

**PROPUESTA DE INGENIERÍA CONCEPTUAL: PROCESO DE EXTRACCIÓN DEL
ACEITE ESENCIAL DE LAS CÁSCARAS DE NARANJA OBTENIDAS EN
PANADERÍAS DEL SECTOR RICAURTE DE BOGOTÁ UTILIZANDO EL MÉTODO
SOXHLET CON ENFOQUE EN LA QUÍMICA VERDE**

DEISSY JHOJANA CRISTANCHO ROJAS

**Proyecto integral de grado para optar al título de
INGENIERÍA QUÍMICA**

Orientador

Ivonne Angulo De Castro

M. Sc. Diseño y Gestión de Procesos

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍAS

INGENIERÍA QUÍMICA

BOGOTÁ D.C.

2023

NOTA DE ACEPTACIÓN

Nombre
Firma del Director

Nombre
Firma del Presidente Jurado

Nombre
Firma del Jurado

Nombre
Firma del Jurado

Bogotá, D.C. febrero de 2023

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro
DR. MARIO POSADA GARCÍA-PEÑA

Consejero Institucional
DR. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Investigaciones
DRA. ALEXANDRA MEJÍA GUZMÁN

Vicerrector Administrativo y Financiero
DR. RICARDO ALFONSO PEÑARANDA CASTRO

Secretario General
DR. JOSÉ LUIS MACÍAS RODRÍGUEZ

Decano de la Facultad
DRA. NALINY PATRICIA GUERRA PRIETO

Director de Programa
ING. NUBIA LILIANA BECERRA OSPINA

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

DEDICATORIA

Ser, antes que hacer.

A mis papás que me han dado todo, les dedico todos mis esfuerzos y mis logros.

A las personas que me han acompañado a lo largo de este proceso, gracias por estar.

L y M

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN	12
OBJETIVOS	13
INTRODUCCIÓN	14
1. MARCO CONCEPTUAL	16
1.1 Generalidades de la naranja	16
1.1.1 <i>Flavedo de naranja (FN)</i>	16
1.2 Metabolitos secundarios en las plantas	16
1.2.1 <i>Aceite esencial (AE)</i>	16
1.2.2 <i>Composición de aceites esenciales</i>	17
1.2.3 <i>Limoneno</i>	17
1.3 Extracción de aceite esencial de naranja	18
1.3.1 <i>Materia prima</i>	18
1.3.2 <i>Secado de la materia prima</i>	19
1.3.3 <i>Características de flujo</i>	20
1.3.4 <i>Molido</i>	21
1.4 Extracción	21
1.4.1 <i>Volatilidad</i>	21
1.4.2 <i>Métodos convencionales</i>	22
1.4.3 <i>Nuevos métodos de extracción</i>	23
1.4.4 <i>Tratamiento de los aceites crudos</i>	24
1.5 Purificación	24
1.5.1 <i>Centrifugación/ decantación</i>	24
1.5.2 <i>Destilación</i>	24

1.5.3	<i>Evaporación</i>	24
1.6	Análisis de los aceites esenciales	25
1.6.1	<i>Composición química</i>	25
1.6.2	<i>Características fisicoquímicas</i>	26
1.6.3	<i>Características sensoriales</i>	29
1.6.4	<i>Prueba microbiana</i>	29
1.7	Química verde	30
1.8	Ingeniería conceptual	30
1.8.1	<i>Diagrama de bloques</i>	31
1.8.2	<i>Listado de servicios</i>	31
1.8.3	<i>Balance de masa y energía</i>	31
1.8.4	<i>Listado de equipos</i>	32
1.9	Control de calidad en diferentes aplicaciones	32
1.9.1	<i>Uso medicinal</i>	33
1.9.2	<i>Uso cosmético y alimenticio</i>	33
1.9.3	<i>Sabores y fragancias</i>	33
1.9.4	<i>Aromaterapia</i>	33
2.	MARCO LEGAL	34
3.	CARACTERIZACIÓN DE PARÁMETROS Y PRETRATAMIENTOS	37
3.1	Metodología	37
3.2	Desarrollo y resultados	37
3.3	Análisis	42
4.	EXTRACCIÓN DE AE	43
4.1	Metodología	43
4.2	Desarrollo y resultados	44

4.2.1	<i>Diseño experimental</i>	44
4.2.2	<i>Proceso para obtener la materia prima</i>	47
4.2.3	<i>Materia prima y reactivos</i>	47
4.2.4	<i>Equipos de laboratorio y cristalería</i>	48
4.2.5	<i>Procedimientos</i>	49
4.3	Resultados	49
4.3.1	<i>Resultados de ANOVA</i>	53
4.4	Análisis	56
5.	INGENIERÍA CONCEPTUAL	60
5.1	Metodología	60
5.2	Desarrollo y resultados	60
5.2.1	<i>Descripción del proceso y diagrama de flujo</i>	62
5.2.2	<i>Listado de servicios</i>	63
5.2.3	<i>Balance de masa</i>	69
5.2.4	<i>Listado de equipos</i>	74
5.3	Análisis	82
6.	CONCLUSIONES	84
	BIBLIOGRAFÍA	85
	ANEXOS	92

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. 12 principios de la química verde.	30
Figura 2. Balance de masa y energía de un proceso.	32
Figura 3. Diagrama de flujo capítulo 2.	37
Figura 4. Diagrama de flujo capítulo 3.	43
Figura 5. Rendimientos obtenidos.	53
Figura 6. Cajas y bigotes de los rendimientos obtenidos.	54
Figura 7. Ubicación de p-valor para ANOVA.	56
Figura 8. Diagrama de flujo capítulo 4.	60
Figura 9. Diagrama de flujo del proceso para extracción sólido- líquido.	62
Figura 10. Diagrama de flujo del proceso para HAM.	63
Figura 11. PTAR para tratamiento de agua obtenida del lavado	68
Figura 12. Balance de masa para extracción por medio de sólido- líquido de AE a escala laboratorio.	70
Figura 13. Balance de masa para extracción sólido- líquido de AE para planta piloto.	71
Figura 14. Balance de masa para HAM de AE a escala laboratorio.	72
Figura 15. Balance de masa para HAM de AE para planta piloto.	73
Figura 16. Extracción sólido-líquido de AE.	94
Figura 17. Hidrodestilación asistida por microondas.	97

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Características y datos sobre el limoneno.	17
Tabla 2. Condiciones en tiempo y temperatura de extracción de AE.	20
Tabla 3. Ventajas y desventajas de métodos convencionales.	22
Tabla 4. Ventajas y desventajas de métodos nuevos.	23
Tabla 5. Características evaluativas de un AE.	25
Tabla 6. Relación entre grados brix e índice de refracción.	27
Tabla 7. Normatividad CONPES.	34
Tabla 8. Normatividad Colombiana.	35
Tabla 9. Caracterización de parámetros y pretratamientos convencionales.	38
Tabla 10. Caracterización de parámetros y pretratamientos nuevos.	40
Tabla 11. Esquema ANOVA.	44
Tabla 12. Factores de estudio.	45
Tabla 13. Esquema del experimento.	45
Tabla 14. Modelo matemático.	46
Tabla 15. Determinación del valor crítico y el p-valor.	46
Tabla 16. Materia prima y reactivos.	47
Tabla 17. Equipos de laboratorio y cristalería.	48
Tabla 18. Recolección de datos y determinación de humedad.	50
Tabla 19. Recolección de datos y determinación de rendimiento.	51
Tabla 20. Consolidado de condiciones para extracción.	52
Tabla 21. Resultados fisicoquímicos y sensoriales de T4.	52
Tabla 22. Datos de ingreso para el ANOVA.	53
Tabla 23. Desarrollo del modelo matemático del ANOVA 1 parte.	54
Tabla 24. . Desarrollo del modelo matemático del ANOVA 2 parte.	55
Tabla 25. Desarrollo del valor crítico y el p-valor.	55
Tabla 26. Datos obtenidos experimentalmente.	61
Tabla 27. Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 1.	64
Tabla 28. Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 2.	66

Tabla 29. Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 3 y 4.	67
Tabla 30. Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 5.	69
Tabla 31. Lista comparativa de equipos.	74
Tabla 32. Calificación 12 principios de química verde	78

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tuvo por objetivo desarrollar una propuesta de ingeniería conceptual del proceso de extracción del aceite esencial (AE) de las cáscaras de naranja obtenidas en panaderías del sector Ricaurte de Bogotá utilizando el método Soxhlet con enfoque en la química verde.

El AE se obtuvo de manera experimental al poner en contacto y a un rango de temperatura determinada, una relación 1:10 de flavedo de naranja previamente tratado y alcohol isopropílico, para que posteriormente se realice una separación con el fin de purificarlo. Se planteó un sistema ANOVA para determinar si el rendimiento se veía afectado por el tamaño de la partícula (4 mm y 1 cm) y la temperatura de secado (70 °C y 100 °C). Una vez obtenida, la muestra con mejor rendimiento se caracterizó fisicoquímica y sensorialmente con el objeto de determinar algunas de sus características y compararlas con el AE comercial para evaluar si existía un contraste significativo en la calidad del producto. Se desarrolló el análisis estadístico y las pruebas de calidad, se determinó que el rendimiento si se ve afectado y que el producto no cumple los parámetros establecidos, ya que presenta trazas del solvente, afectando varias de sus particularidades, incluyendo su pureza.

La ingeniería conceptual para la planta piloto se desarrolló paralelamente con el método de hidrodestilación asistida por microondas (HAM), con una base de cálculo de 20,532 Kg/día, que fue obtenida al promediar las cáscaras de naranja que eran desechadas en un tiempo de 5 horas diarias durante una semana de 3 panaderías del sector Ricaurte. Estos métodos se compararon y se les dio una calificación frente a los 12 principios de la química verde, se obtuvo que, aunque las dos técnicas no se encuentran lejos de estos parámetros, la hidrodestilación consume menos tiempo, energía y es amigable con el ambiente.

Palabras clave: Soxhlet, hidrodestilación asistida por microondas, aceite esencial, cáscara de naranja.

OBJETIVOS

Objetivo general

Desarrollar una propuesta de ingeniería conceptual del proceso de extracción del aceite esencial de las cáscaras de naranja obtenidas en panaderías del sector Ricaurte de Bogotá utilizando el método Soxhlet con enfoque en la química verde.

Objetivos específicos

- Caracterizar los parámetros y pretratamientos necesarios para la extracción del aceite esencial de naranja usando su flavedo.
- Extraer el aceite esencial de naranja por medio de Soxhlet variando la temperatura y analizando características.
- Realizar la ingeniería conceptual de una planta piloto que produce aceite esencial de naranja.

INTRODUCCIÓN

El objetivo principal del presente estudio fue desarrollar una propuesta de ingeniería conceptual del proceso de extracción del AE de las cáscaras de naranja obtenidas en panaderías del sector Ricaurte de Bogotá utilizando el método Soxhlet con enfoque en la química verde.

Los cítricos son uno de los cultivos más importantes en el mundo, porque contienen vitaminas, minerales y fibras que ayudan en la nutrición, crecimiento y desarrollo del ser humano [1]. En el año 2012 se produjo en total 636.544.883 unidades en el planeta de frutas, donde el 61% de la producción corresponde a la naranja dulce [2], este se considera el cítrico que más se consume en el mundo, con una producción de 72 millones de toneladas [1], en Colombia el 71% de los cítricos que se cultivan son naranjas; en la industria usualmente se usa para producir: jugos, mermeladas, saborizantes, entre otros. Sin embargo, contiene una gran cantidad de desechos llamados FN que se componen de cáscaras, fibras y semillas (17% en peso total de la fruta) [3] y que en un año puede representar aproximadamente 15 millones de toneladas.

En la actualidad, la mayoría de FN se usan como alimento para ganado después de un proceso de secado y a pesar de que es nutritivo, al ser consumido en grandes cantidades puede producir enfermedades en los animales [3]. Los desechos que no se venden se eliminan por medio de vertederos, pero se debe tener en cuenta que la pulpa de la fruta contiene mucha agua y azúcares lo que la hace muy perecedera y fermentable, por lo tanto, podría afectar la flora microbiana y tener graves problemas ambientales y económicos [1]. El FN tiene potencial para ser usado en la industria con diferentes enfoques, por ejemplo, en nanopartículas obteniendo celulosa, biosorbentes para tratamiento de aguas, biofertilizantes [2], biocombustible, etc. La composición de la cáscara “incluye algunas grasas, azúcares libres (por ejemplo, glucosa, fructosa y sacarosa), ácidos orgánicos, polímeros de carbohidratos (celulosa, hemicelulosa y pectina) enzimas (pectinesterasa, fosfatasa y peroxidasa), flavonoides, aceites esenciales (principalmente limoneno) y pigmentos” [2]. Los aceites esenciales son seguros y cuentan con varias aplicaciones en el área de sabor y fragancia [1]. Se pueden usar en la fabricación de saborizantes, cosméticos, medicamentos, perfumes, solventes, entre otras industrias. El limoneno (isómero dextrorrotatorio) es un metabolismo vegetal

que se encuentra en los aceites esenciales de la naranja [3], este es el más abundante en concentración (73,9-97%).

Hoy en día hay una gran variedad de métodos para tratar, extraer y encapsular el limoneno, haciéndolo un desafío de la actualidad, ya que se busca obtener buenos rendimientos, usando poca energía y tiempo; siendo este el propósito de este proyecto al generar una propuesta de ingeniería conceptual de dos diferentes técnicas para la extracción de AE al ser evaluadas por medio de los 12 principios de la química verde.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1 Generalidades de la naranja

Citrus sinensis [L.] Osbeck, también conocida como naranja Valencia; es la naranja dulce que más se cultiva en Colombia y durante todo el año hay oferta en el territorio nacional. Según el DANE, para el año 2020 se obtuvieron 1'257.474 toneladas de naranja en el país [4]. Es importante resaltar que, para obtener un mejor fruto, el cultivo debe crecer en temperaturas entre 23 °C y 34 °C, con pluviosidades entre 900 y 1200 milímetros de lluvias anuales y con polinización, puesto que se obtendrán frutos con mayor peso, grosor en la cáscara y un color más intenso [5].

1.1.1 Flavedo de naranja (FN)

También conocido como cáscara de naranja que en principio es de tonalidad verde, color característico por la presencia de clorofila y al transcurrir el tiempo, la fruta pasa por un proceso de maduración cambiando su color a naranja [6]. Este flavedo contiene fibra de muy buena calidad, ya que tiene una composición equilibrada, buena retención de agua, [7], proteínas y grasas, y a partir de él se puede obtener pectina y aceites esenciales. Se conforma por vesículas oleosas, tiene una capa protectora y adicional tiene azúcares como la glucosa (63%), fructosa (20%) y sacarosa (16%) [6].

1.2 Metabolitos secundarios en las plantas

De acuerdo con Moncayo [8], los metabolitos secundarios tienen diferentes tareas, como la defensa ante depredadores y microorganismos patógenos, brindan soporte estructural y aportan características organolépticas a la planta. Se agrupan por clases: terpenos; donde se encuentran los aceites esenciales, compuestos fenólicos, glucósidos y alcaloides [9].

1.2.1 Aceite esencial (AE)

Los aceites esenciales son una mezcla de compuestos aromáticos volátiles, se encuentran en los metabolitos secundarios y se compone por terpenos que se producen

en diferentes partes de las plantas; se pueden encontrar en las hojas, raíces, semillas, flores y frutos, casi en todos los casos su composición es menor al 1% [10]. Esto puede variar por las estaciones, cultivo, forma en cómo se obtiene la materia prima y el aceite en particular. Cuidar la planta y tener efecto antimicrobiano son algunas de sus características [11].

1.2.2 Composición de aceites esenciales

Un AE llega a tener de 50 a 300 compuestos químicos, desde hidrocarburos terpénicos, alcoholes, aldehídos, cetonas, compuestos fenólicos, entre otros. Estos pueden variar según la zona donde se cultive la planta y sus condiciones ambientales [12]. Uno de los compuestos con mayor porcentaje en el AE de naranja es el limoneno.

1.2.3 Limoneno

En la investigación de Aissou [13], el limoneno es el principal compuesto que se obtiene en los aceites esenciales de cítricos, en al menos un 90%. Los sabores y fragancias se ven influenciados por la quiralidad; él (+)-limoneno (R-o D- limoneno) contiene un olor agradable anaranjado mientras que, por otro lado, él (-)-limoneno (s-o L- limoneno) tiene un aroma fuerte a trementina. El D-limoneno (DL) es el más usado en el mercado y se suele extraer por método en frío, sólido y líquido [11]. La presente investigación se enfoca en este compuesto. Cabe aclarar que, el limoneno tiene diferentes aplicaciones en la industria tales como saborizante, solvente verde y solvente para obtener otros aceites esenciales [14]. En la siguiente tabla se exponen algunas características y datos sobre el limoneno.

Tabla 1.

Características y datos sobre el limoneno.

Aspecto y olor	Líquido incoloro con aroma a cítrico
Número CAS	5989-27-5

Nombre IUPAC	1-metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexano
Fórmula química	C ₁₀ H ₁₆
Peso molecular	136,23 g/mol
Índice de refracción	1,471-1,474
Gravedad específica	0,838-0,843

Nota. En esta tabla se evidencian características generales del limoneno. Tomado de: J. Betzabé, *extracción del AE del flavelo de la naranja dulce (citrus sinensis l.) variedad valencia, proveniente de desechos agroindustriales, utilizando el método de destilación por arrastre con vapor a escala planta piloto, para su aplicación en la fo.* Tesis pre. Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala, 2015. [En línea]. Disponible: <http://emecanica.ingenieria.usac.edu.gt/sitio/wp-content/subidas/6ARTÍCULO-III-INDESA-SIE.pdf>. [Acceso: 09, jun,2022]

1.3 Extracción de aceite esencial de naranja

Para obtener mejores rendimientos se debe realizar un pretratamiento a la piel de naranja que es, de donde se obtienen los aceites esenciales. Al realizar estos métodos se tiene por objetivo proteger la materia prima de microorganismos y así mismo facilitar la extracción del aceite. Para esto es necesario lavar, secar y triturar el FN, según sea el caso [13]. A continuación, se describen algunos factores que pueden afectar el rendimiento del AE.

1.3.1 Materia prima

Variables como la genética de la planta, la época en que se realizó la cosecha, el lugar, la maduración del fruto, entre otros, pueden intervenir en los resultados que se obtienen en el rendimiento del aceite. Como se describe en el trabajo de Estrada [10], el fruto conocido como la naranja es una especie subtropical, por lo tanto, no se obtiene a temperaturas menores a los tres grados y se obtiene una mejor maduración en climas cálidos.

1.3.2 Secado de la materia prima

El secado de la materia prima se da por la deshidratación que se realiza con el fin de preservarla durante periodos de tiempos más largos. Dicha deshidratación se obtiene eliminando agua para que de esta forma se prevenga la proliferación de los microorganismos. Por tal motivo, se usa como un pretratamiento, ya que permite obtener más aceite al fracturar las paredes celulares para liberar el DL [10]. Según Rincón [16], la humedad de las cáscaras se puede reducir de 77,8% a 10%.

1.3.2.a Humedad. La humedad se ve afectada por la calidad de las cáscaras de naranja o por su grosor [17]. Esta es la propiedad que determina la cantidad de agua que puede estar contenida en un material sólido y se representa en masa seca o húmeda.

En la ecuación 1. Se determina la masa total de un sólido (m_h).

Ecuación 1. Masa total de un sólido

$$m_h = m_s + m_{H_2O}$$

Teniendo en cuenta que se denomina a la masa seca como (m_s) y la masa de agua como (m_{H_2O}). Para obtener el contenido de humedad en base húmeda se usa la ecuación 2. Esta, representa el porcentaje de masa de agua respecto a la masa total [18].

Ecuación 2. Contenido de humedad en base húmeda

$$\%H_{bh} = \frac{m_{H_2O}}{m_h} * 100$$

1.3.2.b Tiempo y temperatura de extracción. La investigación realizada por Siddiqui [3] y [19], analiza algunas condiciones de tiempo y temperatura variando diferentes métodos para obtener AE. En la tabla 2 se relaciona las condiciones de tiempo y temperatura de extracción de AE.

Tabla 2.

Condiciones en tiempo y temperatura de extracción de AE.

Técnica	Solvente	Temperatura (°C)	Tiempo de extracción	Producto
Extracción sólido-líquido	Hexano	100-200	30 min	2,97% p/p 0,95% w/w
Hidrodestilación	-	-	4 h	1,98% en comparación con 1% en base seca
Prensado en frío	Hidrodestilación	100	30 min	86,30%
Destilación al vapor	-	-	1 h	90% p/p
Extracción Soxhlet	-	-	187 min	100% rendimiento
Hidrodestilación-frío	Destilación de vapor	85	-	4,5 kg

Nota: esta tabla permite conocer temperaturas, tiempos de extracción y resultados de AE. Tomado de: S. A. Siddiqui, M. J. Pahmeyer, E. Assadpour, and S. M. Jafari, "Extraction and purification of d-limonene from orange peel wastes: Recent advances," *Ind. Crops Prod.*, vol. 177, no. December 2021, p. 114484, 2022, [en línea]. Disponible: doi: 10.1016/j.indcrop.2021.114484 [Acceso: 09, jun,2022]

1.3.3 Características de flujo

Es la cantidad de materia prima que se usa para al iniciar el proceso, de igual forma lo necesario de agua o vapor que se usa con su respectiva temperatura y presión. Cada cantidad varía de acuerdo al método de extracción [10].

1.3.4 Molido

Cuando se reduce el tamaño de las partículas se obtienen mejores resultados a la hora de extraer el AE, ya que aumenta el contacto sólido-líquido entre el FN y el solvente y disminuye su resistencia a la difusión. En los estudios propuestos por Razola et al, se describe que el FN tiene un tamaño de 5 x 2 x 5 mm y por ende un índice de accesibilidad inicial del 1%, siendo este más pequeño al ser comparado con la cáscara de naranja molida que arroja un 50% y se demostró que a los 2 minutos el tamaño óptimo es de 3,5 cm; este es suficiente para alcanzar buenos rendimientos de extracción de AE [15].

1.4 Extracción

Operación unitaria donde se separa el AE de la materia prima seleccionada. Una vez retirado este se denomina material agotado [20]. Existen diferentes métodos para obtener aceites esenciales ricos en DL a partir FN, algunos de estas técnicas que se describen a continuación se han usado durante muchos años como sólido- líquido, hidrodestilación, prensado o soxhlet. Algunos métodos requieren solventes para desarrollarse, es por esto, que la elección de esta sustancia es un factor importante, pues este puede afectar el rendimiento y la solubilidad. Algunos de los solventes tradicionales son: etanol, metanol, fenol, éter dietílico, hexano, etc. En los últimos años, se han buscado nuevas alternativas para realizar *extracción verde*, buscando la reducción de energía y el impacto ambiental. Estos compuestos se caracterizan por ser de origen petroquímico ecológico, inorgánico, biodegradables, entre otros y entre ellos se puede destacar el acetato de etilo, alcohol isopropílico, triacetato de glicerol, etanol, ácido acético. No todos los solventes sirven para extraer aceites, pues, es importante tener en cuenta la polaridad de estos para la extracción de un AE [21].

Por otro lado, los procedimientos que son relativamente nuevos [3], tienden a ser más versátiles y no requieren solventes como los anteriormente descritos para alcanzar la extracción.

1.4.1 Volatilidad

Esta propiedad de la sustancia permite conocer con qué velocidad se puede evaporar el solvente al ser expuesto al aire y la energía que requiere para alcanzar ese proceso.

Según Rapinel, cuando el solvente se evapora por completo, puede aún tener algunas trazas de este en el producto resultante y esto se da por la diferencia de la volatilidad y por el punto de ebullición [6].

1.4.2 Métodos convencionales

Técnicas como prensado en frío mecánico, destilación con agua y extracción sólido-líquido por medio de disolventes orgánicos, son algunas de las destacadas en esta sección. A pesar de que son simples, requieren mayores tiempos, energía y costos de inversión [3]. En la tabla 3 se relacionan las ventajas y desventajas para diferentes métodos convencionales.

Tabla 3.

Ventajas y desventajas de métodos convencionales.

Métodos convencionales	Ventajas	Desventajas	Rendimiento
Prensado en frío	Concentraciones altas	No es aplicable a toda la industria	0,3 a 0,6%
Destilación	Se logran buenos rendimientos No requiere disolventes	Demanda mucha energía y mucho tiempo	2% de aceite/gramo de cáscara
Extracción Soxhlet	Sencillo Rentable Se obtiene un buen rendimiento	Mucho tiempo Consumo de solvente	2,97% p/p

Nota: esta tabla contiene las ventajas y desventajas de algunas técnicas convencionales para la extracción de AE. Tomado de: S. A. Siddiqui, M. J. Pahmeyer, E. Assadpour, and S. M. Jafari, "Extraction and purification of d-limonene from orange peel wastes: Recent advances," *Ind. Crops Prod.*, vol. 177, no. December 2021, p. 114484, 2022, [en línea]. Disponible: doi: 10.1016/j.indcrop.2021.114484 [Acceso: 09,jun,2022]

1.4.3 Nuevos métodos de extracción

Estas nuevas alternativas buscan aumentar la productividad, rendimientos y al mismo tiempo reducir tiempos y energía [3]. En la tabla 4 se relacionan las ventajas y desventajas para diferentes métodos nuevos.

Tabla 4.

Ventajas y desventajas de métodos nuevos.

Nuevos métodos	Ventajas	Desventajas	Rendimiento
Extracción a alta temperatura y presión	Obtener mejores eficiencias Menos tiempo	Uso de solvente mayor uso de energía Mayor complejidad.	A 70 °C 0,99% en 150 min
Fluidos supercríticos	Menos tiempo Buenas purezas	Alto costo de inversión Se debe realizar pretratamiento	4,5% p/p
Extracción asistida por microondas	No requiere solvente Menor tiempo y energía	Alto costo de inversión	2,4% p/p

Nota: esta tabla contiene las ventajas y desventajas de algunas técnicas nuevas para la extracción de AE. Tomado de: S. A. Siddiqui, M. J. Pahmeyer, E. Assadpour, and S. M. Jafari, "Extraction and purification of d-limonene from orange peel wastes: Recent advances," *Ind. Crops Prod.*, vol. 177, no. December 2021, p. 114484, 2022, [en línea]. Disponible: doi: 10.1016/j.indcrop.2021.114484 [Acceso: 09,jun,2022]

1.4.4 Tratamiento de los aceites crudos

Cuando se extrae un AE puede quedar con trazas de impurezas que disminuyen la calidad del producto, dificultando su almacenamiento y duración. La luz, aire y el calor actúan como agentes que deterioran el AE, propagando su oxidación y degradándolo, es por esto que se debe garantizar un almacenamiento en frascos tipo ámbar y temperaturas de 4 °C con el fin de prolongar su vida útil y que no se volatilicen [10].

1.5 Purificación

Esta técnica se usa después de la extracción con el objetivo de retirar el solvente y otros lípidos que se obtienen en el producto. Este paso puede ser el menos amigable con el ambiente ya que, se recuperan las sustancias peligrosas que pueden ser agua o compuestos orgánicos y para obtenerlos requieren altos costos energéticos. A continuación, se describirán algunas técnicas que se usan para purificar el AE en sectores como la aromaterapia o farmacéutico y así obtener las condiciones requeridas para un producto de calidad [3].

1.5.1 Centrifugación/ decantación

El objetivo de esta técnica es separar las fases que se encuentran separadas por sus densidades al someterlas por medio de una centrifugación. Se usan decantadores para sólidos con concentraciones bajas y fases líquidas diferentes. Estos métodos necesitan menos energía eléctrica que térmica [3].

1.5.2 Destilación

Esta herramienta permite separar el AE de la mezcla a partir de los puntos de ebullición y una vez se obtiene el vapor se enfría, así recuperando la sustancia de interés. Se obtienen mejores purezas si se usan destiladores en serie, sin embargo, se requiere más energía que si se destila con vacío [3].

1.5.3 Evaporación

Después de ser destilado el AE es necesario retirar el agua y se puede usar la evaporación para lograr este objetivo. Se debe tener en cuenta que 176 °C es el punto

de ebullición del DL y si se usa agua para obtener el aceite, este solvente se evaporará mucho antes obteniendo el producto de interés [3].

1.6 Análisis de los aceites esenciales

Los AE se usan en diferentes ramas de la industria y la técnica de extracción, purificación y las condiciones en las que se realicen para obtenerlo tendrá por consecuencia las diferentes mezclas de compuestos. Es por esto que es importante analizar los AE con el fin de verificar purezas y sus características.

1.6.1 Composición química

Se pueden hacer aislamientos por métodos cromatográficos para obtener resultados de manera concisa de los componentes que se encuentran en el AE como la cromatografía en columna, en capa fina y HPLC [22].

Existen otras características que permiten identificar las diferentes aplicaciones en las que se podría emplear el AE obtenido. A continuación, se evidencian algunas de estas.

Tabla 5.

Características evaluativas de un AE.

Características organolépticas	<ul style="list-style-type: none"> · Olor · Apariencia · Color
Determinaciones físicas	<ul style="list-style-type: none"> · Densidad · Poder rotatorio · Índice de refracción · Miscibilidad en etanol · Punto de congelación · Punto de inflamación · Rango de destilación
Índices químicos	<ul style="list-style-type: none"> · Índice de acidez

	<ul style="list-style-type: none"> · Índice de Ester · Índice de saponificación · Índice de acetilo · Índice de fenoles
Características cromatográficas	<ul style="list-style-type: none"> · Perfil cromatográfico por CG · cuantificación de los principales componentes
Características espectroscópicas	<ul style="list-style-type: none"> · Ultravioleta – visible · Infrarrojo
Otras determinaciones	<ul style="list-style-type: none"> · Pesticidas · Metales pesados

Nota: En esta tabla se evidencian diferentes pruebas a las que se puede someter un AE. Tomado de: biocomercio sostenible “estudio del mercado nacional de aceites esenciales. Instituto de investigación de recursos biológicos alexander von humboldt, 2003, [en línea]. [Acceso: 09,jun,2022].

1.6.2 Características fisicoquímicas

Permiten reconocer diferencias en el AE no solo en su naturaleza molecular sino en su estado físico frente a diversas acciones a la que se somete. Entre estas se tienen en cuenta: densidad, índice de refracción, solubilidad, rendimiento, entre otras. Seguido se describen algunas de estas características.

1.6.2.a Densidad. Esta propiedad no se afecta cuando el aceite se encuentra puro y fresco, sin embargo, si se modifica por la rancidez, cualquier alteración o tratamiento que pueda tener este, el método más común es para determinar la densidad es la picnometría [23]. Para un AE generalmente el valor varía entre 0,8 y 1,2 g/ml [24].

1.6.2.b Grados brix. Permite determinar el total de azúcar en la mezcla obtenida de AE. Un °Brix es 1 gramo de azúcar en 100 gramos de solución. Se debe tener en cuenta que si en la solución existen otros compuestos como minerales, sales, proteínas, el resultado por el equipo se debe aproximar asumiendo que todos los sólidos son azúcar [25].

Los grados brix se encuentran relacionados con el índice de refracción, la tabla 6 muestra la equivalencia entre estas características [25].

Tabla 6.

Relación entre grados brix e índice de refracción.

n	Grado brix	n	Grado brix	n	Grado brix	n	Grado brix	n	Grado brix
1,333 0	0,009	1,3338	0,567	1,341 8	6,031	1,354 1	14,016	1,420 1	50,027
1,333 1	0,078	1,3339	0,637	1,343 3	7,031	1,355 7	15,019	1,430 8	55,022
1,333 2	0,149	1,3340	0,707	1,344 8	8,023	1,363 9	20,045	1,441 9	60,011
1,333 3	0,218	1,3345	1,054	1,346 3	9,008	1,372 4	25,056	1,453 5	65,035
1,333 4	0,288	1,3359	2,023	1,347 9	10,051	1,381 2	30,045	1,465 4	70,003
1,333 5	0,358	1,3374	3,054	1,349 4	11,021	1,390 3	35,007	1,477 9	750,35
1,333 6	0,428	1,3388	4,008	1,351 0	12,048	1,393 9	40,04	1,490 7	80,002

1,333				1,352		1,409		1,504	
7	0,498	1,3403	5,023	5	13,004	8	45,031	1	85,049

Nota: En la tabla se ve la relación entre grados brix e índice de refracción. Tomado de: Caracterización del contenido de grados brix en el yogurt mediante luz infrarroja, Universidad de guanajuato, 2018, [en línea]. [Acceso: 03, feb ,2023].

1.6.2.c Índice de refracción. Esta propiedad permite saber cómo se propaga la luz en un determinado material. Se establece con la relación de la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en el aceite evaluado. Esto determina que cantidad de sólidos disueltos hay en el líquido y su turbidez. Por lo general, en las grasas el índice de refracción varía proporcionalmente con la densidad y con la masa molecular [26]. En un AE el índice de refracción puede estar entre 1,4 y 1,61 a 20 °C. Esta propiedad está relacionada directamente con los grados Brix [24].

1.6.2.d Solubilidad. Este porcentaje determina la capacidad que tiene una sustancia de disolverse en otra. Una ventaja de los AE es que tienen un bajo factor de solubilidad en agua [27]. Sin embargo, al mezclarse estas sustancias adquieren el olor y sabor del AE, ya que cuenta con compuestos que pueden formar puentes de hidrógeno [24]. Se determina con la siguiente ecuación.

Ecuación 3. Solubilidad de un AE

$$\text{Solubilidad (\%)} = \left(\frac{\text{g de soluto}}{100 \text{ ml de solvente}} \right) * 100$$

1.6.2.e Rendimiento. Este factor es influenciado al variar la presión y el tiempo. En el trabajo desarrollado por Abiola, se obtienen resultados de rendimientos de AE de naranja entre 0,57 y 3,24% y allí mismo se comparan los de otros autores con diferentes métodos: 0,5% mediante prensado en frío, 1,8% a partir de epicarpio de naranja dulce de la India, 2,3% por el método de HAM [28].

Para obtener el resultado se usa la ecuación 4. Donde: RAE es el rendimiento de AE en porcentaje, Gmu es peso de la muestra en gramos, Gmv es peso del matraz vacío en gramos y Gt es peso del matraz y el aceite extraído en gramos.

Ecuación 4 Rendimiento de un AE.

$$RAE = \frac{G_t - G_{mv}}{G_{mu}} * 100$$

Para obtener mejores rendimientos se puede aumentar la temperatura y el tiempo de extracción. Sin embargo, si se sobrepasa el punto óptimo el rendimiento tiende a disminuir.

1.6.3 Características sensoriales

Los factores más comunes que se evalúan son el aroma, color y aspecto, estas se realizan por medio de percepciones usando el reconocimiento, selección y uso del receptor.

La norma IRAM. SAIPA N° 186-01 [29] sirven como apoyo para el olor, su aspecto debería ser levente amarillo, uniforme y traslúcido [30]. De no ser así indicaría que puede ser una posible descomposición o alteración del mismo [31].

1.6.4 Prueba microbiana

Existen diferentes factores que influyen en el crecimiento de los microorganismos y estos se deben tener en cuenta para determinar la calidad de un producto que puede ser usado para humanos. La temperatura es uno de estos, ya que las bacterias pueden crecer entre los 20 °C y 45 °C con una temperatura óptima de 35 °C – 37 °C. Por otro lado, los hongos requieren temperaturas más bajas. El AE se produce a intervalos parecidos a los mencionados, pero se almacena a temperaturas bajas reduciendo la oportunidad de desarrollarse. Otro elemento que permite la aparición de microorganismos es el pH, las bacterias aumentan en pH entre 6 y 8,5 o mayor, mientras que los hongos en rangos hasta 8,5, afectando la velocidad de crecimiento. El agua es otro componente, ya que hace posible la existencia de microbios, el AE al no tener agua no debería contar con microorganismos, es importante que no se encuentren patógenos en las mezclas [10]. Es por esto que si al realizar el análisis se determina algún tipo de contaminación es probable que se haya obtenido por manipulación a la hora de tratar el AE.

De acuerdo con Gutierrez y al no encontrar una norma que regulé este recuento, se puede realizar un análisis microbiológico donde se evalúe el total de bacterias aerobias, levaduras y mohos; con la finalidad de evaluar la cantidad microbiológica del producto obtenido [32].

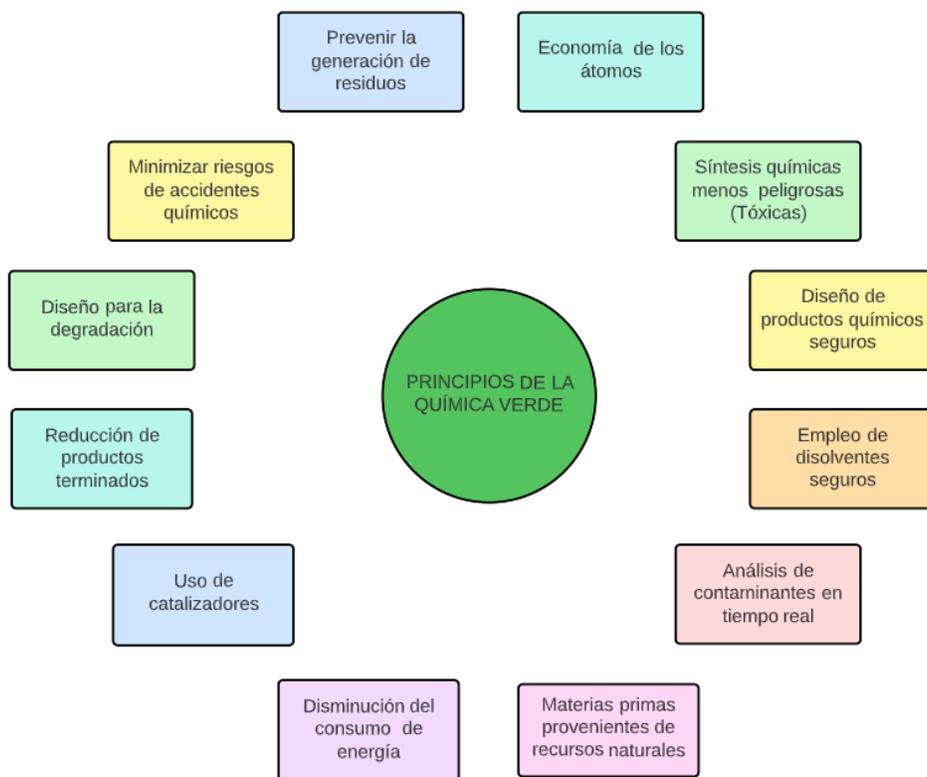
1.7 Química verde

Al pasar los años se han potenciado diferentes problemas como el cambio climático, la contaminación del aire, el deterioro de la capa de ozono, etc. Esto ha afectado a la población humana en su calidad de vida y a los recursos naturales, por eso ha surgido la necesidad de implementar o crear acciones para mitigar estos daños. El reto para contribuir al mejoramiento del ambiente es hallar nuevos métodos enfocados con los principios u optar por procesos y tecnologías responsables ambientalmente [33].

La química verde propone 12 principios, presentados en la siguiente figura.

Figura 1.

12 principios de la química verde.



Nota: En la figura se evidencia los 12 principios de la química verde.

1.8 Ingeniería conceptual

Es un estudio previo que se realiza a los proyectos para identificar la viabilidad conceptual del proceso que se desarrolla en este proyecto. Se obtienen pautas para

etapas posteriores de la ingeniería, se debe desarrollar diagramas de bloques, listado de servicios, balance de masa y energía y el listado de equipos [34]. El alcance de los mismos se describe a continuación.

1.8.1 Diagrama de bloques

Su objetivo es describir las partes que van a conformar un proceso. Los diagramas se obtienen por medio de ecuaciones que refieren el comportamiento de los componentes que intervienen y los bloques permiten indicar la relación entre las señales que entran y salen del sistema. Adicionalmente, suministran un medio para entender, visualizar y analizar el procedimiento de obtención de las sustancias [35].

1.8.2 Listado de servicios

Hace referencia a los consumos que se requiere de forma auxiliar para que el procedimiento se lleve a cabo como [36]:

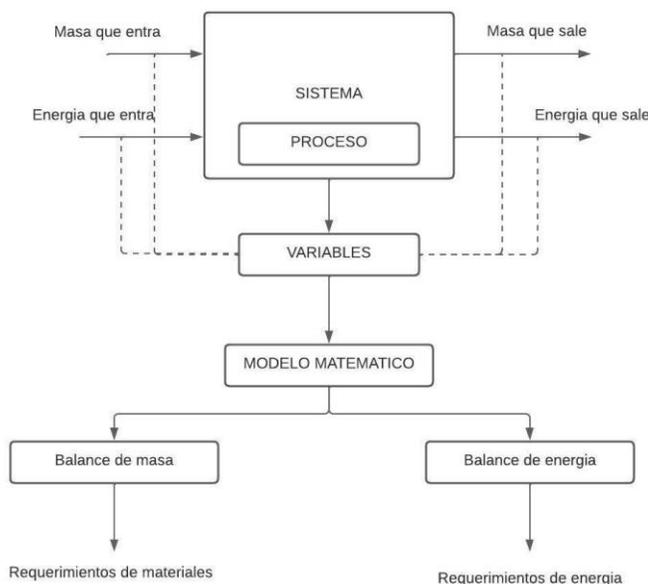
- Vapor, agua, refrigerantes, cargas eléctricas, planta de fuerza, aire comprimido, combustible, etc.
- Químicos y catalizadores.
- Efluentes (solo si son continuos e importantes) [30].
- Tratamiento y almacenamiento de agua, almacenes de combustible, controles ambientales.
- Disposición de desechos.

1.8.3 Balance de masa y energía

Es una herramienta de la ingeniería de proceso que se fundamenta en la primera ley de la termodinámica. Permite determinar cualitativa y cuantitativamente lo que se necesita en materiales y energía para que un proceso industrial se lleve a cabo, establece un modelo matemático por medio de ecuaciones de balance de masa y energía. En forma sintética se pueden expresar así [36].

Figura 2.

Balance de masa y energía de un proceso.



Nota: En esta figura se evidencia el comportamiento general del balance de masa y energía en un proceso. Tomado de: O. A. Patiño, *Introducción a la ingeniería química (balances de masa y energía)*, Universidad. Santa Fe Ciudad de México, 2000 [En línea]. Disponible: <http://emecanica.ingenieria.usac.edu.gt/sitio/wp-content/subidas/6ARTÍCULO-III-INDESA-SIE.pdf>. [Acceso: 09, jun,2022].

1.8.4 Listado de equipos

Tiene por objetivo identificar todos los equipos que involucran el proyecto. La información que puede tener cada equipo es; dimensiones principales, peso estimado, materiales, presión y temperatura de diseño y parámetros que diferencie sus características [34].

1.9 Control de calidad en diferentes aplicaciones

Para los aceites esenciales existen diferentes entes de control y regulaciones, sin embargo, la norma que lo rige depende del uso que se le dará al aceite. En Colombia el INVIMA es la entidad que se encarga de regular y vigilar sanitariamente los

medicamentos, alimentos y productos para consumo humano que se comercializan en el país. A continuación, se revisarán algunas normas para diferentes aplicaciones.

1.9.1 *Uso medicinal*

En Colombia no existe una farmacopea, por lo tanto, se usan otras que son aceptadas por el Artículo 22 del decreto 677 de 1995: "...United State Pharmacopeia (USP), a la British Pharmacopeia (Inglaterra), al Codex Francés, a la Farmacopea Alemana (DAB), a la europea e internacional (OMS) o a la que en su momento rija para la Unión Europea. En todos los casos se aplicarán las técnicas establecidas en la edición vigente de la farmacopea respectiva".

1.9.2 *Uso cosmético y alimenticio*

Para el uso de cosméticos existe el CAS NUMBER que es una guía internacional que refiere los ingredientes que se usan y que se pueden usar para esta área. Para los alimentos existe el Codex alimentarius; una publicación de la FAO y la OMS y el Food Chemical Codex de los Estados Unidos.

1.9.3 *Sabores y fragancias*

Las normas IFRA/IOFI, se concentran en permitir que sustancias se pueden usar o si tienen limitaciones en el producto ya terminado.

1.9.4 *Aromaterapia*

En países como Canadá existen normas que son específicas en la correcta caracterización de la toxicidad e inocuidad al ser usado. Se debe conocer si son fotosensibles, irritantes dérmicos, de la mucosa y/o de los ojos, entre otros [37].

2. MARCO LEGAL

El presente trabajo de investigación se ve enmarcado en la norma ISO 3140 del 2019, en donde se establece los requerimientos necesarios a la hora de obtener AE de naranja y así venderlo al consumidor. Las normas ISO son lineamientos voluntarios de estándares internacionales que brindan parámetros de calidad o variables a analizar. La norma tiene por objetivo caracterizar el AE de naranja dulce obtenido por expresión y facilitar la evaluación de su calidad. La importancia de la norma es que, al dar cumplimiento de esta, se puede comercializar con plena tranquilidad a las personas ya que, este AE puede ser usado en la industria de alimentos o cosméticos [38].

En Colombia no hay resoluciones o leyes que apliquen directamente a los aceites esenciales, pero si se cuenta con diferentes normas que rigen para ingredientes naturales y sus diferentes aplicaciones, en las tablas 7 y 8 se relacionan algunas de estas.

Tabla 7.

Normatividad CONPES.

CONPES	AÑO	OBJETO
3697	2011	Política para el desarrollo comercial de la biotecnología a partir del uso sostenible de la biodiversidad
3918	2018	Estrategia para la implementación de los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) en Colombia
3934		Política de crecimiento verde

Nota: En esta tabla se encuentra normatividad CONPES que puede regular el proyecto. Tomado de: C. C. negocios V. Sostenibles, "Sector ingredientes naturales", Corporación Autónoma Reg. Del Val. Del Cauca-, n.o 6, p. 29, 2020, [En línea]. Disponible en: <https://sostenibilidad.semana.com/medio-ambiente/articulo/en-colombia-7500-especies-de-flora-estan-amenazadas/44291> [Acceso: 24,oct,2022]

Tabla 8.*Normatividad Colombiana.*

NORMA	AÑO	OBJETO
AMBIENTE		
Decreto 1076	2015	Decreto Único Reglamentario del Sector Ambiente y Desarrollo Sostenible
ALIMENTOS		
Resolución 030021	2016	Por medio de la cual se establecen los requisitos para la Certificación en Buenas Prácticas Agrícolas en producción primaria de vegetales y otras especies para consumo humano
Resolución 719	2015	Establece la clasificación por riesgos de alimentos en salud pública
Resolución 2674	2013	Establece las BPM de alimentos, modificada por la resolución 3168 del 2015, no deroga el decreto 3075 del 97.
Resolución 4506	2013	Establece los contaminantes en alimentos y algunos límites permitidos.
FITOTERAPÉUTICO Y HOMEOPÁTICO		
Decreto 1156	2018	Por el cual se reglamentan los regímenes de registros sanitarios, y de vigilancia y control sanitario y publicidad de los productos Fito terapéuticos (modifica el 2266 de 2004)
Resolución 5107	2005	Por la cual se adopta el instrumento de verificación de condiciones sanitarias para los laboratorios que elaboren productos Fito- terapéuticos
Resolución 4320	2004	Por la cual se reglamenta la publicidad de los medicamentos y productos Fito terapéuticos de venta sin prescripción facultativa o de venta libre.

COSMÉTICOS		
Resolución 1482	2012	Modificación de la Resolución 1418/12 sobre límites de contenido microbiológico de productos cosméticos, la cual estipula que debe sustituirse el artículo 2 de la resolución 1418, incorporándose cuadros con nuevas modificaciones
Decisión 721	2009	Reglamentos de la Comunidad Andina de Naciones para productos cosméticos, de Higiene doméstica y absorbentes de higiene personal
Resolución 3774	2004	Adopta la Norma Técnica Armonizada de Buenas Prácticas de Manufactura Cosmética y la Guía de Verificación de Buenas Prácticas de Manufactura Cosmética.
Resolución 1333	2010	Reglamenta la notificación sanitaria obligatoria
Decisión 706	2008	Establece los requisitos de fabricación, comercialización y registro de productos higiene y limpieza

Nota: En esta tabla se encuentra normatividad CONPES que puede regular el proyecto. Tomado de: C. C. negocios V. Sostenibles, “Sector ingredientes naturales”, Corporación Autónoma Reg. Del Val. Del Cauca-, n.o 6, p. 29, 2020, [En línea]. Disponible en: <https://sostenibilidad.semana.com/medio-ambiente/articulo/en-colombia-7500-especies-de-flora-estan-amenazadas/44291> [Acceso: 24,oct,2022]

3. CARACTERIZACIÓN DE PARÁMETROS Y PRETRATAMIENTOS

3.1 Metodología

A continuación, se presenta el diagrama de flujo para el desarrollo del segundo capítulo.

Figura 3.

Diagrama de flujo capítulo 3.



Nota: Diagrama de flujo para el capítulo 2.

3.2 Desarrollo y resultados

Para darle solución al procedimiento, se consolidaron los parámetros y pretratamientos necesarios para extraer AE en diferentes métodos, que se relacionan en la tabla 9 y 10.

Tabla 9.

Caracterización de parámetros y pretratamientos convencionales.

Método	Solvente	Pretratamiento	Extracción	Temperatura	Tiempo	Condiciones	Rendimiento	Almacenamiento
Técnicas convencionales								
Prensado en frío	Hielo [32]	Lavado: inmersión en agua y con ayuda de un cepillo. Tratamiento: escurrir y pelar con torno manual. Adicionar hielo en escarcha. (7°C - 10°C de 100 a 270g). Tamaño: triturado (0,5 cm y 1 cm). [32]	Equipo: prensa con ajuste manual. Purificación: decantación por reposo. [32]	7,89°C [32]	70,57 min [32]	P: 100Kg/cm ² Decantación: 5h [32]	0,05% [32]	1. Envases de plástico 2. Frascos color ámbar [32]
Arrastre con vapor	Hielo y agua [30]	Tratamiento: sacar tiras de naranja evitando al máximo la parte blanca del fruto Tiempo de pelado: 8s Tamaño: 4mm [30]	Equipo: cristalería Materia prima: 0,5 a 2 Kg Purificación: centrifuga [30]	0°C a 20°C [30]	0,25 min-60 min [30]	P: 4 PSI Centrifuga: 20 min [30]	2,68% [30]	Frascos color oscuro con temperatura inferior a los 20°C [30]

Extracción soxhlet	Hexano [40, 28]	Lavado: enjuagar las cáscaras. Tratamiento: rayador doméstico [40], licuadora [28], se seca a 30°C por 3 h. [28]	Equipo: cristalería Lavar los balones y secar a 105°C por 45 min Materia prima: 31g [40], 5g [28] Solvente: 250 ml [28] Purificación: evaporación: a 105°C [40], baño de vapor: 4 h [28]	35°C [40] 80-100°C [28]	45 min [40] 120-240 min [28]	N/R [40, 28]	0,8 a 1 ml [40] 1.83-2.33% [28]	N/R [40, 28]
Hidrodestilación	N/R [41]	Tratamiento: se seca al exponerlas al sol hasta alcanzar peso constante y se realiza una molienda. Almacenamiento: en bolsas impermeables a 4°C antes de usarlo. [41]	Materia prima: 100g de naranja (malla 8) Solvente: 400 g de agua [41]	N/R [41]	2 h [41]	N/R [41]	1,98% en comparación con 1% en base seca [41]	Fracos sellados a 4°C

Nota: En esta tabla se encuentra el consolidado de parámetros y características para la extracción de AE por medio de algunos métodos tradicionales

Tabla 9.

Caracterización de parámetros y pretratamientos nuevos.

Método	Solvente	Pretratamiento	Extracción	Temperatura	Tiempo	Condiciones	Rendimiento	Almacenamiento
Técnicas nuevas								
Hidrodestilación por microondas	Agua destilada [42, 43]	Tratamiento: se corta con un cuchillo [42], exprimidas y congeladas a -18°C durante 12 h se descongelan hasta 4°C y se muelen. Se secan a 70°C hasta peso constante [43] Tamaño: <5 mm por 3 min a 2500 rpm	Materia prima: 500 g [42] 100 g [43] Solvente: 400 ml [42] 1L [43] Purificación: condensador: 2 unidades conectadas en serie a 4°C [42]	100°C [42, 43]	60 min [42] 240 min [43]	Potencia: 600W [42] 600W-1000W [43]	0,43% [42] 0.467% - 1.822% [43]	5°C [42]
Extracción asistida por ultrasonidos	Hexano [44]	Lavado: se enjuagan las cáscaras frescas. Tratamiento: se cortaron en trozos pequeños. Se secan a 13,57 ± 0,12% en una estufa de aire Tamaño: 2 mm [44]	Equipo: reactor de vidrio de 100 ml con agitación mecánica de tres palas y cuatro deflectores. Sumergido en un baño de ultrasonidos con una capacidad total del	60°C [44]	20 min [44]	25kHz Potencia: 80W Velocidad: 300 rpm [44]	Rendimiento: 32.9 mg/g (97%) [44]	N/R [44]

			tanque de 6,5 litros. Materia prima: 3g Solvente: 30 ml [44]					
Método con microondas	N/A [45, 46]	Tratamiento: se usaron cáscaras frescas [45] separar la cáscara de la fruta y romperla en trozos con cuchillo [46] Tamaño: aproximadamente 1 cm [46]	Equipo: reactor de microondas multimodo Materia prima: 100 Kg [45] 250g (2) Purificación: secado con sulfato de sodio anhidro	100°C [46]	25 min [45] 20 min [46]	Potencia: 200W- 700W [45] 85W [46] Frecuencia: 2,45 GHz [45] 2450 MHz [46]	Rendimiento: 4,22±0,0 [45] 3% [45] 0.44% [46]	Se almacena a 4 °C [45], 0°C [46] hasta su utilización.
Explosión al vapor	Vapor [47]	Tratamiento: homogenización, separando de vidrio y plástico y se tritura Tamaño: 2mm Almacenamiento: en bolsas de plástico a -20°C hasta su uso. [47]	Equipo: reactor de alta presión de 10 L. Materia prima: 2 kg. [47]	150°C [47]	20 min [47]	P: 60 bares. [47]	94,30% [47]	N/R [47]

Nota: En esta tabla se encuentra el consolidado de parámetros y características para la extracción de AE por medio de algunos métodos nuevo

3.3 Análisis

El rendimiento es importante para cualquier proceso químico que se quiera evaluar, pues este, permite entender la eficiencia de un producto. Sin embargo, el rendimiento puede ser medido o calculado de diferentes formas. Una de ellas es calculándolo frente al AE esperado o teórico u otra forma es obteniendo su valor frente a la cantidad ingresada de materia prima. Teniendo en cuenta que en el proceso de extracción de AE no ocurre una reacción química.

Para el desarrollo del capítulo 2 se caracterizaron los datos para los métodos convencionales y nuevos. Según Ciriminna [42], los métodos tradicionales teóricamente pueden tener rendimientos entre 0.05% y 0.25% en peso de AE como se evidencia en la técnica de prensado en frío [32]. Los otros métodos tienen resultados fuera del rango; extracción soxhlet 1.83-2.33%, [40, 28] hidrodestilación 1,98% [41] y arrastre con vapor 2,68% [30]. Todos estos resultados se realizaron en base húmeda. Se evidencia que existen técnicas donde es necesario disminuir el área superficial y secar la materia prima, estos procedimientos obtienen mejores resultados en el rendimiento del AE.

Para las metodologías recientes se destaca que el tamaño de la cáscara es un factor importante para obtener buenos rendimientos, como en la hidrodestilación asistida por microondas con 0,43 - 1.82% [42, 43] y método con microondas 0,44 - 4,22% [45, 46], estos métodos usan energía por medio de microondas para extraer el AE y tiene un valor teórico de 0.4% según [42]. Otros métodos estudiados como la explosión al vapor [47] o extracción asistida con ultrasonidos, que fue estudiada por Ramrao et al. [44], obtuvo un resultado de 32.9 mg/g y que al compararlo con el valor teórico (33.78 mg/g) se obtiene un rendimiento del 97%.

Para las diferentes técnicas abordadas en este capítulo se usaron solventes como el agua y hexano, demostrando que, aunque ya existen métodos que no los requieren, se usan para facilitar el proceso y mejorar los resultados. El almacenamiento refrigerado es necesario para que el AE no se volatilice.

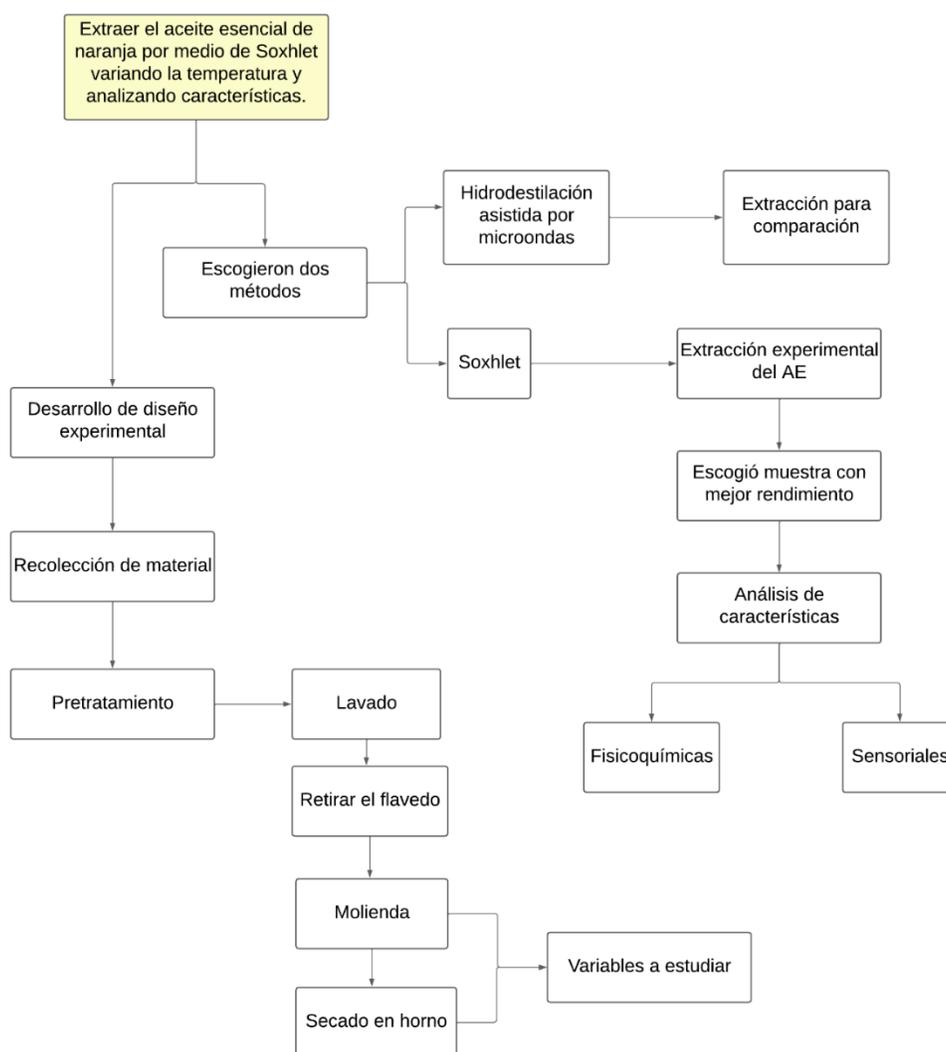
4. EXTRACCIÓN DE AE

4.1 Metodología

En el siguiente diagrama de flujo se encuentra el desarrollo necesario para obtener el aceite esencial y el análisis de las características.

Figura 4.

Diagrama de flujo capítulo 4.



Nota. Diagrama de flujo para el capítulo 4.

4.2 Desarrollo y resultados

4.2.1 Diseño experimental

4.2.1.a Localización. La etapa experimental se desarrolló en el laboratorio químico del Eco Campus de la Fundación Universidad de América y en las instalaciones de Tecnoparque del SENA, en la ciudad de Bogotá.

4.2.1.b Hipótesis

1. Hipótesis nula:

Ho1: No se afecta el rendimiento por el tamaño de la partícula y la temperatura de secado.

2. Hipótesis alternativa:

Ho1: Se afecta el rendimiento por el tamaño de la partícula y la temperatura de secado.

4.2.1.c Elección del diseño experimental. Para aceptar o rechazar la hipótesis se usará un diseño de ANOVA bidireccional utilizando 4 tratamientos y 2 repeticiones. El factor A que se estudia es la temperatura de secado del FN (70 y 100 °C) y B el tamaño de partícula (4 mm y 1 cm de diámetro). Para comparar las medias de los tratamientos se utilizó la prueba de Tukey ($p \leq 0.05$).

4.2.1.d Esquema ANOVA. En la tabla 11 se evidencia el esquema ANOVA que se usa para el desarrollo del proyecto donde se encuentran los grados de libertad que se necesitaban para el proyecto.

Tabla 10.

Esquema ANOVA.

Fuente de variación (FV)	Grados de libertad (GL)
Tratamiento (AxB)-1	3
Factor A (a-1)	1
Factor B (b-1)	1
Interacción AxB (a-1)(b-1)	1

Error experimental (axb)(r-1)	4
Total (axbxr-1)	7

Nota. la tabla muestra el esquema ANOVA para el desarrollo de este y sus grados de libertad

4.2.1.e Factores de estudio. En la tabla 12 se encuentran los niveles y los factores que intervienen en la investigación, donde se buscaba determinar si el rendimiento se afectaba al variar los factores.

Tabla 11.

Factores de estudio.

Factores	Niveles
a) Temperatura de secado (°C)	a1= 70
	a2= 100
b) Tamaño de partícula	b1= 1 cm
	b2= 0,4 mm

Nota. la tabla muestra los factores que se estudiarán en el ANOVA

4.2.1.f Esquema del experimento. En la tabla 13 se detalla el análisis de varianza para el proyecto, donde se ven los tratamientos que se desarrollaron experimentalmente.

Tabla 12.

Esquema del experimento.

Tratamiento	Interacción	Código	Repeticiones
T1	A1= 70 °C B1= 1 cm	a1b1	2
T2	A1= 70 °C B2= 4 mm	a1b2	2
T3	A2= 100 °C B1= 1 cm	a2b1	2

T4	A2= 100 °C B2= 4 mm	a2b2	2
----	------------------------	------	---

Nota. la tabla evidencia la aleatoriedad con la que se desarrolló el proyecto y sus respectivos nombres.

4.2.1.g *Modelo matemático.* Para el desarrollo del siguiente planteamiento experimental se usó el modelo matemático presentado a continuación en la tabla 14, que se desarrolló en el programa Excel:

Tabla 13.

Modelo matemático.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadro medio	F
Entre las muestras	$SC_{Trat} = \sum_{i=1}^k \frac{1}{n_i} x_L^2 - \frac{x_-^2}{N}$	$k - 1$	$CM_{Trat} = \frac{SC_{Trat}}{k - 1}$	$F = \frac{CM_{Trat}}{CM_{Error}}$
Dentro de las muestras	$SC_{error} = SC_{Total} - SC_{Trat}$	$N - k$	$CM_{Error} = \frac{SC_{Error}}{N - k}$	
Total	$SC_{Total} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}^2 - \frac{x_-^2}{N}$	$N - 1$		

Nota. la tabla plantea las ecuaciones para desarrollar el modelo matemático.

Y para determinar el valor crítico y el p-valor se usarán las siguientes ecuaciones.

Tabla 14.

Determinación del valor crítico y el p-valor.

Función	Fórmula
Valor crítico	$= INV.F.CD(probabilidad; gL1; gL2)$

p-valor	= $DISTR.F.CD(x; gL1; gL2)$
---------	-----------------------------

Nota. ecuaciones para determinar el valor crítico y p-valor.

4.2.1.h Variables

1. Variables independientes: Temperatura de secado y tamaño de la partícula
2. Dependientes: volumen extraído de AE
3. Variable de respuesta: De acuerdo a los pretratamientos que se le realizaron al FN en la fase experimental, la variable de respuesta es el rendimiento en función de la temperatura de secado y el tamaño de la partícula.

4.2.2 Proceso para obtener la materia prima

Para realizar la experimentación por método soxhlet se recolectaron cáscaras de naranjas dulce variedad Valencia (Citrus sinensis [L.] Osbeck), que se obtuvieron de tres (3) panaderías del sector Ricaurte de Bogotá.

4.2.3 Materia prima y reactivos

Las materias primas y reactivos que se usaron para desarrollar el proyecto se presentan en la tabla 16.

Tabla 15.

Materia prima y reactivos.

Materia prima	Flavedo triturado
	Flavedo molido
	Envase de vidrio tipo ámbar para almacenamiento
	Papel filtro
	Agua destilada
Reactivos	Alcohol isopropílico

Nota. materia prima y reactivos necesarios para realizar la experimentación.

4.2.4 Equipos de laboratorio y cristalería

Para la extracción y estudio del AE es necesario tener en cuenta las buenas prácticas de laboratorio (BPL) para seguridad y evitar la contaminación por manipular el AE. En la tabla 17 se presentan los equipos de laboratorio y la cristalería que se usó para desarrollar la práctica.

Tabla 16.

Equipos de laboratorio y cristalería.

Equipos	SECADO
	Cápsulas de porcelana
	Horno
	Desecador
	Balanza analítica
	Pinzas para crisol
	Espátula
	Vasos de precipitado (100 ml)
	EXTRACCIÓN
	Estufa
	Matraz de balón
	Sifón
	Refrigerador
	Nueces y pinzas
	Mangueras
	Microondas adaptado para extracción
	DESTILACIÓN
	Rotaevaporador
	Matraz 500 ml
	PARÁMETROS FÍSICOQUÍMICOS Y SENSORIALES
Picnómetro	

	Refractómetro
	Tubos de ensayo
	Balanza
	Probeta
	Matraz
	Placas de profundidad
	Horno

Nota. equipos de laboratorio y cristalería Para realizar la etapa experimental

4.2.5 Procedimientos

Los procedimientos realizados en la fase experimental para cada una de las etapas, se pueden encontrar en el anexo 1 “Guía de procedimientos”

Inicialmente, se visitaron tres panaderías del sector Ricaurte en Bogotá con el fin de recolectar diferentes cáscaras de naranja tipo Valencia. Estos residuos se guardaron en una bolsa, se pesaron y se almacenaron hasta el siguiente día donde se realizaría la extracción. Se seleccionaron las cáscaras que estuvieran en buenas condiciones y con ayuda de un cuchillo se separó el flavedo de la parte blanca del fruto y se trituró con ayuda de una licuadora, después se lavaron y se almacenaron con toallas absorbentes mientras se realizaba el procedimiento de extracción.

4.3 Resultados

En la tabla 18 se presentan los resultados en la práctica de laboratorio donde se obtiene el valor de la humedad, su promedio y su porcentaje. Los mismos resultados se obtuvieron para el rendimiento en la tabla 19. Estos resultados se obtuvieron con la ecuación 2 y 4 respectivamente.

Tabla 17.

Recolección de datos y determinación de humedad.

Tratamiento	Repeticiones	Peso de cápsula (g)	Peso de muestra (g)	Peso de cápsula con muestra (g)	Peso después de procedimiento (g)	Resultado	Porcentaje (%)	Humedad promedio	Porcentaje promedio (%)
Humedad									
T1	1	67,13	32,002	99,13	94,95	0,13	13,07	0,13	13,26
	2	67,63	32,005	99,64	95,33	0,13	13,45		
T2	1	67,13	32,102	99,23	93,64	0,17	17,42	0,16	15,72
	2	67,63	32,08	99,71	95,21	0,14	14,03		
T3	1	57,99	32,1	90,09	86,51	0,11	11,17	0,12	11,82
	2	55,49	32,008	87,5	83,5	0,12	12,48		
T4	1	52,08	32,05	84,13	80,75	0,11	10,54	0,12	11,64
	2	53,87	32,041	85,91	81,83	0,13	12,73		

Nota. Datos obtenidos experimentalmente para determinar la humedad

Tabla 18.

Recolección de datos y determinación de rendimiento.

Tratamiento	Repeticiones	Matraz vacío (g)	Gramos obtenidos de AE (g)	Matraz más AE (g)	Peso de la muestra (g)	Rendimiento	Porcentaje (%)	Rendimiento promedio	Porcentaje promedio (%)
Rendimiento de AE en peso seco									
T1	1	179,5	1,08	180,58	30	0,036	3,6	0,05	5,2
	2	179,5	2,04	181,54	30,01	0,068	6,8		
T2	1	173,5	3,15	176,65	30,1	0,1046	10,46	0,1	10,25
	2	173,5	3,02	176,52	30,08	0,1004	10,04		
T3	1	179,5	2	181,5	30,1	0,0664	6,64	0,06	6,29
	2	179,5	1,78	181,28	30,01	0,0593	5,93		
T4	1	173,5	3,01	176,51	30,05	0,1002	10,02	0,11	10,72
	2	173,5	3,43	176,93	30,04	0,1142	11,42		

Nota. datos obtenidos experimentalmente para determinar el rendimiento

La muestra que obtiene el mejor rendimiento es el tratamiento 4, con un rendimiento de 10,72%, A continuación, en la tabla 20 se encuentran los resultados de las condiciones para la extracción y la evaluación de algunas de sus características fisicoquímicas y sensoriales en la tabla 21.

Tabla 19.

Consolidado de condiciones para extracción.

Tratamiento	Relación sólido-solvente	Temperatura de estufa °C	Tiempo (min)
T4	1:10	300-450	257

Nota. resumen de condiciones de extracción que se usó para obtener T4.

Tabla 20.

Resultados fisicoquímicos y sensoriales de T4.

Fisicoquímicas	Unidades	Resultado
Rendimiento	-	0,11
Densidad	g/ml	0,904
Grados brix	°brix	30
Índice de refracción	-	1,3812
Solubilidad	-	3,22% Soluble
Sensorial	Resultado	
Color	Amarillo fuerte	
Olor	Ligeramente a naranja y con olor fuerte de solvente	
Apariencia	Ligeramente grasoso y líquido	

Nota. consolidado de resultados fisicoquímicos y sensoriales al evaluar el AE.

4.3.1 Resultados de ANOVA

En la tabla 22 se evidencia los resultados obtenidos de los rendimientos para cada una de las corridas (R1 y R2) y los datos de entrada que se evaluaron en el ANOVA. En la figura 5 y 6 se grafican los rendimientos individuales por corrida y un diagrama de cajas y bigotes donde se ilustran mejores rendimientos en la segunda corrida.

Tabla 21.

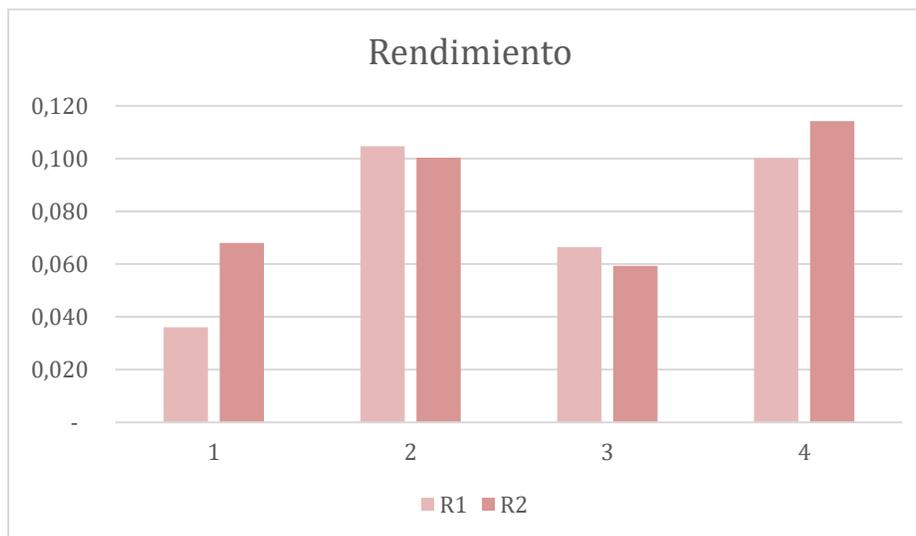
Datos de ingreso para el ANOVA.

Tratamiento	1	2	3	4
R1	0,036	0,105	0,066	0,100
R2	0,068	0,100	0,059	0,114

Nota. Datos que se tomaron como base para solucionar el ANOVA.

Figura 5.

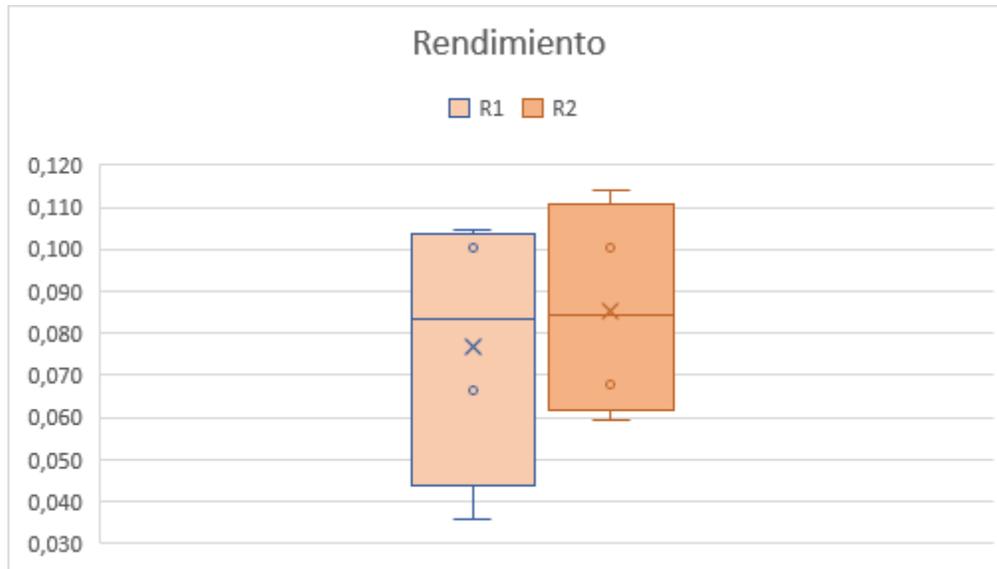
Rendimientos obtenidos.



Nota. En la figura se evidencia el comparativo de los rendimientos obtenidos en la experimentación.

Figura 6.

Cajas y bigotes de los rendimientos obtenidos.



Nota: *diagrama de cajas y bigotes para los rendimientos obtenidos.*

En la tabla 23, 24, 25 se desarrolla el ANOVA usando las ecuaciones de la tabla 15 y 16, a continuación, sus resultados:

Tabla 22.

Desarrollo del modelo matemático del ANOVA 1 parte.

Suma (xi)	0,104	0,205	0,126	0,214
Media	0,052	0,103	0,063	0,107
Suma total (x _{..})	0,649			
ni	2	2	2	2
N	8		k	4
SCtrat	0,005			

SCt	0,005			
SCerror	0,001			

Nota: desarrollo de modelo matemático del ANOVA 1 parte.

Tabla 23.

Desarrollo del modelo matemático del ANOVA 2 parte.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F
Entre las muestras	0,005	3	0,002	9,593
Dentro de las muestras	0,001	4	0,000	
Total	0,005	7		

Nota: desarrollo de modelo matemático del ANOVA 2 parte.

Tabla 24.

Desarrollo del valor crítico y el p-valor.

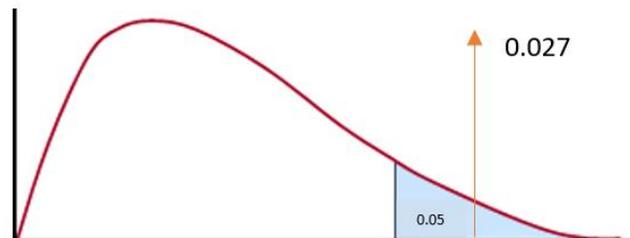
Valor crítico	6,591
p-valor	0,027

Nota: resultados obtenidos para p-valor y valor crítico.

Con la siguiente figura se puede comprobar si la hipótesis es verdadera o nula.

Figura 7.

Ubicación de p-valor para ANOVA.



Nota. En la figura se evidencia el punto donde corta p-valor para determinar el resultado la hipótesis.

4.4 Análisis

El presente proyecto de investigación buscaba en esta sección extraer el AE de naranja en la variedad Valencia (*Citrus sinensis* [L.] Osbeck) variando su temperatura y analizando sus características. Inicialmente, se realizó el secado de la cáscara, recordando que este pretratamiento se ha estudiado anteriormente y se realiza para romper las paredes celulares obteniendo más AE y para evitar el crecimiento de microorganismos [14]. En los estudios realizados por C. V. J. Fernando y J. Bustamante *et al.* [40, 43], se establecían temperaturas de 30 °C - 100 °C durante 3 h o hasta alcanzar un peso constante [40], para este proyecto se secó la cáscara a 70 °C y a 100 °C, esperando alcanzar humedades entre 10% y 12%, según la investigación de M. Radünz *et al.* y R. D. Khandare [17,44]. Los resultados se reflejan en la tabla 17; donde se obtuvieron valores promedios de humedad entre 11,64% y 15,72%, con una desviación de 2,41, aunque es un resultado con un valor pequeño y demuestra que los valores no están lejos solo T3 y T4 estuvieron dentro del rango con valores de 11,64% y 11,82% respectivamente. La cantidad de agua que se puede retirar se ve influenciada por diferentes factores, entre ellos el tiempo de secado, la calidad de la cáscara, su grosor, entre otros [48].

Otro de los parámetros que se analizó como pretratamiento fue el tamaño de partícula; en este proyecto se evaluaron dos tamaños (4 mm y 1 cm). Para determinar estos datos

se tomaron por referencia los estudios realizados por J. Gutierrez, B. Uysal y C. H. Y. Lucy [32, 46, 49] donde se escogió un valor mínimo y un valor máximo para este parámetro. A partir de estas dos condiciones se realizó la extracción por medio de Soxhlet de cuatro tratamientos que se explican en la tabla 10, desarrollando un diseño ANOVA al azar para determinar si el rendimiento se ve afectado por el tamaño de partícula y la temperatura de secado. Los resultados alcanzados se ven reflejados en la tabla 23 y 24, el resultado de F es 9,593 y de acuerdo a este se obtiene un P-valor correspondiente a 0,027, este número se puede contrastar en la figura 5 demostrando que el valor se ubica antes de 0,05, siendo este el valor elegido para la probabilidad. Este resultado prueba que no todas las muestras son iguales y que al rechazar la hipótesis nula se verifica que el rendimiento se ve afectado al cambiar la temperatura de secado y el tamaño de la partícula.

Para la extracción experimental se usó la técnica Soxhlet, un método convencional que requiere un solvente, para el procedimiento se siguió la metodología descrita en este proyecto, se realizaron dos montajes al tiempo con el fin de realizar cada una de las corridas por duplicado, se estandarizaron las condiciones que son; relación sólido-líquido 1:10, un tiempo promedio de 257 min y una temperatura de la estufa en un rango entre los 300 °C y 450 °C, teniendo en cuenta que la temperatura es diferente entre la estufa y el solvente y que depende de cada sustancia que se use para extraer el AE, esta temperatura se usó con valores más altos que lo expuesto por Fernando y Fakayode [40, 28] porque según Siddiqui [3] se puede ahorrar energía y tiempo al usar temperaturas mayores, el solvente que se usó para este proyecto es alcohol isopropílico y su punto de ebullición es 82,5 °C. Se corrieron 4 tratamientos planteados por un ANOVA y tomados a partir de los estudios realizados por C. V. J. Fernando y O. A. Fakayode [40, 28], estos valores se pueden encontrar en la tabla 19. Finalizada la extracción, fue necesario realizar una separación de la mezcla obtenida, esta destilación se realizó por medio de un rotaevaporador, este equipo trabaja con una bomba para funcionar a presión de vacío, garantizando un tiempo mínimo de operación (9 min) y una separación sobresaliente (1,08 g y 3,43 g de AE). Según C. V. J. Fernando y O. A. Fakayode [40, 28] los resultados que se esperaban eran entre 0,8 a 1 ml y en un porcentaje de 1,83-2,33%, Después de realizar la extracción variando las condiciones

anteriormente mencionadas se obtuvieron los resultados descritos en la tabla 18 donde se evidencia valores con rangos entre 5,20% - 10,72%, con una desviación de 26,13%. Estas diferencias también pueden ser causadas por la cantidad de ciclos en el equipo Soxhlet, el tipo de solvente, la pureza, la presión en el equipo, entre otros. Sin embargo, se reafirma que los pretratamientos realizados al FN pueden proteger la materia prima, facilitar la extracción del AE y mejorar los rendimientos [15]. Se determinó que T4 (100°C y 4 mm) era la muestra con mejor rendimiento, demostrando que las cáscaras secadas a 100°C y con un tamaño entre 2 y 4 mm pueden liberar más AE y obtener mejores rendimientos como se evidencia en el trabajo desarrollado por Estrada [10] y Razola[15]. Después fue sometida a análisis para determinar algunas características fisicoquímicas y sensoriales, los resultados se pueden ver en la tabla 20. En el trabajo realizado por Estrada y Pérez [12, 50] se suministran los valores del aceite comercial y lo estipulado por la farmacopea de EE. UU y Francia y se comparan a T4 respectivamente para las propiedades fisicoquímicas a 20 °C.

Al comparar los resultados con Estrada y Pérez [12, 50] se obtiene que, la densidad es de 0,8412 g/ml, no debe ser menor de 0,842 ni mayor a 0,8460, el AE obtenido tiene una densidad de 0,904 g/ml con una diferencia de 0,0667 g/ml, que corresponde al 7,37%, esta variación no cumple con lo estipulado con la farmacopea y se puede relacionar con factores como la pureza, frescura, rancidez o tratamiento al que fue sometido el AE. El índice de refracción es de 1,4960, no debe ser menor a 1,4723 ni mayor a 1,4737 y en la extracción se obtuvo un valor de 1,3812 con una diferencia de 0,11478 y un porcentaje de 8.31%. La muestra no cumple con el índice de refracción, ya que es menor al rango, esto demuestra que la luz no incide de manera positiva, por lo tanto, la muestra puede ser un poco turbia y con sólidos suspendidos, este factor puede afectar también la densidad [50]. Los AE son sustancias de tipo apolar puesto que su estructura molecular se constituye por cadenas largas de carbonos e hidrógenos y no tiene suficiente fuerza para atraer electrones, la molécula requiere distribuirse de forma uniforme y no se divide en polos cargados [51], es por esto que las sustancias que sean a polares permitirán que el AE se disuelva en ella para lograr mejores resultados; el AE es 3,22% soluble en 100 ml de solvente.

Las muestras sensoriales se compararon según Pérez [50], que toma como base la farmacopea de EE. UU. y Francia para un buen AE. Se compara igual a los análisis fisicoquímicos; el color debe ser amarillento y se obtuvo un color amarillo fuerte, el olor ligeramente penetrante y se obtuvo ligeramente a naranja y con olor penetrante a solvente y la apariencia obtenida es ligeramente oleoso y fluido. A pesar de que el aceite cumple con algunas de las condiciones sensoriales, si se evidencia un olor fuerte a solvente que deja trazas durante al menos 5 segundos, demostrando que el solvente no se retira en su totalidad, aunque se haya usado el equipo rotaevaporador que trabaja a presión de vacío, por lo tanto, pudo afectar las otras características anteriormente mencionadas.

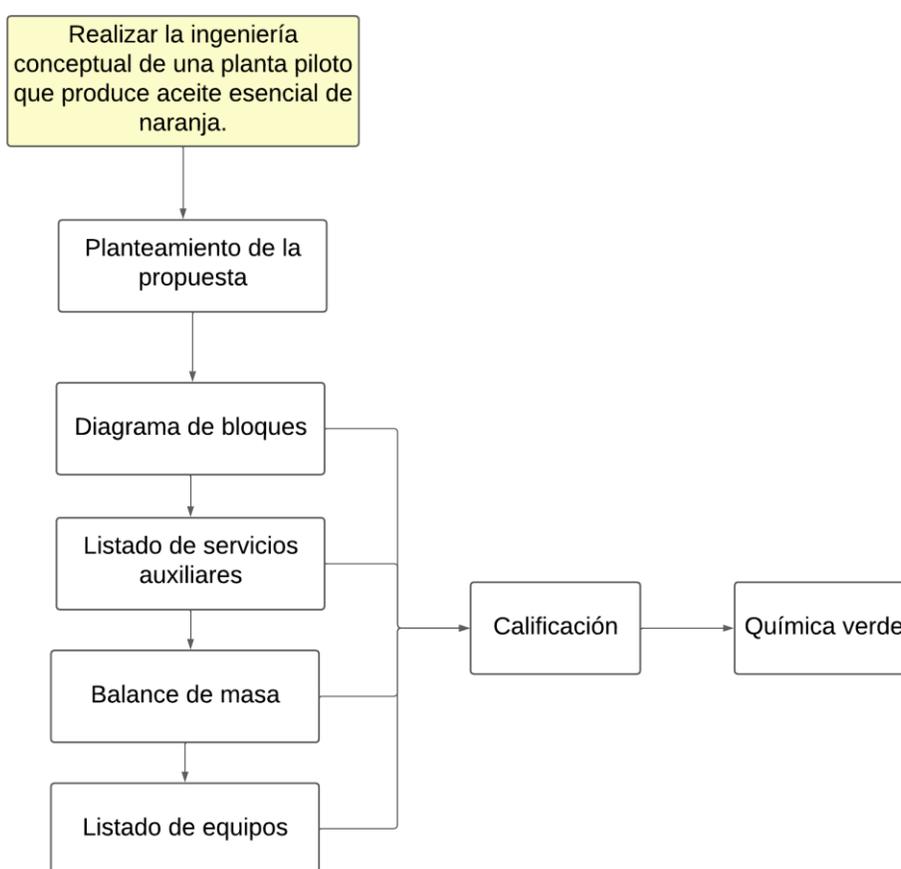
5. INGENIERÍA CONCEPTUAL

5.1 Metodología

En el siguiente diagrama de flujo se visualizan los pasos necesarios para desarrollar la propuesta de ingeniería conceptual.

Figura 8.

Diagrama de flujo capítulo 5.



Nota. Diagrama de flujo para capítulo 5.

5.2 Desarrollo y resultados

La planta piloto se analizó para dos diferentes técnicas; soxhlet y HAM donde se les evaluó diferentes parámetros. Al recolectar las cáscaras se obtuvo 20,532 Kg, de promedio de peso, valor que se tomó como base de cálculo para el proceso de la planta

piloto y los balances de masa se desarrollaron en base a la experimentación, la mayoría de etapas propuestas ocurren a temperatura y presión ambiente, excepto por las extracciones que tienen cambio de temperatura y de calor para alcanzarlas.

Los datos que se obtuvieron en la experimentación descrita en los anexos se describen en la tabla 26 que se encuentra a continuación.

Seguido se desarrolla la ingeniería conceptual.

Tabla 25.

Datos obtenidos experimentalmente.

Extracción Sólido – líquido	Datos obtenidos por etapa (Kg)	Solvente que ingresa (Kg)	Hidrodestilación asistida por microondas	Datos obtenidos por etapa (Kg)	Solvente que ingresa (Kg)
Selección	0,035		Selección	0,042	
Lavado	0,029		Lavado	0,036	
Molido	0,033		Triturado	0,040	
Secado	0,032		Extracción	0,039	0,367
Extracción	0,028	0,093	Decantación	0,406	
Destilación	0,089		Almacenamiento	0,001	
Almacenamiento	0,003				

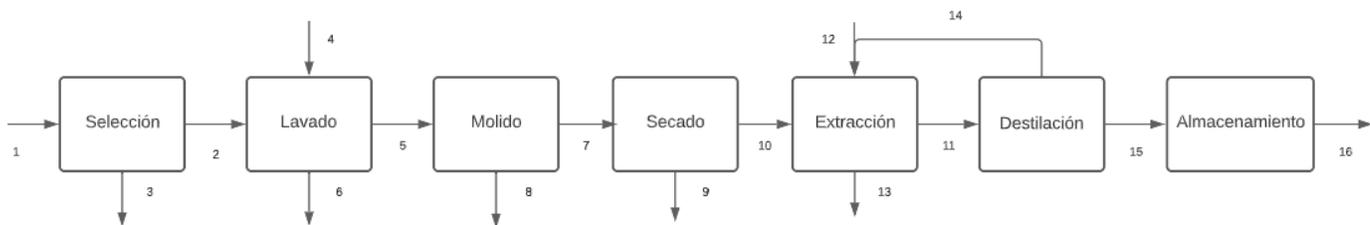
Nota: En la tabla se encuentran los datos que se obtuvieron de forma experimental para las dos técnicas.

5.2.1 Descripción del proceso y diagrama de flujo

5.2.1.a *Extracción Sólido – líquido.* Para obtener AE por medio de la extracción sólido líquido, se debe recolectar el FN y realizar el respectivo pretratamiento, donde se selecciona, lava, se retira la parte blanca de la cáscara, se muele y se seca hasta alcanzar una humedad de 10% – 15% a 100 °C para garantizar un mejor rendimiento. Seguido se ingresa a un tanque con agitación donde se mezcla con un solvente verde en una relación 1:10, para este caso es el alcohol isopropílico y se calienta hasta alcanzar su punto de ebullición (82,5 °C). El proceso permite recircular el solvente, sin embargo, se adiciona un porcentaje nuevo, con el fin de obtener mejores resultados. Después de la extracción se realiza una destilación simple por medio de un intercambiador de calor, este permitirá recuperar el solvente y purificar el AE, una vez se realice la destilación se pasa el AE a un tanque de almacenamiento que garantice temperaturas bajas a 4 °C, para finalizar se almacena en frascos de tipo ámbar. A continuación, se encuentra el diagrama de flujo para este proceso.

Figura 9.

Diagrama de flujo del proceso para extracción sólido- líquido.

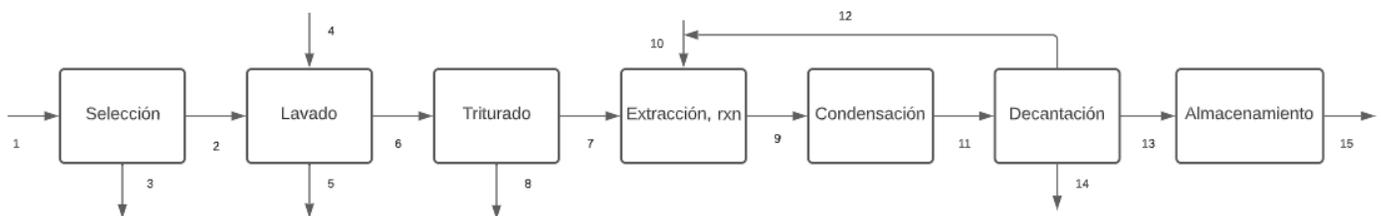


Nota. se ilustra el proceso para la extracción por medio de sólido-líquido.

5.2.1.b Método hidrodestilación asistida por microondas. Este método permite tener AE en menores cantidades, pero con un grado más alto de pureza. Para iniciar se realiza la recolección del FN y se realiza el pretratamiento que consiste en seleccionar, lavar, retirar la parte blanca del FN y triturar. Una vez lista la materia prima, se ingresa a un reactor tipo microondas con agua en una relación 1:10 que debe contar con salida a un condensador para recuperar el agua y así recircular. El microondas opera a 100 °C, con una potencia en un rango entre 800 W – 900 W. Después de obtener el estado vapor inicia la condensación, donde se obtendrá una mezcla heterogénea separada por densidades (aceite y agua), después de terminar esta etapa se debe realizar una decantación para separar las fases anteriormente mencionadas y recircular nuevamente el agua para la extracción, al lograr tener aceite se almacena en un tanque a temperaturas bajas de 4 °C y se empaca en frascos tipos ámbar para finalizar el proceso. Seguido el diagrama de flujo para este proceso.

Figura 10.

Diagrama de flujo del proceso para HAM.



Nota: se ilustra el proceso para la extracción por medio de HAM.

5.2.2 Listado de servicios

Para los procesos de extracción por medio de sólido- líquido y por hidrodestilación por microondas se requieren diferentes servicios para que los procedimientos se lleven a cabo, algunos ítems se pueden manejar igual para las dos técnicas, mientras que los restantes se desarrollan de forma diferente. En las tablas 27, 28, 29 y 30 se describen.

- Vapor, agua, refrigerantes, cargas eléctricas, planta de fuerza, aire comprimido, combustible, etc.

Tabla 26.

Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 1.

Método Soxhlet	Método hidroddestilación por microondas
<p>La limpieza es uno de primeros pasos que se realiza para obtener el AE de naranja y existen diferentes técnicas como la inmersión o pulverización. Estos métodos permiten el uso de agentes de limpieza como desinfectantes, busca eliminar impurezas, partículas y suciedad que se encuentran en la materia prima. Este procedimiento recibe los desechos de naranja sin causarle daño físico por golpeo y tiene fácil acceso a la línea de producción. A nivel industrial se usa el lavado por aspersion donde se hace pasar la materia prima por aspersores o duchas con presión con el fin de mover la suciedad y el agua, minimizando la re contaminación, adicional se puede contar con cepillos con el fin de garantizar un mejor lavado. La desventaja se ve reflejada en las grandes cantidades de agua que se requieren y en la presión, ya que en algunas frutas la distancia y este factor pueden ocasionar daños a la fruta.[52]</p>	
<p>La humedad del producto se retira en el método soxhlet, en el sector industrial existen diferentes técnicas como secado por microondas, secado convectivo por aire, por energía radiante, entre otras. A nivel laboratorio se trabajó el segundo método. Usualmente, se usa para materiales laminares o en pasta, se agrega calor por medio de aire caliente que entra en</p>	<p>Para este método no es necesario retirar humedad</p>

<p>contacto con la superficie del sólido. Aunque este método puede ocasionar alteraciones en los alimentos, no afecta el AE de la naranja. [53]</p>	
<p>Para alcanzar la destilación del solvente en los dos métodos se requiere un refrigerante, donde se puede usar agua, es necesario garantizar la recirculación con el fin de ahorrar. Sin embargo, para este proceso se debe mantener la temperatura continuamente fría, por lo tanto, se debe contar con otro proceso que remueva el calor.</p>	
<p>Este método no usa microondas para la extracción</p>	<p>La extracción por microondas requiere un equipo con un mecanismo selectivo, usando el calentamiento interno de agua de la materia prima, se rompen las glándulas para liberar el aceite, una vez obtenidos se evaporan con el agua de extracción [54].</p> <p>Su funcionamiento se desarrolla por campos eléctricos y magnéticos, con frecuencia de 0.3 a 300 GHz, generalmente a 2.45 GHz. El campo eléctrico crea el calentamiento por medio de rotación bipolar (alineación moléculas con un mismo momento bipolar en el sólido y el disolvente) liberando energía al medio. Este proceso ocurre 4.9×10^9 veces por segundo y se genera calor de forma</p>

	veloz. El equipo debe garantizar dar calor a toda la muestra de la misma forma [55].
--	--

Nota. lista comparativa de los servicios auxiliares para el proceso.

- Químicos y catalizadores.

Tabla 27.

Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 2.

Método Soxhlet	Método hidroddestilación por microondas
<p>Para poder obtener el AE por medio de soxhlet se usará como solvente el alcohol isopropílico; este solvente se usa en industrias farmacéuticas, químicas y petroquímicas. Su ruta química es a través de la combinación de agua y propileno [56]. A pesar de que existen solventes capaces de obtener mejores rendimientos, este, es amigable con el ambiente.</p> <p>Se debe garantizar una buena disposición, ya que esta sustancia es altamente inflamable y se dispondrá como un residuo de acuerdo a sus características de peligrosidad, alineado con el decreto 4741 de 2005 o la normatividad vigente cuando se use la sustancia [57].</p>	<p>Este método no requiere químicos o catalizadores para realizar la extracción.</p>

--	--

Nota. lista comparativa de los químicos necesarios para el proceso.

- Efluentes (solo si son continuos e importantes)
- Tratamiento y almacenamiento de agua, almacenes de combustible, controles ambientales.

Tabla 28.

Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 3 y 4.

Método Soxhlet	Método hidroddestilación por microondas
<p>En este procedimiento por medio de soxhlet y por hidroddestilación por microondas se obtiene agua contaminada por el lavado de las cáscaras y es necesario realizarle un tratamiento con el fin de usarla en otras aplicaciones que se verán a continuación.</p>	
<p>De acuerdo con Romero [58], las frutas, como los cítricos, tienen diferentes impactos como aguas residuales (AR), con alta demanda bioquímica de oxígeno (DBO) y residuos sólidos.</p> <p>Los parámetros característicos para una industria de cítricos son los siguientes:</p> <p>Producto: cítricos</p> <p>Caudal (m³/Mg): 10,1</p> <p>DBO (kg/Mg): 3,2</p> <p>DBO (mg/L): 313</p> <p>SST* (kg/Mg): 1,3</p> <p>SST* (mg/L): 129</p> <p>*SST: Sólidos suspendidos totales</p> <p>Las aguas residuales en la mayoría de los casos se descargan al alcantarillado municipal, por lo tanto, su tratamiento depende de sus</p>	

características y de las normas del vertimiento. El banco mundial da los rangos y valores para vertimientos de efluentes en frutas y vegetales:

pH= 6-9

DBO= 50 mg/L

DQO= 250 mg/L

SST= 50 mg/l

Grasas y aceites= 10 mg/L

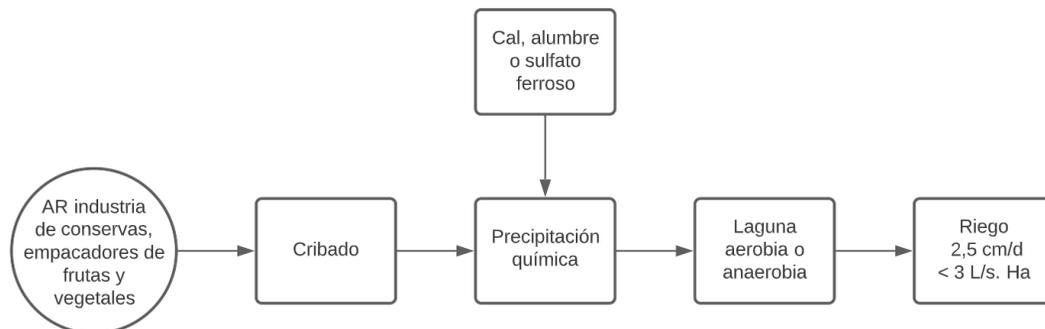
N total= 10 mg/L

P total= 5 mg/L

Para un proceso como el de los cítricos se puede usar un procedimiento para tratar el agua como el que se ilustra a continuación [58], teniendo en cuenta que el agua que se obtiene como efluente es el agua que se usa para el lavado y el agua que se obtiene después de purificar el aceite en la hidrodestilación, no es agua con residuos peligrosos.

Figura 11.

PTAR para tratamiento de agua obtenida del lavado



Nota. se ilustra el proceso para el tratamiento de agua que se requiere del efluente obtenido en el lavado. Tomado de: J. A. Romero Rojas, *Aguas residuales industriales*. Bogotá: Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito, 2018. [17, nov, 22]

Nota. lista comparativa de los efluentes y tratamientos para el proceso.

- Disposición de desechos.

Tabla 29.

Lista comparativa de servicios para los procesos para el ítem 5.

Método Soxhlet	Método hidroddestilación por microondas
<p>Las cáscaras de naranja que se obtienen de la molienda, trituración y selección tienen otras aplicaciones diferentes al AE, entre ellas: [59].</p> <p>La industria de alimentos para animales</p> <ul style="list-style-type: none">• En la agricultura ayudando a la reforestación de suelos desgastados.• En la industria química como Biorremediación de aguas contaminadas por metales.	
<p>Las cáscaras que tienen trazas de solventes deben tener una correcta disposición, se deberán analizar para determinar la cantidad de trazas contenidas en estas y se dispondrá como residuo según sus características de peligrosidad en coherencia con lo estipulado en el decreto 4741 de 2005 [57] o la normatividad vigente.</p>	<p>No se usa solvente con algún tipo de peligrosidad para la extracción</p>

Nota. lista comparativa de la disposición de desechos para el proceso.

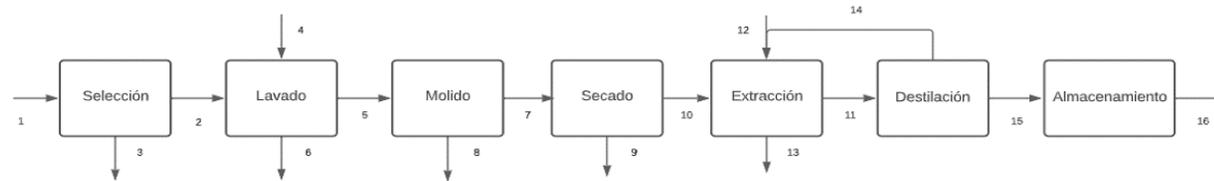
5.2.3 Balance de masa

Para obtener los balances de masa de cada uno de los procesos para la planta piloto fue necesario tomar como base los cálculos y resultados obtenidos en el laboratorio, para escalar a planta piloto.

5.2.3.a BM laboratorio Sólido-líquido

Figura 12.

Balace de masa para extracción por medio de sólido- líquido de AE a escala laboratorio.



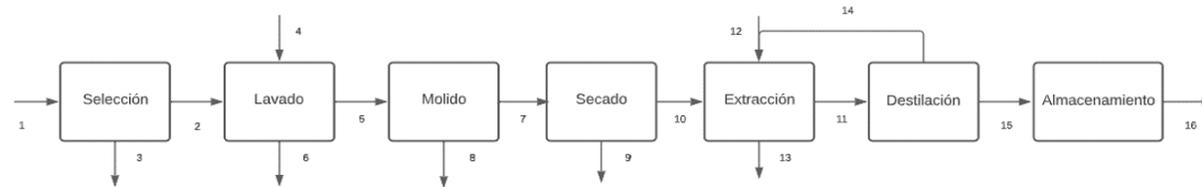
Nombre	Unidades	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	
Temperatura	C	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	70,00	70,00	80,00	20,00	80,00	80,00	80,00	20,00	
Presión	bar	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,00	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	
Fracción masica vapor		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
Fracción masica líquido		0,00	0,00	0,00	1,00	0,11	1,00	0,11	0,11	1,00	0,00	1,00	1,00	0,39	1,00	1,00	1,00	
Fracción masica sólido		1,00	1,00	1,00	0,00	0,89	0,00	0,89	0,89	0,00	1,00	0,00	0,00	0,61	0,00	0,00	0,00	
Flujo molar	kmol/mol	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	
Flujo masico	kg	0,035	0,029	0,006	0,100	0,033	0,096	0,032	0,001	0,003	0,029	0,090	0,007	0,026	0,087	0,003	0,003	
Fracciones masicas																		
FN		1,00	1,00	1,00	0,00	0,89	0,00	0,89	0,89	0,00	1,00	0,00	0,00	0,61	0,00	0,00	0,00	
H2O		0,00	0,00	0,00	1,00	0,11	1,00	0,11	0,11	1,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
C3H8O		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,87	1,00	0,35	0,90	0,03	0,03	
AE		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,13	0,00	0,04	0,10	0,97	0,97	

Nota. se ilustra el balace de masa a escala de laboratorio para sólido – líquido.

5.2.3.b BM para planta piloto Sólido-líquido

Figura 13.

Balace de masa para extracción sólido- líquido de AE para planta piloto.



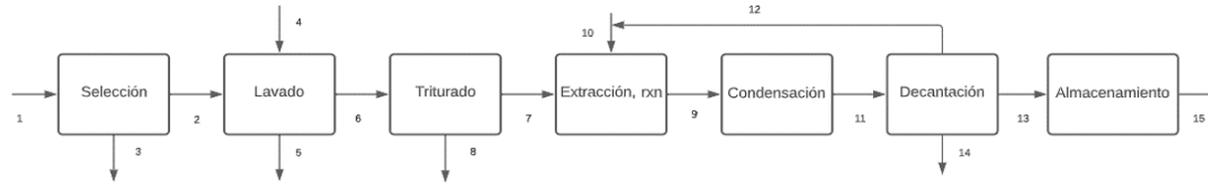
Nombre	Unidades	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Temperatura	C	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	70,00	70,00	80,00	20,00	80,00	80,00	80,00	20,00
Presión	bar	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,00	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01
Fracción masica vapor		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Fracción masica líquido		0,00	0,00	0,00	1,00	0,11	1,00	0,11	0,11	1,00	0,00	1,00	1,00	0,39	1,00	1,00	1,00
Fracción masica sólido		1,00	1,00	1,00	0,00	0,89	0,00	0,89	0,89	0,00	1,00	0,00	0,00	0,61	0,00	0,00	0,00
Flujo molar	kmol/mol	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Flujo masico	kg	20,532	16,836	3,696	58,663	19,394	56,105	18,801	0,592	1,983	16,819	52,503	4,359	15,018	50,743	1,760	1,760
Fracciones masicas																	
FN		1,00	1,00	1,00	0,00	0,89	0,00	0,89	0,89	0,00	1,00	0,00	0,00	0,61	0,00	0,00	0,00
H2O		0,00	0,00	0,00	1,00	0,11	1,00	0,11	0,11	1,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
C3H8O		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,87	1,00	0,35	0,90	0,03	0,03
AE		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,13	0,00	0,04	0,10	0,97	0,97

Nota. se ilustra el balace de masa a escala de planta piloto para sólido-líquido

5.2.3.c BM laboratorio HAM

Figura 14.

Balace de masa para HAM de AE a escala laboratorio.



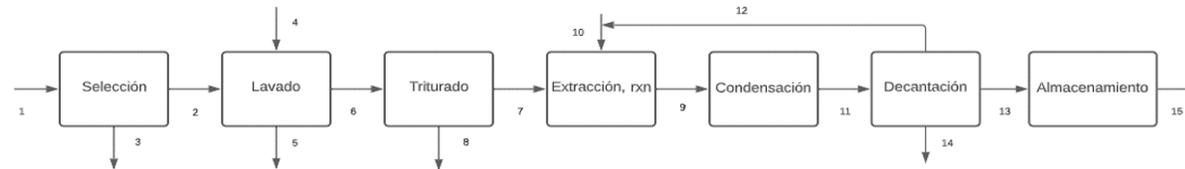
Nombre	Unidades	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Temperatura	C	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	100,00	100,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00
Presión	bar	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Fración masica vapor		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Fración masica líquido		0,00	0,00	0,00	1,00	1,00	0,04	0,04	0,04	0,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	1,00
Fración masica sólido		1,00	1,00	1,00	0,00	0,00	0,96	0,96	0,96	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Flujo molar	kmol/mol	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Flujo masico	kg	0,042	0,036	0,006	0,100	0,096	0,040	0,039	0,001	0,406	0,005	0,406	0,362	0,001	0,044	0,001
Fracciones masicas																
FN		1,00	1,00	1,00	0,00	0,00	0,96	0,96	0,96	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,85	0,00
H2O		0,00	0,00	0,00	1,00	1,00	0,04	0,04	0,04	0,90	1,00	0,90	0,99	0,00	0,15	0,00
AE		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	0,00	0,10	0,01	1,00	0,00	1,00

Nota. se ilustra el balace de masa a escala de laboratorio para HAM

5.2.3.d BM para planta piloto HAM

Figura 15.

Balace de masa para HAM de AE para planta piloto.



Nombre	Unidades	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Temperatura	C	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00	100,00	100,00	20,00	20,00	20,00	20,00	20,00
Presión	bar	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Fracción masica vapor		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Fracción masica líquido		0,00	0,00	0,00	1,00	1,00	0,04	0,04	0,04	0,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	1,00
Fracción masica solido		1,00	1,00	1,00	0,00	0,00	0,96	0,96	0,96	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00
Flujo molar	kmol/mol	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Flujo masico	kg	20,532	17,599	2,933	48,886	46,984	19,554	19,065	0,587	198,476	2,444	198,476	176,966	0,244	21,265	0,244
Fracciones masicas																
FN		1,00	1,00	1,00	0,00	0,00	0,96	0,96	0,96	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,85	0,00
H2O		0,00	0,00	0,00	1,00	1,00	0,04	0,04	0,04	0,90	1,00	0,90	0,99	0,00	0,15	0,00
AE		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	0,00	0,10	0,01	1,00	0,00	1,00

Nota. se ilustra el balace de masa a escala de planta piloto para HAM

5.2.4 Listado de equipos

Buscando identificar los equipos para el desarrollo de la planta piloto se evaluarán algunas características, dimensiones, materiales, presión y temperatura, aislamiento, etc. De las dos técnicas que se hablan a continuación en la tabla 31.

Tabla 30.

Lista comparativa de equipos.

Equipo	Método Soxhlet	Método hidroddestilación por microondas
Tanque de lavado	<p>Tinas de metal, cemento o plástico, que cuenta con rejillas para eliminar la suciedad, lodo y elementos pequeños que puedan contener las cáscaras</p> <p>Se realiza en un tanque de lavado, este procedimiento requiere que la materia prima entre en contacto directo con agua limpia potable en una proporción 2:1 frente al FN. No requiere tiempos prolongados. El tanque para este proceso puede ser horizontal, cilíndrico y con pulverizadores en la parte superior. En la parte interna un tornillo de Arquímedes para movilizar los sólidos [60].</p>	
Molienda y triturado	<p>Para realizar la molienda se usará un molino de bolas. Este, funciona girando sobre sus apoyos a determinada velocidad. Para la molienda se usan bolas de acero de diferentes tamaños, dureza y composición. Funciona girando y la mezcla de elementos que se encuentran dentro alcanzan una altura por ondulación, al caer se golpean entre ellas y contra las chaquetas y estos golpes muelen el material y se repite el ciclo. La cantidad de bolas que se coloca dentro dependen de la energía que se tiene para mover el molino, que es aproximadamente</p>	<p>La trituración que se requiere para este procedimiento busca la reducción de la materia prima para un tamaño entre 12 mm hasta 25 mm. El equipo requiere dos cilindros que rotan sobre un eje con una velocidad de 300 RPM, estos rodillos no requieren mucha fuerza, ya que la materia prima que se va a triturar es blanda y con</p>

	de 1,5 kW-h/Tm y en un rango de 40% y 50%, casi nunca se llega al 50% del volumen, este molino permitirá tener una capacidad de 0.4 a 0.5 Ton/m ³ , el material que se usa es acero al carbono, que es una mezcla de hierro, carbono y aleaciones de otros elementos como silicio y manganeso, entre otros [61].	área pequeña, sin embargo, debe contar con cuchillas para disminuir el tamaño. El material del equipo es acero y el de los rodillos acero inoxidable, teniendo en cuenta que se trabaja con alimentos [62].
Secado	Para deshidratar las cáscaras de la fruta se debe cumplir con diferentes parámetros, inicialmente es espesor con el fin de mantener la temperatura dentro +/- 70 °C se requiere un espesor de 3 in, el rango de temperatura debe ser entre los 50 °C a 100 °C. Se debe contar con un extractor de aire para recircular el aire caliente y se debe tener el caudal de este [63].	Este procedimiento no requiere secado
Extracción	El tanque se usa para la extracción sólido - líquido puede ser cilíndrico con un fondo cónico, para determinar las medidas que tendrá el tanque es necesario conocer las cantidades de muestra y solvente que se requiere para obtener la extracción, manteniendo la relación de 1:10. Para el funcionamiento de este equipo se debe controlar la temperatura, el solvente entra en contacto con la materia prima que se va a extraer, una vez se aumente la temperatura el extracto se regresa al	El equipo para obtener el AE es un microondas con una adaptación de arrastre de vapor. Por lo general se usa el microondas con una frecuencia de 2.45 GHz [55]. El equipo requiere energía y potencia de 950 V para realizar el procedimiento [54]. Dentro del microondas se debe tener un material resistente para depositar la materia prima y el solvente,

	<p>separador de líquido – vapor para regenerar el solvente puro.</p> <p>El acero inoxidable (AISI) 304 es el material del tanque y este; debe garantizar que cuenta con resistencia a la corrosión del solvente que se introduzca a la solución y los agentes de limpieza y buenas propiedades mecánicas soportando cambios de presión y abrasión [64].</p>	<p>se debe garantizar una unión al vacío a un equipo de cristalería con una alargadera con el fin de recoger el extracto y seguido a una condensación [65].</p>
Destilador	<p>Para lograr una buena destilación se debe contar intercambiador de calor de carcasa y tubos con una configuración BEM, tendrá un coeficiente reducido de transferencia de calor y se conformará de una boquilla donde se ingrese el vapor y dos cabezales uno para el líquido refrigerante y otro para el retorno del líquido refrigerante. El material para este equipo es acero inoxidable y se debe dirigir a un tanque de almacenamiento [64].</p>	
Decantador	<p>Este proceso no requiere decantar</p>	<p>Para obtener el aceite se usará una decantación, este equipo busca separar las partículas por la diferencia de densidad y se separan por acción de la gravedad. Se usa un decantador cilíndrico cónico, puede aceptar caudales <math><20 \text{ m}^3/\text{h}</math> y cuenta con ángulos de 45° - 65°, su volumen es de 6 m^3. Para extraer el AE se requiere una bomba ya que el aceite se retira por la parte superior. El</p>

		material del decantador es acero inoxidable [66].
Tanque de almacenamiento:	Para el almacenamiento del aceite se debe tener en cuenta que se debe mantener una temperatura de 4 °C con el fin de conservar las propiedades del AE, es por esto que el material debe ser de concreto o acero y debe estar pintado de color blanco para exteriores, para garantizar esta temperatura es necesario contar con aislamiento y líquidos refrigerantes para controlarla y mantenerla. Se debe tener en cuenta las especificaciones API 650-2007 donde se analizan diferentes elementos como el dimensionamiento, fondo del tanque, estructura, estabilidad por condiciones ambientales, etc. También se debe tener en cuenta el tipo de cubierta que dependerá de diferentes factores; si es cónico, de sombrilla, soportados, autos portados, entre otros [67].	

Nota: Tabla comparativa de equipos necesarios para realizar la extracción.

Para finalizar esta sección del proyecto en la tabla 32 se califica el desarrollo de la ingeniería conceptual teniendo en cuenta los 12 principios de la química verde para las dos técnicas estudiadas anteriormente con un rango de 1 a 5, donde 1 significa no favorable, 5 favorable

Tabla 31.

Calificación 12 principios de química verde

N.	Principio	Sólido- líquido	Hidrodestilación asistida por microondas	Justificación
1	Prevenir la generación de residuos	2	4	A pesar de que en los dos métodos se genera una gran cantidad de residuos la diferencia se evidencia en el solvente. Para desechar residuos con alcohol isopropílico según la ficha técnica es necesario recuperar la mayor cantidad de solvente e incinerar en instalaciones diseñadas para el efecto, por lo cual tiene una calificación de 2 ya que tiene una solución para disponer los residuos [68]. Mientras que para la hidrodestilación el solvente es agua y al separar el agua de los flavedos se podrán desechar sin ningún inconveniente, es por esto que su calificación es 4 ya que finalmente se genera un residuo.
2	Economía de los átomos	2	2	La calificación para los dos es baja, ya que para obtener el AE por cualquiera de los dos métodos la relación es 1:10 y se obtienen rendimientos pequeños para la cantidad de materia prima que ingresa.

3	Síntesis químicas menos peligrosas (Toxicas)	1	5	Este ítem busca producir AE que genere mínimo impacto en toxicidad y en el aspecto ambiental. El proceso de hidrodestilación cumple con este ítem, mientras que la extracción solido-líquido no satisface los criterios ya que el proceso usa sustancias toxicas y peligrosas para el ambiente.
4	Diseño de productos químicos seguros	3	4	Los dos procesos se diseñaron con el fin de reducir la toxicidad y alcanzar los objetivos. Sin embargo, la calificación de LS es menor ya que no es posible reducir más la toxicidad debido a su solvente.
5	Empleo de disolventes seguros	2	5	La extracción SL usa alcohol isopropílico con clasificación de: salud (1), inflamabilidad (3), reactividad (0), siendo inflamable, peligroso para el medio ambiente y con toxicidad baja; por lo que su calificación es 3 [68] , mientras que HAM usa agua teniendo una calificación de 5, ya que es un disolvente seguro.
6	Análisis de contaminantes en tiempo real	-	-	El proceso se puede plantear con el fin de supervisar y controlar en tiempo real antes de obtener las sustancias peligrosas. En etapas posteriores se podrán plantear el P&ID con sus respectivas cadenas de control para automatizar este parámetro.

7	Materias primas provenientes de recursos naturales	3	5	Las materias primas que se usan en los dos procesos son renovables, son recursos naturales a excepción del alcohol isopropílico que no es natural por eso su calificación es de 3.
8	Disminución del consumo de energía	3	4	La disminución de la energía se evalúa respecto a sus impactos ambientales y económicos, ya que deben minimizarse. LS tiene una menor calificación ya que su contaminación es mayor.
9	Uso de catalizadores	0	4	Para la extracción de LS no se usa ningún tipo de catalizador por eso su calificación es cero, mientras que para la hidrodestilación se usa agua para acelerar el proceso y obtener mejores resultados, sin embargo, la calificación es 4 porque se usa como un refuerzo.
10	Reducción de productos terminados	4	5	En los dos procesos no se generan otros productos terminados a parte del AE. La diferencia entre la puntuación se da ya que se requiere un paso más en LS para purificar la mezcla de AE y solvente.
11	Diseño para la degradación	4	4	El AE es un producto diseñado para la degradación y el envase que se usa es vidrio, por lo cual la calificación para los dos casos es 4.
12	Minimizar riesgos de accidentes químicos	2	4	Las sustancias que se usan en estos procesos se eligieron con el fin de minimizar los accidentes químicos. La

				extracción con LS tiene una calificación de 2 ya que puede sufrir escapes, explosiones o incendios. Por otro lado, HAM se diseñó previniendo los accidentes, por lo que su calificación es 5.
	Total	26	42	

Nota. Calificación asignada para los dos métodos respecto a los 12 principios de la química verde.

5.3 Análisis

Hoy en día existen muchos métodos para extraer AE, es por esto que para la ingeniería conceptual se compararon dos técnicas, una tradicional y una nueva.

Inicialmente, se evaluaron generalidades de la planta, se tomó como base de cálculo 20,532 Kg, valor que se promedió de acuerdo al seguimiento realizado en 3 panaderías del sector Ricaurte de Bogotá. Una vez se obtuvo el procedimiento, se realizó el diagrama de flujo obteniendo 16 corrientes de flujo para el método sólido- líquido y 15 corrientes para la HAM. Aunque tienen procesos parecidos, se evidencian diferencias en el pretratamiento, ya que HAM no requiere secado en la materia prima y en la forma de separar los solventes, puesto que para SL se requiere un solvente verde, mientras que HAM se usa agua. Los servicios auxiliares se calificaron con un rango de 1 a 5, donde 1 significa no favorable, 5 favorable. La puntuación más alta la obtuvo HAM (16 puntos), mientras que SL (14 puntos). La diferencia se encuentra en que SL genera residuos peligrosos por el solvente que usa y afecta directamente a la disposición de los residuos, mientras que HAM no lo realiza. Aun así, se puede evidenciar que las calificaciones de los métodos no son bajas pues, aunque se obtengan efluentes o desechos, no son tan contaminantes como si se realizara el proceso con otras sustancias. El tratamiento de agua se puede realizar de forma sencilla porque es un agua de lavado. Para el balance de masa se obtiene 1,760 Kg para LS y para HAM 0,244 Kg por lote, con una diferencia del 13,86%, esta distancia en el rendimiento de los procesos se radica en la pureza, aunque en SL se obtiene más, el AE queda con trazas de solvente, por otro lado, en HAM el aceite se separa por diferencia de densidades y se obtiene puro. En cuanto a los equipos, en diferentes operaciones para los dos métodos se puede usar el mismo equipo, existen diferencias en molienda y secado para LS y trituración para HAM, la extracción requiere un tanque de mezclado, mientras que HAM es un reactor. Esto puede causar que HAM sea más costoso a la hora de la instalación, pero a largo plazo es una buena opción por la cantidad de aceite que se obtiene puro.

En la actualidad los procesos industriales se han puesto como meta ser más amigables con el ambiente, pues este se ha visto afectado por la manufacturación. La agricultura es uno de los factores más importantes en un país, la industria de los cítricos es significativa en un país como Colombia. Es por esto que se han creado parámetros donde

se puede evaluar los procesos y determinar si se está realizando un esfuerzo por minimizar la contaminación ambiental. Uno de ellos son objetivos del desarrollo sostenible (ODS), con el fin de recircular procesos que antes terminaban siendo desechos, hoy una cáscara de naranja puede tener un valor económico e industrial. Este proyecto aplica a diferentes ODS, como el fin de la pobreza, agua limpia y saneamiento, trabajo decente y crecimiento económico, industria, innovación e infraestructura, etc [69]. El de los lineamientos son los 12 principios de la química verde. Estos abarcan los procesos de manera global, es por esto que en la tabla 31 se evidencia la calificación de cada uno de los métodos comparados en este objetivo. La extracción por sólido-líquido obtuvo un valor de 32, para que la técnica de sólido - líquido lograra esa calificación se debe tener en cuenta que no se alinea con los principios de la química verde, inicialmente porque es una técnica tradicional, consume mucho tiempo, usa solventes no seguros y genera residuos peligrosos y tóxicos. Se puede destacar que es un proceso sencillo, rentable y consigue buenos rendimientos, aunque poca pureza.

La HAM se puntuó con 48, este proceso obtiene un AE más puro y es amigable con el ambiente, pues requiere uso de solvente seguro, disminuye el consumo de energía, no genera residuos peligrosos, está diseñado para la degradación, usa materias primas naturales y busca prevenir los accidentes químicos, una de sus desventajas es que requiere altos costos de inversión. Sin embargo, las nuevas tecnologías permiten ahorrar tiempo, energía y costos.

6. CONCLUSIONES

Se desarrolló la ingeniería conceptual, obteniendo que, aunque el proceso sólido – líquido es viable y cuenta con ventajas para reducir el consumo de energía y el uso de solventes verdes, existen mejores técnicas como HAM, ya que esta segunda está más acorde con los 12 principios de la química verde.

Se caracterizaron los pretratamientos para obtener mejores rendimientos, los métodos convencionales cuentan con técnicas de lavado, molienda y secado obteniendo rendimientos hasta de 2,68%, por otra parte, los procedimientos nuevos tienden a solo realizar lavado, ser más amigables con el ambiente y requerir menos tiempo, con rendimientos hasta del 1.822%. Se obtuvieron resultados de temperaturas de secado y tamaños de partículas, estos datos varían de acuerdo a cada una de los métodos estudiados en este proyecto.

Se demostró por medio de un ANOVA y experimentación, que valor p (0,027) es inferior a la probabilidad (0,05), rechazando la hipótesis y demostrando que el rendimiento se ve afectado por las variables estudiadas. Obteniendo que la muestra con mayor rendimiento fue el tratamiento 4 a una temperatura de secado de 100°C y un tamaño de partícula de 4 mm, para la extracción por método soxhlet.

El AE obtenido por método Soxhlet no contaba con la pureza deseada, ya que contenía trazas del solvente y no cumplió con los parámetros fisicoquímicos, ni sensoriales, para ser un AE de buena calidad.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] K. Sharma, N. Mahato, M. H. Cho, y Y. R. Lee, “Converting citrus wastes into value-added products: Economic and environmently friendly approaches”, *Nutrition*, vol. 34, pp. 29-46, 2017, doi: 10.1016/j.nut.2016.09.006.
- [2] B. Satari y K. Karimi, “Citrus processing wastes: Environmental impacts, recent advances, and future perspectives in total valorization”, *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 129, n.º November 2017, pp. 153-167, 2018, doi: 10.1016/j.resconrec.2017.10.032.
- [3] S. A. Siddiqui, M. J. Pahmeyer, E. Assadpour, y S. M. Jafari, “Extraction and purification of d-limonene from orange peel wastes: Recent advances”, *Ind. Crops Prod.*, vol. 177, n.º December 2021, p. 114484, 2022, doi: 10.1016/j.indcrop.2021.114484.
- [4] “Cadena Del citricos Indicadores e instrumentos”, 2020.
- [5] E. Nacional y Dane, “El cultivo de la naranja Valencia (*Citrus sinensis* [L.] Osbeck) y su producción como respuesta a la aplicación de correctivos y fertilizantes y al efecto de la polinización dirigida con abeja *Apis mellifera*”, 2016.
- [6] Pilco Gerson, “*flavedo deshidratado de naranja (citrus sinensis, variedad valencia) y hojas de stevia (stevia rebaudiana) para la elaboración de infusión cítrica*”, 2020.
- [7] Mendoza Adriana, “*Caracterización físico-química del flavedo deshidratado de naranja (Citrus x sinensis) y su uso como insumo en la elaboración de cupcakes*”, universidad técnica estatal de quevedo, 2020.
- [8] Moncayo Alexandra, “*caracterización de metabolitos secundarios de naturaleza esteroidea presentes en el aceite esencial y extractos etanólico y clorofórmico de la especie clinopodium tomentosum (kunth) Govaerts (Lamiaceae)*”, Universidad politécnica salesiana sede quito carrera:, 2020.
- [9] A. Ávalos García y E. Pérez-Urria Carril, “Metabolismo secundario de plantas”, *Reduca (Biología). Ser. Fisiol. Veg.*, vol. 2, n.º 3, pp. 119-145, 2009.
- [10] Estrada Joana, “*Extracción de aceite esencial de naranja*”, universidad de san carlos de guatemala facultad, 2011.
- [11] B. Satari y K. Karimi, “Citrus processing wastes: Environmental impacts, recent advances, and future perspectives in total valorization”, *Resour. Conserv. Recycl.*,

- vol. 129, pp. 153-167, 2018, doi: 10.1016/j.resconrec.2017.10.032.
- [12] C. Ruiz, C. Díaz, y R. Rojas, "Composición Química De Aceites Esenciales De 10 Plantas Aromáticas Peruanas", *Rev. la Soc. Química del Perú*, vol. 81, n.º 2, pp. 81-94, 2015, doi: 10.37761/rsqp.v81i2.10.
- [13] M. Aissou, Z. Chemat-Djenni, E. Yara-Varón, A. S. Fabiano-Tixier, y F. Chemat, "Limonene as an agro-chemical building block for the synthesis and extraction of bioactive compounds", *Comptes Rendus Chim.*, vol. 20, n.º 4, pp. 346-358, 2017, doi: 10.1016/j.crci.2016.05.018.
- [14] Gaitan Mauricio, "*Recuperación mejorada de petróleo con D- Limoneno diluido en salmuera.*", Instituto potosino de investigación científica y tecnológica, a.c., 2020.
- [15] M. del C. Razola-Díaz, E. J. Guerra-Hernández, B. García-Villanova, y V. Verardo, "Recent developments in extraction and encapsulation techniques of orange essential oil", *Food Chem.*, vol. 354, n.º February, 2021, doi: 10.1016/j.foodchem.2021.129575.
- [16] A. M. Rincón, A. Vásquez, M. Padilla, y F. C, "composicion quimica y compuestos bioactivos de las harinas de cascaras de naranja (citrus sinensis), mandarina (citrus reticulata) y toronja (citrus paradisi) cultivadas en Venezuela", *Arch. Latinoam. Nutr.*, vol. 55, n.º 3, pp. 305-310, 2005, Accedido: jun. 02, 2022. [En línea]. Disponible en: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S000406222005000300013&lng=es&nrm=iso&tlng=es.
- [17] M. Radünz *et al.*, "Chemical composition and in vitro antioxidant and antihyperglycemic activities of clove, thyme, oregano, and sweet orange essential oils", *Lwt*, vol. 138, 2021, doi: 10.1016/j.lwt.2020.110632.
- [18] E. M. L Y L. L. C, "análisis y aplicación de las expresiones del contenido de humedad", *simp. metrol. 2010*, pp. 1-6, 2010.
- [19] V. Rapinel *et al.*, "Potentialities of using liquefied gases as alternative solvents to substitute hexane for the extraction of aromas from fresh and dry natural products", *Comptes Rendus Chim.*, vol. 21, n.º 6, pp. 590-605, 2018, doi: 10.1016/j.crci.2018.04.006.
- [20] V. Eduardo, "*Aceites esenciales: Generalidades, extracción, caracterización y*

- usos". Universidad técnica particular de Loja, Loja- Ecuador, p. 35.
- [21] J. Paola y O. Barbosa, "*Estudio comparativo de métodos de extracción, en la obtención de extractos promisorios con actividad larvicida contra el mosquito*", Universidad Nacional de Colombia, 2014.
- [22] M. Alejandro, "*Aceites esenciales*". Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia, pp. 1-34, 2003.
- [23] T. J. A. Hernandez Vilma, "*Análisis de aceites y grasas*". Bogotá, 2015.
- [24] C. F. D. E. L. Aceite, E. Murillo, K. Fernández, y D. M. Sierra, "Caracterización Físico-Química Del Aceite Esencial De Albahaca. II", *Rev. Colomb. Química*, vol. 33, n.º 2, pp. 139-148, 2008.
- [25] J. T. Salmerón Gatica, "*Caracterización del contenido de grados brix en el yogurt mediante luz infrarroja*", Universidad de Guanajuato, 2018.
- [26] T. J. Trujillo Ginna, "*Determinación del índice de refracción*". Bogotá.
- [27] V. K. Pandey, R. U. Islam, R. Shams, y A. H. Dar, "A comprehensive review on the application of essential oils as bioactive compounds in Nano-emulsion based edible coatings of fruits and vegetables", *Appl. Food Res.*, vol. 2, n.º 1, p. 100042, 2022, doi: 10.1016/j.afres.2022.100042.
- [28] O. A. Fakayode y K. E. Abobi, "Optimization of oil and pectin extraction from orange (*Citrus sinensis*) peels: a response surface approach", *J. Anal. Sci. Technol.*, vol. 9, n.º 1, 2018, doi: 10.1186/s40543-018-0151-3.
- [29] I. de normalización y certificación argentino, SAIPA. Argentina, 1970, p. 7.
- [30] J. R. Juárez *et al.*, "Composición química, actividad antibacteriana del aceite esencial de *Citrus sinensis* L. (naranja dulce) y formulación de una forma farmacéutica", vol. 13, n.º 1, pp. 9-13, 2010.
- [31] S. Molares, S. B. González, A. Ladio, y A. Castro, "Etnobotánica, anatomía y caracterización físico-química del aceite esencial de *Baccharis obovata* Hook. et Arn. (Asteraceae: Astereae)", *Acta bot. bras.*, vol. 23, n.º 2, pp. 578-589, 2009.
- [32] J. Gutierrez, "*Obtención de aceites esenciales a partir de la cáscara de naranja por el método prensado de frío.*", Universidad Mayor de San Andrés, 2019.
- [33] N. P. Pájaro Castro y J. T. Olivero Verbel, "Química verde: Un nuevo reto", *Cienc. e Ing. Neogranadina*, vol. 21, n.º 2, p. 169, 2011, doi: 10.18359/rcin.265.

- [34] V. F. Dr. Vladimir, “*Alcances de ingeniería*”, en *Centro argentino de ingenieros*, 1967, vol. 1, n.º 69, pp. 5-24.
- [35] J. I. C. C. Byron René Godínez Navarro¹, Edson Omar Barrera Castro¹, Jorge Alfredo Aguilar Tumax¹, Henry Joel Panteul Panteul¹, Josué David Noriega Chávez¹, Esvin R Ramírez Hernández¹, Diego Miguel Figueroa¹, Jeferson Froilán Samayoa López¹, “*Ingeniería de control*”, *Univ. San Carlos*, p. 9.
- [36] O. A. Patiño, *Introducción a la ingeniería química (balances de masa y energía)*, Universida. Santa Fe Ciudad de Mexico, 2000.
- [37] Instituto de Investigación de Recursos Biológicos “Alexander von Humboldt”, “*Biocomercio Sostenible Instituto de Investigación de Recursos Biológicos*”, Bogotá, 2003.
- [38] stanpa, *Norma Española expresión [Citrus sinensis (L .) Osbeck]*. España, 2021, pp. 6-9.
- [39] C. C. negocios V. Sostenibles, “Sector ingredientes naturales”, *Corporación Autónoma Reg. Del Val. Del Cauca-*, n.º 6, p. 29, 2020, [En línea]. Disponible en: <https://sostenibilidad.semana.com/medio-ambiente/articulo/en-colombia-7500-especies-de-flora-estan-amenazadas/44291>.
- [40] C. V. J. Fernando, “*Elaboración de barniz ecológico a partir de aceite esencial de residuo de cáscara de naranja y residuo de poliestireno expandido*”, Universidad Cesar Vallejo, 2020.
- [41] Y. Chen, J. Wu, Y. Xu, M. Fu, y G. Xiao, “Effect of second cooling on the chemical components of essential oils from orange peel (*Citrus sinensis*)”, *J. Agric. Food Chem.*, vol. 62, n.º 35, pp. 8786-8790, 2014, doi: 10.1021/jf501079r.
- [42] R. Ciriminna *et al.*, “High-Quality Essential Oils Extracted by an Eco-Friendly Process from Different Citrus Fruits and Fruit Regions”, *ACS Sustain. Chem. Eng.*, vol. 5, n.º 6, pp. 5578-5587, 2017, doi: 10.1021/acssuschemeng.7b01046.
- [43] J. Bustamante *et al.*, “Microwave assisted hydro-distillation of essential oils from wet citrus peel waste”, *J. Clean. Prod.*, vol. 137, pp. 598-605, 2016, doi: 10.1016/j.jclepro.2016.07.108.
- [44] R. D. Khandare, P. D. Tomke, y V. K. Rathod, “Kinetic modeling and process intensification of ultrasound-assisted extraction of d-limonene using citrus industry

- waste”, *Chem. Eng. Process. - Process Intensif.*, vol. 159, p. 108181, 2021, doi: 10.1016/j.cep.2020.108181.
- [45] M. Boukroufa, C. Boutekedjiret, L. Petigny, N. Rakotomanomana, y F. Chemat, “Bio-refinery of orange peels waste: A new concept based on integrated green and solvent free extraction processes using ultrasound and microwave techniques to obtain essential oil, polyphenols and pectin”, *Ultrason. Sonochem.*, vol. 24, pp. 72-79, 2015, doi: 10.1016/j.ultsonch.2014.11.015.
- [46] B. Uysal, F. Sozmen, O. Aktas, B. S. Oksal, y E. O. Kose, “Essential oil composition and antibacterial activity of the grapefruit (*Citrus Paradisi*. L) peel essential oils obtained by solvent-free microwave extraction: Comparison with hydrodistillation”, *Int. J. Food Sci. Technol.*, vol. 46, n.º 7, pp. 1455-1461, 2011, doi: 10.1111/j.1365-2621.2011.02640.x.
- [47] G. Forgács, M. Pourbafrani, C. Niklasson, M. J. Taherzadeh, y I. S. Hováth, “Methane production from citrus wastes: Process development and cost estimation”, *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, vol. 87, n.º 2, pp. 250-255, 2012, doi: 10.1002/jctb.2707.
- [48] F. C. Rincón Alicia M., Vásquez, A. Marina, Padilla, “composicion quimica y compuestos bioactivos de las harinas de cascaras de naranja (*citrus sinensis*), mandarina (*citrus reticulata*) y toronja (*citrus paradisi*) cultivadas en Venezuela”, *Scielo*, vol. 55, 2005.
- [49] C. H. Y. Lucy y velasquez huayhua jhoann Margaret, “*cinética de extracción de aceite esencial por arrastre de vapor a escala piloto de la naranja, mandarina, lima y limón*”, Universidad nacional de san agustín de arequipa, 2021.
- [50] G. Pérez, “*Extracción de aceite esencial a partir de cáscara de naranja Valencia (Citrus sinensis) por dos métodos: Arrastre de vapor y solvente orgánico.*”, Universidad Nacional Agraria de la Selva, 2000.
- [51] A. Lanzón, T. Albi, A. Cert, y J. Gracián, “Componente del insaponificable del aceite de oliva con polaridad comprendida entre el escualeno y los alcoholes triterpénicos”, *Grasas y Aceites*, vol. 43, n.º 5, pp. 271-276, 1992, doi: 10.3989/gya.1992.v43.i5.1139.
- [52] J. S. Pilco Herrera y P. S. Verdezoto Villacis, “*Implementación de una máquina*

- lavadora y clasificadora de naranja*”, Universidad técnica de cotopaxi extensión, 2022.
- [53] D. Bautista y M. Valdivieso, “*Contribución al estudio de la extracción de aceites esenciales y secado de cáscara de naranja (Citrus sinensis, var. Valengia Late)*”, Universidad nacional del callao, 2016.
- [54] Milestone, “cannabis ethos x : solvent-free terpene extraction solutions”, italy, 2018.
- [55] M. G. Cerpa, “*Hidrodestilación de aceites esenciales. Modelado y caracterización*”, Universidad de valladolid, 2007.
- [56] G. Cedeño Moreno, N. Mata Tellería, S. Villanueva, y M. Henríquez, “Tech note: technologies for the production of isopropyl alcohol (IPA)”, *Rev. Ing. UC*, vol. 26, p. 7, 2018, [En línea]. Disponible en: <https://www.redalyc.org/journal/707/70758484011/70758484011.pdf>.
- [57] Vivienda y desarrollo territorial Ministerio de ambiente, *Decreto 4741 del 2005*, n.º 4741. Colombia, 2005, pp. 1-31.
- [58] J. A. Romero Rojas, “*Aguas residuales industriales*”. Bogotá: Escuela Colombiana de ingeniería Julio Garavito, 2018.
- [59] E. R. Moreno, “*Siete Naranja*”, Universidad El Bosque, 2019.
- [60] B. Marquino Fernández, Lidia, Sancho Fernández, María, Arnal Arnal, José Miguel; García Fayos, “preliminary design of a pilot plant for production of syrup from carob marquino”, en *22nd International Congress on Project Management and Engineering Madrid*, 2018, n.º July, pp. 1025-1037, [En línea]. Disponible en: http://dspace.aepro.com/xmlui/bitstream/handle/123456789/1622/AT03-040_2018.pdf?sequence=1&isAllowed=y.
- [61] R. Y. C. I. quitiaquez sarzosa, william giovanny, “*diseño y construcción de un molino para la extracción de aceite de chonta (fruto de palmeras)*”, Universidad politécnica salesiana, 2011.
- [62] T. V. R. P. Pillajo Ramírez, César Isaac, “*escuela superior politécnica del litoral facultad de ingeniería en mecánica y ciencias de la producción proyecto integrador previo la obtención del Título de : Ingeniero Mecánico Presentado por : Marcelo S . Brito Arrieta guayaquil - ecuador año : 2019*”, escuela superior politécnica del litoral, 2019.

- [63] D. Merida Hernandez, “*diseño de horno deshidratador de banana*”, instituto tecnologico de tuxtla gutierrez., 2017.
- [64] J. C. Manrique, Palacios y R. Sanchez Vilca, “*Diseño, construcción y evaluación de parámetros de operación de un equipo de extracción sólido-líquido para el laboratorio de procesos unitarios de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del centro del Perú*”, Universidad nacional del centro del Perú, 2008.
- [65] O. Darío Guarín y A. Fernando Barajas-Solano, “Hidrodestilación asistida con microondas (MWHd) para la extracción de hidrolatos de plantas aromáticas”, *Rev. Politécnica*, vol. 11, n.º 21, pp. 51-55, 2015.
- [66] D. V. Vinuesa Paredes, “*diseño de un sistema de reciclaje de los baños de curtición en la empresaserVICUeros s.a*”, Escuela Superior Politécnica De Chimborazo, 2015.
- [67] E. Jiménez Pazmiño, Galo Enrique, Martínez, “diseño y construcción de un tanque para almacenar 2000 toneladas de aceite de palma basado en la norma api 650-2007”, *cent. investig. científica y tecnológica diseño*, n.º 1, p. 8, 2016.
- [68] Quimica universal ltda. (s.f.). hoja de datos de seguridad de productos químicos (hds) (alcohol isopropílico). <https://quimicauniversal.cl/www/wp-content/uploads/2017/06/alcohol-isopropiëlico-18.pdf>
- [69] PNUD, “Objetivos de Desarrollo Sostenible, Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo”, *Objetivos Del Desarrollo Sostenible*. p. 1, 2019, [En línea]. Disponible en: <https://www.undp.org/es/sustainable-development-goals%0Ahttps://www.undp.org/es/sustainable-development-goals%0Ahttps://www.undp.org/content/undp/es/home/sustainable-development-goals.html>.
- [69] J. T. Salmerón Gatica, “*Caracterización del contenido de grados brix en el yogurt mediante luz infrarroja*”, Universidad de Guanajuato, 2018.

ANEXOS

ANEXO 1

GUÍA DE PROCEDIMIENTOS

Extracción por Soxhlet

- Secado:
 1. Inicialmente, se coloca la cápsula limpia, durante 30 minutos a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 2. Poner las cápsulas con ayuda de las pinzas en el desecador con el fin de enfriar durante 30 min.
 3. Pesar la cápsula en la balanza analítica y registrar.
 4. Pesar 30 ± 1 g de muestra en la cápsula.
 5. Tomar nota del peso exacto de la muestra más la cápsula.
 6. Poner la cápsula en el horno a 70°C durante 70 min para la primera extracción y 150 min para la segunda extracción.
 7. Pasado el tiempo sacar la cápsula de la estufa y enfriarla en un desecador por 30 minutos.
 8. Pesar la cápsula y se toma nota.
 9. Repetir el proceso.
- Extracción
 1. Con ayuda del papel filtro formar un cartucho con la muestra a extraer.
 2. Depositar el cartucho en el sifón.
 3. Con ayuda de las nueces y pinzas montar el equipo soxhlet y depositar perlas de ebullición en el matraz.
 4. Pesar y medir el solvente en una relación de 1:10 sólido-líquido en un vaso precipitado y pasarlo por el sifón.
 5. Conectar al sifón el refrigerador y usar las mangueras para conectar la circulación del líquido refrigerante con ayuda de un chiller.
 6. Prender la estufa y programarla a $150 - 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ y medir el tiempo hasta alcanzar el primer ciclo.
 7. Realizar 2 o 3 ciclos y apagar la estufa.
 8. Dejar enfriar el equipo soxhlet y desarmarlo.

9. Con ayuda de una probeta pesar y medir el volumen obtenido de la mezcla entre solvente y aceite esencial.
- Rotaevaporador
 1. Depositar la mezcla en el matraz y conectarlo al equipo.
 2. Cerrar la válvula de vacío, encender la circulación de refrigerante y la bomba.
 3. Encender el equipo y configurar los parámetros para la operación (0 bar, 40 °C y 40 rpm).
 4. Después de 7 min se obtiene el solvente y el aceite por separado.
 5. Parar el equipo, apagar la bomba y abrir la válvula de vacío.
 6. Con ayuda de una probeta pesar y medir el volumen obtenido de AE.
 7. Depositar el AE en un envase de vidrio ámbar.
 8. Refrigerar para evitar que el AE se volatilice.

Figura 16.

Extracción sólido-líquido de AE.





Nota. En las siguientes imágenes se evidencia el proceso para obtener AE por medio de soxhlet contando izquierda a derecha y luego abajo, a. Naranja obtenida para la extracción, b. secado en horno del flavedo c. Desecador para retirar humedad d. muestra obtenida para extraer AE e. Montaje soxhlet f. Rotaevaporador para separar el solvente del aceite g. chiller para refrigerar el proceso h. Solvente recuperado i. Frascos tipo ámbar con AE.

- Rendimiento
 1. Se pesa un matraz seco y vacío
 2. Se adiciona el compuesto problema a al matraz
 3. Se pesa el matraz con el aceite.
 4. Se toma nota el resultado.
 5. Se usa la fórmula.

Características del aceite

Fisicoquímicas

- Volumen de aceite
 1. Con ayuda de una probeta tomando nota de la cantidad de aceite que se obtiene en ml.
- Densidad:
 1. Se pesa el picnómetro vacío con tapa, limpio y seco con ayuda de la balanza y tomar nota del valor.
 2. Llenar con el aceite obtenido hasta la parte superior del recipiente y colocar el tapón. Revisar que no queden burbujas de aire.
 3. Secar bien el recipiente y el tapón.
 4. Volver a pesar el picnómetro lleno y tomar nota.
 5. Obtener la densidad con ayuda de la fórmula

- Grados brix
 1. Inicialmente, se debe calibrar el equipo, se debe limpiar el vidrio con algodón y agua destilada.
 2. Con ayuda de un gotero se pone una gota de AE sobre el lente.
 3. Se observa a través del monocular del refractómetro la variación de color en la escala.
 4. Se toma nota de los grados brix.
- Índice de refracción
 1. Se obtiene convirtiendo los grados brix con la tabla en el trabajo desarrollado por J. Salmerón [70].
- Solubilidad:
 1. Tomar con una pipeta 1 ml de AE y transferirlo a una probeta.
 2. Agregar solvente en proporciones de 0.1 ml hasta que se evidencie turbidez.
 3. Evidenciar si es soluble o no.

Sensoriales

- Olor
 1. Se toma una muestra en un tubo de ensayo y se percibe el aroma que desprende el aceite.
 2. Se toma nota del resultado.
- Color
 1. Se toma una muestra en un tubo de ensayo y se observa el color del AE.
 2. Se toma nota del resultado.
- Apariencia
 1. Se toma una muestra en un tubo de ensayo y se mueve e inspecciona el aceite para identificar su apariencia.
 2. Se toma nota del resultado.

Hidrodestilación asistida por microondas

- Extracción
 1. En el balón de destilación se introducen cáscaras y agua en una relación de 1:10.
 2. Se conecta al equipo y se enciende la refrigeración con ayuda del chiller.

3. Se prende el microondas por 3 minutos, se deja en reposo 1 minuto y se vuelven a encender, repitiendo el ciclo.
4. Una vez el agua alcanza a condensar se devuelve con un receptor dean stark, en el equipo se evidencia la separación de líquidos.
5. Después de alcanzar la separación deseada se devuelve el agua al balón y con el receptor se retira el AE.
6. El aceite se almacena en un envase ámbar a 4 °C hasta su uso.

Figura 17.

Hidrodestilación asistida por microondas.



Nota. En las siguientes imágenes se evidencia el proceso para obtener AE por medio de HAM contando izquierda a derecha a. Montaje de HAM, b. AE separado del agua.

ANEXO 2

RECOMENDACIONES

Para futuras investigaciones es importante analizar las características microbiológicas, ya que los AE no deben contar con bacterias u hongos debido a que estos, pueden ser usados para alimentos, cosméticos u otras aplicaciones. Es importante realizar un balance de energía donde se determine la cantidad necesaria para alcanzar el rango de temperatura para extraer el AE. Se recomienda realizar un análisis estadístico de los pretratamientos para la hidrodestilación asistida por microondas, así obteniendo una comparación para las dos técnicas evaluadas en este proyecto.