



Desarrollo de un ecolimpiador a partir de aceite esencial de Naranja

Barbosa-Carmona X.¹, Gómez-Villalpando C.I.¹, Medina-Pulido L.M.¹, Mendoza-Salazar O.I.¹,
Ojeda-Gasca A.¹

¹Universidad de Guanajuato, Campus Guanajuato, División de Ciencias Naturales y Exactas. Lic. en Ingeniería Química.

Abstract

This work was carried out to obtain the essential oil of 4 kg dried orange peel, using the unitary operation solid-liquid extraction. The solvent used for extraction was ethanol, the recovery rate of this product was 94%, as weight percent; essential oil extracted from the shells of dried orange was 6.9%. The experimental procedure has been classified in: extraction, solvent recovery and distillation pilot. The operations were performed at the Laboratory of Chemical Engineering of the DCNyE, Campus Guanajuato University of Guanajuato. Oil essential to obtained was used for two applications: the development of a Eco cleaner of tartar and the production of aromatic candles. This project is the final part of the Researching Seminar course, given by Dra. Rosalba Fuentes Ramirez in the BS program of Chemical Engineering.

RESUMEN

En este trabajo se llevó a cabo la obtención del aceite esencial de 4 kg de cáscara de naranja seca, mediante el uso de la operación unitaria extracción sólido-líquido. El solvente utilizado para la extracción fue etanol, el porcentaje de recuperación de este producto fue 94%; el porcentaje en peso extraído como aceite esencial de las cáscaras de naranja secas fue 6.9%. El procedimiento experimental se ha clasificado en: extracción, recuperación del solvente y destilación experimental.

Las operaciones se realizaron en el Laboratorio de Ingeniería Química de la DCNyE, Campus Guanajuato de la Universidad de Guanajuato. El aceite esencial obtenido se utilizó para dos aplicaciones: la elaboración de un ecolimpiador de sarro y la producción de velas aromáticas. Este proyecto constituye la parte final del curso Seminario de Investigación impartido por la Dra. Rosalba Fuentes Ramírez en el programa de licenciatura en Ingeniería Química.



1. INTRODUCCIÓN

Los aceites esenciales se pueden definir como aceites volátiles odoríferos de origen vegetal. Los aceites esenciales son, en su mayor parte, insolubles en agua, solubles en disolventes orgánicos Y varían desde color amarillo o café hasta incoloros. Estos aceites tienen la volatilidad suficiente para destilarse intactos; sin embargo en la mayor parte de los casos también pueden arrastrarse con vapor. Un aceite esencial generalmente es una mezcla de compuestos.

Algunas de las muchas aplicaciones de los aceites esenciales son las siguientes: Aplicación como aromatizantes, alcoholaturas, perfume, Elaboración de un shampoo para cabello, de una crema vinílica con olor para los tableros de los automóviles, de un desengrasante para pisos o alfombras o de una pastilla para baño.

El color amarillo o anaranjado de las naranjas en la piel, la pulpa y el zumo se debe a la fracción de carotenoides que tienen. Los carotenoides son una subclase de terpenos (pigmentos) que otorgan el color a muchas frutas y verduras amarillas, naranjas y rojas. El componente más abundante de la corteza de la naranja es el limoneno (95% aproximadamente), que es un hidrocarburo terpénico monocíclico. Los componentes que dan la calidad y aroma son oxigenados, principalmente aldehídos y cetonas, alcoholes y ésteres. Realmente, el aceite esencial de corteza de naranja puede considerarse como una disolución de un 5% de compuestos oxigenados aromáticos en limoneno y otros hidrocarburos. Estos son en su mayoría terpenos y sesquiterpenos.

Los aldehídos contribuyen, de modo principal, al aroma típico del aceite esencial. Son importantes el neral y el genaral, cuya mezcla se designaba como citral. Entre las cetonas son interesantes la carvona, la piperona y la nootkatona. Se han encontrado muchos alcoholes alifáticos, saturados e insaturados, como el metanol, n-hexanol, etc. Algunos de estos alcoholes se encuentran también en forma de ésteres fórmicos, acéticos y butíricos. El butirato de etilo parece contribuir mucho al aroma típico de la naranja.

El aceite esencial de naranja se puede obtener de varias maneras:

- a) Destilación por arrastre de vapor. Este método produce la cocción de la cáscara y no rompe los sacos oleíferos que contienen el aceite esencial para lograr arrastrarlo.
- b) Destilación al vacío. Se obtiene poca cantidad de aceite.
- c) Extracción por destilación al vacío. Se somete a un proceso de raspado de cáscaras y se produce una emulsión. Se lleva a cabo la destilación fraccionada y se obtiene un aceite con características organolépticas de baja calidad.



- d) Extracción por presión. Al aumentar la presión de extracción se destroza la cáscara y se produce una mezcla de esencia con jugo. Si se disminuye la presión, el aceite contenido en los sacos oleiféricos no sale.
- e) Extracción con éter. Presenta una alta volatilidad, se tiene un costo extra para enfriar el éter, el rendimiento es bajo y el aceite de baja calidad.
- f) Extracción con etanol. El agua de enfriamiento es suficiente, se obtiene aceite calidad excelente y las características organolépticas son buenas.

En este proyecto se decidió utilizar la opción (f) debido a las buenas características de obtención del aceite esencial.

El aceite esencial se debe guardar en un frasco ámbar, para evitar posteriores oxidaciones con la luz y el aire. Los aceites esenciales no deben ser ingeridos, ni aplicados sobre las mucosas y los ojos. Tenerlos alejados de los niños. Algunos aceites pueden ser irritantes para las pieles sensitivas (en particular los aceites “picantes”). Entonces es recomendado no aplicar los aceites puros sobre la piel sino diluidos en aceite vegetal (almendra, avellana). Algunos aceites son fotosensibilizantes (cítricos: naranja, petitgrain). Después de la aplicación de estos aceites, no exponerse al sol.

Para extraer aceite de las cáscaras de naranja, se necesita que los frutos hayan alcanzado un grado suficiente de maduración, estén sanos y sean del tamaño adecuado. Muchos factores influyen y afectan las características de las frutas cítricas y por consiguiente, en la composición del aceite esencial, desde las condiciones climáticas en el momento de la cosecha, la estructura y composición del suelo, hasta las prácticas de cultivos entre otras y una vez que se tiene la fruta se puede hacer énfasis en dos factores característicos primordiales que están relacionados y nos pueden afectar; la temperatura y el tiempo, ya que la combinación de ambos nos crean un estado de putrefacción el cual nos puede formar esporas u otros microorganismos dañinos. No es recomendable almacenar las cáscaras de las frutas cítricas sino tratarlas de inmediato y tenerlas listas para el proceso de extracción.

Inmediatamente después de la selección de cáscaras, deben ser lavadas e inmersas en lechada de cal, cuya la acción sobre las sustancias pépticas, evita el ataque de microorganismos provocadores de fermentaciones y putrefacciones de las cáscaras. Una vez que se tienen las cáscaras volteadas y debidamente lavadas, se exponen a la luz del sol. Este proceso de secado dura aproximadamente tres días para un secado óptimo entonces se empiezan a moler.

Las cáscaras secas y molidas, se recolectan y se colocan en costales. El equipo debe ser lavado con anticipación utilizando vapor e hipoclorito de sodio y enjuagado al final con agua destilada, y entonces se alimenta con el solvente, se colocan los costales



homogéneamente en el tanque extractor, y se sella con la tapa del tanque, quedando listo el equipo para comenzar la extracción.

Para la selección del solvente para el proceso de extracción, se pueden considerar varios solventes específicos para la extracción de los aceites esenciales de las frutas cítricas, entre los cuales podemos nombrar los siguientes: el éter, el isopropanol, el hexano, el metanol y el etanol. En algunos casos se había utilizado el éter en hojas de naranjo, pero su rendimiento es bajo dado su alta volatilidad. Por lo tanto la utilización de los solventes de este tipo de prácticas, dependerá de la utilización práctica que se le quiera dar al aceite que se va a obtener. El isopropanol, por ejemplo, es recomendado en la fabricación de perfumes debido a sus buenas propiedades aromáticas. El hexano también es un buen solvente en estas extracciones, sin embargo es más tóxico. El solvente recomendado es el etanol potable, por la gran variedad de aplicaciones que se pueden tener, incluso en alimentos. La inconveniencia es que es uno de los más caros.

La extracción sólido líquido consiste en la disolución de un componente (o grupo de componentes) que forman parte de un sólido, empleando un disolvente adecuado en el que es insoluble el resto del sólido, que denominará inerte.

Para llevar a cabo el proceso es necesario:

- El contacto del disolvente con el sólido a tratar, para disolver el componente soluble, o soluto.
- Separación de la disolución y el resto del sólido (con la disolución adherida al mismo).

La disolución separada se denomina flujo superior o extracto; recibiendo el nombre de refinado, flujo inferior o lodos el sólido inerte acompañado de la disolución referida por el mismo.

Los dos apartados anteriores constituyen un estadio, etapa o unidad de extracción, que recibe el nombre de ideal o teórica cuando la disolución correspondiente al flujo superior tiene la misma composición que la retenida por el sólido en el flujo inferior.

Por otro lado, la operación de destilación utilizada después de la extracción se aplicó porque no se puede llevar a cabo la recuperación del etanol en la columna de extracción. Se recupera en gran medida en la extracción pero se tiene que detener la recuperación para evitar que se quede sin materia el serpentín donde se calienta la mezcla con vapor. En la columna de destilación se logra la pureza deseada del aceite.

Este proceso utiliza fases de vapor y líquido, esencialmente a la misma temperatura y presión en las zonas que estas coexisten. Se utiliza el relleno aleatorio u ordenado y las bandejas de platos, para que dos fases entren en contacto íntimo. La alimentación que se debe separar en fracciones, se introduce en uno o más puntos a lo largo de la estructura de la columna. Debido a la acción diferente de la fuerza de gravedad entre la fase vapor y



liquida, el líquido fluye hacia abajo, cayendo en cascada de plato a plato, mientras que el vapor asciende por la columna, para entrar en contacto con el líquido en cada uno de los platos.

El líquido que llega al fondo de la columna se vaporiza parcialmente en un calderín que genera vapor recalentado que asciende por la columna. El resto de líquido se retira como producto de fondo. El vapor que llega a la parte superior de la columna se enfría y condensa como líquido en el condensador superior. Parte de este líquido regresa a la columna como reflujo, para proporcionar un caudal líquido. El resto de la corriente superior se retira como producto destilado.

La razón por la cual se usa destilación después de la extracción es porque no se puede llevar a cabo la recuperación del etanol en la columna de extracción. Se recupera en gran medida (30 litros) pero se tiene que detener la recuperación para evitar que se quede sin materia el serpentín donde se calienta la mezcla con vapor. En la columna de destilación se logra la pureza deseada del aceite ya que se logran destilar 1.96 litros más de etanol y finalmente nos quedaron 550ml de aceite en el fondo de la columna.

La columna de destilación utilizada tiene instalado un sistema electrónico el cual nos permitió observar perfiles de temperatura con respecto al tiempo gracias a termopares instalados en el fondo, en el domo y en el enfriador. La operación de destilación fue detenida al observar que la temperatura en el domo comenzó a subir, lo cual indica que se está rebasando la temperatura de destilado del etanol.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 Materia prima

Fueron utilizadas cáscaras de residuo, una vez extraído el jugo, y se procedió a separar la materia de interés del resto. Para esto, manualmente se les quito toda la parte interna (los gajos). La recolección de la materia prima para este proyecto se llevó a cabo en la ciudad de Guanajuato, donde se solicitó a dos negocios de jugos las naranjas que desecharían en un día, con lo que se consiguió 18 kg de cáscaras de naranja, cuyo peso seco fue 4 kg. El etanol fue usado como solvente.

Para evitar que continúe la degradación se lava la cascara y se pone a secar. En algunos casos se usa cal para matar bacterias y quitar el resto de gajos, dicho proceso se conoce como albedo y no debe durar mucho tiempo para evitar la degradación de nuestra materia de interés. Se colocaron las cascaras sobre una rejilla y con la parte externa de ésta hacia arriba. El tiempo de secado duró aproximadamente 5 días. Una vez seca la cáscara se



selecciona nuevamente aquella que no presente signos de degradación basándonos principalmente en su olor agradable y en el color de la cáscara. Esta segunda selección fue más rápida.

Antes de pasar a la siguiente etapa se trituraron las cascaras. La manera de hacer esto fue tapándolas con la misma bolsa y presionándolas hasta que se rompían, de esta manera disminuyen su tamaño y además se cuida que este no sea muy pequeño.

2.2 Extracción experimental

Para la extracción sólido-líquido se deben preparar costales de manta con medidas de aproximadamente 12 cm x 20 cm y se sellan lo mejor posible, evitando ensuciarlos para que el aceite obtenido no se vaya a contaminar. Se introduce en ellos la materia prima, una vez triturada la cascara, y se toma el peso de cada uno. La extracción se llevó a cabo en el laboratorio de Ing. Química. Se utilizó como solvente para la extracción alcohol etílico al 96 y se empleó vapor para calentar dicho solvente. Este solvente se evapora y pasa por el tanque extractor, donde arrastra el aceite esencial de la piel (corteza) de naranja (dentro de los costales de manta). El proceso se llevó a cabo aproximadamente en 2.5 horas. Después de este tiempo la extracción del aceite es mínima, esto se percibe cualitativamente por el color del extracto y cuantitativamente en el laboratorio de instrumental (medición de índice de refracción).

2.3 Recuperación del solvente

Terminado el proceso de extracción, se da paso a la recuperación del solvente en este mismo equipo. Se logra concentrar aún más la disolución extraída, así como la recuperación de gran parte del solvente utilizado.

2.4 Destilación experimental

La destilación es una de las operaciones básicas más importantes de la industria química y permite separar los componentes de una mezcla líquida en sustancias puras. El equipo de destilación utilizado fue el reactor multifuncional de 10 lt con sistema de adquisición de datos, ubicado en el laboratorio de Ing. Química. El equipo consiste de tres resistencias y agitador, además de una columna de empaques por donde pasa el vapor de etanol para ser condensado en el último condensador, que conduce al matraz en bola que recolecta el condensado. Aunque en el equipo de extracción fueron recuperados 30 litros de solvente, se detiene la recuperación para evitar que se quede sin producción el serpentín donde se calienta la mezcla con vapor. En la columna de destilación se logra la pureza deseada del aceite ya que se logran destilar 1.96 litros más de etanol y finalmente quedaron 550ml de aceite en el fondo de la columna.



3. RESULTADOS OBTENIDOS Y CÁLCULOS

3.1 Cáscaras de Naranja

Peso de las cáscaras húmedas: 20 kg. Sin embargo, después del secado sólo se obtuvo lo siguiente:

- Peso de las cáscaras de naranja secas, al iniciar la extracción: 4 kg
- El resto de las cáscaras presentaba degradación o presencia apenas visible de bacterias.

Ilustración 1. Datos experimentales para la extracción sólido-líquido

Tabla I. Datos experimentales después de la extracción sólido-líquido			
Costales chicos	W cáscaras + costales, gr	W costales, gr	W cascaras, gr
1	213.1	9.7	203.4
2	197.7	10.3	187.4
3	252.4	10.4	242
4	241.9	11.3	230.6
5	194.7	9.5	185.2
6	207.6	10.6	197
7	178	9.9	168.1
Costales grandes			
8	668.8	16.3	652.5
9	479.2	17	462.2
10	317	14.9	302.1
11	647.2	16.7	630.5
12	280.9	17.3	263.6
Total (gr)	3878.5	153.9	3724.6

Por lo que este peso faltante (para los 4 kg originales) de las cáscaras, es el transformado a esencia fue 275.4 gr de cáscara seca de naranja.



3.2 Servicios: Vapor

Datos de entalpía del vapor utilizado (de acuerdo a datos del Manual del Ing. Químico Perry)

Haciendo una conversión desde Btu/lb a Kcal/kg. Utilizamos el factor 2.326 para pasar de Btu/lb a KJ/kg y de ahí usamos el inverso de 4.184 para convertirlos en Kcal/kg.

Entalpía del vapor

$$\Delta H_{vapor} = 1005.53 \frac{BTU}{lb} * 2.326 = 2388.86 \frac{KJ}{kg} * \frac{1}{4.184} = 559.0016 \frac{Kcal}{kg}$$

$$\Delta H_{vapor} = 559.0016 \frac{Kcal}{kg}$$

3.3 Propiedades del Etanol y del vapor utilizado

Propiedades, constantes y fórmulas para calcular la densidad, obtenidas del Perry. Cálculos hechos en Excel.

$$T^{\circ}_{OH \text{ ebullición, etanol}} = 73.1 \text{ C} + 273 = 346.1 \text{ K}$$

$$\lambda_{OH \text{ v, etanol}} = 191.18 \text{ kcal/kg}$$

$$\lambda_{vapor \text{ utilizado}} = 559.0016 \text{ kcal/kg}$$

Calculando Cp para el etanol,

(C= Constantes obtenidas del Perry para el Etanol, y ejecutadas en Excel).

$$Cp_{OH} = C1 + C2*T + C3*T^2 + C4*T^3 + C5*T^4 = 0.71 \text{ kcal/ kg } ^{\circ} \text{ C}$$

$$Cp_{Etanol} = 0.71 \text{ kcal/kg C}$$

Calculando la densidad del alcohol,

$$\rho_{OH} = \frac{C1}{C2 \left[1 + \left(1 - \frac{T}{C3} \right)^{C4} \right]} \left[\frac{Kmol}{m^3} \right] * \frac{46.069 (PM)}{1E + 03} \left[\frac{gr}{cm^3} \right] = \frac{1.648}{0.27627 \left[1 + \left(1 - \frac{73.1+273}{513.92} \right)^{0.23331} \right]} = 0.7403 \frac{gr}{cm^3} \hat{=} \frac{Kg}{lt}$$

$$\square \square \text{ Etanol} = 0.7403 \text{ kg/lg}$$



3.4 Cálculos

- El volumen total recuperado de etanol (V_{TOHR}) es 31.96 l en el total de equipos (destilación + extracción).
- Volumen total (V_T , es la suma del volumen usado en el tanque de solvente más el usado en el tanque extractor) de etanol usado en la extracción, 34 l.
- Volumen usado en el tanque de solvente (V_{TS}), 19 l.
- Volumen usado en el tanque extractor (V_{TE}), 15 l.
- Se tuvieron 2.580 l como volumen inicial de producto a destilar (aceite de naranja de recuperación del proceso de extracción).
- Del reactor multifuncional se obtuvieron 550 ml de esencia
- En el reactor multifuncional existió una pérdida de 70 ml.
- En la operación de extracción existió una pérdida de 1.42 lt de etanol.

Cálculo calor sensible ganado por el solvente

$$Q_s = \rho V_T C_p (T_{\text{ebullición}} - T_{\text{inicial}})$$

$$Q_s = 0.7403 \text{ kg/l} * 34 \text{ l} * 0.710 \text{ kcal/kg } ^\circ\text{C} * (73.1 - 23)^\circ\text{C} = 895.33 \text{ kcal}$$

Cálculo del gasto del solvente recuperado en el equipo extractor

$$Q = \text{Volumen recuperado/tiempo de operación en la recuperación}$$

$$Q = \frac{30 \text{ l}}{2.5 \text{ hr}} = 12 \text{ l/hr}$$

$$Q_{\text{extracción}} = 12 \text{ lt/hr}$$

Cálculo del gasto del solvente evaporado (y condensado) en el Reactor multifuncional con destilación.



$$Q = (\text{Volumen recuperado})/(\text{tiempo de operación destilación})$$

$$Q = \frac{1.96 \text{ l}}{3 \text{ hr}} = 0.653 \text{ l/hr}$$

$$Q_{\text{destilación}} = 0.653 \text{ lt/hr}$$

Cálculo del solvente total evaporado recuperado durante la operación de extracción (tiempo total de operación= 5.5 hr) :

$$M_{\text{extracción}} = Q_{\text{extracción}} * \rho_{\text{etanol}} * t_{\text{total de operación extracción}}$$

$$M = 12 \frac{\text{l}}{\text{hr}} * 0.7403 \text{ kg/l} * 5.5 \text{ hr} = 48.86 \text{ kg}$$

$$M_{\text{extracción}} = 48.86 \text{ kg etanol}$$

Cálculo del calor latente ganado por el solvente:

$$Q_L = M * \lambda_{v1} = 48.86 \text{ kg} * 191.18 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 9341.05 \text{ kcal}$$

Cálculo del calor total ganado por el solvente:

$$Q_T = Q_L + Q_s = 895.33 + 9341.05 \text{ kcal} = 10\ 236.33 \text{ kcal}$$

Cálculo del calor total cedido por el vapor:

El vapor que se usa para evaporar el solvente se condensa al transferir la energía. Este vapor condensado se obtiene desde el intercambiador de calor y se mide (28.6 lt por la operación de extracción).

$$Q_{T\text{vapor}} = \rho_{\text{vapor}} * V_{\text{vapor condensado}} * \rho_{\text{vapor utilizado}}$$

$$Q_{T\text{vapor}} = \rho_v * V_{\text{cond vapor, cv}} * \lambda_v = 1 \frac{\text{kg}}{\text{lt}} * 28.6 \text{ lt} * 559.0016 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 15,987.45 \text{ kcal}$$

Cálculo del calor total perdido:

$$Q_{pv} = Q_{T\text{vapor}} - Q_T = 15\ 987.45 - 10\ 236.33 = 5751.12 \text{ kcal}$$

Cálculo del porcentaje de pérdida de calor:

$$\% \text{ pérdida de calor} = \frac{5751.12}{15987.47} * 100 = 35.97\%$$

Flujo de vapor consumido por hora de solvente:



$$C_{HV} = \frac{\rho * V_{cv}}{t_{operación\ total}} = \frac{1 \frac{Kg}{lt} * 28.6\ lt}{5.5\ hr} = 5.2 \frac{kg}{hr}$$

Cálculo del porcentaje del peso extraído

$$\% W = \frac{(4 - 3.724)kg}{4\ kg} * 100 = 6.9\% \text{ del peso total de cáscaras representa la esencia obtenida.}$$

Cálculo del % total de solvente recuperado (etanol)

$$\% V_{OH} = \frac{V_{TOHR}}{V_{TS} + V_{TE}} = \frac{31.96}{19 + 15} = 94\%$$



Ilustración 2. Apariencia de la esencia obtenida

4. ELABORACION DE ECOLIMPIADOR

La esencia de naranja es excelente para quitar grasa y manchas por lo tanto se considero usarlo para crear un ecolimpiador; para fabricarlo utilizamos las siguientes proporciones:

- 800 ml vinagre
- 180 ml alcohol (96%)
- 15 ml aceite esencial de naranja (150 gotas)
- 5 ml aceite esencial de limón (50 gotas)
- Aplicación: 1 tapón/cubo agua



Ilustración 3. Producto ecolimpiador de sarro



5. CONCLUSIONES

- La elaboración del aceite esencial tomo aproximadamente dos semanas.
- El 6.9 % del peso inicial seco, en la extracción, se obtuvo como aceite esencial.
- Finalmente se obtuvieron 550 ml de esencia y se recupero el 94% de etanol que puede ser reciclado.
- Se obtuvieron buenos resultados; las características del aceite son las adecuadas para la aplicación al ecolimpiador de aceite de naranja.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Mauricio Campos Sánchez
Tesis Ing. Químico
“Modificaciones al equipo de extracción sólido-líquido del laboratorio de Ing. Química para extracción de aceites esenciales de frutas cítricas”
Guanajuato, Gto. México, 2001
2. Arturo Medina Gasca
Tesis Ing. Químico
“Proceso para la extracción del aceite esencial de corteza de naranja”
Guanajuato, Gto., México, 1984
3. http://www.alkimiaesenciasflorales.com/catalog/product_info.php?cPath=80&products_id=1847
4. Perry. "Manual del Ingeniero Químico". 6ª Edición. Ed. McGraw-Hill. México 1992