

# **ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL**

## **Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas**

Modelado y simulación de un proceso de extracción del aceite esencial del  
Ylang Ylang, mediante destilación con arrastre de vapor

### **PROYECTO INTEGRADOR**

Previo la obtención del Título de:

**Ingeniero Químico**

Presentado por:

Juan José Álava Intriago

Christian Jesús Cabezas Guzhñay

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2019

## DEDICATORIA

El presente proyecto lo dedico a mis padres por su apoyo incondicional y a cada una de las personas que permanecieron en este largo proceso apoyándome en todo momento.

Juan José Álava

El presente proyecto quisiera dedicárselo a mis padres, a mi hermano y a mi hermana por su siempre contar con su apoyo y palabras de aliento durante el proceso de elaboración del proyecto, así como durante la carrera.

Christian Jesús Cabezas

# AGRADECIMIENTOS

Nuestro más sincero agradecimiento a cada uno de los profesores que nos formaron a lo largo de este camino y que de alguna manera dejaron una huella en nosotros.

A nuestra tutora y cotutor, por su guía, asesoramiento, paciencia y exigencia a lo largo del proyecto.

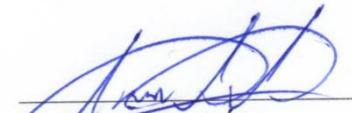
A cada persona parte del personal de la empresa que nos abrió las puertas para la ejecución del proyecto y que hicieron posible la realización de esta investigación.

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


Gracias ...totales.

## DECLARACIÓN EXPRESA

“Los derechos de titularidad y explotación, nos corresponde conforme al reglamento de propiedad intelectual de la institución; *Juan José Álava Intriago* y *Christian Jesús Cabezas Guzhñay* damos nuestro consentimiento para que la ESPOL realice la comunicación pública de la obra por cualquier medio con el fin de promover la consulta, difusión y uso público de la producción intelectual”

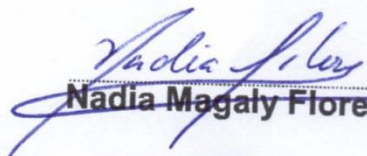


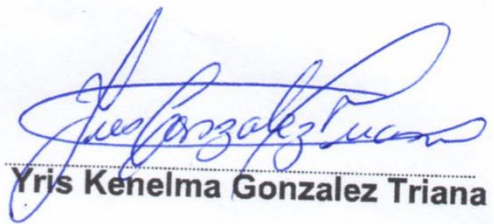
Juan José Álava  
Intriago

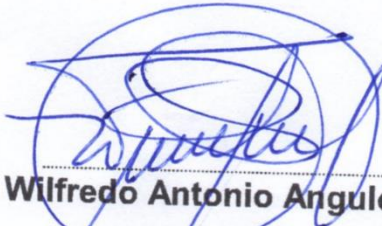


Christian Jesús Cabezas  
Guzhñay

## EVALUADORES

  
Nadia Magaly Flores Manrique  
PROFESOR DE LA MATERIA

  
Yris Kenelma Gonzalez Triana  
PROFESOR TUTOR

  
Wilfredo Antonio Angulo Sánchez  
PROFESOR COTUTOR

## RESUMEN

La obtención de aceites esenciales mediante destilación por arrastre de vapor es un proceso que se ha dado de manera muy empírica a través de la historia. Dado a la incidencia en la sociedad actual por su aplicación en el ámbito farmacológico, cosmético, alimentario entre otros este proceso cada vez adquiere mayor interés en el medio. En este marco, las nuevas tendencias de desarrollo proponen mejoras en los procesos basados en la estandarización y tecnificación de estos. En tal sentido, en este trabajo se desarrolló una metodología para la obtención de un modelado y su solución mediante el método modular secuencial donde se escribirán y resolverán todas las ecuaciones de balance obtenidas en cada etapa u operación del proceso basados en la simulación del proceso de una planta de extracción de aceites esenciales. Los resultados del rendimiento del proceso obtenidos durante la simulación muestran concordancia con los datos experimentales arrojando valores de entre 10 a 12 mL de aceite de Ylang Ylang obtenido por Kilogramo de materia prima alimentado. Las variables de interés mostradas en este estudio abarcan: reciclo, pérdidas de calor, humedad, flujo de vapor y altura de lecho y condiciones de vapor. Se tiene que a mayor cantidad de reciclo, menos pérdida de calor del sistema hacia los alrededores y menor humedad de la materia prima vegetal recibida se obtiene mayor rendimiento. Por otro lado, la altura y flujo de vapor a pesar de no registrar mayor influencia sobre el rendimiento, si lo tienen sobre los tiempos de operación del proceso. Sin tomar en consideración el reciclo y controlando dichas variables los rendimientos pueden aumentar en un 2,93%.

**Palabras clave:** Ylang Ylang, Aceites esenciales, Extracción, Rendimientos.

## ***ABSTRACT***

Obtaining essential oils by steam distillation is a process that has occurred very empirically throughout history. Given the incidence today for its application in the pharmacological, cosmetic, food field, among others, this process is becoming increasingly interested in the environment. Within this framework, the new development trends propose improvements in the processes based on their standardization and technification. In this sense, in this work a methodology was developed to obtain a modeling and its solution by means of the sequential modular method where all the balance equations obtained in each stage or process operation will be written and solved based on the simulation of the process of an essential oil extraction plant. The results of the process performance obtained during the simulation show agreement with the experimental data, yielding values of between 10 and 12 mL of Ylang Ylang oil obtained by Kilogram of fed raw material. The variables of interest shown in this study include: recycling of the process, loss of heat from the system, moisture of the raw material, steam flow, bed height, and steam conditions. On the other hand, the greater the amount of recycling, the less heat lost from the system to the surroundings and the lower humidity of the vegetable raw material received, the greater the yield. Finally, the height and flow of steam despite not having a greater influence on performance, they do have it on the operating times of the process. Without considering recycling and controlling these variables, yields can increase by 2.93%.

**Keywords:** Ylang Ylang, Essential oils, Extraction, Yields

# ÍNDICE GENERAL

RESUMEN .....	I
ABSTRACT .....	II
ÍNDICE GENERAL .....	III
ABREVIATURAS .....	VI
SIMBOLOGÍA.....	VII
ÍNDICE DE FIGURAS .....	IX
ÍNDICE DE TABLAS .....	XI
CAPÍTULO 1 .....	1
1. Introducción.....	1
1.1 Descripción del problema .....	1
1.2 Justificación del problema .....	2
1.3 Objetivos .....	3
1.3.1 Objetivo General.....	3
1.3.2 Objetivos Específicos.....	3
1.4 Marco teórico .....	4
1.4.1 Ylang Ylang .....	4
1.4.2 Aceites Esenciales.....	4
1.4.3 Extracción de aceites esenciales .....	5
1.4.4 Modelado.....	7
1.4.5 Simulación .....	8
CAPÍTULO 2 .....	16
2. METODOLOGÍA.....	16
2.1 Definir el Sistema a Modelar .....	16
2.1.1 Descripción y Diagrama de Proceso .....	16
2.1.2 Nivel de Detalle.....	18
2.1.3 Sistema de Proceso.....	19



2.1.4	Definición de compuestos .....	19
2.1.5	Selección del método termodinámico .....	20
2.2	Formulación del Modelo .....	20
2.2.1	Principios de Conservación.....	20
2.2.2	Ecuaciones Dinámicas de Balance .....	21
2.2.3	Parámetros, Variables y Constantes .....	21
2.2.4	Ecuaciones Constitutivas .....	22
2.3	Resolución del Modelo .....	22
2.3.1	Verificación de grados de libertad .....	22
2.3.2	Solución del Modelo.....	23
2.3.3	Calibración del Modelo .....	23
2.4	Diseño de Experimentos .....	24
2.4.1	Diseño Factorial $2^k$ con punto central.....	24
2.4.2	Diagnóstico del proceso.....	24
2.4.3	Identificación de variables.....	25
2.5	Validación del Modelo .....	25
CAPÍTULO 3 .....		26
3.	RESULTADOS Y ANÁLISIS .....	26
3.1	Definición del sistema a modelar.....	26
3.2	Formulación del modelo .....	30
3.3	Resolución del modelo .....	30
3.3.1	Calibración del modelo .....	32
3.4	Evaluación.....	34
3.4.1	Diagnóstico del proceso.....	34
3.4.2	Diseño de Experimentos.....	36
3.5	Validación del modelo .....	43
CAPÍTULO 4 .....		50

4. Conclusiones Y Recomendaciones .....	50
Conclusiones .....	50
Recomendaciones .....	52
BIBLIOGRAFÍA .....	53
APENDICES .....	55
APÉNDICE A .....	55

## **ABREVIATURAS**

ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
ISO	International Organization Standardization
MESH	Materia, Energía, Sumatorias y Entalpías
UNIFAC	Universal Functional Activity Coefficient
PID	Piping and Instrumentation Diagram

## SIMBOLOGÍA

<b>S</b> .....	Factor de desorción
<b>K</b> .....	Constante de equilibrio
<b>V</b> .....	Flujo molar de vapor neto
<b>L</b> .....	Flujo molar de Líquido neto
<b>F</b> .....	Flujo molar de alimentación
<b>U</b> .....	Flujo molar de Corriente líquida lateral
<b>W</b> .....	Flujo molar de Corriente gaseosa lateral
<b>H</b> .....	Entalpía
<b>x</b> .....	Fracción molar en la fase líquida
<b>y</b> .....	Fracción molar en la fase gaseosa
<b>z</b> .....	Fracción molar de la alimentación
<b>Q</b> .....	Flujo de calor
$\lambda_M$ .....	Calor Latente de vaporización de la mezcla
<b>m<sub>v</sub></b> .....	Flujo másico de la corriente de vapor
<b>Cp<sub>L</sub></b> .....	Calor específico de la fase líquida
$\Delta T$ .....	Diferencia de Temperatura
<b>m<sub>agua</sub></b> .....	Flujo másico del agua de enfriamiento
<b>Cp<sub>agua</sub></b> .....	Calor específico del agua
<b>L<sub>1</sub></b> .....	Primera corriente líquida que abandona el separador
<b>L<sub>2</sub></b> .....	Segunda corriente líquida que abandona el separador
$\gamma$ .....	Coefficiente de actividad
$\phi$ .....	Coefficiente de fugacidad
<b>z</b> .....	Factor de compresibilidad
<b>P</b> .....	Presión del sistema
<b>v</b> .....	Volumen
<b>n</b> .....	Número de moles
<b>T</b> .....	Temperatura
<b>R</b> .....	Constante Universal de los gases ideales
<b>i</b> .....	Componente
<b>j</b> .....	Etapas
<b>g</b> .....	Condición de vapor saturado

- o ..... Referencia
- r ..... Rocío

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Flor de Ylang Ylang. (Fleurs, 2019) .....	4
Figura 1.2 Diagrama de destilación por arrastre de vapor. (Chamomile, 1996).....	6
Figura 1.3 Etapas a seguir para elección de termodinámica empleada. (Carlson, 1996).....	9
Figura 1.4 Absorbedor de gas. (Wankat, 2008) .....	10
Figura 1.5 Etapa general de equilibrio. (Wankat, 2008) .....	11
Figura 2.1 Diagrama de tareas para la obtención de modelo.....	17
Figura 2.2 Estructura de un diseño de experimentos. (Montgomery, 2004) .....	24
Figura 3.1 PID del sistema abarcado por la caldera. ....	26
Figura 3.2 PID de la columna de destilación. ....	27
Figura 3.3 Diagrama de Simulación propuesto en Pro-II.....	28
Figura 3.4 Representación de ecuaciones en forma matricial. (Pro/II, 2019) .....	31
Figura 3.5 Perfil de flujo y temperatura en la torre de desorción .....	31
Figura 3.6 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 0, Caldera Grande.....	35
Figura 3.7 Diseño de experimentos propuesto. ....	38
Figura 3.8 Diseño de experimentos propuesto con variables significativas para la Tecnología 0. ....	39
Figura 3.9 Diseño de experimentos propuesto con variables significativas para la Tecnología 1. ....	40
Figura 3.10 Superficie de respuesta para volumen para la Tecnología 1. ....	42
Figura 3.11 Especificaciones de diseño: Controlador.....	45
Figura 3.12 Diagrama de barras del aumento del rendimiento en función de variables de interés .....	47
Figura 3.13 Análisis de sensibilidad: Rendimiento vs Recirculado. ....	48
Figura 3.14 Análisis de sensibilidad: Rendimiento vs Pérdida de calor con los alrededores.....	48
Figura 3.15 Análisis de sensibilidad: Rendimiento vs Eficiencia de platos.....	49
Figura 4.1 Distribución de la planta de extracción de aceites esenciales .....	55
Figura 4.2 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 0, Caldera pequeña.....	58

<b>Figura 4.3 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 1, Caldera Grande.....</b>	<b>59</b>
<b>Figura 4.4 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 1, Caldera Pequeña.....</b>	<b>60</b>
<b>Figura 4.5 Superficie de respuesta para volumen para la Tecnología 0 con término cuadrático.....</b>	<b>63</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1 Condiciones de equipos utilizados en el simulador .....	27
Tabla 3.2 Composición del Ylang Ylang .....	29
Tabla 3.3 Compuestos definidos y no definidos en PRO/II .....	29
Tabla 3.4 Condiciones de caso estudio .....	32
Tabla 3.5 Resultados de diagnóstico.....	34
Tabla 3.6 Correlaciones de flujo de vapor para cada tecnología y caldera operada. .....	36
Tabla 3.7 Definición de variables de interés para el diseño propuesto.....	36
Tabla 3.8 Resultados de experimentación.....	37
Tabla 3.9 Resultados de experimentación con punto central.....	37
Tabla 3.10 Correlación de Pearson: Coeficientes\probabilidades.....	38
Tabla 3.11 Análisis de regresión lineal .....	41
Tabla 3.12 Coeficientes de regresión y estadísticos asociados .....	41
Tabla 3.13 Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo III).....	41
Tabla 3.14 Condiciones bajo las que se operó el proceso.....	43
Tabla 3.15 Porcentaje de aceite en el sólido vegetal ingresado. ....	44
Tabla 3.16 Condiciones bajo las que se operó el proceso.....	45
Tabla 3.17 Análisis de sensibilidad respecto al rendimiento .....	46
Tabla 4.1 Propiedades de los componentes utilizados, en estado líquido. ....	56
Tabla 4.2 Propiedades de los componentes utilizados, en estado gaseoso .....	57
Tabla 4.3 Análisis de regresión lineal .....	61
Tabla 4.4 Coeficientes de regresión y estadísticos asociados .....	61
Tabla 4.5 Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo I) .....	61
Tabla 4.6 Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo III).....	62





# CAPÍTULO 1

## 1. INTRODUCCIÓN

### 1.1 Descripción del problema

Los procesos de destilación de aceites esenciales, históricamente se han caracterizado por ser un arte más que una ciencia, donde la experticia se antepone por sobre la fundamentación técnica. Por lo cual, el aprendizaje y manejo en esta industria se basa en la transferencia de conocimientos a través de generaciones, apoyados de experimentaciones llevadas a cabo durante los procesos. Esto involucra ciertas pérdidas reflejadas en el rendimiento del proceso expresado en términos del aceite esencial obtenido sobre la materia prima alimentada.

El procedimiento realizado para la obtención de aceites usualmente es la destilación por arrastre de vapor; donde el equipo utilizado puede variar de acuerdo con la región dependiendo de la tecnología propuesta. Esto sumado a la incidencia climatológica y geográfica sobre la calidad y rendimientos obtenidos denota que la forma de operar debe ajustarse para cada caso. Es por ello que, un país como Ecuador que cuenta con un clima tropical muy variable no puede compararse a países como Madagascar donde sus condiciones climatológicas se caracterizan por temperaturas bajas.

Las diferencias tecnológicas y climatológicas denotan particularidades que se pueden presentar para cada tipo de proceso, con lo cual se ve reflejado la necesidad de modelos teóricos que constituyan principios básicos. Esto permite comprender todos los fenómenos involucrados desde termodinámicos hasta procesos de separación. El modelo fijado posibilitará fijar parámetros de acuerdo con las condiciones presentadas y escenarios que puedan darse.

En la actualidad, el proceso de extracción de aceites mediante la destilación por arrastre de vapor carece de mecanismos de control e indicadores de la

productividad relacionados al consumo energético y al rendimiento de extracción. Para proponer mecanismos de control y mejoras en la productividad de aceites esenciales, se requiere una comprensión y predicción de los fenómenos que están involucrados en las operaciones unitarias que definen al proceso.

## **1.2 Justificación del problema**

Los aceites esenciales tienen una gran incidencia en el mercado internacional dado a su creciente uso como aditivos en productos de la industria alimenticia o perfumería, así como su implementación en el campo de la aromaterapia y medicina por las propiedades antiinflamatorias y anti microbiales que poseen.

Sin embargo, a pesar del desarrollo en la industria, el dominio de la tecnología es una de las causas que dificulta la precisión en cuanto a la descripción del proceso de extracción de aceites mediante destilación por arrastre de vapor se refiere, así como la falta de datos experimentales que apoyen los estudios teóricos realizados. (Sartor, 2011)

Actualmente, los procesos de obtención de aceites esenciales se encuentran en desarrollo y se analiza la viabilidad operacional de técnicas relativamente nuevas. Entre ellas se encuentran la extracción con fluidos supercríticos, extracción con solventes orgánicos y extracción mediante la destilación por arrastre de vapor. (Moncada et al, 2015)

No obstante, para efectos de este estudio se centrará en la destilación por arrastre de vapor como la más factible. Estas investigaciones tienen en común su enfoque hacia la mayor cantidad de aceite que pueda ser obtenido con respecto a la materia prima alimentada en términos de rendimiento. (Moncada et al, 2015)

En este orden de ideas, el modelado fenomenológico basado en leyes de conservación y equilibrios permite determinar el impacto de las variables de operación en el rendimiento y calidad de los productos, así como simular el

proceso. En este proyecto se desarrollará una propuesta para mejorar el proceso de extracción de aceites esenciales, identificando las variables de operación importantes que tienen impacto sobre el rendimiento del proceso.

Esta identificación estará basada en el modelado y la simulación del proceso de extracción unificando los conocimientos adquiridos con los resultados obtenidos en la práctica, demostrando la importancia de abrir estos sistemas empíricos hacia la demostración teórica. La obtención de un modelo matemático robusto significaría el uso idóneo de los recursos proporcionados, ajustando las variables a escenarios reales de producción basados en observaciones y consecuentes diagnósticos previamente realizados. (Álvarez, 2009)

En consecuencia, se establecen pautas que permitan a los operadores tener un conocimiento sólido que sustente el por qué en los cambios de producción basados en el entendimiento de los fenómenos presentados durante la operación del proceso y control de los mismos según la circunstancia presentada.

## **1.3 Objetivos**

### **1.3.1 Objetivo General**

Obtener un modelo para la simulación del proceso de extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre de vapor.

### **1.3.2 Objetivos Específicos**

- Definir el sistema a modelar, mediante una descripción detallada del proceso.
- Formular el modelo del sistema a través de los principios de conservación para la determinación de las variables, parámetros y constantes pertinentes del modelo.
- Resolver el modelo, empleando un software de programación para el posterior análisis de sensibilidad en función de las variables de estudio.
- Validar el modelo hacia un caso estudio para la comparación de los datos obtenidos con los datos experimentales del proceso.

## 1.4 Marco teórico

### 1.4.1 Ylang Ylang

La *Cananga odorata*, comúnmente conocida como Ylang Ylang, es una especie vegetal de origen de países orientales tales como la India, Filipinas o Indonesia, aunque con el tiempo se ha ido extendiendo hacia países de clima tropical de Sudamérica, cuyo árbol puede alcanzar una altura de 10 a 12 metros.

Posee flores que crecen en varios grupos auxiliares que pueden llegar a tener de 4 a 12 de estas cada uno con pétalos que van desde 3 a 8 de aproximadamente 8 cm de longitud. Su color característico dependerá de su madurez; sin embargo, en su edad adecuada de cosecha posee un color amarillo verdoso. El aceite esencial extraído de esta flor es muy requerido en la industria de perfumería, así como usada en el ámbito medicinal como la aromaterapia. (Megawati, and Saputra, 2012)



Figura 1.1 Flor de Ylang Ylang. (Fleurs, 2019)

### 1.4.2 Aceites Esenciales

Los aceites esenciales se definen como el producto extraído de determinada materia prima vegetal, ya sea mediante métodos de destilación con agua o por arrastre de vapor, destilación seca, o por procesos mecánicos desde el epicarpio de los cítricos (ISO 9235, 2013).

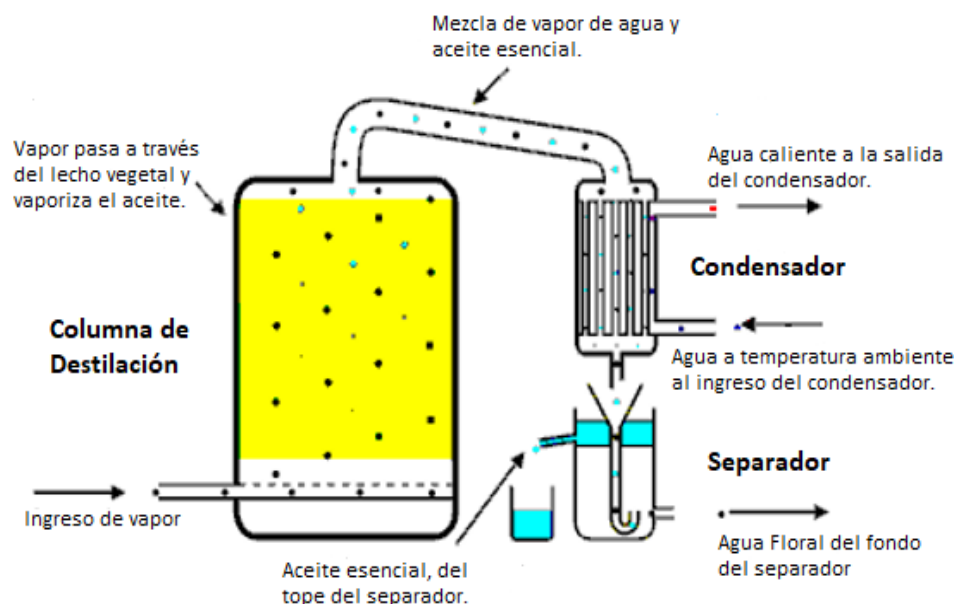
Las plantas son capaces de producir dos tipos de aceites entre los que se encuentran, aceites fijos compuestos por ésteres de glicerol y algunos ácidos grasos como lo son los triglicéridos. Por otro lado, están los aceites esenciales que a diferencia de los mencionados previamente son mezclas de algunos compuestos orgánicos y volátiles (Sirousmehr et al., 2014; Tisserand and Young, 2013).

Estos son mezclas multicomponentes usualmente de estructuras complejas e integrados por terpenos, compuestos orgánicos derivados del isopreno unidos a otras unidades poliméricas con grupos funcionales característicos; tales como alcoholes, aldehídos, ésteres entre otras que proporcionan propiedades físicas y químicas específicas a cada tipo de aceite, así como olores, sabores y fragancias característicos dependiendo de la fuente botánica de la que se extraiga. (Mohammad Moghaddam, 2017)

Los aceites esenciales son obtenidos frecuentemente mediante la destilación por arrastre de vapor de materia prima vegetal incluyendo las raíces, tallos, hojas o flores de esta. De acuerdo con estudios se ha demostrado que generalmente el aceite se localiza en los tricomas glandulares de algunas hojas. (Cerpa, 2007)

### **1.4.3 Extracción de aceites esenciales**

La extracción mediante la destilación por arrastre de vapor, establecido así por diferentes autores en investigaciones previas es la aproximación que comúnmente se destina al sistema de estudio.



**Figura 1.2 Diagrama de destilación por arrastre de vapor. (Chamomile, 1996)**

Este método de destilación se basa en el supuesto de que los aceites esenciales poseen una alta volatilidad en el vapor y son completamente insolubles en agua.

Se fundamenta en una corriente de vapor alimentada al equipo de destilación donde previamente se ubicó la materia prima a trabajar. Ésta reduce la presión parcial de los componentes del sistema permitiendo que el aceite en las hojas ebulle a temperaturas menores a las que lo harían normalmente evitando así alguna descomposición o degradación en la estructura química del aceite causada por alto grado de calentamiento, que pueda posteriormente verse influenciado en la calidad del producto.

El vapor de agua ingresado calentará la matriz para consecuentemente subir a través de la olla de destilación con el aceite extraído donde posteriormente se enfriará en un condensador, y así finalmente separarse en un florentino. (Moncada et al, 2015).

#### 1.4.4 Modelado

Los fenómenos inmersos pueden explicarse y comprenderse de mejor manera ya sea a través de un modelado matemático o con la ayuda de simuladores de procesos. Esto mediante elementos que contengan información clave para replicar características fundamentales, a través de una estructura y términos que a su vez se encuentran formados por constantes, parámetros y variables.

En consecuencia, un modelo puede definirse como una representación de un sistema de procesos determinada, ya sea fenomenológico, empírico, o una mezcla de ambos. (Álvarez et al, 2009)

Existen conceptos claves para la constitución de un modelado matemático, tales como:

- La definición de los sistemas de procesos, con lo cual se pueden aplicar al mismo todas las herramientas de representación y análisis de sistemas matemáticos existentes.
- El objetivo para el modelado, donde se expresa el alcance que se desea tenga el modelo de tal manera que sea capaz de predecir al menos una variable del proceso ante cambios de las variables de entrada.
- Finalmente, el criterio de evaluación, que permita corroborar la fidelidad del modelo propuesto con respecto al proceso real. (Álvarez et al, 2009)

De manera general, la solución de un modelo matemático se da mediante un algoritmo matemático, debido a la complejidad de las ecuaciones por la existencia de ecuaciones no lineales. Hay 2 métodos usados para la solución de las ecuaciones de un sistema de proceso: El método de resolución modular secuencial y el método de resolución por ecuaciones. (Felder, 2004)

Para el método modular secuencial utilizado en este estudio se escribirán y resolverán todas las ecuaciones de balance obtenidas en cada etapa u operación del proceso.



### **1.4.5 Simulación**

El simulador comercial escogido para este estudio es PRO II, el cual está diseñado para efectuar cálculos rigurosos de balance de materia y energía para distintos procesos químicos. En el mismo se pueden simular operaciones de separación mediante destilación.

Además de establecer el diagrama de procesos con las operaciones definidas y condiciones para cada bloque, existen puntos críticos en la simulación como lo son la definición de los compuestos, el método termodinámico, y la operación unitaria escogida.

#### **1.4.5.1 Definición de compuestos.**

La selección de compuestos dependerá del proceso a escoger y de la complejidad que se le quiera dar a la simulación. En ocasiones, existen compuestos químicos que por su complejidad o por su poca aplicación en procesos industriales, no se encuentran definidos dentro del simulador.

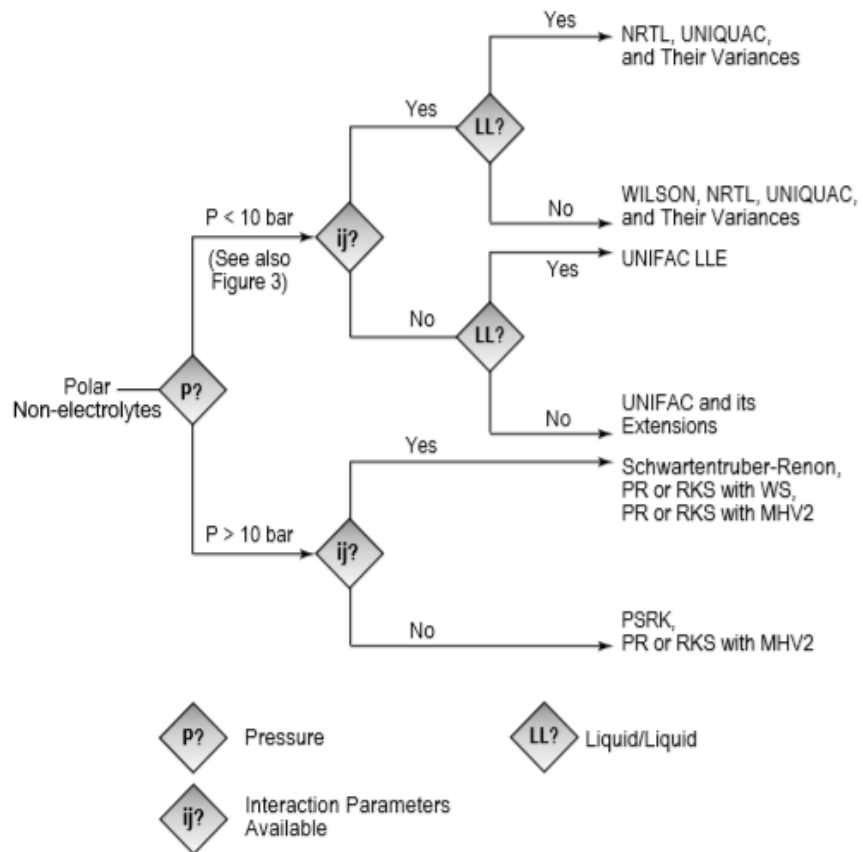
Existen dos vías para esta definición: compuestos definidos por el usuario mediante la descripción de su estructura; y definición mediante el ingreso de propiedades críticas y propiedades intrínsecas de la molécula; así como propiedades termodinámicas y de fenómenos de transporte, que sean dependientes de la temperatura.

En estos casos se procederá a definir el compuesto de interés, los cuales estarán en función de información relevante como las propiedades críticas, entalpías de formación, temperatura normal de ebullición y fusión, entre otras.

Para determinar parámetros de interacción y determinación de propiedades de transferencia de masa y calor, es importante presentar una estructura de la molécula de interés mediante un arreglo de grupos funcionales que permitan obtener, a partir de los enlaces de estos, propiedades dependientes de la temperatura como presión de vapor, conductividad térmica, capacidad calorífica, etc.

### 1.4.5.2 Termodinámica del proceso.

Dado a equilibrios presentes en el proceso de destilación, es muy importante la termodinámica utilizada para el modelado de este tipo de sistemas. El uso de una termodinámica adecuada para cada tipo de proceso se fundamente en una serie de pasos a seguir de acuerdo con las condiciones presentadas, como se puede observar en el siguiente árbol de decisiones. (Carlson, 1996)



**Figura 1.3 Etapas a seguir para elección de termodinámica empleada. (Carlson, 1996)**

Cada método termodinámico tiene asociado ecuaciones, los cuales permiten estimar o calcular los distintos parámetros de interacción de varias maneras y condiciones de presión o temperatura.

Dado a que la dependencia de esta se encuentra en función de la polaridad, presión, interacción, el método termodinámico debe ser acorde con las

condiciones de proceso encontradas en la producción de aceites esenciales, y de manera similar los compuestos utilizados deben ser acorde con la polaridad del método termodinámico.

### 1.4.5.3 Operaciones

#### Desorción

Los simuladores comerciales puede que no presenten entre sus opciones bloques de destilación por arrastre de vapor, sin embargo, existen otros bloques de destilación propuesta que, según las especificaciones que se asignen es posible obtener sistemas de separación con buenas aproximaciones a resultados requeridos. Entre ellos el sistema por desorción puede ser muy útil en cuanto a una simulación del proceso estudiado se refiere.

La desorción puede definirse como una operación unitaria en la que ocurre un proceso contrario al de la absorción, dado a que para este caso un gas disuelto en un líquido será arrastrado por un gas inerte, vapor para este caso, siendo eliminado del líquido. (Wankat, 2008)

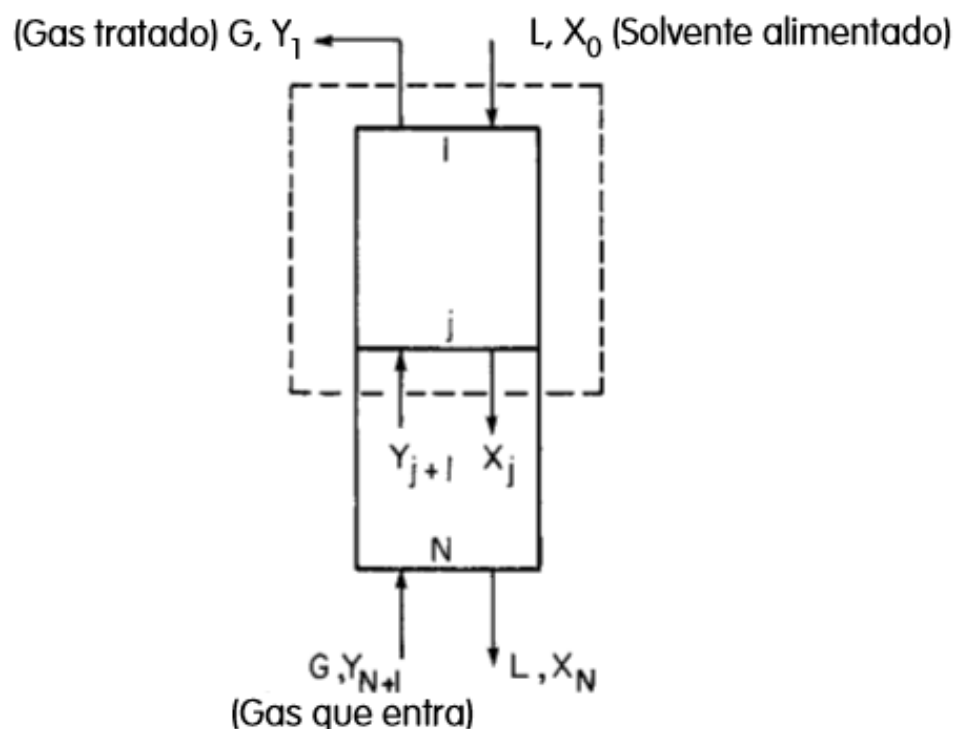


Figura 1.4 Absorbedor de gas. (Wankat, 2008)

Estas columnas, son menos complejas que las de destilación dado a que en ellas no existe la presencia de un condensador o rehedidor. (Wankat, 2008)

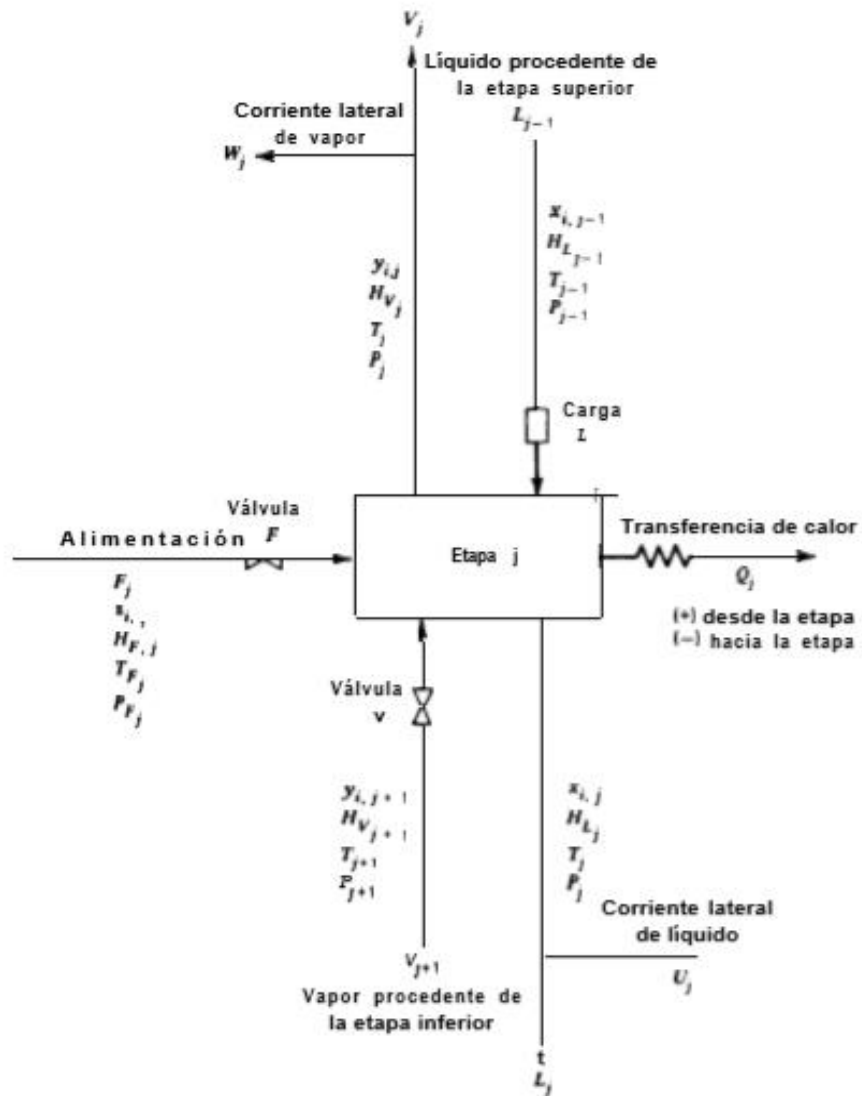


Figura 1.5 Etapa general de equilibrio. (Wankat, 2008)

Para cada etapa teórica general hay ecuaciones descritas en función de variables como las descritas en la figura previa. Se conocen como ecuaciones MESH. (Seader, 2000)

Primero es importante mencionar el factor de desorción, el cual se muestra en la ecuación 1.1:

$$S_j = \left( \frac{K_b V_j}{L_j} \right) \quad (1.1)$$

A continuación, se presentan las ecuaciones MESH:

1. Ecuaciones M. Balances de masa por componente (C ecuaciones para cada etapa).

$$M_{i,j} = L_{j-1}X_{i,j-1} + V_{j+1}Y_{i,j+1} + F_j z_{i,j} - (L_j + U_j)x_{i,j} - (V_j + W_j)y_{i,j} = 0 \quad (1.2)$$

2. Ecuaciones E. Equilibrio entre fases por componente (C ecuaciones para cada etapa).

$$E_{i,j} = y_{i,j} - K_{i,j}x_{i,j} = 0 \quad (1.3)$$

donde  $K_{i,j}$ , representa la relación de equilibrio entre fases.

3. Ecuaciones S. Sumatorios de fracciones molares (una para cada etapa).

$$(S_y)_j = \sum_{i=1}^c y_{i,j} - 1.0 = 0 \quad (1.4)$$

$$(S_x)_j = \sum_{i=1}^c x_{i,j} - 1.0 = 0 \quad (1.5)$$

4. Ecuación H. Balance de energía (uno para cada etapa).

Donde:

$$H_j = L_{j-1}H_{L_{j-1}} + V_{j+1}H_{V_{j+1}} + F_j H_{F_j} - (L_j + U_j)H_{L_j} - (V_j + W_j)H_{V_j} = 0 \quad (1.6)$$

Para la que se ignoran las variaciones de energía cinética y potencial.

El algoritmo de resolución proporcionado por el simulador para el bloque “Distillation” se conoce como “Inside / Out”, debido a su lazo externo e interno conformado por ecuaciones de balance de energía y masa, propiedades termodinámicas y de equilibrio.

El algoritmo resuelve el sistema de ecuaciones mediante una matriz diagonal, de donde se definen los parámetros B y C en función de las constantes de equilibrio y flujos, mostrados en la ecuación 1.7 y 1.8

$$B_{ij} = \left(1 + \left(\frac{LSS}{L}\right)_j\right) + \left(\frac{K_{ij}V_j}{L_j}\right)\left(1 + \left(\frac{VSS}{V}\right)_j\right) \quad (1.7)$$

$$C_{ij} = -\left(\frac{K_{ij+1}V_{j+1}}{L_{j+1}}\right) \quad (1.8)$$

Además de la operación unitaria mencionada, existen un cúmulo de operaciones inmersas que rodean el proceso como se detallan a continuación:

#### **Intercambiador de calor:**

En el intercambiador de calor existe un fenómeno de cambio de fase, donde la corriente previamente calculada por la torre de desorción pasa de estado gaseoso a estado líquido. Para el cálculo del equipo en PRO/II se utiliza el balance de energía planteado en la ecuación 1.9:

$$Q = m_v(\lambda_M + Cp_L\Delta T) = m_{agua}Cp_{agua}\Delta T \quad (1.9)$$

#### **Separador Líquido-Líquido**

Representado a manera de un separador flash, su método de resolución se basa en las ecuaciones MESH, aplicado al equilibrio Líquido – Líquido:

La ecuación 1.10 y 1.11 muestran el balance de materia global y por componente

$$F = L_1 + L_2 \quad (1.10)$$

$$FZ_i = L_1x_{1i} + L_2x_{2i} \quad (1.11)$$

El equilibrio líquido-líquido se define con la ecuación 1.12

$$x_{1i} = \frac{K_{2i}}{K_{1i}} x_{2i} \quad (1.12)$$

Las ecuaciones que corresponden a las sumatorias de las especies químicas presentes se presentan en la ecuación 1.13

$$\sum_{i=1}^n x_{1i} - \sum_{i=1}^n x_{2i} = 0 \quad (1.13)$$

Finalmente, el balance de energía realizado en el flash se aprecia en la ecuación 1.14

$$FH_f + Q = L_1H_{1i} + L_2H_{2i} \quad (1.14)$$

### Válvula de estrangulamiento

La válvula de estrangulamiento usada en PRO/II simula el cambio de presión que realiza el vapor antes de su alimentación a la columna. Dicho equipo trabaja adiabáticamente y con el ingreso de la presión de salida o caída de presión calcula la temperatura a la salida con una pérdida de calor de 0, como se muestra en la ecuación 1.15.

$$H_{1i} = H_{2i} \quad (1.15)$$

#### 1.4.5.4 Ecuaciones Constitutivas

UNIFAC Dortmund Modificada viene dada por la ecuación 1.16:

$$\ln \gamma_i^c = \ln \left( \frac{\phi_i'}{x_i} \right) + 1 - \frac{\phi_i}{x_i} - \frac{z}{2} q_i \left( \ln \frac{\phi_i}{\theta_i} + 1 - \frac{\phi_i}{\theta_i} \right) \quad (1.16)$$

Con:

$$\frac{\phi_i'}{x_i} = \frac{r_i^{3/4}}{\sum_j x_j r_j^{3/4}} \quad (1.17)$$

Para los balances de energía son necesarios las entalpías de los sistemas gaseosos, los cuales son definidos, como sigue en la ecuación 1.18

$$H = U + PV \quad (1.18)$$

Donde, a temperatura y presión constante, la energía interna y volumen se relacionan de acuerdo con la ecuación 1.19

$$dU = \left[ T \left( \frac{\delta P}{\delta T} \right) - P \right] dV \quad (1.19)$$

Donde la entalpía real se define, en función del factor de compresibilidad y entalpía ideal de la corriente, como se muestra a continuación

$$H = \int_V^{\infty} \left[ P - T \left( \frac{\delta P}{\delta T} \right)_{v,nt} \right] dV + RT(z - 1) + H^* \quad (1.20)$$

Donde  $H^*$  representa la entalpía ideal de una mezcla, y se define como:

$$H^* = \sum n_i h_i^o \quad (1.21)$$

Y el factor de compresibilidad que se describe como:

$$z = \frac{PV}{nRT} \quad (1.22)$$

El calor latente se lo define como la diferencia entre sus entalpías tanto de vapor como de líquido a la saturación, como se describen en las ecuaciones 1.23, 1.24 y 1.25:

$$\lambda_M = H_g - H_f \quad (1.23)$$

$$H_g = C_{pv}(T_R - T_o) \quad (1.24)$$

$$H_f = C_{pl}(T_B - T_o) \quad (1.25)$$

Los equilibrios se definen en función de una constante  $K$ , la cual se relacionan con las concentraciones en el equilibrio, como se muestra en la ecuación 1.12 previamente mencionada para el caso de líquido – líquido.

Y para el caso vapor- líquido, se relaciona mediante la ecuación:

$$K_i = \frac{y_i}{x_i} \quad (1.26)$$



# CAPÍTULO 2

## 2. METODOLOGÍA

El siguiente marco metodológico se describe siguiendo el diagrama de tareas en el cual se plantea la definición, formulación, resolución del modelo, un diseño de experimentos y la validación del modelo, las actividades a detalles de cada sección se muestran en la Figura 2.1. Este diagrama se ha diseñado para este trabajo a partir de las estrategias de modelado en base fenomenológica propuesta en el artículo de Álvarez, et al, 2009.

### 2.1 Definir el Sistema a Modelar

#### 2.1.1 Descripción y Diagrama de Proceso

Para el caso del proceso de extracción de aceites esenciales, su diagrama de flujo encasilla varios conceptos de ingeniería Química, desde equilibrios químicos hasta enfriamiento por intercambio de calor, las cuales son identificadas gráficamente y representadas en un diagrama de flujo. Se identificaron los principales equipos en el proceso en función de la operación unitaria que domina el equipo en cuestión.

Se mostraron y conocieron a detalle todas las corrientes del proceso, esto será de vital importancia a la hora de armar la descripción del proceso. Cabe recalcar que las corrientes de suministro, como vapor y agua de enfriamiento, fueron identificadas debido a la necesidad de una fuente de energía externa al proceso que ayudara a ceder o aprovechar energía.

La descripción del proceso, debe ser detallada y comprensible, proporcionando un adecuado entendimiento de manera general, como es tratada la materia prima y la transformación de esta en el producto final, que para el caso estudio propuesto es el aceite esencial. En él se encontrarán los equipos que se usaron en el diagrama de flujo, así como el recorrido de la materia prima, cambio de fase, proceso de separación o mezclado, hasta su disposición final y obtención del producto, cada etapa del proceso con sus respectivas condiciones de operación.

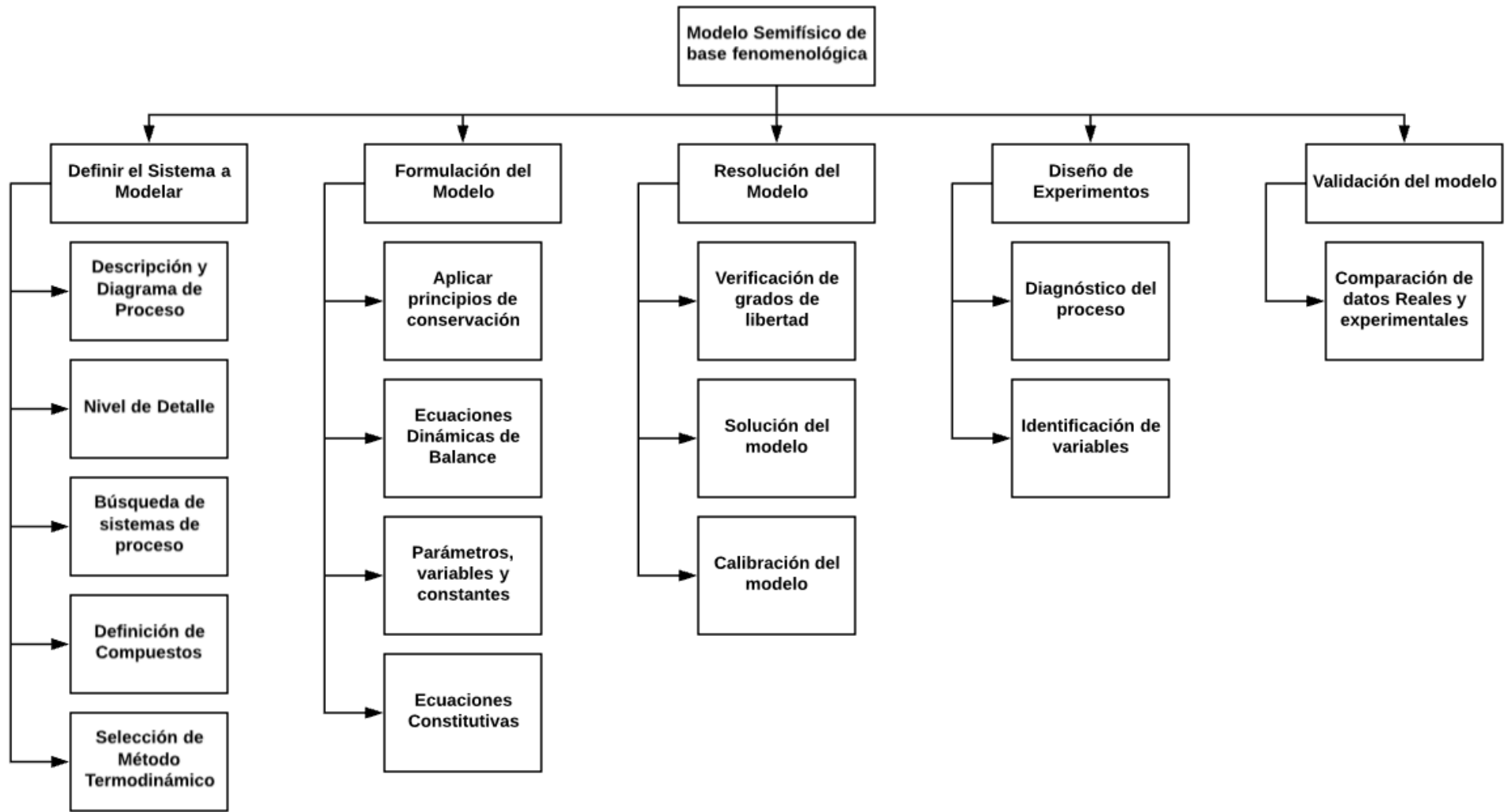


Figura 2.1 Diagrama de tareas para la obtención de modelo

### **2.1.1.1 Diagrama de Simulación**

La simulación del proceso de extracción de aceites esenciales fue la manera de representar este proceso mediante un modelo matemático y un programa computacional, que luego este se resolvió mediante un algoritmo matemático para la obtención de información relevante, como las variables de respuestas determinadas en el análisis del proceso.

Se hizo una aproximación al proceso de extracción con operaciones que se realizan en el simulador pero que no son realmente la operación que está ocurriendo. Dichos bloques son dominados por distintas ecuaciones que permitirán la solución del sistema que se plantea predecir.

### **2.1.2 Nivel de Detalle**

Dicho nivel de detalle está en función tanto de las características del proceso como de los resultados que se esperan cuando el modelo sea realizado. Se debe comprobar si existe homogeneidad en el sistema o regiones específicas para identificar posibles sistemas de procesos o particiones.

Con respecto al objetivo, en esta sección se define que variables son de mayor relevancia y como estas interaccionan entre sí, las que no son relevantes posiblemente puedan descartarse. El nivel de detalle se refiere al alcance que se quiere llegar tomando en cuenta las características importantes del sistema y el deseo del modelador.

En relación con el proceso, dicho alcance está en función de determinar el rendimiento del proceso de extracción del aceite esencial Ylang Ylang mediante destilación con vapor, de modo que, a partir de las variables independientes que se hayan escogido como relevantes, se permita estudiar su comportamiento y dar una mejora sobre el proceso a las condiciones establecidas por el análisis de su comportamiento.

### **2.1.3 Sistema de Proceso**

Se definirán cuantos sistemas procesos sean necesarios para facilitar el análisis de este, dichos sistemas fueron delimitados por fronteras que sirvieron para los posteriores cálculos de balances. Para la identificación de los sistemas de procesos de la extracción del aceite esencial, se tuvo en cuenta las siguientes consideraciones:

- Búsqueda de paredes, membranas que estén acompañadas de un proceso de separación física.
- Si existen distintas fases dentro de un mismo sistema de proceso, ya sea líquido, gaseoso o sólido, etc.
- Suponer límites arbitrarios cuando una porción del proceso requiera atención especial: capa límite.

Una vez definido los sistemas de proceso, cada uno de ellos se los representó de manera secuencial en el proceso. Para tal fin, se sugiere enlazar los bloques con flechas delgadas para los flujos de materia y flechas gruesas para los flujos de energía (térmica u otra), de modo que todas las interacciones e intercambios de materia, energía o cantidad de movimiento queden allí indicadas.

### **2.1.4 Definición de compuestos**

La selección de compuestos dependerá del proceso a escoger y de la complejidad que se le quiera dar a la simulación. Para el caso del proceso de extracción del Ylang Ylang, se obtuvieron los principales compuestos de los que está conformado el aceite esencial, aquellos compuestos pueden variar en cantidad y proporción.

Para efectos de simplificación se seleccionaron los compuestos de acuerdo con la base de componentes del simulador, los mismos fueron utilizados para el estudio del proceso de extracción del aceite esencial por arrastre de vapor.

#### **2.1.4.1 Compuestos Definidos por el usuario**

En ocasiones existen compuestos químicos que por su complejidad o por su poca aplicación en procesos industriales, no se encuentran definidos dentro del simulador. Dado que el aceite esencial del Ylang Ylang posee compuestos policíclicos,

aromáticos, terpenos cuya composición dentro de la matriz representan un porcentaje apreciable, en estos casos se procedió a definir el compuesto de interés.

Existen 2 vías para definir compuestos en el simulador, como se mencionó previamente, así que se definieron algunos compuestos considerando solamente las propiedades críticas y termodinámicas; y se definieron otros compuestos con la estructura molecular de los mismos, e inclusive una combinación de ambas vías.

### **2.1.5 Selección del método termodinámico**

La selección del método termodinámico para el caso de la simulación del proceso de extracción de aceite esencial es fundamental y crítico, ya que propiedades físicas faltantes o inadecuadas pueden alterar apreciablemente la precisión del modelo, causando problemas posteriores en la simulación.

Para la selección del método termodinámico, se siguió la metodología del árbol de decisiones propuesto por Carlson. Cabe recalcar que en el caso del Ylang Ylang, va a existir una interacción Líquido – Líquido – Vapor y Líquido – Vapor en diferentes etapas del proceso, de donde el método termodinámico permita calcular dichos parámetros a las condiciones establecidas para cada operación.

## **2.2 Formulación del Modelo**

### **2.2.1 Principios de Conservación**

Se plantean balances en estado transitorio sobre los sistemas de procesos identificados anteriormente, dichos balances pueden ser de masa, energía y cantidad de movimiento. Cabe recalcar que cada balance hecho va a depender del alcance o el nivel de detalle del modelo. Se van a hacer suposiciones dentro del sistema que de cierta manera simplificarán cálculos o ecuaciones, pero cada una de ellas deberán ser razonables y posteriormente comprobar si dicho supuesto es correcto. Se realizaron los balances en este sentido:

- Balance global de masa, si el sistema está en estado transitorio o se puede asumir una condición de estabilidad. La masa total del sistema podrá definirse en términos de variables como volumen, densidad para líquidos; presión si hablamos de gases.
- Balance por componente, se comprobará si estas cambian durante el proceso. Si existen cambios en dos o más componentes (En el caso del aceite esencial del Ylang Ylang), se deberán buscar relaciones entre ellas o un balance para cada especie química presente.
- Balance de energía global, puede ser considerado un sistema a partir de 2 etapas del proceso, o aquella etapa que ceda energía y otra que recibe energía.

### **2.2.2 Ecuaciones Dinámicas de Balance**

Con respecto a la destilación del aceite esencial Ylang Ylang se analizaron la relevancia de ciertas ecuaciones de conservación obtenidas por los distintos balances en cada uno de los equipos, y ver cuáles de ellas sirven o son acordes con el nivel de detalle del modelo, debido a que pueden ser redundantes o superfluas.

### **2.2.3 Parámetros, Variables y Constantes**

En esta sección se identificaron cuáles fueron las salidas necesarias para el estudio del proceso de extracción mediante destilación con vapor, que fue el rendimiento del proceso expresado en mL/Kg. Se identificaron las principales variables de entrada y perturbaciones que afectan al sistema de procesos determinado anteriormente.

Así mismo, se determinaron los parámetros importantes que se necesitan en el modelo, tales podrían ser las condiciones de operación y las constantes conocidas ubicadas en el sistema de proceso.

## **2.2.4 Ecuaciones Constitutivas**

Las ecuaciones constitutivas van a depender íntimamente del método termodinámico que se elija en la sección de identificación del modelo. Las ecuaciones constitutivas se referirán a fenómenos de transporte de masa, calor y momentum, así como relaciones de equilibrio o parámetros de interacción. Todo esto con el propósito de encontrar relaciones entre variables y parámetros de modo que se obtenga un sistema de ecuaciones e incógnitas consistente.

Para el caso del proceso del Ylang Ylang, se encuentran distintas fases en varias etapas del proceso, los cuales van de la mano con interacción Líquido – Vapor, Líquido - Líquido – Vapor, así como coeficientes de fugacidad y actividad que permitan obtener el equilibrio de las especies químicas a las condiciones de operación establecidas.

## **2.3 Resolución del Modelo**

### **2.3.1 Verificación de grados de libertad**

En cada sistema de proceso identificado, se determinan el número de incógnitas y de ecuaciones. Si los grados de libertad resulta ser tal, que el sistema está subespecificado, se necesitarán eliminar incógnitas, relacionándolos con otros o haciéndolos explícitos. Para esto se necesitaría una ecuación empírica o relación empírica que los relacione de alguna manera, lo cual entraría dentro de las ecuaciones constitutivas.

Para el caso del proceso de extracción del Ylang Ylang, se tomaron en cuenta las ecuaciones del marco teórico y se determinaron los grados de libertad de cada sistema propuesto. Si los grados de libertad son tal que el sistema es consistente y coherente, está listo para su resolución.

### **2.3.2 Solución del Modelo**

Como se mencionó en el marco teórico, el método mediante al cual se resuelve un modelo en un simulador es a través del modular. En el caso de la destilación por arrastre de vapor del Ylang Ylang, esta cuenta con una corriente de reciclo, la cual se resolverá con un procedimiento de prueba y error.

Se resolvieron las ecuaciones con el método Newton Raphson iterando hasta obtener los resultados que ofrece cada bloque correspondiente a la operación del proceso en el simulador.

Dado que el modelo resuelve de manera secuencial, por el reciclo mostrado en el diagrama de simulación, se da un valor inicial del reciclo y luego este resuelve las ecuaciones de cada bloque hasta llegar a un valor calculado de reciclo, y se comparan hasta que tengan una diferencia de  $\times 10^{-5}$  o dependiendo de la tolerancia dada.

### **2.3.3 Calibración del Modelo**

Se establecen casos de estudio de investigaciones previas, relacionadas al proceso de extracción de aceites esenciales que hayan sido elaborados en un simulador de interés. Dicha simulación deberá disponer de condiciones de operación las cuales sirvieron como guía para el proceso a condiciones reales

Se compararon los resultados obtenidos con las condiciones de un artículo de un caso base con la simulación real, de modo que esta fije la base para las especificaciones del proceso real. Se requerirán resultados para validar el modelo



## 2.4 Diseño de Experimentos

### 2.4.1 Diseño Factorial $2^k$ con punto central

Se ajusta a un modelo de primer orden (Lineal), agregando puntos centrales en el diseño  $2^k$ ; dichos puntos centrales sirven a manera de protección contra la curvatura de los efectos que pueden ocasionar interacciones entre los distintos niveles de los factores.

Para el caso del proyecto, la variable de salida o de respuesta será el rendimiento del proceso cuyas variables de entrada y perturbaciones se analizarán más adelante. La forma del diseño de interés se muestra en la figura 2.2

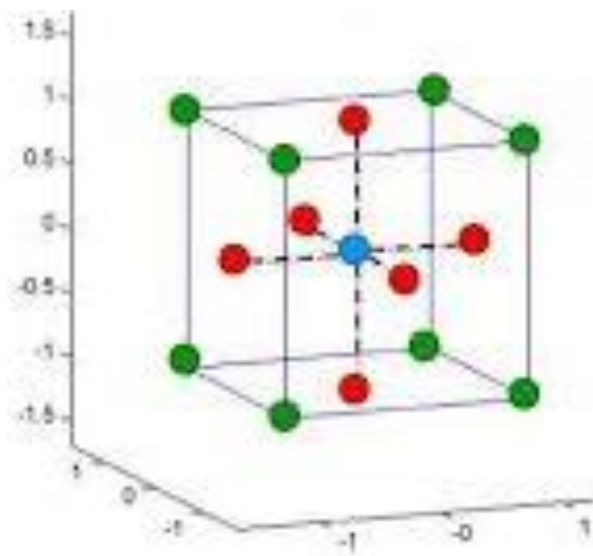


Figura 2.2 Estructura de un diseño de experimentos. (Montgomery, 2004)

### 2.4.2 Diagnóstico del proceso

Se realizó una evaluación y diagnóstico del proceso, en el que se identificaron las variables que los operarios ajustan antes o durante la operación de destilación con vapor. Se evidenciaron también las distintas perturbaciones que puede haber en el medio en el cual se desenvuelve el proceso.

Dado que este proceso se realiza desde que se cosecha la materia prima hasta el producto obtenido (Aceite esencial), pueden existir muchos factores que podrían ocasionar ruido o perturbaciones sobre el rendimiento del proceso.

### **2.4.3 Identificación de variables**

Las variables consideradas como relevantes para el proceso pueden o no ser tomadas como de entrada, esto dependerá de la capacidad del operario para poderla manipular. Se realizaron pruebas en un equipo piloto manejado únicamente por los experimentadores, variando solo una de las variables de interés, mientras las demás condiciones se encuentran iguales a lo largo de todo el proceso. Esto evidencia la poca o gran influencia que tiene la variable sobre el rendimiento del proceso y si es necesario considerarla en el modelo.

### **2.5 Validación del Modelo**

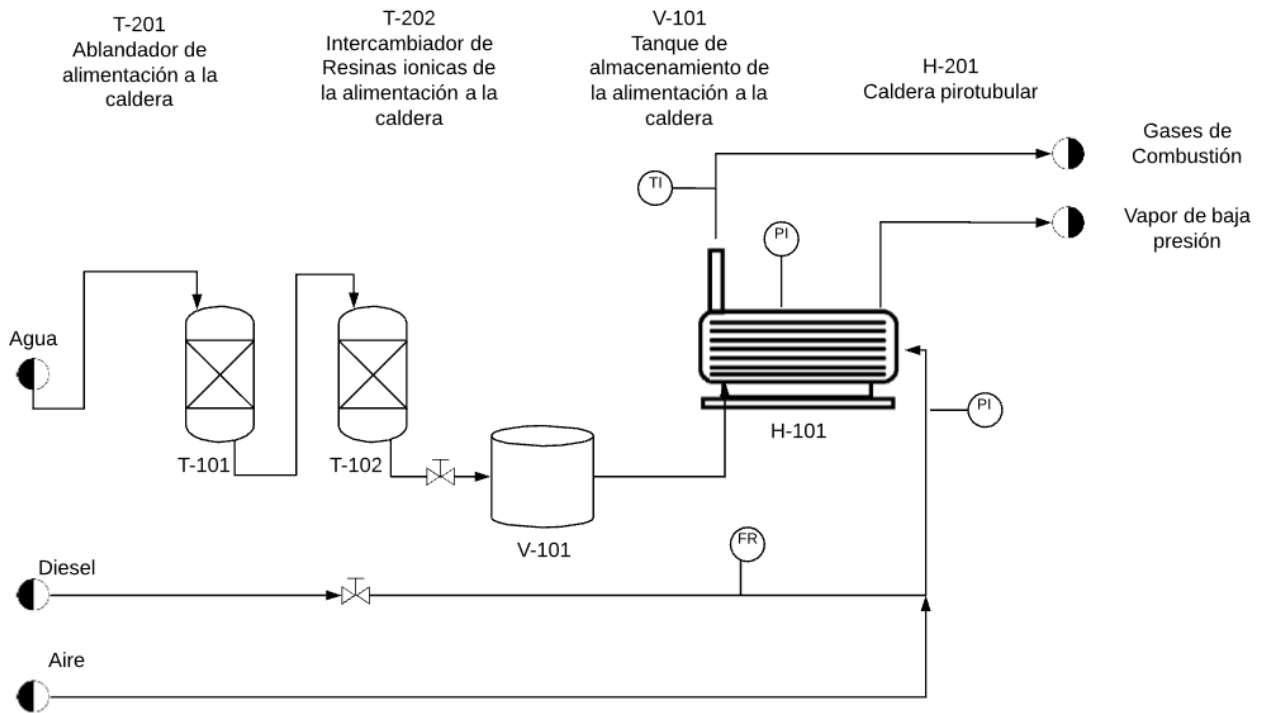
Con el modelo matemático ya resuelto, se verificó su desempeño comparando los valores calculados con los datos reales que fueron tomados del diagnóstico del proceso. Dichos valores fueron tomados a diferentes condiciones para darle al modelo una medida de alcance o nivel de generalización. Cabe recalcar que dichas condiciones deben estar especificadas o limitadas por un rango de aplicación o validez, acompañadas del error generado a la condición fijada.

# CAPÍTULO 3

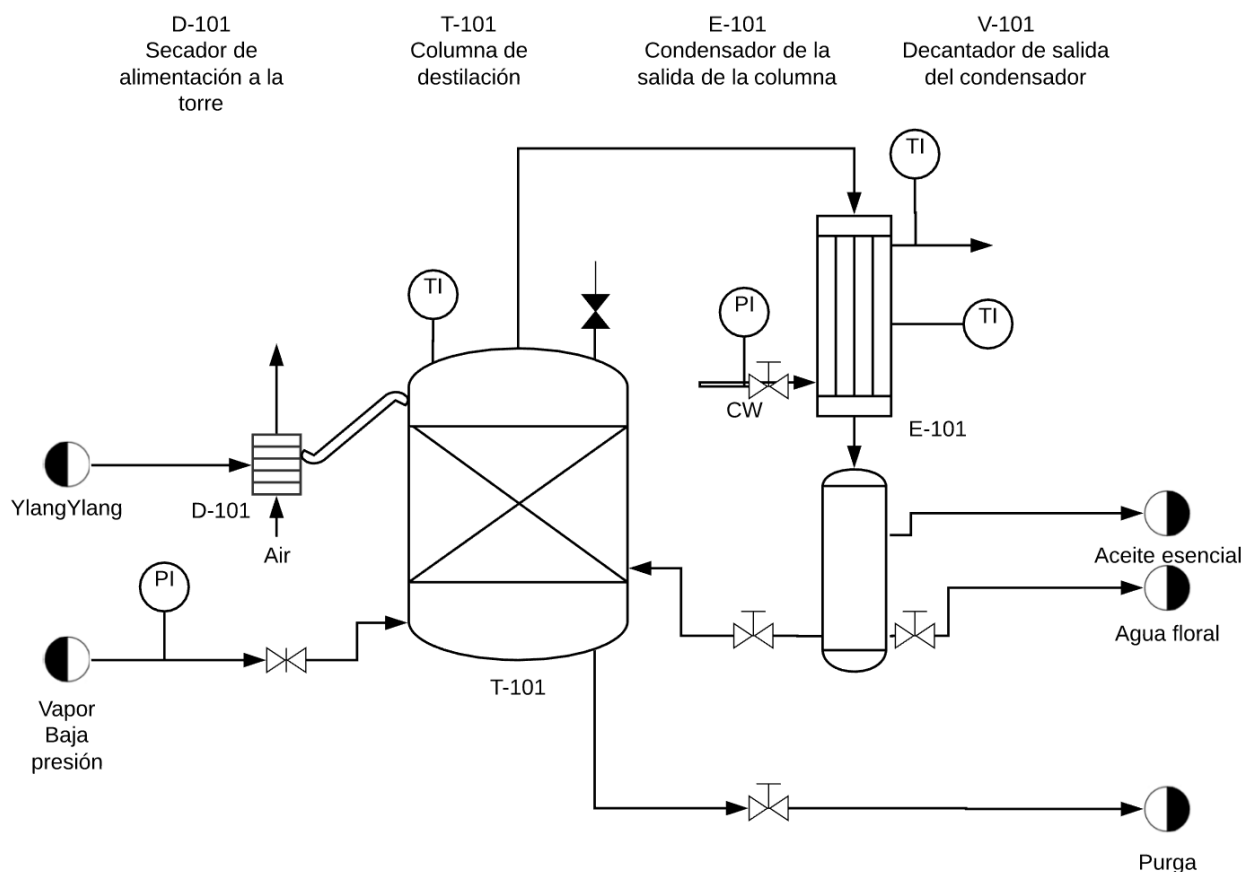
## 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 3.1 Definición del sistema a modelar.

El proceso de extracción de aceites esenciales comprende dos sistemas principales dados por la caldera (véase figura 3.1) que provee el vapor necesario que ingresará posteriormente al sistema de la columna de destilación (véase figura 3.2).



**Figura 3.1** PID del sistema abarcado por la caldera.



**Figura 3.2 PID de la columna de destilación.**

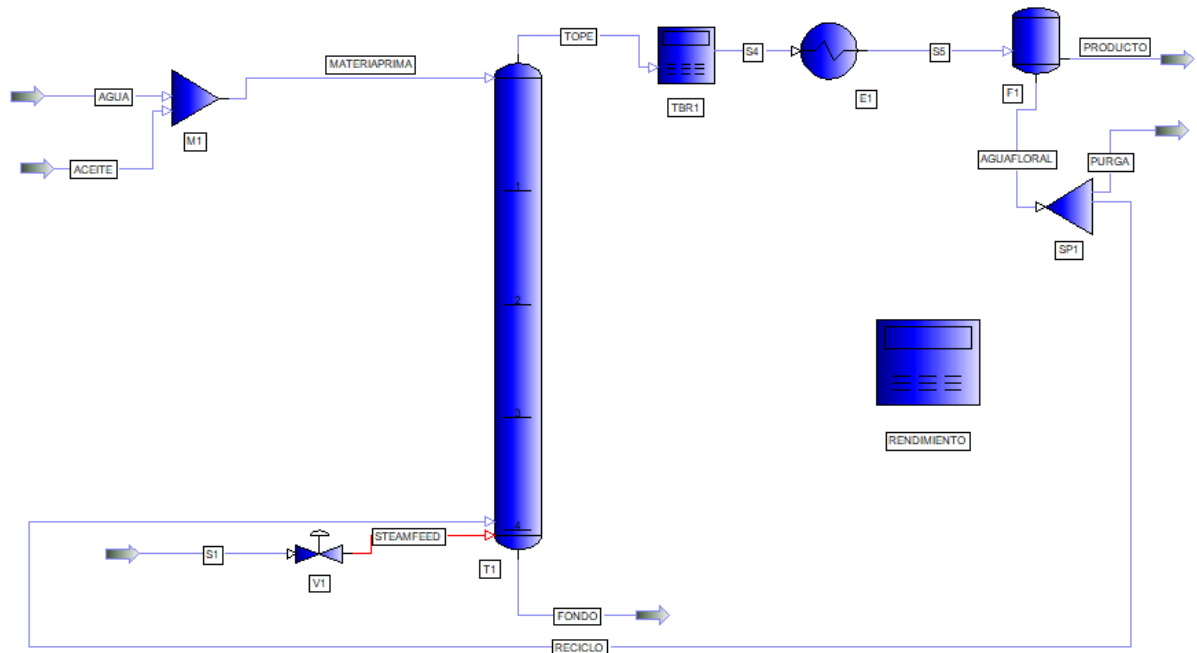
Se definió como sistema de interés el área de la columna de destilación, con el cual se evaluaron las características claves del proceso tales como altura y flujo de vapor que tuvieron influencia sobre el rendimiento final, mediante una simulación como se muestra en la figura 3.3. Las condiciones bajo las que operara sistema se definen a continuación:

**Tabla 3.1 Condiciones de equipos utilizados en el simulador**

	Equipos		
	Columna de destilación	Intercambiador de calor	Separador
<b>Presión [bar]</b>	1,048	1,048	1,048
<b>Temperatura [°C]</b>	100	30	30
<b>Etapas</b>	4	-	-

Las condiciones de presión y temperatura se fijaron en base a mediciones efectuadas sobre el proceso real de extracción de aceites esenciales. El número de etapas es análogo a la altura del lecho, del cual se efectuará un análisis posterior.

A continuación, se presenta el diagrama de simulación del proceso análogo al diagrama de flujo presentado en la figura 3.2.



**Figura 3.3 Diagrama de Simulación propuesto en Pro-II.**

Para efectos de simplificar cambios en las variables de entrada se tiene que el diagrama de simulación presenta corrientes por separado tanto de agua como de aceite. Bajo el supuesto de que no ingresa sólido, se establece un porcentaje en base a la materia prima inicial que represente una cantidad de líquido (repartido entre aceite-agua). La corriente de vapor proveniente de la caldera ingresará hacia una válvula análoga a la de aguja, de tal manera que reduzca su presión. La columna de destilación viene dada por un bloque Distillation proporcionado por el simulador.

El separador se simuló a manera de flash, por el cual agua floral separada será recirculada hacia la parte inferior del sistema. La variante con el proceso real se da en la purga del reciclo, dado a que a pesar de que la simulación tenga esta corriente posterior al separador, en la realidad la misma se encuentra en la parte inferior de la columna de destilación.

De acuerdo con datos experimentales el aceite esencial del Ylang Ylang posee la siguiente composición:

**Tabla 3.2 Composición del Ylang Ylang**

Compuestos	Composición (%)
Benzyl Benzoate	18,323
Benzyl Acetate	17,748
Delta Germacrene	15,594
Linalool	9,804
E.E, Alpha Farnesene	6,911
Methyl Benzoate	4,837
P. M. Anisole	4,428
Trans Caryphyllene	3,255

A continuación, se presenta la tabla 3.3, en la que se evidencian los compuestos obtenidos directamente de la base de datos de PRO/II y los que se definieron.

**Tabla 3.3 Compuestos definidos y no definidos en PRO/II**

Compuestos Definidos en la base de datos	Compuestos Definidos por el usuario	
	Vía 1 (Propiedades)	Vía 2 (Estructura)
<b>Benzyl Benzoate</b>	E.E, Alpha Farnesene	
<b>Benzyl Acetate</b>	Trans Caryphyllene	
<b>Methyl Benzoate</b>	P. M. Anisole	
<b>Agua</b>	Delta Germacrene	
	Linalool	

Aquellos compuestos definidos por el usuario y que requirieron de propiedades precisaban de al menos dos valores de estas a distinta temperatura; se tomó como referencia a 25°C y 50°C para a fase líquida y 50°C y 170°C para la fase gaseosa presentes en el proceso. Estos rangos de temperaturas vienen asociados a las condiciones de operación habituales entre los cuales se conoce la existencia de las

fases previamente mencionadas, debido a que la alimentación tiene una temperatura de punto de burbuja y rocío de 48.46°C y 166.6°C, respectivamente.

Estos parámetros y propiedades son muy importantes al momento de la elección del método termodinámico el cual, basados en el árbol de decisiones: los compuestos principales del aceite esencial son polares no electrolíticos, de donde se trabaja a una presión de operación menor a 10 bar; debido a que algunos compuestos fueron definidos, no estaban disponible parámetros de interacción Líquido/Líquido por lo que, para efectos de este estudio, el método termodinámico elegido fue Unifac Dortmund.

### **3.2 Formulación del modelo**

Para cada equipo u operación, el simulador debe resolver las ecuaciones que rigen dicha operación unitaria, para obtener un resultado final, que para este estudio corresponde al rendimiento del proceso expresado en mL/Kg.

Las ecuaciones planteadas en marco teórico para cada bloque del simulador, así como ecuaciones constitutivas tales como las referentes a la termodinámica del proceso hacen referencia a las utilizadas para la formulación del modelo.

### **3.3 Resolución del modelo**

El simulador resolvió el sistema de las ecuaciones 1.1 a la 1.6, mediante un lazo interno conformado por los balances de energía y factor de desorción, y un lazo externo conformado por las ecuaciones de equilibrio y de masa

Consecuentemente las ecuaciones se representen en forma matricial como se muestra en la figura 3.4





Con respecto a la temperatura, el cambio en la columna es mínimo, justamente porque se supone una operación isotérmica y aproximadamente igual a 100°C, que a medida que el vapor ascendía por la columna se enriquecía más, pero la temperatura se redujo a una escala despreciable.

El flujo interno tanto de líquido como de gas se aprecian invariantes a lo largo de la columna, esto es debido a que el aceite contenido en la matriz vegetal se asume que está en un 1– 2%, por lo que se considera una desorción con mezclas diluidas, en la cual el flujo interno tanto de líquido como de vapor se mantienen aproximadamente constantes e iguales en cada etapa de la columna, debido a que el soluto extraído es pequeño. En la etapa 4 no se muestra el flujo del líquido debido a que en esa etapa se introduce el reciclo al sistema.

### 3.3.1 Calibración del modelo

La calibración del modelo se realizó en función de las condiciones de simulación de procesos de extracción de aceites esenciales con orégano en Aspen plus, propuesto por Moncada et. Al. 2015.

Las condiciones utilizadas para replicar el caso de estudio antes mencionado y las suposiciones realizadas ante la necesidad de poder replicar correctamente la simulación se pueden apreciar en la tabla 3.4.

**Tabla 3.4 Condiciones de caso estudio**

Parámetro	Condición Artículo	Condición Asumida
<b>Compuestos</b>	Thymol (86.3%)	Thymol (88.7%)
	Carvacrol (11.3%)	P-TerButil fenol (11.3%)
	Otros (1.8%)	
<b>Método Termodinámico</b>	UNIFAC Dortmund	
<b>Vapor de entrada</b>	2 bar y 120°C	
<b>Flujo de alimentación de materia prima (kg/h)</b>	200	77.78
<b>Entrada de sólidos</b>	Lignina y celulosa	No se definió un sólido
<b>Humedad de alimentación</b>	10%	
<b>Reciclo</b>	Dato no proporcionado	90%

<b>Relación Materia Prima/Vapor</b>	5:1	
<b>Equipo de Extracción</b>	Columna de Extracción	Torre de desorción
<b>Rendimiento Obtenido (mL/Kg)</b>	8.66	9.12

En cuanto a los compuestos, la base de datos del simulador no cuenta con el carvacrol, por lo cual se estableció el P-TerButil fenol por ser un isómero y tener un punto de ebullición similar (al ser el proceso una separación física, sin reacción química, la estructura molecular no representa mayor incidencia).

Por otro lado, no fue posible definir sólidos en el simulador, por lo cual se determinó un porcentaje sobre la cantidad de materia prima inicial. Este representaría la cantidad de aceite y agua que ingresarían directamente al proceso como corrientes líquidas.

Es importante además mencionar que a pesar de que el sistema propuesto por el artículo describe un reciclo, no se menciona la cantidad o proporción en la que se realiza. Es por ello que, en base a prueba y error, y basados en porcentajes de purga y reciclo comúnmente usados en procesos se determinó un 90%.

El equipo de separación definido en el artículo es una columna de extracción, sin embargo, esta no representaba una opción que validara el simulador Pro II. Basados en la naturaleza del proceso, se eligió una columna de destilación con especificaciones, tales que, la misma operara a manera de una torre de desorción entre un líquido (corriente de aceite-agua) y un vapor (agua).

A pesar de las diferencias presentadas al replicar la simulación del proceso, se obtuvo un resultado bastante cercano al propuesto como se puede observar.

En base a ello, las condiciones descritas sirvieron de apoyo para poder llevar a cabo la simulación del proceso real de extracción del aceite Ylang Ylang.

### 3.4 Evaluación.

#### 3.4.1 Diagnóstico del proceso

Las variables de interés para el estudio del proceso fueron establecidas apoyados de investigaciones previas en donde consideran importante altura del lecho y flujo de vapor (Cerpa, 2007)

Por otro lado, mediante la experimentación in situ, se pudo corroborar la influencia de otras variables que no habían sido consideradas en la bibliografía revisada. Entre las que se encuentra el tipo de tecnología, dado a las diferentes configuraciones presentadas. Así como la incidencia del reciclo en el proceso, la humedad y pérdidas de calor del equipo hacia los alrededores.

La siguiente tabla presenta un resumen del diagnóstico realizado:

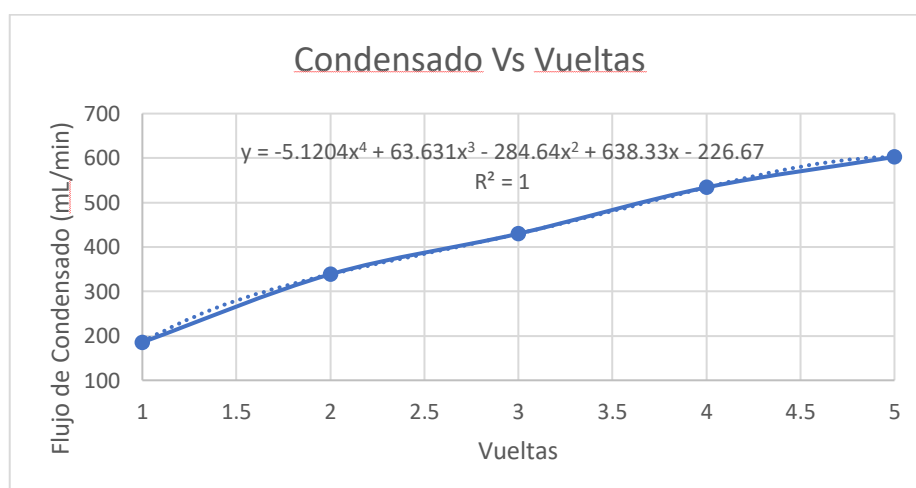
**Tabla 3.5 Resultados de diagnóstico.**

SECCIÓN	OBSERVACIÓN	EFFECTO
Secado	Variabilidad de la humedad (Relación con Grados Brix)	Secado no es uniforme en toda la superficie de la materia prima
Columna de destilación	Distribución de vapor	Soporte de la materia prima en la columna de un tipo de tecnología posee orificios de menor diámetro que permite que el vapor se distribuya mejor
Condensador	Variabilidad en la temperatura de condensado	El condensador en cierta tecnología está constituido por una mayor cantidad de tubos, con un diámetro menor que la otra.

Separador	Diferencias de tiempos de residencia	El separador en un tipo de tecnología logra un mayor tiempo de residencia al ser de mayor diámetro.
Válvula de aguja	Flujo de vapor	Las tuberías poseen un medidor de presión a la entrada de la válvula, más no a la salida
Tuberías	Temperatura de agua de enfriamiento en la entrada	Las tuberías de agua de enfriamiento y vapor se encuentran juntas, costos energéticos pueden verse influenciados.

La variación en la configuración de la tecnología observada en la tabla presentada, sumado a instrumentación de medición no adecuada y variabilidad en la caldera con la que se opere cada día obliga a estandarizar condiciones del proceso tales como el flujo de vapor.

A continuación, se presenta un ejemplo de cómo relacionar el flujo de vapor con respecto al número de vueltas proporcionado a la válvula para un tipo de tecnología y operando con la caldera de mayor proporción.



**Figura 3.6 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 0, Caldera Grande.**

Para los demás casos véase anexos (Figura A2, A3 y A4)

Se obtienen así correlaciones que permiten establecer un flujo de vapor basados en el número de vueltas asignado a la válvula.

**Tabla 3.6 Correlaciones de flujo de vapor para cada tecnología y caldera operada.**

Caso	Correlación	Correspondencia
Caldera Grande Tecnología 0	$y = -6,3808x^4 + 88,897x^3 - 439,88x^2 + 1024,6x - 457,22$	Cuanto flujo de condensado de obtiene a partir del número de vueltas, dependiendo del caso y la tecnología.
Caldera Pequeña Tecnología 0	$y = -4,2308x^4 + 48,62x^3 - 205,87x^2 + 498,54x - 160,09$	
Caldera Grande Tecnología 1	$y = -5,1204x^4 + 63,631x^3 - 284,64x^2 + 638,33x - 226,67$	
Caldera Pequeña Tecnología 1	$y = -12,66x^4 + 161,76x^3 - 732,2x^2 + 1490,7x - 696,38$	

### 3.4.2 Diseño de Experimentos

Se realizó la experimentación, basados en un diseño de experimentos  $2^k$  con punto central como se mencionó previamente. La siguiente tabla (3.7) representa las variables comúnmente estudiadas en investigaciones previas.

**Tabla 3.7 Definición de variables de interés para el diseño propuesto.**

VARIABLES DE INTERÉS:	EXPERIMENTACIÓN	OBJETIVO
Altura del lecho de materia prima	Variación de altura manteniendo Flujo de vapor, Flujo de agua de enfriamiento y recirculación, constante bajo la misma tecnología.	Contrastar como el rendimiento se ve influenciado ante cambios sobre las variables de operación.
Vueltas (Flujo de vapor)	Variación de Flujo de vapor manteniendo altura del lecho, flujo de agua de enfriamiento y recirculación, bajo la misma tecnología.	

A continuación, se representa del diseño de experimentos en base a datos experimentales y en donde se encuentran las variables de interés para el estudio tales como: tipo de tecnología, altura del lecho vegetal, y flujo de vapor (este último dado por el número de vueltas asignado a la válvula de paso de vapor hacia el equipo de destilación).

Se hace alusión, además a una variable medida, aunque no controlada presentada durante todo el proceso como son los grados Brix. Estos se asocian con la humedad con la que se recepta la matriz vegetal.

## Resultados de Experimentación

**Tabla 3.8 Resultados de experimentación.**

Olla	° Brix	Materia Prima	Tecnología	Flujo de Vapor	Altura [cm]	Volumen [mL]	Rendimientos [mL/Kg]
5	7,7	30 Kg Mañana (9:30 am)	0	3 Vueltas	24	350	11,67
2	7,8				36	340	11,33
5	8,1			1 Vuelta	24	340	11,33
2	8,1				36	335	11,17
3	7,6		1	3 Vueltas	24	315	10,50
4	7,7				36	340	11,33
3	7,4			1 Vuelta	24	295	9,83
4	7,4				36	310	10,33

**Tabla 3.9 Resultados de experimentación con punto central.**

Olla	° Brix	Materia Prima	Tecnología	Flujo de Vapor	Altura [cm]	Volumen [mL]	Rendimientos [mL/Kg]
2	7,3	30 Kg Mañana (9:30 am)	0	2 Vueltas	30	325	10,83
3	7,4		1	2 Vueltas	30	340	11,33



**Figura 3.7 Diseño de experimentos propuesto.**

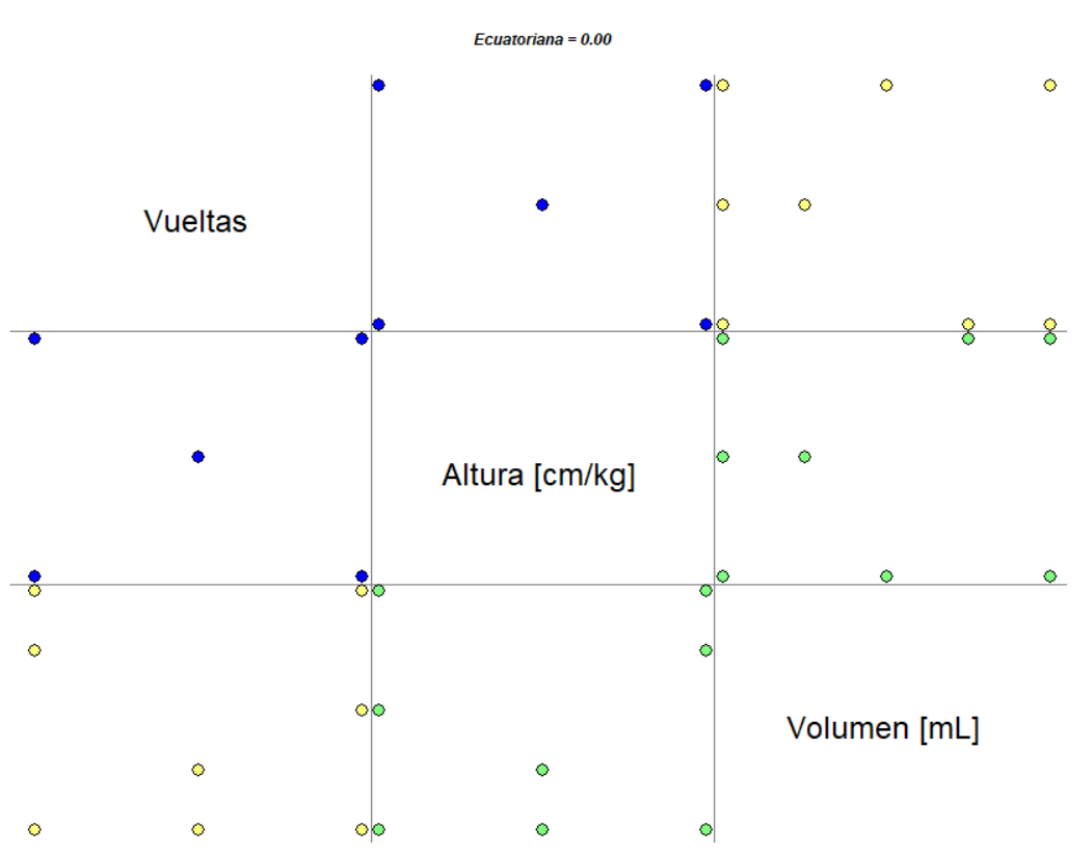
Como se puede observar en la figura (3.7), la variable no controlada de los ° Brix a pesar de que pueda parecer una perturbación para el modelo, no demuestra mayor correlación con respecto al volumen final obtenido. Esto se apoya de la siguiente tabla de correlación de Pearson mostrada:

**Tabla 3.10 Correlación de Pearson: Coeficientes\probabilidades**

	Vueltas	Altura [cm/kg]	Volumen [mL]	° Brix
Vueltas	1.00	1.00	0.14	0.81
Altura [cm/kg]	0.00	1.00	0.58	0.96
Volumen [mL]	0.34	0.13	1.00	0.93
° Brix	-0.06	0.01	-0.02	1.00

En donde, se corrobora que los grados Brix poseen un coeficiente cercano a cero, con lo cual confirma el hecho de que esta variable puede omitirse para el modelo propuesto.

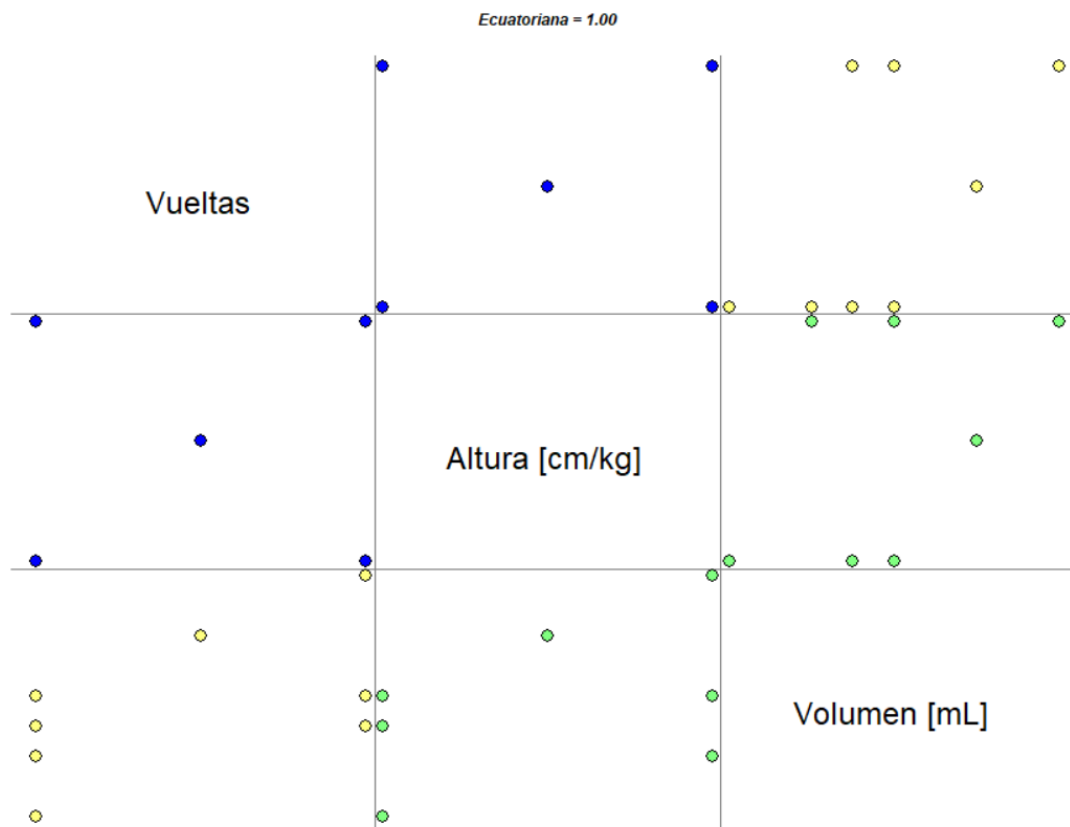
Por lo tanto, el diseño de experimentos para cada tipo de tecnología queda representado por las siguientes figuras solo considerando las variables relevantes. Se asigna “0” y “1” para cada tipo de tecnología.



**Figura 3.8 Diseño de experimentos propuesto con variables significativas para la Tecnología 0.**

Para la tecnología 0 se observa, que no existe una tendencia fija por parte del número de vueltas (flujo de vapor) y altura con respecto al volumen final obtenido. Durante la experimentación de este dado a factores no controlables tales como el tipo de caldera con el que se operó o la humedad con la receptaba la planta no fue posible mantener estas constantes para registrar una influencia real de las variables estudiadas ya mencionadas.





**Figura 3.9** Diseño de experimentos propuesto con variables significativas para la Tecnología 1.

Por otro lado, para la segunda tecnología (1) se aprecia un tipo de tendencia con respecto a un aumento en la producción de volumen con respecto a al aumento del número de vueltas (flujo de vapor) y aumento de altura del lecho vegetal. Esto apoyado del hecho de la homogeneidad en las variables de perturbación que de alguna manera proporcionen un tipo de ruido para la experimentación y modelo.

Los resultados de regresión lineal basados en las variables y datos ya presentados se observan a las tablas:

Sean las hipótesis:

Ho: La variable estudiada no representa influencia sobre el rendimiento  
 Y H1:  $\neg$  Ho

Para cada tipo de variable; se tiene que:

**Tabla 3.11 Análisis de regresión lineal**

Variable	N	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> Aj	ECMP	AIC	BIC
Volumen [mL]	20	0.31	0.18	628.56	181.96	186.94

**Tabla 3.12 Coeficientes de regresión y estadísticos asociados**

Coef	Est.	E.E.	LI (95%)	LS (95%)	T	p-valor	CpMallows	VIF
const	306.13	27.54	247.73	364.52	11.11	<0.0001		
Vueltas	8.13	4.98	-2.43	18.68	1.63	0.1223	5.56	1.00
Altura [cm/kg]	15.63	24.90	-37.15	68.40	0.63	0.5391	3.43	1.00
Ecuatoriana	-18.00	8.91	-36.88	0.88	-2.02	0.0604	6.90	1.00

**Tabla 3.13 Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo III)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Modelo.	2832.50	3	944.17	2.38	0.1079
Vueltas	1056.25	1	1056.25	2.66	0.1223
Altura [cm/kg]	156.25	1	156.25	0.39	0.5391
Ecuatoriana	1620.00	1	1620.00	4.08	0.0604
Error	6347.50	16	396.72		
Total	9180.00	19			

Como se puede observar la altura no muestra mayor significancia para la ecuación de regresión propuesta. Su valor  $p > 0,05$  hace que no se pueda rechazar la hipótesis nula y por tanto descartar la variable como importante.

Ciertamente el número de vueltas tampoco representa mayor influencia; sin embargo, su valor  $p$  es mucho menor con respecto al factor altura; con lo cual no se prescindirá del mismo. Siendo de utilidad para el modelo de regresión propuesto.

En consecuencia, y con la ecuación de regresión propuesta se obtuvo la superficie de respuesta para la tecnología que muestra mayor incidencia sobre las variables estudiadas.

Superficie de respuesta para Volumen

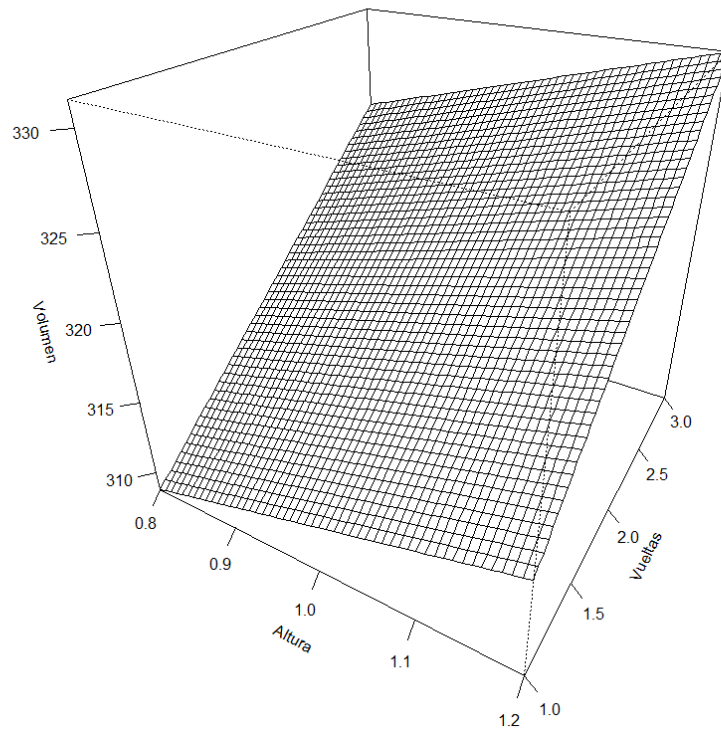


Figura 3.10 Superficie de respuesta para volumen para la Tecnología 1.

Si se desea establecer una superficie de respuesta con una curvatura y mayor delicadeza, es posible trabajar la regresión con un término en forma cuadrática. (Véase Anexos Figura 5.5, Tablas 3,4,5 y 6).

En ella se muestra la misma tendencia, donde a medida que se incrementa el flujo de vapor influye de manera más significativa. De igual manera con la relación de altura, aunque con menor relevancia.

Es importante recordar el hecho de que, a pesar de la influencia mostrada por parte de la altura, la misma no representa una variable significativa para el proceso, como lo puede ser el flujo de vapor.

### 3.5 Validación del modelo

Las condiciones con las que se trabajaron para validar el modelado del proceso se basaron en las condiciones del caso del artículo revisado previamente en calibración del modelo y datos tomados o medidos del proceso real, como se muestra en la tabla 3.14.

**Tabla 3.14 Condiciones bajo las que se operó el proceso.**

Parámetro	Condiciones Simulación	Condiciones Reales
<b>Método Termodinámico</b>	UNIFAC Dortmund	
<b>Vapor de entrada</b>	177°C y 120 psig	
<b>Presión de Salida de la válvula</b>	1 psig	
<b>Reciclo</b>	90% Se alimentó directamente a la columna	No se registró medición
<b>Equipo de Extracción</b>	Columna de desorción Con 0.5 psig de caída de presión.	Columna de destilación por arrastre de vapor.
<b>Temperatura del separador</b>	30°C	
<b>Temperatura de la alimentación</b>	30°C	

Los compuestos utilizados para la simulación, así como sus composiciones fueron definidos en la tabla 3.2

Parámetros como el reciclo que se alimentaba a la columna era desconocido dado a la dificultad en su medición al momento de purgar el equipo. Se tomó como referencia el modelo base propuesto en la sección de calibración del modelo para la cual se validó con dicho porcentaje de reciclo del 90%.

En cuanto al equipo, el simulador no presenta un bloque que posibilite realizar una operación de destilación por arrastre de vapor con un lecho sólido. Sin embargo, de acuerdo con el caso base mencionado ya validado, se demostró que operar a manera de una desorción proporcionaba resultados bastantes cercanos.

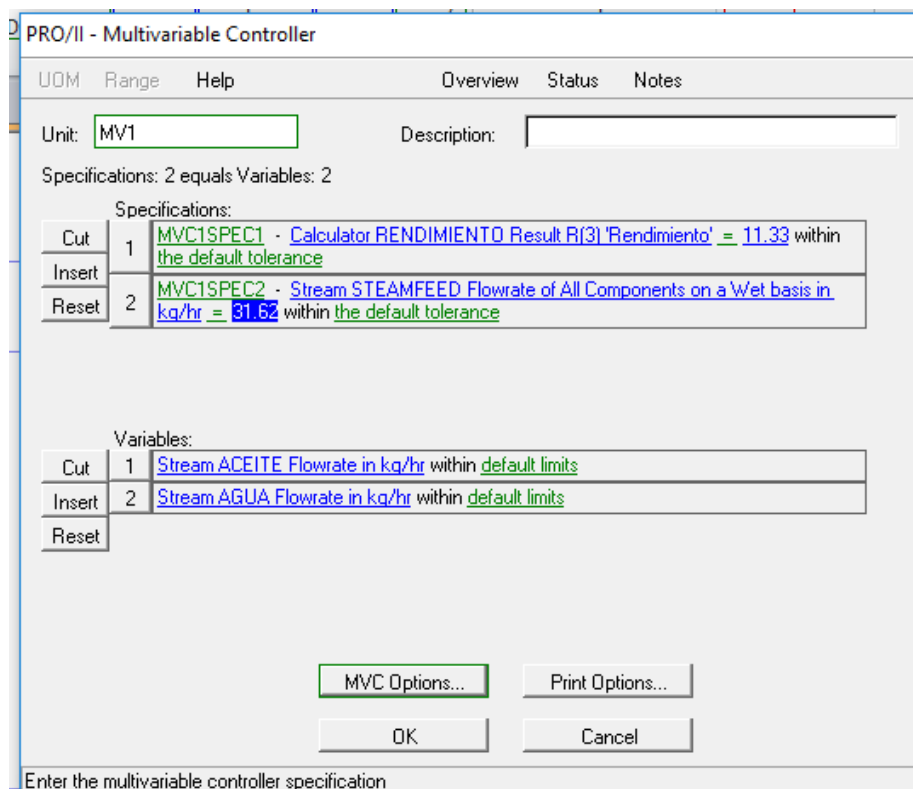
Se identificó la humedad de la materia prima como una variable de perturbación a considerar, aunque esta no era un dato medible durante la experimentación efectuada, por ende, fue una de las variables a ajustar, hasta llegar a los rendimientos alcanzados en cada caso. Este ajuste fue necesario a causa de que la composición del aceite esencial de Ylang Ylang puede variar dependiendo la estación, condición climatológica, u otros factores como riego sobre la cosecha de la planta.

**Tabla 3.15 Porcentaje de aceite en el sólido vegetal ingresado.**

Tecnología	Aceite (Kg/h)	Materia prima (Kg)	% Aceite
0	0.067	30	1.117%
1	0.062		1.033%
0	0.069		1.150%
1	0.066		1.100%
0	0.063		1.050%
1	0.066		1.100%
0	0.066		1.100%
0	0.065		1.083%
1	0.057		0.950%
1	0.060		1.000%

Dado a que los rendimientos experimentales son datos conocidos, se variaron las cantidades tanto de aceite como de agua que están contenidas en la matriz vegetal, tomando como especificación de diseño, el rendimiento experimental; haciéndolo para cada uno de los datos medidos durante el diseño de experimentos. Dichos valores permitirán tener un porcentaje de humedad y de aceite variable. Como se observa en la tabla 3.15, los porcentajes ajustados de aceite se encuentran alrededor del 1%, cercano al 2% como valor asumido de composición de aceite sobre la matriz vegetal.

La especificación de diseño se la definió como se muestra en la figura 3.11



**Figura 3.11 Especificaciones de diseño: Controlador.**

Como se aprecia en la tabla 3.16 se observa que, a condiciones en las que la cantidad de agua inmersa en la matriz vegetal es mayor se registran menores rendimientos.

**Tabla 3.16 Condiciones bajo las que se operó el proceso.**

Tecnología	Flujo de Vapor (Kg/h)	Agua [Kg/h]	Aceite [Kg/h]	Rendimiento Simulado	Rendimiento Experimental	Error
0	31.62	5.00	0.0670	11.3303	11.3300	0.0026%
1	31.62	5.00	0.0620	10.5004	10.5000	0.0038%
0	29.20	5.00	0.0690	11.6703	11.6700	0.0026%
1	27.02	5.00	0.0660	11.3298	11.3300	0.0018%
0	20.94	5.50	0.0630	10.8298	10.8300	0.0018%
1	20.94	5.00	0.0660	11.3310	11.3300	0.0088%
0	12.67	5.50	0.0660	11.3293	11.3300	0.0062%
0	12.67	5.50	0.0650	11.1694	11.1700	0.0054%
1	12.67	5.00	0.0570	9.8316	9.8300	0.0163%
1	12.67	5.00	0.0600	10.3309	10.3300	0.0087%

Adicional a la calibración, dado que en el diseño de experimentos la tecnología 0 no muestra comportamiento apreciable a las variables estudiadas, se validaron aquellos puntos con la tecnología 1.

Una vez ajustado los datos en función de la especificación de diseño, se escogió un valor para el cual el error sea mínimo y así establecer un objeto de estudio. Planteando así la tecnología 1 para la cual se realizarán distintos análisis de sensibilidad de modo que se estudie la influencia sobre el rendimiento. Este punto fue con 20.94 Kg/h de vapor y un Rendimiento de 11,33 mL/Kg.

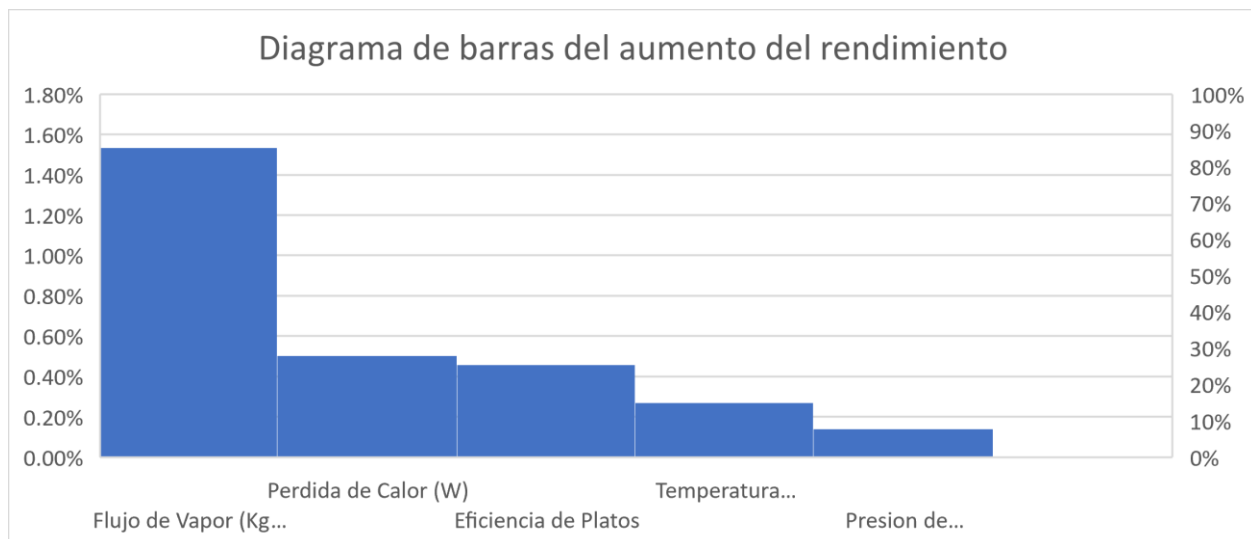
Se realizaron los siguientes análisis de sensibilidad con respecto al rendimiento, como se puede apreciar en la tabla 3.17.

**Tabla 3.17 Análisis de sensibilidad respecto al rendimiento**

Parámetro	Rango de Aplicación	Gradiente	% Aumento
<b>Flujo de Vapor (Kg/h)</b>	12 - 32	0.164	1.53%
<b>Eficiencia de platos</b>	0.1 - 1	0.049	0.46%
<b>Reciclo (%)</b>	0 - 100	1.075	10.94%
<b>Temperatura Separador (°C)</b>	30 - 50	0.029	0.27%
<b>Presión de Operación (Psig)</b>	-10 - 10	0.015	0.14%
<b>Perdida de Calor (W)</b>	0 - 5000	0.054	0.50%

La presión y temperatura del vapor no registraron mayor influencia en los análisis realizados, por lo cual las mismas no fueron consideradas como variables significantes para el modelo.

Dada la gran significancia mostrada por el reciclo, el mismo representa la variable más importante a controlar. Sin embargo, para efectos comparativos con respecto al valor real que puedan llegar a representar las demás variables en relación con el proceso se realizó un diagrama como se muestra a continuación:



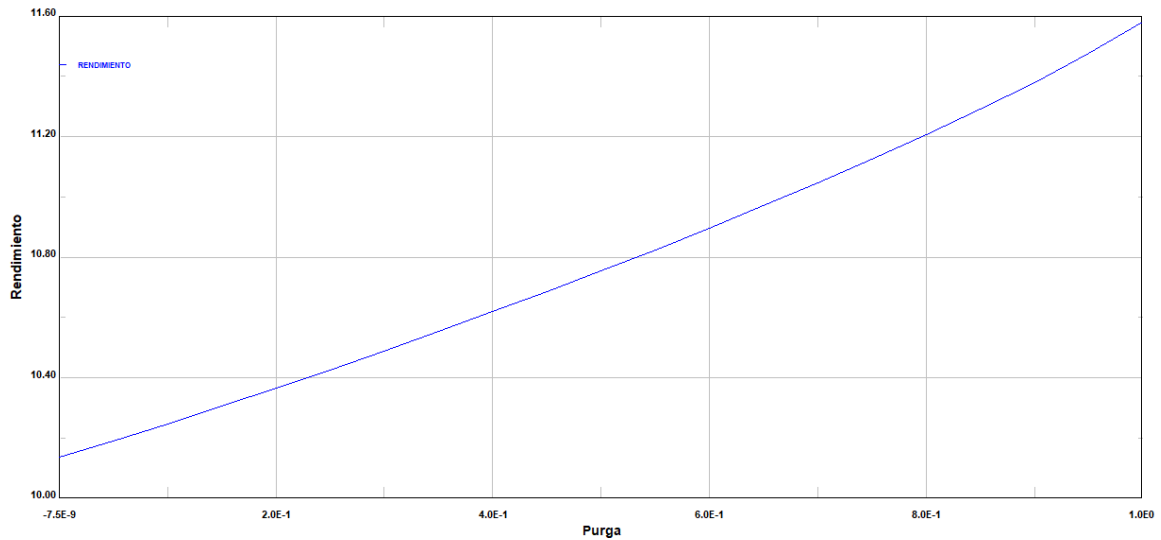
**Figura 3.12 Diagrama de barras del aumento del rendimiento en función de variables de interés**

Como se aprecia en la figura 3.12, las variables a considerar luego del reciclo y que afectan el rendimiento, aunque en menor medida, son el flujo de vapor, la pérdida de calor y la eficiencia de los platos que se traducen en la altura del lecho de la materia prima. Si se controlaran todas las variables, se obtendría un aumento porcentual del 2.93%, sobre los rendimientos históricos registrados en la empresa.

Se observa que no existe un mayor gradiente del rendimiento con respecto al flujo de vapor y esto de acuerdo con lo propuesto por Cerpa, 2007 en su estudio lo sustenta dado a la existencia de una cantidad de tallos y distribución aleatoria de estos en el lecho vegetal, dando a entender que en una fracción del mismo no hay presencia de aceite.

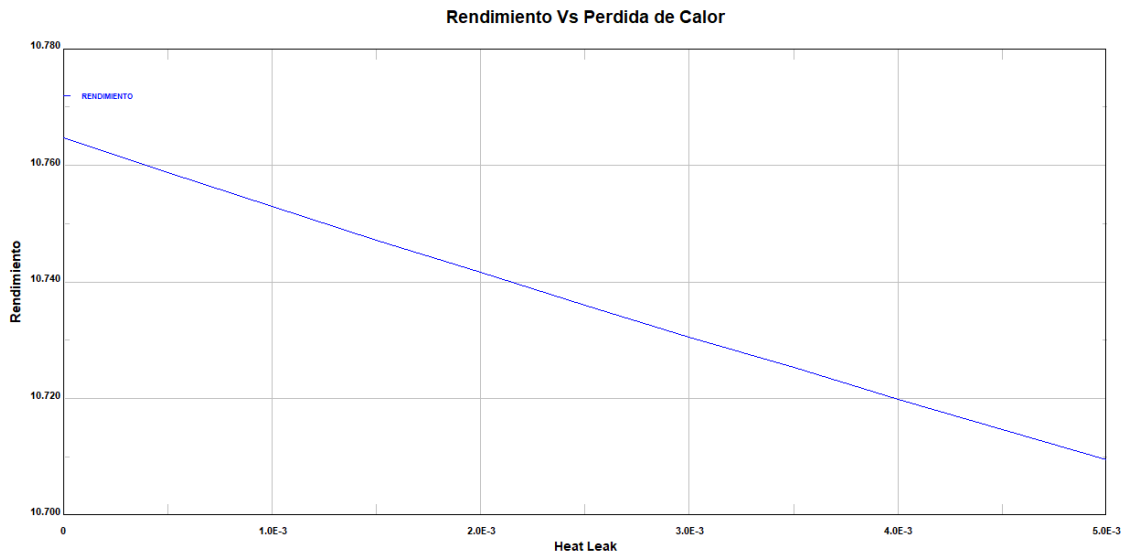
Por consiguiente, se presentan los análisis de sensibilidad de cada una de las variables mencionadas realizados sobre el caso de estudio propuesto al que mejor se ajustó el modelo:





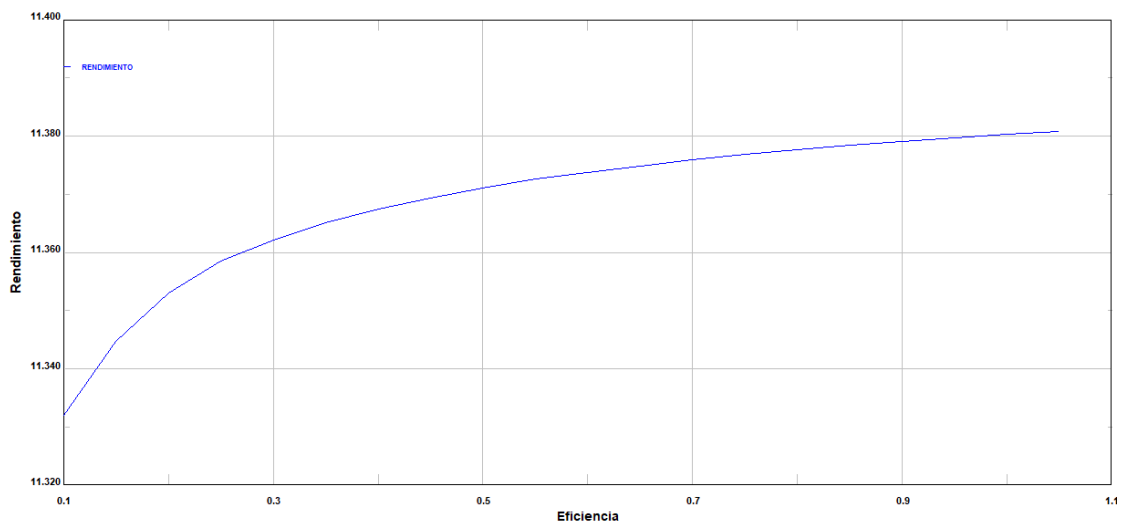
**Figura 3.13 Análisis de sensibilidad: Rendimiento vs Recirculado.**

Se puede observar en la figura 3.13, que existe una tendencia proporcional al aumentar el rendimiento a medida que aumenta el flujo de recirculado, a causa de que a mayor razón de reflujo favorece la rectificación.



**Figura 3.14 Análisis de sensibilidad: Rendimiento vs Pérdida de calor con los alrededores.**

En cuanto a la figura 3.14 existe una disminución del rendimiento por efecto de la pérdida de calor de la columna de destilación hacia los alrededores que corresponden, el gráfico sugiere que ante un aislamiento del equipo los rendimientos obtenidos son mayores.



**Figura 3.15 Análisis de sensibilidad: Rendimiento vs Eficiencia de platos.**

Para la figura 3.15 se presentan la influencia de la eficiencia del plato sobre el rendimiento. Esta eficiencia se encuentra relacionado con la altura del lecho de manera tal que a menor eficiencia se requerirá una mayor cantidad de platos que equivaldrá a una mayor altura en el lecho. Sin embargo, el gradiente con respecto a los rendimientos obtenidos no presenta mayor significancia. Esto apoyado de los resultados del diseño de experimentos y de lo planteado por Cerpa, 2007 en su artículo, donde menciona que el rendimiento final no guarda mayor relación con la porosidad del lecho. Esta última que también viene asociada directamente con la altura del lecho.

# CAPÍTULO 4

## 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### Conclusiones

Se estableció un procedimiento para la obtención de un modelo semifísico de base fenomenológica para un proceso de extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre de vapor.

La metodología empleada se utilizó en la elaboración de un modelo aplicado a un sistema abarcado por un equipo de destilación en una planta de obtención de aceites esenciales que comprende la olla de destilación donde el vapor de agua evapora al aceite, un intercambiador de calor que permite la condensación del flujo de vapor emitido por el proceso previo, y finalmente un separador donde la mezcla se separará.

Se alcanzó la solución del modelo mediante el método modular secuencial donde se escribieron y resolvieron todas las ecuaciones de balance obtenidas en cada etapa u operación del proceso basados en la simulación del proceso planteada. Aceptando así la hipótesis planteada inicialmente.

Finalmente se obtuvo un ajuste adecuado entre la simulación y los datos reales obtenidos mediante experimentación en la planta de destilación, así como con el comportamiento de análisis de variables establecidas como significativas para el proceso.

La validación de este modelo presenta errores absolutos aceptables con respecto a los datos experimentales obtenidos donde los rendimientos bordeaban valores en un rango de 10-12 mL de aceite obtenido por kilogramo de materia alimentados al proceso.

Para analizar las variables de interés en el proceso se estableció inicialmente el flujo de vapor y la altura del lecho. Mediante un diseño de experimentos  $2^k$  con

punto central, se determinó que los mismos no poseen mayor influencia sobre el rendimiento final obtenido. Esto se corroboró con la simulación planteada, donde los gradientes de rendimiento ante cambios en las variables mencionadas son bajos.

En consecuencia, se planteó el estudio de otras variables determinadas de interés tales como el reciclo sobre el proceso, humedad de la materia prima vegetal recibida, pérdidas de calor del sistema hacia los alrededores y condiciones de vapor.

El análisis de sensibilidad con respecto a las variables de estudio conllevó a concluir que el reciclo hacia el sistema, representa la variable más influyente sobre el rendimiento final obtenido.

Finalmente se determinó que, sin considerar la variable más influyente como el reciclo, controlando el resto de las variables el rendimiento puede aumentar en un 2,93%.

En referencia a los resultados arrojados, en los cuales el reciclo representa la variable más significativa para el proceso, se sugiere que se asegure que retorne al sistema la mayor cantidad de agua floral posible. Es decir, se recomienda evitar un mayor flujo en la corriente de purga, esto puede evitarse instaurando una válvula de alivio sobre el sistema que evite una acumulación de presión en el mismo y que obligue a deshacerse de cierta cantidad de líquido acumulado en este.

Adicionalmente, la medición de parámetros requiere de los equipos adecuados para realizarse. Es decir, se sugiere que para el flujo de agua de enfriamiento se cuente con medidor de caudal, mientras que para registrar la presión del vapor de entrada se lo realice con un barómetro al ingreso del equipo de destilación. Basados en el hecho de que el flujo de vapor representa, luego del reciclo, una variable de interés a controlar para el proceso

Con los medidores sugeridos, se asegura el hecho de determinar los valores reales de las condiciones a las que se opera. La importancia de ello radica en el hecho de que se puede estandarizar el mismo valor de condición bajo tecnologías de configuraciones diferentes.

Se propone instaurar un proceso de secado como pretratamiento de la materia prima disponible. Como recomendación directa hacia el proceso, y en parte que permita mantener una de las variables constantes como lo es la humedad.

### **Recomendaciones**

Se recomienda la destilación batch como un posible caso de estudio bajo el cual se pueda investigar a futuro este proceso. La simulación del proceso no se encuentra sujeta a un solo módulo provisto por el simulador; con fundamentos teóricos y conociendo la operación unitaria inmersa es posible que la extracción del aceite pueda estudiarse de otra manera además de como una desorción.

Establecer una época del año fija para evitar mayores variaciones en cuanto al estado de la materia prima, es decir, condiciones de humedad y composición que puedan representar una perturbación hacia el modelo de estudio propuesto.

Considerar tanto el flujo de vapor como la altura del lecho como variables que pueden afectar directamente los tiempos de obtención de aceite esencial más que los rendimientos.

# BIBLIOGRAFÍA

- Alvarez, H., Lamanna, R., Vega, P., & Revollar, S. (2009). Metodología para la obtención de modelos semifísicos de base fenomenológica aplicada a una sulfitoradora de jugo de caña de azúcar. *Revista Iberoamericana de Automática e Informática Industrial RIAI*, 6(3), 10-20.
- Carlson, E. C. (Octubre de 1996). Don't Gamble With Physical Properties For Simulations. Obtenido de <https://pdfs.semanticscholar.org/2fd4/2d66fb3a658a01d7bcd4c4c025a72c6f5e88.pdf>
- Cerpa, M. (2007). Modelado y Caracterización en hidrodestilación de aceites esenciales (pp.1-3 - 1-37). Universidad de Valladolid: Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente.
- Cerpa, M., Mato, B., Cocero, J. (2008). Application to Lavandin Super Oil in Modeling Steam Distillation of Essential Oils(pp.909-915). Dept. of Chemical Engineering and Environmental Technology, Faculty of Sciences, University of Valladolid: Aiche Wiley Interscience.
- ISO 9235. (01 de Diciembre de 2013). Aromatic natural raw materials - Vocabulary. Suiza.
- Megawati, a. S. (Octubre de 2012). *IOSR Journal of Engineering (IOSRJEN)*. Obtenido de [www.iosrjen.org](http://www.iosrjen.org)
- Moncada, J., Tamayo, J., Cardona, C. (2015). Oregano (*Origanum vulgare*) and Rosemary (*Rosmarinus Officinalis*) in Techno-economic and environmental assessment of essential oil extraction (p.1). Instituto de Biotecnología y Agroindustria, Departamento de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia: Cleaner Production.
- Mohammad Moghaddam, L. M. (2017). Chemistry of Essential Oils and Factors Influencing Their Constituents. Ferdowsi University of Mashhad, Iran.
- Sirousmehr, A., Arbabi, J., Asgharipour, M.R., 2014. Effect of drought stress levels and organic manures on yield, essential oil content and some morphological characteristics of sweet basil (*Ocimum basilicum*). *Adv. Environ. Biol.*, 880–886
- Sartor, R. B., Secchi, A. R., Soares, R. D. P., & Cassel, E. (2011). Dynamic simulation of rosemary essential oil extraction in an industrial steam distillation unit. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(7), 3955-3959.

- Masango, P. (2005). Cleaner production of essential oils by steam distillation. *Journal of Cleaner Production*, 13(8), 833-839.
- Chamomile.co.uk. (1996). Obtenido de <http://www.chamomile.co.uk/distframe.htm>
- Fleurs, Á. (Agosto de 2019). Herboristerie en Ligne les Ámes Fleurs. Obtenido de <https://www.lesamesfleurs.com/products/hydrolat-de-ylang-ylang>
- Felder, R., Rousseau, R. (2004). Principios elementales de los procesos químicos. México: Limusa S.A (pp. 552 – 524)
- Himmelblau, M. (1997). Principios básicos y cálculos de Ingeniería Química. México: Prentice-Hall hispanoamericana, S.A (pp. 150 – 160)
- Izquierdo, J., Costa, J., Martínez, E., Izquierdo, M. (2010). Introducción a la Ingeniería Química: Problemas resueltos de balance de materia y energía. México: Reverte. (pp. 5 – 10).
- Montgomery, D. (2004). Diseño y Análisis de experimentos. México: Limusa Wiley (pp. 218 - 228)

# APENDICES

## APÉNDICE A

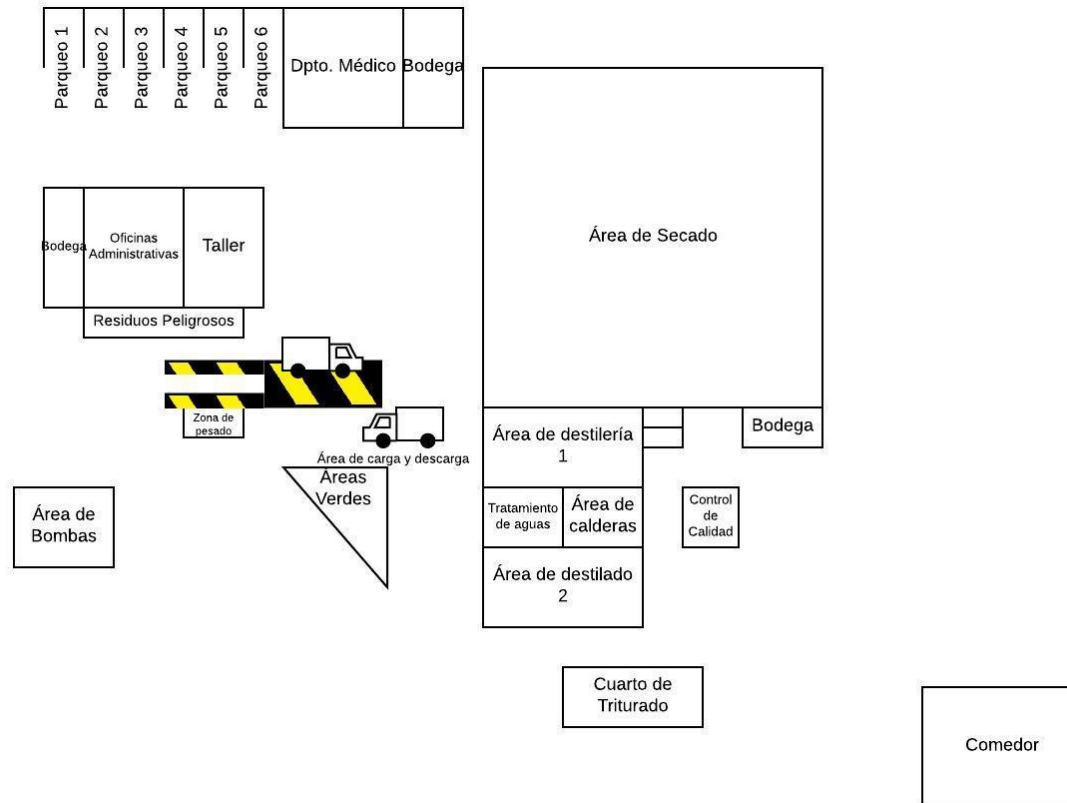


Figura 4.1 Distribución de la planta de extracción de aceites esenciales



**Tabla 4.1 Propiedades de los componentes utilizados, en estado líquido.**

Liquid Phase	D-Germac			Linalool			A-Farnes			P-M Anisol			Caryphyl		
Temperatura [°C]	25	30	50	25	30	50	25	30	50	25	30	50	25	30	50
Presión de Vapor [Kpa]	0.0001 1881	0.0567 289	0.1821 86	0.0191 785	2.7254 4	6.8706 8	0.0016 2348	0.3023 14	0.8120 22	0.4829 63	18.542 42	37.180 96	0.0003 2054	0.0986 286	0.2927 62
Entalpía de compuesto puro [kJ/kMol]	- 72725. 089	- 43168. 502	- 34433. 414	- 23218 4.47	- 20881 1.03	- 20187 2.25	48169. 7598	74626. 692	82433. 9014	- 11450 2.23	- 10105 0.42	- 97029. 169	- 21899. 257	5530.0 2985	13734. 4409
Capacidad Calorífica [kJ/kMol-K]	358.97 4809	428.06 6481	445.36 3314	282.66 9583	339.78 0089	354.01 3116	321.46 8366	382.80 126	397.81 793	161.98 1807	196.62 9001	205.44 188	328.95 7421	401.19 7221	419.15 0178
Calor Latente de Vaporización [kJ/kMol]	56892. 2454	53380. 4415	52377. 661	54346. 6711	49495. 5937	48062. 787	9887.8 1534	9199.7 9846	9001.4 8649	46607. 8322	42584. 5014	41395. 9029	39676. 0618	37268. 7357	36582. 2219
Densidad de un compuesto Puro [kMol/cum]	4.5865 49	4.3212 79	4.2476 41	5.8571 36	5.4213 86	5.2971 22	4.2363 63	3.9475 99	3.8671 54	9.1602 39	8.5001 12	8.3117 21	4.7053 65	4.4381 92	4.3640 78
Viscosidad [Pa- s]	0.0151 3392	0.0033 1251	0.0024 4704	0.0332 0175	0.0019 4072	0.0011 1074	0.0016 2657	0.0006 386	0.0005 3245	0.0010 2312	0.0004 2066	0.0003 529	0.0018 5775	0.0006 3182	0.0005 1105
Conductivida d [Watt/m-K]	0.1248 7898	0.1165 3248	0.1141 0856	0.1268 7213	11515 933	0.1123 2498	0.1269 3296	0.1172 3052	0.1144 0594	0.1559 9877	0.1361 4113	0.1308 4564	0.1013 9825	0.0946 1923	0.0927 5866
Tensión Superficial [N/m]	0.0289 0097	0.0239 2891	0.0226 0302	0.0300 8267	0.0228 7195	0.0209 491	0.0197 5168	0.0155 1091	0.0144 1854	0.0349 6532	0.0258 4774	0.0235 1157	0.0109 6845	0.0090 2437	0.0085 0595

Tabla 4.2 Propiedades de los componentes utilizados, en estado gaseoso

Vapor Phase	D-Germac			Linalool			A-Farnes			P-M Anisol			Caryphyl		
Temperatura [°C]	50	100	170	50	100	170	50	100	170	50	100	170	50	100	170
Entalpía de compuesto puro [kJ/kMol]	4169.8081	12062.0739	16090.7258	-162887.24	-157382.27	-154546.21	77543.2586	85407.7434	89399.0196	-60198.812	-57346.764	-55866.27	37160.6534	44759.8207	48662.588
Capacidad Calorífica [kJ/kMol-K]	390.097428	399.886711	405.910972	269.624477	280.840496	286.362215	391.321607	396.719899	401.660072	138.944317	146.243417	149.84486	373.538593	386.72831	393.854453
Densidad de un compuesto Puro [kMol/cu m]	0.0463636	0.040899	0.0388352	0.0373676	0.0347789	0.033639	0.0486244	0.0421229	0.0398015	0.0352891	0.0332018	0.0322554	0.0444941	0.0398159	0.0379701
Viscosidad [Pa-s]	5,416*10-6	5,716*10-6	5,866*10-6	7,1473*10-6	7,5454*10-6	7,7445*10-6	4,795*10-6	5,0597*10-6	5,1921*10-6	8,2283*10-6	8,7004*10-6	8,9349*10-6	5,4979*10-6	5,8039*10-6	5,9568*10-6
Conductividad [Watt/m-K]	0.00925336	0.01075509	0.01150768	0.01231465	0.01395809	0.0147801	0.01029734	0.01160575	0.01226453	0.01319481	0.01476277	0.0155471	0.00980993	0.01146431	0.01229314

Tecnología 0:

Caldera pequeña:

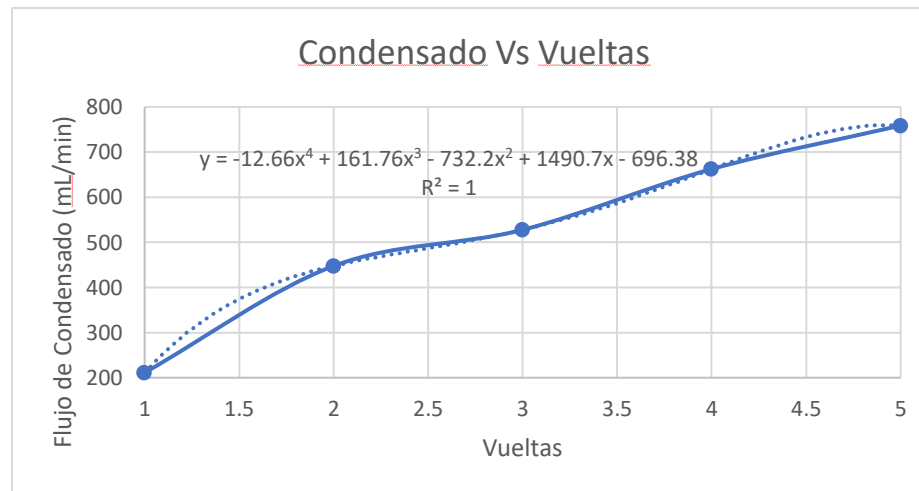
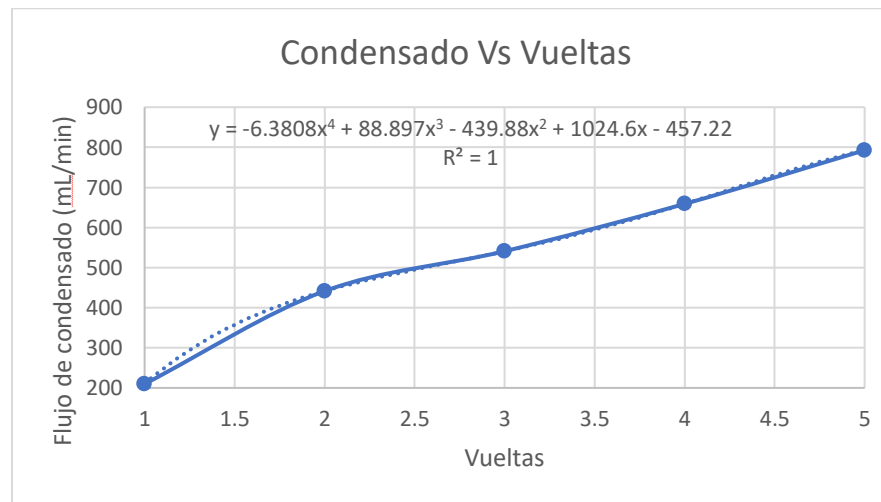


Figura 4.2 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 0, Caldera pequeña.

**Tecnología 1**  
Caldera Grande



**Figura 4.3 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 1, Caldera Grande.**

### Caldera Pequeña

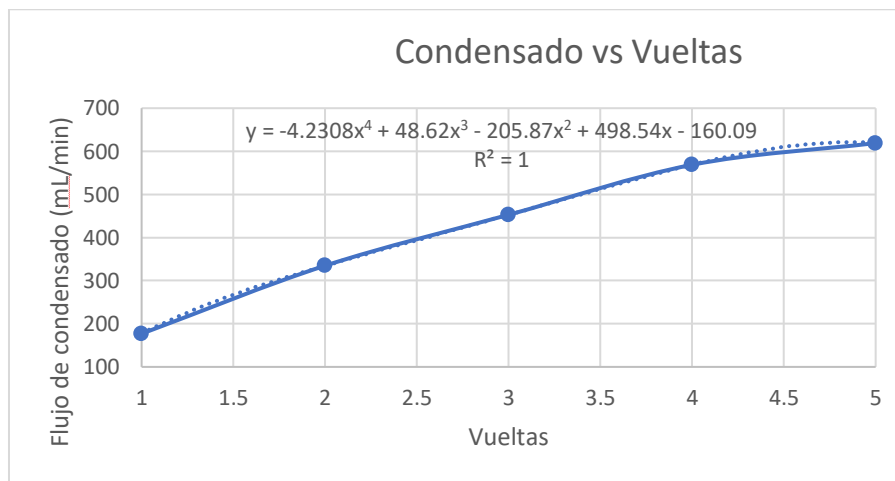


Figura 4.4 Gráfica de Condensado vs Número de vueltas de válvula de vapor: Tecnología 1, Caldera Pequeña.

**Diseño de Experimentos: Superficie de Respuesta con un término cuadrático.**

**Tabla 4.3 Análisis de regresión lineal**

Variable	N	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> Aj	ECMP	AIC	BIC
Volumen [mL]	20	0.32	0.13	745.17	183.77	189.74

**Tabla 4.4 Coeficientes de regresión y estadísticos asociados**

Coef	Est.	E.E.	LI(95%)	LS(95%)	T	p-valor	CpMallows	VIF
const	292.13	46.29	193.46	390.79	6.31	<0.0001		
Altura [cm/kg]	15.63	25.59	-38.92	70.17	0.61	0.5506	4.41	1.00
Ecuatoriana	-18.00	9.16	-37.51	1.51	-1.97	0.0681	7.69	1.00
Vueltas	25.63	46.06	-72.55	123.80	0.56	0.5862	4.35	81.00
Vueltas <sup>2</sup>	-4.38	11.44	-28.77	20.02	-0.38	0.7076	4.20	81.00

**Tabla 4.5 Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo I)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Modelo.	2893.75	4	723.44	1.73	0.1966
Altura [cm/kg]	156.25	1	156.25	0.37	0.5506
Ecuatoriana	1620.00	1	1620.00	3.87	0.0681
Vueltas	1056.25	1	1056.25	2.52	0.1332
Vueltas <sup>2</sup>	61.25	1	61.25	0.15	0.7076
Error	6286.25	15	419.08		
Total	9180.00	19			

**Tabla 4.6 Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo III)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Modelo.	2893.75	4	723.44	1.73	0.1966
Altura [cm/kg]	156.25	1	156.25	0.37	0.5506
Ecuatoriana	1620.00	1	1620.00	3.87	0.0681
Vueltas	1117.50	2	558.75	1.33	0.2931
Error	6286.25	15	419.08		
Total	9180.00	19			

Superficie de respuesta para Volumen

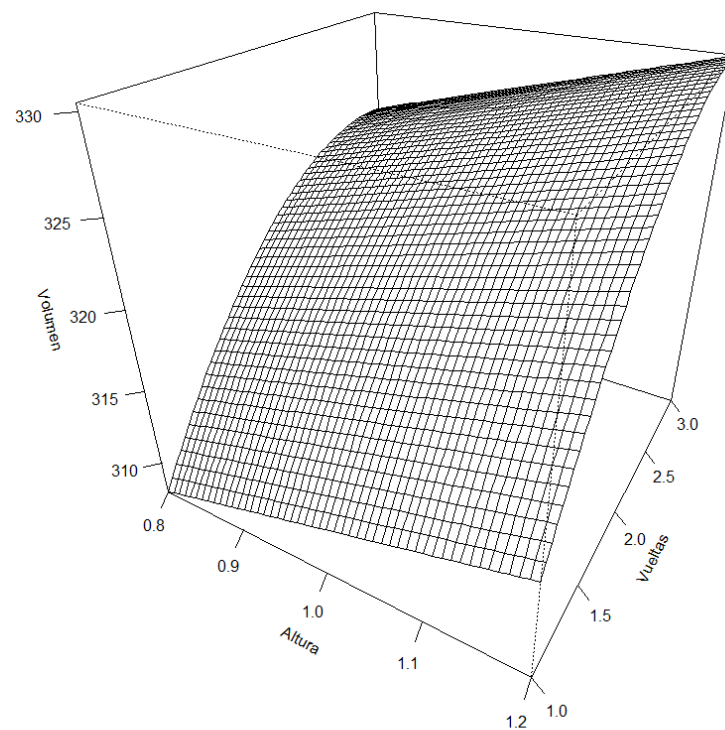


Figura 4.5 Superficie de respuesta para volumen para la Tecnología 0 con término cuadrático.