

NUEVO EQUIPO Y PROCESO DE DESTILACIÓN FRACCIONADA EN CONTINUO POR ARRASTRE CON VAPOR DE ACEITES ESENCIALES DEL JUGO DE LIMÓN MEXICANO

NEW EQUIPMENT AND PROCESS OF CONTINUOUS FRACTIONATING STEAM VAPOR DISTILLATION OF MEXICAN LEMON

Francisco J. Padilla M., Orfil González R.¹, Rogelio Prado R.², Humberto Gutiérrez P.¹, Mirna Estarrón E.², Hugo A. Vega G.², José D. Padilla de la R.²

pacopadilla@gmail.com / orfil.gonzalez@ucei.udg.mx / rprado@ciatej.net.mx / humberto.gutierrez@ucei.udg.mx / mestarron@ciatej.net.mx

Recibido: mayo 14, 2007 / Aceptado: julio 12, 2007 / Publicado: octubre 19, 2007

RESUMEN. En este trabajo se presenta un nuevo equipo llamado Destilador-Fraccionador Horizontal, para realizar el procesos de destilación fraccionada en continuo por arrastre de vapor de aceites esenciales obtenidos a partir del jugo de limón mexicano (*Citrus aurantifolia*). La capacidad de fraccionación del nuevo equipo es analizada con soluciones modelo y soluciones reales de jugo de limón. Se emplean diseños experimentales y métodos estadísticos para investigar el desempeño del equipo y para validar su capacidad de fraccionar. Mediante la determinación de la relación S/F (gramos de vapor necesario para extraer 1 g de aceite destilado en la fase vapor), se determina que el nuevo equipo requiere una menor cantidad de energía para lograr la separación de los aceites esenciales. Eficiencias de extracción de aceites esenciales superiores al 90% son alcanzadas empleando las soluciones reales de jugo de limón.

Palabras clave. Fraccionamiento de la destilación de vapor, aceites esenciales cítricos, nuevo proceso, equipo nuevo.

ABSTRACT. In this work a new equipment and process is proposed to carry out continuous steady-state steam distillations of essential oil from the Mexican lemon juice (*Citrus aurantifolia*). The capacity of fractionation of the new equipment is analyzed by using model solutions and real solutions of Mexican lemon juice. Experimental designs and statistical methods are used to evaluate the performance of equipment and to prove its fractionation capacity. It was found that the new equipment requires less amount of energy -steam- to distill the essential oils in comparison with the traditional batch process of distillation. Extraction efficiencies higher than 90% are obtained with the Horizontal Fractionator-Distiller equipment.

Keywords. Fractionating steam distillation, citrus essential oils, new process, new equipment.

Introducción

México es el principal productor a nivel mundial de limas y limones con una producción estimada en el 2005 de 1'824,890 t[1]. La producción nacional de los llamados limones (mexicano, persa e italiano) es de 1.59 millones de toneladas producidas por 9,700 productores en una superficie de 125.3 mil hectáreas. De limón mexicano en el 2001 se produjeron 1.1 millones de toneladas, en una superficie establecida de 93,400 has, con un valor de \$1,446.5 millones de pesos, cultivándose en la región entre los estados costeros de Colima a Oaxaca, en el litoral del pacífico; la importancia del limón en México es tal que se tiene un consumo per cápita de 15.1 kg/año y a nivel mundial su consumo ha tenido un crecimiento del 118% de 1980 al 2001[2].

El limón mexicano, como fruta fresca es el de mayor aceptación en el mercado nacional, pero también es de gran importancia el volumen destinado a la industria (30%), obteniéndose aceites esenciales destilados y centrifugados, cáscara deshidratada de la cual se elabora pectina de alta calidad, jugos, aromas, etc.

Particularmente, los jugos de cítricos, que son las corrientes resultantes del proceso de separación de aceite esencial centrifugado y del proceso de expresión de la fruta, no sólo aportan aceites esenciales sino que, mediante procesos de transformación adecuados pueden obtenerse subproductos de interés comercial, tales como, ajustadores orgánicos de pH y bases para bebidas, entre otros. El principal producto industrial es el aceite esencial destilado, siendo los principales consumidores las grandes compañías productoras de bebidas de cola, por lo que prácticamente toda la producción se exporta. El consumo mundial de refrescos de cola está creciendo entre 8 y 12% anual, lo que parece indicar que el consumo de aceite esencial debe aproximarse al de ellos.

Industrialmente existen diferentes técnicas o procesos empleados para obtener aceites esenciales de productos cítricos como el limón. En México estas técnicas incluyen la centrifugación del jugo que se genera en el prensado de la fruta entera y en el raspado de la piel de la fruta, conocido como método de extracción en frío. Este método proporciona aceites esenciales de excelente calidad, dado que al evitar el uso de procesos térmicos, en su obtención se reduce considerablemente la descomposición de moléculas lábiles, principales responsables de los aromas característicos de dichos aceites. Los jugos o corrientes líquidas resultantes del proceso de prensado de la fruta o del mismo proceso de centrifugación, son posteriormente sometidos a la destilación con arrastre por vapor en procesos en lote cuando éstos contienen aún cantidades importantes de aceites esenciales. Esta operación se lleva a cabo en alambiques compuestos por un hervidor, un cuello de cisne y un condensador, del que se obtienen finalmente los aceites esenciales ya separados del agua y otros componentes no deseados. El método de destilación diferencial por arrastre de vapor tiene la desventaja de emplear importantes cantidades de energía -en forma de vapor- para el calentamiento del jugo, 75 kcal/kg de jugo, aproximadamente, además de emplear adicionalmente 375 kg de vapor durante el proceso de destilación -el tiempo estimado para alambiques de una capacidad de 10 toneladas es de 8 horas- [3]. El largo proceso de destilación anterior también afecta la calidad de los aceites esenciales, debido al prolongado tiempo de exposición del jugo a temperaturas cercanas a los 100°C. Una vez terminado dicho proceso, la disposición del jugo residual representa también un problema potencial de contaminación ambiental, debido a que se mantiene a una temperatura cercana a los 100°C y un pH de 2.2 por lo que su tratamiento -enfriamiento y neutralización- impacta negativamente en los tiempos y costos de operación.

Como una alternativa al proceso tradicional de destilación, en este trabajo se presenta un nuevo equipo denominado Destilador-Fraccionador Horizontal y un nuevo proceso de destilación fraccionada para la obtención de aceites esenciales. El nuevo sistema tiene características importantes como: realizar de manera continua el proceso de destilación, reduciendo y optimizando el consumo de energía y tiempo del proceso.

El producto -aceites esenciales- es obtenido en forma fraccionada, incrementando su potencial de uso en diferentes industrias tales como la alimenticia, farmacéutica y cosmetología entre otras. Para evaluar y validar este nuevo equipo y proceso de destilación en continuo se realizaron dos etapas experimentales: en la primera fase experimental se corre un diseño factorial 2^3 con el propósito de evaluar la capacidad de destilación del Destilador-Fraccionador Horizontal y determinar el rango de operación del equipo. Este conjunto de experimentos se realizó con soluciones modelo preparadas con los 4 principales compuestos de los aceites esenciales presentes en el jugo de limón. La segunda fase experimental se realizó con jugo de limón mexicano (*Citrus aurantifolia*) y su objetivo principal fue explorar condiciones de operación que

optimizan la eficiencia de extracción y la capacidad de fraccionación del equipo axial, como determinar la calidad de los aceites esenciales obtenidos en el Destilador-Fraccionador Horizontal.

Materiales y Métodos

Primera fase. Un diseño experimental 2^3 con dos réplicas de soluciones modelo fue realizado para investigar la influencia de tres factores o variables independientes del proceso como son: flujo másico de vapor (S , g/min), flujo másico de alimento (F , g/min) y la composición inicial -fracción mol- de la solución modelo. La variable de respuesta fue la eficiencia de extracción de los aceites esenciales. Tal y como lo establece el diseño experimental, 8 diferentes condiciones experimentales de operación fueron determinadas y realizadas (ver [Tabla 1](#)). Para determinar los dos niveles del tercer factor, las soluciones modelo se prepararon con los 4 principales compuestos de mayor presencia en el jugo de limón: limoneno (Sigma Aldrich, pureza del 97%); γ -terpineno (Sigma Aldrich, pureza 97%); α -terpineol anhidro (Fluka, mezcla de isómeros, $\alpha = 65\%$, $\beta = 20\%$ y $\gamma = 10\%$) y decanal (Fluka, pureza del 97%). La composición -fracción masa- de cada una de las soluciones modelo también son indicadas en la [Tabla 1](#), donde X_1 representa la fracción masa de limoneno, X_2 la fracción masa de γ -terpineno, X_3 la fracción masa de α -terpineol y X_4 la fracción masa de decanal. La cantidad total de solución a destilar en cada experimento fue de 20 kg.

Segunda fase. A partir de los resultados del primer diseño experimental 2^3 , se hicieron pruebas experimentales en torno a las condiciones donde una mayor eficiencia de extracción de aceites esenciales se encontró, variando el flujo de vapor y el flujo de alimento. Para esta segunda fase se emplearon soluciones reales de jugo de limón mexicano, cultivado en el estado de Colima. Los resultados de estas pruebas se analizaron con un modelo de regresión múltiple de segundo orden, con el fin de explorar la región experimental y encontrar las mejores condiciones de operación del nuevo equipo. Los limones fueron exprimidos dos veces con el objeto de obtener una mayor cantidad de aceites esenciales en el jugo. Una vez realizada la operación se procedió a filtrar el jugo de limón antes de alimentarlo al equipo.

El trabajo experimental se realizó en un Destilador-Fraccionador Horizontal operando en continuo con una capacidad de 3 litros, el cual cuenta con 4 cámaras o etapas teóricas de separación. Las [Figuras 1 y 2](#) muestran un prototipo del Destilador-Fraccionador Horizontal empleado. Actualmente dicho equipo se encuentra en trámite de patente ante el IMPI con registro (No.JL/a/2001/000027)[4].

Análisis cromatográfico. Los aceites recuperados en las cuatro etapas del Destilador-Fraccionador Horizontal de cada uno de los tratamientos del diseño 2^3 de la primera fase experimental, fueron sometidos al análisis por cromatografía de gases para determinar la composición en la fase de vapor de aceites esenciales. El objetivo de este análisis es determinar la forma en que el Destilador-Fraccionador Horizontal va fraccionando los diferentes compuestos de la solución inicial, ya que como se aprecia en la [Tabla 1](#), el tercer factor del diseño 2^3 es la composición inicial de la solución modelo, teniéndose dos diferentes composiciones; la primera corresponde con una fracción mol de $a = (X_1=0.65; X_2=0.20; X_3=0.13; X_4=0.02)$; y la segunda con una fracción mol de $b = (X_1=0.50; X_2=0.25; X_3=0.20; X_4=0.05)$. De tal forma que si la proporción detectada en cada etapa del equipo es diferente para cada una de las composiciones establecidas, esto marcará un indicio de que el equipo tiene la capacidad de fraccionar los aceites esenciales.

La comparación de las proporciones para cada etapa se realiza obteniendo la siguiente variable de respuesta

$$W_{ij} = \frac{P_{i0} - P_{ij}}{P_{i0}},$$

donde p_{i0} representa la proporción inicial del componente i y p_{ij} la proporción del componente i detectada por cromatografía de gases en la etapa j (con $i, j = 1,2,3,4$). Esta variable de respuesta posteriormente se analiza con un modelo de efectos con dos criterios de clasificación[5] -la composición y la etapa-.

$$W_{ij} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \alpha\beta_{ij} + \varepsilon_{ij},$$

donde μ representa una media general o efecto común, α_i representa el efecto del componente i , β_j el efecto de la etapa, $(\alpha\beta)_{ij}$ el efecto de la interacción componente-etapa y ε_{ij} es el error.

La determinación del contenido de aceites esenciales en cada una de las etapas se realizó de acuerdo con la norma AFNOR (NF V 03-409 1983). El cromatógrafo de gases que se empleó corresponde al modelo HP-6890, equipado con detector de ionización de flama y auto-muestreador. Adaptada una columna capilar Ultra 1 (50 m x 0.2 mm x 0.33 cm de espesor de película). Los aceites recuperados en cada una de las cámaras se sometieron al análisis por cromatografía de gases para la determinación de la composición en la fase vapor de los aceites esenciales en cada una de las cámaras de extracción del Destilador-Fraccionador Horizontal bajo las siguientes condiciones de operación:

Temperatura del inyector	250°C
Temperatura del detector	280°C
Temperatura del horno de 80 a 150°C	a razón de 2.5 grados por min
Flujo de hidrógeno	40 mL/min
Flujo de aire	400 mL/min
Flujo de helio (<i>make-up</i>)	40 mL/min
Flujo de inyección	0.8 mL/min
Volumen de inyección	0.1 ml con una relación <i>split</i> de 150:1

Se introdujeron a la columna los estándares de cada compuesto para determinar sus tiempos de retención, logrando la identificación mediante el análisis comparativo de dichos tiempos de retención.

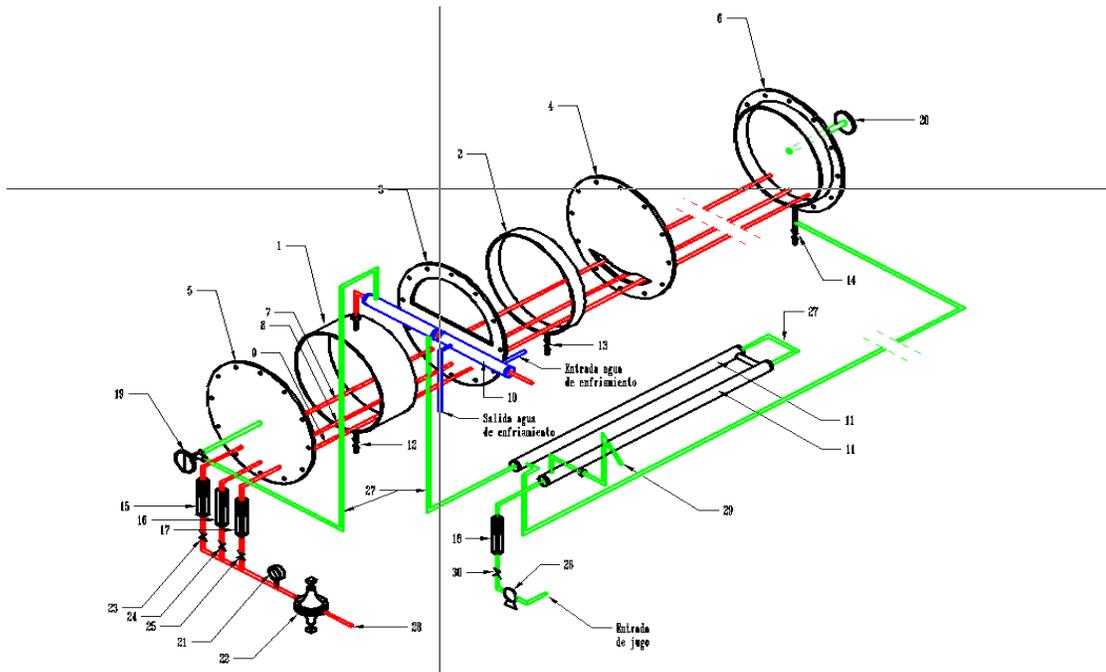


Figura 1. Isométrico de las partes internas que componen el Destilador-Fraccionador Horizontal.

Descripción general del Destilador-Fraccionador Horizontal. El Destilador-Fraccionador Horizontal, fue construido en acero inoxidable T 304, conforme a la Norma ISO 9001, por tratarse de un equipo que procesa productos destinados al consumo humano. En la [Figura 1](#) se muestra el esquema de una de las etapas que componen el destilador, la pieza marcada con el número (1) es el segmento cilíndrico en el que se lleva a cabo la transferencia de masa y calor por parte del vapor y el alimento, la pieza (2) se refiere a un pequeño segmento que tiene por objeto servir de transición entre las mamparas (3) y (4) para provocar el cierre hidráulico, en ambos segmentos en cada una de las etapas, se colocaron válvulas de desagüe (12) y (13) en esta figura. La mampara (3) es la que determina la altura del líquido alimentado, mientras que la (4) conduce al alimento parcialmente agotado a la siguiente etapa del destilador, las piezas (5) y (6) son las tapas inicial y final del equipo, en ambas tapas se cuenta con dos termómetros de carátula (19) y (20) para medir la temperatura de la primera y última etapa del Destilador-Fraccionador Horizontal, dichas temperaturas nos ayudan a determinar el estado estacionario del equipo, ya que una vez fijados los flujos del alimento y del vapor, la siguiente condición necesaria para el estado estacionario es que las temperaturas de todas las cámaras sean iguales.

El suministro de vapor al Destilador-Fraccionador Horizontal se lleva a cabo a través de la tubería (28), la cual cuenta con una válvula reguladora de presión (22) y un manómetro de carátula (21), dicha línea está conectada a tres tubos provistos de sus respectivas válvulas de mariposa (23), (24) y (25), además de los indicadores de flujo, que pueden ser rotámetros o placas de orificios (15), (16) y (17), estas líneas están conectadas a tres tubos horizontales que cuentan con perforaciones a la altura del segmento (1), ya que dichos tubos funcionan como los difusores de vapor para cada una de las etapas del Destilador-Fraccionador Horizontal.

La línea (27) corresponde a las tuberías por donde se alimenta la materia prima, -jugo de limón en nuestro caso-, el intercambiador de calor de doble etapa (11) se encuentra conectado en esta línea, el cual tiene por objeto aprovechar el calor del jugo residual para precalentar el alimento y evitar que los residuos se descarguen a altas temperaturas. El flujo de alimento se controla mediante una bomba peristáltica (26) que esté conectada a dicha línea, en caso de utilizar otro tipo de bomba para la alimentación deberá colocarse una válvula (30) y un medidor de flujo (18), como se indica en el esquema.

Por tratarse de un intercambiador de calor del tipo de tubos concéntricos, el jugo residual procedente del destilador, se alimenta en la parte externa del intercambiador, mientras que el jugo nuevo fluye por la parte interna del tubo. En la parte superior del segmento (1) se encuentra colocado un condensador de tubos concéntricos, el cual está dividido en dos secciones en la parte interna, la parte más cercana al destilador está conectada a la línea de vapor directo con el objeto de elevar la temperatura de precalentamiento del jugo nuevo, mientras que la parte final está conectada a contracorriente con los demás condensadores que provienen de las demás etapas del Destilador-Fraccionador Horizontal. En la [Figura 2](#) se muestra de una manera más clara cómo está conectado el sistema de enfriamiento de los vapores que salen del equipo. Cabe mencionar que el Destilador-Fraccionador Horizontal, se encuentra recubierto con aislante en el cuerpo principal axial como en los intercambiadores de calor, lo que redundará en un mayor ahorro de energía.

Funcionamiento del Destilador-Fraccionador Horizontal. La [Figura 2](#) muestra al Destilador-Fraccionador Horizontal de manera completa, la numeración que se observa en ésta figura, corresponde a la empleada durante la descripción detallada del equipo en la [Figura 1](#). El inicio de la operación de destilación se realiza alimentando el jugo de limón, mediante una bomba peristáltica que impulsa al jugo a un intercambiador de calor que opera a contracorriente con el jugo de limón agotado que sale del destilador. Esto con la finalidad de tener un precalentamiento del jugo a destilar antes de entrar al Destilador-Fraccionador Horizontal.

El equipo está compuesto por varias cámaras o secciones de vaporización y por mamparas que las dividen. Las mamparas hacen posible mantener el nivel del jugo dentro del cuerpo y establecen el patrón de flujo requerido para lograr el contacto íntimo y uniforme entre el vapor y la masa del jugo, de tal forma que se logra la separación de los aceites a medida que el jugo se desplaza a través del equipo. Las mamparas fueron disecadas y colocadas en forma alternada para facilitar el control de temperaturas, el flujo de jugo y el flujo de vapor; su acomodo y orientación permite formar un cierre hidráulico en cada una de las secciones o etapas, por lo que la fracción destilada en cada una de las diferentes secciones presenta diferente composición de los aceites obtenidos.

Una vez que el jugo de cítricos se encuentra en el interior del equipo, se alimenta con vapor vivo a través de tubos con orificios que lo distribuyen a cada una de las cámaras, llevándose a cabo el proceso de destilación continua. Cuando los vapores se han generado en cada cámara, estos fluyen hacia el condensador situado en la parte superior de éstas. Una vez condensados los aceites, se reciben en un embudo de separación o en un vaso florentino, donde es separada la fase acuosa y la orgánica de manera continua.

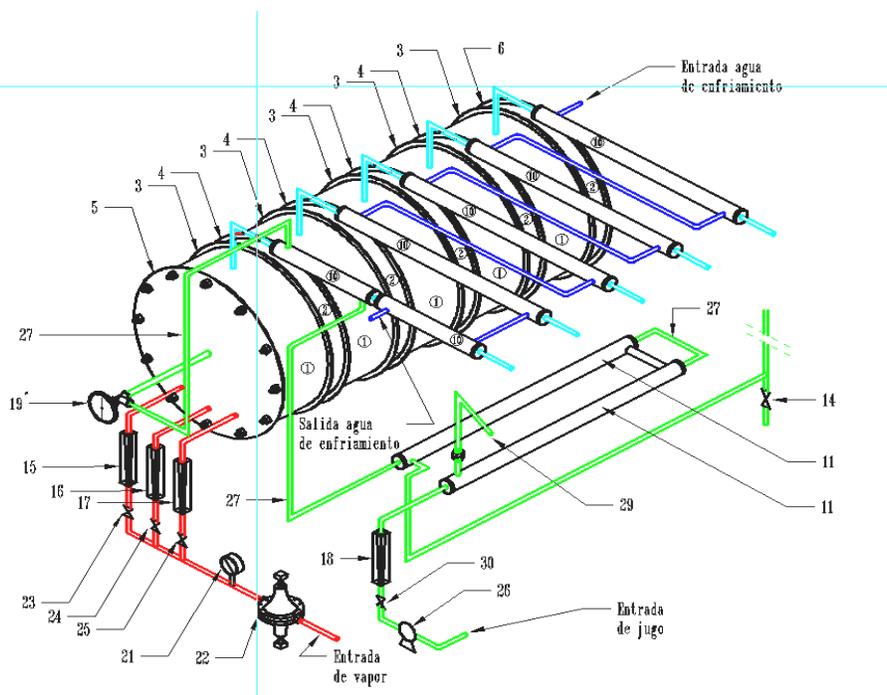


Figura 2. Isométrico del Destilador Fraccionador Horizontal.

Resultados y Discusión

Destilación de soluciones modelo. La primera etapa experimental se desarrolló de acuerdo al diseño 2³ y con la solución modelo descrita en el apartado de materiales y métodos. El diseño y las eficiencias obtenidas en cada prueba se muestran en la [Tabla 1](#). La [Figura 3](#) muestra la capacidad de extracción del Destilador-Fraccionador Horizontal para cada una de las condiciones experimentales descritas en la [Tabla 1](#).

Tabla 1. Diseño experimental 2^3 y resultados

Corrida experimental	Aceite alimentado (g)	Flujo vapor S (g/min)	Flujo alimento F (g/min)	Concentración C (fracción masa)	Eficiencia de extracción (%)	
1	80	-1	-1	-1	57.0	60.0
2	80	-1	+1	-1	60.2	62.0
3	80	+1	-1	-1	39.0	45.0
4	80	+1	+1	-1	66.0	65.8
5	80	-1	+1	+1	72.4	74.0
6	80	+1	-1	+1	72.0	73.0
7	80	-1	-1	+1	67.25	68.0
8	80	+1	+1	+1	67.0	68.0
	Niveles			Composición		
	-	25	67	a = ($X_1=0.65$; $X_2=0.20$; $X_3=0.13$; $X_4=0.02$)		
	+	35	112	b = ($X_1=0.50$; $X_2=0.25$; $X_3=0.20$; $X_4=0.05$)		

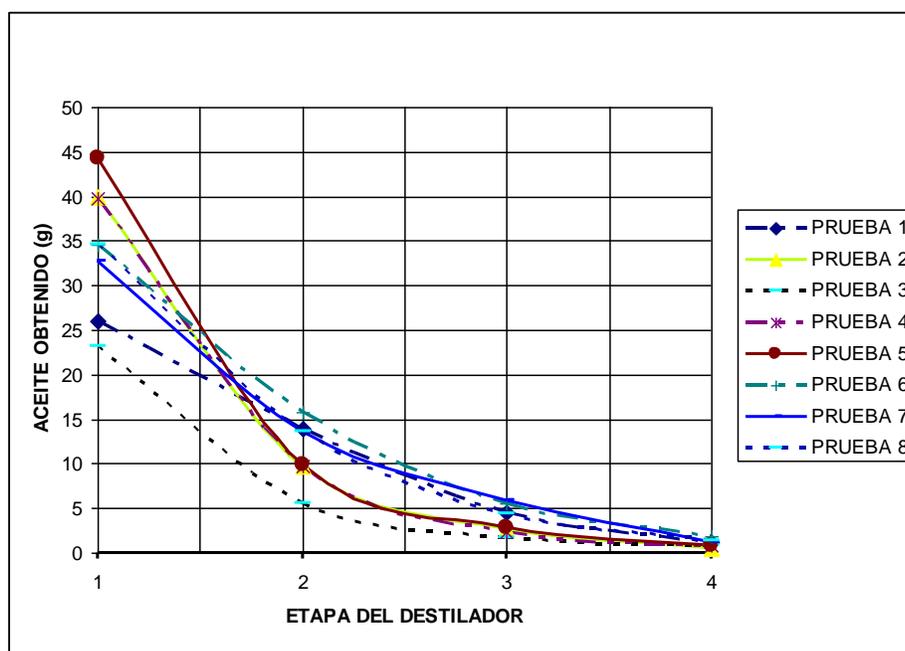


Figura 3. Comportamiento de la destilación en el destilador continuo.

Como se observa en la [Figura 3](#), en la primera etapa del destilador se extrae la mayor cantidad de aceites con valores entre 23 y 45 g. Sin embargo, estas cantidades decrecen exponencialmente conforme avanza el flujo de alimento dentro de las diferentes etapas del destilador, debido a que la concentración de los aceites en este flujo va siendo agotada en cada etapa del equipo. Un análisis exploratorio de los resultados en la [Tabla 1](#) y la [Figura 3](#), muestra que la mayor cantidad de aceite extraído en la primera etapa corresponde a la prueba 5 con 45 g. En esta prueba se trabajó con el nivel más alto en la velocidad del alimento y el nivel más bajo en el flujo de vapor. Para la prueba 6 se obtuvo una extracción de sólo 35 g de aceite, sin embargo su eficiencia de extracción final fue similar a la prueba 5 ([Tabla 1](#)). Lo anterior indica que el Destilador-Fraccionador Horizontal tiene la versatilidad para extraer de manera continua aceites en una o varias etapas, con composiciones diferentes conforme al interés técnico o comercial que se requiera. Como se observa en la [Tabla 1](#) en las pruebas experimentales 5 y 6 se obtuvo la máxima eficiencia de extracción con un valor del 72%. Sin embargo, estas eficiencias de extracción son consideradas bajas con respecto a las reportadas en la literatura cuando se emplea el método tradicional (85%). Sin embargo, estos porcentajes de extracción fueron sustancialmente superados en la segunda fase experimental.

Para realizar el análisis estadístico formal de los resultados experimentales de la primera fase, en la [Tabla 2](#) se muestra el análisis de varianza. De ésta tabla, se aprecia claramente que los factores estudiados tienen una influencia significativa en la eficiencia de extracción del Destilador-Fraccionador Horizontal. El coeficiente de determinación R^2 muestra claramente que la variabilidad en la eficiencia de extracción es explicada por estos factores y sus interacciones. La [Figura 4](#) muestra la gráfica de cubo para determinar las mejores condiciones de operación del equipo, las cuales fueron punto de partida para la segunda fase experimental.

Se aprecia que las mejores condiciones se dan cuando el nivel explorado del flujo de vapor (S) es bajo; el del flujo de alimento (F) es alto y la composición (C) alta (composición b).

Tabla 2. Análisis de varianza para la eficiencia de extracción

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	C.M.	Fo	Valor p
S:Flujo de Vapor	31.8378	1	31.8378	16.97	0.0045
F:Flujo de Alimento	173.383	1	173.383	92.41	0.0000
C:Composición	710.622	1	710.622	378.74	0.0000
SF	28.7028	1	28.7028	15.30	0.0058
SC	36.8146	1	36.8146	19.62	0.0030
FC	178.022	1	178.022	94.88	0.0000
SFC	253.845	1	253.845	135.29	0.0000
lotes	13.9316	1	13.9316	7.43	0.0296
Total error	13.1339	7	1.87627		
Total (corr.)	1440.29	15			
R-cuadrada = 99.0881 % R-cuadrada (ajustado para Gl.) = 98.2902 % Error estándar = 1.36977					

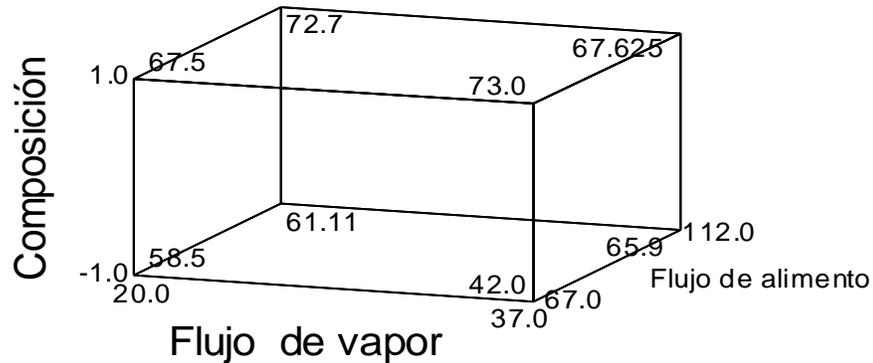


Figura 4. Gráfico de cubos para el que muestra el mejor tratamiento.

Discusión. Una de las ventajas importantes que se obtiene con el uso del nuevo equipo propuesto en este trabajo, Destilador-Fraccionador Horizontal, en comparación con la tecnología tradicional en la destilación de los aceites esenciales de cítricos, es que el consumo de vapor requerido para la destilación es menor que el que nos reportan los industriales del ramo[3], la relación S/F (flujo de vapor/flujo de alimento), utilizada en la destilación diferencial por lotes es de (1.2), en tanto que la relación S/F obtenida con el Destilador-Fraccionador Horizontal operado en continuo es mucho menor, ya que se obtuvieron relaciones de S/F hasta de 0.14 (ver [Tabla 3](#)), lo cual significa que se empleó el 12% del vapor que se emplea a nivel industrial en el proceso tradicional. Aún en el caso de la prueba 3 en la que la relación S/F es de 1.04, la cantidad de vapor usado es de apenas el 86% del que se utilizaría en la destilación diferencial por lotes. Es importante notar que en el experimento que se utilizó una mayor relación de (S/F = 1.04), la eficiencia de extracción que se obtuvo fue la más baja (39%), lo cual significa que los flujos de vapor y de alimento deben mantener una relación proporcional adecuada, puesto que de no ser así; se corre el riesgo de que el vapor suministrado sea desperdiciado, o en el otro extremo (flujo lento de vapor), éste no sea el suficiente para llevar a cabo la extracción de los aceites esenciales. Esta observación nos sugiere que existe una relación adimensional entre los flujos de vapor y de alimento (S/F) que maximiza la variable de respuesta eficiente de extracción, la cual es una característica importante del Destilador Fraccionador Horizontal. La ventaja del ahorro de energía es atribuida tanto a la recuperación de calor que se obtienen mediante el intercambiador de calor de tubos concéntricos; así como, al diseño de las mamparas que se encuentran en el interior del Destilador-Fraccionador Horizontal, ya que al tratarse de un proceso continuo, el jugo de limón permanece en movimiento e idealmente agitado, lo que facilita la transferencia simultánea de masa y energía entre los aceites presentes en el jugo de limón y el vapor suministrado.

Tabla 3. Comparación entre el consumo de vapor del destilador continuo y el método tradicional

Corrida	S/F	Tiempo de Residencia (h)	Eficiencia Promedio (%)	% relativo de vapor *
1	0.39	5	58.5	32%
2	0.20	3	61.1	16%
3	1.04	5	42	86%
4	0.24	3	66	20%
5	0.26	5	73	22%
6	0.39	3.6	72.7	33%
7	0.14	2.5	67.6	12%
8	0.18	2	67.5	15%

*Porcentaje de vapor utilizado respecto del método tradicional.

Otro punto favorable del proceso continuo es que los jugos de cítricos permanecen a temperaturas elevadas durante menos tiempo con relación al proceso en alambique. Guenther[6] señala que cuando una solución de ácido cítrico permanece en contacto con aceite esencial de cítricos por periodos cortos de tiempo, ocurre una relativa y pequeña degradación y cuando permanece en contacto con el aceite por largos periodos de tiempo, ocurre una degradación parcial, aún en la ausencia de calor. También es conocido que la combinación de calor y ácido por largos periodos de tiempo tiene sobre los aceites esenciales un efecto muy marcado, resultando en un contenido de aldehídos menor y adquiriéndose el olor y aroma característicos del aceite esencial obtenido en el comercio, pero no característicos de la fruta fresca y del aceite esencial obtenido una vez que la fruta se somete a expresión[7]. Por tanto, puede señalarse que los tiempos de residencia del destilador continuo, refuerzan la conservación del carácter químico original de los aceites esenciales ya que los tiempos de residencia son menores en un 50% con relación al utilizado en alambiques.

Como se observa en la [Tabla 3](#) las mayores eficiencias de extracción se presentan cuando la relación (S/F) tiene valores en el rango de 0.25 a 0.4. Por tanto, la segunda fase de experimentación -empleando jugo de limón- se llevó a cabo explorando relaciones de (S/F) entre 0.4 y 0.6 con el objeto de incrementar la eficiencia de extracción del equipo.

Validación del Destilador empleando jugo de limón mexicano. La segunda etapa experimental se realizó utilizando solución real de jugo de limón mexicano, el cual se obtuvo de la expresión de los limones mediante un equipo despulpador que separa la cáscara y semillas de los aceites esenciales presentes en el jugo de limón. Una vez obtenida la mezcla de aceites esenciales y el jugo, se procedió al filtrado y posteriormente se alimentó al Destilador-Fraccionador Horizontal mediante una bomba peristáltica. Como se estableció en la sección de materiales y métodos, lo que se busca es explorar la región experimental y encontrar las mejores condiciones de operación empleando jugo de limón. En la [Tabla 4](#) se muestran las pruebas corridas y los resultados de esta segunda etapa experimental.

Tabla 4. Resultados experimentales de la destilación fraccionada en continuo.

Z ₁ : Jugo alimentado (g)	Aceites volátiles (fracción masa)	Jugo residual (g)	Z ₂ : Vapor suministrado (g)	Contenido inicial de aceites (g)	Aceite total obtenido (g)	Z ₂ /Z ₁	Y: Eficiencia de extracción (%)
20000	0.0035	21345	9721	69.12	55.80	0.49	81
24539	0.0045	26509	12733	111.58	93.85	0.52	84
22930	0.0060	24560	12813	137.76	131.90	0.56	96
25997	0.0053	27080	13905	136.54	125.00	0.53	92
26198	0.0039	27780	12613	101.05	85.80	0.48	85
27245	0.0048	28620	13700	131.27	118.80	0.50	91
25369	0.0050	27450	15667	127.02	121.60	0.62	96
25580	0.0052	26805	15617	133.04	124.60	0.61	94

La primera columna de la [Tabla 4](#) corresponde a la cantidad en gramos de la mezcla real alimentada. Para determinar la cantidad de aceites esenciales presentes en dicha solución real, se utilizó el método propuesto en las normas AFNOR, los cuales son mostrados en la segunda columna.

Como se observa en [Tabla 4](#), las eficiencias obtenidas experimentalmente van del 81 al 96%. Que son eficiencias superiores a las obtenidas en el sistema tradicional. Para analizar los resultados de la [Tabla 4](#) se ajustó un modelo de segundo orden en términos de Z₁, Z₂ y Z₂/Z₁. La [Tabla 5](#) muestra los detalles del mejor modelo ajustado con términos significativos. Cuya ecuación está dada por

$$Y = -0.0282Z_1 + 8.6 \times 10^{-7} Z_1^2 - 9.93 \times 10^{-7} Z_2^2 + 811.422 \frac{Z_2}{Z_1}$$

El modelo describe claramente la eficiencia de extracción (Y), ya que el coeficiente de determinación ajustado (R² ajust.) es igual a 99.98%, lo que indica un excelente ajuste[8]. En la [Figura 5](#) se muestra la superficie de respuesta del modelo ajustado. Como se aprecia en esta figura, el modelo pronostica eficiencias mayores cuando Z₁ es alto y Z₂ es bajo, y la relación Z₂/Z₁ se mantiene cercana a 0.6. Estos resultados se consideran satisfactorios desde el punto de vista de la capacidad de extracción del Destilador-Fraccionador Horizontal. Respecto de la relación Z₂/Z₁ la cual es una medida de la energía que se requiere para la operación de la destilación fraccionada en continuo de los aceites esenciales, puede notarse que se mantuvo por debajo de la reportada por la empresa Citrojugos, mediante el método de la destilación tradicional de la destilación por arrastre de vapor por lotes hasta en un 60%, lo cual confirma las ventajas de esta tecnología frente al método de destilación por lotes en cuanto al ahorro de energía.

Tabla 5. Análisis del modelo ajustado para datos de la [Tabla 4](#)

Parámetro	Estimación	Error estándar	Estadístico T	Valor p
Z ₁	-0.0281996	0.00625023	-4.51177	0.0107
Z ₁ ²	8.60258E-7	1.81602E-7	4.73705	0.0091
Z ₂ ²	-9.93523E-7	1.969E-7	-5.04583	0.0073
Z ₂ /Z ₁	811.422	145.373	5.58167	0.0051
R ² = 99.99 R ² (ajus.) = 99.98 Error estándar de estimación = 1.51387				

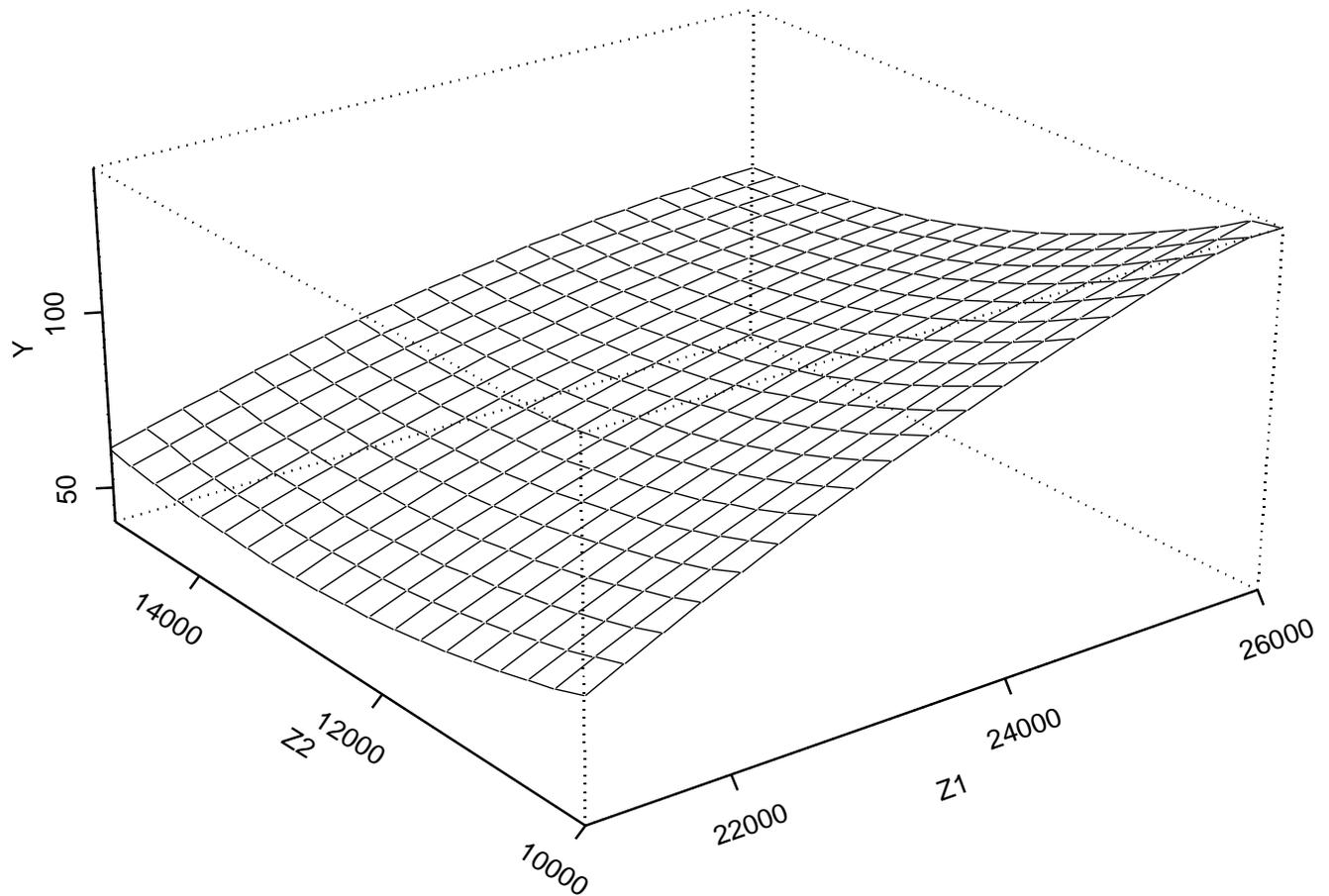


Figura 5. Superficie de respuesta del modelo ajustado para los datos de la [Tabla 3](#)

Fraccionación de los aceites esenciales. La capacidad de fraccionación del Destilador-Fraccionador Horizontal, fue estudiada como se indicó en la sección de materiales y métodos definiendo la variable

$$W_{ij} = \frac{p_{i0} - p_{ij}}{p_{i0}},$$

donde p_{i0} es la proporción inicial del componente i y p_{ij} es la proporción del componente i detectada en el cromatógrafo en la etapa j (con $i,j=1,2,3,4$). Esta variable de respuesta se analizó con un modelo de efectos con dos criterios de clasificación. En la [Tabla 6](#) se muestra el análisis de varianza correspondiente y en la [Figura 6](#) las gráficas de interacción. De donde se aprecia que la forma en que se fue fraccionando cada compuesto a través de las cuatro etapas fue diferente estadísticamente. Por ejemplo, se aprecia que el compuesto X_4 (decanal), se empezó a fraccionar más lento que el resto inicialmente y termina con la proporción de recuperación más alta.

Tabla 6. Análisis de varianza variable W_{ij} para la

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	C.M.	Fo	Valor p
Efectos principales					
A:Compuesto	1.11866	3	0.372887	4.50	0.0049
B:Etapa	0.626369	3	0.20879	2.52	0.0610
Interacciones					
AB	3.01629	9	0.335144	4.04	0.0001
Residual	10.6093	128	0.0828851		
TOTAL	15.3706	143			

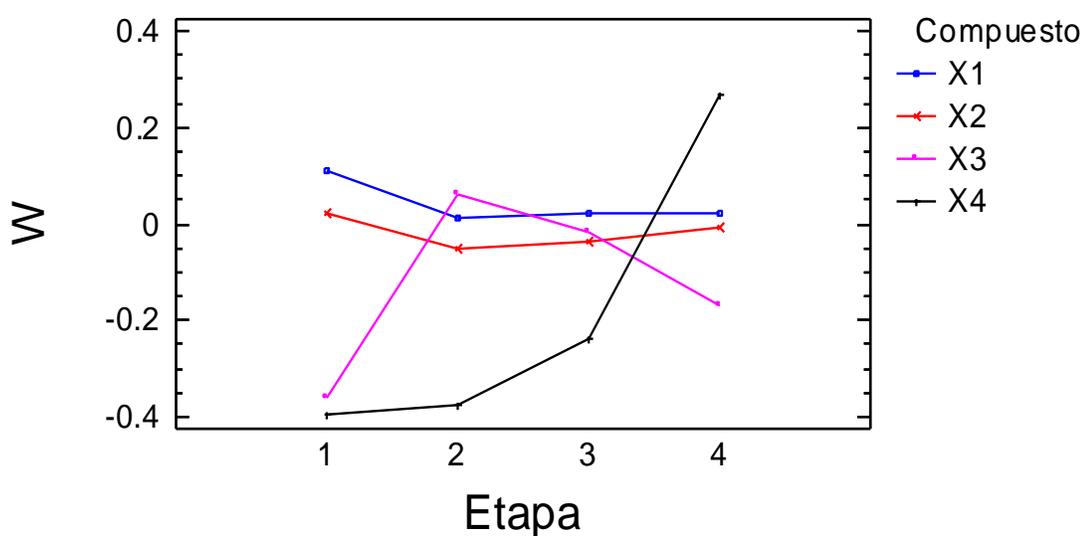


Figura 6. Gráficas de interacción para evaluar la capacidad de fraccionar del equipo.

En la [Tabla 7](#) se muestran los 36 principales compuestos identificados mediante cromatografía de gases los cuales representan el 98% en peso de los compuestos presentes en el jugo de limón mexicano. Lota y col.[9] reportaron 38 compuestos de aceites para el limón mexicano en donde la composición de los aceites presenta diferencias importantes, en su estudio presentan un contenido de limoneno del 66%, γ -terpineno del 6.9%, α -terpineol 0.6% por mencionar algunos de los compuestos principales, a diferencia de los valores mostrados para los mismos compuestos en la [Tabla 7](#), estas diferencias son atribuibles a la naturaleza misma del fruto, ya que las diferentes condiciones de maduración y procesamiento influyen de manera determinante en la composición final de los aceites esenciales[10].

Tabla 7. Comparación de las composiciones de aceites esenciales de limón mexicano presentadas por Lota y col.[9] y las obtenidas en el Destilador-Fraccionador Horizontal

Compuesto	Lota y col. (2002)	Destilador-Fraccionador
α -Tuyeno	0.4	0.2
α -Pino	1.2	2.1
Canfeno	Tr	0.3
β -Pino	6.1	10.6
Sabineno	5.4	NR
Mirceno	1.5	1.2
α -Felandreno	Tr	0.2
1,4 -Cineol + δ -3-Careno	ND	0.1
α -Terpineno	0.3	0.7
p-Cimeno	2.3	1.1
Limoneno	66.8	51.6
γ -Terpineno	6.9	10.7
α ,p-Dimetilestireno	NR	Tr
α -Terpinoleno	0.4	1.9
Linalool	0.4	0.4
α -Fenchol	NR	0.3
Terpinen-1-ol	NR	Tr
β -Terpineol	NR	0.2
Borneol	NR	0.2
Terpinen-4-ol	0.9	1.8
α -Terpineol	0.6	6.2
γ -Terpineol	NR	0.1
Decanal	ND	0.1
Neral	0.4	0.5
Geranial	0.8	1.0
δ -Elemeno	ND	0.2
Acetato de nerilo	NR	Tr
Acetato de geranilo	0.6	0.1
Dodecanal	ND	0.2
β -Cariofileno	ND	0.8
α -Bergamoteno	NR	1.2
(E,E)- α -Farneseno	ND	0.9
β -Bisaboleno	0.4	1.6

Tr =compuestos traza, ND= no detectado, NR= no reportado

Conclusiones

El sistema propuesto constituye un nuevo método y nuevo equipo para la extracción continua de los aceites esenciales a partir del jugo de limón. El sistema extrae los aceites esenciales de este cítrico de una manera más rápida, eficiente y económica. Empleando el Destilador-Fraccionador Horizontal es posible obtener aceites esenciales de manera fraccionada, con una composición diferente por cada etapa. Con el uso del presente equipo se evita descargar el jugo residual a altas temperaturas al medio ambiente debido a su sistema de recuperación de calor, evitando posibles problemas de contaminación. La capacidad para fraccionar parcialmente los aceites esenciales de jugo de limón demostrada en el presente trabajo, deberá ser estudiada a mayor profundidad, mediante la utilización de modelos matemáticos que nos permitan predecir los equilibrios liquido-vapor de las sustancias volátiles, además del cálculo del número de etapas teóricas necesarias para la separación selectiva de los diferentes compuestos que forman los aceites esenciales, dado que las diferentes fracciones de los aceites cuentan con un potencial de aplicación y por lo tanto comercial diferente.

Es importante destacar que los resultados obtenidos en el presente trabajo pueden extender su aplicación hacia el resto de las familias de cítricos, ya que de manera preliminar se han corrido algunas pruebas con mandarina, toronja y naranja. En todos los casos el equipo se comportó de manera similar en cuanto a la eficiencia de extracción y la fraccionación parcial de los respectivos aceites esenciales.

Referencias

- [1.](http://faostat.fao.org) Base de datos de la Organización de las Naciones Unidas Para la Agricultura, <<http://faostat.fao.org>> FAO, (2006)
- [2.](#) Centro de Estadística Agropecuaria, Avance de siembra y cosecha del año, *Dirección General de Agricultura, FIRA* (2003).
- [3.](#) CITROJUGOS, S. A. de C.V. (2000), ubicada en Pípila # 545, Tecoman , México 28100.
- [4.](#) Gutiérrez Pulido, H. y de la Vara Salazar R. (2003). Análisis y diseño de Experimentos. *McGraw Hill*. México D.F.
- [5.](#) Guenther Ernest, *Essential Oils*, (1972), Ed. *Krieger* Volume I. Germany
- [6.](#) Gamarra, F.M.C., Sakanaka, L.S., Tambourgi, E.B. y Cabral F.A. (2006) Influence on the Quality of Essential Lemon (*Citrus aurantifolia*) oil by Distillation Process. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, **23**, 147-151.
- [7.](#) Johnson, R.A. y Wichern D.W. (1998). *Applied Multivariate Statistical Analysis*, 4e. Printice.
- [8.](#) Lota M.L., De Rocca Serra D. Tomi F. Jacquemond C. y Casanova J. (2002). Volatile Components of Peel and Leaf Oils of Lemon and Lime Species, *J. Agric. Food Chem.*, **50**, 796-805.
- [9.](#) Vekiari S.A. (2002) Composition and Seasonal Variation of the Essential Oil from Leaves and Peel of a Cretan Lemon Variety. *J. Agric. Food Chem.* **50**, 147-153.
- [10.](#) Vega Gómez Hugo Antonio, Padilla Mancilla Francisco Javier y Rodríguez González Ernesto. (2001). "Sistema para la extracción continua de aceites esenciales a partir de jugos de cítricos" Patente en trámite No. JL/a/2001/000027.