

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

Evaluación de la operatividad de una unidad piloto mediante la simulación del proceso de destilación por cargas de orégano para la obtención de su aceite esencial

PROYECTO INTEGRADOR

Previo la obtención del Título de:

Ingeniero Químico

Presentado por:

Luis Enrique Mera González

Annie Karina Espinoza Freire

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2022

DEDICATORIA

El presente proyecto lo dedico a mis
padres quienes con esfuerzo y amor me
brindaron su apoyo durante mi proceso
de formación académica.

Luis Mera González

AGRADECIMIENTOS

Nuestro más sincero agradecimiento a nuestra tutora y cotutora, por guiarnos en cada etapa de este proyecto.

A las personas que forma parte del CIBE, quienes nos abrieron las puertas de sus instalaciones e hicieron posible este proceso investigativo

A los ayudantes que brindaron su apoyo en el desarrollo de este proyecto.

A nuestros familiares y amigos que nos apoyaron en todo momento.

Gracias.

DECLARACIÓN EXPRESA

“Los derechos de titularidad y explotación, nos corresponde conforme al reglamento de propiedad intelectual de la institución; *Luis Mera González* y *Annie Espinoza Freire* damos nuestro consentimiento para que la ESPOL realice la comunicación pública de la obra por cualquier medio con el fin de promover la consulta, difusión y uso público de la producción intelectual”



Luis Mera González



Annie Espinoza Freire

EVALUADORES

.....
Nadia Magaly Flores Manrique

PROFESOR DE LA MATERIA

.....
Yris Kenelma González Triana

PROFESOR TUTOR

RESUMEN

El interés por estudiar a los aceites esenciales se basa en los beneficios que ofrecen sus propiedades, y para su obtención se requiere un proceso de destilación por arrastre de vapor. El aceite es extraído de las especies vegetales como el orégano, las cuales tienen características aromáticas, antibacterianas y antifúngicas.

El presente trabajo de investigación tuvo la finalidad de evaluar el funcionamiento de una unidad piloto de destilación por lotes, ubicada en un centro de investigación de la universidad ESPOL. La evaluación se realizó mediante la definición del sistema en el simulador de procesos AVEVA PRO/II, a la par se desarrollaron pruebas experimentales para identificar los parámetros de operación más relevantes.

Como resultado del análisis realizado en el simulador se evaluó el impacto del porcentaje de humedad en la materia prima. Se demostró que utilizar materia fresca con alta humedad en un proceso de destilación, genera una reducción del rendimiento de la extracción un 68%. En las pruebas realizadas sobre la unidad piloto, se analizó la formación del lecho empacado y su compactación dentro del equipo bajo diferentes configuraciones.

Finalmente, como resultado del estudio del intercambiador de calor y empleando una densidad de lecho de 47.73 g/mL, se determinó una efectividad del 65.18% para la condensación del flujo de destilado.

Se concluyó que, factores como la estructura del equipo, el pretratamiento de la materia y la generación de vapor de arrastre, afectan considerablemente la operatividad del equipo.

Palabras Clave: Simulación, Destilación batch, Orégano, Unidad piloto.

ABSTRACT

The interest in studying essential oils is based on the benefits offered by their properties and the way to obtain it, is the steam distillation process. The oil is extracted from plant species such as oregano, which have aromatic, antibacterial and antifungal characteristics.

The present research work had the purpose of evaluating the operation of a batch distillation pilot unit, located in a research center of the ESPOL university. The evaluation was carried out by defining the system in the AVEVA PRO/II process simulator, at the same time experimental tests were developed to identify the most relevant operating parameters.

As a result of the analysis carried out in the simulator, the impact of the percentage of moisture in the raw material was evaluated. It was shown that using fresh matter with high humidity in a distillation process generates a 68% reduction in extraction yield.

In the tests carried out on the pilot unit, the formation of the bed and its compaction inside the equipment under different configurations were analyzed. Finally, as a result of the study of the heat exchanger and using a bed density of 47.73 g/mL, an effectiveness of 65.18% was determined for the condensation of the distillate flow.

It was concluded that factors such as the structure of the equipment, the pretreatment of the material and the generation of drag steam considerably affect the operation of the equipment.

Keywords: *Simulation, Batch distillation, Oregano, Pilot unit.*

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN.....	6
<i>ABSTRACT</i>	7
ÍNDICE GENERAL	8
ABREVIATURAS.....	12
SIMBOLOGÍA	13
ÍNDICE DE FIGURAS	14
ÍNDICE DE TABLAS.....	15
CAPÍTULO 1	17
1. Introducción.....	17
1.1 Descripción del problema	17
1.2 Justificación del problema.....	18
1.3 Objetivos.....	20
1.3.1 Objetivo General.....	20
1.3.2 Objetivos Específicos	20
1.4 Marco teórico.....	21
1.4.1 Orégano (<i>Origanum vulgare</i> L.)	21
1.4.2 Aceite esencial de orégano	22
1.4.3 Destilación por arrastre de vapor	23
1.4.4 Escalamiento de procesos	25
1.4.5 Simulación de procesos químicos.....	26
1.4.6 Procedimientos operacionales en una planta o laboratorio	28
CAPÍTULO 2	29

2.	Metodología	29
2.1	Identificación	30
2.1.1	Investigación primaria y secundaria.....	30
2.2	Simulación del caso base	32
2.2.1	Planteamiento del sistema	32
2.2.2	Simulador.....	32
2.2.3	Definición de compuestos	32
2.2.4	Selección de método termodinámico.....	33
2.2.5	Equipos y configuración del sistema.....	34
2.2.6	Validación de la simulación	36
2.3	Experimentación.....	36
2.3.1	Selección de variables de escalamiento.....	36
2.3.2	Instalación de la unidad.....	38
2.3.3	Criterios de operación de la unidad piloto.....	39
2.4	Simulación del caso real	42
2.4.1	Actualización de la simulación hacia la unidad piloto	42
2.5	Manual de operación de unidad piloto.....	43
	CAPÍTULO 3.....	46
3.	Resultados y análisis	46
3.1	Definición del sistema de la unidad piloto	46
3.2	Simulación del caso Base.....	47
3.2.1	Definición de compuestos	47
3.2.2	Selección de método termodinámico.....	48
3.2.3	Diagrama de simulación y configuración de sistema	49

3.2.4	Resultados de la validación.....	54
3.3	Experimentación.....	54
3.3.1	Pruebas sin materia vegetal.....	55
3.3.2	Pruebas con Orégano	56
3.4	Simulación de la unidad piloto	63
3.4.1	Compuestos.....	63
3.4.2	Equipos y cargas	64
3.4.3	Resultados de la simulación de la unidad piloto	66
3.5	Escalamiento.....	67
3.5.1	Relación de dimensiones de la olla de destilación	67
3.5.2	Relación de carga y densidad de lecho	68
3.6	Comportamiento de la humedad en materia prima	70
3.7	Impacto de la generación de vapor	72
3.8	Análisis del intercambiador de calor	73
3.9	Manual de operación.....	75
3.10	Análisis económico	77
3.10.1	Inversión inicial.....	77
3.10.2	Costos de Operación	77
3.10.3	Costos de producción de aceite esencial	78
CAPÍTULO 4		81
4.	Conclusiones Y Recomendaciones.....	81
	Conclusiones	81
	Recomendaciones.....	84

BIBLIOGRAFÍA	85
APÉNDICES	91
APÉNDICE A	92
A.1 Dimensiones de los equipos a escala intermedia y piloto	92
A.2 Pruebas en el equipo piloto	92
APÉNDICE B	96
B.1 Algoritmo de resolución para la evaluación del intercambiador por método de efectividad	96
APÉNDICE C	98
C.1 Manual rápido de operación de destilado de aceites esenciales	98
C.2 Manual de operación de destilado de aceites esenciales	105
APÉNDICE D	118
D.1 Resultados de experiencias con especie Eucalipto	118

ABREVIATURAS

CIBE Centro de Investigaciones Biotecnológicas del Ecuador

DPF Diagrama de flujo de procesos

EC Ecuador

ESPOL Escuela Superior Politécnica de Litoral

FCNM Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

ISO Organización Internacional de Normalización

UNIFAC Functional-group Activity Coefficients

LLE Equilibrio líquido-líquido

SIMBOLOGÍA

°C Grados Celsius

cm Centímetros

c_p capacidad calorífica del agua

h Horas

J Joule

k Conductividad

K Kelvin

kg Kilogramos

kg-mol Kilogramos-moles

L litros

m Metros

mg Miligramos

min Minutos

mL Mililitros

mol Moles

N Newton

Pa Pascal

Q Calor

T Temperatura

W Watt

ΔH_v Calor latente de vaporización

μ Viscosidad

ρ Densidad

σ Tensión superficial

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 <i>Planta de Origanum vulgare L.</i>	21
Figura 1.2 <i>Estructuras de Carvacrol y Timol</i>	22
Figura 1.3 <i>Esquema básico del proceso de destilación por arrastre de vapor</i>	24
Figura 2.1a <i>Esquema de metodología</i>	29
Figura 2.2 <i>Preparación de materia prima</i>	39
Figura 2.3 <i>Formato de encabezado y requerimientos básicos del manual</i>	43
Figura 2.4 <i>Secciones del manual a desarrollar</i>	44
Figura 2.5 <i>Sección de identificación de peligros</i>	45
Figura 3.1 <i>Diagrama de flujo de proceso de destilación por arrastre de vapor</i>	46
Figura 3.2 <i>Árbol de decisiones para elegir un modelo termodinámico</i>	48
Figura 3.3 <i>Diagrama de flujo del sistema de destilación de aceites esenciales</i>	49
Figura 3.4 <i>Panel de configuración de destilador batch</i>	51
Figura 3.5 <i>Panel de configuración del Separador flash</i>	53
Figura 3.6 <i>Rejilla modificada con malla metálica</i>	58
Figura 3.7 <i>Separación del aceite esencial de orégano del hidrolato</i>	62
Figura 3.8 <i>Distribución de la carga</i>	69
Figura 3.9 <i>Gráfica de relación del rendimiento y carga vs humedad</i>	71
Figura 3.10 <i>Gráfica de relación de la tasa de vapor vs rendimiento</i>	73
Figura 3.11 <i>Gráfico de flujo de vapor vs longitud del intercambiador</i>	75
Figura D.1 <i>Carga de Eucalipto</i>	119
Figura D.2 <i>Compactación del lecho al inicio y final de la operación</i>	119
Figura D.3 <i>Aceite recolectado y reubicado</i>	120

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 <i>Composiciones del aceite esencial de orégano</i>	23
Tabla 2.1 <i>Propiedades dependientes de la temperatura</i>	33
Tabla 2.2 <i>Descripción de parámetros en la simulación del destilador</i>	34
Tabla 2.3 <i>Descripción de políticas de operación</i>	35
Tabla 2.4 <i>Puntos de recolección del material empleadas a escala intermedia</i>	37
Tabla 2.5 <i>Relaciones de alimentación empleadas a escala intermedia</i>	38
Tabla 2.6 <i>Configuraciones propuestas del lecho poroso</i>	40
Tabla 3.1 <i>Composición del aceite esencial de orégano utilizado en el caso base</i>	47
Tabla 3.2 <i>Alimentación de agua y orégano al sistema</i>	50
Tabla 3.3 <i>Parámetros especificados en la simulación del destilador</i>	52
Tabla 3.4 <i>Condiciones del sistema y resultado la de validación</i>	54
Tabla 3.5 <i>Revisión de la olla de destilación y rejilla/canasto</i>	55
Tabla 3.6 <i>Condiciones de la prueba #1 en la unidad piloto</i>	56
Tabla 3.7 <i>Resultados de la prueba #1 en la unidad piloto</i>	57
Tabla 3.8 <i>Condiciones de la prueba #2 en la unidad piloto</i>	58
Tabla 3.9 <i>Resultados de la prueba #2 en la unidad piloto</i>	59
Tabla 3.10 <i>Condiciones de la prueba #3 en la unidad piloto</i>	60
Tabla 3.11 <i>Condiciones de la prueba #3 en la unidad piloto</i>	61
Tabla 3.12 <i>Comparación de rendimiento con trabajos previos</i>	63
Tabla 3.13 <i>Fracciones de componentes</i>	64
Tabla 3.14 <i>Fracciones asumidas para la simulación del caso real</i>	64
Tabla 3.15 <i>Ajuste en el balance del simulador para representar la prueba 3</i>	65
Tabla 3.16 <i>Ajustes y resultados para la simulación de la unidad piloto</i>	66
Tabla 3.17 <i>Comparación de eficiencia térmica de ollas a diferentes escalas</i>	67
Tabla 3.18 <i>Comparación del consumo de GLP de ollas de diferente diámetro</i>	68
Tabla 3.19 <i>Relaciones de carga potenciales en la unidad piloto</i>	69

Tabla 3.20 <i>Destilado del orégano a diferentes humedades</i>	70
Tabla 3.21 <i>Destilado del orégano a diferentes tasas de vapor</i>	72
Tabla 3.22 <i>Resultados del análisis del intercambiador actual</i>	74
Tabla 3.23 <i>Inversión del proyecto</i>	77
Tabla 3.24 <i>Costos de operación por hora de extracción</i>	78
Tabla 3.25 <i>Tiempos definidos de producción</i>	79
Tabla 3.26 <i>Costos por mL de aceite esencial</i>	79
Tabla 3.27 <i>Costos de producción anuales</i>	80
Tabla 3.28 <i>Resultados del análisis económico</i>	80
Tabla D.1 <i>Pruebas piloto de destilación de aceite esencial de eucalipto</i>	118

CAPÍTULO 1

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Descripción del problema

Todas las tecnologías implementadas a nivel industrial partieron de un ensayo de laboratorio, pero para poder asegurar la rentabilidad comercial de un producto, es necesario realizar una investigación a fondo del proceso de síntesis propuesto. Trasladar un proceso desde un equipo que entra en el mesón de un laboratorio hacia la construcción de una unidad piloto, no resulta una tarea sencilla. Existen criterios los cuales nos permiten pasar un sistema pequeño a uno de mayor capacidad, a este proceso se lo denomina escalamiento. (Anaya-Durand & Pedroza-Flores, 2008)

El escalamiento de un equipo es direccionar una extrapolación hacia lo desconocido, siempre resultando en una tarea ardua, la cual requiere la integración de factores los cuales no fueron considerados en la etapa inicial de investigación. El escalamiento de procesos industriales involucra la implementación de la química, de la física, así como de otras ramas. Se ha encontrado que los procesos a escala industrial tienden a ser menos eficientes que una mini-planta, ya que no suelen considerar los fenómenos de transporte o interacción de los componentes. (Anaya-Durand & Pedroza-Flores, 2008)

Para dar solución a los problemas que aparecen tras el escalamiento, es necesario la evaluación de los fenómenos involucrados en los modelos de escalas previas, a su vez estos factores requieren de mucha experimentación sobre los sistemas en desarrollo. Una forma de reducir el riesgo en una extrapolación es realizar el escalamiento a tramos cortos, la información y los datos necesarios para la ampliación se obtienen de las correlaciones que existen en la literatura. Cuando no se dispone de dicha información, se realiza un escalamiento a partir del resultado de las etapas previas de desarrollo del proceso. (University of Moratuwa, 2018)

En un centro de investigación de una Universidad ubicada en la ciudad de Guayaquil, disponen de un equipo piloto, sistema que se considera como tramo intermedio entre uno de nivel laboratorio a uno de nivel industrial. Este sistema es una unidad de separación la cual destila aceites esenciales por medio del arrastre de vapor. En esta operación unitaria, la materia prima no entra en contacto directo con el agua.

De acuerdo con la información compartida por los operarios a cargo del destilador de aceites, este equipo no ofrece las prestaciones deseadas. La unidad piloto llegaba a condensar los vapores de arrastre durante los primeros 20 minutos del proceso, después de este tiempo el equipo no genera el condensado suficiente en la línea de salida debido a la acumulación de calor en el agua de servicio. Por lo tanto, la generación del condensado en la línea de salida era poca o nula y dificultaba la realización de cualquier tipo de análisis que se deseaba realizar sobre los aceites destilados.

Actualmente, no existe un protocolo o método para arrancar, operar y suspender la operación en la unidad piloto. Ante la falta de normas al momento de interactuar con la materia prima o el equipo, los operarios y ayudantes trabajan de forma desorganizada y sin conocer los detalles del sistema. En este caso, la falta de un manual de operación resulta en un mal funcionamiento del equipo y aumenta el riesgo de accidentes para los operarios durante el proceso de experimentación. (Ramos Huancani, 2018)

1.2 Justificación del problema

La destilación de aceites esenciales es un proceso bastante estudiado dada las propiedades de los productos. Dependiendo de la prioridad de la operación o capacidades de la planta, existen diferentes métodos que presentan ventajas y desventajas con respecto a la pureza del aceite, uso de solventes o energía y rendimiento del proceso. (Mera Mendoza, 2020; Moncada et al., 2016)

El interés por estudiar sobre aceites esenciales se basa en los beneficios que ofrecen sus propiedades terapéuticas y alimenticias, siendo una fuerte apuesta en la

investigación en el país. (Chong Aguirre et al., 2022) El aceite de orégano es uno de los más potentes y efectivos antimicrobianos naturales, ya que tiene la capacidad de eliminar bacterias, hongos, parásitos y virus. (Abalco, 2020; Guamán, 2020; Mera Mendoza, 2020; Sánchez, 2017)

Para poder desarrollar con éxito un proceso como la destilación de aceites esenciales, se requiere de una investigación exhaustiva, de etapas de experimentación y del montaje de sistemas preliminares. Un punto intermedio en el desarrollo de sistemas es el diseño de plantas piloto, que a pesar de ser costosa de construir y operar, permite detectar incertidumbres en la construcción y operación de la planta comercial, lo que resulta de interés comercial para todas las empresas. (University of Moratuwa, s/f)

Evaluar adecuadamente una unidad piloto es fundamental para lograr con éxito la obtención de productos, para encontrar problemas o para buscar la optimización del sistema, siendo esta, la motivación del presente trabajo de investigación. Los problemas presentes en nuestro caso de estudio generan un funcionamiento inadecuado, por lo cual resulta fundamental proponer mejoras que garanticen la puesta en marcha del equipo, lo que se realizará con la ayuda de una herramienta de simulación con licencia académica.

Realizar la evaluación del caso real por medio de la simulación de un proceso validado, servirá como punto de partida y ayudará a obtener información relevante, permitiendo un escalamiento empírico-híbrido. El simulador será la herramienta que guíe la parte experimental que se desarrolle sobre la unidad piloto, reduciendo de esta forma los tiempos de pruebas sobre el equipo.

En cuanto a los protocolos de arranque, operación y parálisis del equipo de destilación de aceites, resulta prioritario el desarrollo de un manual de funcionamiento y seguridad para los operarios y ayudantes. La falta del manual potencia las posibilidades de causar cualquier clase de daño sobre los equipos y de la misma forma genera escenarios inseguros para los trabajadores.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Evaluar el funcionamiento de una unidad piloto de destilación de aceites esenciales de *Origanum vulgare* mediante simulación teórica y experimental, para el diagnóstico de los problemas presentes en la operación.

1.3.2 Objetivos Específicos

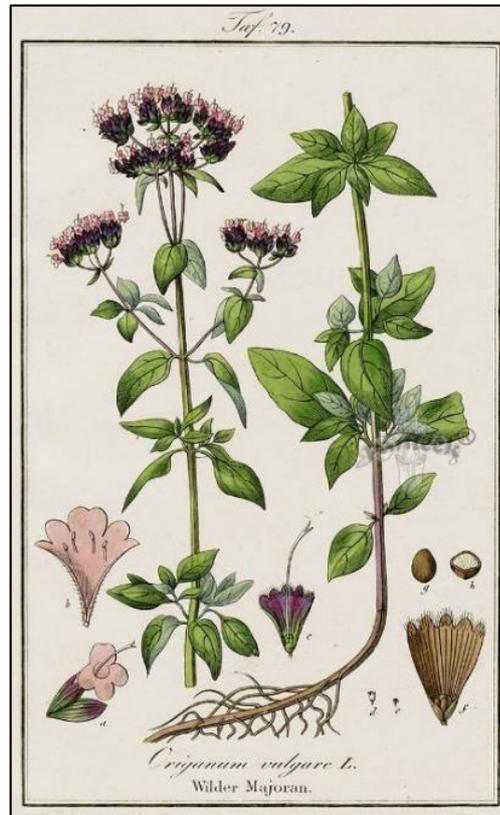
- Definir un sistema de destilación de aceites por cargas a través de la validación de una simulación por medio de un software de licencia académica.
- Identificar los parámetros de operación más relevantes en la unidad piloto por medio de la experimentación para la comparación de datos obtenidos con la simulación validada.
- Plantear un instructivo de operación de la unidad piloto para la implementación de protocolos que garanticen el funcionamiento del equipo y la seguridad de los operarios.

1.4 Marco teórico

1.4.1 Orégano (*Origanum vulgare* L.)

Figura 1.1

Planta de *Origanum vulgare* L.



Fuente: (Winkler, 1832)

De procedencia de Medio Oriente, la *Origanum vulgare* L. es una planta herbácea de la familia *lamiaceae* con tallos erectos mayores de 90 cm y hojas ovaladas enteras o ligeramente crenado-serradas, glabras o pilosas, punteado-glandulosas y pecioladas de 10–50 mm x 4–25 mm, como se observa en la Figura 1.1. El follaje de esta planta contiene pequeñas glándulas que disponen de aceite esencial o volátil que le da a la planta su aroma y sabor, los cuales se conocen por el nombre de tricomas glandulares (Centeno Muñoz, 2002; Kintzios, 2012)

Bajo el nombre de Orégano se catalogan muchas especies las cuales se distribuyen en seis familias. Las familias Verbenaceae, Labiadas y Compuestas, comprendiendo alrededor de 170 géneros y 3000 especies. (Abalco, 2020)

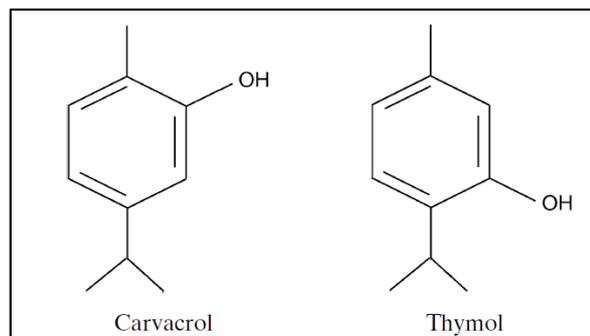
1.4.2 Aceite esencial de orégano

En general, los aceites esenciales son una mezcla de compuestos orgánicos volátiles tales como terpenos, monoterpenos y sesquiterpenos, además de sustancias azufradas y nitrogenadas provenientes de materias primas aromáticas vegetales, teniendo un 90 a 95% del peso total del aceite en forma de fracción volátil. (Acevedo et al., 2013; Rao & Pandey, 2007)

La composición y la cantidad de los compuestos orgánicos dependen de las condiciones de cultivo como el clima, la altitud, la época de cosecha, y su estado de crecimiento. (Arcila-Lozano et al., 2004). Por su parte, los aceites esenciales con alto contenido de los monoterpenos fenólicos timol y carvacrol (Figura 1.2), suelen presentarse en porcentajes representativos de especies de género *Thymus*, *Origanum*, *Satureja*, *Thymbra* y *Lippia*, en el que se encuentran el orégano europeo (*Origanum*) y el orégano americano (*Lippia*). (Muñoz Acevedo et al., 2007)

Figura 1.2

Estructuras de Carvacrol y Timol



Fuente: (Kintzios, 2012)

La subespecie de orégano *Hirtum* es la más estudiada debido a la calidad de su aceite esencial en cuanto a composición. El rendimiento de aceite esencial otorgado por esta subespecie en las hojas secas varía entre 2% y 6% (Acevedo et al., 2013). Los porcentajes de timol y carvacrol se pueden encontrar en distribución mostrada en la tabla 1.1.

Tabla 1.1

Composiciones del aceite esencial de orégano

Especies	Porcentajes
Timol	11.51 %
Carvacrol	88.49 %

Nota. La tabla representa los porcentajes de compuestos de interés aplicado a una simulación del proceso comparada a la experimentación. Fuente: (Moncada et al., 2016)

Varias tecnologías se han desarrollado para la extracción de aceites esenciales, tales como la extracción con fluido supercrítico, extracción por solventes y destilación por arrastre de vapor. Este último es método más antiguo y común empleado a varias escalas ya que se pueden obtener altos rendimientos y alta pureza al costo de emplear una mayor cantidad de energía para la generación de vapor. (Moncada et al., 2016)

1.4.3 Destilación por arrastre de vapor

Para la destilación de aceites esenciales, los equipos de escala nivel laboratorio otorgan una gran área de contacto entre la materia prima y los vapores de arrastre, por lo cual estos sistemas usan una relación materia-agua de 1:2. En cuanto al suministro energético es normal utilizar una fuente de calor constante, como lo suele ofrecer la hidrodestilación asistida por microondas. La generación de vapor proviene de un balón de

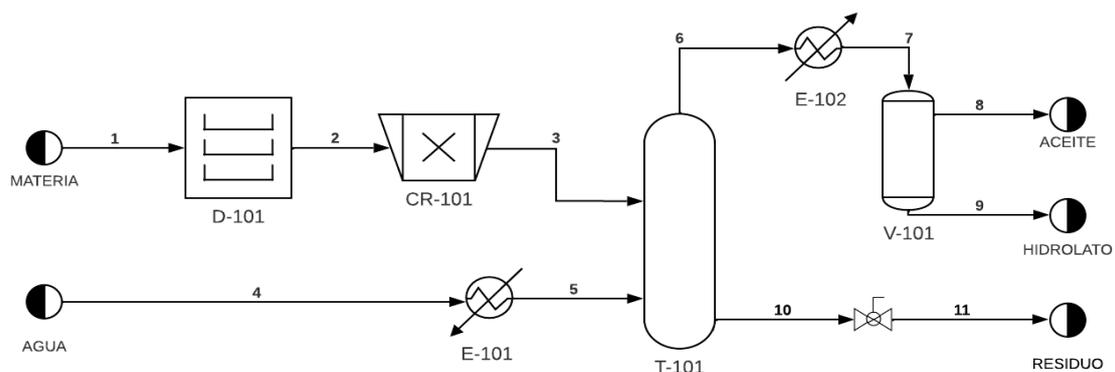
destilación con agua que se vaporiza y que pasa a otro balón con la muestra seca o sumergida en agua. Para la condensación de vapores se utiliza un serpentín de enfriamiento que condense el vapor arrastrado, el que es receptado por una trampa Clevenger para la separación del aceite. Debido a las dimensiones del sistema, se considera la idealidad en los fenómenos. (Chóez-Guaranda et al., 2017).

A una escala intermedia o bench, se mantiene el mismo principio, solo que la generación de vapor puede ser generada internamente, es decir desde el fondo del equipo de destilación. (Cerpa Chavez, 2007)

Por otro lado, en la figura 1.3 se observa que el fundamento de la operación de destilación por arrastre de vapor a nivel piloto reside en la extracción de los compuestos volátiles desde la matriz sólida, mediante el contacto con vapor de agua.

Figura 1.3

Esquema básico del proceso de destilación por arrastre de vapor



Operaciones Unitarias involucradas:

- D-101: Secador
- CR-101: Triturador
- E-101: Rehervidor
- T-101: Destilador de aceites esenciales
- E-102: Condensador
- V-101: Decantador o Florentino

Corrientes:

- 1: Materia Prima (Orégano)
- 2: Matera prima en base seca
- 3: Materia prima homogenizada
- 4: Agua
- 5: Vapor de agua
- 6: Vapores de arrastre
- 7: Condensado de mezcla agua y aceite
- 8: Aceite esencial de Orégano
- 9: Hidrolato
- 10: Residuo
- 11: Residuo

La materia vegetal debe tener de un 10 a 15% en peso de humedad antes de ingresar al destilador. Esta condición se alcanza por medio de un secador de bandejas (D-101) a una temperatura de 30 °C durante 6 horas, o en su defecto, el secado se puede realizar en un área techada, a temperatura ambiente por 10 horas. (Muzzio Villafuerte & Segovia Loor, 2021; Tellez Monzón et al., 2017)

Después del proceso de secado, la materia prima debe ser trozada de forma homogénea para garantizar un área de contacto adecuada. (Mera Mendoza, 2020) Una vez preparado la materia prima, esta ingresa al destilador (T-101), donde el aceite que reside en el interior de la materia vegetal es extraído por el vapor generado en el rehervidor (E-101). El aceite alcanza su temperatura de ebullición mucho antes debido a la presión parcial que ejerce está dentro del sistema, la cual resulta una fracción muy pequeña comparada con la presión del vapor. Después la mezcla de aceites esenciales y vapor saturado se transporta hacia el tope del equipo. (Armijo C et al., 2012; Maharaj & McGaw, 2020)

La mezcla inmiscible resultante pasa por un intercambiador de calor (E-102), el cual condensa los vapores por medio del agua de enfriamiento que se encuentra a una temperatura ambiente de 25 °C. Del condensador se obtienen el hidrolato o agua floral y el aceite esencial, que por diferencia de densidades se separan en un florentino o decantador (V-101). (Romdhane & Tizaoui, 2005)

1.4.4 Escalamiento de procesos

El escalamiento es el proceso en el que se desarrollan criterios o reglas para determinar relaciones que lleven una operación u objeto de un tamaño o forma inicial hacia otro distinto. Una forma de escalamiento en general se relaciona mediante el principio de similitud que establece:

La configuración espacial y temporal de un sistema físico está determinada por las relaciones de las magnitudes dentro del propio sistema y no dependen del

tamaño ni de la naturaleza de las unidades en las cuales se miden esas magnitudes. (Anaya-Durand & Pedroza-Flores, 2008, p. 34)

Por su parte, Muñoz Equihua (2016) recopila los métodos de escalamiento más utilizados para operaciones unitarias:

- *Fuerza bruta*: Se mantienen “factores críticos” de escalamiento en ambas escalas, estos suelen referir a variaciones en sus fenómenos de transferencia.
- *Basado en modelos*: Se relacionan con sus parámetros físicos, químicos e hidrodinámicos y su comportamiento es predicho por esos modelos.
- *Empírico*: Según las diferentes escalas (escala de banco, mini planta, planta piloto, desarrollo de negocios y planta de demostración), se evalúan el comportamiento de parámetros medidos y su ajuste para alcanzar un comportamiento deseado. Este no es muy fiable debido a que se desconoce el efecto del escalamiento y sus parámetros críticos de antemano.
- *Empírico-híbrido*: Involucra modelamiento y simulación para interpretar los resultados del modelo empírico y así simular y optimizar el próximo nivel de escalamiento.

Ejemplos de ello son el uso de simuladores comerciales que representan sistemas de acuerdo con los componentes del sistema, su naturaleza e interacción en su respectiva operación unitaria y el escalamiento basado en modelos en los destiladores por arrastre de vapor en el que es posible emplear un análisis dimensional para describir la influencia de los fenómenos de transferencia en el proceso a una escala mayor. (Arias et al., 2020; Cerpa Chavez, 2007)

1.4.5 Simulación de procesos químicos

El simulador comercial dispuesto a emplear para la destilación de aceite esencial es el AVEVA PRO/II, que con una amplia librería de componentes, métodos y operaciones

permite representar el proceso en estado estacionario, mediante la realización de cálculos rigurosos de balance de materia y energía.

1.4.5.1 Definición de compuestos

Los simuladores de procesos industriales cuentan con su propio banco de datos, estas bibliotecas disponen de una extensa cantidad de componentes puros, con los cuales se puede representar la mayoría de los procesos comerciales, especialmente para sistemas del campo petrolero. Los bancos de datos permiten la búsqueda de un componente por medio de su nombre, alias o fórmula química. (Álava Intriago & Cabezas Guzhñay, 2019)

1.4.5.2 Termodinámica del proceso

Los métodos termodinámicos ayudan al cálculo de propiedades termodinámicas y fases de equilibrio para poder resolver balances de materia y energía en los equipos que se está simulando, de la misma forma los métodos termodinámicos también intervienen en el dimensionado de los equipos. (Dimian, 2003)

Este primer paso resulta esencial para el sistema, porque el método termodinámico afectará todas las tareas posteriores, como en el desarrollo de propiedades físicas. Se debe considerar los siguientes cuatro factores antes de elegir el método:

- La naturaleza de las propiedades de interés.
- La composición de la mezcla.
- El rango de presión y temperatura
- La disponibilidad de parámetros.

1.4.5.3 Destilador Batch

De acuerdo con la guía de usuario del simulador, la unidad de destilación por lotes simula un rectificador discontinuo, el cual está compuesto por un destilador, una columna, un condensador y un acumulador. El destilador, los platos en la columna y el condensador son etapas teóricas. La destilación simple (Rayleigh) se puede simular configurando el número de etapas en 2 (condensador y destilador sin platos de columna) y configurando la relación de reflujo en cero. El modo básico de operación para la destilación necesita una carga de alimentación en la columna y una tasa de vapor de subida constante.

1.4.6 Procedimientos operacionales en una planta o laboratorio

La implementación o revisión de los procedimientos y registros facilitan el proceso de mejora continua ya que se documentan las actividades a realizar, la secuencia, los materiales y las herramientas de seguridad a usar en los mismos, puede mejorar su control y detección de errores para durante el proceso, eso suele referirse como estandarización del proceso. (Núñez Casanova & Pérez Casas, 2015)

Actualmente, la norma ISO 17025 aprobada en el Ecuador refiere a la existencia de procedimientos adecuados y de registros del proceso, la necesidad de su validación y actualización por parte del laboratorio. Además, junto a otras normas ISO contienen una sección que refiere a la mejora continua mediante la implementación de acciones necesarias, como, por ejemplo, desde la revisión de esos procedimientos operacionales. (NTE INEN-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales Para La Competencia de Los Laboratorios de Ensayo y Calibración, 2017)

CAPÍTULO 2

2. METODOLOGÍA

La metodología para la evaluación de la unidad se sintetizó en las figuras 2.1 a-b.

Figura 2.1a

Esquema de metodología

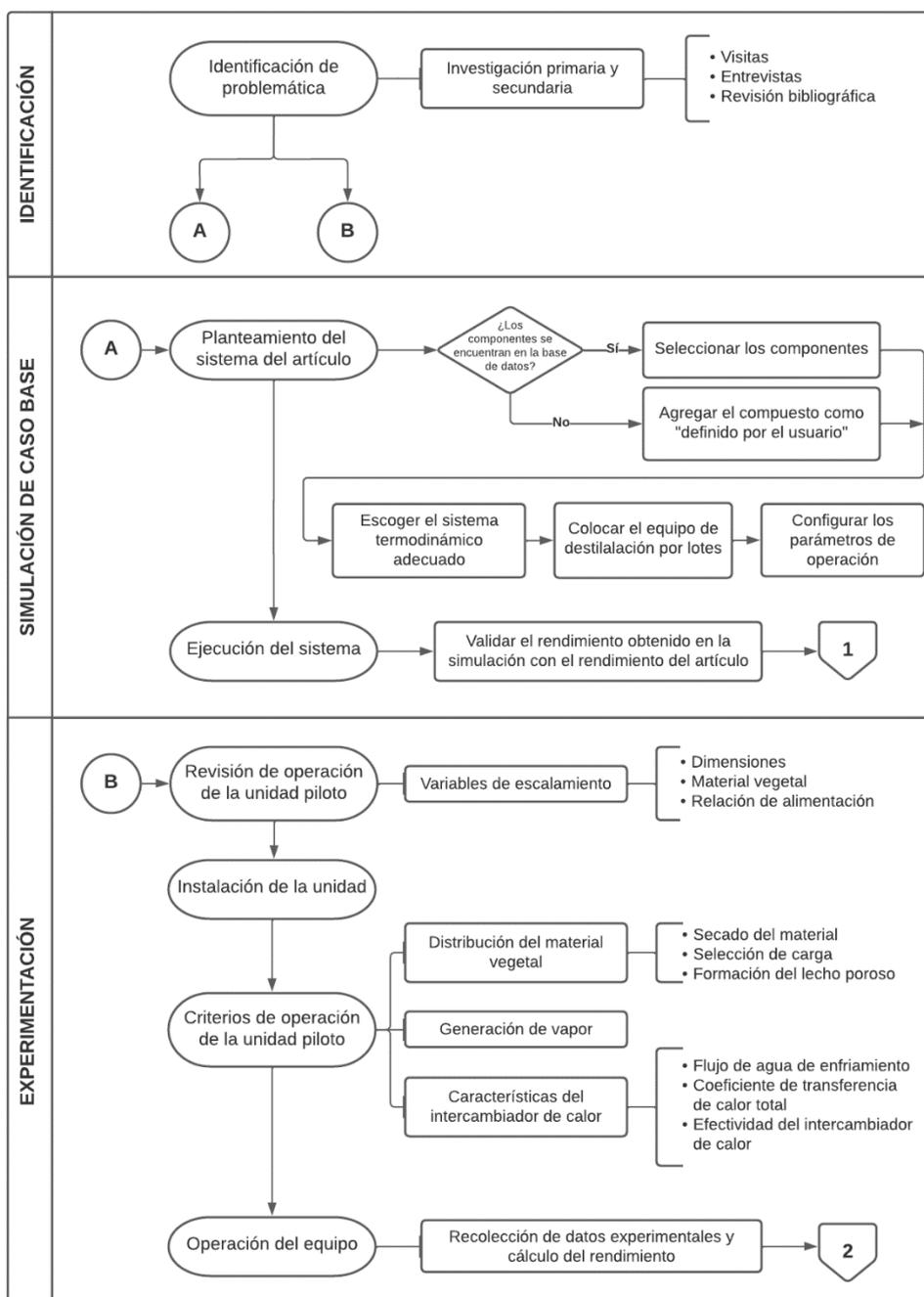
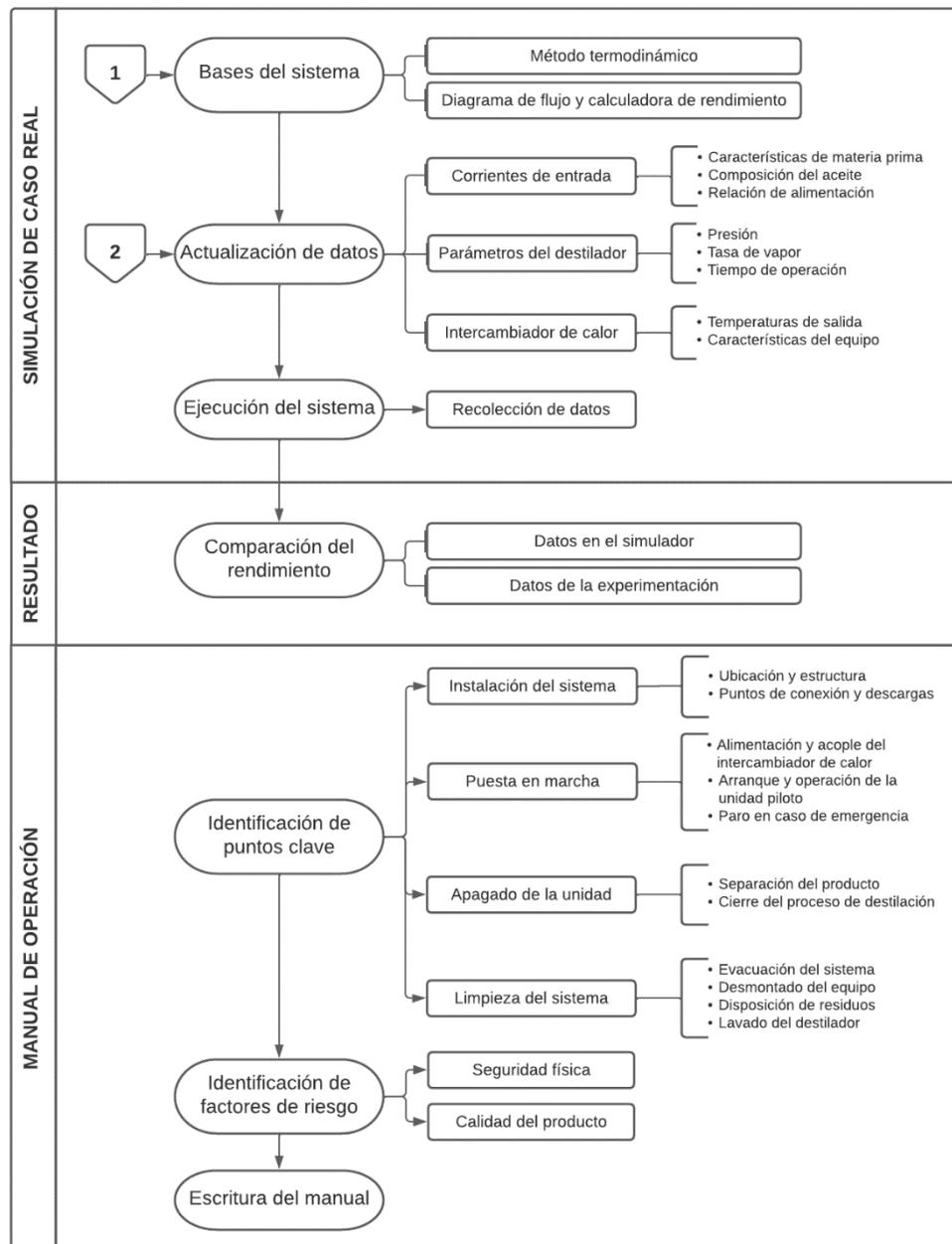


Figura 2.1b

Continuación de metodología



2.1 Identificación

2.1.1 Investigación primaria y secundaria

Se realizaron visitas al laboratorio donde se encuentra ubicada la unidad piloto de destilación de aceites, en el lugar se entrevistó a los encargados del laboratorio y operarios. Este primer contacto dio a conocer el historial de trabajos realizados y los equipos de

escalas menores que fueron utilizados. Se examinó la unidad piloto al completo, además nos fue compartida las experiencias previas y condiciones a las que se llegó a operar dicha unidad.

Conjuntamente, se realizó una revisión bibliográfica de artículos científicos y trabajos acerca del modelamiento, operación y optimización de la operación de extracción de aceites esenciales para identificar los parámetros más relevantes del proceso real y las suposiciones en modelos que son aplicables en la simulación y en el desarrollo de la evaluación.

2.1.1.1 Suposiciones en modelos de destilación de aceites esenciales

El enfoque que se ha aproximado en el modelado refiere a la transferencia de masa y calor que ocurre en la matriz vegetal dispuesto como un lecho empacado a condiciones de 100°C cercano a presión atmosférica, otras suposiciones aplicables según varios modelos fueron:

- Sistema isobárico e isotérmico
- Velocidad lineal de vapor constante con distribución uniforme
- Disposición del lecho poroso es constante a lo largo del equipo
- Caída de presión en el equipo es depreciable
- Productos de destilación completamente inmiscibles
- Condensador total sin sub-enfriamiento

Consideraciones más específicas envuelven la parte de la planta dispuesta a la extracción, el tamaño de partícula y la cantidad de componentes o pseudo-componentes. (Arias et al., 2020; Armijo C et al., 2012; Cerpa et al., 2008; Maharaj & McGaw, 2020; Sartor et al., 2011)

2.2 Simulación del caso base

2.2.1 Planteamiento del sistema

Para poder representar la unidad piloto de destilación de aceites esenciales de orégano sobre un software de simulación, primero se seleccionó un artículo referente a la misma operación. Como parte del proceso se realizó una identificación de los fenómenos y la disposición de los equipos y corrientes, lo cual nos permitió desarrollar una descripción detallada del sistema. (Moncada et al., 2016)

2.2.2 Simulador

El simulador utilizado para el armar el diagrama de flujo del destilador de aceites esenciales, fue el software AVEVA PRO/II. Este simulador nos permite realizar cálculos rigurosos de balance de materia y energía, para una amplia gama de procesos químicos. El nivel de detalle dentro de la configuración de los sistemas puede variar de acuerdo con la operación unitaria.

2.2.3 Definición de compuestos

La elección de los compuestos está ligada a la materia prima y el proceso industrial. En la destilación de aceites esenciales por arrastre de vapor simple, no se utiliza agentes de separación como solventes. Debido a esto, las especies que se agregaron en el simulador se limitaron a dos compuestos de interés. Dichos compuestos están presentes en el aceite esencial de la materia prima, en nuestro caso es el orégano.

2.2.3.1 Compuestos definidos por el usuario

Simuladores como AVEVA PRO/II cuentan con su propio banco de datos, a pesar de la variedad de componentes, existen especies químicas que no se encuentran disponibles debido a su complejidad o escasa utilidad dentro de los

procesos industrializados. PRO/II ofrecen al usuario la opción de ingresar componentes especiales mediante tres modalidades: por la definición de propiedades termodinámicas, la especificación de la estructura del componente, o por medio del ensayo petrolero para derivados de petróleo. Como parte de la definición de compuestos, hicimos uso de la herramienta para agregar una especie de interés. Se escogió como método de ingreso de componente, la definición de propiedades termodinámicas. En la Tabla 2.1 se muestran las propiedades necesarias para definir los compuestos.

Tabla 2.1

Propiedades dependientes de la temperatura

Propiedades de componente	Símbolo	Unidades
Presión de vapor	VP	N/m ²
Entalpía	H	J
Capacidad Calorífica	Cp	J/kg-mol · K
Calor latente de vaporización	ΔH_v	J/kg-mol
Densidad	ρ	kg/m ³
Viscosidad	μ	Pa · s
Conductividad	k	W/m · K
Tensión superficial	σ	N/m

2.2.4 Selección de método termodinámico

Muchos procesos químicos incluyen operaciones unitarias de separación como la destilación o la extracción, donde es vital considerar modelos de propiedades físicas para el equilibrio, propiedades que se ven afectadas por la selección del método termodinámico.

Los fenómenos relacionados al equilibrio como el líquido/líquido (LLE), están presentes en procesos como la destilación de aceites por arrastre de vapor. (Carlson, 1996)

Para la selección del método adecuado, se utilizó la metodología del árbol de decisiones del Ingeniero Eric Carlson, 1996.

2.2.5 Equipos y configuración del sistema

2.2.5.1 Armado del sistema

Para realizar la selección de los equipos y la disposición de las corrientes dentro del simulador se consideró, tanto el sistema de extracción de aceites establecido en el artículo científico como las características de la unidad piloto. Para la configuración de los equipos seleccionados, se usó la mayoría de las especificaciones presentes en el sistema de extracción de aceites de orégano de Moncada, tales como cantidad de la alimentación, horas de operación, presión del sistema y comportamiento del condensador. Algunos parámetros se pueden observar en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2

Descripción de parámetros en la simulación del destilador

Parámetros	Descripción	Unidad
Número de platos teóricos	Etapas dentro del sistema, 2 platos teóricos como mínimo (hervidor y condensador).	-
Ciclo de operación Batch	Tiempo designado para un ciclo, los resultados se calculan en base a este tiempo.	h
Presión del sistema	Presión que puede configurarse de forma general o por etapas.	N/m ²
Retención de liquido	Valor que especifica la cantidad de líquido retenido en las paredes, platos y condensador.	kg-mol
Temperatura de condensado	Permite ajustar la temperatura de salida del producto solo en condensadores de valor fijo.	°C

2.2.5.2 Políticas de operación

Las políticas de operación son acciones que definen el comportamiento de la carga y el sistema. Se definió la forma en que se alimenta la carga, esta política secuencial relaciona y compara la carga que se alimentó al sistema y el número de ciclos. La tasa de vapor superior o de arrastre también se ve afectada por el número de ciclos. Esta se calcula en base a la alimentación de agua y tiene que guardar congruencia con el número de horas de operación. (Mujtaba, 2004). Las políticas consideradas se muestran en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3

Descripción de políticas de operación

Políticas de operación	Acción	Configuración	Unidad
Secuencial	Carga	Alimentación instantánea al destilador	kg-mol
	Destilado	Tasa de vapor superior sin recirculación.	kg-mol/h
No Secuencial	Arranque	Detallar la temperatura del vapor de arrastre y su recorrido.	°C

La alimentación instantánea y el flujo de vapor superior especificados en la “Acción de carga” son afectados directamente por el número de horas/ciclos señalados en el panel de configuración. El valor agregado en la casilla de “Ciclo de operación Batch” dividirá las cantidades de flujo y masa ingresadas en las políticas de operación.

Para poder calcular alimentación instantánea se debe realizar la multiplicación entre los factores expuestos en la ecuación (1):

$$A_i = \text{Materia entrante al destilador} \times \text{Ciclo de operación Batch} \quad (1)$$

Una forma de realizar el cálculo de la tasa de vapor superior es por medio de la ecuación (2):

$$Q = \dot{m}_l \cdot c_p \cdot (T_{\text{ebullición}} - T_{\text{ambiental}}) + \dot{m}_v \cdot h_{fg} \quad (2)$$

Donde:

Q: Calor

\dot{m}_l : Tasa de líquido

\dot{m}_v : Tasa de vapor superior

c_p : Capacidad calorífica del agua

h_{fg} : Entalpía de vaporización

2.2.6 Validación de la simulación

Una vez detallado nuestro sistema, se realizó el armado de la simulación por medio de la réplica de un artículo científico, donde se consideró la composición, estado y rendimiento de la materia prima, los equipos involucrados en un sistema de destilación por lotes y las corrientes de alimentación y de servicio. Se guardó las debidas similitudes entre el caso real y el artículo de referencia para su correcta validación. (Moncada et al., 2016)

2.3 Experimentación

2.3.1 Selección de variables de escalamiento

El laboratorio contaba con una olla de destilación donde se realizaron trabajos y análisis previos, la información proporcionada por esta unidad de 20 litros de capacidad sirvió como punto de partida para la selección de variables. Información como la especie vegetal de estudio, la relación en la carga materia-agua y las dimensiones permitieron una

comparación entre la escala intermedia y la planta piloto. Generalmente, la planta piloto cuenta con un destilador de capacidad de 50 litros. (Cerpa Chavez, 2007)

2.3.1.1 Selección del material vegetal

Se consideraron factores como la época del año y la procedencia de la especie vegetal, ya que son factores que afectan directamente al rendimiento y calidad del aceite extraíble. El orégano como materia prima contaba con investigaciones previas, por lo que se dispuso de datos importantes como la caracterización del aceite y del hidrolato, los datos principales se detallan en la tabla 2.4. La procedencia de la materia prima fue de un mercado mayorista en Ambato, de donde se obtuvo ramas con hojas de orégano.

Tabla 2.4

Puntos de recolección del material empleadas a escala intermedia

Especie vegetal	Época de recolección	Ubicación	Fuente
<i>Origanum vulgare</i>	Noviembre 2021	Patate, Tungurahua (EC)	(Muzzio Villafuerte & Segovia Loor, 2021)
	Mayo 2022	Patate, Tungurahua (EC)	(Maldonado & Vera, 2022; Tomalá & Duarte, 2022)

2.3.1.2 Relación de materia prima y vapor de agua

Se consideró la relación entre la materia seca y el agua suministrada a la olla 20 litros de capacidad. Los trabajos previos indicaron que esa unidad trabajó con una cocina de hogar para el suministro de calor y generación de vapor. En contraste con el equipo de escala menor, la unidad piloto dispone de una cocina industrial para suplir las necesidades energéticas. Los datos relacionados se muestran en la tabla 2.5.

Tabla 2.5

Relaciones de alimentación empleadas a escala intermedia

Especie vegetal	Parte por destilar	Relación materia prima : agua (kg/kg)	Rendimiento (% mL/g)	Fuente
<i>Origanum vulgare</i>	Hojas	1:6	0.75%	(Muzzio Villafuerte & Segovia Loor, 2021)
	Tallos y hojas	1:10	0.12%	(Maldonado & Vera, 2022; Tomalá & Duarte, 2022)

2.3.1.3 Dimensiones de la unidad en escala intermedia y la unidad piloto

Las dimensiones de la unidad en escala intermedia fueron tomadas de las especificaciones técnicas del equipo y las de la unidad piloto se midieron con una cinta de medir y un calibrador vernier, recopilando los datos de ancho (eje horizontal), el largo (eje vertical) y el volumen que contienen.

2.3.2 Instalación de la unidad

Una vez seleccionadas las variables de interés para la unidad piloto, se realizó una revisión del espacio disponible en el laboratorio para poder determinar el área donde se ubicaría e instalaría la olla de destilación de aceites esenciales. La disposición final del equipo debía garantizar una operación fluida y segura para los operarios.

Como parte del proceso de instalación se consideró la distancia entre la unidad piloto y el suministro de agua, de igual forma se guardó una distancia prudente entre la bombona de gas (fuente del combustible) y la cocina industrial.

2.3.3 Criterios de operación de la unidad piloto

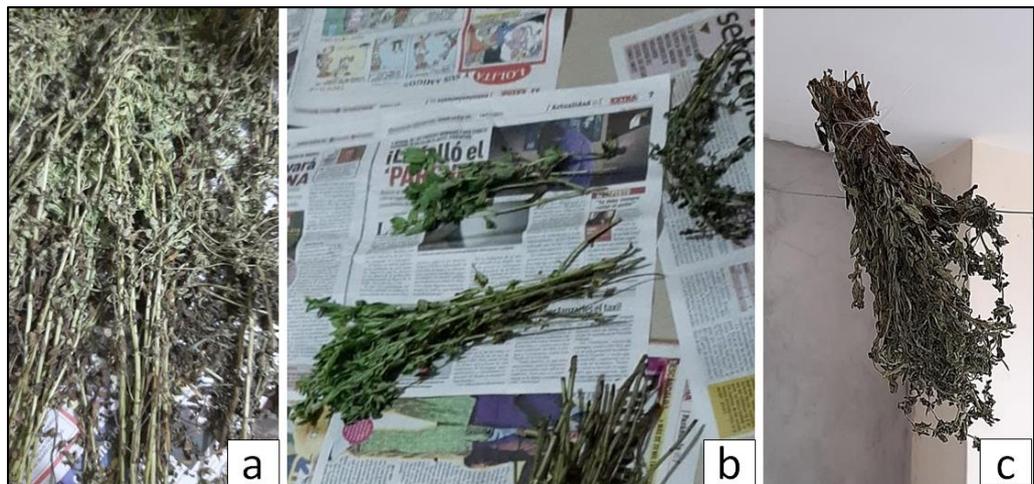
2.3.3.1 Selección y secado de la materia

La materia prima adquirida requirió de un proceso de selección, ya que factores externos como el tiempo de almacenamiento, el medio de transporte y el clima pueden deteriorar y reducir la calidad y cantidad de materia utilizable. La selección y cortado de los tallos se realizó para dar homogeneidad a la carga, ya que estas constituyen la carga al sistema.

La materia prima en buen estado se separó en ramos y se colocaron en un lugar techado con circulación de viento para poder retirar la mayor cantidad de humedad. El secado de las ramas se mantuvo por 5 días, las hojas sueltas se colocaban aparte en una superficie plana cerca de una ventana. Finalmente, se realizó el deshojado de las ramas para hacer pruebas con la carga. En la figura 2.2 se muestran fotos de la materia prima en la etapa de secado.

Figura 2.2

Preparación de materia prima



Nota: Se empleó un mismo lote para todas las pruebas. a) Recepción de materia, b) Ramos de orégano, c) Secado de ramos.

2.3.3.2 Selección de carga

Para hacer pruebas en el equipo piloto se trabajó una carga con la relación de alimentación de nivel intermedio (1:6). (Muzzio Villafuerte & Segovia Loor, 2021) También se utilizaron otras relaciones teniendo en cuenta las dimensiones del equipo y la cantidad de materia prima disponible, las relaciones seleccionadas fueron de (1:100) y (1:47).

2.3.3.3 Formación del lecho poroso

Se examinaron distintas estructuras metálicas donde se iba a formar el lecho vegetal durante la experimentación. Con el fin de asegurar la homogeneidad en la distribución del vapor. Las estructuras se describen en la tabla 2.6.

Tabla 2.6

Configuraciones propuestas del lecho poroso

Configuración	Descripción	Alimentación de prueba
	Canasta de metal de la altura del equipo, perteneciente al centro de investigación con agujeros de diámetro de 6 mm	Agua
	Ramas secas con pocas hojas distribuidas en una rejilla de metal con espacios de aproximadamente 1.5 cm	Agua y materia prima seca
	Una malla de metal con espacios de aproximadamente 2 mm	Agua y materia prima seca

2.3.3.4 Generación de vapor de arrastre

Se revisaron los diferentes efectos que generaba el nivel de llama de la cocina industrial y la ausencia o presencia del material vegetal sobre la velocidad del flujo de vapor dentro de la olla de destilación.

La importancia sobre la generación de vapor reside en la capacidad del sistema para humedecer la materia seca, el contacto debe ser suficiente para que la difusión del aceite en la superficie ocurra y estos puedan ser arrastrados. El flujo volumétrico de vapor fue medido considerando el tiempo y el volumen recolectado en salida de condensador, para no incluir el agua que se condensa en las paredes del destilador. (Özek, 2012)

2.3.3.5 Características del intercambiador de calor

De acuerdo con el diseño, este permitía una configuración a contracorriente, puesto que el agua entraba por la parte inferior derecha del intercambiador y salía por la parte superior izquierda, cuando el flujo a condensar entraba por la parte izquierda. El material de construcción de toda su estructura es el acero inoxidable AISI304. Algunos factores considerados fueron:

Flujo de agua de enfriamiento: El flujo volumétrico del agua de enfriamiento se midió a la salida del sistema tomando el tiempo en el que se llenaba una probeta de 1 L, con la temperatura en la entrada del condensador se transformaba a flujo másico.

Coefficiente de transferencia de calor total: Para estimar el coeficiente de transferencia de calor total, U , se delimitó el sistema del intercambiador de doble tubo y se calcularon sus resistencias térmicas. Los datos determinados experimentalmente necesarios para el cálculo fueron los flujos de la corriente del

condensado y del agua de enfriamiento, las temperaturas a la entrada y salida al equipo y las dimensiones del equipo.

Las ecuaciones empleadas dependieron de las sustancias involucradas, el material del intercambiador y el régimen de flujo, las propiedades físicas necesarias fueron obtenidas a la temperatura promedio de las corrientes y estas fueron desarrolladas en el programa EES que contiene una amplia base de datos termodinámicos adecuados para el sistema propuesto. (Çengel & Ghajar, 2011)

Efectividad del intercambiador del calor: La efectividad del intercambiador es la relación entre la razón de calor real intercambiado, calculado a partir del U , y la razón de calor máxima que puede ser intercambiada. Este último depende de la menor razón de capacidad calorífica, es decir, se considera su flujo y su capacidad calorífica para el intercambio de calor y la diferencia de temperaturas de entrada de los fluidos de entrada y salida. (Çengel & Ghajar, 2011)

2.4 Simulación del caso real

2.4.1 Actualización de la simulación hacia la unidad piloto

Se ajustó parámetros dentro de la simulación de destilación de aceites esenciales, la que fue previamente validada, para representar el sistema real dentro del software AVEVA PRO/II. Con ayuda de esta herramienta se evaluó las diferencias entre los datos obtenidos de un sistema idealizado que ignora el estado del equipo o problemas de distribución y los datos obtenidos de la experimentación con la planta piloto.

2.4.1.1 Alimentación al equipo

Las especies seleccionadas en la validación del artículo científico se conservaron, pero características de la materia prima tales como los porcentajes de

las especies constituyentes y el rendimiento fueron ajustadas en concordancia con el caso real.

2.4.1.2 Parámetros del destilador

Para la representación del caso real sobre la configuración de destilador, se conservaron datos coincidentes como el tiempo de operación y el número de etapas teóricas. En cuanto a los valores diferentes, se modificaron los siguientes:

- La presión del sistema,
- La retención de líquido
- Tipo de condensador
- Temperatura del condensador

En las políticas de operación se modificó la alimentación instantánea y se calculó la tasa de vapor respectiva para el sistema real.

2.5 Manual de operación de unidad piloto

Se desarrolló un manual de operación del equipo de destilación de aceites, con la finalidad de estandarizar el procedimiento realizado por los operarios y para garantizar la seguridad y la buena práctica.

Para la escritura del manual, primero se debió asegurarse la identificación, descripción, revisión y aprobación como parte de información documentada, tal como refiere la sección 7.5.2 de la norma ISO 9001:2015, como se observa en la figura 2.3.

Figura 2.3

Formato de encabezado y requerimientos básicos del manual

Logo del centro de investigación	Manual de operación de destilador de aceites esenciales	Código	XX-XXX-XXX
		Versión	
		Fecha de revisión	
		Página	1/11

Elaboró: <i>Firma/Nombre</i>	Revisó: <i>Firma/Nombre</i>	Aprobó: <i>Firma/Nombre</i>
Cargo: (e.g. Estudiante(s) de facultad XXXX)	Cargo: (e.g. Profesor responsable)	Cargo: (e.g. Encargado del área)
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Después, su contenido se basó en la sección 4.4.1 de la norma ISO 9001:2015, en la cual refiere a la determinar las entradas y salidas del proceso, además de secuencia y control para asegurar su calidad, las secciones a desarrollar en el manual se presentan en la figura 2.4.

Figura 2.4

Secciones del manual a desarrollar

1. Objetivo
2. Alcance
3. Responsabilidades
4. Descripción de la operación
5. Puntos clave de operación
5.1. Instalación del sistema
5.1.1. Ubicación y estructura
5.1.2. Puntos de conexión y descargas
5.2. Puesta en marcha
5.2.1. Alimentación y acople del intercambiador de calor
5.2.2. Arranque y operación de la unidad piloto
5.2.3. Paro en caso de emergencia
5.3. Apagado de la unidad
5.3.1. Separación del producto y cierre del proceso de destilación
5.4. Limpieza del sistema
5.4.1. Evacuación del sistema
5.4.2. Desmontado del equipo
5.4.3. Disposición de residuos y lavado del destilador
6. Diagrama de flujo de las actividades
7. Medidas de seguridad
8. Control de cambios
9. Revisión y aprobación

Finalmente, respecto a seguridad, en la norma ISO 45001:2018 se refiere en el apartado A.6.1.2.1 sobre la identificación de peligros en la organización o, en este caso, a la unidad de trabajo.

Figura 2.5

Sección de identificación de peligros

Puntos claves	Sección	Peligros	Riesgos	Medidas preventivas
--------------------------	----------------	-----------------	----------------	--------------------------------

CAPÍTULO 3

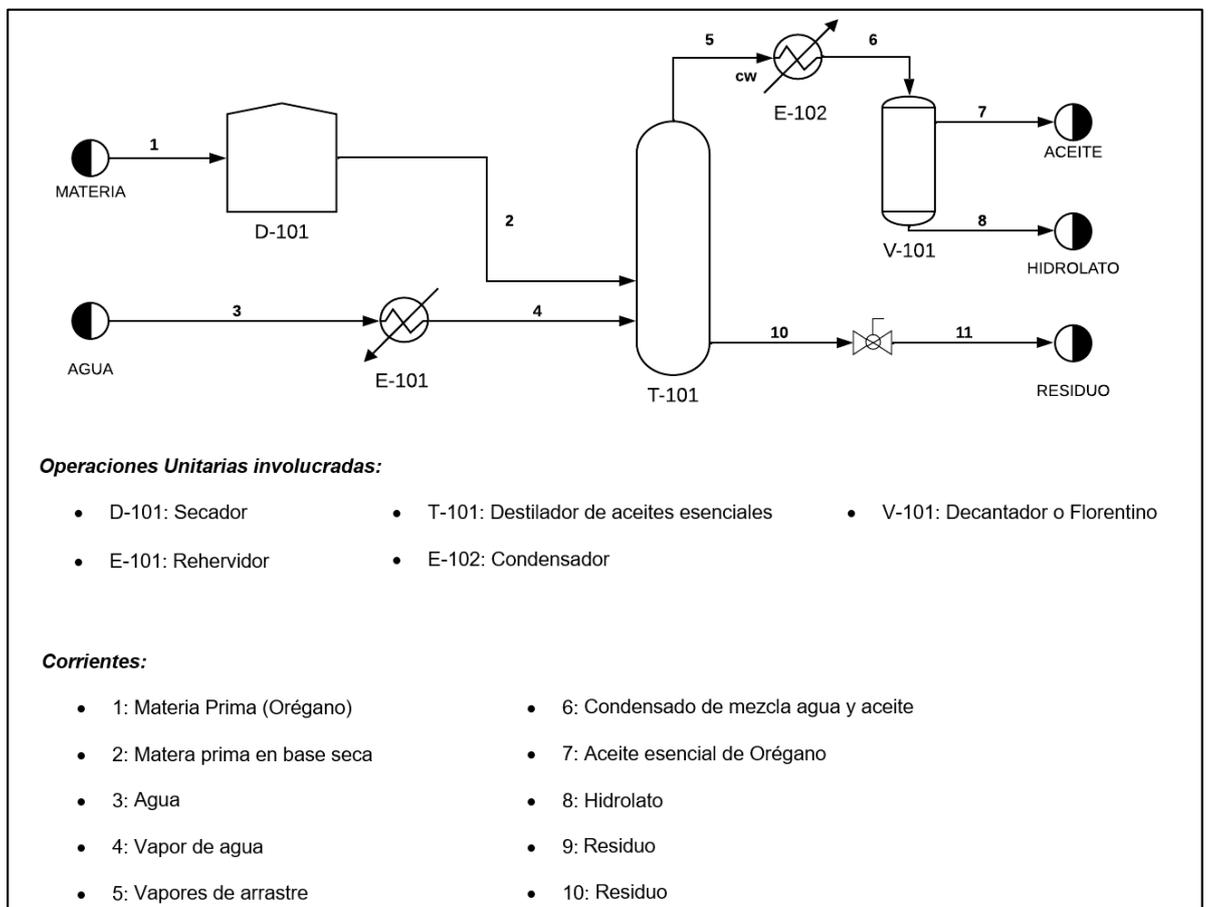
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Definición del sistema de la unidad piloto

Se realizó un DFP de la unidad piloto para representar la operación real. El diagrama de la figura 3.1 difiere ligeramente del diagrama mostrado en el apartado de “Destilación por arrastre de vapor” presente en el Capítulo 1 debido a que se tiene una corriente de residuo que no se recicla y es liberada al final del proceso.

Figura 3.1

Diagrama de flujo de proceso de destilación por arrastre de vapor



3.2 Simulación del caso Base

La construcción del modelo se realizó de acuerdo con las condiciones presentes en la simulación de procesos de extracción de aceites esenciales por Moncada et. Al. 2015. La simulación se realizó en AVEVA PRO/II en contraste al artículo científico, el cual construyó el sistema en el simulador comercial Aspen Plus.

3.2.1 Definición de compuestos

Se tomaron los 2 compuestos más abundantes presentes en los resultados de la cromatografía compartida por el artículo científico de referencia. Los componentes no considerados conformaban un 1.8% del total, estos fueron omitidos debido a su escasa influencia sobre el sistema. Los valores del timol y carvacrol fueron normalizados como se aprecia en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1

Composición del aceite esencial de orégano utilizado en el caso base

Componentes	Artículo científico	Modificación asumida
Carvacrol	86.3 %	88.49 %
Timol	11.3 %	11.51 %
Otros	1.8 %	-

El carvacrol es una sustancia que no se encuentra dentro de la biblioteca de AVEVA PRO/II, esta especie fue ingresada por medio de las propiedades termodinámicas. Se añadió la información requerida para las especies en fase líquida y fase gaseosa, en un rango de temperatura de 25°C a 155 °C. Esta información fue extraída del banco de datos perteneciente al software Aspen Plus.

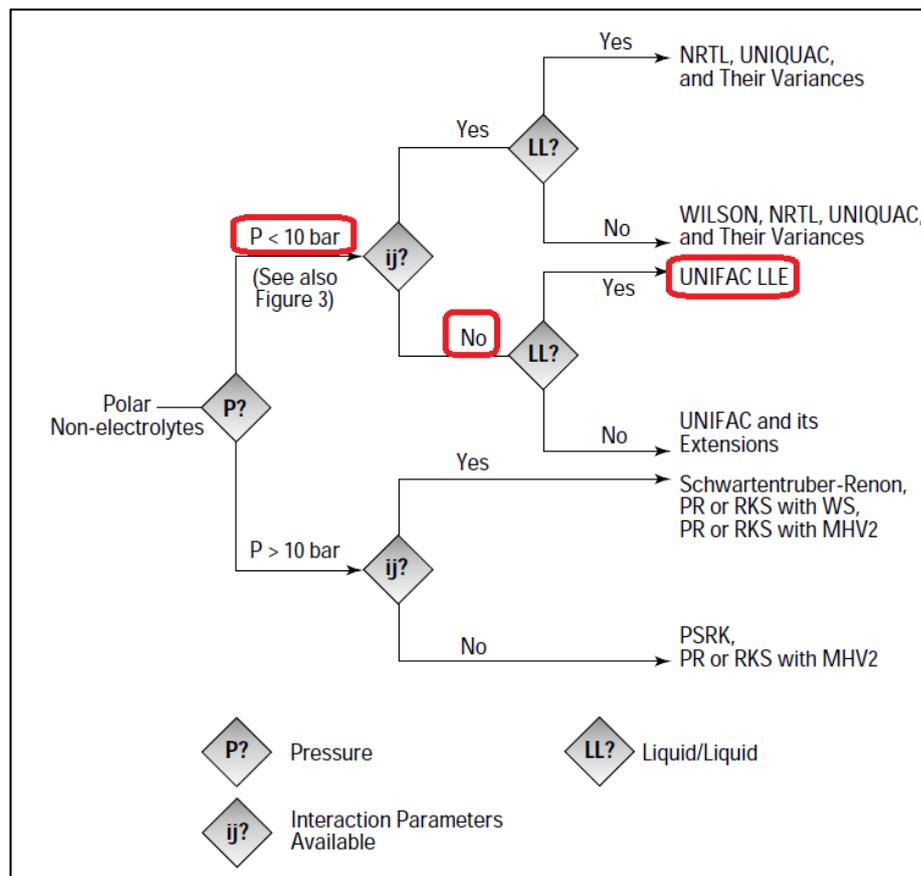
En cuanto a la adición de sólidos para definir la materia vegetal, no existe forma en la que el simulador PRO/II pueda realizar esta representación.

3.2.2 Selección de método termodinámico

Los aceites esenciales son sustancias de una estructura no polar, dicha estructura no se rompe o descompone en iones al interactuar con el agua. En cuanto al vapor de agua que interviene en el proceso de destilación, este cuenta con una estructura polar. No se aplicó parámetros de interacción binaria en la simulación y para finalizar, el sistema está constituido por un equilibrio de fases vapor-liquido-liquido. Como resultado del análisis del sistema y considerando las condiciones de trabajo, el método seleccionado fue “Dortmund-modified UNIFAC” (UNIFAC T Dep-2 en PRO/II), como se aprecia en la figura 3.2.

Figura 3.2

Árbol de decisiones para elegir un modelo termodinámico



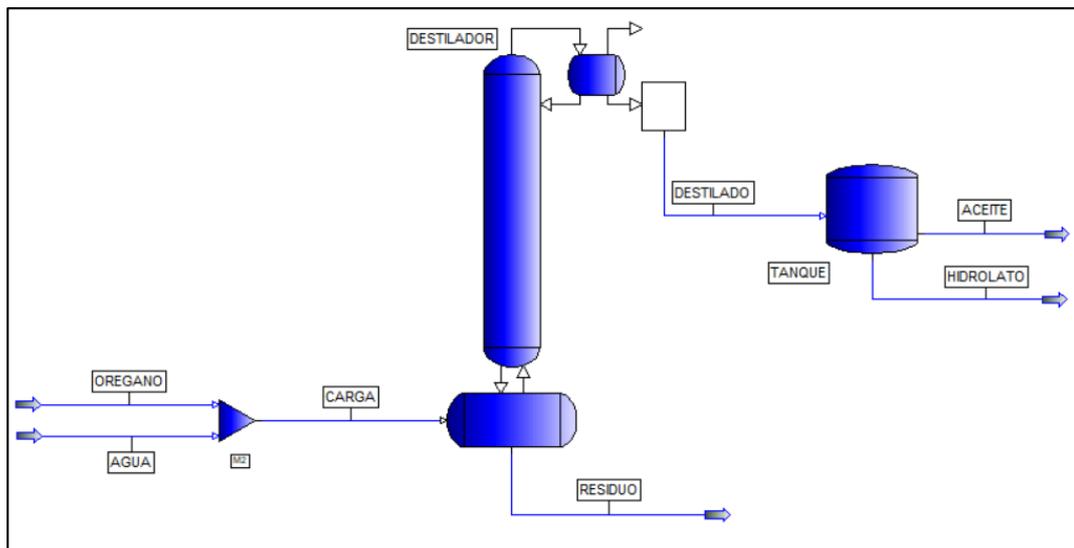
Fuente (Carlson, 1996):

3.2.3 Diagrama de simulación y configuración de sistema

Los equipos seleccionados dentro de PRO/II y las corrientes consideradas variaron con respecto a los usados en el artículo científico. El sistema de la planta piloto se representó por medio de una unidad de destilación por lotes, la que está constituida por: un hervidor, una columna de destilación, un condensador y un acumulador. En la Figura 3.3 se visualiza diagrama de flujo dentro del simulador.

Figura 3.3

Diagrama de flujo del sistema de destilación de aceites esenciales



Fuente: PRO/II

Se agregó un separador flash para dividir el aceite esencial del hidrolato, ya que el acumulador del destilador Batch no lo hace. El acumulador se conectó al separador flash por medio de la corriente "Destilado".

La unidad de destilación por lotes solo permite modelar una separación vapor-líquido en la sección que pertenece a la columna de destilación, en cuanto a la sección del condensador, esta permite realizar cálculos vapor-líquido-líquido.

La corriente de alimentación “Orégano” representa el ingreso de la materia vegetal, la que debe estar a una humedad estimada del 10%. La corriente “Agua” es la cantidad de líquido ingresado al destilador batch, que se añade en relación a la alimentación de materia vegetal. Para el proceso de validación se utilizó una relación de 1:5, para el orégano y el agua respectivamente. Los flujos de alimentación se muestran en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2

Alimentación de agua y orégano al sistema

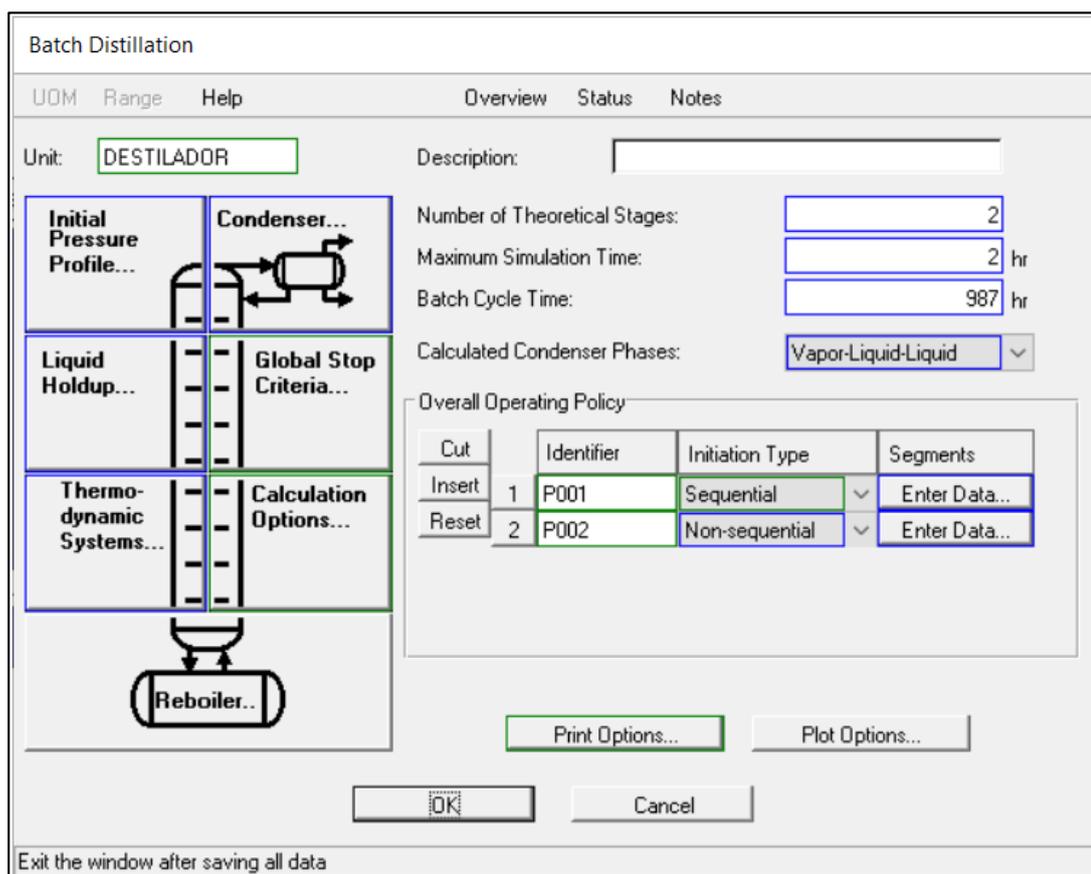
Parámetros	Valor	Unidades
Relación Orégano-Agua	1:5	-
Humedad	0.7	Fracción másica
Humedad Base Seca	0.1	Fracción másica
Rendimiento	8.66	kg aceite/ton materia fresca
Materia fresca	200	kg/h
<i>Materia seca</i>	60	
<i>Agua</i>	140	
Materia al 10% de humedad	66.67	kg/h
<i>Biomasa</i>	58.37	
<i>Agua (humedad)</i>	6.67	
<i>Timol</i>	0.22	
<i>Carvacrol</i>	1.69	
Agua (flujo de vapor)	333.3	kg/h

Fuente: Moncada et al., 2016

Los valores ingresados en la corriente “Orégano” se encuentran por debajo de la fila “Materia al 10% de humedad” en la tabla 3.2, descartando a la biomasa ya que no es posible incorporarla en la simulación. Debido a que no se puede representar la biomasa en este simulador, se realizó un balance para calcular las cantidades individuales de agua (humedad), timol y carvacrol presentes en orégano tratado. El balance completo se integró a la simulación por medio de una calculadora.

Figura 3.4

Panel de configuración de destilador batch



Fuente: PRO/II

Para la modificación del destilador, Figura 3.4, se definió el número de platos teóricos, las horas de operación y el tiempo de ciclo Batch (número de ciclos). En las ventanas desplegadas se definió una presión para el sistema y el comportamiento del

condensador. En la Tabla 3.3 se muestra los valores utilizados en el proceso de configuración.

Tabla 3.3

Parámetros especificados en la simulación del destilador

Parámetros	Valor	Unidad
Número de platos teóricos	2	-
Tiempo de simulación	2	h
Ciclo de operación Batch	987	h
Presión del sistema	2.96	atm
Caída de presión	0	atm
Retención de líquido	0.02	Fracción molar
Tipo de condensador	Subenfriado	-
Temperatura de condensado	30	°C

Fuente: Moncada et al., 2016

La retención de líquido es un valor que no se detalla en el trabajo de Moncada. Siendo esta un requerimiento para PRO/II, se escogió una retención del 2% debido a un ejemplo presentado que mostraba relación con número de etapas en el sistema y tiempo de operación. (Mujtaba & Macchietto, 1998) Este porcentaje se multiplicó por la alimentación total en moles que se ingresa a la unidad de destilación, cabe recalcar que la retención del líquido afecta directamente a los aceites esenciales que circulan por el sistema.

Finalizando con el proceso de configuración del destilador Batch, se especificó los criterios de arranque. Estos criterios o políticas de operación son acciones que definen el

comportamiento de la carga y el sistema, y estas se ven afectadas por factores como la presión del sistema y las horas de ciclo (número de ciclos o repeticiones).

En cuanto al separador flash, se ajustó el método termodinámico del equipo para la fase vapor-liquido-liquido. También se modificó la temperatura del separador a la presente en la corriente “Destilado”. Por último, se especificó las fases de los productos, en nuestro caso el aceite como “líquido” y el hidrolato como “agua/2do liquido”. En la figura 3.5 se visualiza el panel de configuración para el Separador o Tanque flash.

Figura 3.5

Panel de configuración del Separador flash

The image shows a software window titled "Flash Drum" with a menu bar containing "UQM", "Define", "Range", "Help", "Overview", "Status", and "Notes". The main configuration area includes:

- Unit:** A text box containing "TANQUE".
- Description:** An empty text box.
- First Specification:** A dropdown menu set to "Pressure Drop" and a text box containing "0" followed by "atm".
- Thermodynamic System:** A dropdown menu set to "UNIF02".
- Second Specification:** Two radio buttons. The first, "Unit Specification:", is selected and has a dropdown menu set to "Temperature" and a text box containing "30" followed by "C". The second, "Product Specification:", is unselected and has a label "Parameter = value within the default tolerance".
- Temperature Estimate:** A text box with "C" as a unit.
- Pressure Estimate:** A text box with "atm" as a unit.
- Pseudostream Flowrate:** A text box with "0" and "kg-mol/hr" as a unit.
- Phase Assignment:** A dropdown menu set to "Default".
- Buttons:** "Product Phases...", "Print Options...", "Entrainment..." (selected with a radio button), and "MySep Data..." (unselected with a radio button).
- Footer:** "OK" and "Cancel" buttons, and a note "Push to bring up the product phases window".

Fuente: PRO/II

3.2.4 Resultados de la validación

Las condiciones utilizadas para replicar el artículo científico antes mencionado y las suposiciones realizadas para poder replicar correctamente la simulación sobre PRO/II se pueden apreciar en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4

Condiciones del sistema y resultado la de validación

Parámetro	Artículo científico	Condición asumida
Simulador	Aspen Plus	AVEVA PRO/II
Método termodinámico	UNIFAC Dortmund	UNIFAC T Dep-2
Equipo de destilación	Columna de extracción	Destilador batch
Reciclo	Sin especificar	Sin reciclo
Materia seca alimentada (kg/h)	66.67	8.58
Entrada de biomasa	Lignina y Celulosa	Sin biomasa
Rendimiento (kg/ton)	8.66	8.36
Error (%)	3.46	

Cabe recalcar que la materia seca alimentada hace referencia a la combinación de biomasa, humedad y contenido de aceites. Como se explicó anteriormente, en la simulación de PRO/II no se puede representar la biomasa (materia inerte), la cual constituye el bagazo al final del proceso real. Por este motivo existe una diferencia en estos valores.

3.3 Experimentación

Se realizaron un total de cinco pruebas sobre la unidad piloto de destilación para evaluar los criterios de operación detallados en la metodología. Dos de las cinco pruebas se

trabajaron con agua, pero sin materia vegetal (Orégano) y las 3 últimas pruebas con materia vegetal a diferentes relaciones de carga. Adicionalmente se realizaron 5 pruebas externas a la metodología experimental de este proyecto, en las destilaciones extras se usaron hojas de Eucalipto, los resultados las pruebas complementarias se encuentran en Apéndice D.

3.3.1 Pruebas sin materia vegetal

Estas pruebas se realizaron con una carga de agua y las estructuras metálicas disponibles para sostener la materia prima. Se evaluó la tasa de vapor que puede generar la llama de la cocina industrial y la capacidad del vapor para humedecer las paredes del sistema. Se contó con dos tipos de estructuras metálicas, la primera una rejilla y la segunda un canasto poroso. Los resultados se pueden apreciar en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5

Revisión de la olla de destilación y rejilla/canasto

Estructura	Abertura	Observación	Imagen
Rejilla	Aberturas entre 18 varillas metálicas distribuidas en paralelo con un espaciamiento de 1.91 cm.	Se apreciaron las paredes de la olla de destilación totalmente humedecida.	
Canasto	Orificios distribuidos uniformemente sobre base y paredes, de 6 mm de diámetro.	Se apreció canalización del vapor en algunas áreas de la olla.	

Se eligió la rejilla metálica para contener la materia prima, porque fue la estructura que no dificultó el paso del vapor de agua, ya que las paredes de la olla se encontraron totalmente humedecidas.

3.3.2 Pruebas con Orégano

3.3.2.1 Prueba #1

En la prueba inicial se agregó 100 gramos de orégano y 10 litros de agua a la unidad piloto. Se decidió usar 10 litros de agua a pesar de la poca cantidad de materia vegetal alimentada. En la tabla 3.6 se puede apreciar la configuración utilizada y en la tabla 3.7 los resultados.

Tabla 3.6

Condiciones de la prueba #1 en la unidad piloto

Parámetros	Valor	Observaciones
Materia al 10% de humedad (g)	100	Carga conformada por hojas sueltas y ramas de orégano. Existió dificultades en la formación del lecho debido a la estructura de la rejilla, lo que provocó una mala distribución.
Agua (L)	10	Capacidad máxima para las dimensiones de la unidad piloto
Relación (materia – agua)	1:100	Se suministró el máximo de agua para una cantidad pequeña de orégano.
Estructura del plato	Rejilla	Se construyó una cama de ramas para aumentar la capacidad de contención de la rejilla. La estructura del plato dificultó la distribución homogénea de la materia.
Nivel de llama	Medio	Regulado a pulso
Tiempo de operación (min)	70	Al ser la primera prueba se eligió un periodo de operación corto.

Tabla 3.7*Resultados de la prueba #1 en la unidad piloto*

Parámetros	Valor	Observaciones
Temperatura de operación (°C)	95	Constante
Temperatura de condensado (°C)	46	Constante.
Distribución del vapor	Parcial	Hubo canalización de vapor debido a la distribución irregular de la materia prima. Se encontró materia poco humedecida en las partes internas de la acumulación que se generaba en el lecho, además de que, para retirar el lecho, la materia caía al fondo del equipo.
Condensado (mL)	2360	Primera gota de destilado al minuto 32. Capa externa con trazas oleosas. No se apreció aceite en el hidrolato.
Aceite esencial (mL)	0	No se pudo separar aceite
Rendimiento (mL aceite/g materia)	0	No se pudo medir

No se obtuvo aceite esencial de la primera prueba y la causa está relacionada a las dificultades para distribuir la materia en el plato/rejilla, debido al espaciamiento excesivo entre las barras que formaban la estructura. En el proceso de descarga se observó áreas donde la materia vegetal se sentía seca al tacto, adicionalmente mucha materia se filtró al fondo de la olla.

Por último, en esta primera prueba con orégano se observó la capacidad de condensación del intercambiador, punto que no se consideró en las pruebas anteriores. Se disponía de dos estructuras para el intercambio de calor: un condensador de acero inoxidable y un serpentín de vidrio. Se usó únicamente el condensador metálico y en el progreso de la prueba no se observó escape de vapor por la salida del equipo.

3.3.2.2 Prueba #2

En relación a las dificultades encontradas para distribuir el orégano en la prueba #1, se realizó modificaciones a la rejilla. Se integró una malla metálica a su estructura, para mejorar la contención del plato/rejilla figura 3.6.

Figura 3.6

Rejilla modificada con malla metálica



Fuente: Unidad piloto en laboratorio.

En esta prueba se utilizó una relación de 1:6: todos los detalles de la configuración utilizada en la prueba #2 se detalla en la tabla 3.8 y los resultados se pueden apreciar en la Tabla 3.9.

Tabla 3.8

Condiciones de la prueba #2 en la unidad piloto

Parámetros	Valor	Observaciones
Materia al 10% de humedad (g)	200	Carga conformada por hojas sueltas y pocas ramas. Distribución homogénea y compacta.

Agua (L)	1.25	El nivel del agua en la olla no superaba los 1.60 cm de altura.
Relación (materia – agua)	1:6	Cercana a relación escala intermedia. 1:5
Estructura del plato	Rejilla	Modificada para brindar sostén a la estructura y mejorar la formación del lecho y el área de contacto.
Nivel de llama	Baja	La llama fue regulada varias veces para reducir el flujo de vapor.
Tiempo de operación (min)	60	Se mantuvo un tiempo de operación corto.

Tabla 3.9

Resultados de la prueba #2 en la unidad piloto

Parámetros	Valor	Observaciones
Temperatura de operación (°C)	90	Constante
Temperatura de condensado (°C)	47	Constante
Distribución del vapor	Parcial	Canalización del vapor de agua a través de las paredes debido a la compactación. Capa superior poco humedecida y hojas caen al fondo de la malla.
Condensado (mL)	30	Primera gota de destilado al minuto 21. Se apreció una cantidad considerable de vapor a la salida del condensador. Pocas gotas de condensado.
Aceite esencial (mL)	0	Trazas de aceite difíciles de separar.
Rendimiento (mL aceite/g materia)	0	No se pudo medir

La capacidad de la olla de destilación es de 51 litros, pero la alimentación de agua al equipo fue de 1.20 litros. Esta cantidad de agua resulto muy pequeña para

las dimensiones de la olla, lo que ocasionó una gran dificultad para controlar el flujo de vapor de agua. Otro factor que dificultó el control del vapor fue la densidad del lecho, ya que al distribuir hojas sueltas sobre la rejilla modificada se generó un bloqueo.

El vapor de arrastre al no poder atravesar la cama de orégano se canalizó por las aberturas entre el plato y las paredes de la olla de destilación. La suma de estos factores resultó en un aumento de la velocidad del flujo del vapor de arrastre, por lo que el tiempo de retención del vapor en el condensador fue muy corto como para que se diera un intercambio de calor adecuado.

Al igual que en la prueba anterior, en esta se usó únicamente el condensador metálico, y no abasteció para la condensación del aceite. El condensador al tener una estructura simple de tubo y carcasa, los tiempos de residencia son muy cortos. Si la velocidad del vapor que transita por el sistema de refrigeración es muy elevada, no existirá condensación y en función de esto, no fue posible la obtención de aceite en la prueba #2.

3.3.2.3 Prueba #3

En base a la experiencia adquirida de las pruebas anteriores se realizaron cambios. La configuración utilizada se encuentra en la tabla 3.10 y los resultados se pueden apreciar en la Tabla 3.11.

Tabla 3.10

Condiciones de la prueba #3 en la unidad piloto

Parámetros	Valor	Observaciones
Materia al 10% de humedad (g)	150	Carga conformada por ramas con hojas. Distribución homogénea y sin compactar.
Agua (L)	7	El nivel del agua por encima de la mitad de la capacidad de la olla.

Relación (materia – agua)	1:47	Se eligió esta relación para controlar de mejor forma el vapor generado.
Estructura del plato	Rejilla	Se conservó la rejilla modificada.
Nivel de llama	Media	Regulado a pulso
Tiempo de operación (min)	120	Se duplico el tiempo.

Tabla 3.11

Condiciones de la prueba #3 en la unidad piloto

Temperatura de operación (°C)	95	Constante
Temperatura de condensado (°C)	46	Constante
Distribución del vapor	Total	Orégano humedecido en su totalidad. Densidad del lecho: 47.73 kg/m ³
Condensado (mL)	1800	Primera gota de destilado al minuto 29. Se apreció la presencia de aceite en la superficie del hidrolato, dos líquidos visibles.
Aceite esencial (mL)	0.20	Se separó y midió el aceite con mucha dificultad. Se filtraron trazas de hidrolato.
Rendimiento (mL aceite/g materia)	0.133	Se estima un rendimiento menor a causa de errores de medición.

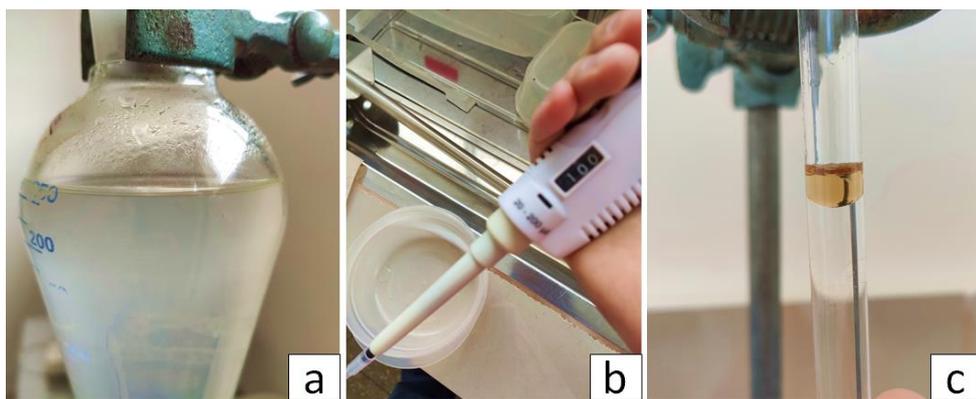
Se ingresó agua a la mitad de capacidad de la olla, para no tener problemas con el control del vapor de arrastre, también se distribuyó ramas con hojas de orégano para formar un lecho sin compactar. Las pruebas anteriores nos ayudaron a ajustar las condiciones del sistema, lo que resultó en la obtención de aceite esencial de orégano. La separación del aceite fue difícil de realizar debido a la poca cantidad presente en la muestra. Se usó un decantador y una micropipeta para separar el

aceite; a pesar el cuidado que se procuró, el hidrolato se arrastró en el proceso de extracción con la micropipeta. En este proceso se logró medir 0.20 mL de aceite esencial.

A pesar de los errores de medición, se obtuvo aceite esencial debido a los ajustes realizados sobre el sistema, partes del proceso de separación del aceite se pueden apreciar en la figura 3.7.

Figura 3.7

Separación del aceite esencial de orégano del hidrolato



Nota: a) Separación por decantación, b) Uso de micropipeta para extracción de muestra, c) Aceite extraído vertido en un tubo.

En la tabla 3.12 se exponen rendimientos obtenidos en trabajos previos que fueron realizados sobre un equipo de destilación de escala intermedia. El error entre la prueba #3 y el trabajo de Tómalá & Duarte es del 8%.

Tabla 3.12*Comparación de rendimiento con trabajos previos*

Especie vegetal	Parte por destilar	Relación materia : agua (kg/kg)	Rendimiento (% mL/g)	Fuente
<i>Origanum vulgare</i>	Hojas	1:6	0.75%	(Muzzio Villafuerte & Segovia Loo, 2021)
	Tallos y hojas	1:10	0.12%	(Maldonado & Vera, 2022; Tomalá & Duarte, 2022)
	Tallos y hojas	1:47	0.13%	Prueba #3

3.4 Simulación de la unidad piloto

En la última prueba del proceso experimental se logró obtener aceite esencial, con un rendimiento cercano a trabajos de investigación anteriores. Se calibro la simulación validada para representar las experiencias de la practica sobre PRO/II.

3.4.1 Compuestos

El timol y el carvacrol se conservaron como compuestos, pero tanto las fracciones y el rendimiento de la materia seca fueron modificadas. Los valores respectivos se muestran en la tabla 3.13.

Tabla 3.13*Fracciones de componentes*

Parámetros	Valor	Fuente
Rendimiento (mL/g)	0.12	(Maldonado & Vera, 2022; Tomalá & Duarte, 2022)
Fracción Timol	0.063	(Muzzio Villafuerte & Segovia Loor, 2021)
Fracción Carvacrol	0.011	
Otros	0.926	

La cromatografía presente en la tabla 3.9 fue realizada por estudiantes en un trabajo previo. El orégano utilizado en los proyectos mencionados comparte la misma procedencia y época que la materia vegetal utilizada en las 3 pruebas de nuestro proceso experimental. Para poder usar las fracciones de esta cromatografía, se realizó una distribución proporcional del timol y el carvacrol, los resultados de la distribución se pueden visualizar en la tabla 3.14.

Tabla 3.14*Fracciones asumidas para la simulación del caso real*

Componentes	Fracción	Porcentaje
Timol	0.851	85.14
Carvacrol	0.149	14.86

3.4.2 Equipos y cargas

No se realizan cambios sobre el diagrama de la simulación. Se modificó la relación materia – agua, el rendimiento y las fracciones de los compuestos para ajustar la calculadora del simulador a las condiciones de la materia prima usada en la experimentación. Los resultados del balance de materia se muestran en la tabla 3.15.

Tabla 3.15*Ajuste en el balance del simulador para representar la prueba 3*

Parámetros	Valor	Unidades
Relación Orégano-Agua	1:47	-
Humedad	0.7	Fracción másica
Humedad Base Seca	0.1	Fracción másica
Rendimiento	0.12	mL aceite/g materia seca
Densidad aceite	0.9132	g/mL
Materia fresca	450	g/h
<i>Materia seca</i>	135	
<i>Agua</i>	315	
Materia al 10% de humedad	150	g/h
<i>Biomasa</i>	134.8356	
<i>Agua</i>	15	
<i>Timol</i>	0.1399	
<i>Carvacrol</i>	0.0245	
Agua (flujo de vapor)	7050	g/h

Fuente: PRO/II

Para la configuración de la columna Batch y el separador flash, se conservan todas las especificaciones utilizadas en la validación con el artículo científico, a excepción de la presión y la temperatura del condensado, que se ajustan a 1 atm y 42 °C respectivamente.

3.4.3 Resultados de la simulación de la unidad piloto

Los ajustes realizados para representar el método experimental dentro del simulador se pueden apreciar en la siguiente tabla 3.16.

Tabla 3.16

Ajustes y resultados para la simulación de la unidad piloto

Parámetro	Unidad Piloto	Simulador
Método termodinámico	-	UNIFAC T Dep-2
Equipo de destilación	Unidad piloto	Destilador batch
Reciclo	Sin reciclo	
Relación	1:47	
Materia alimentada (g)	150	15.1644
Agua alimentada (L)	7	7.05
Presión (atm)	1	
Tiempo de operación (h)	2	
Temperatura de condensado (°C)	42	
Aceite esencial (mL)	0.20	0.18
Rendimiento a 1 ciclo (mL/g)	0.1333	0.1138
Rendimiento a 987 ciclos (mL/g)	0.1333	0.1134
Error a 1 ciclo (%)	14.62	
Error a 987 ciclos (%)	14.93	

El número de ciclos de operación ajustó el balance de materia en las corrientes de residuo y destilado, obteniendo datos más exactos y un menor rendimiento. El hidrolato

obtenido en la corriente de destilado con 1 ciclo de operación es de 1941.23 g, pero con 987 ciclos el destilado es 1800.12 g, lo que configura un valor más cercano a los resultados experimentales. Considerando la dificultad del aceite esencial de orégano para ser separado y los posibles fallos de medición, es aceptable un error del 14.93% entre los rendimientos del simulador y la prueba #3.

3.5 Escalamiento

3.5.1 Relación de dimensiones de la olla de destilación

Con las dimensiones de las escalas estudiadas, se pudo comparar la eficiencia con la que puede aprovechar el calor ingresado al sistema para la generación de vapor a una tasa de ebullición adecuada.

Tabla 3.17

Comparación de eficiencia térmica de ollas a diferentes escalas

Altura (cm)	Diámetro (cm)	Relación altura/diámetro	Eficiencia térmica (%)	Fuente
25	10	2.5	47.71	(Kadam & Shete, 2017)
12	15	0.8	48.32	
30	30	1.0	48.25	Actual (Escala intermedia)
54	35	1.6	48.04	Actual (Escala piloto)

En la tabla 3.17 se comparó las relaciones de altura y diámetro de bibliografía y las escalas estudiadas, en las cuales se consideraban eficiencias térmicas entre 47 – 48 % para relaciones entre 0.8 – 2.5. De acuerdo a este estudio las ollas con mayor diámetro que altura tienden a una menor eficiencia térmica puesto que, aunque tienen mayor superficie

de contacto con la fuente calórica, también presentan mayor superficie expuesta a los alrededores, lo que puede generar que el vapor de arrastre se condense. (Naphon, 2014)

Tabla 3.18

Comparación del consumo de GLP de ollas de diferente diámetro

Diámetro (cm)	Tiempo de operación (min)	Temperatura final alcanzada en el tope (°C)	Consumo de GLP (kg/h)	Fuente
15	10	96	0.24	(Kadam & Shete, 2017)
22	14	100.25	0.20	(Naphon, 2014)
35	120	95	0.29	Actual

En cuanto al consumo de recursos en la tabla 3.18, una mejor eficiencia requiere de menor cantidad de GLP para la generación del vapor de agua. Los resultados de la eficiencia de la unidad piloto se pueden comparar con el termómetro en la tapa de la olla, el cual marca 95°C.

3.5.2 Relación de carga y densidad de lecho

La relación materia – agua es una estimación realizada para abastecer al sistema con el vapor necesario para la destilación. La relación de carga por sí sola no es garantía de una operación exitosa, como se demostró en la prueba con carga #2. Se consideró las dimensiones de la unidad piloto para establecer la mínima y máxima capacidad de agua y materia que se puede ingresar al sistema. Como resultado del análisis experimental se estableció 2 relaciones de alimentación, los datos se pueden apreciar en la tabla 3.19.

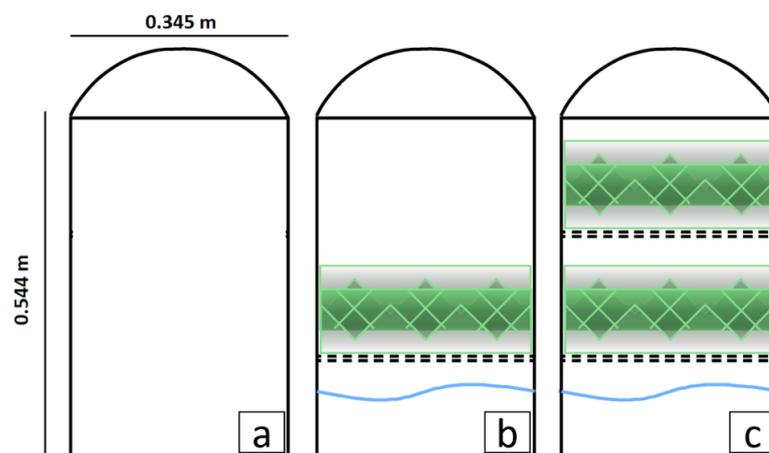
Tabla 3.19

Relaciones de carga potenciales en la unidad piloto

Parámetro	Materia (kg)	Agua (L)	Observación
Relación (1:10) para materia de hojas grandes			
Mínimo	0.5	5	Se puede usar menos materia, pero se pierde rendimiento. (Figura 3.8.b)
Máximo	1	10	Máxima capacidad de materia que puede alojar la olla. Requiere de un segundo plato para evitar saturación/compactación. (Figura 3.8.c)
Relación (1:6) para materia de hojas pequeñas			
Mínimo	0.6	3.6	Se puede usar menos materia, pero se pierde rendimiento. (Figura 3.8.b)
Máximo	1.2	7.2	Requiere un segundo plato. (Figura 3.8.c)

Figura 3.8

Distribución de la carga



Nota: a) Dimensiones de la olla, b) Lecho de orégano distribuido en un plato, c) Lecho distribuido en dos platos para mejorar el área de contacto y evitar compactación.

Como se especificó en la tabla 3.19, es importante dividir las cargas grandes de alimentación en varios platos como se muestra en la figura 3.8. El propósito de la distribución por niveles es evitar la compactación del lecho, y esto ocurre cuando el peso de la materia húmeda aplasta los estratos inferiores de la materia vegetal. La compactación de la materia genera canalización del vapor. (Arango B et al., 2012)

3.6 Comportamiento de la humedad en materia prima

En los cultivos, el rendimiento y la calidad del aceite esencial en especies como el orégano se ven significativamente afectadas por el clima. En cuanto al proceso de destilación de aceites, un adecuado proceso de secado mejora el rendimiento en la extracción. (Kosakowska et al., 2019; Mohamed Hanaa et al., 2012)

Se realizó un análisis sobre la simulación de la unidad piloto en función del rendimiento y el impacto generado por el contenido de humedad en la carga de alimentación. En la tabla 3.20 se muestra el balance de materia para un tiempo de 2 horas para las corrientes de salida a diferente porcentaje de humedad.

Tabla 3.20

Destilado del orégano a diferentes humedades

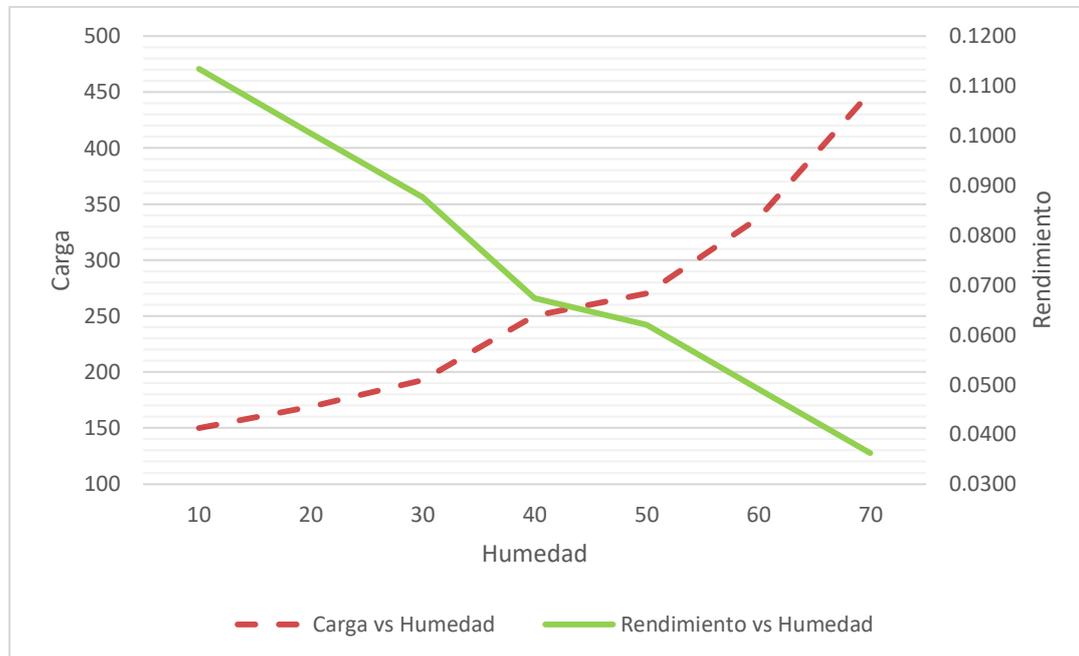
Humedad	10 %	20%	30%	40%	50%	60%	70%
Destilado	1800.276	1800.275	1800.275	1800.274	1800.273	1800.272	1800.270
Agua	1800.120	1800.120	1800.120	1800.120	1800.121	1800.121	1800.121
Timol	0.1332	0.1328	0.1323	0.1318	0.1309	0.1297	0.1277
Carvacrol	0.0222	0.0221	0.0220	0.0219	0.0218	0.0216	0.0213
Aceite total	0.1554	0.1549	0.1543	0.1537	0.1527	0.1513	0.149

La diferencia entre una destilación de 150 g de orégano seco (10% de humedad) y 450 g de orégano fresco, es una pérdida del 4.12% en aceite esencial. En primera instancia

parece una pérdida insignificante, pero este resultado se puede contrastar con el comportamiento del rendimiento presente en la figura 3.9.

Figura 3.9

Gráfica de relación del rendimiento y carga vs humedad



A medida que el porcentaje de humedad aumenta en el orégano, el rendimiento de la unidad piloto disminuye. Numéricamente, la disminución del rendimiento se debe a las unidades del parámetro, para calcularlo se debe dividir los mililitros de aceite obtenido sobre los gramos de carga alimentada. En la gráfica también se puede apreciar la relación entre la humedad y la carga alimentada.

En relación a la gráfica, si tenemos dos muestras de orégano fresco idénticas en todos los aspectos, pero solo una muestra es sometida a un tratamiento de secado antes de ser ingresada a la olla de destilación. La carga definida de orégano fresco sin tratar ocuparía más espacio en la olla y requeriría de más vapor de arrastre para extraer la misma cantidad de aceite contenido en el orégano seco.

Esto se debe a que una gran cantidad del calor transferido por el vapor de arrastre hacia la materia prima sería ocupado en la evaporación de la humedad. Por lo cual, usar material vegetal seco otorga un mayor rendimiento al sistema. El análisis indica que operar

con 450 g de orégano fresco es 68% menos eficiente, por lo que el porcentaje de humedad configura una variable importante.

3.7 Impacto de la generación de vapor

El flujo de vapor se generó por el calentamiento del agua presente en la olla de destilación, usando como medio energético el gas que alimentaba la llama en la cocina industrial. El vapor de arrastre afecta directamente a la extracción de aceites, por lo cual se realizó un análisis del impacto de esta variable sobre el flujo de destilado, por medio de la simulación de la unidad piloto.

Los resultados del balance de materia de la corriente “Destilado” se pueden apreciar en la siguiente tabla 3.21.

Tabla 3.21

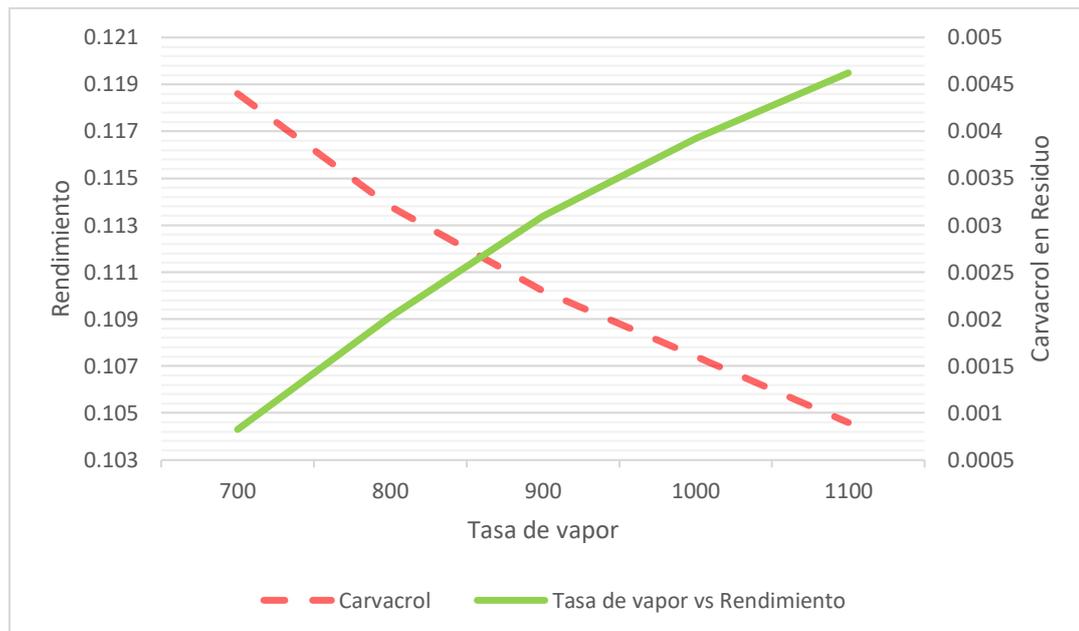
Destilado del orégano a diferentes tasas de vapor

Vapor (g/h)	700	800	900	1000	1100
Agua	1400.123	1600.121	1800.120	2000.119	2200.118
Timol	0.1228	0.1286	0.1332	0.137	0.1402
Carvacrol	0.0201	0.0213	0.0222	0.0229	0.0236
Aceite total	0.1429	0.1499	0.1554	0.1599	0.1638

Se logra un aumento del 14.6% en el destilado de aceite esencial al aumentar el vapor de arrastre desde 700 g/h hasta los 1100 g/h. La tendencia del rendimiento de aceite y los cambios en la corriente “Residuo” se pueden apreciar en la figura 3.10.

Figura 3.10

Gráfica de relación de la tasa de vapor vs rendimiento



El rendimiento presenta un aumento del 14.6% al igual que el aceite destilado, ya son directamente proporcionales. Con respecto a la presencia de aceite en el residuo (línea roja en figura 3.10), el aumento de la tasa de vapor reduce la pérdida de aceite en la misma proporción. El aumento de la tasa de vapor de arrastre otorga mejores rendimientos al sistema. (Macchietto & Mujtaba, 1996; Özek, 2012)

3.8 Análisis del intercambiador de calor

Al manejar la carga mínima dentro del intercambiador lo máximo alcanzado fue 1.2 L/h, con temperatura de salida de 46°C, con estos datos de la experimentación de la prueba #1, se permitió obtener datos necesarios para el cálculo de calor transferido, tales como el U, el A_s , el DTML y el $Q_{m\acute{a}x}$, que se recopilan en la tabla 3.22.

Tabla 3.22*Resultados del análisis del intercambiador actual*

Parámetro	Valor	Unidad
Configuración	Contracorriente	-
U	58.49	W/m ² -K
A_s	0.03654	m ²
$DTML$	33.77	K
\dot{Q}	80.10	W
ε	65.18	%

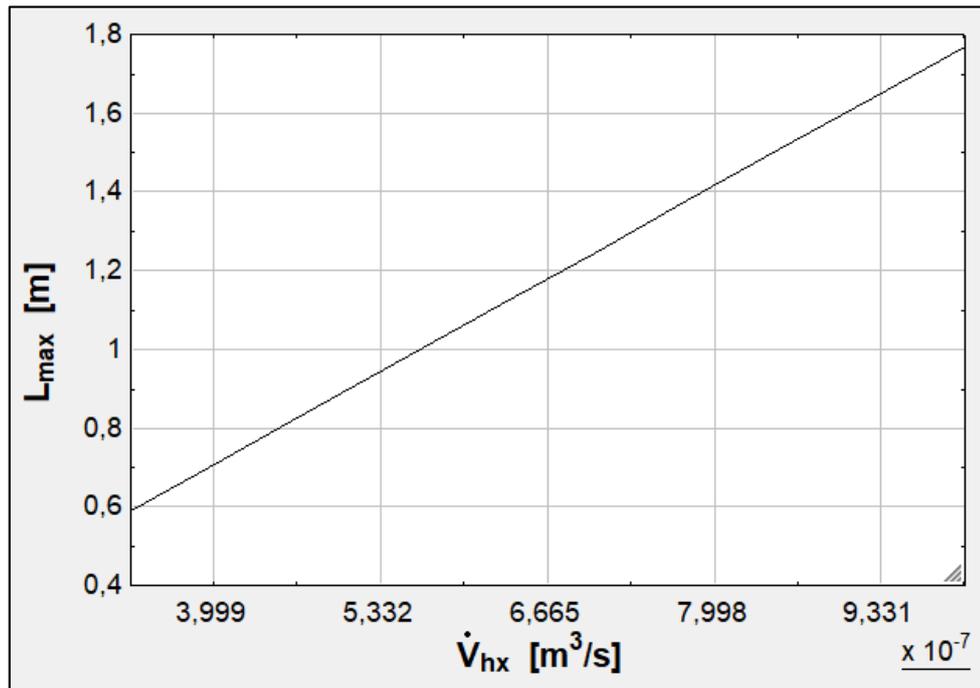
Con ello se pudo estimar la efectividad del intercambiador de calor del 65.18%, el cual podría atribuirse un bajo coeficiente global de transferencia de calor, el cual para sistemas de condensación de agua oscila entre 1419.57 – 2271.31 W/m²-K. (Serth & Lestina, 2014)

Esto puede ser asociado a la poca área de transferencia que se tienen por dentro y por fuera del tubo externo, lo cual resulta en una mayor resistencia térmica principalmente por parte de los fluidos. Si bien, puede que vaya decreciendo con el pasar del tiempo, se asumió como constante para el cálculo del calor transferido realmente. (Sánchez Escalona & Góngora Leyva, 2018)

Por su parte, el $Q_{m\acute{a}x}$ resultante de la razón de capacidades caloríficas que ofrece la sustancia caliente dado su bajo flujo comparado al del agua de enfriamiento. Si llegara a aumentar el flujo de vapor, ese calor máximo aumentaría, y para un U constante, representaría una mayor área de contacto y, por ende, se necesitaría una mayor longitud del intercambiador o un sistema complementario al condensador, como se observa en la figura 3.8. (Çengel & Ghajar, 2011)

Figura 3.11

Gráfico de flujo de vapor vs longitud del intercambiador



Fuente: EES

3.9 Manual de operación

A continuación, se muestran la Actividad 1 del manual rápido de operación para el destilador de aceites esenciales, la versión completa del manual se encuentra en la sección de Apéndice sección C. Este manual fue realizado en base a las evaluaciones realizadas en el parte experimental del proyecto, aplicando las normas mencionadas en la metodología.

Actividad 1: Instalación del sistema

Paso 1.1: Puntos de conexión y descargas

Puntos clave	Factores de riesgos asociados	Imágenes
Verificar la cantidad de gas en la bombona.		
Conectar o verificar la conexión de la manguera de alimentación del gas a la cocina industrial.		
Verificar la salida de agua en las fuentes o tuberías.		
Conectar o verificar la conexión de las mangueras al intercambiador, procurando la circulación a contracorriente. Entrada de agua por debajo y descarga por arriba.		
Cerrar la válvula de descarga de la olla de destilación.		

3.10 Análisis económico

3.10.1 Inversión inicial

Con la finalidad de evaluar la operatividad de una unidad piloto de destilación con cargas de orégano para la obtención de su aceite esencial, es necesario considerar la inversión inicial para poner en ejecución el proyecto. En la tabla 3.19 se establece que los valores de los gastos pre-operativos son de \$700, los cuales incluyen las adecuaciones que realizadas en la edificación donde se encuentra el sistema y la instalación de servicios básicos como luz y agua.

Además, el costo de activos fijos es de \$1.806,29, el cual refleja los costos de los materiales, accesorios y la construcción de los equipos. Finalmente, se tiene una reserva de contingencia con la finalidad de cubrir algún evento que pueda suscitarse en la ejecución de la propuesta, esto representa un 15% de los costos de activo fijo y su valor es de \$180,63.

Tabla 3.23

Inversión del proyecto

Descripción	Valor (\$)
Gastos pre-operativos	\$700,00
Costo de activos fijos	\$1.806,29
Reserva de contingencia (15% de activos fijos)	\$180,63
Total	\$2.686,92

3.10.2 Costos de Operación

En la tabla 3.24 se describe el total de los costos de operación por hora de la unidad piloto de destilación, la misma que detalla el consumo de materia fresca, agua de alimentación, agua de enfriamiento, uso de energía eléctrica y combustible, resultando que el costo es de \$5,17/hora, obtenido del costo de servicios de parte diferentes organizaciones proveedoras del país y lo que se pagó con el proveedor actual de la materia

prima. (Agencia de Regulación y Control de Energía y Recursos Naturales no Renovables, 2020; el Universo, 2019; Empresa Eléctrica de Quito, 2022)

Además, se establece el costo por personal a cargo del sistema que es de \$1.00 por cada hora de extracción, ya que no se requiere la manipulación continua durante la operación normal, por lo que su operación fue definido a estudiantes, obteniéndose así que el total de costo de operación por cada hora es de \$7,17.

Tabla 3.24

Costos de operación por hora de extracción

Descripción	Consumo (u)	Costo unitario (\$)	Valor (\$)
Producción			
Materia prima fresca (kg)	3	\$1,50	\$4,50
Agua de alimentación (kg)	5	\$0,000324	\$0,00
Agua de enfriamiento (kg)	271,5	\$0,000324	\$0,09
Energía eléctrica (kWh)	0,01	\$0,09	\$0,00
Combustible GLP (kg)	0,29	\$2,00	\$0,58
Total producción (\$/hora de extracción)			\$5,17
Personal			
Operarios	2	\$1,00	\$2,00
Total personal (\$/hora de extracción)			\$2,00
Total costos de operación por hora de extracción			\$7,17

3.10.3 Costos de producción de aceite esencial

Para obtener el costo del aceite esencial es necesario considerar algunas variables que influyen directamente en la producción de este. Una de estas es el tiempo de extracción, que como se puede observar en la tabla 3.25 la producción anual de aceite esencial es de 2080 horas y 780 lotes, asumiendo la producción anual sin interrupciones ya que la planta piloto puede trabajar en ese tiempo, pero con otro tipo de materias primas de

mayor rendimiento a un precio similar al que costó el orégano. Dentro del tiempo de producción, se consideró el tiempo de extracción, cambio y limpieza de acuerdo al procedimiento de operación establecido.

Tabla 3.25

Tiempos definidos de producción

Tiempos de producción (h)	
Tiempo de extracción	2
Tiempo de cambio y limpieza	0,5
Tiempo de producción diaria	8
Tiempo de producción anual	2080
Número de lotes diarios	3
Número de lotes anuales	780

Se obtuvieron los costos de producción anual de aceite esencial de orégano considerando el tiempo de extracción, la cantidad de lotes y el costo de operación por hora, por lo tanto, se invertirían \$11185.99 en un año.

Además, se detalla el costo por cada mililitro de aceite esencial, y este se obtiene considerando el costo del aceite producido y la utilidad, por lo que el precio de este se encuentra en \$2.00 como se puede observar en las tablas 3.26 y 3.27, lo cual es menor al aceite comercial a \$2.3 - \$2.5 por mL de aceite.

Tabla 3.26

Costos por mL de aceite esencial

Costo de producción/aceite producido	\$1.89
Utilidad por mL	\$0.11
Precio por mL	\$2.00

Tabla 3.27*Costos de producción anuales*

Costo de operación diario	\$/lote(d)	\$43.02
Costo de operación anual	\$/lote(año)	\$11,185.99

Se puede destacar que el costo por cada mililitro de aceite es alto, y esto implica por diversos factores. Primero, el rendimiento del lote, que representa el porcentaje de materia útil que se tiene de la materia fresca, en este caso, por parte del proveedor que solo se utiliza un 33% de la materia prima que se receipta, dado que esta debe pasar por un proceso de secado previo al ingreso a la unidad de destilación.

Por ende, como se puede observar en la tabla 3.28.

Tabla 3.28*Resultados del análisis económico*

Productos		
Materia fresca por año	kg/año	2340
Rendimiento del lote	kg materia útil/ kg materia fresca	33%
Rendimiento de extracción	mL aceite /kg de materia útil	7.6
Aceite producido diario	mL aceite	22.8
Aceite producido anual	mL aceite	5928

CAPÍTULO 4

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones

La revisión de la unidad piloto *in situ* y las entrevistas con los encargados fueron el punto de partida para familiarizarnos con el proceso y nos dio a conocer las necesidades del laboratorio. En base a los antecedentes y la investigación, se seleccionó un artículo científico referente a la simulación de equipos de destilación por cargas.

Respetando las diferencias y similitudes entre el artículo y la unidad piloto, se procedió a armar la simulación; donde se logró la validación y migración del artículo desarrollado en Aspen Plus hacia el software AVEVA PRO/II. Se lograron unos resultados viables y cercanos a los del artículo científico, alcanzando un error del 3.46% lo cual cumple con éxito el primero de nuestros objetivos.

La metodología desarrollada en la parte experimental fue el segundo filtro para identificar las dificultades de la unidad piloto que impedían la operación del mismo. Uno de los criterios de evaluación demandó la definición de variables de escalamiento, donde se relacionó las dimensiones del equipo con la relación de alimentación. Se examinó la estructura y la generación del lecho, lo que resultó en la modificación del plato/rejilla.

Todos los criterios mencionados se complementaron en el proceso de análisis del sistema, incluyendo la generación de vapor y la eficiencia del intercambiador de calor.

Como resultado de este proceso se demostró que:

- La unidad piloto presenta problemas en la regulación del vapor de arrastre cuando se alimenta el sistema con cantidades de agua menores a los 3 litros.
- Una mala distribución de la materia vegetal afecta el rendimiento de la operación.

- Se debe evitar la compactación o saturación del lecho poroso dentro de la olla de destilación, la compactación genera canalización del vapor y pérdida de rendimiento.
- Se debe evitar exceso de espacio en el lecho poroso dentro de la olla de destilación, los espacios demasiado grandes generan condensación del vapor y pérdida de rendimiento.
- El condensador metálico ofrece una condensación total a tasas de vapor igual o menores a los 950 mL/h, lo que se consigue regulando la salida de gas lentamente, empezando por obtener llama media baja.
- Para tasas de vapor superiores se necesita aumentar el área de contacto del intercambiador de calor con el serpentín disponible, bajo la operación actual, la tasa de condensado máxima fue de 1200 mL/h en la unidad piloto para la carga mínima de 150g a 200g.

El resultado de la inspección de la unidad piloto a través de la experimentación resultó en una prueba final la cual alcanzó un rendimiento del 0.133 mL/g de aceite esencial de orégano. El error alcanzado entre la simulación y los datos experimentales fue del 14.93%. La diferencia entre los rendimientos fue causada por errores de medición al tomar la muestra. No obstante, la magnitud del error no resulta lo suficientemente grave como para descartar los resultados.

El simulador complementó la parte experimental gracias a su capacidad para evaluar el sistema a distintas condiciones, lo que facilitó el análisis sobre el impacto de los parámetros de operación previamente identificados. Gracias al simulador se pudo evaluar en amplitud de escenarios los parámetros clave, que por factores de tiempo no se pudieron abarcar en este proyecto de investigación. Se logró demostrar que:

- El rendimiento de la unidad piloto se ve directamente afectado por el porcentaje de humedad de la materia prima. Usar materia fresca (70% de humedad) bajó el rendimiento del sistema en un 68%.
- El vapor de arrastre puede mejorar la extracción de aceite en un 14.6% pero esto se sujeta a otras condiciones, como el tiempo de operación, la energía suministrada al sistema y la posible saturación del medio provocada por la compactación del lecho.

Se logró evaluar el funcionamiento de la unidad piloto de destilación de aceites esenciales, por medio de la validación en un simulador y la experimentación rigurosa sobre el sistema. Por lo cual en este proyecto se logró:

- Identificar en la unidad piloto los puntos débiles del sistema.
- Proponer modificaciones viables sobre el sistema para mejorar la operatividad de la unidad y validar límites de acuerdo a las capacidades de los equipos.
- Plantear un manual que garantice el funcionamiento del equipo, la calidad y la seguridad de la operación.

Podemos concluir que se logró el cumplimiento de todos los objetivos inicialmente planteados en este proyecto. Por último, cabe destacar la dificultad para encontrar artículos científicos desarrollados sobre PRO/II. Una razón puede ser las limitaciones en la personalización de ciertos equipos que presenta este software, lo que puede generar una preferencia sobre otras opciones disponibles en el mercado. Ante la infrecuencia de trabajos desarrollados sobre PRO/II, este proyecto contribuye con el desarrollo de conocimiento.

Por último, se realizaron pruebas adicionales que sirvieron de refuerzo para la validación del proceso experimental. Estas pruebas se realizaron con una especie diferente y fuera del cronograma de actividades de este proyecto. Ya que las pruebas adicionales no

formaron parte de los objetivos del proyecto, se añadió información sobre estas experiencias en el apartado de Apéndice, sección D.

Recomendaciones

Se recomienda realizar modificaciones en el laboratorio cerca del área de trabajo donde se ubica la unidad piloto, con el propósito de facilitar los procesos de: carga, descarga y limpieza del equipo. Se requiere de un soporte con ganchos resistentes para recostar el intercambiador de calor, evitando el maltrato del equipo.

Se requiere de una gestión del sistema de mangueras que alimenta con agua al intercambiador, deben asegurarse las mangueras en un área segura que no obstaculice el trabajo, también se debe mejorar las conexiones con la boquilla en la toma de agua y las uniones en los cambios de diámetro para evitar filtraciones de agua.

Otro cambio por realizar es la modificación sobre los platos/rejillas, la malla metálica que se integró durante el desarrollo de este trabajo configura una solución temporal. La unidad piloto cuenta con dos rejillas donde a una de estas no se le dio uso. En este sentido, resulta factible reforzar la base de estas rejillas y mejorar el distanciamiento de los platos, para así facilitar la generación y distribución del lecho vegetal.

Como trabajos de futuros se recomienda:

- Realizar un estudio sobre la aplicación de distintos procesos de secado en la materia vegetal y analizar su influencia sobre el rendimiento.
- Proponer un sistema de secado y tratamiento de la materia prima, para garantizar la homogenización de la carga.
- Evaluar el impacto que genera el nivel de compactación del lecho vegetal sobre el rendimiento del sistema; lo que se puede realizar de forma experimental, utilizando otras especies aromáticas a distintas densidades de lecho.

BIBLIOGRAFÍA

- Abalco, T. (2020). *Caracterización fitoquímica del aceite esencial de orégano (O. vulgare L.) por cromatografía de gases procedente de dos provincias del Ecuador* [Universidad Central del Ecuador]. <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/20545>
- Acevedo, D., Navarro, M., & Monroy, L. (2013). Composición Química del Aceite Esencial de Hojas de Orégano (*Origanum vulgare*). *Información Tecnológica*, 24(4), 43–48. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642013000400005>
- Agencia de Regulación y Control de Energía y Recursos Naturales no Renovables. (2020). *El precio del gas licuado de petróleo (GLP) doméstico se mantiene en usd 1,60 a escala nacional*. <https://controlrecursosyenergia.gob.ec/el-precio-del-gas-licuado-de-petroleo-glp-domestico-se-mantiene-en-usd-160-a-escala-nacional/>
- Álava Intriago, J. J., & Cabezas Guzhñay, C. J. (2019). *Modelado y simulación de un proceso de extracción del aceite esencial del ylang ylang, mediante destilación con arrastre de vapor*. [Escuela Superior Politécnica del Litoral]. <http://www.dspace.espol.edu.ec/handle/123456789/52919>
- Anaya-Durand, A., & Pedroza-Flores, H. (2008). Escalamiento, el arte de la ingeniería química: Plantas piloto, el paso entre el huevo y la gallina. *Tecnología, Ciencia, Educación*, 23(1), 31–39. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=48223105>
- Arango B, O., Bolaños, F., Vllillota, O., Hurtado B, A., & Toro, I. (2012). Optimización del rendimiento y contenido de Timol de Aceite Esencial de Orégano Silvestre obtenido por Arrastre con vapor. *Biotecnología En El Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 10(2), 217–226. http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1692-35612012000200025&lng=en&nrm=iso&tlng=es
- Arias, J., Casas-Orozco, D., Cáceres-León, A., Martínez, J., Stashenko, E., & Villa, A. L. (2020). Dynamic modeling and experimental validation of essential oils fractionation:

- Application for the production of phenylpropanoids. *Computers & Chemical Engineering*, 135, 106738. <https://doi.org/10.1016/J.COMPCHEMENG.2020.106738>
- Armijo C, J., Vicuña G, E., Romero y Otiniano, P., Condorhuamán C, C., & Hilario R, B. (2012). Modelamiento y Simulación del proceso de extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre con vapor. *Revista Peruana de Química e Ingeniería Química*, 15(2), 19–27. <https://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/quim/article/view/4967>
- Carlson, E. C. (1996). Don't Gamble With Physical Properties For Simulations. *Chemical Engineering Progress*, 35–46. http://utw10182.utweb.utexas.edu/elldridge/ChE473K/drop_folder/Don't%20Gamble%20With%20Physical%20Properties.pdf
- Çengel, Y. A., & Ghajar, A. J. (2011). *Transferencia De Calor Y Masa: Fundamentos Y Aplicaciones* (4ta ed.). McGraw Hill.
- Centeno Muñoz, L. M. (2002). Plantas medicinales españolas: *Origanum vulgare* L. (Lamiaceae) (Orégano). *Acta Botanica Malacitana*, 27(27), 273–280. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=793435>
- Cerpa Chavez, M. G. (2007). *Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización* [Universidad de Valladolid]. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=295050&info=resumen&idioma=SPA>
- Cerpa, M. G., Mato, R. B., & Cocero, M. J. (2008). Modeling steam distillation of essential oils: Application to lavandin super oil. *AIChE Journal*, 54(4), 909–917. <https://doi.org/10.1002/AIC.11438>
- Chóez-Guaranda, I., Ortega, A., Miranda, M., & Manzano, P. (2017). Chemical composition of essential oils of *Passiflora Edulis* F. Flavicarpa Agroindustrial Waste. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 29(6), 458–462. <https://doi.org/10.9755/EJFA.2016-10-1542>
- Dimian, A. C. (2003). *Integrated design and simulation of chemical processes* (1a ed.). Elsevier.

el Universo. (2019). 550.000 predios reciben agua, pero aún resta incluir a 40.000 en Guayaquil . *El Universo*.

<https://www.eluniverso.com/guayaquil/2019/07/21/nota/7434357/550000-predios-reciben-agua-aun-resta-incluir-40000/>

Empresa Eléctrica de Quito. (2022). *Tarifas de la Empresa Eléctrica Quito, entre las más bajas de la región*. Empresa Eléctrica de Quito.

http://www.eeq.com.ec:8080/zh_TW/nosotros/comunicamos/noticias/-/asset_publisher/PDd0RO7ISu5d/content/tarifas-de-la-empresa-electrica-quito-entre-las-mas-bajas-de-la-region/pop_up;jsessionid=DB1D933032CC4ADB8CD0C6D87EB68431?controlPanelCategory=portlet_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d&redirect=http%3A%2F%2Fwww.eeq.com.ec%3A8080%2Fzh_TW%2Fnosotros%2Fcomunicamos%2Fnoticias%3Bjsessionid%3DDDB1D933032CC4ADB8CD0C6D87EB68431%3Fp_p_id%3D101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d%26p_p_lifecycle%3D0%26p_p_state%3Dpop_up%26p_p_mode%3Dview%26controlPanelCategory%3Dportlet_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d%26_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d_advancedSearch%3Dfalse%26_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d_keywords%3D%26_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d_delta%3D%26p_r_p_564233524_resetCur%3Dfalse%26_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d_controlPanelCategory%3Dportlet_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d%26_101_INSTANCE_PDd0RO7ISu5d_andOperator%3Dtrue

Guamán, D. (2020). *Determinación de la acción antifúngica y antibacteriana del aceite esencial de orégano (Origanum vulgare), según la zona de procedencia* [Universidad Central del Ecuador]. <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/20920>

Kintzios, S. E. (2012). Oregano. *Handbook of Herbs and Spices: Second Edition*, 2, 417–436. <https://doi.org/10.1533/9780857095688.417>

Kosakowska, O., Węglarz, Z., & Bączek, K. (2019). Yield and quality of 'Greek oregano' (*Origanum vulgare* L. subsp. *hirtum*) herb from organic production system in temperate

climate. *Industrial Crops and Products*, 141, 111782.

<https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2019.111782>

Macchietto, S., & Mujtaba, I. M. (1996). Design of Operation Policies for Batch Distillation.

Batch Processing Systems Engineering, 174–215. https://doi.org/10.1007/978-3-642-60972-5_9

Maharaj, S., & McGaw, D. (2020). Mathematical Model for the Removal of Essential Oil

Constituents during Steam Distillation Extraction. *Processes* 2020, Vol. 8, Page 400, 8(4), 400. <https://doi.org/10.3390/PR8040400>

Maldonado, M., & Vera, D. (2022). *Implementación de un método in vitro para determinar la*

capacidad antioxidante de Origanum vulgare (Orégano) y Thymus vulgaris (Tomillo) mediante el blanqueamiento de carotenoides en microplacas. Escuela Superior Politécnica del Litoral.

Mera Mendoza, C. (2020). Caracterización química del aceite esencial de Orégano como

agente bioconservador en alimentos. *Universidad Ciencia y Tecnología*, 24(105), 54–62. <https://doi.org/10.47460/UCT.V24I105.381>

Mohamed Hanaa, A. R., Sallam, Y. I., El-Leithy, A. S., & Aly, S. E. (2012). Lemongrass

(*Cymbopogon citratus*) essential oil as affected by drying methods. *Annals of Agricultural Sciences*, 57(2), 113–116. <https://doi.org/10.1016/J.AOAS.2012.08.004>

Moncada, J., Tamayo, J. A., & Cardona, C. A. (2016). Techno-economic and environmental

assessment of essential oil extraction from Oregano (*Origanum vulgare*) and Rosemary (*Rosmarinus officinalis*) in Colombia. *Journal of Cleaner Production*, 112, 172–181. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2015.09.067>

Mujtaba, I. M. (2004). Batch Distillation: Design and Operation. En *Series on Chemical*

Engineering (Vol. 3). Imperial College Press. <https://doi.org/10.1142/P319>

Mujtaba, I. M., & Macchietto, S. (1998). Holdup issues in batch distillation-binary mixtures.

Chemical Engineering Science, 53(14), 2519–2530. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(98\)00088-8](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(98)00088-8)

- Muñoz Acevedo, A., Castañeda, M. I., Blanco, K. M., Cardenas, C. Y., Reyes, J. A., Kouznetsov, V., & Stashenko, E. E. (2007). Composición y capacidad antioxidante de especies aromáticas y medicinales con alto contenido de timol y carvacrol. *Scientia et Technica*, 1(33). <https://doi.org/10.22517/23447214.6141>
- Muñoz Equihua, E. S. (2016). *Escalamiento del proceso de obtención de fructooligosacáridos a partir de jugo de caña mediante síntesis enzimática con células permeabilizadas de Candida Apicola*. Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y diseño del Estado De Jalisco.
- Muzzio Villafuerte, M. D., & Segovia Loor, K. M. (2021). *Bioprospección de especies con actividad antimicrobiana In vitro contra patógenos de cacao y banano* [Escuela Superior Politécnica del Litoral]. <http://www.dspace.espol.edu.ec/handle/123456789/54379>
- Naphon, P. (2014). Thermal Efficiency Enhancement of Domestic Cooking Pots. *Asian Journal of Engineering and Technology*, 2(5), 424–429. <https://www.ajouronline.com/index.php/AJET/article/view/1313>
- Núñez Casanova, N. F., & Pérez Casas, S. N. (2015). *Estandarización de procesos del laboratorio de térmicas, aplicables a las asignaturas o módulos del programa de ingeniería industrial de la Universidad Libre, seccional Bogotá, sede Bosque Popular* [Universidad Libre]. <https://repository.unilibre.edu.co/handle/10901/11379#.Y4eWI22-jew.mendeley>
- Özek, T. (2012). Distillation Parameters for Pilot Plant Production of Laurus nobilis Essential oil. *Records of Natural Products*, 6(2), 135–143. <https://earsiv.anadolu.edu.tr/xmLui/handle/11421/12912>
- Ramos Huancani, W. (2018). *La importancia del manual de funciones y procedimientos en la estructura de las empresas* [Universidad Mayor de San Andrés]. <http://repositorio.umsa.bo/xmLui/handle/123456789/24281>
- Rao, V. P. S., & Pandey, D. (2007). *Extraction of essential oil and its applications*. <http://ethesis.nitrkl.ac.in/4292/>

- Romdhane, M., & Tizaoui, C. (2005). The kinetic modelling of a steam distillation unit for the extraction of aniseed (*Pimpinella anisum*) essential oil. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 80(7), 759–766. <https://doi.org/10.1002/JCTB.1221>
- Sánchez Escalona, A. A., & Góngora Leyva, E. (2018). Determinación de los coeficientes globales de transferencia de calor comparando los métodos DTML y ϵ -NUT. *Ingeniería Energética*, 39(3), 203–212.
- Sánchez, G. (2017). *Obtención de aceite esencial a partir de orégano (origanum vulgare l.) cultivado en la costa ecuatoriana y su evaluación como fitofármaco* [Universidad de Guayaquil]. <http://repositorio.ug.edu.ec/handle/redug/23028>
- Sartor, R. B., Secchi, A. R., Soares, R. D. P., & Cassel, E. (2011). Dynamic Simulation of Rosemary Essential Oil Extraction in an Industrial Steam Distillation Unit. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(7), 3955–3959. <https://doi.org/10.1021/IE1015848>
- Serth, R. W., & Lestina, T. G. (2014). Heat Exchangers. En *Process Heat Transfer. Principles, Applications and Rules of Thumb* (2º, pp. 67–100). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-397195-1.00003-0>
- NTE INEN-ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, Pub. L. No. 229 (2017).
- Tellez Monzón, L. A., María, D., & Cama, N. (2017). *Estudio de la composición química del aceite esencial de orégano (Origanum vulgare spp.) de Tacna*. 35, 195–205.
- Tomalá, C., & Duarte, C. (2022). *Valoración de la actividad antifúngica in vitro de bioproductos para la inhibición del crecimiento de Lasiodiplodia theobromae*. Escuela Superior Politécnica del Litoral.
- University of Moratuwa. (s/f). *Process development*.
- Winkler, E. (1832). *Abbildungen Sämmtlicher Arzneigewachse Deutschlands*. <https://www.panteek.com/Winkler/pages/wik71-342.htm>

APÉNDICES

APÉNDICE A

A.1 Dimensiones de los equipos a escala intermedia y piloto

Escala	Equipo	Detalle	Diámetro (m)	Altura/ Largo (m)	Volumen (m ³)
Intermedia	Destilador mediano	-	0.300	0.300	0.021
	Intercambiador	Tubo	0.012	1.300	0.0037
		Coraza	0.200	0.118	
Piloto	Destilador grande	-	0.345	0.544	0.051
	Intercambiador #1	Tubo	0.038	0.700	0.0087
		Coraza	0.126	0.700	
	Intercambiador #2	Tubo	0.023	0.517	0.0009
		Coraza	0.048	0.517	
	Serpentín	-	0.007	1.590	0.0004

A.2 Pruebas en el equipo piloto

Prueba #1

Alimentación y evacuación de la olla



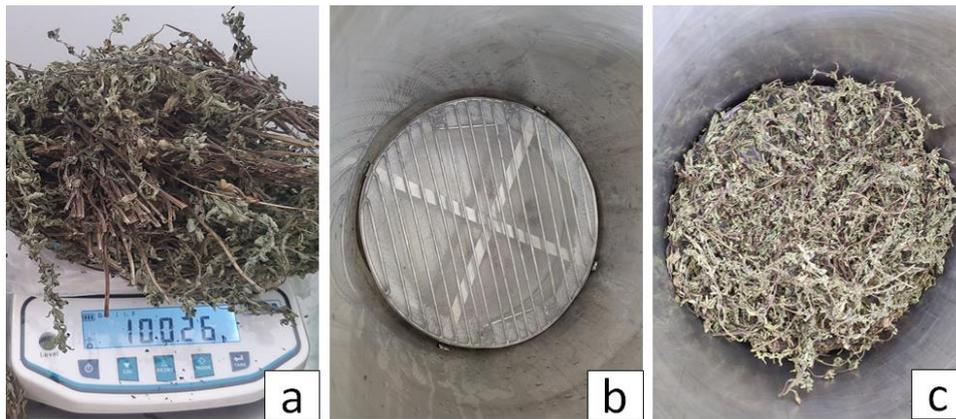
Nota: a) Generación de cama dentro de la olla, b) Distribución incorrecta del lecho
c) materia prima filtrada en el fondo de la olla

Sistema armado en la prueba #1



Prueba #2

Alimentación de la carga



Nota: a) Pesado de la carga, b) Integración de la rejilla modificada, c) Generación del lecho

Sistema armado en la prueba #2



Prueba #3

Alimentación de la carga



Nota: a) Alimentación al sistema, b) Generación del lecho, c) Evacuación del sistema

Sistema armado en la prueba #3



APÉNDICE B

B.1 Algoritmo de resolución para la evaluación del intercambiador por método de efectividad

Resistencia pared de tubo

$$R_{\text{pared,tubo}} \text{ [K/W]} = \frac{\ln \left[\frac{d_{\text{tubo,ext}} \text{ [m]}}{d_{\text{tubo,int}} \text{ [m]}} \right]}{2 \cdot \pi \cdot k_{\text{inox304}} \text{ [W/m-K]} \cdot L \text{ [m]}}$$

Coefficiente de transferencia de calor total

$$U \text{ [W/m}^2\text{-K]} = \frac{1}{A_{s,\text{tubo}} \text{ [m}^2\text{]} \cdot \left[\frac{1}{h_{\text{in}} \text{ [W/m}^2\text{-K]} \cdot A_i \text{ [m}^2\text{]}} + \frac{1}{h_{\text{out}} \text{ [W/m}^2\text{-K]} \cdot A_o \text{ [m}^2\text{]}} + R_{\text{pared,tubo}} \text{ [K/W]} \right]}$$

Análisis Intercambiador de Calor

Diferencia media logarítmica de temperatura

$$dT_1 \text{ [K]} = T_{\text{cond,in}} \text{ [K]} - T_{\text{cw,out}} \text{ [K]}$$

$$dT_2 \text{ [K]} = T_{\text{cond,out}} \text{ [K]} - T_{\text{cw,in}} \text{ [K]}$$

$$dT_{\text{ml}} \text{ [K]} = \frac{dT_1 \text{ [K]} - dT_2 \text{ [K]}}{\ln \left[\frac{dT_1 \text{ [K]}}{dT_2 \text{ [K]}} \right]}$$

Área superficial tubo

$$A_{s,\text{tubo}} \text{ [m}^2\text{]} = A_o \text{ [m}^2\text{]}$$

Razón de transferencia de calor

$$\dot{Q} \text{ [W]} = U \text{ [W/m}^2\text{-K]} \cdot A_{s,\text{tubo}} \text{ [m}^2\text{]} \cdot dT_{\text{ml}} \text{ [K]}$$

Método de efectividad - NTU

Razones de capacidad calorífica

$$C_c \text{ [W/K]} = \dot{m}_{\text{cw}} \text{ [kg/s]} \cdot C_p (\text{Steam}_{\text{IAPWS}} ; T = T_{\text{cw,prom}} \text{ [K]}; P = P \text{ [kPa]}) \cdot \left| 1000 \cdot \frac{\text{J}}{\text{kJ}} \right|$$

Fluido frío

$$C_h \text{ [W/K]} = \dot{m}_{\text{hx}} \text{ [kg/s]} \cdot C_p (\text{Steam}_{\text{IAPWS}} ; T = T_{\text{hx,prom}} \text{ [K]}; P = P \text{ [kPa]}) \cdot \left| 1000 \cdot \frac{\text{J}}{\text{kJ}} \right|$$

Fluido caliente

$$C_{\text{min}} \text{ [W/K]} = \mathbf{Min} (C_c \text{ [W/K]}; C_h \text{ [W/K]}) \text{ Menor razón}$$

$$C_{\text{max}} \text{ [W/K]} = \mathbf{Max} (C_c \text{ [W/K]}; C_h \text{ [W/K]}) \text{ Mayor razón}$$

$$\dot{Q}_{\text{max}} \text{ [W]} = C_{\text{min}} \text{ [W/K]} \cdot (T_{\text{cond,in}} \text{ [K]} - T_{\text{cw,in}} \text{ [K]}) \text{ Calor máximo}$$

Efectividad

$$e_{\text{real}} = \frac{\dot{Q} \text{ [W]}}{\dot{Q}_{\text{max}} \text{ [W]}}$$

Unit Settings: SI K kPa kJ mass deg

$A_{c,in} = 0,0007952 \text{ [m}^2\text{]}$	$A_{c,out} = 0,001078 \text{ [m}^2\text{]}$	$A_i = 0,02964 \text{ [m}^2\text{]}$	$A_o = 0,03654 \text{ [m}^2\text{]}$
$A_{s,tubo} = 0,03654 \text{ [m}^2\text{]}$	$c = 0,005751$	$C_c = 314,2 \text{ [W/K]}$	$C_h = 1,807 \text{ [W/K]}$
$C_{max} = 314,2 \text{ [W/K]}$	$C_{min} = 1,807 \text{ [W/K]}$	$dido = 0,519$	$dT_1 = 63 \text{ [K]}$
$dT_2 = 20 \text{ [K]}$	$dT_{ml} = 37,48 \text{ [K]}$	$d_{coraza,ext} = 0,0476 \text{ [m]}$	$d_{coraza,int} = 0,04335 \text{ [m]}$
$D_{h,in} = 0,0225 \text{ [m]}$	$D_{h,out} = 0,02085 \text{ [m]}$	$d_{tubo,ext} = 0,0225 \text{ [m]}$	$d_{tubo,int} = 0,01825 \text{ [m]}$
$espesor = 0,00425 \text{ [m]}$	$e_{NTU} = 0,6917$	$e_{real} = 0,6518$	$h_{in} = 107,8 \text{ [W/m}^2\text{-K]}$
$h_{out} = 181,5 \text{ [W/m}^2\text{-K]}$	$k_{cond} = 0,663 \text{ [W/m-K]}$	$k_{cw} = 0,6128 \text{ [W/m-K]}$	$k_{inox304} = 15,22 \text{ [W/m-K]}$
$L = 0,517 \text{ [m]}$	$\dot{m}_{cw} = 0,07518 \text{ [kg/s]}$	$\dot{m}_{hx} = 0,0004313 \text{ [kg/s]}$	$NTU = 1,183$
$Nu_{sin} = 3,66$	$Nu_{sout} = 5,707$	$vc_{cond} = 4,139E-07 \text{ [m}^2\text{/s]}$	$vc_w = 8,294E-07 \text{ [m}^2\text{/s]}$
$P = 101,3 \text{ [kPa]}$	$Pr_{cond} = 2,558$	$Pr_{cw} = 5,635$	$\dot{Q} = 80,1 \text{ [W]}$
$\dot{Q}_{cond} = 86,75 \text{ [W]}$	$\dot{Q}_{cw} = 1571 \text{ [W]}$	$\dot{Q}_{max} = 122,9 \text{ [W]}$	$Re_{in} = 30,63$
$Re_{out} = 1758$	$\rho_{cond} = 977,9 \text{ [kg/m}^3\text{]}$	$\rho_{cw} = 996,1 \text{ [kg/m}^3\text{]}$	$R_{pared,tubo} = 0,004234 \text{ [K]}$
$T_{amb} = 296 \text{ [K]}$	$T_{cond,in} = 367 \text{ [K]}$	$T_{cond,lim} = 299 \text{ [K]}$	$T_{cond,out} = 319 \text{ [K]}$
$T_{cw,in} = 299 \text{ [K]}$	$T_{cw,lim} = 299,4 \text{ [K]}$	$T_{cw,out} = 304 \text{ [K]}$	$T_{cw,prom} = 301,5 \text{ [K]}$
$T_{hx,prom} = 343 \text{ [K]}$	$U = 58,49 \text{ [W/m}^2\text{-K]}$	$\dot{V}_{cw} = 0,00007542 \text{ [m}^3\text{/s]}$	$\dot{V}_{hx} = 4,480E-07 \text{ [m}^3\text{/s]}$
$V_{in} = 0,0005634 \text{ [m/s]}$	$V_{out} = 0,06994 \text{ [m/s]}$		

No unit problems were detected.

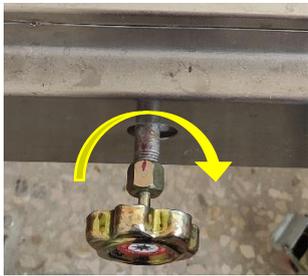
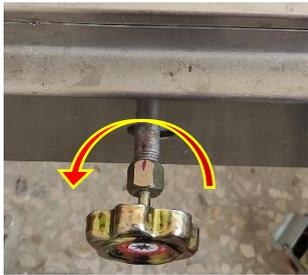
APÉNDICE C

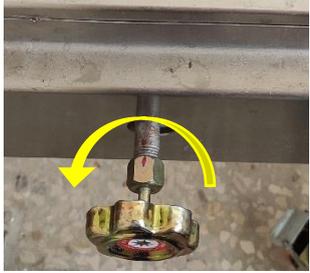
C.1 Manual rápido de operación de destilado de aceites esenciales

Actividad 1: Instalación del sistema		
Paso 1.1: Puntos de conexión y descargas		
Puntos clave	Factores de riesgos asociados	Imágenes
Verificar la cantidad de gas en la bombona.	 	
Conectar o verificar la conexión de la manguera de alimentación del gas a la cocina industrial.	 	
Verificar la salida de agua en las fuentes o tuberías.		
Conectar o verificar la conexión de las mangueras al intercambiador, procurando la circulación a contracorriente. Entrada de agua por debajo y descarga por arriba.		

<p>Cerrar la válvula de descarga de la olla de destilación.</p>		
<p>Actividad 2: Puesta en marcha</p>		
<p>Paso 2.1: Alimentación y acople del intercambiador de calor</p>		
Puntos clave	Factores de riesgos asociados	Imágenes
<p>Surtir a la olla de destilación con el agua requerida.</p>		
<p>Colocar el plato/rejilla dentro de la olla de destilación.</p>		
<p>Introducir la materia vegetal previamente procesada (Secado, corte y pesado) y colocarla uniformemente sobre el plato/rejilla, evitando la compactación de la materia.</p>		
<p>Colocar la tapa sobre la olla de destilación y atornillar los seguros laterales.</p>		

<p>Acomodar el codo metálico y sus empaques de caucho entre la tapa de la olla y el condensador.</p>		
<p>Ajustar las abrazaderas metálicas entre las uniones del codo.</p>		
<p>Colocar el soporte universal en una base firme y el decantador/contenedor a la salida del intercambiador.</p>		
<p>Paso 2.2: Arranque y operación de la unidad piloto</p>		
<p>Abrir la llave de paso del agua para abastecer al intercambiador de calor.</p>		
<p>Abrir la llave de paso del gas en la cocina industrial.</p>		

<p>Encender la hornilla de la cocina industrial con ayuda de un mechero o encendedor.</p>		
<p>Ajustar el nivel de la llama dependiendo del volumen de agua colocado.</p>		
<p>Controlar que la temperatura del sistema permanezca entre 90°C y 100°C.</p>		
<p>Paso 2.3: Paro en caso de emergencia</p>		
<p>Cerrar la válvula de salida de gas en la cocina industrial y desconectar de la manguera en la entrada del gas.</p>		
<p>Cerrar la válvula de la fuente de suministro de agua.</p>		
<p>Actividad 3: Apagado de la unidad</p>		
<p>Paso 3.1: Separación del producto y cierre del proceso de destilación</p>		
<p>Puntos clave</p>	<p>Factores de riesgos asociados</p>	<p>Imágenes</p>

<p>Cerrar la llave de paso del gas en la cocina industrial para apagar la llama.</p>		
<p>Extraer el decantador/contenedor del sistema para realizar el proceso de separación sobre el producto.</p>		
<p>Esperar un descenso de la temperatura del sistema de al menos 30°C por debajo del máximo, antes de cerrar la llave de paso de la fuente de agua.</p>		
<p>Esperar el enfriamiento parcial del sistema antes de manipularlo.</p>		
<p>Actividad 4: Limpieza del sistema</p>		
<p>Paso 4.1: Evacuación del sistema</p>		
Puntos clave	Factores de riesgos asociados	Imágenes
<p>Desconectar la manguera de la fuente de agua y evacuar el líquido retenido en el sistema de intercambio de calor-</p>		

<p>Colocar un tanque vacío en la boquilla de la llave de paso que se encuentra en la parte frontal del fondo de la olla de destilación.</p>		
<p>Abrir la llave de paso del fondo de la olla de destilación para evacuar la mayor cantidad posible del residuo.</p>		
<p>Paso 4.2: Desmontado del equipo</p>		
<p>Retirar las abrazaderas para desacoplar el intercambiador de calor y el codo metálico de la olla cuidadosamente.</p>		
<p>Retirar las mangueras conectadas al intercambiador de calor.</p>		
<p>Desatornillar los seguros laterales de la tapa y retirarla cuidadosamente.</p>		
<p>Paso 4.3: Disposición de residuos y lavado del destilador</p>		

<p>Retirar el plato/rejilla del interior de la olla de destilación y remover la materia vegetal utilizada.</p>		
<p>Desechar la materia vegetal en un contenedor de basura una vez realizado un secado adecuado.</p>		
<p>Retirar la materia vegetal acumulada fondo de la olla de destilación con ayuda de un colador o tamiz. (En caso de obstrucción verificar el manual completo en apéndice)</p>		
<p>Enjuagar el interior del intercambiador de calor con abundante agua.</p>		
<p>Con ayuda de un recipiente pequeño y agua limpia, enjuagar las paredes de la olla de destilación y evacuar el líquido a través de la llave de paso ubicada en el fondo.</p>		
<p>Ubicar todos los equipos del sistema en un lugar seguro dentro del área de trabajo una vez culminado el proceso de limpieza.</p>		

C.2 Manual de operación de destilado de aceites esenciales.

Logo del Centro de investigación	Manual de operación de destilador de aceites esenciales	<i>Código</i>	XX-XXX- XXX
		<i>Versión</i>	
		<i>Fecha de revisión</i>	
		<i>Página</i>	1/11

1. Objetivo

Definir el método para arrancar, operar y paralizar la unidad piloto de destilación de aceites esenciales.

2. Alcance

Este procedimiento alcanza únicamente a la unidad piloto de destilación, siendo uno de los equipos disponibles en el laboratorio de escalamiento de productos naturales ubicado en las instalaciones de la universidad ESPOL.

3. Responsabilidades

- El responsable de laboratorio, coordinador y operadores de control de proceso son responsables de hacer cumplir este procedimiento y de realizar actualizaciones pertinentes en caso de un cambio en el proceso, designación o existencia de equipos o en las prácticas de seguridad en la operación.
- Los operadores, ayudantes y/o estudiantes son responsables de
 - Cumplir este procedimiento en todas sus etapas aplicables.
 - Operar correctamente los equipos.
 - Seguir todas las medidas de seguridad pertinentes durante todo el proceso.

4. Descripción de la operación

El sistema de la unidad piloto está formado por los equipos: un destilador de aceites esenciales de 51 litros, una cocina industrial de gas con un quemador que funciona como la fuente de calor y un intercambiador de calor de doble tubo, es decir, que la corriente de

servicio de agua de enfriamiento pasa por el tubo externo al que pasan los vapores de arrastre que salen de destilador. En la figura 1 se muestra la unidad actual en el área de trabajo.

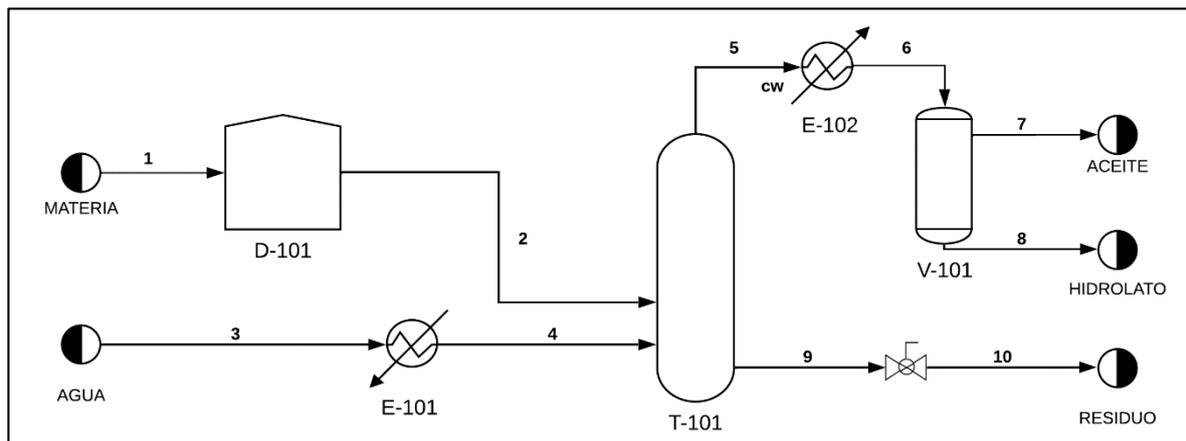
Figura 1

Unidad piloto de destilación por arrastre de vapor



Figura 2

Diagrama de flujo de proceso de destilación por arrastre de vapor



Operaciones Unitarias involucradas:

D-101: Secador

T-101: Destilador

V-101: Decantador

E-101: Rehervidor

E-102: Condensador

Corrientes:

1: Materia Prima (Orégano)	6: Condensado de mezcla agua y aceite
2: Materia prima en base seca	7: Aceite esencial de orégano
3: Agua	8: Hidrolato
4: Vapor de agua	9: Mezcla residuo
5: Vapores de arrastre	10: Mezcla residuo

En la figura 2 se presenta el diagrama de flujo del proceso actual, en el cual el secado al aire libre se representó en la operación D-101 en el cual la materia (1) es secada entre 5 – 10 días dependiendo de la cantidad de materia distribuida en el recinto. Después, con la materia seca (2) se utiliza una relación de alimentación para calcular la cantidad de agua necesaria (3) para llenar en el fondo del sistema y, que mediante calentamiento directo del destilador T-101, se pueda obtener el vapor (4) que arrastre el aceite contenido en la carga.

Esos vapores de arrastre (5) en el tope del equipo se condensan en el E-102 y el condensado (6) es recolectado en un decantador o recipiente V-101, obteniendo dos fases, el aceite esencial (7) y el agua floral o hidrolato (8). Al final de la operación, se descarga el residuo (9) del fondo del destilador, el cual contiene parte del agua alimentada y de restos vegetales de la materia de carga, mediante la abertura de una válvula de bola, este residuo (10) se procede a desechar.

5. Puntos clave de operación

5.1. Instalación del sistema

Para esta sección, los operarios deben estar familiarizados con los componentes de la unidad piloto que son: Olla de destilación, condensador de vapor y decantador/contenedor A su vez, los operarios deben identificar la ubicación de la cocina industrial, la bombona de gas y la entrada/salida de agua dentro del laboratorio.

5.1.1. Ubicación y estructura

- a) Verificar la disponibilidad y limpieza del espacio de trabajo dentro del laboratorio.
- b) Ubicar la cocina industrial dentro del laboratorio, además de procurar distancia entre la fuente de calor (cocina) y la bombona de gas.
- c) Ubicar la olla de destilación, el intercambiador de calor y decantador/contenedor dentro del laboratorio.
- d) Localizar el plato/rejilla, los codos y abrazaderas metálicas.
- e) Colocar la olla de destilación sobre la cocina industrial.
- f) Armar el soporte universal y acoplar el decantador/contenedor.

5.1.2. Puntos de conexión y descargas

- a) Verificar la cantidad de gas en la bombona.
- b) Conectar o verificar la conexión de la manguera de alimentación del gas a la cocina industrial.
- c) Verificar la salida de agua en las tuberías.
- d) Conectar o verificar la conexión de la manguera de alimentación del agua al intercambiador de calor.
- e) Conectar o verificar la conexión de las mangueras al intercambiador, procurando la circulación a contracorriente (entrada de agua por debajo y descarga por arriba).
- f) Desplegar las mangueras de la corriente de servicio en un lugar que no obstaculice la movilidad dentro del laboratorio.
- g) Cerrar la válvula de descarga de la olla de destilación o verificar que esté cerrada antes de proceder con la alimentación del equipo.

5.2. Puesta en marcha

En esta sección los operarios deben considerar el tamaño de partícula de su materia prima, de la misma forma se debe respetar la relación entre la cantidad de agua en la olla de destilación y la materia vegetal. Se recomienda una relación de 1:5, donde el máxima para la capacidad del equipo es: 2 kg de materia prima y 10 kg de agua. Se recomienda un mínimo de 5kg de agua para cantidades menores a 1 kg de materia prima.

5.2.1. Alimentación y acople del intercambiador de calor

- a) Surtir a la olla de destilación con el agua requerida para la generación del vapor de arrastre.
- b) Colocar el plato/rejilla dentro de la olla de destilación.
- c) Introducir la materia vegetal previamente procesada (secado, corte y pesado) y colocarla uniformemente sobre el plato/rejilla, evitando la compactación de la materia.
- d) Colocar la tapa sobre la olla de destilación y atornillar los seguros laterales para cerrar adecuadamente el sistema.
- e) Acomodar el codo metálico y sus empaques de caucho entre la tapa de la olla y el condensador, asegurándose que encaje y respete el ángulo de inclinación del condensador metálico.
- f) Ajustar las abrazaderas metálicas entre las uniones del codo.
- g) Colocar el soporte universal en una base firme y ajustar el decantador/contenedor a la salida del condensador metálico.

5.2.2. Arranque y operación de la unidad piloto

- a) Abrir la llave de paso de la fuente de agua para abastecer al intercambiador de calor (condensador metálico).
- b) Abrir la llave de paso del gas en la cocina industrial.

- c) Encender la hornilla de la cocina industrial con ayuda de un mechero o encendedor y anotar el tiempo al encendido del equipo.
- d) Ajustar el nivel de la llama dependiendo del volumen de agua colocado, para asegurar la ebullición lenta del agua y un flujo de vapor uniforme que humedezca el lecho de materia prima por completo.
- e) Marcar con un cronómetro el inicio del tiempo de operación.
- f) Revisar continuamente el termómetro presente en el equipo para visualizar el aumento de la temperatura del sistema
- g) Registrar el tiempo de caída de la primera gota del condensado después del encendido del equipo.
- h) Subir el nivel de la llama para aumentar el vapor de arrastre y mejorar la destilación.
- i) Controlar que la temperatura del sistema permanezca entre 90°C y 100°C.
- j) Observar en la salida del condensador metálico un flujo en fase líquida, caso contrario, reducir la abertura de la llave del gas para regular la llama y disminuir la tasa vapor generado en el fondo de la olla de destilación.

5.2.3. Paro en caso de emergencia

- a) En caso de interrupción de la operación debido a abandono del establecimiento por causas de fuerza mayor que impliquen dejar la unidad sin supervisión:
 - i. Cerrar la válvula de salida de gas en la cocina industrial y desconectar de la manguera en la entrada del gas.
 - ii. Cerrar la válvula de la fuente de suministro de agua.

5.3. Apagado de la unidad

5.3.1. Separación del producto y cierre del proceso de destilación

- a) Una vez concluido el tiempo de operación programado, cerrar la llave de paso del gas en la cocina industrial para apagar la llama.
- b) Registrar el tiempo de caída de la última gota de condensado.
- c) Extraer el decantador/contenedor del sistema para realizar el proceso de separación sobre el producto, es decir la separación del aceite esencial del hidrolato. p.ej. la separación por diferencia de densidades se realiza en un balón de decantación.
- d) Evitar el traspaso del destilado a otros recipientes o decantadores, la agitación del producto dificulta la separación de las fases, lo que conllevaría a realizar pasos adicionales como la necesidad de tiempos de reposo.
- e) Observar en el termómetro del equipo que ocurra el descenso de temperatura hasta al menos 30°C por debajo del máximo alcanzado, antes proceder a cerrar la llave de paso de la fuente de agua que alimenta al intercambiador de calor.
- f) Esperar el enfriamiento parcial del sistema antes de manipularlo.

5.4. Limpieza del sistema

5.4.1. Evacuación del sistema

- a) Desconectar la manguera de la fuente de agua y evacuar el líquido retenido en el sistema de intercambio de calor cuidadosamente con la ayuda de contenedores.
- b) Colocar un tanque vacío en la boquilla de la llave de paso que se encuentra en la parte frontal del fondo de la olla de destilación.
- c) Abrir la llave de paso del fondo de la olla de destilación para evacuar la mayor cantidad posible del residuo y volver a cerrar la llave de paso.

5.4.2. Desmontado del equipo

- a) Desajustar las abrazaderas metálicas entre las uniones del codo y retirarlas.
- b) Retirar el condensador y codo metálico cuidadosamente.

- c) Retirar las mangueras conectadas al intercambiador de calor.
- d) Desatornillar los seguros laterales de la tapa y retirarla cuidadosamente.

5.4.3. Disposición de residuos y lavado del destilador

- a) Retirar el plato/rejilla del interior de la olla de destilación y remover la materia vegetal utilizada.
- b) Desechar la materia vegetal en un contenedor de basura una vez realizado un secado adecuado, p.ej. secado al ambiente del material esparcido sobre alguna superficie.
- c) Retirar la materia vegetal acumulada fondo de la olla de destilación con ayuda de un colador o tamiz.
- d) En caso de obstrucción en la boquilla de la llave de paso del fondo de la olla de destilación tras realizar el paso mencionado en el apartado 5.4.1 literal c, considerar lo siguiente:
 - i. Conseguir un colador o tamiz (con abertura menor al tipo de material sólido que se encuentre en el residuo), una varilla metálica o destornillador de al menos 15 cm de longitud y reutilizar el recipiente utilizado en el apartado 5.4.1 literal b.
 - ii. Llevar la olla de destilación a un lugar donde se puede realizar la descarga del líquido retenido.
 - iii. Apoyar la olla de destilación en una superficie que permita inclinar el equipo para retirar la mezcla de sólidos y líquidos que representa el residuo retenido. Asegurarse que la salida del destilador (por la llave de paso) quede apuntando hacia arriba.
 - iv. Con ayuda de una varilla metálica o destornillador y agua, remover la materia vegetal que obstruye la salida de la llave de paso, mantener la olla de destilación en posición horizontal para realizar el desatascado.

- v. Con el equipo inclinado y la ayuda del colador o tamiz retirar la mayoría del residuo sólido de los residuos líquidos.
 - vi. Cerrar la llave de paso y regresar la olla de destilación a su posición, posteriormente acomodar el tanque de residuo líquido en la boquilla de la llave de paso.
 - vii. Abrir la llave de paso y evacuar el remanente de residuo líquido que no se pudo eliminar en el apartado 5.4.1 literal c.
- e) Utilizar el residuo líquido extraído del fondo de la olla como agua de riego en las áreas verdes.
- f) Enjuagar el interior del intercambiador de calor con agua.
- g) Con ayuda de un recipiente pequeño y agua limpia, enjuagar las paredes de la olla de destilación y evacuar el líquido a través de la llave de paso ubicada en el fondo.
- h) Repetir el paso anterior las veces que sea necesario para remover residuos.
- i) Ubicar todos los equipos del sistema en un lugar seguro dentro del área de trabajo una vez culminado el proceso de limpieza.

6. Medidas de seguridad

Puntos claves	Sección	Peligros	Riesgos	Medidas preventivas
Instalación del sistema	5.1.1. b)	Cercanía del cilindro (combustible) con la cocina (fuente de calor)	Incendio	Mantener el cilindro al menos a 2 metros de distancia de la cocina industrial
	5.1.2. b)	Escape de GLP por conexión del gas suelta o sin ajustar	Inhalación del gas	Comprobar el ajuste de las abrazaderas y el estado de la manguera

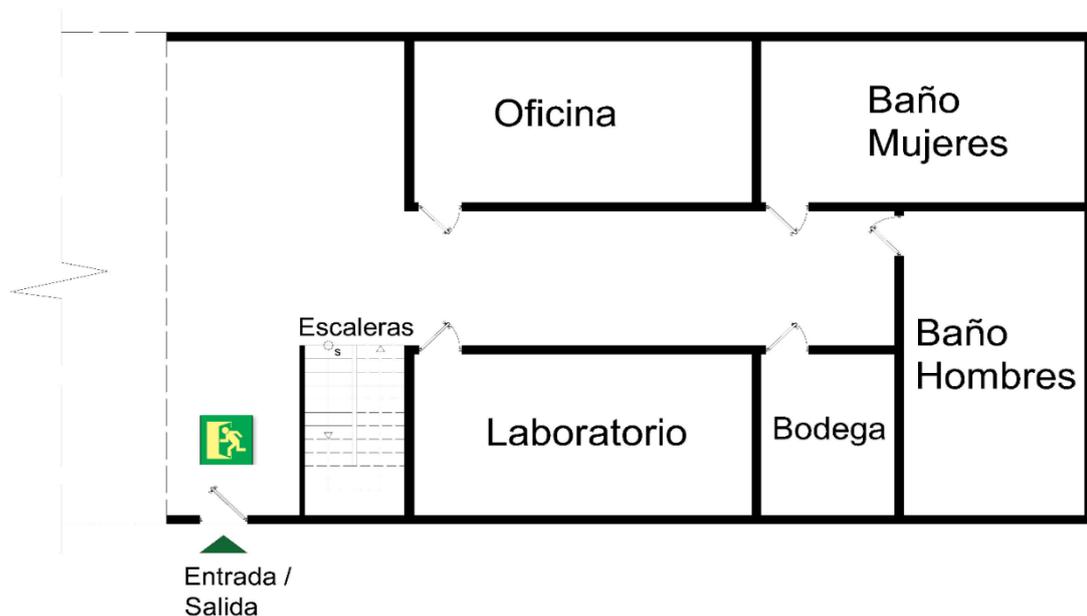
	5.1.2. d) 5.1.2. g)	Derrame de agua en el suelo o sobre equipos	Caída del personal	Revisar las conexiones de agua y verificar que la válvula de descarga del destilador esté cerrada antes de operar
	5.1.2. f)	Implementos como mangueras que obstaculizan el paso	Caída del personal	Colocar los implementos en sectores en los que no se transite (cercano a la pared o detrás de enseres)
Puesta en marcha	5.2.2. f) 5.2.2. h)	Acercarse a un equipo sin protecciones térmicas	Quemaduras	Evitar tocar directamente los equipos durante la operación (usar EPP)
	5.2.3. a)	Escape de componentes gaseosos (GLP) y líquidos (agua)	Inhalación Incendio Caída del personal	Cerrar las válvulas de las fuentes de suministros
Apagado de la unidad	5.3.1. e) 5.3.1. f)	Manipulación de equipos calientes	Quemaduras	Revisar el descenso de temperatura del sistema y uso de EPP
Limpieza del sistema	5.4.3. b) 5.4.3. c)	Formación de hongos debido al material vegetal compactado en condiciones de alta humedad	Contacto físico	Procurar el secado del residuo sólido antes de su disposición como desecho
	5.4.3. d)	Sujetar y colocar de la olla en posición inclinada sobre una superficie	Caída de objetos	Realizar la limpieza de la olla sobre una superficie firme y tener un buen agarre del equipo (es necesario que trabajen dos personas)

7. Instalaciones

A continuación, tenemos el diagrama de las instalaciones donde se encuentra ubicado el laboratorio. El diagrama podemos identificar áreas y puntos de entrada y salida.

Figura 3

Plano parcial de la planta baja del edificio

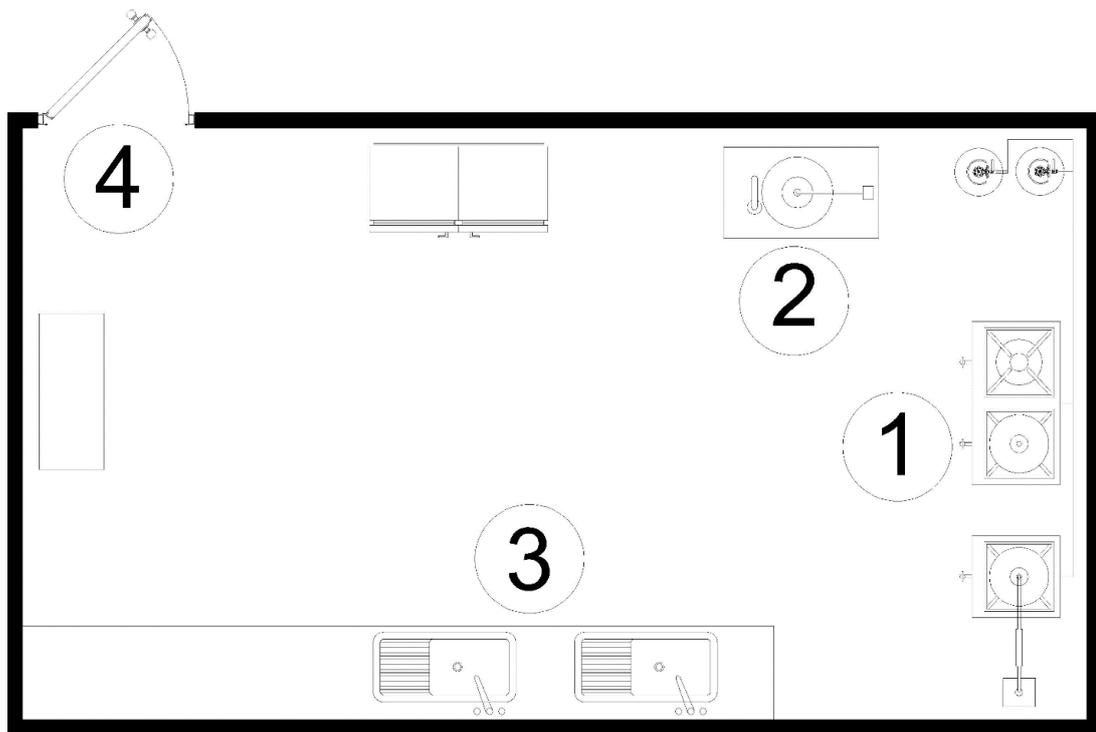


En la planta baja podemos encontrar un sector que no se muestra en el plano, el cual está destinado al almacenamiento de objetos. En la planta baja se encuentra el laboratorio donde se realiza el proceso de destilación de aceites esenciales, también se dispone de una bodega de utensilios y dos baños.

El laboratorio cuenta con un mesón de trabajo, el cual incluye dos lavabos y múltiples tomas eléctricas para la utilización de hornos o balanzas o cualquier herramienta. También podemos encontrar varios anaqueles donde se ubican utensilios, un congelador para el almacenamiento de muestras y las respectivas unidades/equipos. El área se muestra en la siguiente figura.

Figura 4

Plano del laboratorio



Puntos:

- 1) Área de destilación de aceites esenciales, se cuenta con una unidad piloto de destilación y varias cocinas industriales
- 2) Equipo de secado
- 3) Mesón
- 4) Salida

8. Control de cambios

No aplica.

9. Revisión y aprobación

Elaboró: <i>Firma/Nombre</i>	Revisó: <i>Firma/Nombre</i>	Aprobó: <i>Firma/Nombre</i>
Cargo: (e.g. Estudiante(s) de facultad XXXX)	Cargo: (e.g. Profesor responsable)	Cargo: (e.g. Encargado del área)
Fecha:	Fecha:	Fecha:

APÉNDICE D

D.1 Resultados de experiencias con especie Eucalipto

Como complemento de este proyecto, se realizaron varios lotes con eucalipto en un período de cuatro días, con la finalidad de las pruebas era revisar la operación experimental con el eucalipto, que es una de las plantas con mayor rendimiento de acuerdo con bibliografía. Para estas pruebas se utilizó una mezcla de hojas secadas previamente para la alimentación de la olla, en la tabla D.1 se detallan las pruebas realizadas.

Tabla D.1

Pruebas piloto de destilación de aceite esencial de eucalipto

Pruebas	Materia (g)	Agua (L)	Tiempo (min)	Primera gota (min)	Aceite (mL)	Rendimiento (mL/g)
1	400	5	80	23	2.1	0.525
2	650	6.5	115	24	5.5	0.846
3	651.38	6.5	110	21	8.2	1.258
4	666.69	6.5	100	25	9	1.349
5	659.97	6.5	102	35	9	1.363
<i>Total</i>	3028.04	31	507	-	33.8	1.116

Se obtuvo 32.8 mL de aceite de 3028.04 gramos de alimentación de eucalipto, estos resultados se consideran bajos en relación con lo que puede ofrecer la materia prima. La principal causa de la irregularidad en los resultados está relacionada con la humedad variable de las cargas entre las distintas pruebas, puesto que un porcentaje alto de humedad genera pérdidas de rendimiento en la operación, como se demostró en el análisis del capítulo 3. Un segundo control importante se centraría en realizar pruebas con densidades de lecho distintas para analizar su influencia en el rendimiento para esta planta que presenta hojas de mayor tamaño que las estudiadas en este documento.

A continuación, se muestran algunas fotografías de la experimentación del eucalipto.

Figura D.1

Carga de Eucalipto



Figura D.2

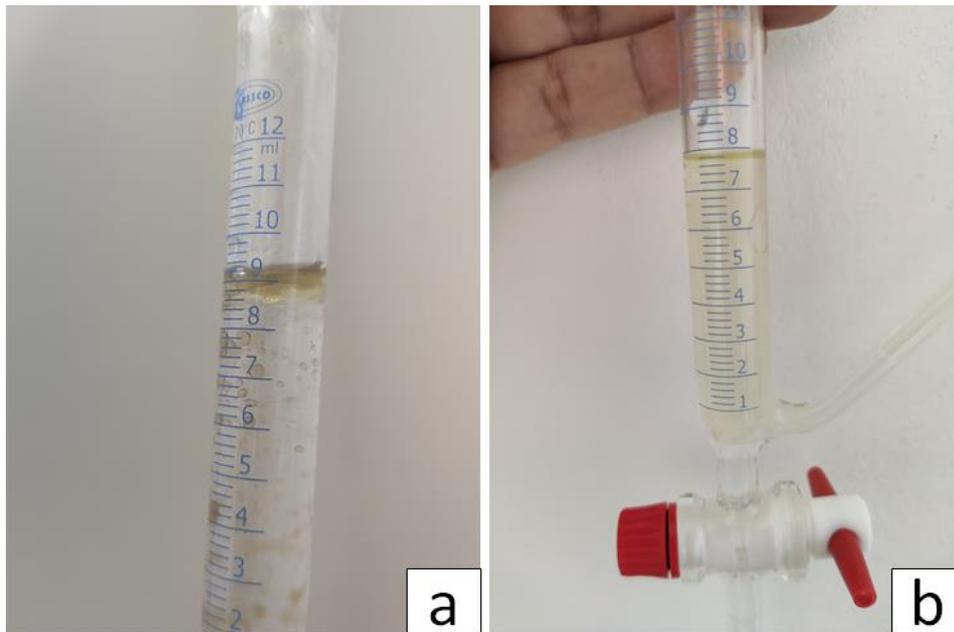
Compactación del lecho al inicio y final de la operación



Nota: a) Altura del lecho 17cm, b) Altura del lecho compactado después de la operación 9 cm

Figura D.3

Aceite recolectado y reubicado



Nota: a) Aceite esencial de eucalipto al inicio de la destilación, b) Aceite esencial de eucalipto al final de la destilación