El destilador Othmer puede ser usado a presiones desde varios milibars hasta presiones



Fig. 4. 4.

DESTILADOR OTHMER



- A** MATRAZ DE EBULLICION
- B** RECEPTOR
- CH** CONDENSADOR
- C** CONTADOR DE GOTAS
- P** TUBO DE VAPOR
- K<sub>1</sub>, K<sub>2</sub>** LLAVES DE CIERRE
- O<sub>1</sub>** CUELLO DE LLENADO
- O<sub>2</sub>, O<sub>3</sub>** CUELLOS PARA CALENTAMIENTO INTERNO
- R** RESISTENCIA PARA CALENTAMIENTO INTERNO.

relativamente altas. En la Fig. 4.4. se muestra el esquema del equipo. (International Symposium)<sup>20</sup>.

#### 4.3.2.2. CURVA DE DISTRIBUCION DE TERPENOS

En esta etapa se determinó la curva de distribución de "Terpenos" en un rango de temperaturas de 160°C a 168°C, para lo cual se hicieron dos corridas experimentales procediéndose de la siguiente manera.

Se cargó el balón de destilación Othmer (con una capacidad de 800 cm<sup>3</sup>) con 300 cm<sup>3</sup> de los productos livianos obtenidos luego de una rectificación del aceite esencial de Eucalipto crudo. Luego se calentó con una resistencia eléctrica colocada en la parte inferior del Othmer, unida a un reóstato regulado para suministrar un flujo de calor de 216.68 Kcal/hr debido a que a un valor más alto se puede producir espuma. Para evitar este problema se puede agregar pequeñas cantidades de vidrio.

El colector, con un volumen de 18.5 cm<sup>3</sup>, tardó en llenarse por primera vez un tiempo promedio de 1.5 min. Cada siete veces este tiempo se tomaron muestras de 18 y 10 cm<sup>3</sup> tanto del colector como del balón de destilación respectivamente (fase vapor y fase líquida en equilibrio), a la vez que se tomaban las lecturas de

temperatura hasta obtener varios puntos en equilibrio. Los datos obtenidos en la corrida I y II se muestran en las Tablas 4.3.1 y 4.3.2. respectivamente.

Luego se determinó el contenido de Cineol por Cromatografía de Gases y se calcularon las composiciones de los otros componentes de acuerdo al método explicado en el Cap. 4.3.1.3. Los resultados para la corrida I y II se muestran en la Tabla 4.4. y la curva de distribución de "Terpenos" se puede apreciar en la Fig. 4.5.

De los resultados obtenidos no es posible trazar una línea curva debido a los pocos datos con los que se cuenta, por lo que se correlacionó recta en el rango de concentraciones en que se trabajó (X que va desde 32.04 hasta 44.13 e Y que va desde 31.08 a 54.63% en peso de "Terpenos") obteniéndose de esta manera menor error.

En la Fig. 4.6. se aprecia el comportamiento de los "Térpenos" en ambas corridas con respecto a la temperatura, donde se puede observar que la composición tanto del líquido como del vapor disminuyen a medida que la temperatura aumenta para un rango de temperaturas de 160°C a 168°C. Este aumento de temperatura sucede debido a que la fase líquida cada vez es más pobre en los componentes livianos y empiezan a evaporarse los componentes de mayor punto de ebullición (Cineol).

TABLA 4.3.1.

CURVA DE DISTRIBUCION DE TERPENOS

CORRIDA I

Volumen inicial de aceite	300.0 ml
Volumen del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del balón	10.0 ml
Calor suministrado	216.88 Kcal/hr

Nº MUESTRA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO DE LLENADO DEL COLECTOR (min)	TIEMPO PARA ALCANZAR EL EQUILIBRIO (min)
1	151-160	1.20	8.30
2	160-160.5	1.50	10.50
3	160.5-162	2.04	14.28
4	162-163	1.17	8.59
5	163-163.5	1.13	8.31
6	163.5-164	1.15	8.45
7	164-165	1.31	10.70
8	165-166	1.12	8.24
9	166-167	1.12	8.24
10	167-168	1.08	8.56

TABLA 4.3.2.

CURVA DE DISTRIBUCION DE TERPENOS

CORRIDA II

Volumen inicial de aceite	300.0 ml
Volumen del colector	16.5 ml
Volumen de muestra del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del balón	10.0 ml
Calor suministrado	218.66 Kcal/hr

Nº MUESTRA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO DE LLENADO DEL COLECTOR (min)	TIEMPO PARA ALCANZAR EL EQUILIBRIO (min)
1	152-159.5	1.25	8.75
2	159.5-160.5	1.40	9.80
3	160.5-161.5	2.12	14.84
4	161.5-162	1.23	8.61
5	162-163.5	1.19	8.33
6	163.5-164	1.11	7.77
7	164-165	1.40	9.80
8	165-166.5	1.14	7.98
9	166.5-167	1.12	7.84
10	167-168.5	1.10	7.70

TABLA 4.4.

CURVA DE DISTRIBUCION DE TERPENOS

CORRIDA I			
NUMERO MUESTR	TEMPERA (°C)	LIQUIDO (%Peso)	VAPOR (%Peso)
1	160.0	44.13	54.63
2	160.5		
3	162.0	38.72	50.02
4	163.0		
5	163.5	37.23	48.78
6	164.0		
7	165.0	35.92	41.35
8	166.0		
9	167.0	34.62	41.19
10	168.0	32.04	31.08

CORRIDA II			
NUMERO MUESTR	TEMPER (°C)	LIQUIDO (%Peso)	VAPOR (%Peso)
1	159.5	43.21	55.01
2	160.5		
3	161.5	39.45	49.89
4	162.0		
5	163.5	36.89	49.31
6	164.0		
7	165.0	36.42	41.29
8	166.5		
9	167.0	34.85	40.84
10	168.5	31.58	30.53

FIG. 4.5. CURVA DE DISTR. TERPENOS  
CORRIDA I Y II

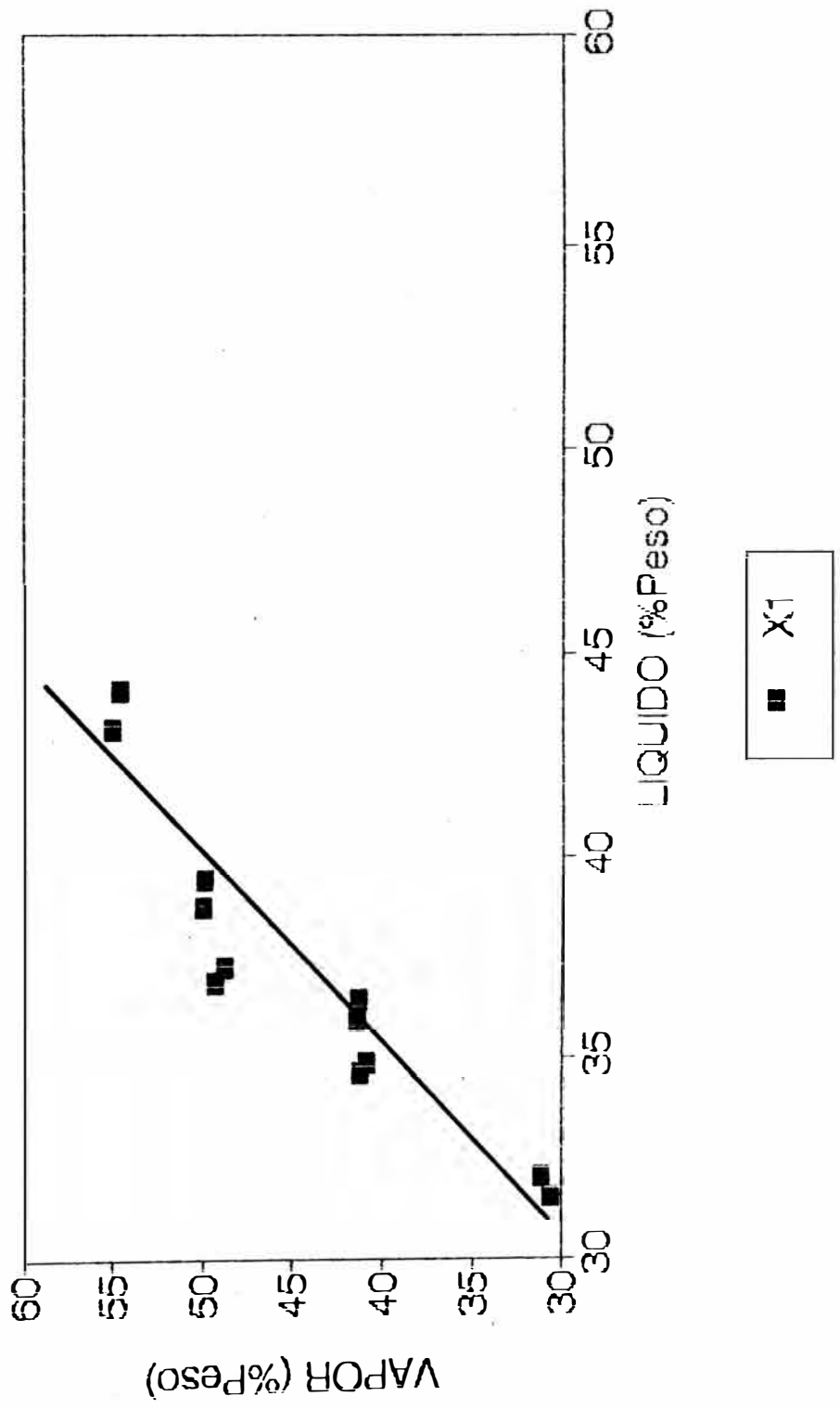
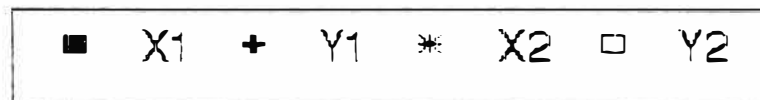
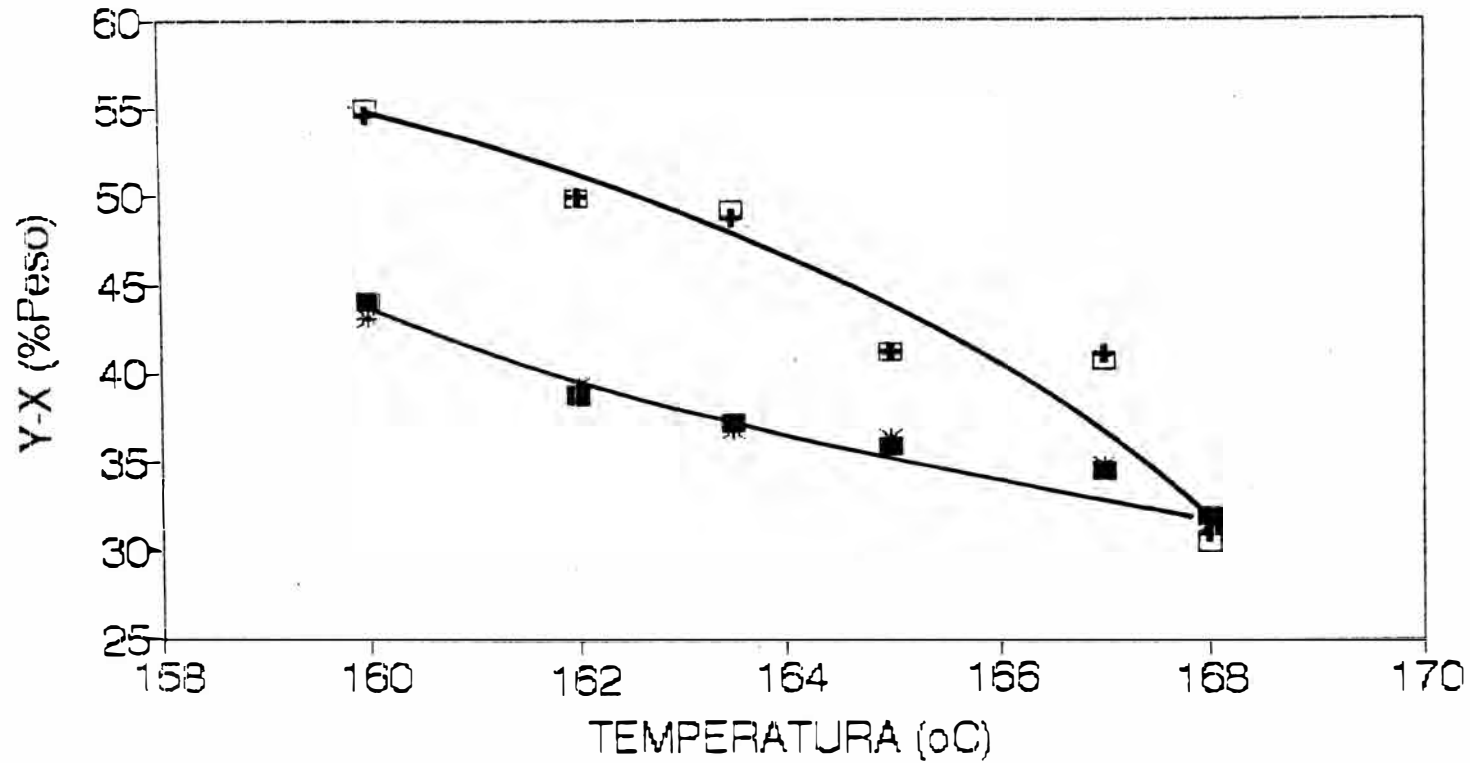


FIG.4.6. Y-X-Vs TEMP. (TERPENOS)  
CORRIDA I Y II





#### 4.3.2.3. CURVA DE DISTRIBUCION DE CINEOL

En esta etapa se determinó la curva de distribución de Cineol en un rango de temperaturas que va desde 169°C hasta 177.5°C, para lo cual se hicieron dos corridas experimentales procediéndose de manera similar a como se hizo en la determinación de la curva de distribución de "Terpenos", cargándose esta vez el balón de destilación Othmer con 500 cm<sup>3</sup> de aceite esencial de Eucalipto crudo. En este caso el colector tardó en llenarse un tiempo promedio de 2.6 min. Los datos obtenidos en la corrida I y II se encuentran en las Tablas 4.5.1. y 4.5.2. respectivamente.

Luego se determinó el contenido de Cineol para la corrida I y II (ver Tabla 4.6.), datos con los que se graficó la curva de distribución del Cineol tal como se muestra en la Fig. 4.7.

De los resultados obtenidos no es posible afirmar una forma definida de la curva de distribución del Cineol, pero si podemos trazar una línea recta para el rango determinado, (X que va desde 57.01 hasta 65.79% e Y que va desde 66.29 hasta 73.65 % en peso de Cineol). En la Tabla 4.6. se observa que al inicio existe un ligero incremento en las concentraciones tanto de la fase vapor como de la fase líquida, ya que en la mezcla líquida existe aun una cantidad de terpenos los cuales al ser los primeros en evaporar, provocan un ligero

TABLA 4.5.1.

DATOS DE LA CURVA DE DISTRIBUCION DE CINEOL

CORRIDA I

Volumen inicial de aceite	500.0 ml
Volumen del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del balón	10.0 ml
Calor suministrado	218.88 Kcal/hr

Nº MUESTRA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO DE LLENADO DEL COLECTOR (min)	TIEMPO PARA ALCANZAR EL EQUILIBRIO (min)
1	141-169.5	8.77	48.00
2	169.5-171	3.55	25.00
3	171-171	2.75	19.00
4	171-171	2.42	18.00
5	171-171.5	2.58	18.00
6	171.5-172	3.30	23.00
7	172-172	2.82	20.00
8	172-173	4.72	33.00
9	173-173	3.00	21.00
10	173-174	4.03	32.00
11	174-174	5.32	38.00
12	174-175	5.55	39.00
13	175-176.5	3.65	26.00
14	176.5-177	6.17	44.00

TABLA 4.5.2.

DATOS DE LA CURVA DE DISTRIBUCION DE CINEOL

CORRIDA II

Volumen inicial de aceite	500.0 ml
Volumen del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del colector	18.5 ml
Volumen de muestra del balón	10.0 ml
Calor suministrada	218.88 Kcal/hr

Nº MUESTRA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO DE LLENADO DEL COLECTOR (min)	TIEMPO PARA ALCANZAR EL EQUILIBRIO (min)
1	136-169	6.86	48.00
2	169-170	2.65	19.00
3	170-170.5	2.33	17.00
4	170.5-171	2.40	17.00
5	171-171	2.25	16.00
6	171-172	2.97	21.00
7	172-172	2.00	15.00
8	172-172.5	2.83	20.00
9	172.5-173	3.00	21.00
10	173-173.5	2.22	16.00
11	173.5-174	2.88	20.00
12	174-175	2.80	16.00
13	175-176	3.25	23.00
14	176-177.5	4.00	28.00

TABLA 4.6.

CURVA DE DISTRIBUCION DE CINEOL

CORRIDA I				
T (°C)	LIQUIDO	(%Peso)	VAPOR	(%Peso)
169.50	L1	63.16	V1	69.91
171.00	L2	65.90	V2	71.27
171.00	L3	63.73	V3	73.65
171.00	L4	62.62	V4	73.01
171.50	L5	61.56	V5	72.28
172.00	L6	60.91	V6	71.15
172.00	L7	60.59	V7	69.14
173.00	L8	60.17	V8	68.88
173.00	L9	59.42	V9	68.62
174.00	L10	59.23	V10	68.23
174.00	L11	58.81	V11	67.79
175.00	L12	58.08	V12	67.32
176.50	L13	57.60	V13	66.52
177.00	L14	57.01	V14	66.29

CORRIDA II				
T (°C)	LIQUIDO	(%Peso)	VAPOR	(%Peso)
169.00	L1	63.67	V1	64.66
170.00	L2	65.08	V2	69.85
170.50	L3	63.68	V3	68.29
171.00	L4	62.72	V4	69.91
171.00	L5	65.84	V5	71.56
172.00	L6	68.15	V6	73.11
172.00	L7	63.48	V7	73.13
172.50	L8	64.99	V8	71.37
173.00	L9	60.39	V9	70.70
173.50	L10	59.93	V10	68.91
174.00	L11	60.82	V11	67.55
175.00	L12	58.03	V12	67.54
176.00	L13	59.01	V13	67.37
177.50	L14	56.27	V14	68.78

FIG. 4.7. CURVA DE DIST. DE CINEOL  
CORRIDA 1 Y 2

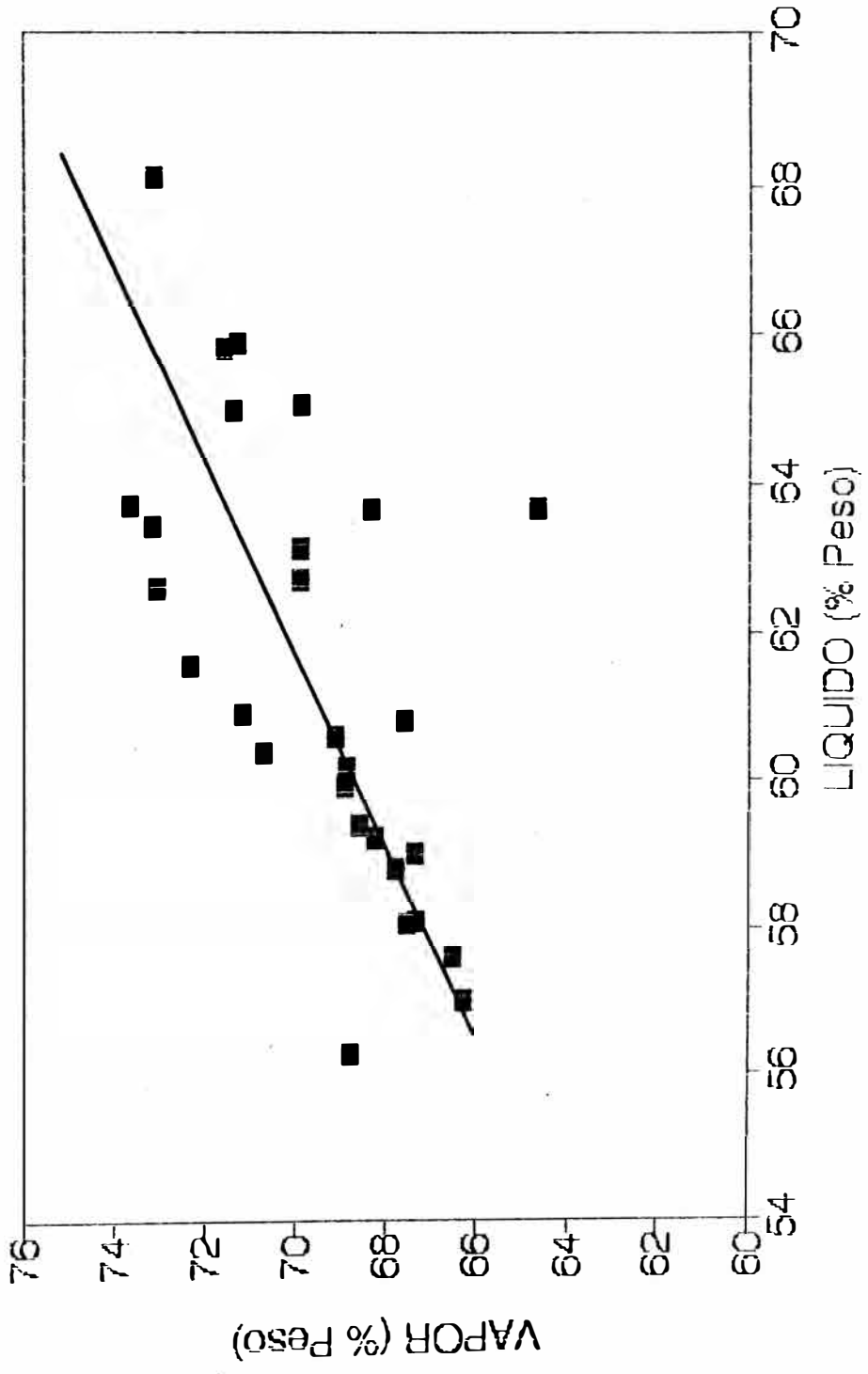
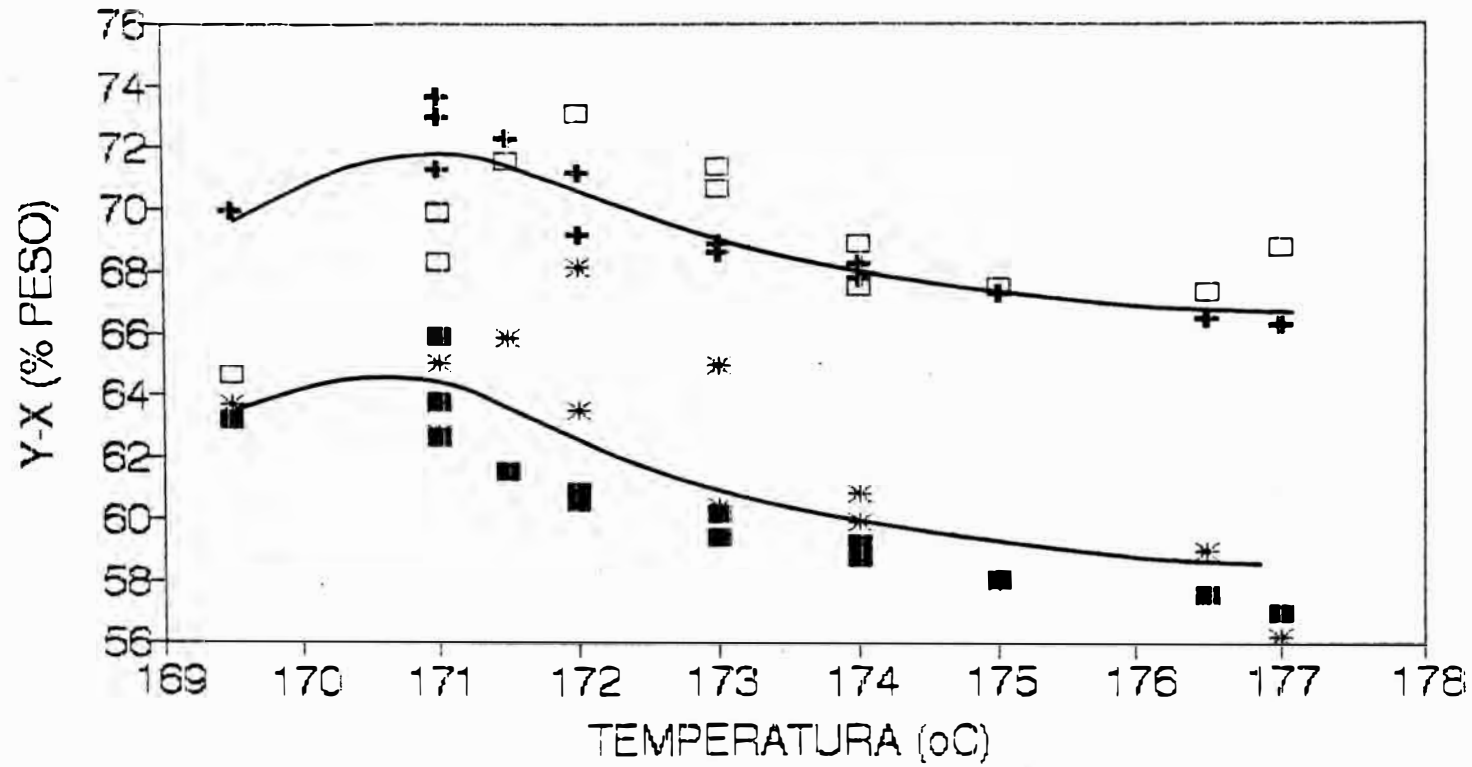


FIG. 4.8. Y-X VS TEMP. (CINEOL)  
CORRIDA 1 Y 2



■ X1 + Y1 \* X2 □ Y2

aumento en la concentración de la fase líquida y de la fase vapor. El segundo componente en evaporar es el Cineol y su concentración empieza a disminuir a partir de una temperatura de aproximadamente  $171^{\circ}\text{C}$ , lo que nos indica que gran parte de los "Terpenos" ya han sido destilados. Esta disminución se debe a que el vapor que es formado a expensas del líquido se va haciendo cada vez más pobre en Cineol a medida que procede la destilación.

En la Fig. 4.8. se aprecia el comportamiento de las composiciones del Cineol, tanto en el líquido como en el vapor, con respecto a la temperatura. De manera general se puede decir que a medida que la temperatura aumenta la composiciones en ambas fases disminuyen.

#### **4.3.3. DETERMINACION DE LA ALTURA EQUIVALENTE A UN PLATO TEORICO**

La presente experiencia tuvo como objetivo la determinación de la H.E.T.P. (Altura Equivalente a un Plato Teórico) en una columna de destilación Batch, parámetro que se mantendrá constante para el diseño posterior de un sistema de destilación continuo, para lo cual primero fue necesario obtener el número de

etapas teóricas y la altura del empaque de la columna del destilador Batch con el que se ha trabajado.

La H.E.T.P. debe ser una cantidad determinada experimentalmente y es característica de cada tipo de empaque.

El número de platos teóricos o etapas en el equilibrio en una columna o torre sólo depende de lo complicado de la separación que se va a llevar a cabo y sólo está determinado por el balance de materia y las consideraciones acerca del equilibrio.

Como se sabe, cuando la línea de operación se aleja de la curva de equilibrio, a medida que aumenta la relación de reflujo, el número de platos teóricos que se requieren para una separación dada, va disminuyendo hasta alcanzar la línea de  $45^\circ$  (reflujo total) donde el número de platos llega a ser el mínimo. (Treybal)<sup>22</sup>

Este concepto fue usado para la determinación del número de etapas teóricas.

A continuación se dará una descripción del equipo empleado en todas las pruebas de destilación y el procedimiento empleado para la determinación del número de etapas teóricas y la H.E.T.P.



#### 4.3.3.1. DESCRIPCION DEL DESTILADOR BATCH

El equipo con el que se realizaron todas las corridas experimentales, fue una columna de destilación fraccionada que presenta las siguientes especificaciones técnicas:

Hervidor-boiler de 2 lts. de capacidad con tres bocas, equipado con termómetro de vidrio de 300°C

Sistema de calentamiento eléctrico controlado por un reóstato.

Columna de destilación de vidrio de diámetro nominal de 75 mm. y una longitud de 700 mm., relleno con anillos Raschig de vidrio de 9.5 x 9.5 mm. y una altura de relleno de 620 mm.

Separador de reflujo de diámetro nominal de 75 mm., provisto de una válvula de vidrio en su interior que contiene un imán en la parte superior, el cual es accionado por un controlador magnético operado con dos relojes electrónicos, los que se encargan de regular la razón de reflujo.

Condensador tipo espiral con pared doble de vidrio, diámetro nominal 75 mm. con una área de transferencia de 0.01 m<sup>2</sup>.

Enfriador del destilado con pared doble de vidrio de diámetro nominal de 60 mm., con un área de transferencia de 0.02 m<sup>2</sup>.

Soporte metálico para el equipo principal y todos los accesorios de la unidad.

Espacio necesario de una área igual 0.6x0.6 m. y altura de 2.5 m.

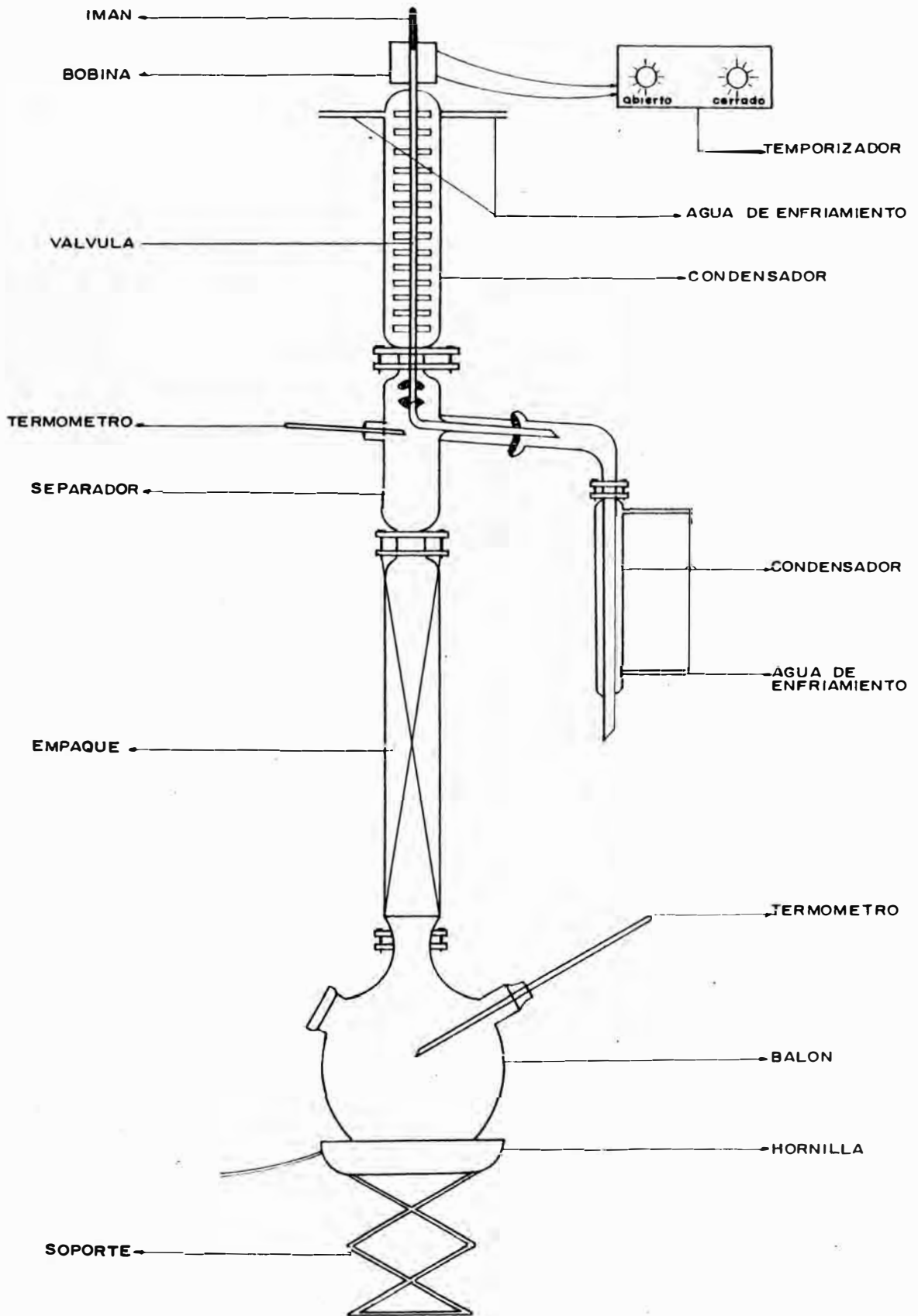
El fluido de enfriamiento es agua a temperatura ambiente.

En la Fig. 4.9. se puede apreciar el equipo completo tal como se trabajó en las corridas de destilación.

#### **4.3.3.2. OBTENCION DEL NUMERO DE ETAPAS TEORICAS Y DEL H.E.T.P.**

Se cargó el balón de destilación con 1.5 Lt. de aceite esencial de Eucalipto crudo tomándose una

**Fig. 4.9. COLUMNA DE DESTILACION BATCH**



muestra de éste para luego determinar su contenido de Cineol ( $X_{w0}$ )

Luego se destiló a reflujo total durante una hora (número de etapas mínimo), tiempo razonable para que el sistema alcance el equilibrio, al cabo del cual se abrió la válvula del destilado para tomar una muestra del producto de topes ( $X_{D1}$ ), para luego determinar su contenido de Cineol.

Se mantuvo la válvula totalmente abierta (reflujo cero) hasta obtener un volumen de 50 cm<sup>3</sup>, con la finalidad de hacer variar la concentración de fondos para una nueva determinación del número de etapas teóricas.

Luego se toma una nueva muestra de fondos para determinar su concentración de Cineol ( $X_{w1}$ ) y se procede de manera similar a lo detallado anteriormente, tomando una muestra de topes ( $X_{D2}$ ). Los datos y resultados de esta corrida se encuentran en la Tabla 4.7.

El número de etapas teóricas se determinó gráficamente a partir de la curva de distribución del Cineol procediendo de la siguiente manera: se fijaron la composición de topes ( $X_{D1} = 73.42\%$ ) y de fondos ( $X_{w0} = 60.29\%$ ) sobre el eje X (ver Fig. 4.10.), levantándose luego rectas perpendiculares sobre estos puntos hasta interceptar la línea de 45°. Luego se procede a trazar las etapas a partir de la intersección (punto D) hasta

TABLA 4.7.

DETERMINACION DEL NUMERO DE ETAPAS TEORICAS

Volumen inicial de aceite  
Calor suministrado

1.5 lt  
602.3 Kcal/hr

MUESTRA	CONCENTRACION
	%Peso
Xw0	60.29
Xd1	73.42
Xw1	59.50
Xd2	75.06

Flujos de agua de enfriamiento

VOLUMEN (ml)	TIEMPO (seg)
24.5	1.44
31.0	1.72
37.0	2.32

Temp. de entrada del agua  
Temp. de salida del agua

22.5°C  
27.5°C

interceptar la perpendicular  $X_{w0}$  obteniéndose 1.8 etapas teóricas. De la misma manera se procedió con  $X_{D2}$  y  $X_{w1}$  resultando 1.9 etapas teóricas. En base a estos resultados se aproximó a 2.0 el número de etapas teóricas.

La HETP se determinó experimentalmente en lugar de hacer uso de las fórmulas que se encuentran en la bibliografía debido a que de esta manera se arrastraría menos error.

Como se sabe (Treybal pag. 334)<sup>22</sup>:

Altura de empaque = HETP \* Número de etapas teóricas

De una manera aproximada se calculó la HETP despejándola de la ecuación anterior:

HETP = Altura de empaque / Número de etapas teóricas

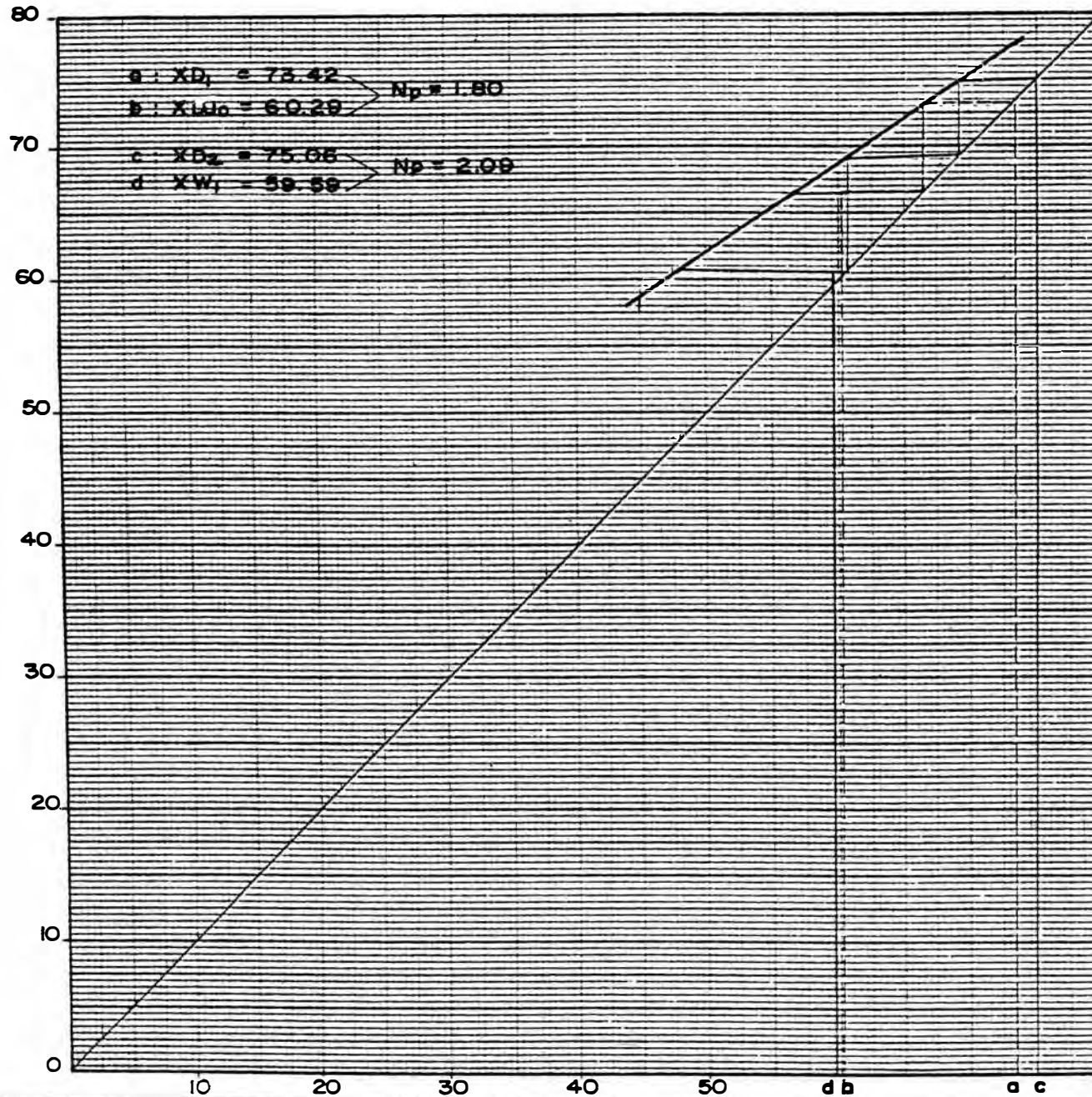
Altura de empaque = 62 cm

**Número de etapas teóricas = 2**

HETP = 62/2

**HETP = 31 cm.**

Fig. 4. 10. CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS TEORICOS



#### 4.3.4. VERIFICACION DE LAS CURVAS DE DISTRIBUCION

Después de haber hallado las curvas de distribución de "Terpenos" y "Cineol" (rectas), se decidió comprobar la veracidad de las mismas en el rango de composiciones hallado.

Para esta prueba se prepararon dos programas de destilación batch a composición constante (reflujo variable), el primero para destilar "Terpenos" y el segundo para la destilación de "Cineol", para lo cual se utilizó una ligera modificación de la ecuación de Bogart variando los reflujos cada cierto volumen y no cada cierto tiempo, como se obtendría en la ecuación original. A continuación tenemos la ecuación de Bogart y las modificaciones que va sufriendo dicha ecuación con la finalidad de adaptarla a los datos que se disponen y a una manera más práctica de realizar las mediciones en el laboratorio (es más fácil manipular volúmenes que tiempos).

Ecuación de Bogart:

$$t = (W_0 * (X_D - X_{w0}) / V) * \int_{X_{w1}}^{X_{w2}} \frac{dx}{(1 - L/V) * (X_D - X_w)^2}$$

donde:

$W_0$  = carga inicial en moles

$X_D$  = composición del destilado, fracción molar



$X_{wo}$  = composición de la carga inicial, fracción molar

$L/V$  = relación de reflujo

$X_{wz}$  = composición del residuo, fracción molar

$t$  = tiempo en horas

$V$  = caudal molar del vapor, moles/hr (ó razón de hervido que se considera constante)

Sabemos que  $L/V = (R/(R+1))$

$$\text{moles destiladas} = t \cdot V = \text{Vol} \cdot \delta_{AEEC} / M_{AEEC}$$

donde :

$\text{Vol}$  = Volumen destilado  $\text{cm}^3$

$\delta_{AEEC}$  = densidad del aceite esencial crudo

$M_{AEEC}$  = peso molecular del aceite esencial crudo

Para todos los cálculos se usaron las propiedades del aceite esencial de Eucalipto crudo, ya que los componentes tienen parecida densidad y parecido peso molecular, lo cual nos ayudará a simplificar los cálculos.

$M_{AEEC} = 151.08 \text{ gr/mol}$        $\delta_{AEEC} (25^\circ\text{C}) = 0.9092 \text{ gr/cm}^3$

$M_{CINEOL} = 154.24 \text{ gr/mol}$        $\delta_{CINEOL} (25^\circ\text{C}) = 0.9052 \text{ gr/cm}^3$

Reemplazando estos valores en la ecuación anterior tenemos:

$$t*V = W_0*(X_D - X_{W0}) * \int_{X_{W1}}^{X_{W2}} \frac{dx}{(1 - R/(R+1)) * (X_D - X_W)^2}$$

reordenando:

$$t*V = W_0*(X_D - X_{W0}) * \int_{X_{W1}}^{X_{W2}} \frac{(R+1)*dx}{(X_D - X_W)^2}$$

también se tiene que:

$$W_p = (V_0 * \delta_{AEEC} / M_{AEEC})$$

donde:

$V_0$  = volumen de la carga inicial en  $\text{cm}^3$ .

Reemplazando ésto en la última ecuación y simplificando tenemos:

$$V_{01} = V_0*(X_D - X_{W0}) * \int_{X_{W1}}^{X_{W2}} \frac{(R+1)*dx}{(X_D - X_W)^2}$$

En el siguiente ejemplo se muestra que el porcentaje en peso es similar al porcentaje molar, es decir, graficamente su diferencia apenas se percibe, y esta suposición ayudará mucho a simplificar los cálculos.

Porcentaje en peso de Cineol	75 %
Peso molecular de Cineol	154.24

Peso molecular del aceite crudo 151.08

$$\% \text{ molar} = (\% \text{ peso}/M)_{\text{cineol}} / (100/M_{\text{AEEC}}) * 100$$

$$\% \text{ molar} = (75.00/154.24) / (100/151.08) * 100$$

$$\% \text{ molar} = 73.04\%$$

Este porcentaje molar está bastante próximo al porcentaje en peso (75.00%)

Para darle solución a la integral anterior se trabajará con incrementos de X (DX) transformándose la ecuación a lo siguiente:

$$DV = V_0 * (X_D - X_{w0}) * \frac{(R+1) * DX}{(X_D - X_w)^2}$$

donde:

DV = volumen destilado entre la variación de composición DX

DX = diferencia entre X<sub>1</sub> y X<sub>2</sub>

Siendo ésta la ecuación que se utilizó para los cálculos de los programas de destilación en donde X<sub>D</sub>, X<sub>w1</sub>, X<sub>w2</sub> se encuentran en porcentaje en peso.

## Procedimiento de cálculo para el programa de destilación de "Terpenos"

Se hizo uso de la ecuación hallada anteriormente, partiendo de los siguientes datos iniciales:

$V_0$	:1000 cm <sup>3</sup>
$X_{w0}$	:0.3548
$X_D$	:0.48 (0.3546* 1.35, es decir se desea eliminar un 35% de "Terpenos")

Número de etapas teóricas =2

Para un valor fijo de  $X_D$  de 0.48, se trazaron diferentes pendientes (ver Fig. 4.11.), se contaron 2 platos teóricos y se leyó la intersección con el eje de las abscisas ( $X_w$ ), y la intersección de la pendiente con el eje de las ordenadas ( $Y$ ), calculándose  $R$  a partir de la ecuación:

$$Y = X_D / (R + 1)$$

El primer valor de  $X_w$  debe estar por debajo del valor de  $X_{w0}$ .

Se tabularon los valores de  $R$  y los de  $X_w$  para luego hacer el cálculo de  $R$  promedio,  $DX_w$ , y  $X_{w\text{promedio}}$

Fig. 4. II. DESTILACION DE "TERPENOS" A REFLUJO VARIABLE ( $Q=602.3$  Kcal/hr)

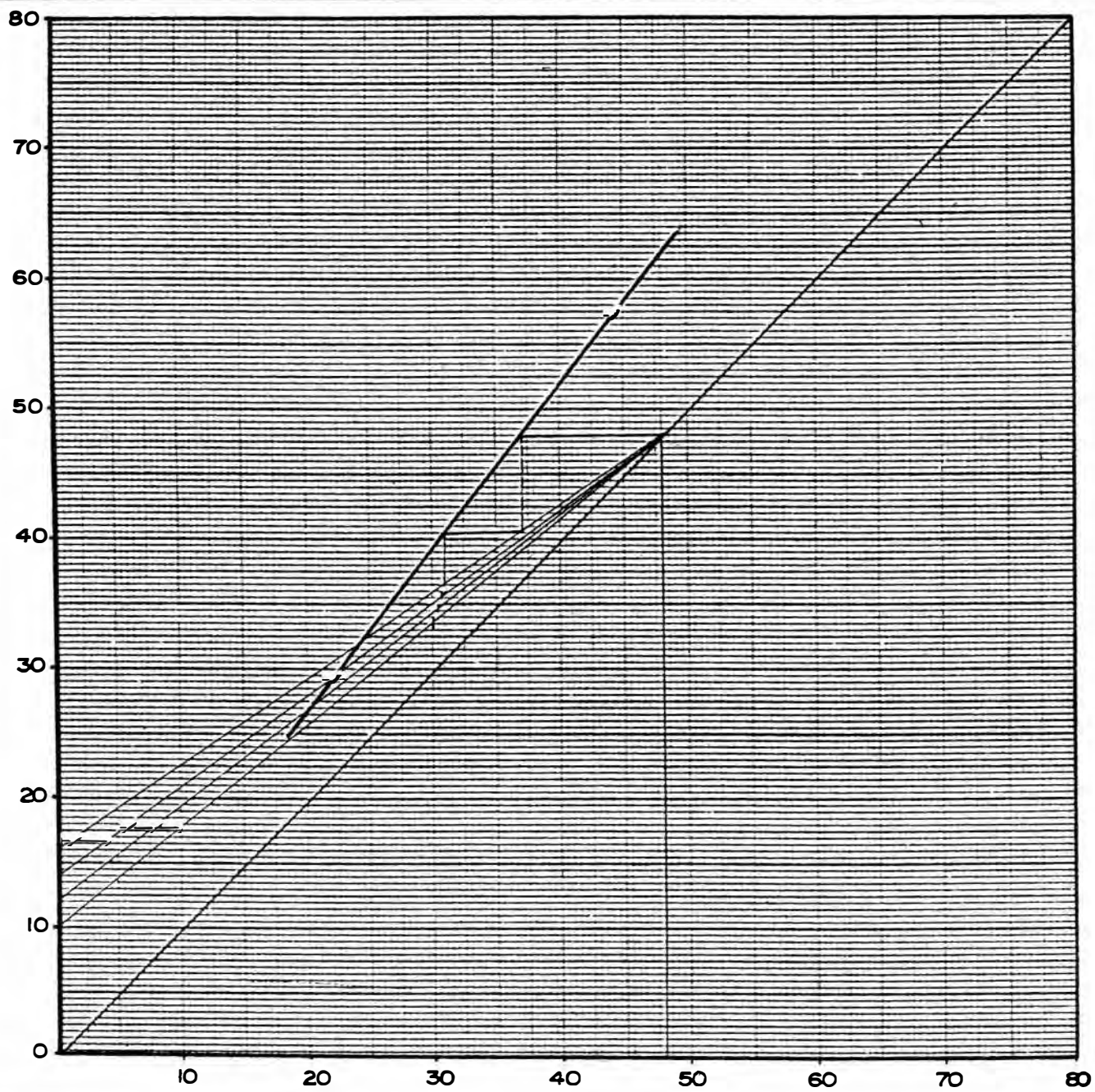


TABLE 4.8

CALCULO DEL PROGRAMA DE DESTILACION DE "TERPENOS"

Condiciones iniciales :

$V_0=1000$  ml

$X_w=0.35$

$X_D=0.48$

$X_w$	Y	R	$R_{prom.}$	$X_{wprom.}$	$DX_{wprom.}$	DV (ml)
0.312	0.16	1.220				
0.308	0.14	1.530	1.375	0.310	0.004	41.22
0.304	0.12	1.955	1.743	0.306	0.004	45.43
0.300	0.10	2.546	2.251	0.302	0.004	51.46

entre dos pendientes consecutivas para luego poder resolver la integral y poder calcular los volúmenes a destilar. Estos datos se encuentran tabulados en la Tabla 4.8.

A continuación se dá un ejemplo de cálculo

$$X_{w1}=0.312$$

$$X_{w2}=0.308$$

$$Y_1=0.16$$

$$Y_2=0.14$$

$$R=X_D/Y-1$$

$$R_1=0.3546/0.16-1$$

$$R_1=1.22$$

$$R_2=0.3546/0.14-1$$

$$R_2=1.53$$

$$R_{\text{promedio}}=(R_1+R_2)/2$$

$$R_{\text{promedio}}=1.375$$

$$X_{w\text{promedio}}=(X_{w1}+X_{w2})/2$$

$$X_{w\text{promedio}}=0.31$$

$$DX_w=X_{w1}-X_{w2}$$

$$DX_w=0.004$$

**TABLA 4.0**

**PROGRAMA DE DESTILACION DE TERPENOS**

Volumen inicial de aceite  
 Calor suministrado  
 Volumen a destilar

1000 ml  
 602.3 Kcal/Hr  
 110 ml

Nº MUESTRA	RAZON DE REFLUJO	DESTILADO (ml)	T. TOPES (°C)	T. FONDOS (°C)	TERPENOS (%Pesan)
1	1.975	41	166.0	160	58.00
2	1.743	45	166.0	161	43.81
3	2.251	24	166.5	163	44.16
MEDIO (1-3)					49.05



Reemplazando en la ecuación anterior

$$\text{Vol}=1000*(0.48-0.3546)*(1.375+1)*0.004/(0.48-0.31)^2$$

$$\text{Vol}=41.22 \text{ cm}^3$$

De esta manera se construyó el programa de destilación de "Terpenos" el que se puede apreciar en la Tabla 4.9.

Con este método se calcularon todos los programas de destilación que se realizaron en este trabajo.

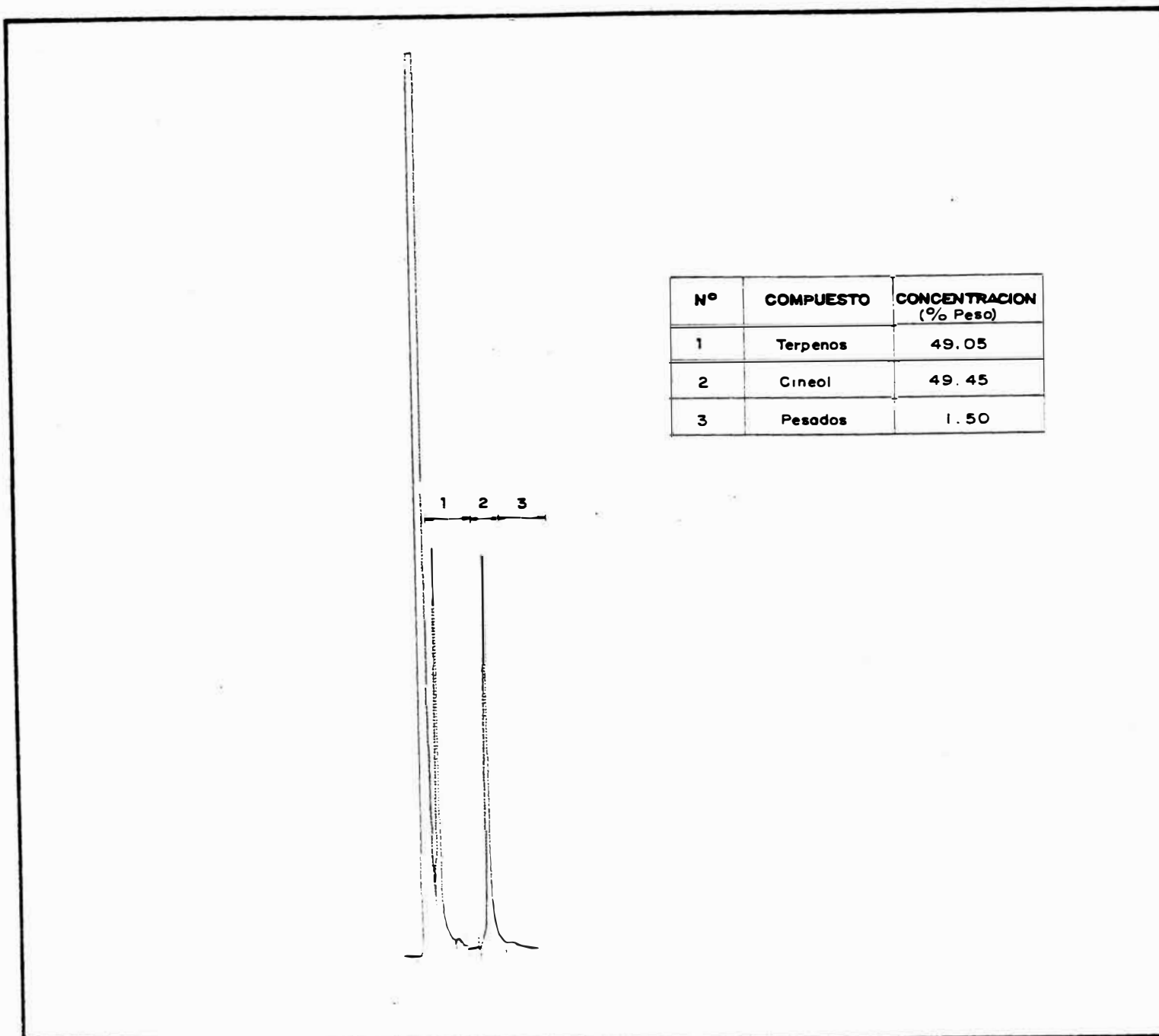
El procedimiento de cálculo para el programa de destilación de Cineol se muestra en el Apéndice A.6.

### **Procedimiento experimental**

Para la etapa de eliminación de "Terpenos" se procedió de la siguiente manera:

Se cargó el balón de destilación con 1000 cm<sup>3</sup> de aceite esencial de Eucalipto crudo destilándose luego a reflujo variable según el programa de destilación previamente calculado para esta etapa (ver Tabla 4.9.), fijando un  $X_w$  de 0.3546 y un  $X_D$  de 0.48 para los "Terpenos". Se recolectaron los destilados de acuerdo al volumen calculado para cada reflujo tal como se muestra en el programa de destilación hasta un volumen total de 110 cm<sup>3</sup> alcanzando una temperatura de tope de 168.5°C y de fondos 183°C.

Fig.4.12. CROMATOGRAMA DE MEZCLA DE DESTILADOS DE TERPENOS



Luego se determinaron las concentraciones de estos volúmenes por separado, las que se muestran en la Tabla 4.9. y posterior a ésto se mezclaron todos los destilados para determinar la concentración promedio de la mezcla, obteniéndose una composición de 49.05 % de "Terpenos". En la Fig. 4.12. se muestra el cromatograma obtenido para esta última muestra.

Para la etapa de destilación de "Cineol" se procedió a seguir destilando de acuerdo al segundo programa de destilación (ver Tabla 4.10.) con un  $X_{wo}$  de 0.65 y un  $X_D$  de 0.75 para el Cineol, tomando muestras de los destilados de manera similar a la anterior, recolectándose finalmente un volumen total de 613 cm<sup>3</sup>. hasta una temperatura de topes de 174.5°C y de fondos 205.5°C. Luego se determinaron las concentraciones de cada una de las muestras destiladas, las que se muestran en la Tabla 4.10., mezclando luego estos volúmenes para determinar la concentración de Cineol promedio, obteniéndose una composición del 71.27 % de Cineol. En la Fig. 4.13. se aprecia el cromatograma obtenido para esta última muestra.

Teóricamente se supone que cada fracción destilada debería tener la composición del  $X_D$  fijado ya que se se destila a composición constante, pero en la práctica ésto no sucede, aunque los resultados se deben encontrar cercanos a este valor.

TABLA 4.10.

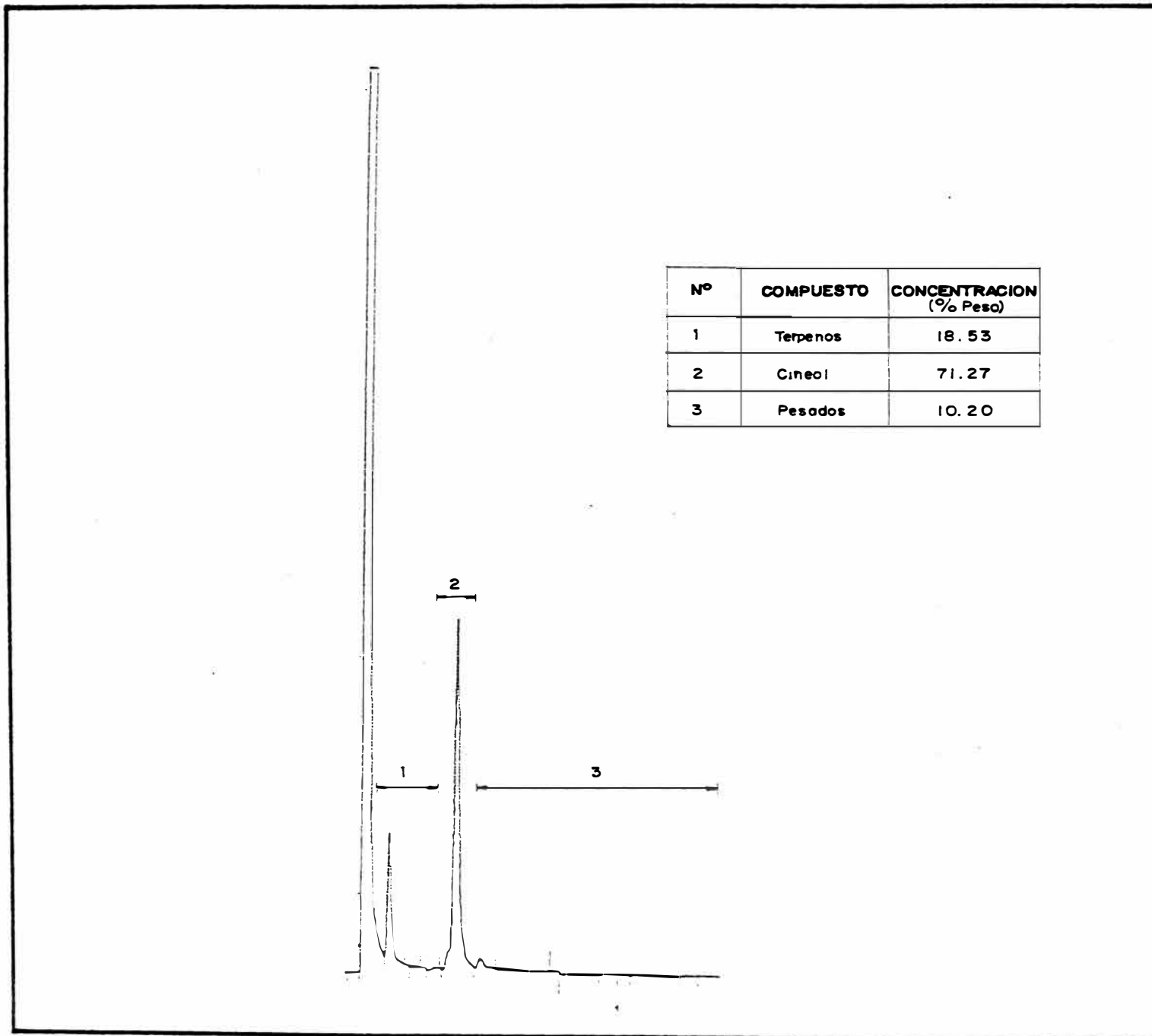
PROGRAMA DE DESTILACION DE CINCOL

Volumen inicial de aceite  
 Calor suministrado  
 Volumen a destilar

890 ml  
 602.3 Kcal/Hr  
 613 ml

Nº MUESTRA	RAZON DE REFLUJO	DESTILADO (ml)	T. TOPES (°C)	T. FONDOS (°C)	CINCOL (%Peso)
1	2.01	53.00	169.0	183.0	59.42
2	2.44	113.00	170.0	183.5	60.53
3	2.96	121.00	172.0	184.0	68.04
4	3.43	64.00	172.5	184.5	71.45
5	4.03	70.00	173.5	187.0	74.05
6	4.81	78.00	174.5	192.5	77.88
7	5.88	89.00	174.5	198.5	81.65
8	5.88	25.00	174.5	205.5	84.89
MEZCLA(1-8)					71.27

Fig. 4.13. CROMATOGRAMA DE MEZCLA DE DESTILADOS DE CINEOL



De acuerdo a los resultados obtenidos, se puede observar que para cada fracción destilada no se obtiene el  $X_D$  fijado en los programas de destilación, pero la mezcla global sí presenta una composición cercana al  $X_D$  fijado.

Para las mezclas globales se tiene un error del 2.19 % para el primer caso, y un error del 4.97 % para el segundo caso, tomando como base las composiciones fijadas. De acuerdo a estos resultados se observa que los valores obtenidos experimentalmente están bastante próximos a los valores calculados, lo cual nos permitió utilizar las curvas de distribución de "Terpenos" y de Cineol dentro de un grado de confiabilidad para los cálculos posteriores.

#### 4.3.5. DETERMINACION DE LA RAZON DE HERVIDO OPTIMA

De acuerdo a los resultados anteriores se vió la necesidad de mejorar la razón de hervido ya que el análisis de la muestra final de la segunda etapa, arrojó un alto porcentaje de "Terpenos" (18.53 %) y de "Pesados" (10.20 %), valores muy similares a las composiciones de la materia prima, es decir, no había una buena transferencia de masa dando como resultado una mala separación entre compuestos livianos y medianamente livianos, ya que la razón de hervido era

TABLA 4.11.

DESTILACION A DIFERENTES FLUJOS DE CALOR

1. CUBRIDA

Volumen inicial de acetato  
Calor suministrado

500 ml  
802.3 Kcal/Hr

T TOP (°C)	T FOND (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO	T. ABSOLUTO (min)	RAZON DE DEST. (ml/min)
113.00	172.00	0.00	41'08"	0.00	0.00
184.00	172.00	10.00	42'09"	1.05	9.52
185.00	172.00	20.00	42'41"	1.58	18.75
188.00	172.50	30.00	43'02"	1.93	28.57
188.50	172.50	40.00	43'29"	2.38	22.22
188.50	172.50	50.00	43'51"	2.75	22.27
188.50	172.50	75.00	44'34"	3.80	23.81
188.50	180.00	85.00	45'05"	3.98	54.55
188.50	180.00	90.00	45'18"	4.20	23.08
188.50	180.00	95.00	45'29"	4.36	27.27
188.50	180.00	100.00	45'38"	4.53	33.33
189.00	180.00	110.00	45'58"	4.87	30.00
189.50	180.00	120.00	46'17"	5.16	31.56
189.50	180.00	130.00	46'38"	5.50	31.58
170.00	182.00	140.00	46'55"	5.82	31.58
170.00	182.00	150.00	47'13"	6.12	33.33
170.00	182.00	160.00	47'34"	6.47	28.57
170.00	182.00	185.00	47'44"	6.57	50.00
170.00	182.00	175.00	47'54"	6.80	42.86
170.00	182.00	180.00	48'15"	7.15	14.29
170.00	182.00	190.00	48'30"	7.40	40.00
171.00	182.00	200.00	48'46"	7.70	33.33
171.00	182.00	210.00	49'09"	8.05	28.57
172.00	188.00	220.00	49'28"	8.37	31.58
172.00	188.00	240.00	50'09"	9.05	29.27
172.00	190.00	250.00	50'38"	9.50	22.22
172.50	190.00	280.00	51'00"	9.90	25.00
172.50	190.00	270.00	51'22"	10.27	27.27
173.00	194.00	280.00	51'48"	10.70	23.08
173.00	198.00	290.00	52'12"	11.10	25.00
173.00	197.00	300.00	52'40"	11.57	21.43
173.00	204.00	310.00	33'10"	12.07	20.00
173.00	212.00	320.00	53'43"	12.82	18.18
173.00	218.00	330.00	54'21"	13.25	15.79
172.50	218.00	340.00	54'58"	13.83	17.14
171.00	220.00	350.00	55'37"	14.52	14.83

TABLA 4.12.

DESTILACION A DIFERENTES FLUJOS DE CALOR

II CORRIIDA

Volumen total de aceite  
Calor suministrado

500 ml  
487.9 Kcal/Hr

T TOP (°C)	T FOND (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO	T. ABSOLUTO (ml)	RAZON DE DEST. (ml/ml)
111.50	177.00	0.00	100'00"	0.00	0.00
185.00	177.00	10.00	108'08"	8.14	1.83
185.50	178.00	20.00	108'50"	8.84	14.29
188.50	178.00	30.00	107'30"	7.50	15.00
187.00	178.50	40.00	108'01"	8.02	19.35
187.00	178.50	50.00	108'34"	8.57	18.18
188.00	179.00	65.00	109'17"	8.29	20.93
188.50	179.00	75.00	108'50"	8.84	18.18
189.00	179.00	90.00	110'31"	10.52	21.95
189.50	180.00	100.00	110'57"	10.95	23.08
189.50	180.00	110.00	111'24"	11.44	20.89
170.00	181.00	120.00	111'52"	11.90	21.43
170.00	181.00	130.00	112'20"	12.37	21.43
170.00	181.50	140.00	112'48"	12.80	23.08
170.50	182.00	150.00	113'14"	13.27	21.43
171.00	182.50	160.00	113'41"	13.72	22.22
171.00	182.50	175.00	114'22"	14.40	21.95
171.50	183.50	190.00	115'02"	15.07	22.50
171.50	184.00	200.00	115'31"	15.55	20.89
172.00	185.00	210.00	116'59"	16.02	21.43
172.00	188.00	220.00	118'28"	16.50	20.89
172.00	187.00	230.00	118'57"	16.99	20.89
172.50	188.00	240.00	117'28"	17.50	19.35
172.50	189.00	250.00	118'00"	18.04	18.75
173.00	189.50	260.00	118'33"	18.59	18.18
173.00	191.00	270.00	119'08"	19.17	17.14
173.50	193.00	280.00	119'48"	19.80	15.79
173.50	195.00	290.00	120'27"	20.49	14.63
173.50	198.00	300.00	121'12"	21.24	13.33
173.50	201.00	310.00	122'08"	22.14	11.11
173.50	205.00	320.00	123'05"	23.12	10.17
173.50	210.00	330.00	124'13"	24.25	8.82
173.50	215.00	340.00	125'31"	25.55	7.89
173.00	223.00	350.00	127'58"	27.00	6.90



TAHIA 4.13.

DESTILACION A DIFERENTES FLUJOS DE CALOR

III CORONA

Volumen inicial de acetato  
Calor suministrado

500 ml  
385.5Kcal/Hr

T TOP (°C)	T FONDO (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO	T. ABSOLUTO (min)	RAZON DE DEST (ml/min)
135.00	177.00	0.00	20000"	0.00	0.00
184.00	177.50	10.00	21138"	11.88	0.84
185.50	178.00	20.00	21519"	15.31	2.99
186.00	178.00	30.00	21825"	18.41	3.09
188.50	178.00	40.00	21725"	17.41	10.00
187.00	178.50	50.00	21822"	18.38	10.53
187.50	179.00	60.00	21918"	19.28	11.11
187.50	179.00	70.00	22009"	20.15	11.32
188.00	179.50	80.00	22057"	20.95	12.50
188.50	179.50	90.00	22149"	21.81	11.54
189.00	180.00	100.00	22237"	22.81	12.50
189.00	180.00	110.00	22328"	23.48	11.78
189.00	180.50	120.00	22418"	24.30	12.00
189.50	181.00	130.00	22508"	25.10	12.50
170.00	181.00	140.00	22558"	25.93	12.00
170.00	181.50	150.00	22648"	26.80	11.54
170.50	182.00	160.00	22739"	27.85	11.78
171.00	182.50	170.00	22832"	28.53	11.32
171.00	183.00	180.00	22924"	29.40	11.54
171.50	183.00	190.00	23018"	30.28	11.54
171.50	183.50	200.00	23108"	31.13	11.54
172.00	184.00	210.00	23201"	32.01	11.32
172.00	185.00	220.00	23258"	32.98	10.53
172.50	188.00	230.00	23358"	33.93	10.34
172.50	187.00	240.00	23453"	34.88	10.53
173.00	188.00	250.00	23550"	35.83	10.53
173.00	190.00	260.00	23654"	36.90	9.38
173.00	191.00	270.00	23602"	36.03	8.62
173.50	192.50	280.00	23915"	39.25	8.22
173.50	195.00	290.00	24045"	40.75	8.87
173.50	197.00	300.00	24214"	42.23	8.74
174.00	202.00	310.00	24458"	43.98	5.77
174.00	207.00	320.00	24558"	45.98	5.00
174.00	215.00	330.00	24631"	46.51	3.92
173.00	232.00	340.00	25158"	51.93	2.93
172.00	222.50	350.00	25352"	53.87	5.00

TABLE 4.14.

DESTILACION A DIFERENTES FLUJOS DE CALOR

IV CORREDA

Volumen total de aceite  
Calor suministrado

500 ml  
295.1 Kcal/Hr

T TOP (°C)	T BOND (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO	T ABSOLUTO (min)	RAZON DE DEST (ml/min)
111.00	177.00	0.00	292'00"	0.00	0.00
114.00	178.00	10.00	301'13"	59.22	0.00
115.00	178.00	20.00	310'15"	68.25	0.02
115.50	178.00	30.00	318'13"	78.22	0.02
118.00	178.50	40.00	325'38"	83.83	0.02
117.00	179.00	50.00	332'48"	90.80	0.02
117.50	179.00	60.00	339'47"	97.78	0.02
118.00	179.00	70.00	348'52"	104.87	0.02
119.00	179.50	80.00	353'08"	111.13	0.03
119.50	180.00	90.00	359'12"	117.20	0.03
120.00	180.50	100.00	405'00"	123.00	0.03
120.50	181.00	110.00	410'35"	128.58	0.03
121.00	182.00	120.00	416'30"	134.50	0.03
121.50	182.00	130.00	422'14"	140.23	0.03
122.00	182.50	140.00	428'15"	148.25	0.03
122.50	183.00	150.00	434'04"	152.07	0.03
123.00	183.50	160.00	439'58"	157.97	0.03
123.00	184.00	170.00	445'34"	163.57	0.03
123.00	184.00	180.00	450'20"	168.33	0.03
123.50	184.50	190.00	458'18"	174.30	0.03
124.00	185.00	200.00	501'33"	179.88	0.04
124.00	185.00	210.00	508'58"	184.65	0.03
124.00	188.00	220.00	512'05"	190.08	0.03
124.00	187.00	230.00	517'12"	195.20	0.03
124.50	188.00	240.00	521'50"	199.63	0.04
124.50	188.00	250.00	527'23"	205.38	0.03
124.50	190.00	260.00	537'35"	215.58	0.02
124.50	191.00	270.00	557'35"	235.58	0.01
124.50	191.50	280.00	604'35"	242.58	0.03

muy alta y la columna se comportaba como si no estuviera empacada.

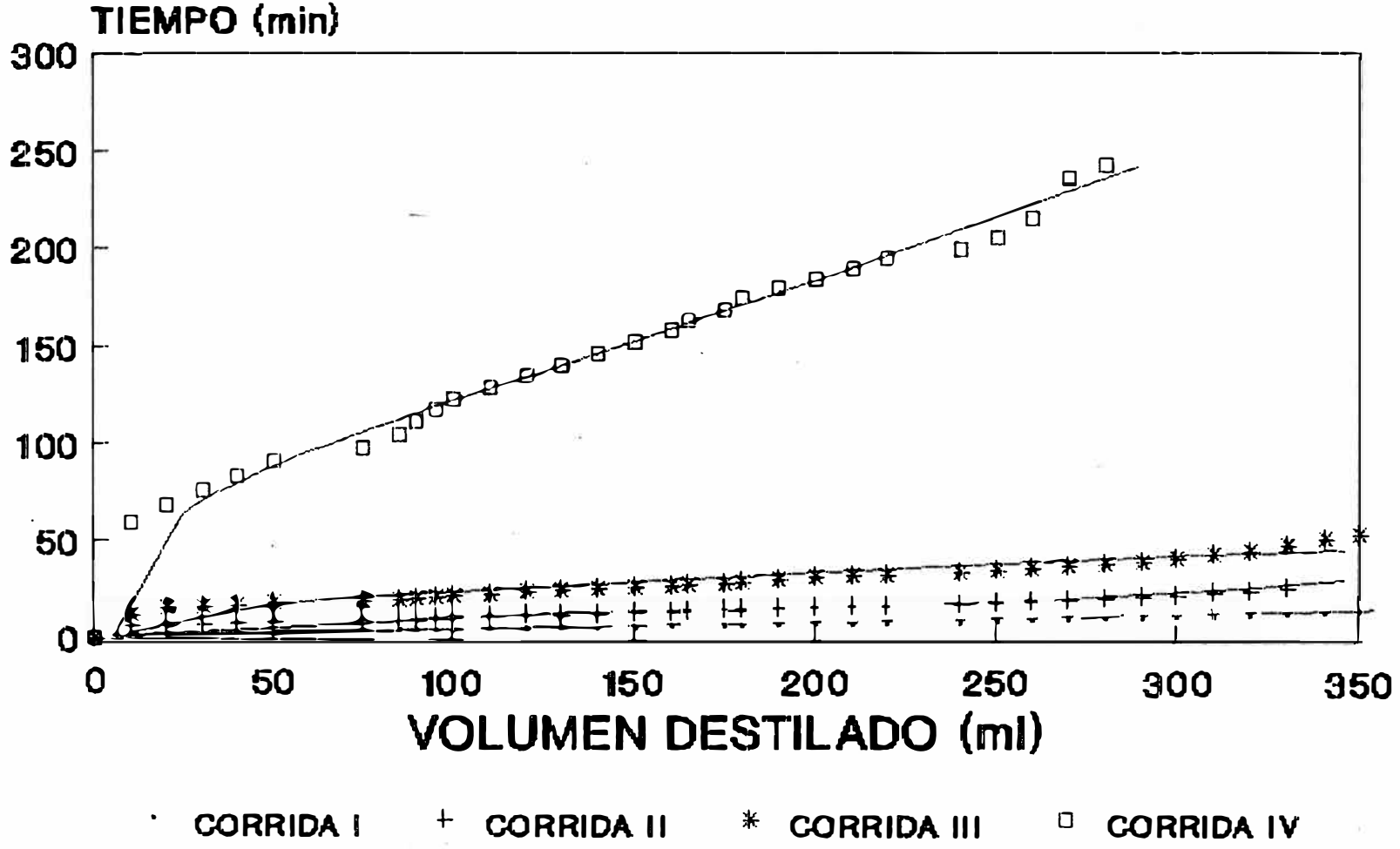
Con la finalidad de mejorar la transferencia de masa se procedió a realizar un estudio de las destilaciones con diferentes suministros de calor (602.3, 487.9, 385.5, 295.1 Kcal/hr) a las que llamamos corridas I, II, III, IV, utilizando un Reóstato regulado a 100, 90, 80, 70 % de la alimentación de calor respectivamente, trabajándose a reflujo cero (válvula totalmente abierta).

En cada operación se cargó el balón de destilación con 500 cm<sup>3</sup> de aceite esencial de Eucalipto crudo procediendo a medir el tiempo cada diez mililitros de destilado, a la vez que se tomaban las temperaturas de topes y fondos. Se destilaron en total 350 cm<sup>3</sup> para cada caso.

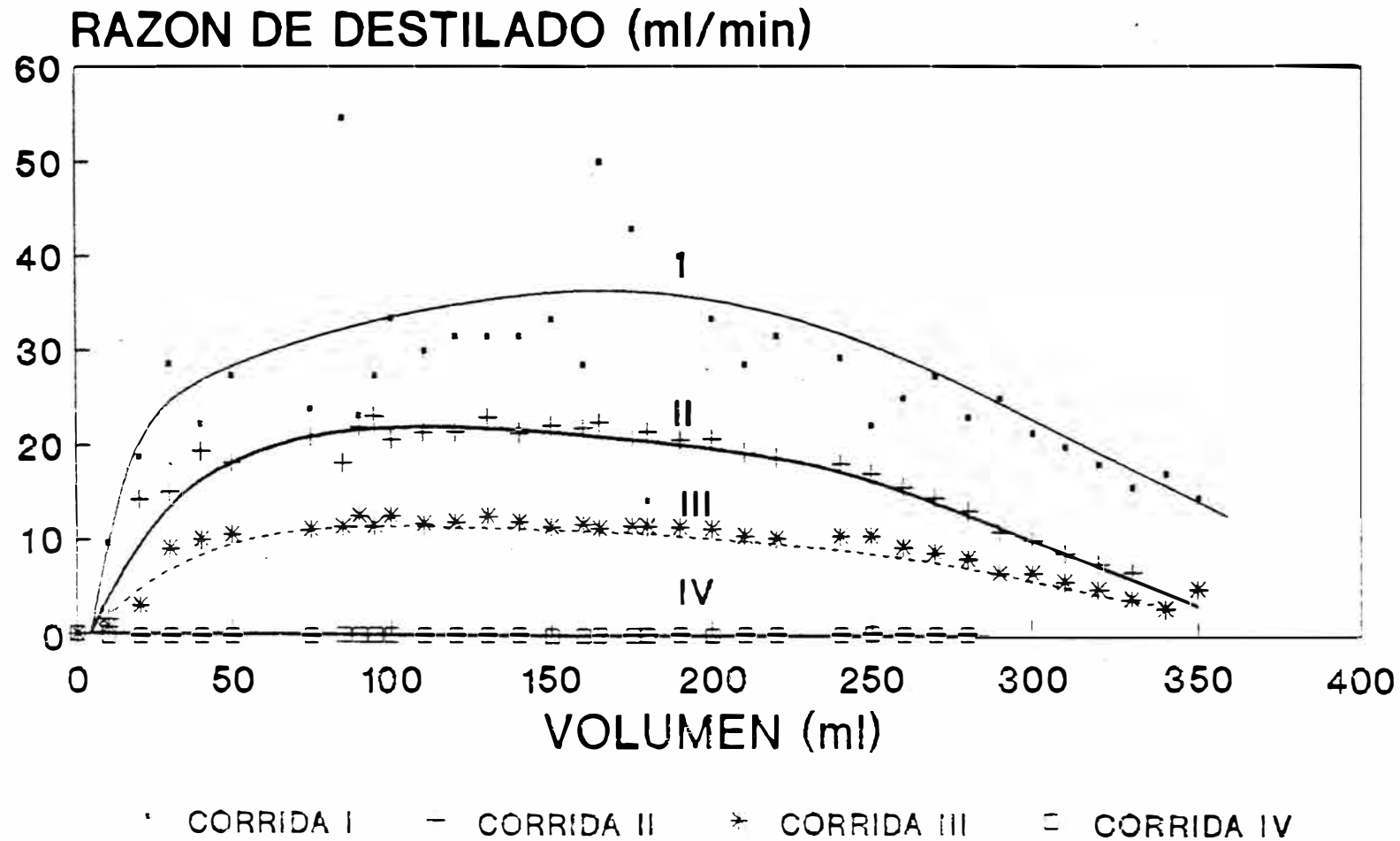
Los datos obtenidos para la corrida I, II, III Y IV se muestran en las Tablas 4.11., 4.12., 4.13., 4.14., con los que se construyeron las Figs. 4.14. y 4.15.

De estos resultados se puede observar que para 350 cm<sup>3</sup> de destilado, la primera corrida tardó un tiempo de 15 minutos, la segunda un tiempo de 27 minutos, la tercera un tiempo de 54 minutos y la última para 280 cm<sup>3</sup> tardó 240 minutos, es decir que a medida que el suministro de calor disminuye el tiempo de destilado aumenta como se puede apreciar en la Fig. 4.14. en forma comparativa. En el primer caso se tiene un

**FIG.4.14 TIEMPO vs.VOLUMEN DESTILADO  
(CORRIDAS I,II,III,IV)**



**FIG.4.15. RAZON DE DESTILADO vs VOL.  
(CORRIDAS I,II,III,IV)**



tiempo de destilado demasiado corto como para lograr una buena transferencia de masa, y en el cuarto caso se tiene una destilación demasiado prolongada, lo que podría traer como consecuencia un incremento en los costos.

En la Fig. 4.15. se puede apreciar en forma comparativa la razón de destilado versus el volumen destilado para las cuatro corridas, pudiéndose observar que para la primera corrida la razón de destilado es demasiado alta presentando muchas fluctuaciones, mientras que en la última corrida la razón de destilado es demasiado pequeña y por ello su destilación es prolongada.

Por todo lo expuesto anteriormente se decidió por descartar la corrida I y la corrida IV.

Posterior a esto se destiló nuevamente a un flujo de calor de 487.9 Kcal/hr (corrida II') y a un flujo de calor de 385.5 Kcal/hr (corrida III') con la finalidad de comparar cual de ellas realizaba una mejor separación entre "Terpenos", "Cineol" y "Pesados", para lo cual se procedió de manera similar a las anteriores pero esta vez se tomaron muestras cada 50 cm<sup>3</sup> para luego determinar sus concentraciones.

Los datos obtenidos en ambas corridas se encuentran en el Apéndice A.7.1 y A.7.2.. En las las Tablas 4.15 y 4.16. y en las Figs. 4.16., 4.17. y 4.18.

TABLA 4.15.

DETERMINACION DE LA RAZON DE HERVIDO OPTIMA

IIª CORRIDA (Q=487.9 Kcal/hr)

No. DE MUESTRA	T TOPOS (°C)	T FONDOS (°C)	VOLUMEN (ml)	%PESO DE CINEOL	%PESO DE TERPENOS	%PESO DE FONDOS
1	115.00-167.50	178.00-179.50	50.00	42.2372	55.49	2.26
2	167.50-169.00	179.50-181.50	100.00	57.7640	39.35	2.89
3	169.00-170.50	181.50-184.00	150.00	68.7759	28.12	3.09
4	170.50-172.00	184.00-187.00	200.00	70.3646	25.77	3.87
5	172.00-173.00	187.00-193.00	250.00	79.6192	16.09	4.29
6	173.00-173.50	193.00-205.00	300.00	80.9814	13.52	5.50
7	173.50-172.50	205.00-224.00	350.00	88.7570	6.66	4.58

TABLA 4.16.

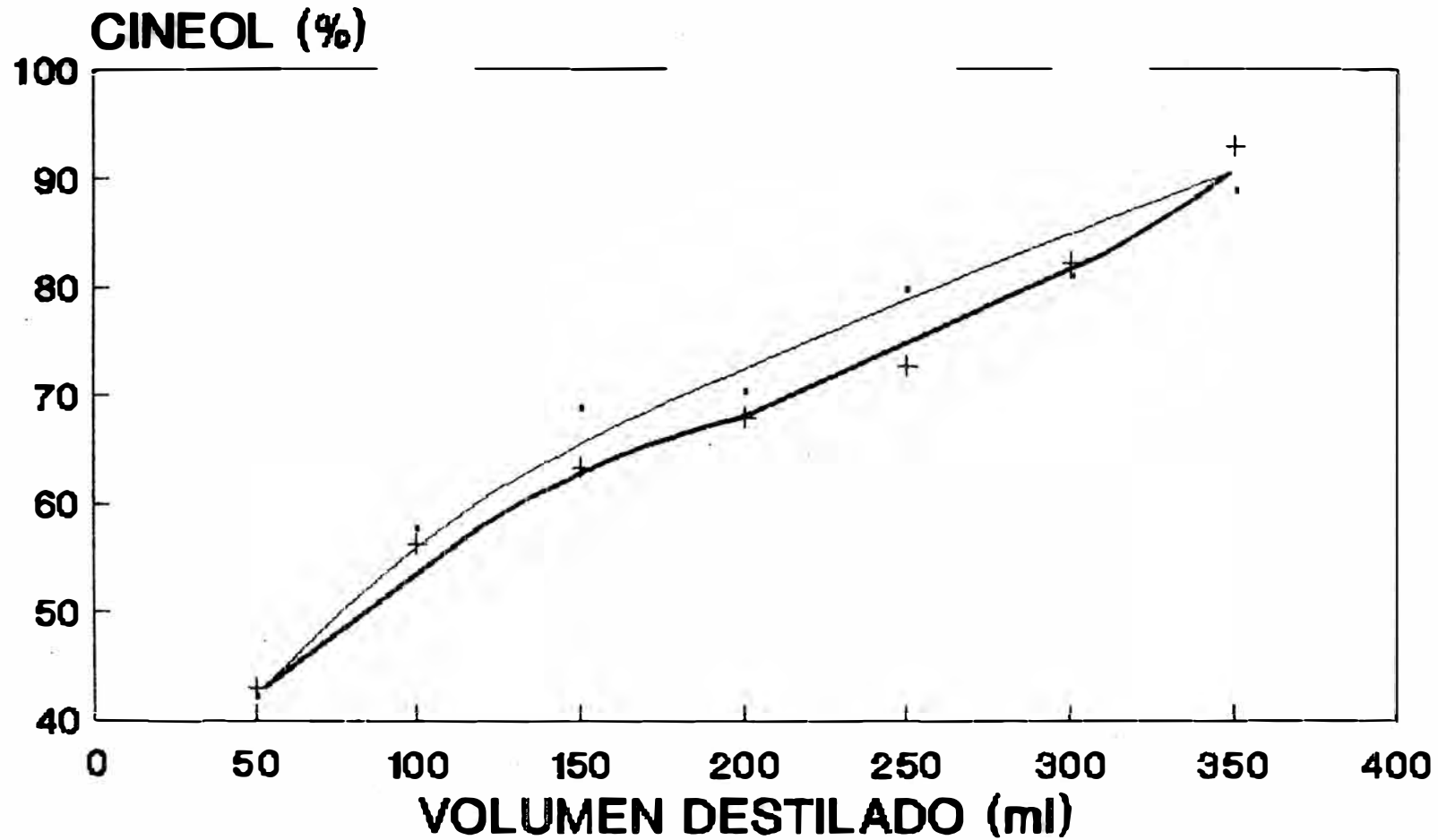
DETERMINACION DE LA RAZON DE HERVIDO OPTIMA

IIIª CORRIDA (Q=385.5 Kcal/hr)

No. DE MUESTRA	T TOPES (°C)	T FONDOS (°C)	VOLUMEN (ml)	%PESO DE CINEOL	%PESO DE TERPENOS	%PESO DE FONDOS
1	153.50-167.00	178.00-180.00	50.00	42.9753	55.41	1.61
2	167.00-168.50	180.00-181.50	100.00	56.3751	42.52	1.10
3	168.50-170.00	181.50-183.50	150.00	63.2341	35.03	1.74
4	170.00-171.00	183.50-186.50	200.00	79.4416	18.58	1.98
5	171.00-172.50	186.50-190.50	250.00	72.6531	25.58	1.76
6	172.50-173.50	190.50-201.00	300.00	82.1549	15.12	2.73
7	173.50-172.00	201.00-222.50	350.00	81.4238	13.55	5.02



# FIG. 4.16. CINEOL vs. VOLUMEN



· II' + III'

FIG.4.17. TERPENOS vs. VOLUMEN

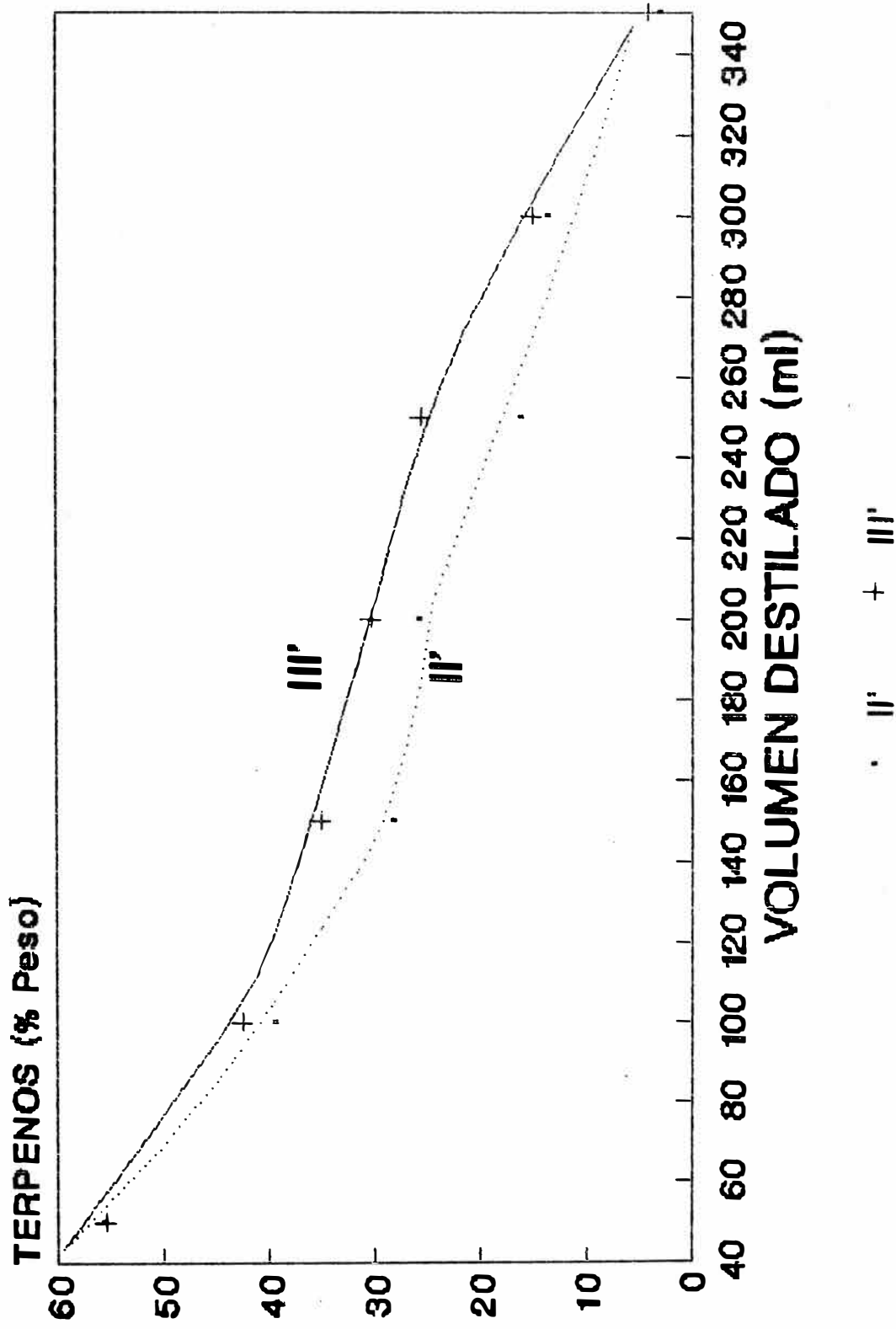
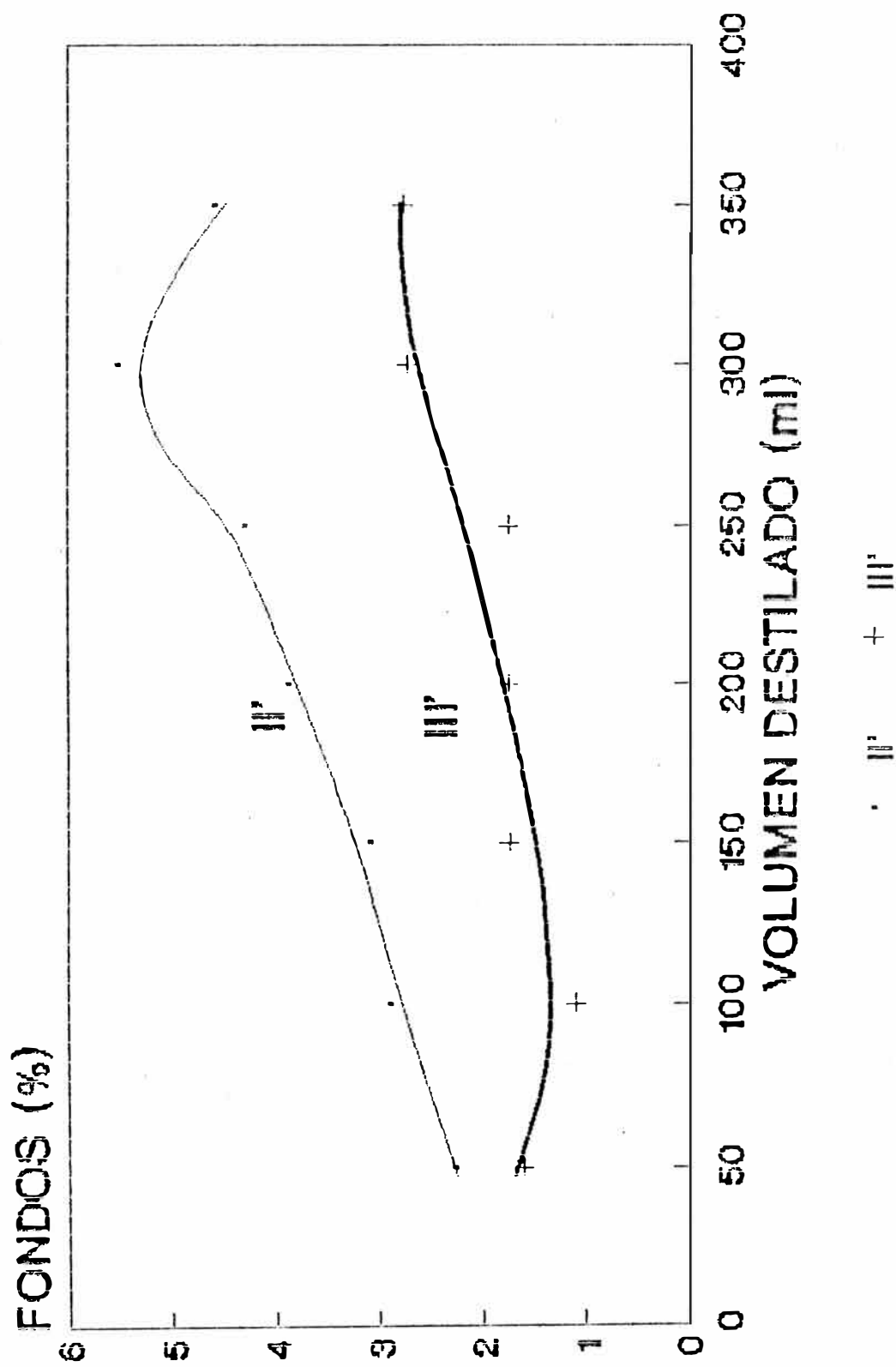


FIG.4.18. FONDOS vs. VOLUMEN



se muestran los resultados obtenidos para estas dos últimas corridas.

En la Fig. 4.16 se observa que en la corrida II' se obtiene mayor concentración de Cineol que en la corrida III', aunque esto es lo que precisamente deseamos obtener no olvidemos que también se desea una fracción de Cineol con poco arrastre de "Terpenos" y de "Pesados". Al observar la Fig. 4.17. tenemos que la corrida III' es la que saca mayor contenido de "Terpenos" que la corrida II' y en la Fig. 4.18. se tiene que la corrida III' es la que saca menor cantidad de "Pesados". Como la destilación se realizará en dos etapas, nos conviene que se quite la mayor cantidad de "Terpenos" en la primera etapa, y la menor cantidad posible de "Pesados" en la segunda. De acuerdo a esto se llega a la conclusión que la corrida III' ( $Q=385.5$  Kcal/hr) es la que presenta una mejor separación.

Luego de obtener este resultado, se procedió a obtener la razón de hervido óptima en el equipo mostrado en la Fig. 4.19. operándose de la siguiente manera.

Se cargó el balón de destilación con  $500 \text{ cm}^3$  de aceite esencial de Eucalipto, regulando el Reóstato a un 80% ( $Q=385.5$  Kcal/Hr), midiendo el tiempo y la temperatura cada  $10 \text{ cm}^3$  de destilado, En la Tabla 4.17. se muestran los resultados obtenidos de esta corrida, y

Fig. 4.19. EQUIPO PARA RAZON DE HERVIDO

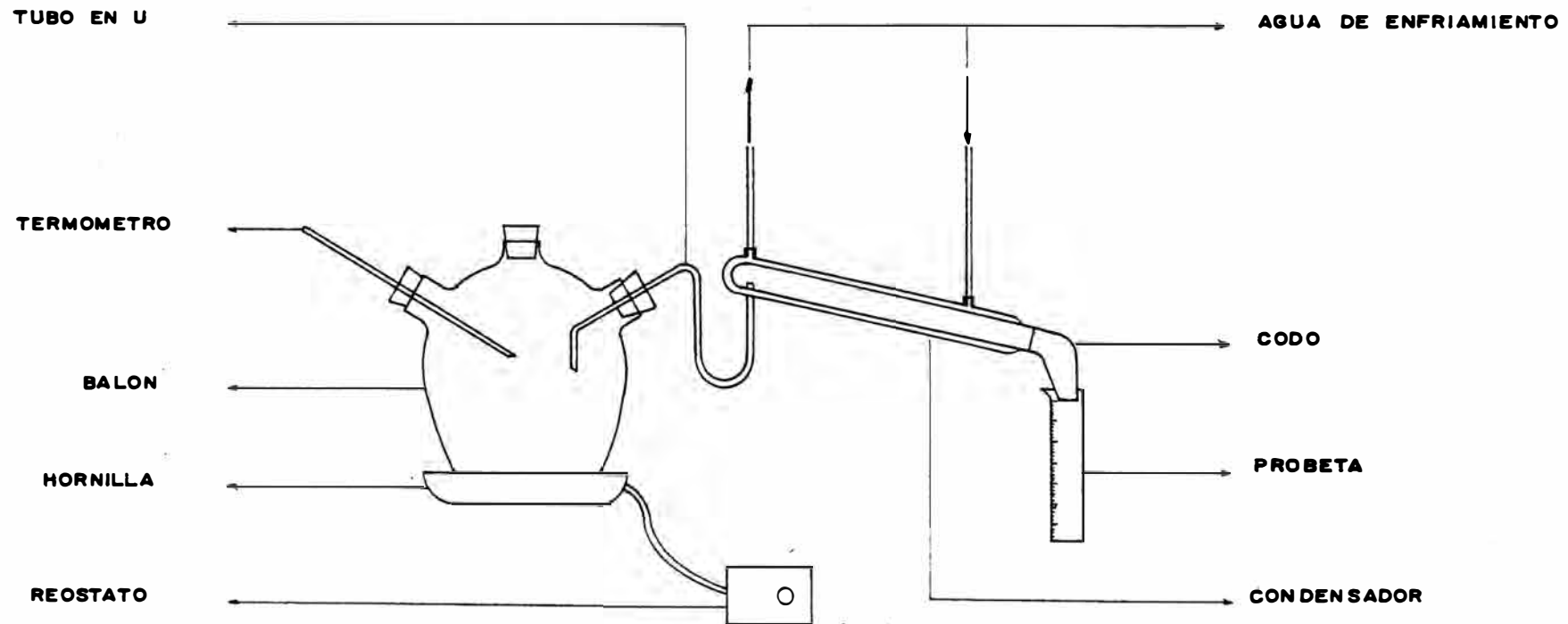
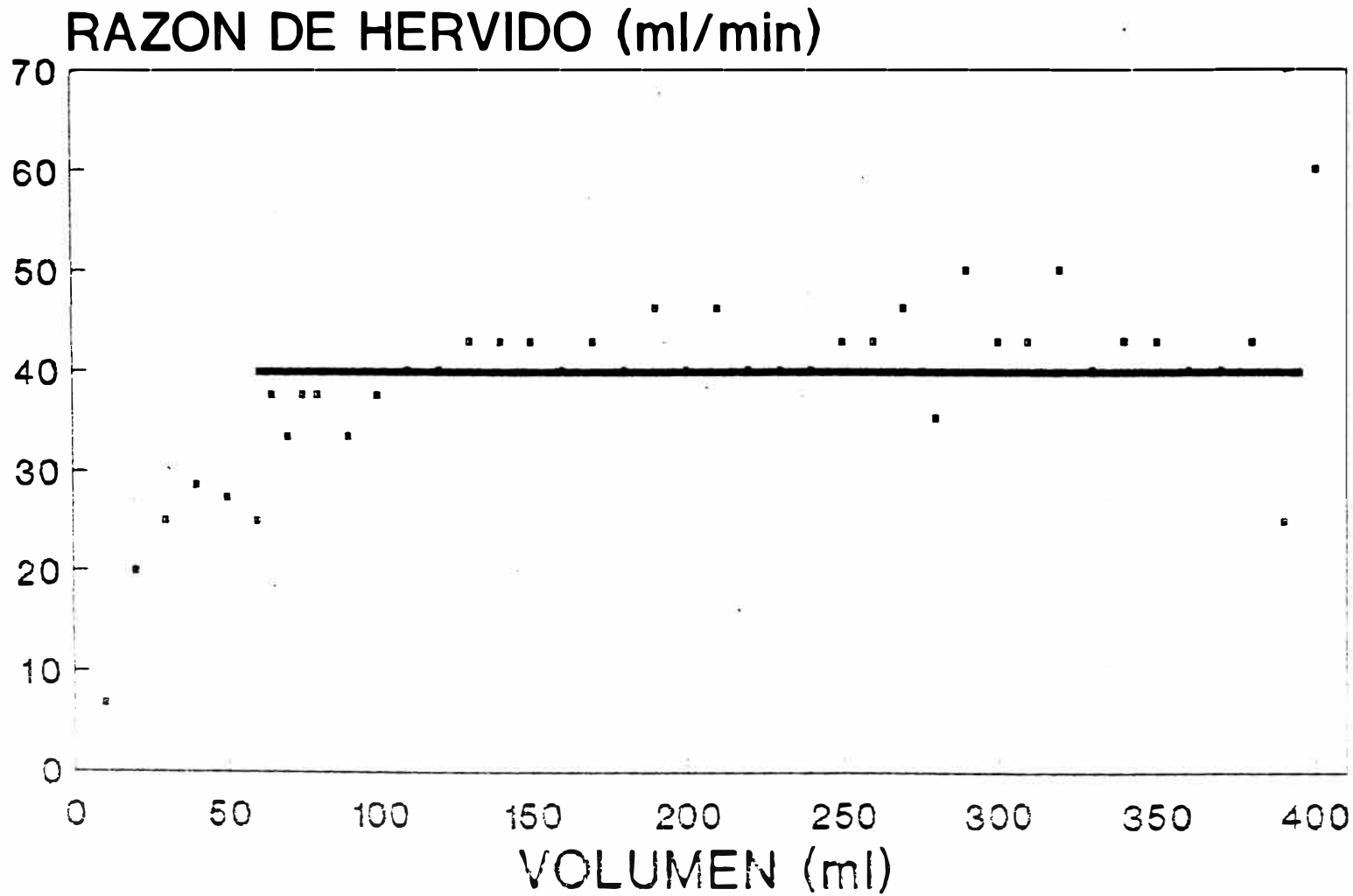


TABLA 4.17.

RAZON DE HERVIDO OPTIMO

TEMPERAT (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO (min)	RAZ DE HERVIDO (ml/min)
168.00	0.00	0.00	
172.00	10.00	1.48	8.74
172.00	20.00	1.98	20.00
172.00	30.00	2.38	25.00
172.50	40.00	2.73	28.57
172.50	50.00	3.10	27.27
172.50	60.00	3.50	25.00
173.00	65.00	3.63	37.50
173.00	70.00	3.78	33.33
173.50	75.00	3.92	37.50
173.50	80.00	4.05	37.50
174.00	90.00	4.35	33.33
174.50	100.00	4.62	37.50
175.00	110.00	4.87	40.00
175.00	120.00	5.12	40.00
175.50	130.00	5.35	42.86
175.50	140.00	5.58	42.86
175.50	150.00	5.82	42.86
176.00	160.00	6.07	40.00
176.50	170.00	6.30	42.86
176.50	180.00	6.55	40.00
177.00	190.00	6.77	48.15
177.00	200.00	7.02	40.00
177.00	210.00	7.23	48.15
177.00	220.00	7.48	40.00
177.00	230.00	7.73	40.00
177.00	240.00	7.98	40.00
177.50	250.00	8.22	42.86
178.00	260.00	8.45	42.86
178.00	270.00	8.67	48.15
178.50	280.00	8.95	35.29
179.00	290.00	9.15	50.00
179.00	300.00	9.38	42.86
180.00	310.00	9.62	42.86
180.50	320.00	9.82	50.00
181.00	330.00	10.07	40.00
181.00	340.00	10.30	42.86
182.00	350.00	10.53	42.86
182.50	360.00	10.78	40.00
183.00	370.00	11.03	40.00
184.50	380.00	11.27	42.86
185.00	390.00	11.67	25.00
185.50	400.00	11.83	60.00

FIG.4.20. RAZON DE HERVIDO vs. VOL.  
REFLUJO=0 Q=385.5 Kcal/hr



en la Fig. 4.20. se tiene la razón de hervido a medida que procede la destilación.

Como resultado de esta prueba se obtuvo una razón de hervido de  $0.72 \text{ cm}^3/\text{seg}$ , despreciando los seis primeros datos porque en este tramo ocurre un calentamiento del aceite. También se despreciaron los dos últimos datos debido a que se alejan demasiado de los datos promedio, esto se puede apreciar en la Tabla 4.17 y en la Fig. 4.20.

#### 4.3.6. DESTILACION OPTIMA A COMPOSICION CONSTANTE

Luego de obtener los parámetros necesarios que garanticen una buena rectificación se realizó la rectificación a composición constante con una razón de hervido de  $0.72 \text{ cm}^3/\text{seg}$ .

Se dividió la operación de destilación en dos etapas (como se hizo en el Capítulo 4.3.4.), la primera para la destilación de "Terpenos" y la segunda para la destilación del Cineol de acuerdo a sus respectivos programas de destilación. A continuación se presenta a detalle los procedimientos seguidos al igual que los resultados y las observaciones encontradas.



#### 4.3.6.1. DESTILACION DE "TERPENOS"

El programa de destilación de esta etapa se realizó a partir de un volumen inicial de 500 cm<sup>3</sup> con una composición inicial ( $X_{w0}$ ) de 0.36 de "Terpenos", fijando una composición de topes ( $X_D$ ) de 0.5 a reflujo variable, para un volumen de destilado de 150 cm<sup>3</sup>, el cual fue fijado según las experiencias anteriores. En la Tabla 4.18. se encuentra el programa a seguir, (Los cálculos se encuentran en el Apéndice A.8.1. y A.8.2.).

Luego se procedió a cargar el balón de destilación con 500 cm<sup>3</sup> de aceite esencial de Eucalipto crudo, tomando muestras de acuerdo a los volúmenes calculados en el programa de destilación a la vez que hacían las lecturas de las temperaturas de topes y fondos, hasta que se alcanzó una temperatura de topes de 169.5°C y de fondos hasta 185°C. Los resultados de esta corrida se muestran en la Tabla 4.18.

Luego a las últimas muestras (A8, A9, y A10) se le hicieron las pruebas de solubilidad en alcohol y de desviación polarimétrica para establecer el límite de la primera destilación, descartandose aquellas muestras que no se encontraban dentro de las especificaciones fijadas por ITINTEC (5 volúmenes de alcohol por cada volumen de aceite esencial como máximo para solubilidad en alcohol y 10° como máximo para la desviación

TABLA 4.18.

PROGRAMA DE DESTILACION DE TERPENOS

Volumen inicial de aceite  
 Calor suministrado  
 Volumen a destilar

500 ml  
 385.5 Kcal/Hr  
 150 ml

RAZON DE REFLUJO	DESTILADO (ml)
2.348	28
2.889	31
3.584	36
4.825	55

Nº MUESTRA	RAZON DE REFLUJO	VOLUMEN (ml)	T. TOPES (°C)	T. FONDOS (°C)
A1	2.348	21.0	182.0	179.5
A2	2.348	7.0	183.0	179.5
A3	2.889	20.0	184.0	180.0
A4	2.889	11.0	185.0	180.0
A5	3.584	20.0	188.5	181.0
A6	3.584	18.0	187.5	182.0
A7	4.825	20.0	188.0	183.5
A8	4.825	5.0	188.0	183.5
A9	4.825	17.5	189.0	184.5
A10	4.825	12.5	189.5	185.0

TABLA 4.19.

ANÁLISIS DE "TERPENOS" DESTILADOS

Concentración de etanol 70%

NUMERO DE MUESTRA	DESVIACION POLARIMETRICA (a 20°C, grados)	SOLUBILIDAD EN ALCOHOL (Vol. etanol/vol. aceite)
A8	15.20	11.50
A9	14.00	9.00
A10	12.45	8.50
MEZCLA(A8 -A10)	18.90	18.70

polarimétrica). Los resultados de estos análisis se pueden apreciar en la Tabla 4.19.

De acuerdo a estos resultado se puede observar que ninguna de las muestras cumplen con las especificaciones dadas, por lo cual todas fueron rechazadas.

Posterior a ésto se mezclaron todas las muestras (A1-A10) haciéndole a esta mezcla resultante ambos análisis. En la prueba de solubilidad en alcohol se obtuvo un valor de 18.7 vol. de etanol por cada vol. de aceite, es decir, una solubilidad bastante baja en etanol al 70 %. En la prueba de desviación polarimétrica se obtuvo 18.9°, un valor bastante alto, lo que indica la presencia de una buena cantidad de compuestos terpénicos, como era de esperarse.

Luego se determinó la composición de la mezcla con la finalidad de averiguar cuánto de Cineol se perdía, obteniéndose un 41.60 % de "Terpenos, 58.40 % de Cineol, y 0.00 % de "Pesados" lo que se puede apreciar en el cromatograma de la Fig. 4.21.

De estos resultados observamos que existe una buena rectificación debido a que ya no existe arrastre de "Pesados".

En la Fig. 4.22. se muestra el cromatograma del aceite esencial de Eucalipto crudo junto con sus composiciones, presentando un 20.00 % de "Terpenos", 64.00 % de Cineol, y 16.00 % de "Pesados".

Fig.4.21 . CRÓMATOGRAMA DE LA MEZCLA DE DESTILADOS DE TERPENOS

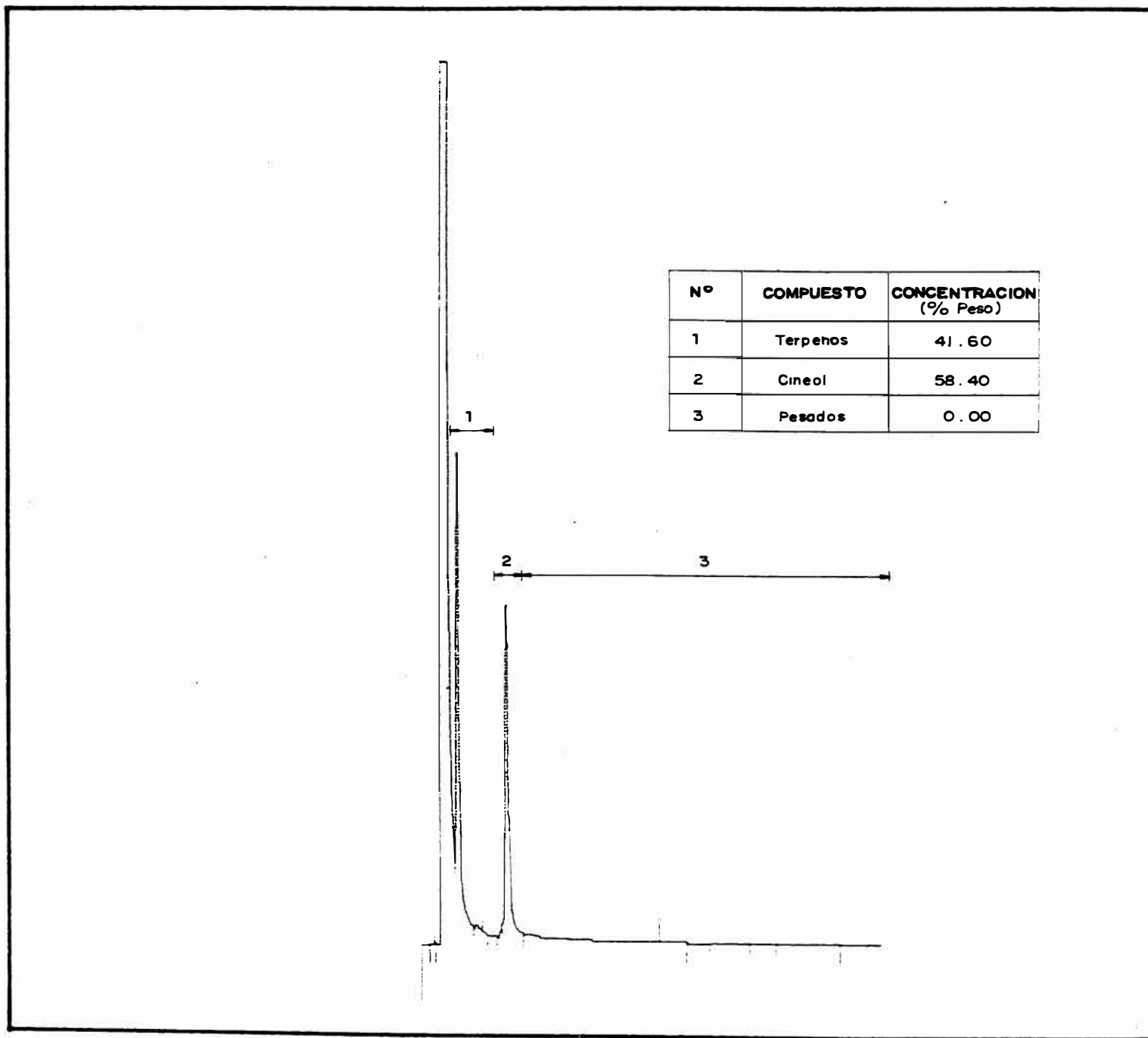
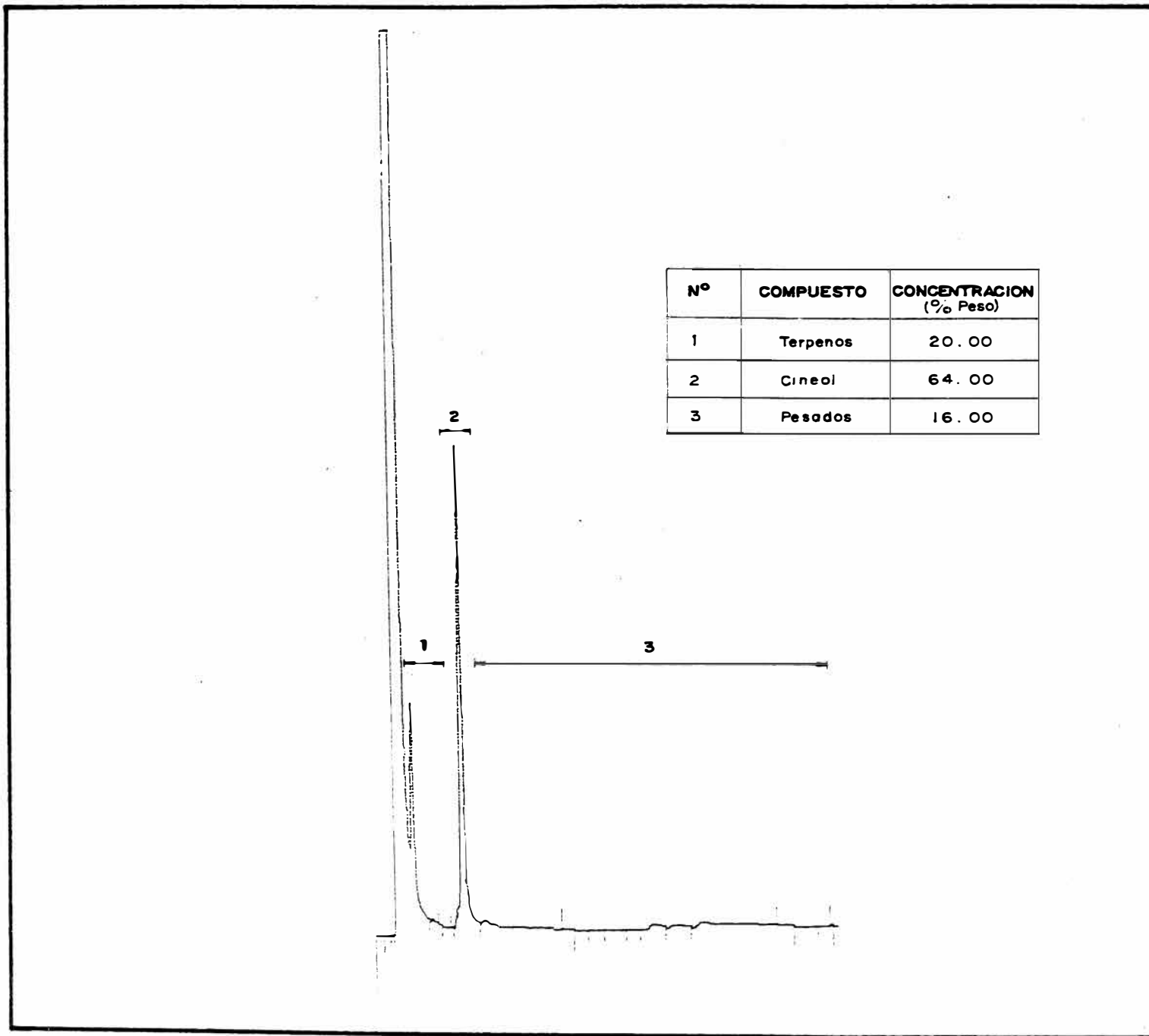


Fig. 4.22. CROMATOGRAMA DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO



Con estos resultados podemos realizar algunos cálculos como hallar:

**Porcentaje de "Terpenos" retirados a partir del aceite esencial crudo**

Densidad del aceite crudo : 0.9102 g/cm<sup>3</sup>

Volumen inicial de aceite crudo : 500 cm<sup>3</sup>

Composición inicial de "Terpenos" : 20.00% en peso

Volumen destilado de "Terpenos" : 150 cm<sup>3</sup>

Densidad de "Terpenos" : 0.8949 g/cm<sup>3</sup>

Composición de "Terpenos" en dest. : 41.60 % en peso

Peso de "Terpenos" en el aceite crudo =  $500 \times 0.9102 \times 0.20$

Peso de "Terpenos" en el aceite crudo = 91.02 g

Peso de "Terpenos" en el destilado =  $150 \times 0.8949 \times 0.42$

Peso de "Terpenos" en el destilado = 56.38 g

% de "Terpenos" eliminados =  $(56.38/91.02) \times 100$

**% de "Terpenos" eliminados = 61.94**

**Porcentaje de Cineol retirado a partir del aceite esencial crudo**

Composición de Cineol en el dest. : 58.4 % en peso

Peso de Cineol en el aceite crudo= $500 \times 0.9102 \times 0.64$

Peso de Cineol en el aceite crudo=291.26 g

Peso de Cineol en el destilado= $150 \times 0.8949 \times 0.58$

Peso de Cineol en el destilado=77.86 g

% de Cineol eliminado= $(77.86/291.26) \times 100$

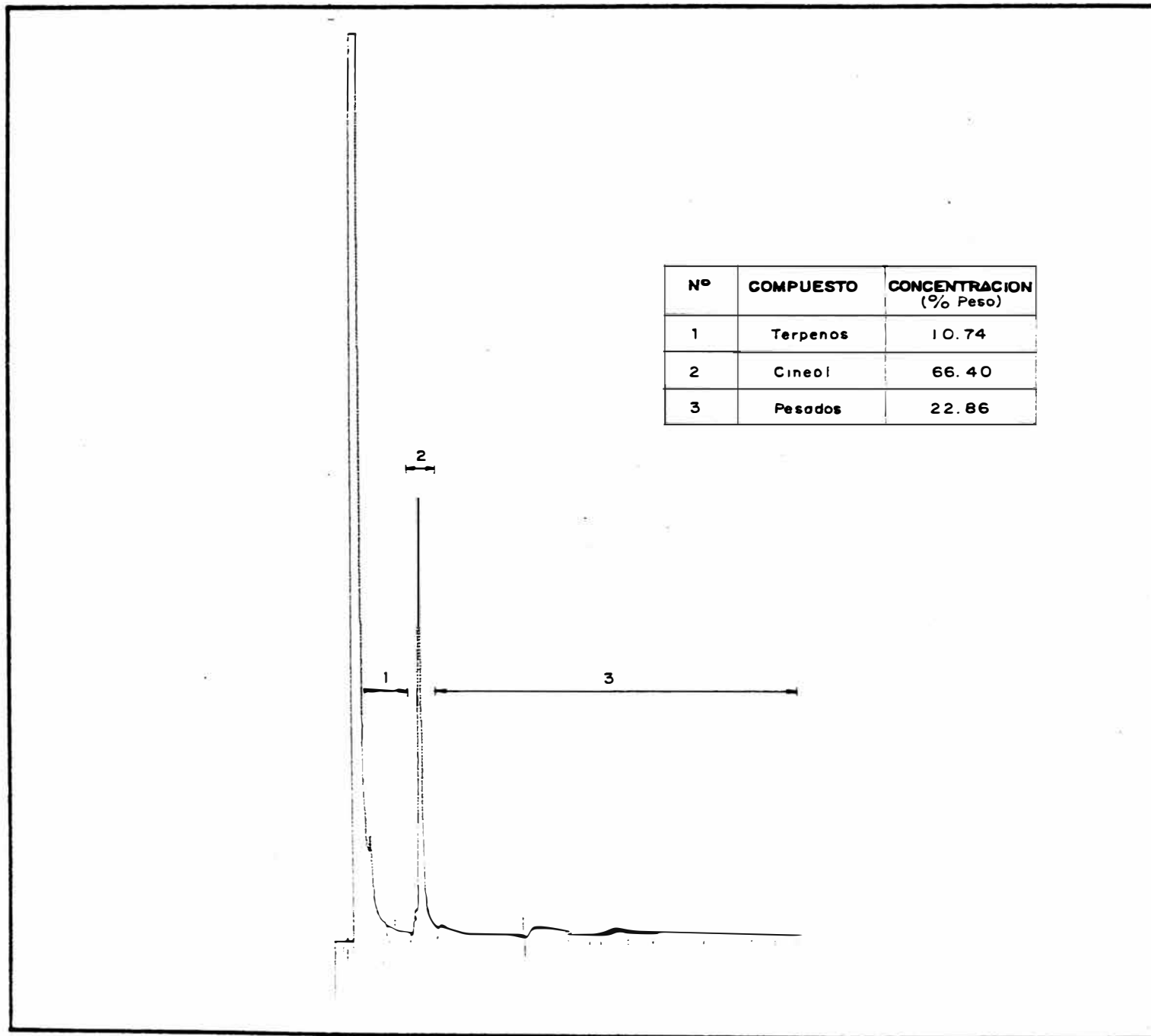
**% de Cineol eliminado=26.73**

De los resultados obtenidos, los "Terpenos" fueron retirados en un 61.94 % de la cantidad que había inicialmente en el aceite crudo el cual viene a ser un porcentaje apreciable de separación, aunque inevitablemente se está perdiendo un 26.73 % del Cineol que había inicialmente, porcentaje relativamente bajo.

Para fijar las condiciones iniciales de la segunda etapa de destilación (destilación de Cineol), fue necesario muestrear el remanente de la destilación de la primera etapa para luego determinar su concentración y de esta manera contar con datos mas exactos ya que los cálculos no consideran las pérdidas que pueden ocurrir durante la destilación. En la Fig. 4.23.se



Fig.4.23. CROMATOGRAMA DE LOS REMANENTES DE LA DESTILACION DE TERPENOS



muestra el cromatograma obtenido junto con las composiciones encontrándose un 10.74 % de "Terpenos", 66.40 % de Cineol, y 22.86 % de "Pesados".

#### 4.3.6.2. DESTILACION DE CINEOL

Para esta etapa se preparó nuevamente un programa de destilación a reflujo variable a partir de una concentración inicial ( $X_{wo}$ ) de 0.6640 de Cineol para obtener un total de 220 cm<sup>3</sup> de destilado con un  $X_D$  fijo de 0.75 de Cineol. En la Tabla 4.20. se muestra el programa de destilación a seguir. Los cálculos realizados para la construcción de dicho programa se encuentran en el Apéndice A.8.3 y A.8.4.

Fijados estos parámetros se procedió a destilar los remanentes de la destilación anterior tomándose muestras según los volúmenes presentados en el programa de destilación haciendo simultáneamente la lectura de temperatura de topes y de fondos hasta alcanzar los 200 cm<sup>3</sup> establecidos.

En la Tabla 4.20. se muestran los resultados obtenidos en esta corrida donde se puede observar que la temperatura de topes va aumentando a medida que procede la destilación hasta un valor de 173.5°C, a partir del cual empieza a disminuir hasta alcanzar los

TABLE 4.20.

PROGRAMA DE DESTILACION DE CINEOL

Volumen inicial de aceite 350 ml  
 Calor suministrado 385.5 Kcal/Hr  
 Volumen a destilar 220 ml

RAZON DE REFLUJO	DESTILADO (ml)
1.782	37
2.147	38
2.788	44
3.762	80

Nº MUESTRA	RAZON DE REFLUJO	VOLUMEN (ml)	T. TOPES (°C)	T. FONDOS (°C)
C1	1.782	20.0	171.0	186.5
C2	1.782	17.5	171.5	188.0
C3	2.147	19.5	172.5	190.0
C4	2.147	19.0	173.0	192.0
C5	2.788	20.0	173.0	195.5
C6	2.788	20.0	173.5	200.0
C7	2.788	4.0	173.0	201.0
C8	3.762	20.0	172.5	204.0
C9	3.762	10.0	170.5	205.0
C10	5.429	10.0	167.0	208.0
C11	5.429	10.0	167.0	208.0
C12	5.429	10.0	166.0	219.0
C13	5.429	10.5	165.0	239.0
C14	5.429	10.0	164.5	251.0

164.5°C. Simultáneamente la temperatura de fondos va aumentando desde 186.5°C hasta 251°C.

Este comportamiento es debido a que existe una buena rectificación durante la destilación, es decir, que todo el calor suministrado en la fase final de la destilación es utilizado para retirar los compuestos más livianos que aún quedan en los fondos, y no para destilar los compuestos más pesados. Ya que cada vez existe menos compuestos livianos, el flujo de vapor de los mismos va disminuyendo ocasionando una disminución en la temperatura de topes. La temperatura de fondos va aumentando a medida que procede la destilación debido a que la composición de los compuestos más pesados se va incrementando al disminuir la cantidad de livianos predominando así la temperatura de los compuestos más pesados.

Nuevamente la solubilidad en alcohol y la desviación polarimétrica fueron análisis determinantes para limitar la segunda etapa aceptándose aquellas muestras que cumplieran con las especificaciones de ITINTEC.

En la Tabla 4.21. se tienen los resultados de los análisis de solubilidad en alcohol donde se observa que todas las muestras, a excepción de dos (la muestra C1 y C2), cumplen la especificación (5 vol. de alcohol como máximo por cada vol. de aceite). En la misma Tabla también se observan los resultados de la desviación

TABLA 4.21.

ANALISIS DE "CINEOL" DESTILADO

Concentración de etanol

70%

NUMERO DE MUESTRA	DESVIACION POLARIMETRICA (20°C)	SOLUBILIDAD EN ALCOHOL (Vol etanol/vol aceite)
C1	11.52	7.50
C2	9.45	5.20
C3	7.97	2.85
C4	6.87	2.50
C5	5.80	2.30
C6	4.95	2.05
C7	4.55	2.00
C8	4.30	1.90
C9	4.07	1.90
C10	3.95	1.90
C11	4.00	1.85
C12	4.12	1.80
C13	4.52	1.90
C14	4.95	2.25
MEZCLA(C2-C14)	5.75	2.10

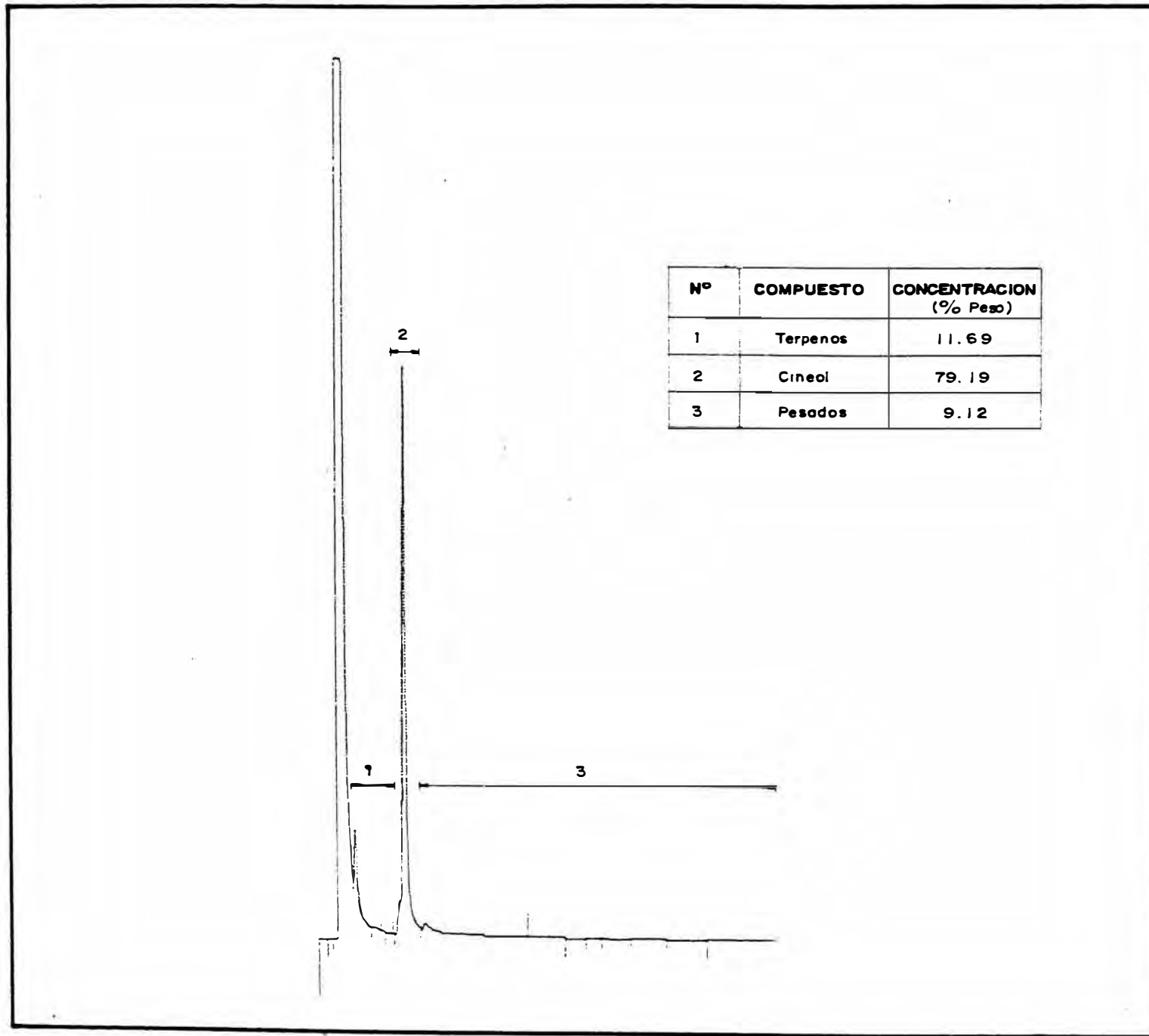
polarimétrica encontrándose que todas las muestras a excepción de una (la muestra C1) cumplen con las especificaciones ( $10^\circ$  como máximo).

Ya que la muestra C2 se encontraba dentro de la especificación de desviación polarimétrica ( $9.45^\circ$ ) y se alejaba muy poco de la especificación de solubilidad en alcohol (5.20 vol.), se aceptó dicha muestra. En cambio la muestra C1 estaba fuera de las dos especificaciones por lo cual se decidió rechazarla.

Posterior a esto se mezclaron las muestras que se encontraban en el rango permisible (C2-C14) para hacerle nuevamente estas dos pruebas, arrojando un valor de 2.10 vol. de alcohol por cada vol. de aceite en solubilidad en alcohol; y un valor de  $5.75^\circ$  en la desviación polarimétrica, resultados bastante aceptables. También se determinaron la densidad ( $0.9249 \text{ g/cm}^3$ ) y el índice de refracción (1.4556)

Luego de esto se determinó la composición de la mezcla por cromatografía de gases encontrándose 11.69 % de "Terpenos", 79.19 % de Cineol y 9.12 % de "Pesados". En la Fig. 4.24. se muestra el cromatograma obtenido al igual que sus composiciones.

Fig. 4. 24. CROMATOGRAMA DE LA MEZCLA DE DESTILADOS DE CINEOL



**Porcentaje de Cineol retirado a partir del aceite esencial crudo**

Peso de Cineol en el aceite crudo :291.26 g  
 Volumen destilado :200 cm<sup>3</sup>  
 Composición de Cineol en destilado :79.19 % en peso  
 Densidad de Cineol :0.9012 g/cm<sup>3</sup>

Peso de Cineol en el destilado= $200 \times 0.9012 \times 0.79$

Peso de Cineol en el destilado=142.39 g

% peso de Cineol retirado= $(142.39/291.26) \times 100$

**% peso de Cineol retirado=48.89%**

Este resultado es un valor aceptable para ser llevado a nivel industrial.

**Rendimiento de la rectificación del aceite esencial de Eucalipto**

Volumen destilado :200 cm<sup>3</sup>  
 Volumen inicial :500 cm<sup>3</sup>

Rendimiento = $(200 \times 0.9012 / (500 \times 0.9102)) \times 100$

**Rendimiento= 39.60 %**



### **Eficiencia de la rectificación del aceite esencial de Eucalipto**

Peso real de destilado= $200 \times 0.9012$

Peso real de destilado=180.24 g

Peso teórico de destilado= $(500 \times 0.9102 \times 0.64 / 0.79)$

Peso teórico de destilado=368.69 g

Eficiencia= $(180.24 / 368.69) \times 100$

**Eficiencia=48.89 %**

### **Comparación con una muestra comercial**

Para averiguar comparativamente las bondades de nuestro producto para el rango comercial de "70-75" se solicitó una muestra comercial a "Sabores Globe del Perú S.A." para hacerle los análisis establecidos por ITINTEC. Los resultados de los mismos se presentan en la Tabla 4.22. en forma comparativa con los resultados de nuestro producto y con las especificaciones dadas por ITINTEC.

De estos resultados se puede apreciar que la composición de Cineol (81.54%) en la muestra comercial es un poco mayor que la de nuestro producto (79.19%), aunque ambas se encuentran por encima del límite superior del rango establecido ("70-75"). También podemos observar que la solubilidad en alcohol de la

TABLE 4.22.

COMPARACION ENTRE MUESTRA COMERCIAL Y PRODUCTO OBTENIDO

	Aceite Comercial	Producto Obtenido	Normas ISO
Densidad Relativa (20/20°C)	0.9257	0.9266	0.906-0.925
Indice de Refracción (20°)	1.4559	1.4556	1.4590-1.4670
Desviación Polarimétrica	3.45°	5.75°	0°-10°
Solubilidad en alcohol al 70% (vol/alcohol/vol aceite)	1.9	2.1	1 vol/ 5 vol
Olor	Alcanforado	Alcanforado	Alcanforado
Contenido de Cineol (% peso)	81.54	79.18	70 mínimo

muestra comercial (1.9 vol. de alcohol por cada volumen de aceite) es bastante parecida a la de nuestro producto (2.1 vol. de alcohol por cada vol. de aceite), y ambos reflejan una solubilidad bastante alta. Por otro lado se tiene una desviación polarimétrica de  $3.45^\circ$  para la muestra comercial, y de  $5.75^\circ$  para el producto obtenido encontrándose estos valores cerca al límite inferior de las especificaciones. También se aprecia que los índices de refracción y las densidades son bastante próximos.

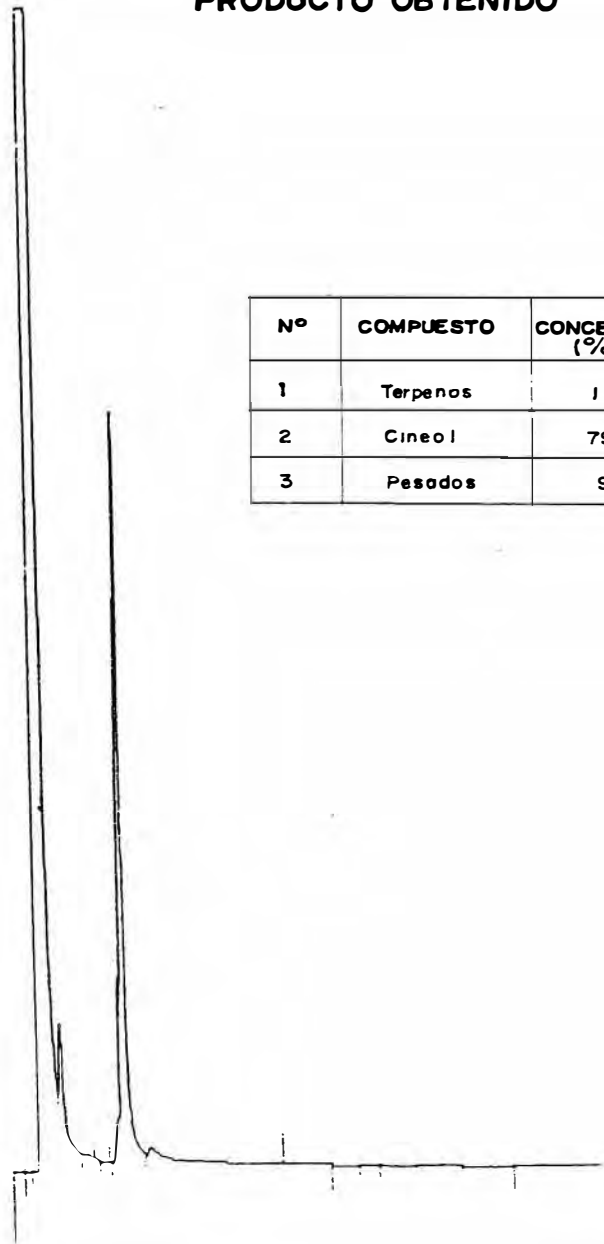
En la Fig. 4.25. se puede apreciar los dos cromatogramas en forma comparativa junto con sus composiciones, teniéndose para la muestra comercial 10.12 % de "Terpenos", 81.54 % de Cineol y " de 8.34 % "Pesados". Tomando como base la muestra comercial, se tiene para el producto obtenido un 15.5 % más de "Terpenos", 2.9 % menos de Cineol, y 9.4 % más de "Pesados".

De todo lo expuesto se puede decir que hemos obtenido el producto comercial deseado y en forma de resumen, en la Tabla 4.23. se tienen las condiciones de operación para obtener este producto comercial en un destilador batch a nivel banco.

A continuación se hará una breve discusión de los resultados obtenidos en esta etapa experimental.

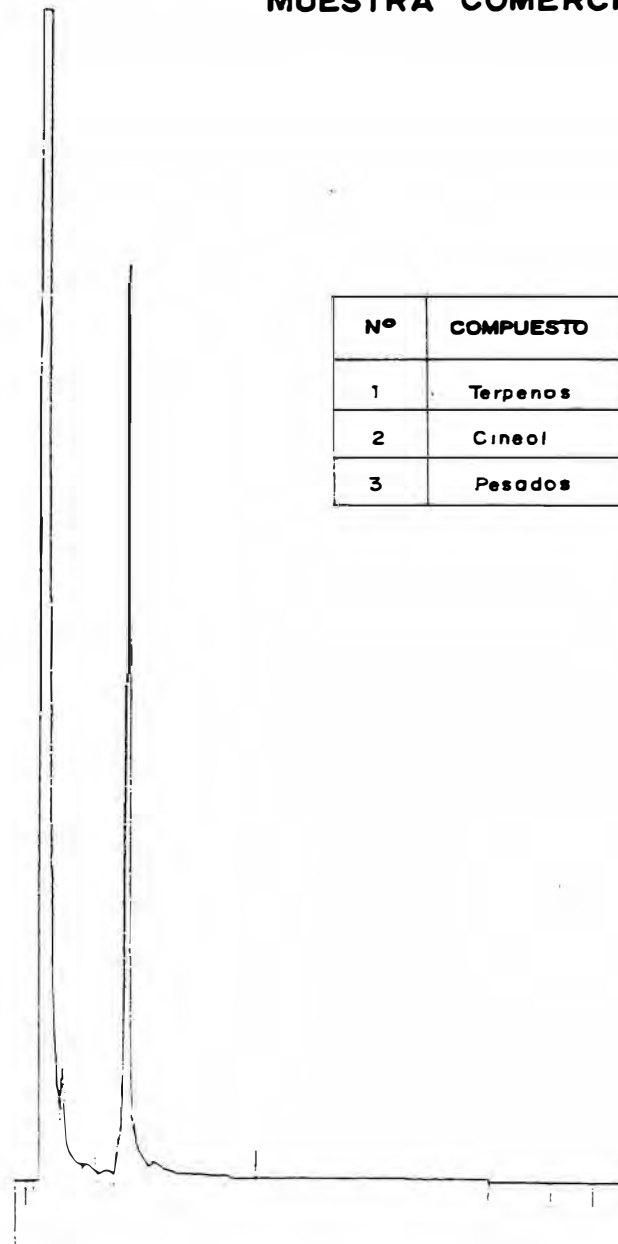
Fig. 4.25. CROMATOGRAMA DE MUESTRA COMERCIAL Y PRODUCTO OBTENIDO

PRODUCTO OBTENIDO



Nº	COMPUESTO	CONCENTRACION (%Peso)
1	Terpenos	11.69
2	Cineol	79.19
3	Pesados	9.12

MUESTRA COMERCIAL



Nº	COMPUESTO	CONCENTRACION (%Peso)
1	Terpenos	10.12
2	Cineol	81.54
3	Pesados	8.34

TABLA 4.23

CONDICIONES DE OPERACION PARA LA DESTILACION  
DE CINCOL AL 75% A NIVEL BANCO

Suministro de calor (Kcal/hr)	365.5
Volumen de "Terpanos" a destilar (ml)	160.0
Temperatura de topos (°C)	153.0-169.0
Temperatura de fondos (°C)	179.0-185.0
Volumen de Cincol a destilar (ml)	160.0
Temperatura de topos (°C)	169.5-175.0
Temperatura de fondos (°C)	186.0-225.0

#### 4.4. DISCUSION DE RESULTADOS

Para poder determinar las composiciones de los productos obtenidos en nuestro desarrollo experimental fue necesario hacer uso del análisis por cromatografía de gases para lo cual se tuvo que hallar la curva de calibración del Cineol obteniéndose como resultado una línea recta, lo suficientemente confiable como para utilizarla en las determinaciones de las composiciones de los productos obtenidos, ya que el coeficiente de correlación obtenido es bastante cercano a la unidad (0.99964).

La materia prima con que se cuenta mostró en sus análisis un contenido de Cineol (64.54%) por debajo de lo establecido por las especificaciones comerciales (mayor de 70 %) con un contenido considerable de "Terpenos" (20.00 %) y "Pesados" (15.46 %), lo que nos conduce forzosamente a una destilación fraccionada.

De los resultados obtenidos para la curva de distribución de "Terpenos" no es posible trazar una línea curva debido a los pocos datos con los que se cuenta, por lo que se correlacionó una recta en el rango de concentraciones en que se trabajó (X que va desde 32.04 hasta 44.13 e Y que va desde 31.08 a 54.63% en peso de "Terpenos") obteniéndose de esta manera menor error. Por el mismo motivo se trazó una línea

recta para la curva de distribución del Cineol para el rango determinado experimentalmente, (X que va desde 57.01 hasta 65.79% e Y que va desde 66.29 hasta 73.65 % en peso de Cineol).

El número de etapas teóricas se determinó graficamente a partir de la curva de distribución del Cineol fijándose las composición de fondos  $X_{w0}$  en 60.29% y de topes  $X_{D1}$  en 73.42% obteniéndose 1.8 etapas teóricas. De la misma manera se procedió con  $X_{w1}$  de 59.50 % y un  $X_{D2}$  de 75.06% resultando 1.9 etapas teóricas. Las cuatro composiciones se hallaron experimentalmente luego de trabajar durante 1 hora a reflujo total en cada uno de los casos. En base a estos resultados se aproximó a 2.0 el número de etapas teóricas.

Para la verificación de las curvas de distribución se construyeron dos programas de destilación considerando para el caso de la destilación de "Terpenos" un valor fijo de  $X_D$  igual a 0.48 obteniéndose experimentalmente un  $X_D$  de 0.4905 dandonos un error del 2.19 % con respecto al  $X_D$  fijado. Para la destilación de Cineol se fijó un  $X_D$  de 0.75 obteniéndose experimentalmente un  $X_D$  de 0.7127 calculándose un error de 4.97 % . Estos resultados nos permitieron utilizar ambas curvas de distribución para

los cálculos posteriores dentro de un grado de confiabilidad.

Para obtener una mejor transferencia de masa se procedió a realizar un estudio del comportamiento de la razón de hervido a medida que se variaba el suministro de calor, encontrándose que a un flujo de calor de 385.5 Kcal/hr existía una mejor separación entre "Terpenos", Cineol y "Pesados". El valor obtenido para la razón de hervido a dicho flujo de calor fue de 0.72 cm<sup>3</sup>/min.

Luego de haber definido la razón de hervido óptima se realizó la destilación del aceite esencial de Eucalipto en dos etapas. La primera tuvo como finalidad la eliminación de la mayor cantidad posible de "Terpenos", obteniéndose, luego de ésta, un producto con una composición al 41.60 % de "Terpenos", habiéndose logrado una eliminación del 61.94 % de la cantidad que había inicialmente en el aceite crudo, siendo éste un porcentaje aceptable para la eliminación de los mismos. Por otro lado se tiene que inevitablemente se está perdiendo un 26.73 % del Cineol que había inicialmente.

En la segunda etapa de destilación se tuvo la finalidad de destilar la mayor cantidad posible de Cineol, de donde se obtuvo un producto con 79.19 % de Cineol, un contenido apreciable del compuesto



terapéutico lo que le da al aceite un mayor valor comercial. Los análisis fisicoquímicos dieron un resultado muy satisfactorio en las propiedades del producto final pudiendose competir con los productos comerciales que se encuentran en el mercado.

Se obtuvo un rendimiento del 39.60 % y una eficiencia del 48.89 % valores aceptables para llevarlo a nivel industrial.

CAPITULO 5

DISEÑO DEL SISTEMA DE  
DESTILACION CONTINUA

## 5. DISEÑO DEL SISTEMA DE DESTILACION CONTINUA

### 5.1 DESCRIPCION DEL PROCESO

Para el presente diseño se considerará un sistema continuo de dos columnas en serie, a la primera (D-I), se alimentará el aceite esencial de Eucalipto crudo obteniéndose una mezcla compuesta principalmente de aldehídos y terpenos como producto de topes y una mezcla compuesta de Cineol y sesquiterpenos como producto de fondos, el cual será alimentado a la segunda columna (D-II), obteniéndose en ésta una mezcla compuesta principalmente de Cineol como producto de topes y sesquiterpenos como producto de fondo.

Las condiciones de operación de las dos columnas de destilación se muestran en la Tabla 5.1. al igual que las composiciones en todas las corrientes.

### 5.2 CAPACIDAD

El sistema de destilación continuo se ha proyectado para una vida útil de 10 años, desde el año 1992 hasta 2001 (Ver Cap. 3.5.)

La producción inicial del sistema será de 52.4 Kg. de aceite esencial de Eucalipto por turno de 8 horas.

cantidad con que se cubrirá el Mercado Nacional y el del Pacto Andino para el año de 1992

Esta producción se irá incrementando de acuerdo a la demanda del producto y a la disponibilidad de materia prima existente, hasta conseguir una capacidad de producción del 100 %.

En el año 2001, el sistema trabajará a su máxima capacidad produciendo 60.5 Kg por turno y es este volumen de producción el que determinó el tamaño de las columnas fijado en 61 kg por turno de 8 horas trabajando un turno por día.

Es importante señalar que el primer año de funcionamiento, el sistema trabajará al 86.5 % de su capacidad instalada produciendo 53 Kg por turno, ello permite mayor flexibilidad del proceso para ajustar de ser necesario, los parámetros y variables del proceso que sean convenientes.

### **5.3. BALANCE DE MASA**

En la Fig. 5.1. se muestra el esquema general del proceso de destilación continua y sus respectivas líneas.

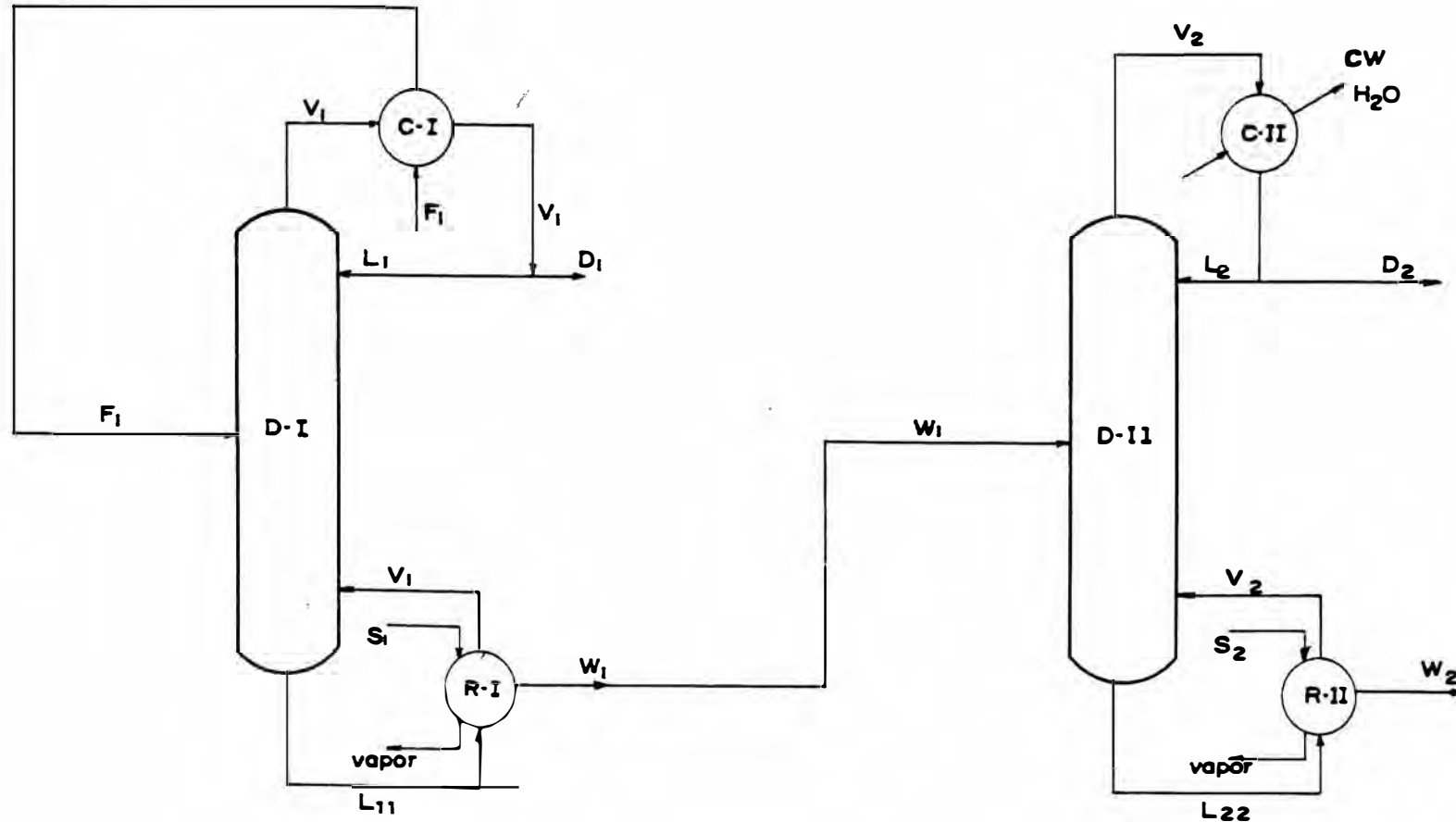
Tabla 5.1.

CONDICIONES DE OPERACION

COLUMNA I Y COLUMNA II

GRUPO	LÍNEA	FLUJO MASAICO Kg/hr	COMPOSICION % de General	TEMPERATURA °C
COLUMNA D-I	Vapores a la salida de D-I (V1)	17.59	0.58	189
	Reflujo a D-I (L1)	12.71	0.58	155
	Líquido a la salida de D-I (L11)	29.00	-	182
	Alimentación a D-I (F1)	16.29	0.64	155
	Destilado de D-I (D1)	4.89	0.58	155
	Fondos de D-I (W1)	11.40	0.66	182
REBOILER R-I	Vapor de entrada a R-I (m1)	2.16	-	185
COLUMNA D-II	Vapores a la salida de D-II (V2)	19.72	0.75	173
	Reflujo a D-II (L2)	6.14	0.75	159
	Líquido a la salida de D-II (L22)	17.54	-	192
	Destilado de D-II (D2)	7.58	0.75	159
	Fondos de D-II (W2)	3.82	0.49	192
REBOILER R-II	Vapor de entrada a R-II (m2)	1.76	-	185
CONDENSADOR D-II	Entrada al agua de enfriamiento (CW2)	77.65	-	20

Fig. 5.1. ESQUEMA GENERAL DEL PROCESO DE DESTILACION CONTINUA



En este balance de masa se consideran tres fracciones representativas del aceite esencial de Eucalipto: "Terpenos", Cineol y "Pesados".

A continuación se detallan los cálculos realizados para el balance de masa.

**Balance de masa global y por componente con respecto al**

**Cineol:**

$$F_1 = W_1 + D_1$$

$$W_1 = W_2 + D_2$$

$$z_{F1} * F_1 = x_{w1} * W_1 + x_{D1} * D_1$$

$$x_{w1} * W_1 = x_{w2} * W_2 + x_{D2} * D_2$$

$$V_1 = D_1 + L_1$$

$$V_2 = D_2 + L_2$$

**Reflujos**

$$R_1 = L_1 / D_1$$

$$R_2 = L_2 / D_2$$

Donde:

$F_1$  =Flujo de alimentación D-I, Kg/hr

$W_1$  =Flujo de fondos en D-I, Kg/hr

$D_1$  =Flujo de destilado en D-I, Kg/hr

$W_2$  =Flujo de fondos de D-II, Kg/hr

$D_2$  =Flujo de destilado en D-II, Kg/hr

$V_1$  =Flujo de vapor de D-I, Kg/hr

$V_2$  =Flujo de vapor de D-II, Kg/hr

$L_1$  =Reflujo a la columna D-I, Kg/hr

$L_2$  =Reflujo a la columna D-II, Kg/hr

$z_{F1}$  =Fracción en peso del Cineol en  $F_1$

$x_{w1}$  =Fracción en peso del Cineol en  $W_1$

$x_{D1}$  =Fracción en peso del Cineol en  $D_1$

$x_{w2}$  =Fracción en peso del Cineol en  $W_2$

$x_{D2}$  =Fracción en peso del Cineol en  $D_2$

Con los datos obtenidos experimentalmente:

$$z_{F1} = 0.6400$$

$$x_{w1} = 0.6640$$

$$x_{D1} = 0.5840$$

$$x_{w2} = 0.4935$$

$$x_{D2} = 0.7500$$

Datos con los que es posible hallar los reflujos de cada una de las columnas.

**Columna D-I (Ver Fig. 5.2.)**

$$R_{MIN} = 1.89$$

$$R_1 = 1.89 * 1.375 \text{ (Treybal)}^{22}$$

$$R_1 = 2.60$$

**Columna D-II (Ver Fig. 5.3.)**

$$R_{MIN} = 0.59$$

$$R_2 = 0.59 * 1.375 \text{ (Treybal)}^{22}$$

$$R_2 = 0.81$$

Con  $D_2 = 7.58 \text{ Kg/hr}$  obtenido de la demanda proyectada y con los valores antes mencionados es posible resolver las ecuaciones propuestas al principio.

$$F_1 = 16.29 \text{ Kg/hr}$$

$$L_1 = 12.71 \text{ Kg/hr}$$

$$D_1 = 4.89 \text{ Kg/hr}$$

$$V_1 = 17.59 \text{ Kg/hr}$$

$$W_1 = 11.40 \text{ Kg/hr}$$

$$L_2 = 6.14 \text{ Kg/hr}$$

$$V_2 = 13.72 \text{ Kg/hr}$$

$$W_2 = 3.82 \text{ Kg/hr}$$

#### 5.4. COLUMNA DE DESTILACION DE TERPENOS D-I

Las condiciones de operación que se consideraron para el diseño de la columna de destilación D-I se fijaron a partir de los resultados obtenidos en el desarrollo experimental.



Fig. 5.2. NUMERO DE PLATOS TEORICOS (D-I)

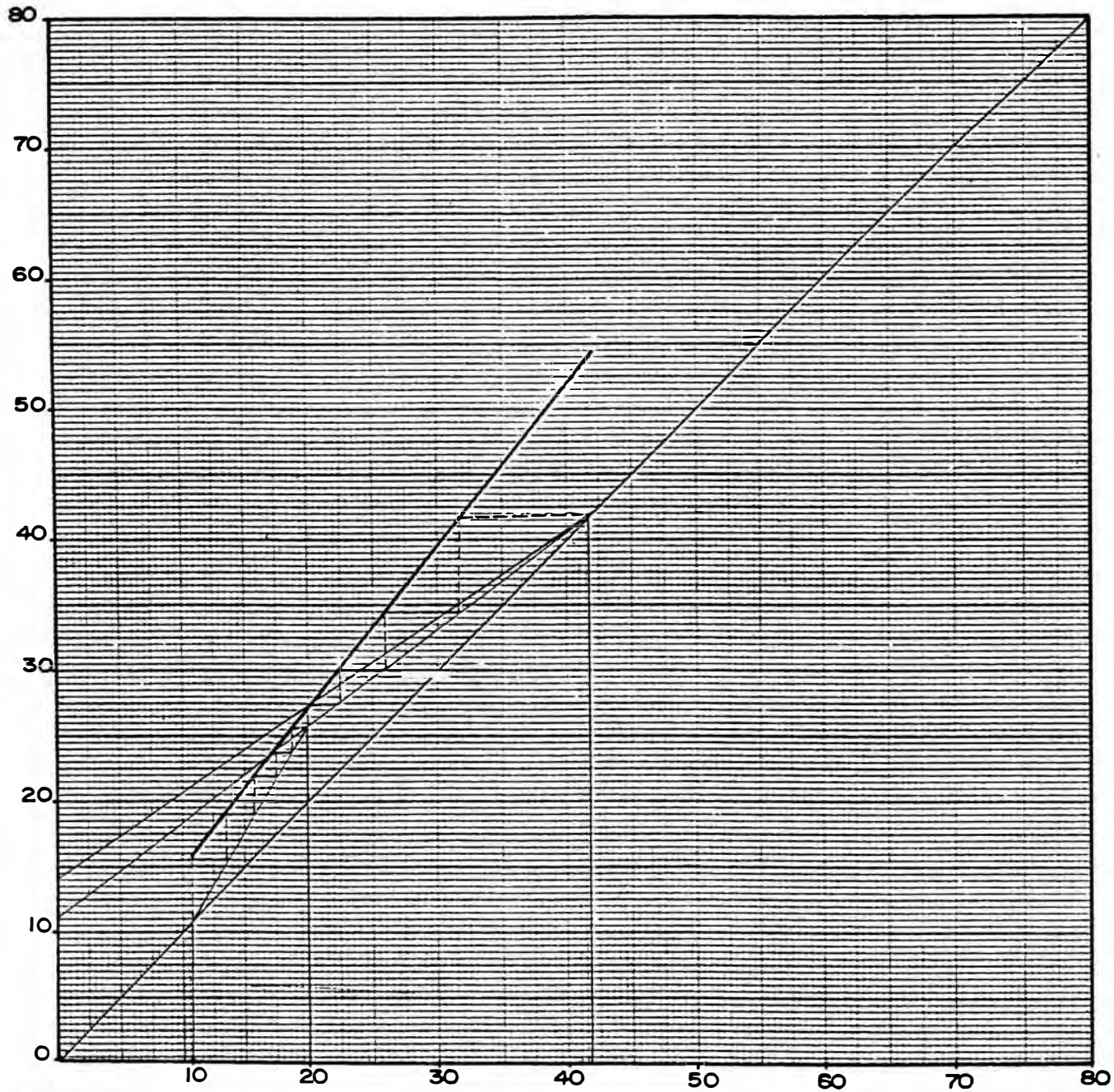
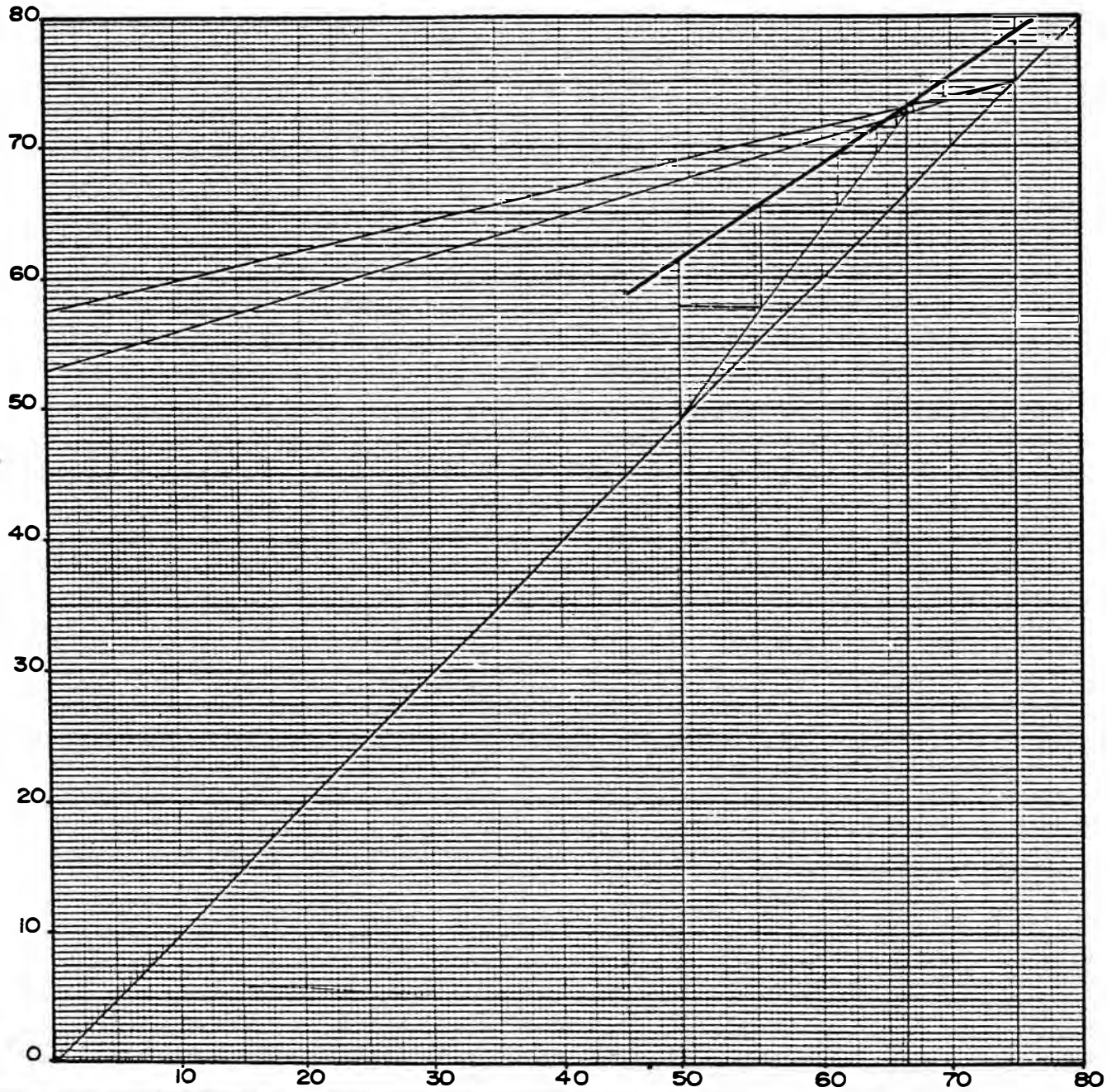


Fig. 5.3. NUMERO DE PLATOS TEÓRICOS (D-II)



Para un flujo de alimentación de 16.29 Kg/hr, un destilado de 4.89 Kg/hr, fondos de 11.40 Kg/hr y un reflujo de 2.60 (Ver Tabla 5.1.) se calculó un diámetro de 0.21 m y una altura de empaque de 2.48 m. A continuación se detallan los cálculos realizados:

Para una alimentación de 64.00%, un destilado de 58.40% y unos fondos de 66.40% de "Cineol" (Ver Tabla 5.1.), se calculó una altura de empaque de 2.48 m, con un relleno de anillos Raschig de cerámica de 3/8 de pulgada.

Cabe notar que esta columna debe ser provista de un condensador total y un rehervidor parcial.

#### Cálculo del flujo de vapor por área experimental ( $G'$ ):

$$V = Rv * \delta_{AEEB}$$

Donde:

$V$  = Razón de hervido, g/seg

$Rv$  = Razón de hervido,  $\text{cm}^3/\text{seg}$

$\delta_{AEEB}$  = Densidad del AEE crudo,  $\text{g}/\text{cm}^3$

Razón de hervido = 0.72  $\text{cm}^3/\text{seg}$  (Cap. 4.3.5.)

$\delta_{AEEB}$  = 0.9102  $\text{g}/\text{cm}^3$

$V = 0.6553$  g/seg

$V = 2.36$  Kg/hr

Sabemos que el diámetro de la columna batch es  $d=0.075$  m y el área:

$$A = \pi * d^2 / 4$$

$$A = 44.18 * 10^{-4} \text{ m}^2$$

Entonces,

$$G' = V/A$$

$$G' = 534.02 \text{ Kg/hr.m}^2$$

$$G' = 14.83 \times 10^{-2} \text{ Kg/seg.m}^2$$

Valor que será escalado a la columnas D-I y D-II

### Cálculo del diámetro de la Columna D-I

$$A_1 = V_1/G'$$

Donde:

$A_1$  = Area transversal de la columna D-I

$$A_1 = 17.59 \text{ Kg/hr} / 534.02 \text{ Kg/hr.m}^2$$

$$A_1 = 3.29 \times 10^{-2} \text{ m}^2$$

Además,

$$A_1 = \pi * D_1^2 / 4$$

Donde:

$D_1$  = Diámetro de la columna D-I

$$D_1 = 20.48 \times 10^{-2} \text{ m}$$

### Cálculo de la altura del empaque

El Número de platos teóricos de la columna D-I,  $N_{PI}$ , fue posible hallarlo con los parámetros antes mencionados como se muestra en la Fig. 5.2.:

$$z_{F1} = 0.6400$$

$$x_{w1} = 0.6640$$

$$x_{D1} = 0.5840$$

$$N = 8 + RH$$

$$N_{PI} = 8 \text{ platos}$$

Así:

$$H_1 = N_{PI} * HETP$$

Donde:

$H_1$  = Altura del empaque de la columna D-I  
 HETP=Altura equivalente de platos teóricos  
 (Cap.4.3.3.2)

$$H_1 = 8 * 0.31 \text{ m}$$

$$H_1 = 2.48 \text{ m}$$

La altura total del empaque debe dividirse en varios lechos individuales. Para anillos Raschig la altura máxima debe ser de tres veces el diámetro del lecho. (Chopey)<sup>25</sup>

Por consiguiente para este caso serán adecuados 4 lechos de 0.62 m.

A continuación se detalla el cálculo de la caída de presión en la columna y el porcentaje de inundación:

### Cálculo de la caída de presión

$$\delta_{v1} = \frac{P * M_{v1}}{R * T}$$

Donde:

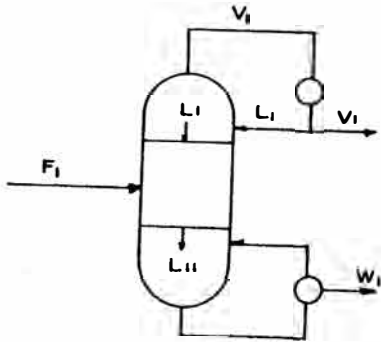
$\delta_{v1}$	= Densidad de $V_1$	Kg/m <sup>3</sup>
P	= Presión de la columna	= 1 atm.
$M_{v1}$	= Peso molecular de $V_1$	= 136.23 Kg/Kmol
R	= Constante de gases ideales	= 0.0821 atm*m <sup>3</sup> /Kmol
T	= Temperatura	= 442.15 °K

$$\delta v_1 = 3.75 \text{ Kg/m}^3$$

La densidad del liquido se halló experimentalmente,

$$\delta_{L1} = 894.93 \text{ Kg/m}^3$$

Considerando el mayor flujo en la columna:



$$L_{11} = F_1 + l_1$$

$$L_{11} = 16.29 + 12.71$$

$$L_{11} = 29.00 \text{ Kg/hr}$$

Calculo de la viscosidad del liquido,  $\mu_{L1}$ :

$$\mu_{L1} = 2.32 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{seg} \quad (\text{Hallado experimentalmente})$$

$$\mu_{L1} = \mu_{L1} \delta_{L1}$$

$$\mu_{L1} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ Kg/m-sec}$$

Para poder ingresar a la Fig. 5.4. (Treybal, pag. 324) 22

$$X = \frac{L_{11}}{V_1} \left( \frac{\delta v_1}{\delta_{L1} - \delta v_1} \right)^{1/2}$$

$$Y = \frac{(G')^2 * (CF * \mu_{L1}^{0.1} * J)}{\delta v_1 (\delta_{L1} - \delta v_1) g_c}$$

Donde:

- CF = Constante del empaque = 1000  
 J = Constante de Joule = 1  
 g<sub>c</sub> = Constante de la gravedad = 1

Reemplazando los valores antes mencionados en las ecuaciones:

$$X = 0.16$$

$$Y = 3.55 \times 10^{-3}$$

Al ingresar a la Fig. 5.4. notamos que la caída de presión (dP), es bastante baja por lo que se consideró el valor más bajo de la gráfica.

$$dP = 50 \text{ (N/m}^2\text{)}/m$$

$$dP_{\text{EMPAQUE}} = 50 * 2.48$$

$$dP_{\text{EMPAQUE}} = 124.00 \text{ N/m}^2$$

Se considerará un distribuidor de flujo en la parte superior de cada lecho, un plato de retención y un soporte en la parte inferior de cada lecho. En la Fig. 5.5. se aprecia un esquema de la torre empacada mostrando dichos accesorios. (Treybal, pag 211)<sup>22</sup>

$$dP_{\text{DISTRIBUIDOR}} = 133 * 4$$

$$dP_{\text{DISTRIBUIDOR}} = 532.00 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{PLATO RETENCION}} = 133 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{SOPORTE}} = 133 * 4$$

$$dP_{\text{SOPORTE}} = 532 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{ACCESORIOS}} = 1197 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{COLUMNA}} = dP_{\text{EMPAQUE}} + dP_{\text{ACCESORIOS}}$$

$$dP_{\text{COLUMNA}} = 1321 \text{ N/m}^2$$

### Porcentaje de inundación

Ingresando nuevamente a la Fig. 5.4., se halla la ordenada de la curva de inundación,

**Fig.5.4. CURVA DE INUNDACION Y CAIDA DE PRESION EN TORRES CON EMPAQUE AL AZAR (TREYBAL)<sup>22</sup>**

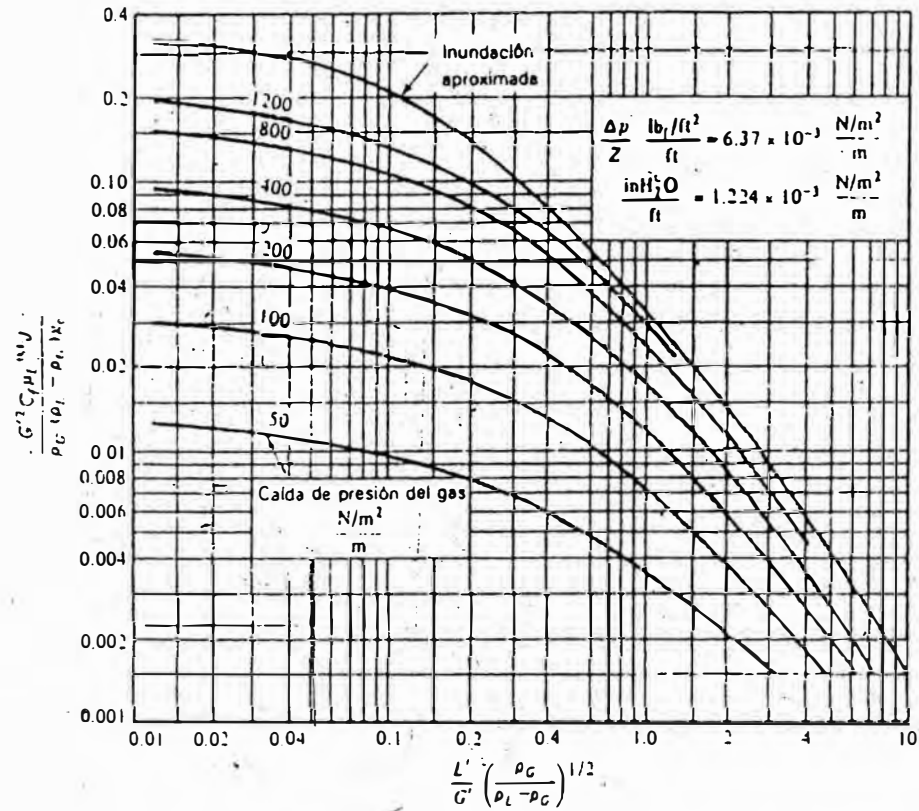
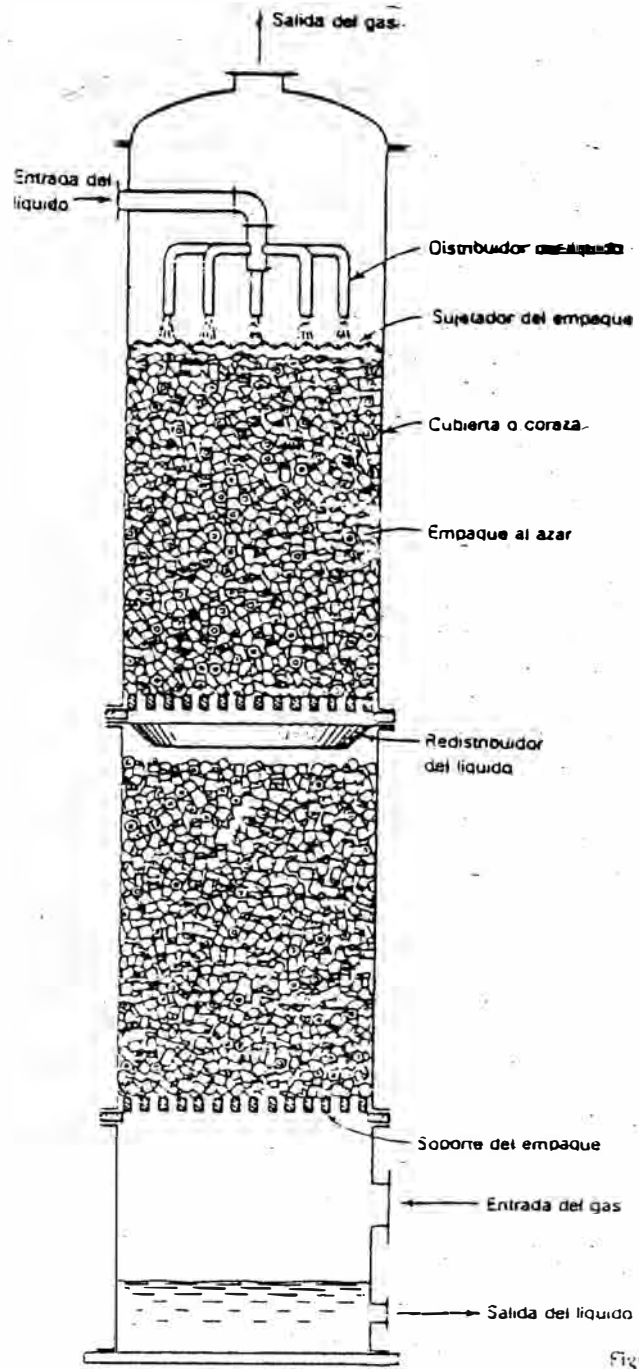




Fig.5.5. ESQUEMA DE TORRE EMPACADA (Treybal)<sup>22</sup>



$$Y = 0.2$$

Con el que se cálculo el  $G_{INUND}$ ,

$$G_{INUND} = 1.11 \text{ Kg/m}^2.\text{seg}$$

$$G_{INUND} = 4008.37 \text{ Kg/m}^2.\text{hr}$$

$$\%Inundación = G' / G_{INUND} * 100$$

$$\%Inundación = 534.02 / 4008.37 * 100$$

$$\%Inundación = 13.32\%$$

### 5.5. COLUMNA DE DESTILACION DEL CINEOL D-II

Para un flujo de alimentación de 11.40 Kg/hr, un destilado de 7.58 Kg/hr, fondos de 3.82 Kg/hr y un reflujo de 0.81 (Ver Tabla 5.1.) se calculó un diámetro de 0.18 m.

Para una alimentación de 66.40%, un destilado de 75.00% y unos fondos de 49.35% de "Cineol" (Ver Tabla 5.1.), se calculó una altura de empaque de 1.86 m, con un relleno de anillos Raschig de cerámica de 3/8 de pulgada.

#### Cálculo del diámetro de la Columna D-II

Siguiendo el mismo procedimiento se obtiene el diámetro para la columna D-II ( $D_2$ ) :

$$A_2 = V_2/G$$

Donde:

$A_2$  = Area transversal de la columna D-II

$$A_2 = 13.72 \text{ Kg/hr} / 534.02 \text{ Kg/hr.m}^2$$

$$A_2 = 2.57 \times 10^{-2} \text{ m}^2$$

Además,

$$A_2 = \pi * D_2^2 / 4$$

Donde:

$D_2$  = Diámetro de la columna D-II

$$D_2 = 18.09 \times 10^{-2} \text{ m}$$

### Cálculo de la altura del empaque de la columna D-II

El Número de platos teóricos de la columna D-II,  $N_{P_{II}}$ , fue posible hallarlo con los parámetros antes mencionados como se muestra en la Fig. 5.3.:

$$x_{w1} = 0.6640$$

$$x_{w2} = 0.4935$$

$$x_{D2} = 0.7500$$

$$N = 6 + RH$$

$$N_{P_{II}} = 6 \text{ platos}$$

Así:

$$H_2 = N_{P_{II}} * HETP$$

Donde:

$H_2$  = Altura del empaque de la columna D-II

HETP = Altura equivalente de platos teóricos  
(Cap.4.3.3.2)

$$H_2 = 6 * 0.31 \text{ m}$$

$$H_2 = 1.86 \text{ m}$$

En este caso serán adecuados 4 lechos de 0.47 m.

A continuación se detalla el cálculo de la caída de presión en la columna y el porcentaje de inundación:

### Cálculo de la caída de presión

De acuerdo a la ecuación de gases ideales y para:

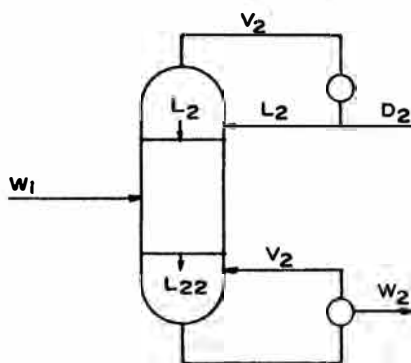
$$\begin{aligned} \delta_{V2} &= \text{Densidad de } V_2 && \text{Kg/m}^3 \\ M_{V2} &= \text{Peso molecular de } V_2 && = 154.24 \text{ Kg/Kmol} \\ T &= \text{Temperatura} && = 449.15 \text{ }^\circ\text{K} \end{aligned}$$

$$\delta_{V2} = 4.18 \text{ Kg/m}^3$$

La densidad del líquido se halló experimentalmente,

$$\delta_{L2} = 906.24 \text{ Kg/m}^3$$

Considerando el mayor flujo en la columna:



$$\begin{aligned} L_{22} &= W_1 + L_2 \\ L_{22} &= 11.40 + 6.14 \\ L_{22} &= 17.54 \text{ Kg/hr} \end{aligned}$$

Cálculo de la viscosidad del líquido,  $\mu_{L2}$ :

$$\mu_{L2} = 2.39 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{seg} \quad (\text{Hallado experimentalmente})$$

$$\mu_{L2} = \mu_{L2} * \delta_{L2}$$

$$\mu_{L2} = 2.17 \times 10^{-3} \text{ Kg/m-seg}$$

Para poder ingresar a la Fig. 5.4. se determinan los valores de X e Y de acuerdo a las ecuaciones y valores antes mencionados para la columna I, obteniéndose:

$$X = 0.08$$

$$Y = 3.14 \times 10^{-3}$$

Al ingresar a la Fig. 5.4. notamos que la caída de presión (dP), es bastante baja por lo que se consideró el valor más bajo de la gráfica.

$$dP = 50 \text{ (N/m}^2\text{)}/m$$

$$dP_{\text{EMPAQUE}} = 50 * 1.86$$

$$dP_{\text{EMPAQUE}} = \mathbf{93.00 \text{ N/m}^2}$$

Se considerará un distribuidor de flujo en la parte superior de cada lecho, un plato de retención y un soporte en la parte inferior de cada lecho.

$$dP_{\text{DISTRIBUIDOR}} = 133 * 4$$

$$dP_{\text{DISTRIBUIDOR}} = 532.00 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{PLATO RETENCION}} = 133 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{SOPORTE}} = 133 * 4$$

$$dP_{\text{SOPORTE}} = 532 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{ACCESORIOS}} = 1197 \text{ N/m}^2$$

$$dP_{\text{COLUMNA}} = dP_{\text{EMPAQUE}} + dP_{\text{ACCESORIOS}}$$

$$dP_{\text{COLUMNA}} = \mathbf{1290 \text{ N/m}^2}$$

### Porcentaje de inundación

Ingresando nuevamente a la Fig. 5.4., se halla la ordenada de la curva de Inundación,

$$Y = 0.1966$$

Con el que se cálculo el  $G_{INUND}$ ,

$$G_{INUND} = 1.17 \text{ Kg/m}^2.\text{seg}$$

$$\mathbf{G_{INUND} = 4220.10 \text{ Kg/m}^2.\text{hr}}$$

$$\%Inundación = G / G_{INUND} * 100$$

$$\%Inundación = 534.02 / 4220.10 * 100$$

$$\mathbf{\%Inundación = 12.65\%}$$

## 5.6. CONDENSADORES

### Condensador I

En la columna de destilación D-I es necesario utilizar un condensador total, para condensar la mayor cantidad de Cineol. Según la Fig. A.7.3. se fijó la temperatura de topes en  $169^{\circ}\text{C}$ , temperatura resultante luego de haber destilado la fracción de "Terpenos" en la última corrida experimental. Se consideró enfriar hasta  $155^{\circ}\text{C}$  para asegurar que todo el Cineol se condense pues a esta temperatura aparece el primer destilado que también contiene Cineol. A continuación se detallan los cálculos realizados.

### Cálculo del calor latente de la mezcla

Según el método de Vetere (Prausnitz)

$$dH_v = R \cdot T_c \cdot T_{br} \cdot \frac{0.4343 \cdot \ln(P_c) - 0.69431 + 0.89584 \cdot T_{br}}{0.37691 - 0.37306 \cdot T_{br} + 0.15075 \cdot P_c^{-1} \cdot T_{br}^{-2}}$$

Donde:

$dH_v$  = Calor latente en Kcal/Kg  
 $R$  = 8.314 J/mol-°K. (Constante universal de los gases)  
 $T_c$  = Temperatura crítica en °K  
 $T_{br}$  = Temperatura reducida °K  
 $P_c$  = Presión crítica en Bar  
 Calor latente de "Terpenos" representado por el pineno:

$$\begin{aligned}
 T_c &= 660^\circ\text{K} \\
 T_{br} &= 0.6435 \\
 P_c &= 29.6 \text{ Bar} \\
 dH_{vt} &= 59.01 \text{ Kcal/Kg}
 \end{aligned}$$

Calor latente de Cineol:

$$\begin{aligned}
 T_c &= 694^\circ\text{K} \\
 T_{br} &= 0.6472 \\
 P_c &= 22.2 \text{ Bar} \\
 dH_{vc} &= 55.65 \text{ Kcal/Kg}
 \end{aligned}$$

Se calculó el calor latente de la mezcla utilizando las siguientes composiciones en peso:

$$\begin{aligned}
 y_T &= 0.416 \\
 y_C &= 0.584
 \end{aligned}$$

$$dH_{v1} = dH_{vt} \cdot y_T + dH_{vc} \cdot y_C$$

$$dH_{v1} = 57.05 \text{ Kcal/Kg}$$

## Cálculo del área del condensador

Cálculo del calor transferido

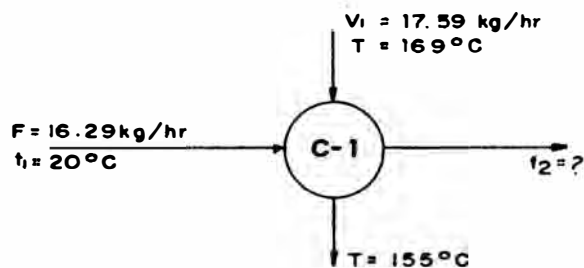
$Q_{c1}$  = Calor perdido por  $V_1$

$$Q_{c1} = dH_{v1} * V_1$$

$$Q_{c1} = 57.05 * 17.59$$

$$Q_{c1} = 1003.47 \text{ Kcal/hr}$$

Cálculo de la temperatura de salida de  $F_1$



$$Q_{c1} = F_1 * C_{pF1} * (t_2 - t_1)$$

Donde

$$C_{pF1} = 45.55 * 10^{-2} \text{ Kcal/Kg.}^\circ\text{C}$$

Despejando se halla:

$$t_2 = 155.17^\circ\text{C}$$

Cálculo del área del condensador

$$A_{c1} = Q_{c1} / (U * LMTD)$$

Donde:

$$U = 97.65 \text{ Kcal/hr.m}^2.^\circ\text{C} \text{ (Coeficiente global de transf.)}$$

$$LMTD = 52.05^\circ\text{C}$$

$$A_{c1} = 19.74 * 10^{-2} \text{ m}^2$$



### Cálculo del número de tubos

Se escogieron tubos de 0.5 pulgadas de diámetro.

$$A_{c1} = \pi * d * L$$

$$L = 19.74 \times 10^{-2} / (\pi * 0.0127)$$

$$L = 5.01 \text{ m}$$

Fijando el largo de tubos en 0.50 m se tiene:

$$N_{\text{TUBOS}} = 5.01 / 0.50$$

$$N_{\text{TUBOS}} = 10$$

Las especificaciones del condensador C-I son:

Calor transferido (Q):	1003.47 Kcal/hr
Superficie de condensación (A):	0.20 m <sup>2</sup>
Coeficiente Global de transferencia (U):	97.65 Kcal/hr
Número de tubos (N):	10 tubos
Número de pasos (P):	2 del lado de los tubos

### Condensador II

En la columna de destilación D-II es necesario utilizar un condensador total, para condensar la mayor cantidad de "Pesados". Según la Fig. A.7.3. se fijó la temperatura de topes en 173°C, temperatura resultante luego de haber destilado la fracción de Cineol en la última corrida experimental. Se consideró enfriar hasta 169°C para asegurar que todos los "Pesados" se

condensen pues a esta temperatura aparece el primer destilado que también contiene "Pesados". A continuación se detallan los cálculos realizados:

### **Cálculo del calor latente de la mezcla**

Calor latente de "Pesados" representado por el Cimeno:

$$\begin{aligned} T_c &= 660^\circ\text{K} \\ T_{br} &= 0.6818 \\ P_c &= 29.3 \text{ Bar} \end{aligned}$$

$$dH_{VP} = 68.93 \text{ Kcal/Kg}$$

Se calculó el calor latente de la mezcla utilizando las siguientes composiciones en peso:

$$\begin{aligned} y_T &= 0.1169 \\ y_C &= 0.7919 \\ y_P &= 0.0912 \end{aligned}$$

$$dH_{V2} = dH_{VT} \cdot y_T + dH_{VC} \cdot y_C + dH_{VP} \cdot y_P$$

$$dH_{V2} = 56.74 \text{ Kcal/Kg}$$

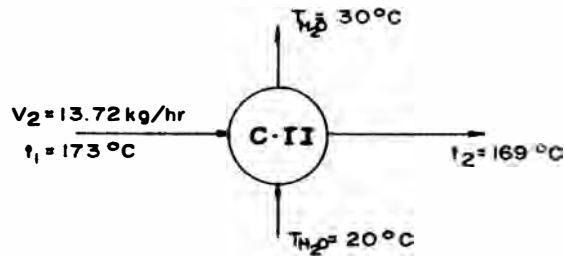
### **Cálculo del área del condensador**

Cálculo del calor transferido

$$Q_{C2} = \text{Calor perdido por } V_2$$

$$\begin{aligned} Q_{C2} &= dH_{V2} \cdot V_2 \\ Q_{C2} &= 56.74 \cdot 13.72 \\ Q_{C2} &= 778.47 \text{ Kcal/hr} \end{aligned}$$

Cálculo del flujo del agua de enfriamiento:



$$Q_{c2} = cw_2 * C_{pm2} * (t_2 - t_1)$$

Donde

$$C_{pm2} = 1.00 \text{ Kcal/Kg.}^\circ\text{C}$$

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

$$t_2 = 30^\circ\text{C}$$

Despejando se halla:

$$cw_2 = 77.85 \text{ Kg/hr}$$

Cálculo del área del condensador

$$Ac_2 = Q_{c2} / (U * LMTD)$$

Donde:

$$U = 97.65 \text{ Kcal/hr.m}^2.^\circ\text{C} \text{ (Coeficiente global de transf.)}$$

$$LMTD = 145.98^\circ\text{C}$$

$$Ac_2 = 5.46 \times 10^{-2} \text{ m}^2$$

Cálculo del número de tubos

Se escogieron tubos de 0.5 pulgadas de diámetro.

$$Ac_2 = \pi * d * L$$

$$L = 5.46 \times 10^{-2} / (\pi * 0.0127)$$

$$L = 1.37 \text{ m}$$

Fijando el largo de tubos en 0.35 m se tiene:

$$N_{\text{TUBOS}} = 1.37/0.35$$

$$N_{\text{TUBOS}} = 4$$

Las especificaciones del condensador C-II son:

Calor transferido (Q):	778.47 Kcal/hr
Superficie de condensación (A):	5.46E-2 m <sup>2</sup>
Coefficiente Global de transferencia (U):	97.65 Kcal/hr
Número de tubos (N):	4 tubos
Número de pasos (P):	2 del lado de los tubos

## 5.7. REHERVIDORES

### Rehervidor I

Según la Fig. A.7.3. se fijó la temperatura de fondos en 182°C, temperatura resultante luego de haber destilado la fracción de "Terpenos" en la última corrida experimental.

Para el destilador D-I se seleccionó un rehervidor parcial ya que nos conviene que la alimentación al destilador D-II sea en fase líquida, de lo contrario si fuera rehervidor parcial, el flujo de vapor que sale del rehervidor y regresa a D-I tendría la misma composición que el flujo de alimentación a D-II y como consecuencia se estaría quedando en D-I parte del

componente que queremos recuperar (Gineol) en D II. A continuación se detallan los cálculos realizados:

### Cálculo del calor latente de la mezcla

Se calculó el calor latente de la mezcla utilizando las siguientes composiciones en peso:

$$x_T = 0.1074$$

$$x_C = 0.6640$$

$$x_P = 0.2286$$

$$dHV_1 = dHV_T * x_T + dHV_C * x_C + dHV_P * x_P$$

$$dHV_1 = 58.62 \text{ Kcal/Kg}$$

### Cálculo del área del rehervidor

Cálculo del calor transferido

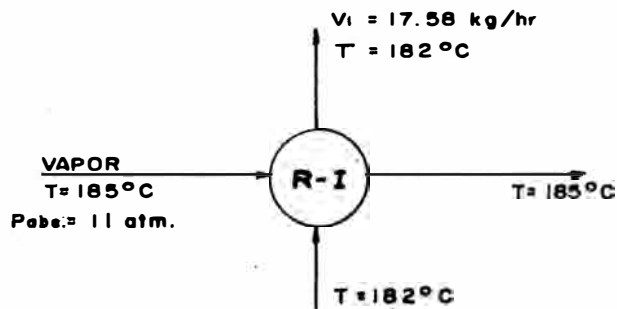
$$Q_{R1} = \text{Calor perdido por } V_1$$

$$Q_{R1} = dHV_1 * V_1$$

$$Q_{R1} = 58.62 * 17.59$$

$$Q_{R1} = 1030.54 \text{ Kcal/hr}$$

Cálculo del flujo de vapor de agua:



$$Q_{R1} = m_1 * dH_{AGUA}$$

Donde

$$d_{HAGUA} = 476.12 \text{ Kcal/Kg}$$

Despejando se halla:

$$m_1 = 2.16 \text{ Kg/hr}$$

Cálculo del área del rehervidor

$$A_{R1} = Q_{R1}/(U*DT)$$

Donde:

$$U = 122.00 \text{ Kcal/hr.m}^2.\text{°C} \quad (\text{Coeficiente global de transf.})$$

$$DT = 3.00\text{°C}$$

$$A_{R1} = 2.82 \text{ m}^2$$

**Cálculo del número de tubos**

Se escogieron tubos de 0.5 pulgadas de diámetro.

$$A_{R1} = \pi * d * L$$

$$L = 2.82/(\pi*0.0127)$$

$$L = 71.00 \text{ m}$$

Fijando el largo de tubos en 1.00 m se tiene:

$$N_{TUBOS} = 72.00/1.00$$

$$N_{TUBOS} = 72$$

Se tienen las siguientes especificaciones para el rehervidor R-I:

Calor transferido (Q):	1030.54 Kcal/hr
Superficie de transferencia (A):	2.82 m <sup>2</sup>
Coeficiente Global de transferencia (U):	122.00 Kcal/hr
Número de tubos (N):	72 tubos
Número de pasos (P):	2 del lado de los tubos

## Rehervidor II

Según la Fig. A.7.3. se fijó la temperatura de fondos en 192°C, temperatura resultante luego de haber destilado la fracción de Cineol en la última corrida experimental.

Para el destilador D-II se seleccionó un rehervidor parcial para evitar que los pesados regresen a la columna, además de ahorrar energía ya que W2 no va a ser evaporado pues necesitamos que permanezca en fase líquida para ser almacenado. A continuación se detallan los cálculos realizados:

### Cálculo del calor latente de la mezcla

Se calculó el calor latente de la mezcla utilizando las siguientes composiciones en peso:

$$x_T = 0.0948$$

$$x_C = 0.4935$$

$$x_P = 0.4117$$

$$dHV_2 = dH_{VT} \cdot x_T + dH_{VC} \cdot x_C + dH_{VP} \cdot x_P$$

$$dHV_2 = 61.12 \text{ Kcal/Kg}$$

### Cálculo del área del rehervidor

Cálculo del calor transferido

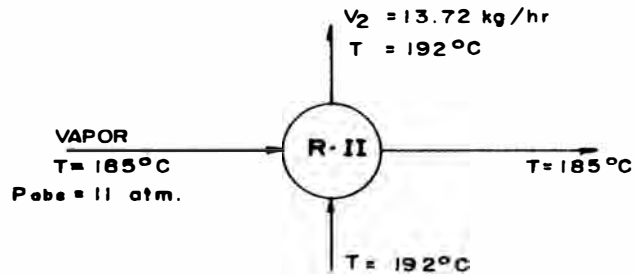
$$Q_{R2} = \text{Calor perdido por } V_2$$

$$Q_{R2} = dHV_2 \cdot V_2$$

$$Q_{R2} = 61.12 \cdot 13.72$$

$$Q_{R2} = 838.57 \text{ Kcal/hr}$$

Cálculo del flujo de vapor de agua:



$$Q_{R2} = m_2 * dH_{\text{AGUA}}$$

Donde

$$dH_{\text{AGUA}} = 476.12 \text{ Kcal/Kg}$$

Despejando se halla:

$$m_2 = 1.76 \text{ Kg/hr}$$

Cálculo del área del rehervidor

$$A_{R2} = Q_{R2} / (U * DT)$$

Donde:

$$U = 122.00 \text{ Kcal/hr.m}^2.\text{°C} \quad (\text{Coeficiente global de transf.})$$

$$DT = 7.00^\circ\text{C}$$

$$A_{R2} = 0.98 \text{ m}^2$$

**Cálculo del número de tubos**

Se escogieron tubos de 0.5 pulgadas de diámetro.

$$A_{R2} = \pi * d * L$$

$$L = 0.98 / (\pi * 0.0127)$$



$L = 24.56 \text{ m}$

Fijando el largo de tubos en 1.00 m se tiene:

$N_{\text{TUBOS}} = 26.00/1.00$

**$N_{\text{TUBOS}} = 26$**

Para el destilador D-II también se seleccionó un rehervidor parcial R-II:

Calor transferido (Q):	838.57 Kcal/hr
Superficie de transferencia (A):	0.98 m <sup>2</sup>
Coeficiente Global de transferencia (U):	122.00 Kcal/hr
Número de tubos (N):	26 tubos
Número de pasos (P):	2 del lado de los tubos

C A P I T U L O 6

E S T I M A C I O N D E C O S T O  
D E L P R O D U C T O

## 6. ESTIMACION DEL COSTO DEL PRODUCTO

### 6.1. INVERSION DE CAPITAL FIJO

Para hacer una estimación de la inversión de capital fijo es necesario realizar algunos cálculos preliminares que detallaremos a continuación:

#### Estimación del Costo de Equipos

Se tiene que todos los items para la inversión de capital fijo están basados en el costo total de los equipos, para lo que es necesario hacer una estimación del costo de cada uno de los equipos más importantes.

#### Columna D-I

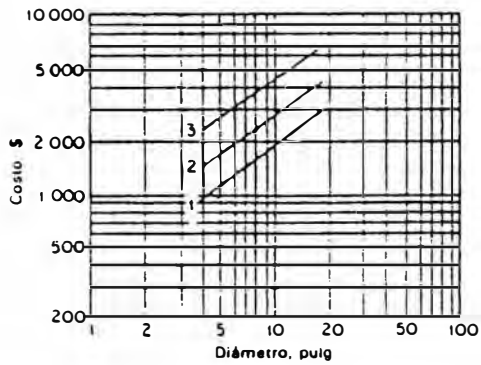
HEMPAQUE - 2.48 m

Se considerará un 25 % adicional de la altura de empaque que incluye la altura de distribuidores, claro de separación entre lechos, faldón y altura por rehervidor.

HEMPAQUE + ACCESORIOS -  $2.48 * 1.25$

HEMPAQUE + ACCESORIOS - 3.10 m <> 10.2 ft

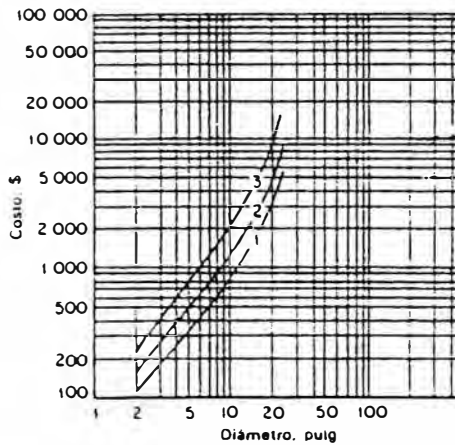
**Fig. 6.1. COSTO DE LA CARCAZA DE UNA COLUMNA DE DESTILACION (PERRY)<sup>19</sup>**



**ENVOLVENTES DE COLUMNAS CON TAPAS:**

Tipo 316 SS, 5 pies; secciones con bridas altas, sin elementos internos, vacío completo a 100 lb/pulg<sup>2</sup> de presión de diseño: 1) altura efectiva de 5 pies; 2) altura efectiva de 10 pies; 3) altura efectiva de 20 pies.

Multiplicadores: acero al carbono, 0.5; tipo 304 SS, 0.77; metal monel, 1.4; Inconel, 1.8; níquel, 1.7.



**ENVOLVENTES DE COLUMNAS CON TAPAS:**

Vidno, 5 pies; secciones de bridas altas, sin elementos internos ni estructura de soporte: 1) 5 pies de altura efectiva; 2) 10 pies de altura efectiva; 3) 20 pies de altura efectiva.

Con los siguientes parámetros se ingresa a la Fig. 6.1.:

$D_1 = 0.21 \text{ m} \langle \rangle 8.3 \text{ pulg}$

Altura efectiva = 10.2 ft

Material = Acero 316 SS

obteniendo :

**Costo de la carcaza de la columna D-I= \$2,200**

Con  $D_1$  se ingresa a la Fig. 6.2. considerándose las especificaciones siguientes para el empaque y cada uno de los accesorios.

Empaque : anillos Raschig de porcelana vaciados al azar.

Costo por empaque = \$ 25

Plato de soporte de empaque : Tipo 316 SS, 4 unidades.

Costo por soporte de empaque =  $65 * 4$

Costo por soporte de empaque = \$260

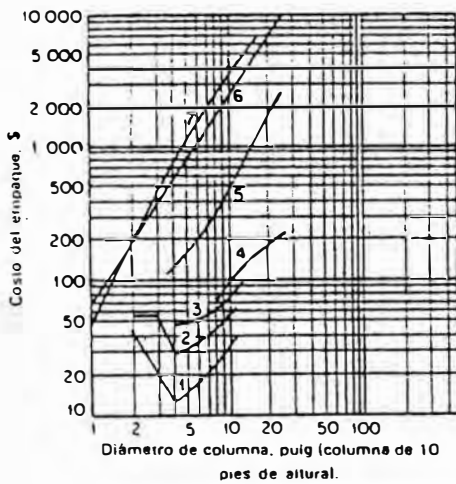
Plato de retención de empaque : Tipo 316 SS, 1 unidad.

Costo por retención de empaque = \$80

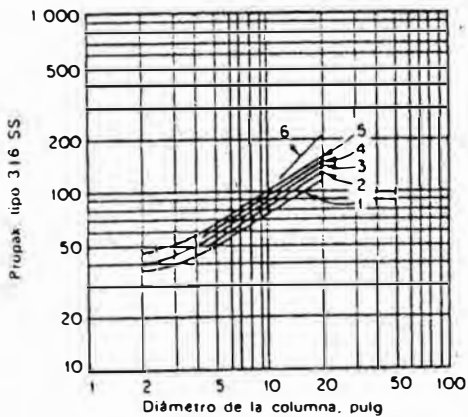
Plato distribuidor de líquido : Tipo 316 SS, 4 unidades

Costo por distribuidor de líquido =  $90 * 4$

**Fig. 6. 2. COSTO DE LOS ELEMENTOS INTERNOS DE UNA COLUMNA EMPACADA (PERRY)<sup>19</sup>**



**COLUMNA EMPACADA:** costo total del empaque para 10 pies de altura (diámetro de piezas de empaque vaciadas al azar: aproximadamente un octavo del diámetro de la columna): 1) anillos Raschig, de porcelana; 2) sillas Intalox, de porcelana; 3) anillos Pall, polipropileno; 4) sillas Intalox, polipropileno; 5) anillos Pall, tipo 316 SS; 6) Hyoperfil (metal tejido) tipo 316 SS; 7) Proopak, tipo 316 SS.



**ELEMENTOS INTERNOS DE LA COLUMNA.** Para columnas empacadas: 1) plato de soporte del empaque, tipo 316 SS; 2) placa distribuidora de líquido, de cerámica; 3) plato de retención del empaque, tipo 316 SS; 4) plato de soporte del empaque, de cerámica; 5) plato distribuidor de líquido, tipo 316 SS; 6) plato de soporte del empaque, FRP.

Costo por distribuidor de líquido = \$360

Costo total de la columna D-I = \$2,925

Estos datos están basados en el año 1969. para este año se tuvo un índice de costos de 279.00 y para el año 1991 fue de 353.60

Costo total de la columna D-I =  $\$2925 \times 353.6 / 279$

Costo total de la columna D-I = \$3,710

## Columna II

HEMPAQUE = 1.86 m

Se considerará un 25 % adicional de la altura de empaque que incluye la altura de distribuidores, claro de separación entre lechos, faldón y altura por rehervidor.

HEMPAQUE + ACCESORIOS =  $1.86 \times 1.25$

HEMPAQUE + ACCESORIOS = 2.33 m <> 7.63ft

Con los siguientes parámetros se ingresa a la Fig.

6.1.:

D<sub>2</sub> = 0.18 m <> 7.1 pulg

Altura efectiva = 7.63ft

Material = Acero 316 SS

obteniendo :

**Costo de la carcaza de la columna D-II = \$1,750**

Con D<sub>2</sub> se ingresa a la Fig. 6.2. considerándose las especificaciones siguientes para el empaque y cada uno de los accesorios.

Empaque : anillos Raschig de porcelana vaciados al azar.

Costo por empaque = \$ 16

Plato de soporte de empaque : Tipo 316 SS, 6 unidades.

Costo por soporte de empaque = 60 \* 6

Costo por soporte de empaque = \$360

Plato de retención de empaque : Tipo 316 SS, 1 unidad.

Costo por retención de empaque = \$70

Plato distribuidor de líquido : Tipo 316 SS, 6 unidades

Costo por distribuidor de líquido = 80 \* 6

Costo por distribuidor de líquido = \$480

**Costo total de la columna D-II = \$2,676**



Estos datos están basados en el año 1969. para este año se tuvo un índice de costos de 279.00 y para el año 1991 fue de 353.60

Costo total de la columna D-II =  $\$2676 * 353.6 / 279$

**Costo total de la columna D-II = \$3,400**

### Condensador I

Diámetro de la Coraza de C-I,  $D_c = 0.1524$  m

Número de tubos = 10

Longitud de tubos = 0.50 m

Se estimó un 5% de la longitud del tubo para codos.

$$L_T = 0.50 * 1.05$$

$$L_T = 0.5250\text{m}$$

Se estimó un 15% de la longitud del tubo para estimar la longitud de la coraza.

$$L_c = 0.525 * 1.15$$

$$L_c = 0.6038 \text{ m}$$

$$A_c = 2 * (\pi * D_c^2 / 4) + \pi * D_c * L_c$$

$$A_c = 0.3238 \text{ m}^2$$

Sabemos que el precio de una plancha de acero inoxidable 316 es de \$218.60/m<sup>2</sup> y el precio del tubo de acero de 0.5 pulg es de \$46/m. (Datos obtenidos de SANDVIK del Perú)

$$\text{Costo de la coraza} = 0.3238 * 218.6$$

$$\text{Costo de la coraza} = \$71$$

$$\text{Costo de los tubos} = 10 * 0.525 * 46$$

$$\text{Costo de los tubos} = \$242$$

$$\text{Costo total de C-I} = \$313$$

Condensador II

$$\text{Diámetro de la Coraza de C-II, } D_c = 0.2540 \text{ m}$$

$$\text{Número de tubos} = 4$$

$$\text{Longitud de tubos} = 0.35 \text{ m}$$

Se estimó un 5% de la longitud del tubo para codos.

$$L_T = 0.35 * 1.05$$

$$L_T = 0.3675 \text{ m}$$

Se estimó un 15% de la longitud del tubo para estimar la longitud de la coraza.

$$L_c = 0.3675 * 1.15$$

$$L_c = 0.4226 \text{ m}$$

$$A_c = 2 * (\pi * D_c^2 / 4) + \pi * D_c * L_c$$

$$A_c = 0.4386 \text{ m}^2$$

Con los mismos precios anteriormente citados se estimaron los costos.

$$\text{Costo de la coraza} = 0.4386 * 218.6$$

$$\text{Costo de la coraza} = \$96$$

$$\text{Costo de los tubos} = 4 * 0.3675 * 46$$

$$\text{Costo de los tubos} = \$68$$

$$\text{Costo total de C-II} = \$164$$

### Reboiler I

$$\text{Diámetro de la Coraza de R-I, } D_c = 0.8230 \text{ m}$$

$$\text{Número de tubos} = 72$$

$$\text{Longitud de tubos} = 1.00 \text{ m}$$

Se estimó un 5% de la longitud del tubo para codos.

$$L_T = 1.00 * 1.05$$

$$L_T = 1.05\text{m}$$

Se estimó un 15% de la longitud del tubo para estimar la longitud de la coraza.

$$L_c = 1.05 * 1.15$$

$$L_c = 1.4500 \text{ m}$$

$$A_c = 2 * (\pi * D_c^2 / 4) + \pi * D_c * L_c$$

$$A_c = 4.8127 \text{ m}^2$$

Con los mismos precios anteriormente citados se estimaron los costos.

$$\text{Costo de la coraza} = 4.8127 * 218.6$$

$$\text{Costo de la coraza} = \$1,052$$

$$\text{Costo de los tubos} = 72 * 1.05 * 46$$

$$\text{Costo de los tubos} = \$3,478$$

$$\text{Costo total de R-I} = \$4,530$$

**Reboiler II**

Diámetro de la Coraza de R-II,  $D_c = 0.2540$  m

Número de tubos = 26

Longitud de tubos = 1.00 m

Se estimó un 5% de la longitud del tubo para codos.

$$L_T = 1.00 * 1.05$$

$$L_T = 1.05\text{m}$$

Se estimó un 15% de la longitud del tubo para estimar la longitud de la coraza.

$$L_c = 1.05 * 1.15$$

$$L_c = 1.4500 \text{ m}$$

$$A_c = 2 * (\pi * D_c^2 / 4) + \pi * D_c * L_c$$

$$A_c = 1.2584 \text{ m}^2$$

Con los mismos precios anteriormente citados se estimaron los costos.

$$\text{Costo de la coraza} = 1.2584 * 218.6$$

$$\text{Costo de la coraza} = \$276$$

Costo de los tubos =  $26 \times 1.05 \times 46$

Costo de los tubos = \$1,256

**Costo total de R-II = \$1,532**

**Costo total por equipos = \$12,925  $\approx$  \$13,000**

En la Tabla 6.1. se muestra un resumen de los costos de los equipos principales del sistema.

Luego se estimará la Inversión de Capital fijo con los siguientes porcentajes del costo de los equipos:

Costos directos	Factor
Costo de instalación	15
Tuberías	45
Instrumentación	10
Costos directos	Factor
Construcción y estructura	10
Auxiliares	25
Líneas exteriores	15

Costos indirectos (% de (equipos + costos directos))

TABLA 6.1.

COSTO DE EQUIPOS

EQUIPOS PRINCIPALES	(U.S. \$)
Columna de Destilación I	3710.00
Columna de Destilación II	2676.00
Condensador I	313.00
Condensador II	164.00
Reboiler I	4530.00
Reboiler II	1532.00
COSTO TOTAL	12925.00

Ingeniería y construcción	30
Contingencias	20

Los resultados de estos cálculos se encuentran en la Tabla 6.2.

## 6.2. COSTO DEL PRODUCTO

El costo del producto se estimó de la manera siguiente.

Materia prima =  $4\$/\text{Kg} * 16.29 \text{ Kg/hr} * 8 \text{ hr} * 330 \text{ días/año}$

Materia prima = 172,022.40 \$/año

Mano de obra = 10% Costo directo de producción

Supervisión = 15% de Mano de Obra

Electricidad y agua = 15% del Costo directo de  
producción

Mantenimiento y suministro = 1.00% de la Inversión de  
Capital fijo

Gastos de laboratorio = 60% de la Mano de Obra



TABLA 8.2.

INVERSION DE CAPITAL FIJO

COSTOS DIRECTOS	(U.S. \$/año)
Equipos	12925.00
Costo de Instalación	1938.75
Tuberías	5810.25
Instrumentación	1292.50
Construcción y Estructura	1292.50
Auxiliares	3231.25
Líneas Exteriores	1938.75
TOTAL	28435.00
COSTOS INDIRECTOS	
Ingeniería y Construcción	8530.50
Contingencias	5687.00
TOTAL	14217.50
COSTO TOTAL DE CAPITAL FIJO	42652.50

De acuerdo a todos estos costos se tiene la siguiente ecuación:

$C = \text{Costos directos de producción}$

$$C = 172,022.40 + 0.325 * C + 426.52$$

resolviendo se tiene:

$$C = 255479.88 \text{ \$/año}$$

Con este valor se completa la Tabla 6.3. de acuerdo a los porcentajes citados.

En la Tabla 6.4 se presenta el resumen de la estimación del costo del producto en donde se obtuvo 6.93 \\$/Kg al dividir el costo total del producto entre la materia prima requerida anualmente (43005.60 Kg/año).

TABLA 6.3.

COSTOS DIRECTOS DE PRODUCCION

	(U.S. \$/año)
Materia Prima	172022.40
Mano de Obra	25547.99
Supervisión	3832.20
Electricidad y agua	38321.98
Mantenimiento y Suministros	426.53
Gastos de Laboratorio	15328.79
<b>COSTO TOTAL</b>	<b>255479.88</b>

**TABLA 6.4.**

**COSIO DEL PRODUCCIO**

<b>COSTOS FIJOS (\$/AÑO)</b>	<b>42652.50</b>
<b>COSTOS DIRECTOS DE PRODUCCION (\$/AÑO)</b>	<b>255479.88</b>
<b>COSTO TOTAL DEL PRODUCCIO (\$/AÑO)</b>	<b>298132.38</b>
<b>COSTO UNITARIO DEL PRODUCCIO (\$/KG)</b>	<b>6.93</b>

C A P I T U L O 7

C O N C L U S I O N E S

Y

R E C O M E N D A C I O N E S

## 7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 7.1. CONCLUSIONES

En este estudio se ha establecido un proceso tecnológicamente viable para la producción de aceite esencial de Eucalipto rectificado con una concentración de Cineol aceptable a nivel comercial, obtenido a partir del aceite crudo extraído por arrastre de vapor de las hojas de Eucalipto Glóbulus.

El producto obtenido a nivel Banco en base al método empleado cumple con las especificaciones fisicoquímicas establecidas por las normas ISO.

Este proceso ha sido seleccionado entre otros por ajustarse ventajosamente a las condiciones económicas, disponibilidad de materia e insumos de nuestro país.

Comercialmente el método más usado para la refinación de aceites esenciales es la rectificación. Para este caso en especial se empleó debido al uso que tiene el Cineol en la farmacopea la cual no permite una posible contaminación al mezclarlo con otros productos (solventes).

En el Perú contamos con una gran producción de Eucalipto en toda la Sierra peruana, pese a ello, sus hojas no tienen un uso significativo lo que nos brinda un mejor panorama para llevar a cabo la industrialización del aceite esencial.

El producto obtenido está orientado hacia la industria farmacéutica nacional y del Pacto Andino, por tratarse de países consumidores y no productores del aceite esencial.

El método desarrollado para la rectificación del aceite esencial tiene como finalidad proveer las pautas a seguir por posteriores investigaciones afines para luego poder formar junto con todas ellas un parque industrial de aceites esenciales.

El parámetro más importante a controlar es la temperatura debido a que ella define el compuesto que se está destilando por lo cual se debe tener mucho cuidado en el suministro de energía.

## 7.2. RECOMENDACIONES

Sería recomendable el realizar pruebas experimentales a nivel Banco a una presión menor que la atmosférica con la finalidad de mejorar las características organolépticas del aceite esencial rectificado.

En el proceso recomendado los productos de topes de la primera columna y los productos de fondos de la segunda son deshechados; por lo cual se recomienda el estudio de los posibles usos que puedan tener.

Es aconsejable que la materia prima, el aceite esencial crudo, sea obtenido a través de un proceso de extracción exclusivamente de las hojas de Eucalipto sin considerar los troncos.

Se recomienda tomar precauciones especiales en la preservación tanto del aceite crudo como del rectificado a fin de evitar la oxidación de los mismos por el contacto con el aire o la humedad, para lo cual se pueden utilizar antioxidantes que no afecten las propiedades del mismo.

La composición del aceite crudo de Eucalipto puede variar de acuerdo a su lugar de origen dependiendo de su edad, clima, etc., por lo tanto es conveniente utilizar aceite crudo proveniente de otras plantaciones del Perú.



C A P I T U L O    8

B I B L I O G R A F I A

## 8. BIBLIOGRAFIA

- 1.- Cozzo Domingo, "Eucalyptus y Eucaliptotecnia",  
Editorial El Ateneo, Buenos Aires, Argentina,  
1961.
- 2.- Penfold A.R., Willis J.L., "The Eucalypts, Botany,  
Cultivation, Chemistry, and Utilization", Printed  
in Great Britain at the University press Aberdeen,  
London-Leonard Hill Books Ltd, 1961.
- 3.- Centro de Comercio Internacional CCI/UNCTAD/GATT,  
"Estudio de distintos productores y de mercados  
importantes financiados por el gobierno de  
Dinamarca" Ginebra, 1986.
- 4.- Schwartz Enrique, Parraga Roberto, "Las  
plantaciones de Eucalipto en el Departamento de  
Junín", Instituto Nacional Forestal y de Fauna,  
Proyecto PNUD/FAO/PER/81/002, Fortalecimiento de  
los preogramas de desarrollo forestal en Selva  
Central, 1982.
- 5.- Poore M.E.D., Fries C., "Efectos Ecológicos de los  
Eucaliptos", Estudio FAO Montes, ONU para la  
Agricultura y la Alimentación, Roma, 1981.
- 6.- Craveri C., "Ezzenza Naturali, Estrazione,  
Carrater, Analisi", Editore Libriadela ReaL,  
Seconda Edicione ampliata, Ulrico Hoepli, Casa  
Milano, Italia, 1927.
- 7.- Nagatani N.C., Santivañez R.E., Fuentes L.,

- "Estudio de la industrialización del Eucalipto",  
Universidad Nacional de Ingeniería, 1968, Tesis.
- 8.- Ocaña D.J., "Determinación del Rendimiento de  
Aceite Esencial y Contenido de Cineolde Eucayptus  
Glóbullus Labill del Callejón de Huaylas",  
Universidad Nacional Agraria, 1983, Tesis.
- 9.- Vega S.T., "Planta de Extracción de Aceite  
Esencial a partir de las hojas de Eucalipto  
(Estudio de Pre-factibilidad)", Universidad  
Nacional Agraria, 1976, Tesis.
- 10.-FAO, "World Eucalyptus Conference", Roma, 1956.
- 11.-Font Quer P., "Plantas Medicinales, El Dioscórides  
Renovado", Editorial Labor S.A. Tercera Edición,  
España, 1976.
- 12.-Robbins S.R.J., "Selected Markets for the  
Essential Oil of Lemongress, Citronella and  
Eucalyptus", Tropiacal Products Institute, London,  
Marzo 1983.
- 13.-Bello J., Hidalgo A., "Infrared Anlysis of  
Essential Oils", Public for Hayden & Son LTD. in  
cooperation with Sadtler Research Laboratories  
Inc., Philadelphia, Hayden, 1971.
- 14.-Güenter E., "The Essential Oils", D. Von Nostrand  
Company, Inc. Princeton, New Jersey, New York,  
1952.
- 15.-Centro de Investigación y Capacitación Forestal

- (CICAFOR), "Proyecto Específico Forestal", Cajamarca.
- 16.-Pulgar J., "El Eucalipto", 1952.
- 17.-Lock de Ugaz O., "Investigación Fitoquímica, Métodos en el Estudio de Productos Naturales", Pontificia Universidad Católica del Perú, Fondo Editorrial, 1988.
- 18.-Masada Y., "Análisis of Essential Oils by Gas Chromatography and Mass Spectrometry", New York, Wiley, 1976.
- 19.-Perry R., Chilton C., "Biblioteca del Ingeniero Químico", Mc Graw-Hill, Mexico, 1986.
- 20.-Polish Academy of Sciences, Institute of Physical Chemistry, "Vapor-Liquid Equilibria in multicomponent systems", Warszawa-Jablonna, Edited by Stanislaw Malanowski, Poland, 1980.
- 21.-Boschmann E., "Ingeniería Química",
- 22.-Treybal R., "Operaciones de Transferencia de masa", Segunda edición, Mexico.
- 23.-Ludwig E., "Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants", Volumen II, Gulf Publishing Company, Segunda Edición, Houston, Texas, USA, 1964.
- 24.-Exxon Research and Engineering Company, "Exxon Design Practices", Tomo III, Florham Park, N.J., Octubre 1980.
- 25.- Chopey N., Hicks T., "Manual de Cálculos de

- Ingeniería Química", Mc. Graw-Hill, Mexico, 1986.
- 26.-Foust A., Wenzel L. "Principios de Operaciones Unitarias", Editorial continental, Mexico, 1985.
- 27.-Peters M., Timmerhaus K., "Diseño de Plantas y su Evaluación Económica para Ingenieros Químicos", Editorial Géminis S.R.L., Buenos Aires, Argentina, 1978.
- 28.-Castro R., Vargas R., "Proyecto de Investigación Tecnológica para Refinar Aceites Esenciales Extraídos de la Corteza de Limón y Naranja de Consumo Nacional", Volumen I, 1980, Tesis.
- 29.-Kern D., "Procesos de Transferencia de Calor", Compañía Editorial Continental, Mexico, 1986.
- 30.-Sopena, Diccionario Enciclopédico, Ed. Sopena, Barcelona, 1970.
- 31.-ITINTEC, Aceite Esencial de Eucalyptus Glóbulus, Perú, Normas N° P.319.075 al P.319.086, 1974.
- 32.-Ministerio de Comercio, Lista de Importaciones y Exportaciones, Dirección General de Estadística, Informática, Lima.
- 33.-Ministerio de Agricultura, Vademecum forestal, Dirección General Forestal y de Fauna, Lima Perú.1981.
- 34.-Acuerdo de Cartagena, División de Informática, Lista de Importaciones y Exportaciones del Pacto Andino, Lima-Perú, 1989.
- 35.-Reid R., Prausnitz J., Poling B., "The Properties

- of Gases and Liquids", Mc. Graw-Hill Book Company, Cuarta Edición, New York, 1986.
- 36.-Ocon J., Tojo G., "Problemas de Ingeniería Química", Edición Aguilar, Chile, 1970.
- 37.-Mc. Cabe W., Smith J., "Operaciones Básicas de Ingeniería Química", Editorial Reverté, España, 1981.
- 38.-Cornell D., "Mass Transfer efficiency-Packed columns-Part 1 Chemical Engineering Progress, Vol. 56, N<sup>o</sup> 7, Julio 1960, Pag. 68-74.
- 39.-Cornell D., "Mass Transfer efficiency-Packed columns-Part 2, Chemical Engineering Progress, Vol. 56, N<sup>o</sup> 8, Agosto 1960, Pag. 48-62.
- 40.-Xuan H., "Computer program expedites packed-tower design", Chemical Engineering, November 20, 1978, Pag. 181 -184.
- 41.-Haring H., Grootenhuis B., Knol H., "Programming Batch Distillation", Chemical Engineering, Marzo 16, 1964, Pag. 159 -164.
- 42.-Vatcha S., "Relating Transfer Units and Theoretical stages", Chemical Engineering, Noviembre 9, 1987, Pag. 101 -103.
- 43.-Zanetti R., "Structured is the byword in tower-packing world", Chemical Engineering, Marzo 4, 1985, Pag. 22 -25.
- 44.-Venkateswara K., "Quickly determine multicomponent

- minimum reflux ratio", Chemical Engineering, Octubre 12, 1987, Pag. 137 -140.
- 45.-Stanton B., "Designing front-end control schemes for Distillation Towers", Chemical Engineering, Noviembre 24, 1986, Pag. 87 -92.
- 46.-Kunesh J., "Practical tips on Tower Packing", Chemical Engineering, Diciembre 7, 1987, Pag. 101 -105.
- 47.-Chen G., "Packed column internals", Chemical Engineering, Marzo 5, 1984, Pag. 40 -51.
- 48.-Eckles A., "When to use high-vacuum distillation", Chemical Engineering, Mayo, 1991, Pag. 201 -203.
- 49.-Kister H., "Graphically find theoretical trays and minimum reflux for Complex Binary Distillation", Chemical Engineering, Enero 21, 1985, Pag. 97 -104.
- 50.-Chou S., "Minimum Reflux for complex Distillations", Chemical Engineering, Abril 25, 1988, Pag. 79 -92.
- 51.-Harrison M., "Distillation Column Troubleshooting", Chemical Engineering, Abril, 1989, Pag. 121 -128.
- 52.-Hixson T., "Packed-column design on a pocket calculator", Chemical Engineering, Febrero 6, 1984, Pag. 95 -98.
- 53.-Arnold V., "Calculating Minimum Reflux", Chemical Engineering, Febrero 4, 1985, Pag. 59 -61.

- 54.-Rodriguez R., "Cálculo de la Eficacia de Columnas de Rectificación en Operación Discontinua", Ingeniería Química, Noviembre, 1987, Pag. 177 - 181.
- 55.-Robinson E., "Optimum Reflux Policies for Batch Distillation", Chemical and Process Engineering, Mayo, 1971, Pag. 47 -49.
- 56.-Morris R., "Simulating Batch Processes, Chemical Engineering, Mayo 16, 1983, Pag. 77 -81.
- 57.-Block B., "Batch Distillation of Binary Mixtures Provides Versatile Process Operations", Chemical Engineering, Febrero 6, 1961, Pag. 87 -97.



C A P I T U L O 9

A P E N D I C E

## APENDICE

	Pág.
A.1. Presiones de vapor vs. temperatura	251
A.2. Normas de ITINTEC	253
A.2.1. Objetivo	254
A.2.2. Definiciones y clasificaciones	255
A.2.3. Requisitos	255
A.2.3.1. Características organolépticas	255
A.2.3.2. Características físicas	255
A.2.3.3. Características químicas	256
A.2.4. Extracción de muestras y recepción	256
A.2.5. Métodos de ensayo	256
A.2.6. Envase y rotulado	257
A.3. Cromatografía de Gases	258
A.4. Demanda del aceite esencial de Eucalipto en el Perú y el Pacto Andino	266
A.4.1. Demanda Nacional del aceite esencial de Eucalipto	267
A.4.2. Demanda del aceite esencial de Eucalipto en el Pacto Andino	268
A.5. Análisis matemático del Othmer	279
A.6. Verificación de las curvas de distribución	285
A.6.1. Destilación del Cineol a reflujo variable	286
A.6.2. Cálculo del programa de destilación del Cineol	287
A.7. Determinación de la razón de hervido óptima	288

A.7.1. Determinación de la razón de hervido óptima, Corrida II'	289
A.7.2. Determinación de la razón de hervido óptima, Corrida III'	290
A.7.3. Temperatura vs. volumen destilado	291
A.8. Destilación óptima a composición constante	292
A.8.1. Destilación de "Terpenos" a reflujo variable	293
A.8.2. Cálculo del programa de destilación de "Terpenos"	294
A.8.3. Destilación del Cineol a reflujo variable	295
A.8.4. Cálculo del programa de destilación del Cineol	296

A P E N D I C E A.1.

P R E S I O N E S D E V A P O R

V S.

T E M P E R A T U R A



A P E N D I C E    A.2.

N O R M A S    D E    I T I N T E C

## A.2. NORMAS A CONSULTAR

ITINTEC 319.075 - Aceites esenciales - Determinación del índice de refracción.

ITINTEC 319.076 - Aceites esenciales - Determinación del poder rotatorio específico y de la desviación polarimétrica.

ITINTEC 319.077 - Aceites esenciales - Preparación de la muestra para análisis.

ITINTEC 319.079 - Aceites esenciales - Extracción de muestras.

ITINTEC 319.080 - Aceites esenciales - Envases.

ITINTEC 319.081 - Aceites esenciales - Determinación de la densidad y de la densidad relativa.

ITINTEC 319.083 - Aceites esenciales - Rotulado.

ITINTEC 319.084 - Aceites esenciales - Determinación de la solubilidad en Etanol.

ITINTEC 319.086 - Aceites esenciales - Determinación del contenido de Cineol (Eucaliptol).

### A.2.1. OBJETIVO

La presente Norma establece los requisitos que deben cumplir el aceite esencial de Eucalyptus Glóbulus.

### A.2.2. DEFINICIONES Y CLASIFICACIONES

El aceite esencial de Eucalyptus Glóbulus es obtenido por destilación al vapor de agua de las hojas de Eucalyptus Glóbulus Labillardiere y rectificado.

### A.2.3. REQUISITOS

#### A.2.3.1. CARACTERISTICAS ORGANOLEPTICAS

**Aspecto.**- Límpido

**Color.**- De casi incoloro o amarillo claro.

**Olor.**- Penetrante alcanforado.

#### A.2.3.2. CARACTERISTICAS FISICAS

Densidad Relativa a 20°/20°C

Mínimo	0.906
--------	-------

Máximo	0.925
--------	-------

Índice de Refracción a 20°C

Mínimo	1.459
--------	-------

Máximo	1.467
--------	-------



**Desviación Polarimétrica a 20°C en tubo de un decímetro**

Comprendido entre 0° y 10°.

**Solubilidad en alcohol etílico a 70% (en volumen a 20°C)**

No debe necesitarse más de 5 volúmenes de alcohol etílico para obtener una solución límpida de un volumen de aceite esencial.

#### **A.2.3.3. CARACTERISTICAS QUIMICAS**

Contenido mínimo de Cineol      70%

#### **A.2.4. EXTRACCION DE MUESTRAS Y RECEPCION**

El muestreo se efectuará de acuerdo a la Norma ITINTEC 319.079.

Un volumen mínimo de 25 ml, de la muestra a ensayar, permite efectuar por lo menos una vez cada uno de los ensayos necesarios.

#### **A.2.5. METODOS DE ENSAYO**

Los ensayos se efectúan de acuerdo a las Normas correspondientes.

## A.2.6. ENVASE Y ROTULADO

### Envases

Deberán cumplir con lo establecido en la Norma ITINTEC 319.080.

### Rotulado

Deberá cumplir con la Norma ITINTEC 319.083.

Deberá indicarse:

"Aceite esencial de Eucalyptus Glóbulus"

Marca

Peso bruto, tara y peso neto, en unidades del sistema

métrico decimal.

Cualquier otro dato exigido por la ley o reglamento.

A P E N D I C E A.3.

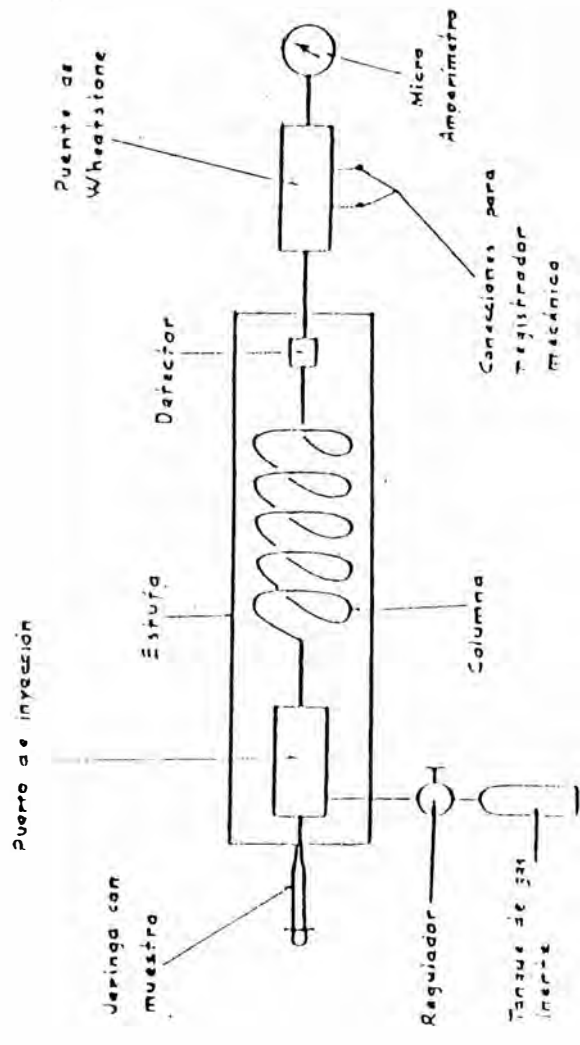
C R O M A T O G R A F I A  
D E  
G A S E S

### A.3. CROMATOGRAFIA DE GASES

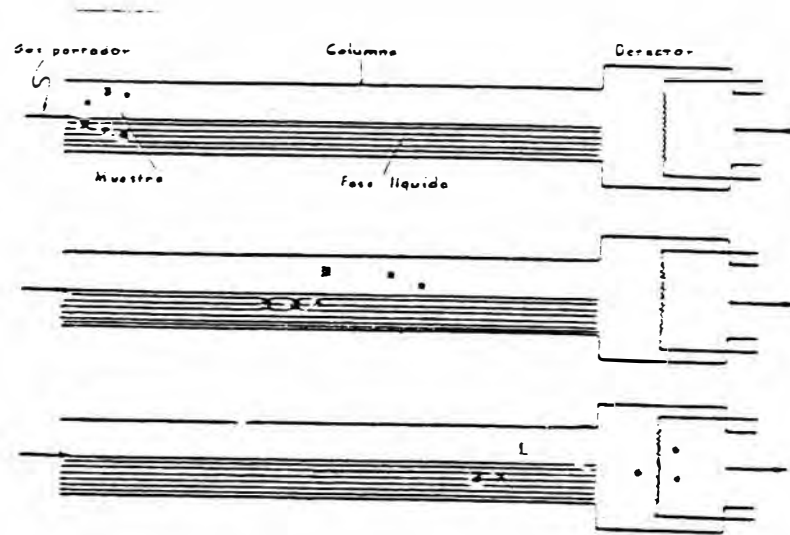
Este método está basado en que el aceite esencial de Eucalipto, usualmente contiene trazas de constituyentes, además de los principales (70-90%), las cuales son muy importantes para la pureza de la prueba.

La muestra conteniendo una mezcla de compuestos llega al aparato por el puerto de inyección a través de la jeringa (Ver Fig. A.3.1.). La temperatura del puerto es tal que causa la evaporación instantánea de la muestra; la presión del gas portador controlada por el regulador, causa su movimiento hacia y a través de la columna. Esta columna separadora es el corazón del cromatógrafo, puesto que aquí se lleva a cabo la separación de los diversos componentes de la muestra como se ilustra en la Fig. A.3.2. Una buena columna puede separar compuestos aunque **estos** tengan propiedades físicas muy similares. La columna esta cargada con un material poroso, generalmente una tierra diatomicea, llamado la fase sólida. Esta fase a su vez está cargada con una película muy fina de fase líquida que se adhiere a la fase sólida y constituye un solvente para la muestra. Los componentes gaseosos de la muestra pasan a través de la fase líquida, siendo arrojados mediante el gas inerte. Al mismo tiempo los componentes se disuelven en la fase líquida pero lo hacen con diferentes facilidad. Si el solvente líquido

# A.3.1. ARREGLO ESQUEMATICO DEL CROMATOGRAFO



### A.3.2. SEPARACION CROMATOGRAFICA DE UNA MEZCLA



tiene propiedades polares, entonces el componente polar se disolverá con más facilidad que el no polar, y viceversa.

Simultáneamente, la presión de vapor del componente sobre el solvente también será determinada por las propiedades del solvente (fase líquida) y la atmósfera (gas portador). Otros factores que afectan la permanencia del componente dentro del solvente son el peso molecular del componente, la temperatura de la fase sólida, la presión del gas portador, etc. En todo caso, el resultado promedio de todos estos factores es que mientras uno de los componentes de la muestra permanece en la atmósfera portadora por un largo tiempo, otro lo hará por corto tiempo, lo que finalmente resultará en la separación de los diversos componentes más volátiles y luego los menos volátiles. La eficiencia de una columna se mide en "platos teóricos" y es directamente proporcional al tamaño de las partículas del soporte sólido.

Existe un sinnúmero de fases líquidas cada una de las cuales se aplica mejor para un uso u otro. Así, por ejemplo, los poliglicoles se prestan mejor para un uso u otro. Así, por ejemplo, los poliglicoles se prestan mejor para el análisis de vapores de plantas, los detergentes en cambio para la separación de productos petrolíferos, etc. El requisito de toda fase líquida es que no reaccione con la muestra, que sea de baja

volatilidad y que tenga una afinidad selectiva para cada sustancia que pueda tener la muestra.

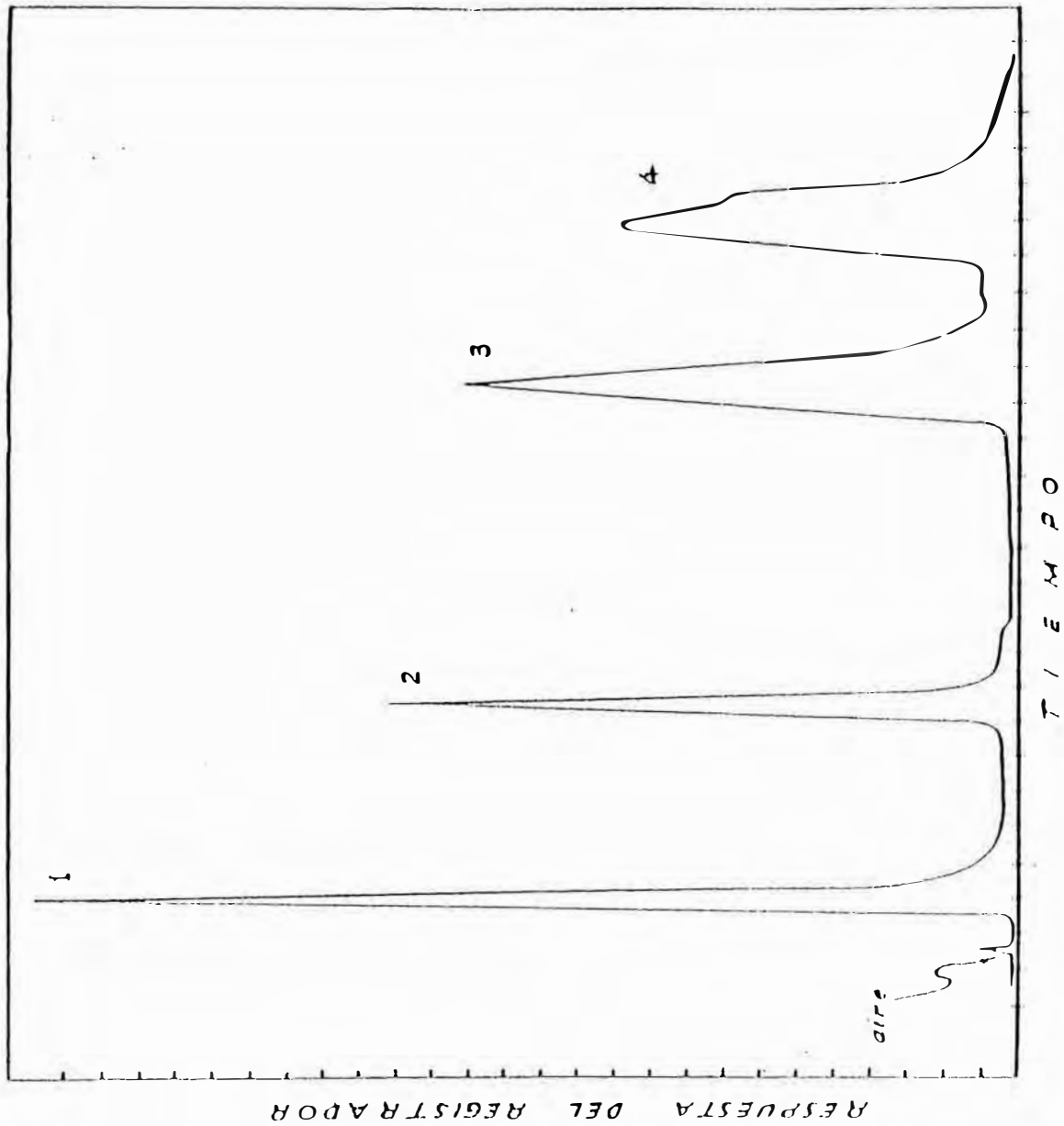
El detector tiene como objeto avisar el paso de uno de los componentes. Entre la variedad de tipos de detectores, el de filamento, llamado también Katharómetro, es el más sencillo explotando la propiedad de que la resistencia eléctrica de metales depende de su temperatura. Tal detector posee una sensibilidad de una parte por 10000. El filamento, que constituye una de las cuatro resistencias del puente de Wheatstone, es sometido al flujo de los gases al final de la columna, y es calentado por medio de una corriente continua.

Cada molécula de gas que pasa por el filamento, la temperatura del filamento se equilibrará rápidamente, pero a medida que una nueva muestra pasa por el filamento lo enfriará o calentará a razón diferente, ya que su velocidad y capacidad calorífica son diferentes. Generalmente el gas portador es de peso molecular liviano (He, Ne, N, etc.) teniendo pues una velocidad, un gran número de moléculas chocan con el filamento llevando consigo un gran número de calorías y el filamento queda con una temperatura baja y con una resistencia correspondientemente baja.

El programa de temperaturas ha separado los terpenos con bajo punto de ebullición y elude los componentes sesquiterpénicos. Los constituyentes de



A.3.3. SEPARACION DE LOS COMPUESTOS POR EL NUMERO Y ALTURA DE VARIOS PICOS



éste grupo son característicos para varios aceites y por consiguiente, muy importante para el ensayo. (Boschmann)<sup>21</sup>

El efecto de separación puede ser juzgado por el número y la altura de varios picos, como se puede observaren la Fig. A.3.3.

A P E N D I C E   A.4.

D E M A N D A   D E L   A C E I T E   E S E N C I A L  
D E   E U C A L I P T O   E N  
E L   P E R U   Y   E L   P A C T O   A N D I N O

#### A.4.1. DEMANDA NACIONAL DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO

1975	Kg/año	1976	Kg/año
Alemania Occidental	243	Alemania Occidental	84
Chile	565	Australia	606
USA	2074	China	19
Países bajos	99	España	176
Reino Unido	109	USA	5
		Países Bajos	24
		Reino Unido	389
		Suiza	330
1977	Kg/año	1979	Kg/año
Alemania Occidental	66	Alemania Occidental	1
Portugal	649	USA	337
Reino Unido	594	Países Bajos	38
		Portugal	605
		Reino Unido	203
		Suiza	14
1980	Kg/año	1981	Kg/año
Alemania Occidental	1	Alemania Occidental	112
España	55	Bélgica	70
USA	184	USA	2080
Países Bajos	24	Italia	110
Portugal	433	Reino Unido	2152
Reino Unido	1858	Suiza	127
Suiza	103		
1982	Kg/año	1984	Kg/año
Alemania Occidental	105	Países Bajos	31
Bélgica	108	Portugal	615
USA	1181	Reino Unido	388
Reino Unido	900	Suiza	32
Suiza	180		
1985	Kg/año	1986	Kg/año
Alemania Occidental	171	Francia	60
USA	628.5	Alemania	505
Italia	2.6	España	102
Reino Unido	1181	USA	1236
Suecia	45	Italia	39
Suiza	110	Portugal	1248
		Suiza	139
		Reino Unido	1758
1987	Kg/año	1988	Kg/año
Alemania Occidental	994.5	Alemania Occidental	171
España	220	USA	3573.45
USA	2425.4	Reino Unido	1344
Reino Unido	2018		

**A.4.2. DEMANDA DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO  
EN EL PACTO ANDINO  
(1975-1987)**

VENEZUELA 1975	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	62	1255
Canadá	47	651
España	178	1112
USA	28	330
Francia	228	425
Italia	-	1
Portugal	606	4567
Reino Unido	768	19029

BOLIVIA 1975	Kg/año	\$/año
USA	-	5

COLOMBIA 1975	Kg/año	\$/año
España	100	702
USA	676	2370
Italia	10	439
Reino Unido	328	8135
Suiza	353	5700

ECUADOR 1975	Kg/año	\$/año
España	220	4947
USA	43	598
Francia	3	10
Reino Unido	360	9003

VENEZUELA 1976	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	19	279
Bélgica-Luxemburgo	48	688
Brasil	4732	18369
Canada	78	445
Chile	108	1135
España	31	176
USA	403	2285
Francia	115	623
Italia	-	2
Reino Unido	1878	10475

COLOMBIA 1976	Kg/año	\$/año
Brasil	390	1041
España	1727	12967
USA	948	3385
Reino Unido	410	9643
Suiza	167	3000

ECUADOR 1976	Kg/año	\$/año
Perú	16	32

VENEZUELA 1977	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	228	1595
Canadá	67	427
USA	921	4125
Países Bajos	29	261
Portugal	105	682
Reino Unido	5680	47896
Suiza	13	64

BOLIVIA 1977	Kg/año	\$/año
Colombia	90	258

COLOMBIA 1977	Kg/año	\$/año
Brasil	2210	8212
España	2292	13401
USA	46	335
Reino Unido	215	3351
Suiza	394	4689

ECUADOR 1977	Kg/año	\$/año
USA	10	49
Reino Unido	630	5240

VENEZUELA 1978	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	298	1990
USA	220	1026
Francia	49	333
Italia	25	135
Países Bajos	301	590
Reino Unido	6232	30818
Suiza	28	469

BOLIVIA 1978	Kg/año	\$/año
Suiza	25	237

COLOMBIA 1978	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	125	1224
Brasil	3932	17745
España	1216	6049
USA	28	205
Reino Unido	195	2444

ECUADOR 1978	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	20	537
USA	60	435
Reino Unido	180	1782



<b>VENEZUELA 1979</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	134	1213
<b>España</b>	2010	14343
<b>USA</b>	216	1264
<b>Portugal</b>	2612	9689
<b>Reino Unido</b>	1780	15659

<b>COLOMBIA 1979</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	125	743
<b>Portugal</b>	2020	8488
<b>España</b>	2883	15116
<b>USA</b>	10	55
<b>Reino Unido</b>	990	8808
<b>Suiza</b>	4	33

<b>ECUADOR 1979</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	50	604
<b>USA</b>	280	2141
<b>Reino Unido</b>	660	6317

<b>VENEZUELA 1980</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	136	956
<b>España</b>	2635	19929
<b>USA</b>	1110	9317
<b>Francia</b>	62	598
<b>Panamá</b>	1	5
<b>Portugal</b>	2390	10439
<b>Reino Unido</b>	859	4102

<b>BOLIVIA 1980</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	-	8

<b>COLOMBIA 1980</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	75	482
<b>Brasil</b>	4060	20568
<b>España</b>	1104	6530
<b>USA</b>	15	887
<b>Reino Unido</b>	1320	16826
<b>Suiza</b>	56	713

<b>ECUADOR 1980</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>España</b>	100	815
<b>Portugal</b>	25	411
<b>Reino Unido</b>	180	1821

VENEZUELA 1981	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	325	1770
España	2296	17438
USA	1600	8561
Reino Unido	639	311
Suiza	2	12

BOLIVIA 1981	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	46	198
Brasil	200	1045

COLOMBIA 1981	Kg/año	\$/año
Brasil	4000	24993
España	3519	21384
USA	883	5201
Francia	135	1516
Reino Unido	900	13160
Suiza	232	2796

ECUADOR 1981	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	50	326
USA	150	1871

VENEZUELA 1982	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	1417	6925
España	3563	31174
USA	5790	32883
Francia	37	294

BOLIVIA 1982	Kg/año	\$/año
Panamá	511	1299

COLOMBIA 1982	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	50	303
España	103	6181
USA	181	998
Portugal	181	1028
Reino Unido	750	11258
Suiza	162	1664

ECUADOR 1982	Kg/año	\$/año
USA	980	12602
Reino Unido	900	9308

VENEZUELA 1983	Kg/año	\$/año
España	13317	12264
Italia	2	26

BOLIVIA 1983	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	15	370

VENEZUELA 1984	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	252	1720
España	2787	21933
USA	5295	29226
Suiza	223	2388

BOLIVIA 1984	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	18	129

COLOMBIA 1984	Kg/año	\$/año
España	300	1992
USA	1617	9962
Reino Unido	400	5302

ECUADOR 1984	Kg/año	\$/año
Alemania Occidental	75	571

VENEZUELA 1985		
	Kq/año	\$/año
Países Bajos	390	1714
Suiza	178	2247
España	818	3227
USA	955	10439
Reino Unido	1882	10723

ECUADOR 1985		
	Kq/año	\$/año
Alemania Occidental	51	455
USA	1255	7218
España	898	5368
Reino Unido	390	3222

VENEZUELA 1986		
	Kq/año	\$/año
España	1476	11247
USA	2690	29109
Portugal	2490	15208

BOLIVIA 1986		
	Kq/año	\$/año
Alemania Occidental	47	839

COLOMBIA 1986		
	Kq/año	\$/año
Alemania Occidental	70	2085
Japón	1145	7874
España	454	787
USA	725	5113
Reino Unido	180	1283
Suiza	800	6393

ECUADOR 1988		
	Kq/año	\$/año
Alemania Occidental	30	420
Brazil	2700	15837
España	490	3340
Francia	198	3081
Reino Unido	160	2097

<b>VENEZUELA 1987</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>España</b>	<b>199</b>	<b>3389</b>
<b>Suiza</b>	<b>67</b>	<b>1133</b>
<b>USA</b>	<b>5547</b>	<b>44151</b>
<b>Francia</b>	<b>17</b>	<b>110</b>

<b>COLOMBIA 1987</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Suiza</b>	<b>2838</b>	<b>26741</b>
<b>USA</b>	<b>1535</b>	<b>9399</b>
<b>Reino Unido</b>	<b>1640</b>	<b>22839</b>

<b>ECUADOR 1987</b>	<b>Kg/año</b>	<b>\$/año</b>
<b>Alemania Occidental</b>	<b>225</b>	<b>3169</b>
<b>Países Bajos</b>	<b>50</b>	<b>899</b>
<b>Brasil</b>	<b>1000</b>	<b>7784</b>

A P E N D I C E    A.5.

A N A L I S I S    M A T E M A T I C O  
D E L    O T H M E R



### A.5. ANALISIS MATEMATICO DEL OTHMER

Para probar lo planteado en 4.2.1.1., asumimos que el vapor condensándose en el colector está continuamente en equilibrio con el líquido ebuliendo en el frasco de destilación asumimos la ausencia de sobrecalentamiento, condensación parcial y fenómenos análogos. Si esta asunción no se cumple totalmente, entonces solo podemos probar que, en el estado estacionario, la composición del líquido en el colector es idéntica a la del vapor producido.

En las condiciones del estado estacionario las composiciones en ese recipiente no cambian con el tiempo, así es que

$$\frac{dx_{1A}}{dt} = \frac{dx_{1B}}{dt} = 0 \quad (1)$$

En la ecuación (1),  $x_{1A}$  y  $x_{1B}$  denotan las composiciones en estado estable en las fases líquidas en el frasco de destilación A y en el colector B, expresado como fracción molar del componente más volátil 1,  $t$  denota tiempo. Si la destilación ocurre a una razón finita,  $dn(-->)$  moles de mezcla están pasando de A a B y  $dn(<--)$  moles están retornando como reflujo de B a A por unidad de tiempo  $dt$ . Desde que la retención en colector es constante, obtenemos

$$\frac{dn(-->)}{dt} = \frac{dn(<--)}{dt} \quad (2)$$

Si la mezcla líquida de composición  $x_{1A}$  produce un vapor de composición  $y_{1A}$ , las cantidades del componente 1 transferido de A a B y de B a A son  $y_{1A} \cdot dn(\rightarrow)$  y  $x_{1B} \cdot dn(\leftarrow)$ , respectivamente. Si la ecuación (1) y las condiciones de la retención constante son satisfechas, el balance de materia sobre el componente volátil es

$$y_{1A} \cdot (dn(\rightarrow)) = x_{1B} \cdot dn(\leftarrow) \quad (3)$$

que en combinación con la ecuación (2) da

$$(y_{1A} - x_{1B}) \cdot \frac{dn(\rightarrow)}{dt} = 0 \quad (4)$$

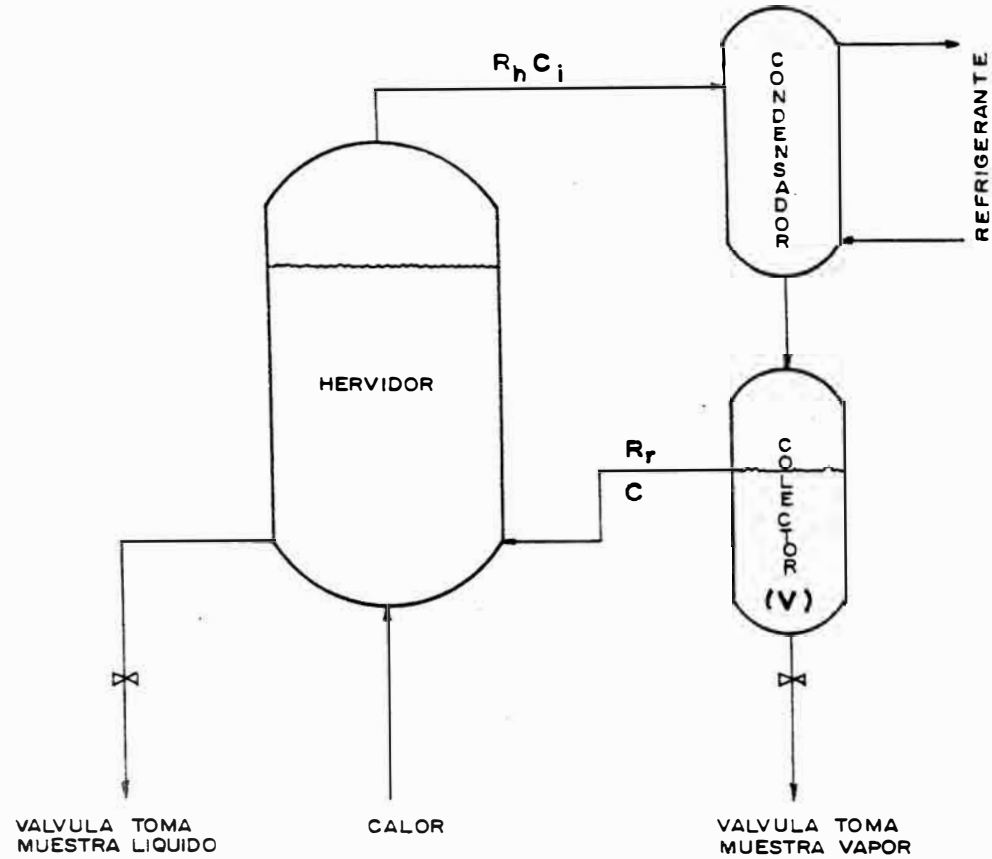
Desde que la velocidad de destilación es finita,  $(dn(\rightarrow)/dt)$ , la ecuación (4) solo puede ser verdadera si  $x_{1B} = y_{1A}$ .

Así la asunción de equilibrio entre las fases líquido y vapor producido el frasco de destilación implica que la composición en estado estable en el colector es idéntica con la composición del vapor producido por la mezcla ebullendo en el frasco de destilación. (International Symposium)<sup>20</sup>

A continuación se presenta el desarrollo analítico para el cálculo del tiempo para alcanzar el equilibrio en el destilador Othmer para lo cual nos basaremos en el esquema mostrado en la Fig. A.5.1.

Haciendo un balance de masa del compuesto más volátil para el esquema mostrado (condensador y colector) en un diferencial de tiempo  $dt$ :

### A.5.1. ESQUEMA DE OTHMER



- $R_r$  = RAZON DE REFLUJO (cc/seg)  
 $R_h$  = RAZON DE HERVIDO (cc/seg)  
 $V$  = VOLUMEN DE LA TRAMPA A NIVEL NORMAL

moles del compuesto que ingresa (a)	-	moles del compuesto que sale (b)	+	moles del compuesto que se genera (c)	=	moles del compuesto que se acumula (d)	(1)
---	---	--	---	---	---	--	-----

$$(a) = R_h C_i dt$$

$$(b) = R_r C dt$$

$$(c) = 0 \text{ (No hay reacción química)}$$

$$(d) = d(CV)$$

Luego en (1) :

$$R_h C_i dt - R_r C dt + 0 = d(CV) \quad (2)$$

Considerando que  $R = R_h = R_r$  (muestras pequeñas)

$$R (C_i - C) = d(CV)/dt \quad (3)$$

Si  $V = \text{cte.}$

(3) se convierte en :

$$(R/V) * dt = dC / (C_i - C) \quad (4)$$

En (4) :

$$R/V = 1/\theta \quad (5)$$

Donde  $\theta$  es el tiempo en que demora el colector en llegar al nivel normal  $V$ .

(5) en (4)

$$(1/\theta) * dt = dC / (C_i - C) \quad (6)$$

Integrando (6)

$$(1/\theta) * t = \text{Ln} ((C_i - C_0) / (C_i - C)) \quad (7)$$

Si  $(C_i - C_0) \rightarrow k$

Si  $(C_i - C) \rightarrow 0$

Se llegará al equilibrio cuando :

$$(C_i - C_o)/(C_i - C) \rightarrow 10^n \quad (8)$$

Si  $10^n = 10^3$  para un 99% de equilibrio.

$$\text{ó } (C_i - C)/(C_i - C_o) = 0.001 \quad (\text{error del } 0.1 \%)$$

en (7)

$$(1/\theta) Dt = \text{Ln } 10^3$$

entonces

$$Dt = 6.909*\theta \quad (9)$$

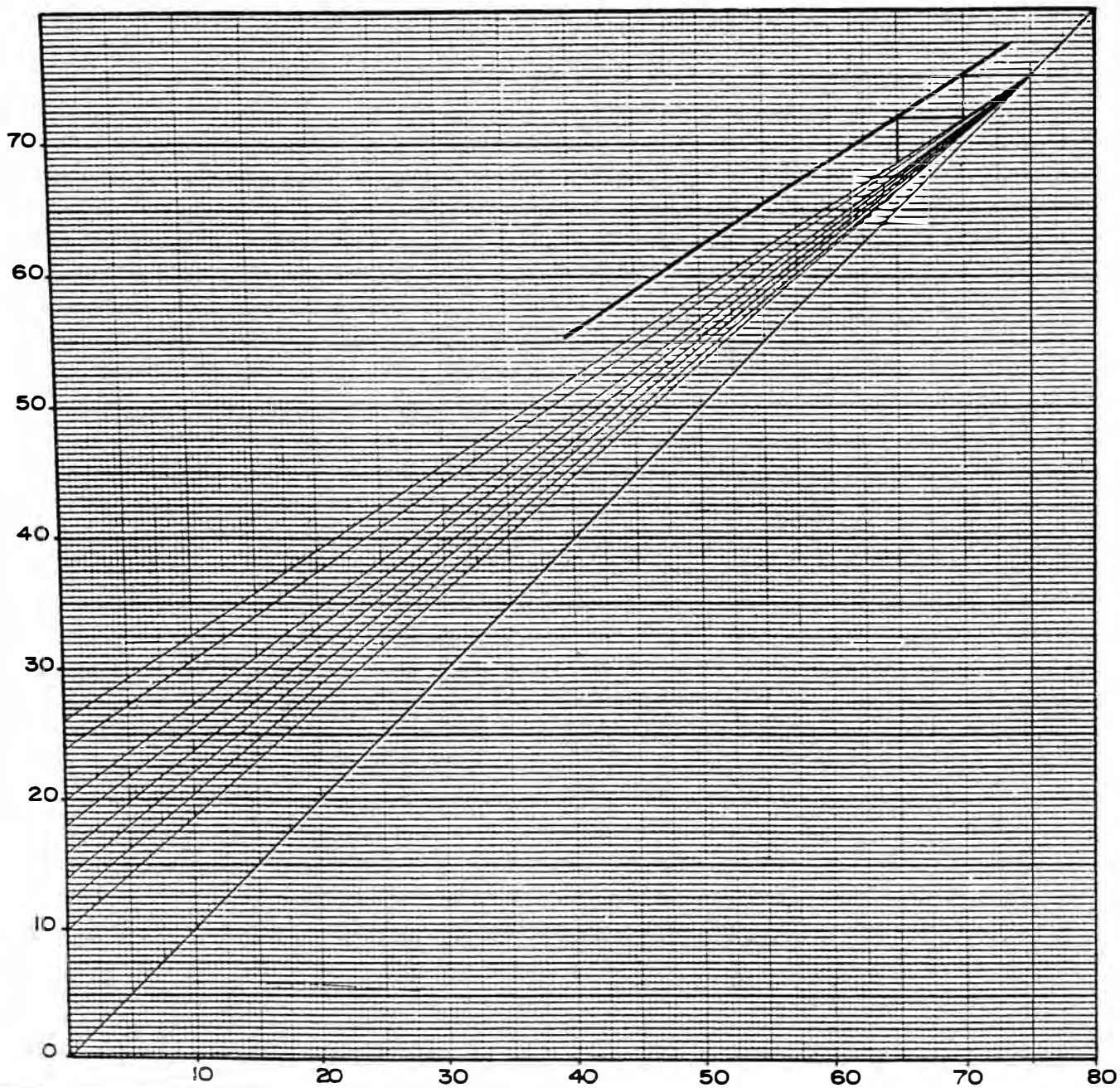
ó

$$Dt = 7*\theta \quad (10)$$

Luego para llegar al equilibrio se debe esperar un tiempo de **7 veces** el necesario para llenar la trampa.

A P E N D I C E    A.6.

V E R I F I C A C I O N    D E    L A S  
C U R V A S    D E    D I S T R I B U C I O N



### A.6.2. CALCULO DEL PROGRAMA DE DESTILACION DE CINEOL

Condiciones iniciales:

$V_0 = 890$  ml

$X_{w0} = 0.65$

$X_d = 0.75$

$X_w$	$Y$	$R$	$R_{prom.}$	$X_{wprom.}$	$D\Delta X_{wprom.}$	$DV$ (ml)
0.650	0.26	1.88				
0.648	0.24	2.13	2.010	0.649	0.002	52.52
0.644	0.20	2.75	2.440	0.646	0.004	113.22
0.640	0.18	3.17	2.960	0.642	0.004	120.86
0.638	0.16	3.69	3.430	0.639	0.002	64.00
0.636	0.14	4.36	4.025	0.637	0.002	70.05
0.634	0.12	5.25	4.805	0.635	0.002	78.13
0.632	0.10	6.50	5.875	0.633	0.002	89.40



A P E N D I C E    A.7.

D E T E R M I N A C I O N   D E   L A   R A Z O N   D E  
H E R V I D O · O P T I M A

A 7.1. DETERMINACION DE LA RAZON DE HERVIDO OPTIMA

II CORRIIDA

Volumen inicial de aceite

500 ml

Calor suministrado

487.9 Kcal/hr

T TOP (°C)	T FOND (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO (hr:min:sg')
115.00	178.00	0.00	0:55:40"
164.00	178.00	10.00	1:00:54"
165.00	178.50	20.00	1:01:47"
166.00	179.00	30.00	1:02:33"
167.00	179.00	40.00	1:03:14"
167.50	179.50	50.00	1:03:44"
168.00	180.00	60.00	1:04:22"
168.00	180.00	70.00	1:04:57"
168.50	180.50	80.00	1:05:31"
169.00	181.00	90.00	1:06:03"
169.00	181.50	100.00	1:06:54"
169.50	182.00	110.00	1:07:17"
170.00	182.50	130.00	1:08:10"
170.50	183.00	140.00	1:08:42"
170.50	184.00	150.00	1:09:07"
171.00	184.50	165.00	1:09:51"
171.00	184.50	170.00	1:10:07"
171.50	185.00	180.00	1:10:39"
171.50	186.00	190.00	1:11:12"
172.00	187.00	200.00	1:11:41"
172.00	188.00	215.00	1:12:29"
172.00	188.00	220.00	1:12:43"
172.50	190.00	230.00	1:13:17"
172.50	191.00	240.00	1:13:48"
173.00	193.00	250.00	1:14:20"
173.00	195.00	260.00	1:14:58"
173.50	197.00	270.00	1:15:32"
173.50	199.00	280.00	1:16:15"
173.50	202.00	290.00	1:16:58"
173.50	205.00	300.00	1:17:45"
174.00	207.00	310.00	1:18:38"
174.00	209.00	320.00	1:19:45"
173.50	210.00	330.00	1:20:59"
173.00	213.00	340.00	1:22:08"
172.50	224.00	350.00	1:22:32"

A.7.2. DETERMINACION DE LA RAZON DE HERVIDO OPTIMA

III EXPERIENCIA

Volumen inicial de aceite

500 ml

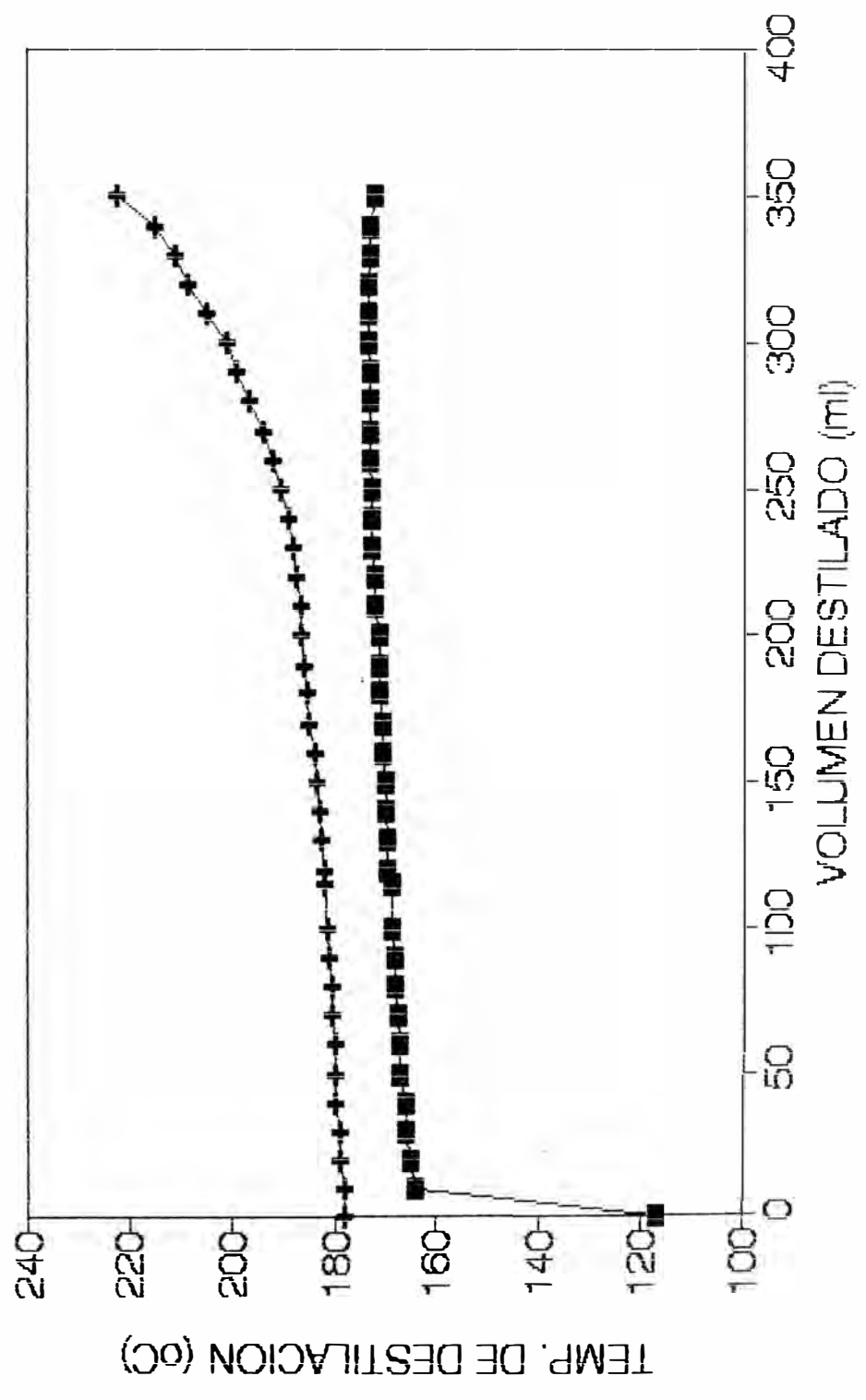
Calor suministrado

385.5 Kcal/Hr

T TOP (°C)	T FOND (°C)	VOLUMEN (ml)	TIEMPO (hr:min:seg")
117.00	178.00	0.00	2:25'00"
164.00	178.00	10.00	2:36'00"
165.00	179.00	20.00	2:37'00"
166.00	179.00	30.00	2:38'56"
168.00	180.00	40.00	2:40'07"
167.00	180.00	50.00	2:41'05"
167.00	180.00	60.00	2:42'08"
167.50	180.50	70.00	2:43'07"
168.00	180.50	80.00	2:44'04"
168.00	181.00	90.00	2:45'05"
168.50	181.50	100.00	2:45'53"
168.50	182.00	115.00	2:47'16"
169.50	182.00	120.00	2:47'45"
169.50	182.50	130.00	2:48'36"
170.00	183.00	140.00	2:49'31"
170.00	183.50	150.00	2:50'21"
170.50	184.00	160.00	2:51'16"
170.50	185.00	170.00	2:52'08"
171.00	185.50	180.00	2:53'04"
171.00	186.00	190.00	2:54'04"
171.00	186.50	200.00	2:54'57"
172.00	186.50	210.00	2:55'57"
172.00	187.50	220.00	2:56'57"
172.50	188.00	230.00	2:58'00"
172.50	189.00	240.00	2:59'03"
172.50	180.50	250.00	3:00'05"
173.00	192.00	260.00	3:01'10"
173.00	194.00	270.00	3:02'15"
173.00	196.50	280.00	3:03'23"
173.00	199.00	290.00	3:04'32"
173.50	201.00	300.00	3:05'42"
173.50	205.00	310.00	3:07'12"
173.50	208.50	320.00	3:08'37"
173.00	211.00	330.00	3:10'22"
173.00	215.00	340.00	3:12'16"
172.00	222.50	350.00	3:14'16"

# A 7.3. TEMP. VS VOLUMEN DESTILADO

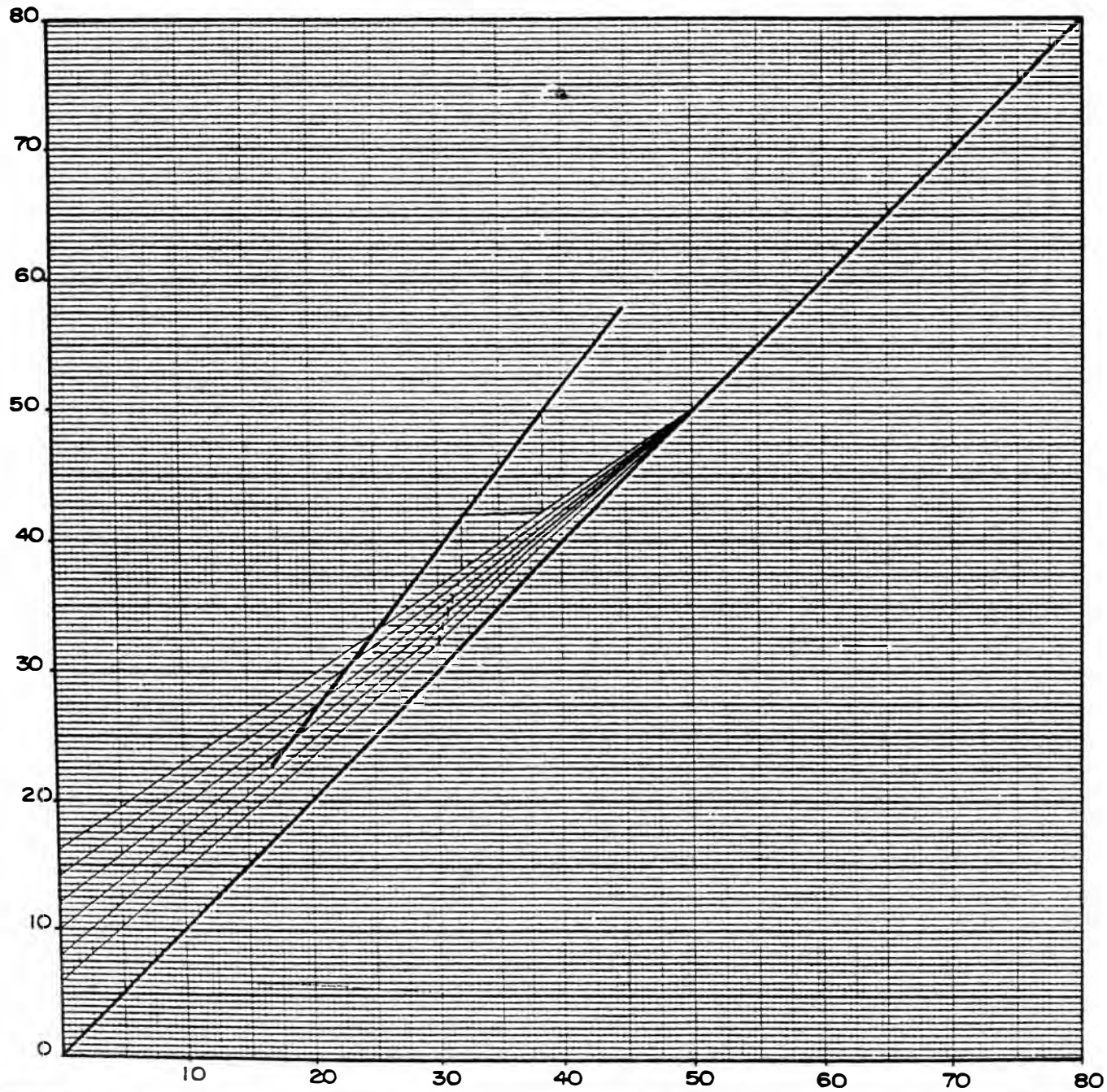
CORRIDA III' Q=385.5 Kcal/hr



A P E N D I C E    A.8.

D E S T I L A C I O N    O P T I M A    A  
C O M P O S I C I O N    C O N S T A N T E

A.8.1. DESTILACION DE "TERPENOS" A REFLUJO VARIABLE ( $Q = 385.5 \text{ Kcal/hr}$ )



### A 8.2. CALCULO DEL PROGRAMA DE DESTILACION DE "TERPENOS"

Condiciones iniciales :

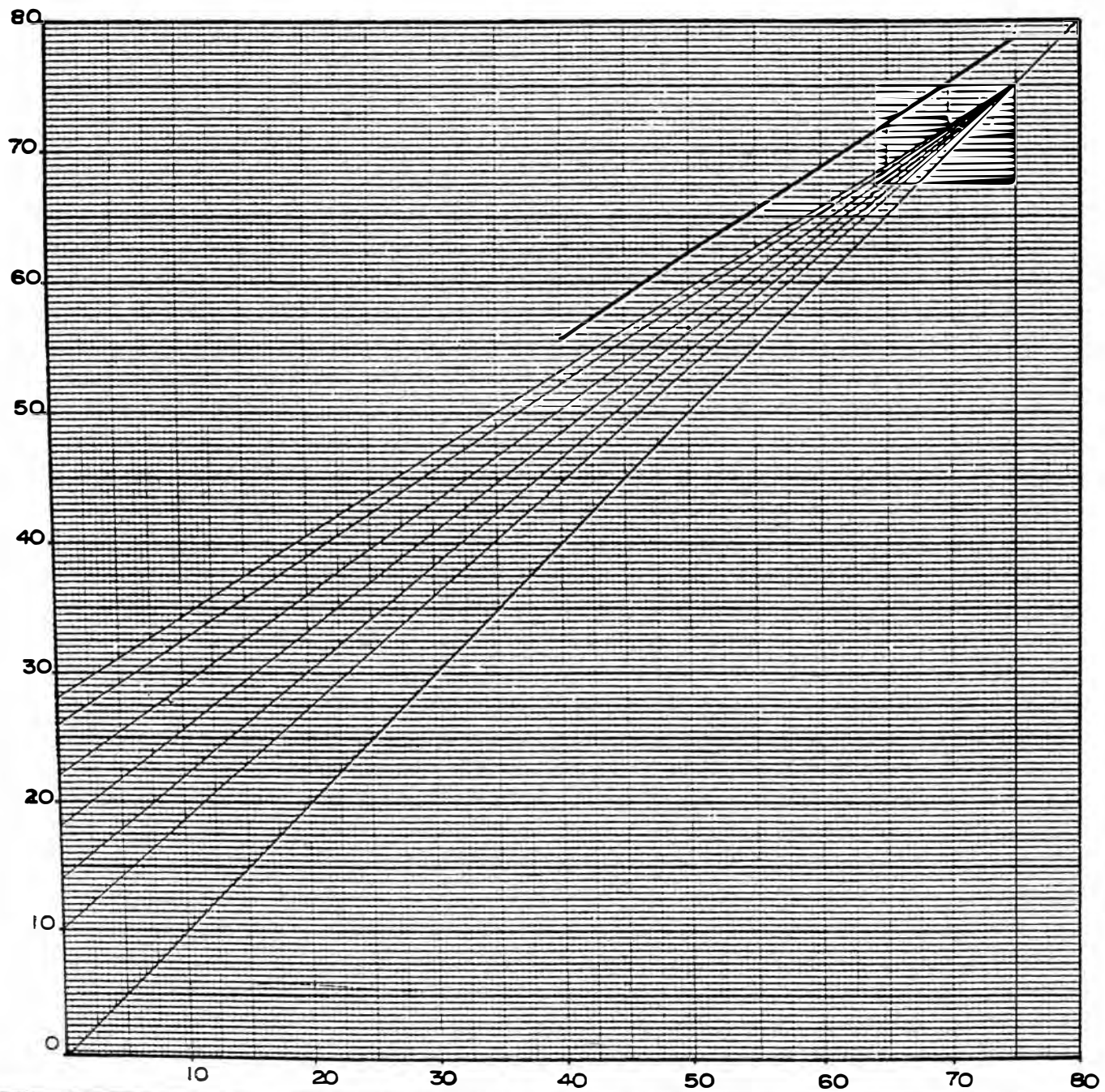
$$V_0=500 \text{ ml}$$

$$X_W=0.36$$

$$X_D=0.50$$

$X_W$	$Y$	$R$	$R_{prom.}$	$X_{wprom.}$	$D X_{wprom.}$	$DV \text{ (ml)}$
0.320	0.16	2.125				
0.316	0.14	2.571	2.348	0.318	0.004	28.3
0.312	0.12	3.167	2.869	0.314	0.004	31.3
0.308	0.10	4.000	3.584	0.310	0.004	35.6
0.304	0.08	5.250	4.625	0.306	0.004	41.8
0.302	0.06	7.230	6.290	0.303	0.002	26.3

A. 8. 3. DESTILACION DEL CINEOL A REFLUJO VARIABLE ( $Q = 385.5$  Kcal/hr)





#### A.B.4. CALCULO DEL PROGRAMA DE DESTILACION DE CINEOL

Condiciones iniciales:

$V_0 = 350$  ml

$X_{w0} = 0.65$

$X_d = 0.75$

$X_w$	$Y$	$R$	$E_{prom.}$	$X_{wprom.}$	$D X_{wprom.}$	$DV$ (ml)
0.650	0.28	1.679				
0.646	0.26	1.885	1.782	0.648	0.004	37.4
0.642	0.22	2.409	2.147	0.644	0.004	39.2
0.638	0.18	3.167	2.788	0.640	0.004	63.8
0.636	0.14	4.357	3.762	0.637	0.002	26.1
0.632	0.10	6.500	5.429	0.634	0.004	50.9