



Universidad de San Carlos de Guatemala

Facultad de Ingeniería

Escuela de Ingeniería Química

**DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN
FISICOQUÍMICA DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA HOJA
DE HIGO (*Ficus carica* L), EXTRAIDO A NIVEL DE PLANTA
PILOTO**

Gustavo Adolfo Hidalgo Mauricio

Asesorado por el Ingeniero José Eduardo Calderón García

Guatemala, mayo de 2006

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN
FISICOQUÍMICA DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA HOJA
DE HIGO (*Ficus carica* L), EXTRAIDO A NIVEL DE PLANTA
PILOTO**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

GUSTAVO ADOLFO HIDALGO MAURICIO

ASESORADO POR EL ING. JOSÉ EDURADO CALDERÓN GARCÍA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, MAYO DE 2006

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	
VOCAL II	Lic. Amahán Sánchez Alvarez
VOCAL III	Ing. Julio David Galicia Celada
VOCAL IV	Br. Kenneth Issur Estrada Ruiz
VOCAL V	Br. Elisa Yazminda Vides Leiva
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivonne Véliz Vargas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. Víctor Herbert de León Morales
EXAMINADOR	Ing. Carlos Salvador Wong Davi
EXAMINADOR	Ing. Manuel Gilberto Galván Estrada
SECRETARIO	Inga. Marcia Ivonne Véliz Vargas

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA HOJA DE HIGO (*Ficus carica* L), EXTRAÍDO A NIVEL DE PLANTA PILOTO,

tema que fue asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química con fecha de 02 de febrero de 2006.



Gustavo Adolfo Hidalgo Mauricio.



Guatemala 24 de abril del 2006

Ingeniero
Williams Álvarez
Director de Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Álvarez:

El motivo de la presente es para darle a conocer que he revisado el informe final del trabajo de graduación del estudiante, Gustavo Adolfo Hidalgo Mauricio, con número de carné 2000-10599, titulado "Determinación del Rendimiento y Caracterización Físicoquímica del Aceite Esencial Crudo de las Hojas de Higo Secas (*Ficus carica* L) extraída a nivel de Planta Piloto.", quien realizó la parte experimental en la Planta Piloto de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos sin costo alguno como una colaboración de parte de la sección de Química Industrial, que pertenece al Centro de Investigaciones.

Por lo cual después de haber realizado las correcciones pertinentes, considero que llena los requisitos para su posterior trámite y autorizo su publicación.

Si no otro particular, me suscribo de usted

Atentamente,

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Ing. Qco. José Eduardo Calderón García
Supervisor Planta Piloto de Extracción-Destilación
Profesor Titular VIII
Colegiado No. 244





FACULTAD DE INGENIERIA

Guatemala, 08 de Mayo de 2006

Ing. Williams Guillermo Alvarez Mejía.
Director de la Escuela de Ingeniería Química.
Facultad de Ingeniería.
Universidad de San Carlos de Guatemala.
Ciudad Universitaria.
Zona. 12.

Estimado Ingeniero Alvarez:

Por este medio comunico a usted que he revisado el trabajo de graduación titulado "DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA HOJA DE HIGO (Ficus Carica L), EXTRAÍDO A NIVEL DE PLANTA PILOTO", desarrollado por el estudiante universitario: Gustavo Adolfo Hidalgo Mauricio., carné 200010599 para optar al título de Ingeniero Químico.

En mi calidad de asesor procedí a revisar el trabajo de informe final del trabajo de graduación que resume lo efectuado, y llego a la conclusión que dicho informe es una fuente de información útil e importante de la caracterización fisicoquímica del aceite crudo de la Hoja de Higo extraído por arrastre de vapor. Este estudio es un estudio inicial de carácter exploratorio por cuanto al utilizar la cromatografía y espectroscopia de masas se pudo identificar el 64% de los compuestos.

Por lo anterior, considero que el trabajo desarrollado cumple con los requisitos exigidos por la Escuela de Ingeniería Química, por lo que, dejo constancia de aprobación para su impresión y posterior divulgación.

Por otra parte se agradece a todas las personas que participaron en el desarrollo de este trabajo.

En espera de que ustedes queden igualmente satisfechos con el presente trabajo de graduación, me suscribo atentamente,



Ing. Erwin Manuel Ortiz Castillo. Msc.
Profesor Titular de la Escuela de Ingeniería Química.
Area de Química.
Msc. Ingeniería Sanitaria.
Universidad de San Carlos de Guatemala.

cc. archivo.

ACTO QUE DEDICO A

DIOS

El ser omnipotente.

MI MADRE

Violeta Lily Mauricio Alvarado. Por todo el amor, apoyo, sabiduría y comprensión que me ha brindado a lo largo de mi vida.

MI ABUELA

Leticia Alvarado de Mauricio. Por el apoyo y el cariño que me brindo durante estos años.

MIS HERMANOS

Edgar Giovanni, Breneli Anaite, por todos los momentos que compartimos y que nunca termine la confianza que tenemos.

MIS TIOS

Por todo ese apoyo y confianza que me han brindado.

MIS FAMILIARES

PRESENTES

AGRADECIMIENTO A

INGENIERO: José Eduardo Calderón García. Por su asesoría y ayuda brindada durante la realización del presente trabajo.

LAS PERSONAS: Mariana Flores, Darío Barraza, Gerardo Robles, por la ayuda que me brindaron como asistentes de investigación en la planta piloto del Centro de Investigaciones de Ingeniería.

MIS AMIGOS: Por toda la ayuda y apoyo que me brindaron.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	III
GLOSARIO	V
RESUMEN.....	IX
OBJETIVOS.....	XI
INTRODUCCIÓN.....	XIII
1. DESCRIPCION DEL ÁRBOL DE HIGO(Ficus carica L.).....	1
1.1 Tipos de Higueras	1
1.2 Variedades Cultivadas.....	2
1.3 Propagación	2
1.4 Poda	2
1.4.1 Poda de formación	2
1.4.2 Poda de producción	3
2. ACEITES ESENCIALES.....	5
2.1 Extracción con arrastre de vapor.....	7
2.1.1 Extracción con vapor directo.....	7
2.1.2 Extracción con agua y vapor directo, caldillo,.....	8

3. METODOLOGÍA.....	9
3.1 Diseño de Tratamientos	9
3.1.1 Estado de la Materia Prima.....	9
3.1.2 Tamaño del Lote y Rendimiento	9
3.1.3 Tiempo de Extracción	9
3.2 Descripción de Método.....	10
3.2.1 Preparación de materia prima.....	10
4. PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA HOJA DE HIGO SECAS POR MEDIO DE ARASTRE CON VAPOR A NIVEL DE PLANTA PILOTO	13
5. RESULTADOS	17
6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	21
CONCLUSIONES	27
RECOMENDACIONES	29
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	31
BIBLIOGRAFÍA.....	33
APÉNDICE	35
ANEXOS.....	45

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1. Macerador.....	14
2. Platos	14
3. Intercambiador de calor	15
4. Vaso Florentino.....	15
5. Rotavapor	16
6. Variación del rendimiento dependiendo del estado de la materia prima.....	17
7. Variación del rendimiento dependiendo del tiempo de extracción	43
8. Variación del rendimiento dependiendo del tamaño del lote de extracción.....	43
9. Secado de materia prima para la extracción	47
10. Corte de materia prima para la extracción.....	47
11. Caldera	48
12. Tanque de agua para la caldera.....	48
13. Llaves de paso de vapor al macerador.....	49
14. Equipo de enfriamiento de agua para el intercambiador de calor....	49
15. Aceite esencial crudo.....	50
16. Cromatografía en masa del aceite esencial crudo de hojas de higo.	53

TABLAS

I. Volumen del aceite esencial obtenido de las hojas de higo secas para cada uno de los lotes realizados.	37
II. Volumen del aceite esencial obtenido de las hojas de higo frescas para cada uno de los lotes realizados.	37
III. Densidad del aceite esencial obtenido de para cada uno de los lotes realizados.	38
IV. Rendimiento del aceite esencial obtenido de para cada uno de los lotes realizados.	38
V. Temperatura de entrada y salida de cada flujo para cada uno de los lotes realizados.	39
VI. Variación del rendimiento dependiendo del estado de la materia prima.	41
VII. Variación del rendimiento dependiendo del tiempo de extracción para hojas de higo secas.	41
VIII. Variación del rendimiento dependiendo del tiempo de extracción para hojas de higo frescas.	42
IX. Variación del rendimiento dependiendo del tamaño del lote.	42

GLOSARIO

Aceite esencial	Aceite que comúnmente proviene de las flores, hojas y partes blandas de los vegetales. El aceite esencial posee un olor característico, es volátil y con densidad menor al agua.
Caldera	Aparatos de calentamiento, los cuales convierten la energía del combustible en calor latente de vaporización.
Condensador	Intercambiador de calor latente, el cual tiene como función condensar vapor en líquido.
Correlación	Regresión matemática de determina la variación y la exactitud de los datos numéricos a partir de modelos.
Cromatografía	Técnica que tiene suficiente poder el cual permite separar los componentes de una mezcla de sustancias por sus distintas distribuciones entre una fase estacionaria que tiende a retenerlos y una fase móvil que los desplaza.

Densidad	Relación entre la masa de un cuerpo y el volumen que ocupa éste.
Destilación	Separación de dos o más sustancias miscibles entre sí, por medio de sus distintos puntos de ebullición.
Intercambiador de calor	Equipo de intercambio de energía térmica, en el cual un fluido caliente le cede energía térmica a un fluido frío.
Macerador	Es un tanque con chaqueta para calentamiento con vapor, en el cual se introduce la materia prima, donde se da algún proceso.
Modelo matemático	Modelo en el cual se relacionan datos matemáticos en una ecuación de dos o mas variables.
Neoclavenger	Equipo para realizar extracciones con arrastre de vapor a nivel laboratorio.
Planta piloto	Es una planta a escalas pequeñas (100 L a 1000 L) con los mismos parámetros de diseño de una planta industrial.

Proceso	Conjunto de operaciones unitarias, que mediante pasos ordenados, da lugar a la transformación de materia primas en productos terminados.
Rendimiento	Relación de masa de aceite extraído en comparación con la masa de materia prima inicial.
Solvente	Sustancia que está en mayor cantidad en una solución y que tiene la capacidad de distribuir en su seno, homogéneamente, otro material que se llama soluto.
Volátil	Sustancia con presión de vapor bastante alta, que necesita poca energía para vaporizarse. Con punto de ebullición bastante bajo.

RESUMEN

En el presente trabajo se realizó la extracción de aceite esencial crudo de hojas de higo. La extracción del aceite esencial crudo, se llevó a cabo utilizando el método de arrastre con vapor. La extracción se realizó en la planta piloto de extracción–destilación del Centro de Investigaciones de Ingeniería, de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Se determinaron las variables óptimas del proceso de extracción del aceite esencial, siendo estas: el estado de la materia prima, el tiempo de extracción y el tamaño del lote. A través de dichas variables se obtuvieron modelos matemáticos, las cuales describen su comportamiento. Las variables óptimas para la extracción de aceite son: el tiempo de extracción de 1 hora 45 minutos, un tamaño de lote de 2.49 Kg., con un tamaño de partícula de 1 cm x 2 cm, para un rendimiento máximo de 0.085 %.

Finalmente, al aceite esencial se le realizaron pruebas fisicoquímicas y cromatografías para determinar cuáles son los componentes mayoritarios.

OBJETIVOS

GENERAL

- Caracterizar el aceite esencial crudo de la extracción a nivel de planta piloto de las hojas de higo secas.

ESPECIFICOS:

1. Determinar el rendimiento del aceite esencial crudo extraído de hojas de higo secas a nivel de planta piloto.
2. Determinar las variables de proceso de extracción del aceite esencial de las hojas de higo secas a nivel de planta piloto.

INTRODUCCIÓN

El higo -*Ficus carica* L- es uno de los árboles, al igual que el olivo y el almendro, tradicionales por su rusticidad y su fácil manipulación, siendo un frutal muy apropiado para el cultivo extensivo.

Siempre ha sido considerado como árbol que no requiere cuidado alguno, una vez plantado y arraigado, limitándose el hombre a recoger de él los frutos cuando maduran, unos para el consumo en fresco, otros para conservar en seco o para preparar a partir de ellos, determinados tipos de postres muy utilizados en nuestro medio.

El presente estudio tiene como objetivo la caracterización del aceite esencial crudo de las hojas secas del árbol de higo -*Ficus carica* L- así como determinar su rendimiento a nivel de planta piloto, debido a su gran interés ya que éste es un trabajo exploratorio.

Para la extracción del aceite esencial de las hojas de higo, se utilizó como materia prima hojas de higo secas y frescas, ya que, en la actualidad, se están utilizando los aceites esenciales para elaborar perfumes, así como repelentes de insectos o productos que requieran de aromas naturales. Por lo tanto, un estudio como el presente, reviste especial interés, puesto que, en Guatemala, existe una gran variedad de plantaciones de árboles de los cuales se podrían extraer aceites

esenciales y, así, poder fomentar la plantación y el manejo de los bosques naturales.

De los procesos utilizados para la extracción de aceites esenciales, el de arrastre con vapor es uno de los más utilizados, el cual consiste en colocar la materia prima en unas rejillas las cuales van dentro de un macerador donde es inyecta vapor saturado o sobre calentado el cual es provisto por una caldera y a presiones más elevadas que la atmosférica, éste se dirige hacia arriba, atravesando la masa vegetal arrastrando así el aceite esencial.

Por medio de este proyecto se fomentará la industrialización de los aceites esenciales, estimulando un buen manejo de las áreas naturales con que cuenta el país.

1. DESCRIPCION DEL ÁRBOL DE HIGO

(Ficus carica L.)

Se caracteriza por presentar flores axilares unisexuales y es el **único** miembro de su género cultivado por sus frutos. Normalmente se desarrolla como un árbol globoso de hoja caduca, aunque en ciertas regiones de América Central se puede mantener siempre verde. Alcanza hasta 10 metros de altura en zonas de condiciones favorables, pero puede adquirir un hábito de tipo arbustivo bajo peores condiciones.

Las **hojas** de la higuera son muy grandes (10 cm de largo y 20 cm de ancho), palmeadas y alternas, con un pecíolo largo (2 cm a 5 cm) y grueso. Son de color verde intenso y presentan 3 a 5 lóbulos, generalmente divididas y acorazonadas en la base, con nerviación palmeada. Presentan abundantes tricomas (pelos) dándole aspereza al tacto. (Ref. 1)

1.1 Tipos de Higueras

Las higueras se pueden clasificar de un modo muy general en **no comestibles y comestibles**. Estas últimas pueden clasificarse en no partenocárpicas, partenocárpicas solo para brevas y partenocárpicas para higos y brevas.

1.2 Variedades Cultivadas

Se clasifican en dos grupos:

- **Higueras Breveras o Brevaes**
- **Higueras Comunes**

1.3 Propagación

La forma más fácil y corriente de propagación de la higuera es por sistema asexual, mediante el enraizamiento de **estacas leñosas** se uno a dos años. El proceso de enraizamiento puede llevarse a cabo en camas de propagación bajo invernadero, en bolsas bajo un sombreadero, o bien, directamente en terreno en el lugar de plantación.

1.4 Poda

Entre los tipos de poda tenemos:

1.4.1 Poda de formación

El sistema actualmente más recomendado es el de **centro abierto tipo copa** o el tipo **“Y” abierta**. Para lograr esto es necesario despuntar el árbol nuevo es invierno, recién plantado, dejando un tronco de unos 40-50 cm. desde el suelo.

1.4.2 Poda de producción

La poda de producción dependerá del objetivo de producción del huerto. Si la plantación está orientada a la producción de brevas, el árbol deberá podarse muy poco; si se orienta a ambos tipos de frutos, deberán elegirse ramas para brevas dejándolas sin podar y elegir ramas para higos y podarlas bajas; si la producción está dirigida sólo hacia higos, el árbol puede podarse en forma mucho más severa. (Ref. 2)

2. ACEITES ESENCIALES

Los Aceites Esenciales son productos químicos que forman los componentes odoríferos de un gran número de vegetales. El término aceite esencial se aplica también a las sustancias sintéticas similares preparadas a partir del alquitrán de hulla y en las sustancias semisintéticas preparadas a partir de los aceites naturales esenciales.

Los aceites esenciales son líquidos volátiles, en su mayoría insolubles en agua, pero fácilmente solubles en alcohol, éter, aceites vegetales y minerales.

Los aceites esenciales proceden de las flores, frutos, hojas, raíces, semillas y corteza de los vegetales. El aceite de espliego, por ejemplo, procede de una flor, el aceite de pachulí de una hoja y el aceite de naranja de un fruto. Los aceites se forman en las partes verdes (con clorofila) del vegetal y al crecer la planta son transportadas a otros tejidos, en concreto a los brotes en flor. Se desconoce la función exacta de un aceite esencial en un vegetal; puede ser para atraer los insectos para la polinización, o para repeler a los insectos nocivos, o puede ser simplemente un producto metabólico secundario. (Ref. 3)

Los aceites volátiles se pueden obtener de las plantas o frutos por varios métodos: por el acto de exprimir, por arrastre con vapor, por extracción con disolventes volátiles, por enflurage o por maceración. La

mayor parte de los aceites se obtienen por arrastre de vapor, pero ciertos aceites se pueden dañar con altas temperaturas.

Al exprimir por máquinas puede producirse un aceite casi idéntico al producto exprimido a mano y es el método aplicado en forma comercial. De los procesos de exprimir a mano, el proceso de esponja es el más importante ya que produce el aceite de mejor calidad. Aquí la fruta se parte y la piel se limpia y se sumerge por varias horas; cada cáscara se prensa contra una esponja y el aceite se absorbe en ella, que se exprime periódicamente.

La extracción con vapor, generalmente se lleva a cabo a presión atmosférica: si los componentes del aceite pueden sufrir hidrólisis, el proceso se efectúa a presión reducida. Gran parte de la extracción de aceites esenciales se realiza en el sitio de recolección en extractores muy toscos.

En la extracción con disolventes volátiles, el factor más importante para lograr éxito en este método es la selección del disolvente. El disolvente debe:

- Ser selectivo, esto es disolver rápida y totalmente los componentes odoríferos, con solo una parte mínima de materia inerte,
- Tener un bajo punto de ebullición,
- Ser químicamente inerte al aceite
- Evaporarse completamente sin dejar cualquier residuo odorífero
- Ser de bajo precio y de ser posible, no inflamable.

Se han empleado muchos disolventes, pero el mejor es el éter de petróleo altamente purificado, benceno y hexano. El equipo de extracción es complicado y relativamente costoso; consiste en alambiques para fraccionar el disolvente, baterías para extraer las flores y recipientes para concentrar las soluciones de aceites florales. Los dos tipos de extractores usados son el estacionario y el rotario.

El proceso de enflurage es un proceso de extracción de grasas en frío que se aplica solo en algunos tipos de flores delicadas (jazmín, tuberosa, violeta, etc.) y que produce aceites que de ninguna forma se podrían obtener por extracción con vapor. La grasa o base consistente en una mezcla altamente purificada de una parte de sebo y dos partes de manteca, con 0.6 % de benzoína como conservador. Este método ya no se emplea de modo comercial. (Ref. 4)

2.1 Extracción con arrastre de vapor

La extracción se puede dar por dos métodos:

2.1.1 Extracción con vapor directo

La materia prima seca o húmeda se coloca en unas rejillas las cuales van dentro de un macerador donde inyecta directamente vapor saturado o sobre calentado, el cual es provisto por una caldera y a presiones más elevadas que la atmosférica, el vapor se dirige hacia arriba, atravesando la masa vegetal arrastrando así el aceite esencial.

2.1.2 Extracción con agua y vapor directo (caldillo)

La materia prima se coloca en un macerador en el cual hay agua caliente donde se forma un caldillo, para poder obtener el aceite esencial se le hace pasar vapor el material cargado donde el vapor fluye a través del material vegetal el cual extrae el aceite esencial.

3. METODOLOGÍA

3.1 Diseño de Tratamientos

Para obtención del aceite esencial a partir de las hojas de higo se evaluarán las siguientes variables.

3.1.1 Estado de la Materia Prima

Se utilizará solamente las hojas de higo frescas así como secas, con el objeto de determinar cual es su comportamiento dentro de la extracción.

3.1.2 Tamaño del Lote y Rendimiento

Se realizará una cuantificación del tamaño del lote (medido en libras) y el aceite esencial obtenido, para determinar el rendimiento.

3.1.3 Tiempo de Extracción

Se determinará el tiempo óptimo para la extracción del aceite esencial crudo, esto a partir del correlacionar tiempo contra cantidad de aceite obtenido, de manera que se pueda encontrar el punto donde ya no sea posible extraer significativamente aceite. Con lo cual se determina el tiempo en que se agota la materia prima.

3.2 Descripción de Método

Se realizará la extracción tomando en cuenta las siguientes medidas:

3.2.1 Preparación de materia prima

Para preparar la materia prima, primero se separan las hojas de los tallos.

- **Materia sin secarse:** La materia fresca se utilizará lo más pronto posible luego de obtenida, puesto que este caso se requiere que esté bien conservada, se realizarán pruebas de comparación de rendimiento de material sin secar.
- **Materia seca:** Se realizarán pruebas con materia media seca, para ello no se utilizará el secado mediante secadores o evaporadores, ya que esto puede afectar los componentes activos. Se necesitará entonces secar las plantas en un local cubierto con techo con aireación constante, para que se vaya renovando el aire humedecido por la evaporación del agua que sale de la planta puesta a secar.

A continuación se realizará el corte de la hoja para poder determinar el tamaño del lote a utilizar para realizar la extracción.

3.3 Recursos utilizados

- La extracción se realizó en la planta piloto de extracción destilación del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Los análisis de laboratorio de cromatografía se realizaron en el Departamento de Toxicología de la Facultad de CC.QQ. y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

4. PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA HOJA DE HIGO SECAS POR MEDIO DE ARASTRE CON VAPOR A NIVEL DE PLANTA PILOTO

Se selecciona la materia y se corta a un tamaño de partícula adecuado de 1 cm. X 2 cm. Se determina la masa del tamaño de lote de materia prima, dividiendo el lote en 4 partes iguales para poder acomodarlos en los platos que se introducen en la marmita (**ver figura 1**). Primero se introduce el sostenedor de los platos y el primer plato en la marmita, agregando sobre el primer plato la primera parte de la materia prima; se agrega el segundo plato, agregando la segunda parte de la materia prima, hasta terminar con el último plato. La marmita se cierra sin dejar aberturas para que no haya pérdidas, primero se procede se hace recircular agua por el intercambiador de calor (condensador) por lo menos por 5 minutos, luego se procede a pasar vapor por la chaqueta de la marmita durante 7 minutos. El vapor, es vapor saturado proveniente de la caldera.

Al haber dejado recircular el agua de enfriamiento por el intercambiador de calor, se procede a dejar pasar vapor directo dentro del macerador, para que se realice la transferencia de masa y por ende dando la extracción de aceite esencial crudo. Se toman las temperaturas de entrada y de salida de los dos fluidos. El vapor se deja fluir por un

tiempo de extracción determinado. El vapor se condensa en el intercambiador de calor y se recupera en el vaso florentino (ver figura 4)

Figura 1. Macerador



Figura 2. Platos



Figura 3. Intercambiador de calor



El vaso florentino siempre tiene que estar lleno de agua y si se utiliza solvente para recuperar el aceite, el vaso florentino debe tener una trampa de solvente de unos 300 mL. en cada extracción.

Figura 4. Vaso Florentino



Al concluir con la extracción se descarga de la marmita el lote agotado y se vuelve a cargar para poder realizar otra extracción. El aceite esencial crudo se separa del solvente por medio de un rotavapor, con lo cual el hexano se utiliza en extracciones posteriores.

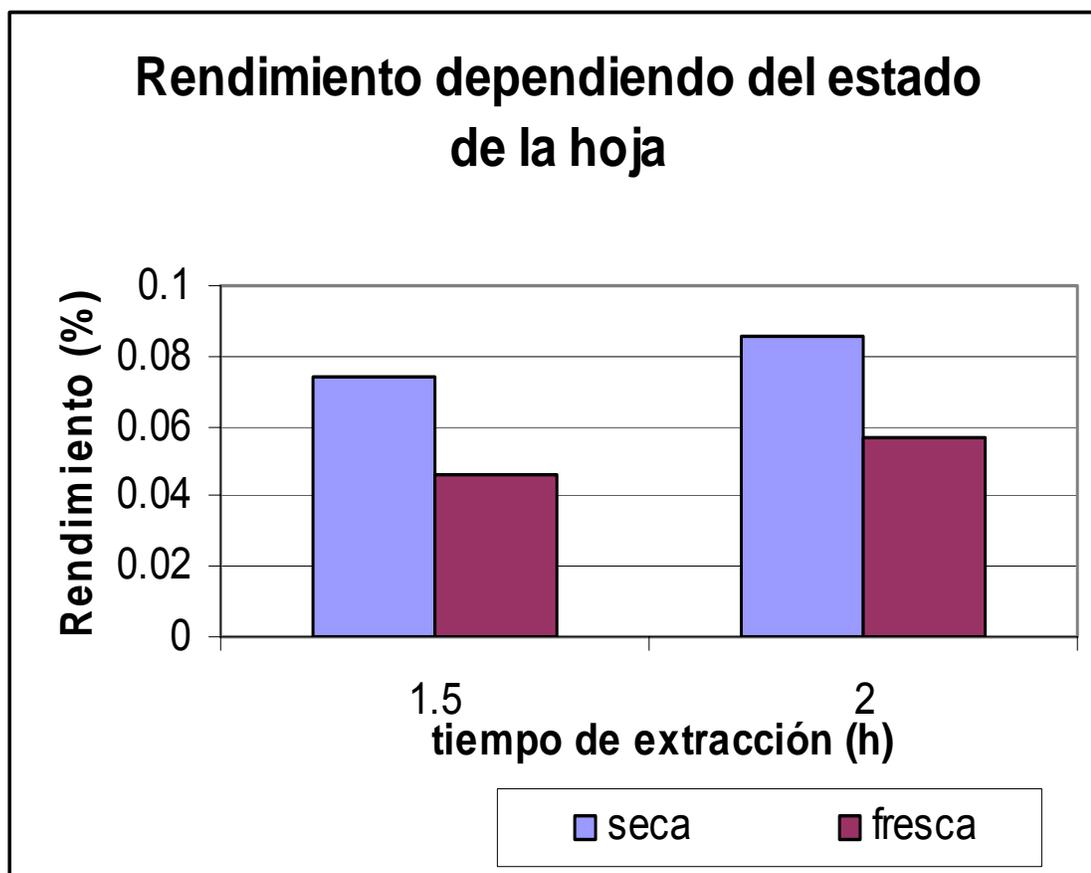
Figura 5. Rotavapor



5. RESULTADOS

Figura 6. Variación del rendimiento dependiendo del estado de la materia prima.

Fuente: Tabla VI



5.1 Datos de extracción a nivel de planta piloto para hojas de higo secas.

Tiempo óptimo: 1 hora 45 minutos

Tamaño de lote óptimo: 2.49 Kg.

Tamaño de partícula: 1cm. X 2 cm.

Rendimiento máximo: 0.085 %

5.2 Propiedades sensoriales del aceite esencial de hojas higo secas.

Color: amarillo pálido

Olor: frasco con aroma a higo

Aspecto: líquido puro y limpio

5.3 Características del aceite esencial de hoja de higo secas.

Densidad: 0.81698 g / mL.

Índice de refracción: 1.4155

Punto de ebullición: ≈ 65 °C

Punto de fusión: ≤ 0 °C

Solubilidad con hexano: ∞ mL/L

Rendimiento a nivel laboratorio: 0.089 %

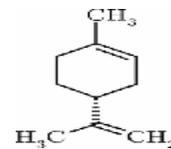
5.4 Composición del aceite esencial de hojas de higo secas

FUENTE: Anexo 2 Certificado (Pág. 53)

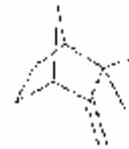
- pireno: 3.54 %



- Limoneno: 4.74 %



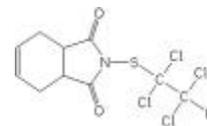
- Canfeno: 6.53 %



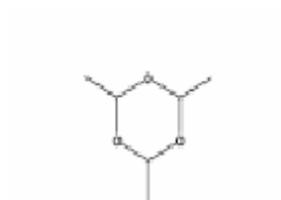
- Acido Linoleico: 8.67 %



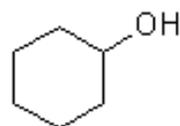
- Captafol: 14.96 %



- Paraldehido: 5.78 %



- Ciclohexanol: 7.98 %



- n-Tridecano: 11.75 %



- No identificado: 36.05 %

6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este trabajo se evaluó la caracterización y el rendimiento de la extracción de aceite esencial crudo de hojas de higo, utilizando el método de extracción de arrastre con vapor. Dicha extracción se realizó en la planta piloto del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos.

Para la extracción se utiliza vapor saturado proveniente de una caldera de 10 hp, el cual se hace pasar por la materia prima que esta contenida en los platos dentro del macerador, así de esta forma se extrae el aceite esencial crudo, haciendo una mezcla de vapor de agua con aceite esencial.

Antes de hacerle pasar vapor directo a la materia prima, se le hace un precalentamiento, el cual consiste en hacer pasar vapor en la chaqueta de la marmita, el tiempo de precalentamiento debe estar entre 5 y 10 minutos.

La mezcla de aceite esencial con vapor de agua se condensa a forma líquida por medio de un intercambiador. La mezcla condensada de aceite con agua es recolectada por un vaso florentino, que contiene una trampa de hexano la cual atrapa solamente el aceite esencial.

El vaso florentino debe estar lleno de agua antes de empezar con la extracción para evitar pérdidas del aceite esencial, ya que este funciona como un decantador el cual utiliza la diferencia de alturas y densidades.

Para la condensación de la mezcla de aceite esencial y vapor de agua se utiliza agua fría, para la cual se utiliza un sistema de enfriamiento con recirculación, donde el agua de enfriamiento es impulsada por una bomba centrífuga la cual la hace circular por el sistema de enfriamiento manteniendo el agua a 9 °C para hacerla pasar por el intercambiador de calor.

Para la extracción se tuvieron que determinar las variables tales como el estado de la materia prima ya sea seca o fresca, el tamaño del lote y el tiempo de extracción.

La optimización del tamaño de la partícula a emplear es de gran importancia en la extracción de aceites esenciales crudos, ya que al hacerla es extraído más fácilmente el aceite por el vapor. Sin embargo, si el material es muy fino se tiene la desventaja de compactación y por lo cual esta no pueda ser alcanzada en su totalidad por el vapor.

Toda la planta utilizada fue recolectada del mismo lugar, del municipio de Chiantla, del departamento de Huehuetenango y se recolectó toda a la vez y con lo cual, se evitó utilizar plantas que tuvieran una composición distinta, ya que esto puede variar dependiendo de la región donde crezca la planta, así mismo las hojas fueron escogidas al

azar para aleatorizar el posible error que pueda causar la edad de las mismas.

Para determinar si el estado de la materia afecta se realizó 2 extracciones para hojas de higo secas y hojas de higo frescas. Para cada extracción se vario el tiempo de extracción en un periodo de 30 minutos, tomando como variables constantes el tamaño de partícula y el tamaño de los lotes. Los resultados que se obtuvieron se detallan en la tabla VI (página 40) como se puede observar que se extrae más aceite esencial de las hojas de higo secas, debido a que esta tiene menor humedad y por lo cual el vapor extrae con más facilidad el aceite esencial como se puede observar en la figura 6 (página 19) donde se describe el comportamiento de del estado de la materia prima con el rendimiento.

Para determinar el tiempo óptimo se realizaron 4 corridas utilizando un tamaño de partícula fijo que seria de 1 cm. X 2 cm, el tamaño del lote y el flujo de vapor se mantuvieron constantes. Para la extracción la variable del tiempo se vario 2 veces en un periodo de 30 minutos, cada tiempo teniendo 2 corridas, para corroborar los datos obtenidos. Los datos obtenidos se muestran en la tabla VII y tabla VIII (páginas 40 y 41). Con los resultados obtenidos se realiza una gráfica para ver el comportamiento como se muestra en la figura 7 (página 42).

Como se puede observar en la figura 7 para las hojas de higo seco el rendimiento es mayor que para las hojas de higo frescas y así mismo para ambas se puede observar que a medida que aumenta el tiempo de extracción el rendimiento es mayor. Debido a que no todas las hojas

tienen la misma humedad se procede a encontrar una ecuación que relaciona tanto las hojas de higo secas y las hojas de higo frescas, con el fin de encontrar el periodo donde el cambio de rendimiento no llega a ser muy significativo para poder así encontrar el tiempo óptimo de extracción, ya que después de ese periodo el aceite extraído ya no es rentable.

Para poder determinar el tamaño óptimo del lote se realizaron 4 corridas. Para cada extracción se vario el tamaño del lote de extracción en un periodo de 1 libra empezando en 2.26 Kg., tomando como variables constantes el tamaño de partícula y el tiempo de extracción. Los resultados que se obtuvieron se detallan en la tabla IX (página 41), con estos resultado se realizó un grafico donde se puede observar el comportamiento del rendimiento del las hojas de higo secas y las hojas de higo frescas en función del tamaño del lote, como se puede observar en la figura 8 (página 42).

Como se puede observar en la figura 8 que el rendimiento para las hojas de higo secas disminuye cuando se aumenta el tamaño del lote, mientras que para las hojas de higo frescas sucede lo contrario el rendimiento aumenta al aumentar el tamaño del lote, esto se debe a que las hojas frescas contiene mas humedad y por lo cual necesitan mas materia prima para poder tener una mayor área de contacto y por ende tener un mejor rendimiento de extracción. De la misma forma que para el tiempo de extracción al llegar a un punto en el cual el rendimiento disminuye al aumentar el tamaño del lote, esto se debe a que disminuye el área porosa entre si lo cual impide que se de una buena transferencia entre el vapor y la materia prima.

Para las extracciones se utilizó una trampa de hexano para recibir la mezcla de aceite esencial crudo con agua en el vaso florentino. El hexano se encarga de atrapar el aceite esencial en un porcentaje mucho más grande, separándolo por completo del agua y así evitar grandes pérdidas de aceite en el hidrolato.

La mezcla de aceite esencial con hexano fue separada por medio de un rotavapor, el hexano separado del aceite esencial se puede reutilizar en extracciones anteriores.

Luego de extraído el aceite esencial crudo se caracterizó, primero sensorialmente, se determinó que posee un olor característico a higo. El aspecto que se observa a temperatura ambiente es líquido limpio de color amarillo pálido. También se caracterizó fisicoquímicamente. Entre las propiedades físicas medidas está la densidad promedio que corresponde a 0.81698 gramos por mililitro, medida a 23 °C, también se midió a esta misma temperatura el índice de refracción que corresponde a 1.4155.

De las extracciones se procedió a encontrar el rendimiento máximo el cual es del 0.085 % lo cual era de esperarse ya que el rendimiento que se encontró a nivel laboratorio es del 0.089 %, esto nos quiere decir que el rendimiento varió en un 5 %.

La propiedad química que se determinó fue la composición del aceite. Se determinó por medio de una cromatografía en masa, de la cual se determinaron los compuestos mayoritarios que se encuentran en el aceite esencial crudo de las hojas de higo α -pireno: 3.54 %, Limoneno: 4.74 %, β -

Canfeno: 6.53 %, Acido Linoleico: 8.67 %, Captafol: 14.96 %, Paraldehido: 5.78 %, Ciclohexanol: 7.98 %, n-Tridecano: 11.75 %, No identificado: 36.05 %.

CONCLUSIONES

1. El mayor rendimiento de aceite esencial que puede extraerse de las hojas de higo secas por medio de arrastre de vapor a nivel de planta piloto es de 0.085 %.
2. Existe variación significativa del 33.61 % mayor en el rendimiento del aceite esencial crudo de hojas de higo secas en comparación con las hijas de higo frescas.
3. Existe variación significativa del 13.47 % en el rendimiento del aceite esencial crudo de hojas de higo cuando se ha extraído de diferentes tamaños de muestra.

RECOMENDACIONES

1. Comparar los rendimientos y composición química del aceite esencial crudo de hojas de higo secas, utilizando el método de arrastre con vapor con otros métodos de extracción.
2. Continuar el estudio y, así, determinar los rendimientos de extracción de aceite esencial de otras partes del árbol de higo.
3. Hacer estudios económicos que con los cuales se pueda obtener si es económicamente rentable y, así, realizar un procedimiento industrial.
4. Utilizar solventes para la extracción del aceite esencial de las hojas higo secas.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Leguizamón, G. **El cultivo de la higuera en Argentina.** 80-93. En: (ed. C. Botti) Cultivos Frutales para Zonas Áridas. Escuela de Agronomía, Facultad de Ciencias Agronómicas, Universidad de Chile 2000. Pág. 232.
2. Precaviera A.G. y Godoy R.A. **El cultivo de la higuera,** Instituto Nacional de Tecnologías Agropecuarias, Centro Regional Catamarca, La Rioja. Estación Experimental Agropecuaria Catamarca, 1985. Pág. 94.
3. Humberto Ortiz. **La producción de aceites esenciales en Guatemala y sus propiedades de ensanchamiento.** Tesis de Ingeniero Agrónomo. Guatemala, Universidad de San Carlos. 2002. Págs. 20 – 22.
4. Piedrasanta B. Benjamín. **Extracción de aceites esenciales de romero con el método de destilación por arrastre de vapor, variando los tamaños de bach a partir de pruebas a nivel laboratorio y pruebas a nivel de planta piloto.** Tesis de Ingeniero Químico. Guatemala, Universidad de San Carlos. 1997. Págs. 9-11.

BIBLIOGRAFÍA

1. H. Kuster. **Importancia de los aceites esenciales y sus perspectivas para el futuro**. New Cork: Editorial Dragoco, Report, 1971. Págs. 23, 28
2. Manuel Mendoza C. **Comparación del rendimiento y caracterización del aceite esencial del té de limón (Cymbopogon citratos) aplicado al método de hidrodestilación**. Tesis de Ingeniero Químico. Guatemala, Universidad de San Carlos. 2002. Págs. 17 – 24.
3. Pineda Werner Leonel. **Comparación del rendimiento y caracterización del aceite esencial crudo de la citronela (Cymbopogon winterianus), variando el tamaño de la muestra y el contenido de humedad aplicando el método de extracción por arrastre de vapor a nivel laboratorio**. Tesis de Ingeniero Químico. Guatemala, Universidad de San Carlos. Págs. 14- 17.
4. R. Grosse y otros. **Extracción del Aceite Esencial de Naranja Cajera Citrus**. Caracas: Acta Certificada Venezolana, volumen 51 suplemento No. 2-2000.

5. Retamar Juan Alberto. **Aceites esenciales de especies vegetales diversas**. Sus propiedades químicas. Argentina IPNAYS CONICET-UNI-FIQ. 1982. Págs. 25-34.
6. S. Parker (1992) **enciclopedia McGraw – Huill de Ciencia y Tecnología**, México: McGraw – Hill, Tomos I y IV.
7. Sandoval A. Jonathan. **Evolución del rendimiento en la extracción del aceite esencial de hojas de orégano (Limpia graveolens), variando el tamaño de muestra y aplicando los métodos de arrastre con vapor e hidrodestilación a nivel laboratorio**. Tesis Ingeniero Químico. Guatemala, Universidad de San Carlos. 1999. Págs. 8-10.

REFERENCIA ELECTRONICA

1. www.aceitesesenciales.com.ar 23/09/2005 10:24 horas.

APÉNDICE

APÉNDICE A

DATOS ORIGINALES

Tabla I. Volumen del aceite esencial obtenido de las hojas de higo secas para cada uno de los lotes realizados.

No. Lote	Tamaño de lote (Kg.)	Tiempo de extracción (h)	Tamaño de partícula	Volumen de aceite obtenido (mL)
1	2.26	1.5	1cm x 2cm	2.1
2	2.26	2	1cm x 2cm	2.4
3	2.71	1.5	1cm x 2cm	2.3
4	2.71	2	1cm x 2cm	2.5

Tabla II. Volumen del aceite esencial obtenido de las hojas de higo frescas para cada uno de los lotes realizados.

No. Lote	Tamaño de lote (kg.)	Tiempo de extracción (h)	Tamaño de partícula	Volumen de aceite obtenido (mL)
5	2.26	1.5	1cm x 2cm	1.3
6	2.26	2	1cm x 2cm	1.6
7	2.71	1.5	1cm x 2cm	1.8
8	2.71	2	1cm x 2cm	2.3

Tabla III. Densidad del aceite esencial obtenido para cada uno de los lotes realizados.

No. Lote	Tamaño de lote (Kg.)	Tiempo de extracción (h)	Tipo de materia prima	densidad de aceite obtenido (g/mL)
1	2.26	1.5	seca	0.8170
2	2.26	2	seca	0.8192
3	2.71	1.5	seca	0.8164
4	2.71	2	seca	0.8161
5	2.26	1.5	fresca	0.8176
6	2.26	2	fresca	0.8152
7	2.71	1.5	fresca	0.8171
8	2.71	2	fresca	0.8173

Tabla IV. Rendimiento del aceite esencial obtenido para cada uno de los lotes realizados.

No. Lote	Tamaño de lote (Kg.)	Tiempo de extracción (h)	Tipo de materia prima	rendimiento (%)
1	2.26	1.5	seca	0.0745
2	2.26	2	seca	0.0854
3	2.71	1.5	seca	0.0680
4	2.71	2	seca	0.0739
5	2.26	1.5	fresca	0.0462
6	2.26	2	fresca	0.0567
7	2.71	1.5	fresca	0.0532
8	2.71	2	fresca	0.0681

Tabla V. Temperatura de entrada y salida de cada flujo para cada uno de los lotes realizados.

No. Lote	Temperatura de agua de enfriamiento (°C)		Temperatura de vapor (°C)	
	Entrada	Salida	Entrada	Salida
1	9	13	92	22
2	9	13	92	22
3	9	13	92	22
4	9	13	92	22
5	9	13	92	22
6	9	13	92	22
7	9	13	92	22
8	9	13	92	22

APÉNDICE B

DATOS CALCULADOS

Tabla VI. Variación del rendimiento dependiendo del estado de la materia prima

Tipo de materia prima	Volumen de aceite recuperado	Rendimiento (%)
seca	2.1 mL	0.0745
Fresca	1.3 mL	0.0462
Seca	2.4 mL	0.0854
fresca	1.6 mL	0.0567

Tabla VII. Variación del rendimiento dependiendo del tiempo de extracción para hojas de higo secas

Tiempo de extracción (h)	Volumen de aceite recuperado	Rendimiento (%)
1.5	2.1 mL	0.0745
2	2.4 mL	0.0854
1.5	2.3 mL	0.0680
2	2.5 mL	0.0739

Tabla VIII. Variación del rendimiento dependiendo del tiempo de extracción para hojas de higo frescas

Tiempo de extracción (h)	Volumen de aceite recuperado	Rendimiento (%)
1.5	1.3 mL	0.0462
2	1.6 mL	0.0567
1.5	1.8 mL	0.0532
2	2.3 mL	0.0681

Tabla IX. Variación del rendimiento dependiendo del tamaño del lote para hojas de higo secas

Tamaño de lote (Kg.)	Volumen de aceite recuperado	Rendimiento (%)
2.26	2.4 mL	0.0854
2.71	2.5 mL	0.0739
2.26	1.6 mL	0.0567
2.71	2.3 mL	0.0681

APÉNCIDE C

GRÁFICAS DE TENDENCIA Y COMPORTAMIENTO DE LOS LOTES

Figura 7. Variación del rendimiento dependiendo del tiempo de extracción

Fuente: Tabla IV

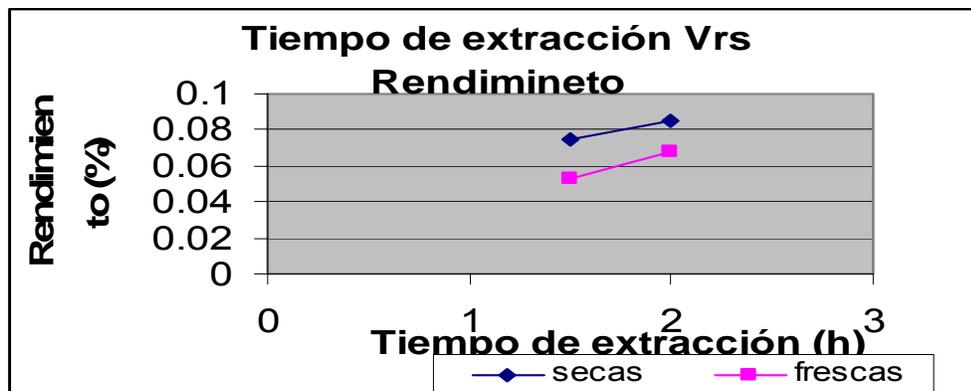
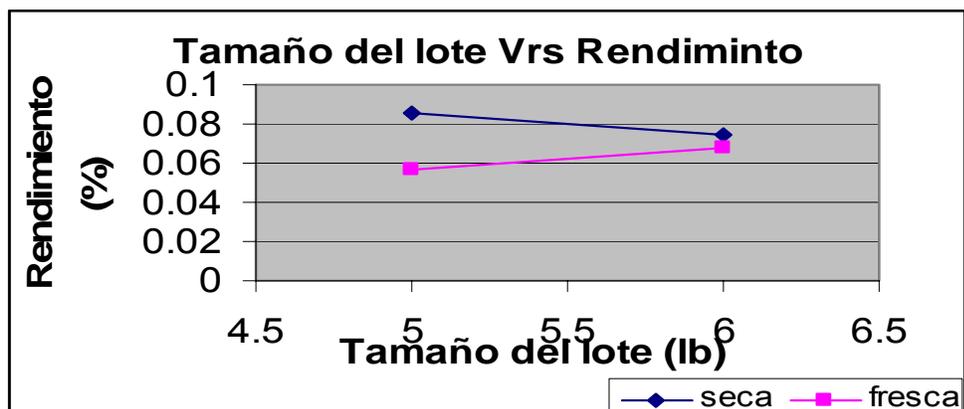


Figura 8. Variación del rendimiento dependiendo del tamaño del lote de extracción

Fuente: Tabla VIII



ANEXOS

ANEXO 1

FOTOGRAFIAS

Figura 9. Secado de materia prima para la extracción



Figura 10. Corte de materia prima para la extracción



Figura 11. Caldera



Figura 12. Tanque de agua para la caldera



Figura 13. Llaves de paso de vapor al macerador



Figura 14. Equipo de enfriamiento de agua para el intercambiador de calor



Figura 15. Aceite esencial crudo



ANEXO 2

CERTIFICADO Y CROMATOGRAMA

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS
DE GUATEMALA



FACULTAD DE CC.QQ. Y FARMACIA
DEPARTAMENTO DE TOXICOLOGÍA
"Julio Valladares Márquez"
CENTRO DE INFORMACIÓN Y
ASESORÍA TOXICOLÓGICA -CIAT-
LABORATORIO DE TOXICOLOGÍA

INFORME No.
L1494.03.06

Página. 1/1

INFORME DE LABORATORIO DE TOXICOLOGIA

SOLICITANTE: Gustavo Hidalgo
ENTIDAD:
AREA:
DIRECCIÓN/TEL:

FECHA DE INGRESO: 28/02/2006
FECHA DE ENTREGA: 08/03/2006
NOMBRE DEL PACIENTE:

EDAD:
SEXO:

DIRECCIÓN/TEL:

TIPO DE MUESTRA: Aceite esencial

CONDICIONES DE LA MUESTRA: Contendida
en frasco de vidrio color ambar con tapadera.

ANALISIS SOLICITADO: Espectro de masas

RESULTADO

Aceite Esencial dice : Espectro de masas


Licda. María del Carmen Arriola
ANALISTA PROFESIONAL II



ESTE DOCUMENTO ES VALIDO ÚNICAMENTE EN ORIGINAL

Information from Data File:

File: C:\HPCHEM\1\DATA\1493.D
 Operator: mca
 Date Acquired: 08 Mar 2006 10:40
 Method File: RAFAEL
 Sample Name: 1493 5 ul 3n 2 ml
 Misc Info:
 Vial number: 1

Search Libraries: C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator-autoint1.e

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	3.80	5.78	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Paraldehyde Ibuprofen-M (3-HO-) ME	1915 3381	000123-63-7 000000-00-0-26	84 26
2	4.47	8.67	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Linoleic acid ME Cyclohexene 1-Methylethenylcyclopropane	1068 1629 3818	002566-97-4 000110-83-8 004663-22-3	86 39 25
3	7.62	11.75	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L n-Tri decane Undecane Decane	2362 3792 3776	000629-50-5 001120-21-4 000124-18-4	90 72 70
4	8.68	14.96	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Captafol 1-Methylethenylcyclopropane Captan	3320 3818 2614	002425-06-1 004663-22-3 000133-06-9	95 16 9
5	9.61	7.98	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Cyclohexanol Stearyl alcohol	707 2356	000108-93-0 000112-92-5	89 18
6	10.35	3.54	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L α -Pireno	2359	000034-98-2	85
7	13.42	6.53	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Canfeno	3421	000234-65-4	92
8	14.53	4.74	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L Limoneno	2194	000304-55-5	89
9	-----	36.05	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L No identific			

FIGURA 15. Cromatografía en masa del aceite esencial crudo de hojas de higo.

