

UNIVERSIDAD DE VALLADOLID
ESCUELA DE INGENIERIAS INDUSTRIALES

Grado en Ingeniería Química

INTENSIFICACIÓN CON MICROONDAS DEL
PROCESO DE EXTRACCIÓN POR ARRASTRE
DE VAPOR DE ACEITES ESENCIALES

Autor:
González Mata, Borja

Tutor:
Mato Chaín, Rafael Bartolomé
Ingeniería Química y Tecnología del
Medio Ambiente

Valladolid, Julio de 2019.

Índice:

1. RESUMEN	1
2. INTRODUCCIÓN	5
2.1. ACEITES ESENCIALES.....	7
2.1.1. <i>Definición</i>	7
2.1.2. <i>Aplicaciones de los aceites esenciales</i>	8
2.1.3. <i>Mercado de los aceites esenciales</i>	10
2.2. GÉNERO CISTUS	13
2.2.1. <i>Introducción</i>	13
2.2.2. <i>Cistus ladanifer</i>	14
2.3. TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES.....	16
2.3.1. <i>Técnicas convencionales</i>	16
2.3.2 <i>Técnicas innovadoras</i>	18
2.4. PRETRATAMIENTO CON MICROONDAS	23
2.5. GRUPO OPERATIVO ESENCIAL	25
3. OBJETIVOS.....	29
4. MATERIALES Y MÉTODOS.....	33
4.1. MATERIA PRIMA.....	35
4.2. REACTIVOS	36
4.2.1. <i>Hexano</i>	36
4.2.2. <i>Linalool</i>	36
4.3. EQUIPOS	37
4.4. HUMEDAD DE LA MATERIA PRIMA.....	39
4.5. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES.....	40
4.5.1. <i>Steam Distillation (SD)</i>	40
4.5.2. <i>Steam Distillation con Pretratamiento de Microondas</i>	42

4.5.3. Solvent Free Microwave Extraction (SFME).....	45
4.6. MÉTODOS DE ANÁLISIS.....	48
4.6.1. Extracción Líquido-Líquido y Preparación de viales.....	48
4.6.2. Análisis con Cromatografía de Gases con Espectrómetro de Masas (GC-MS)	48
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	51
5.1. HUMEDAD DE LA MATERIA PRIMA.....	53
5.2. CINÉTICA Y RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE ACEITES.....	54
5.3. ENERGÍA DE MICROONDAS ABSORBIDA Y COSTE ENERGÉTICO DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITES.....	60
6. DISEÑO DE UNA PLANTA DE PRODUCCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE <i>CISTUS LADANIFER</i> ...	65
6.1. BASES DE DISEÑO.....	67
6.1.1. <i>Bases de diseño del proceso</i>	67
6.1.2. <i>Criterio de Diseño del Proceso</i>	68
6.1.3. <i>Bases de diseño de Ingeniería</i>	69
6.2. LOCALIZACIÓN DE LA PLANTA	71
6.3. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO	72
6.3.1. <i>Diagrama de Bloques del Proceso (PBD)</i>	72
6.3.2. <i>Descripción detallada del proceso</i>	73
6.3.3. <i>Diagrama de Flujo del Proceso (PFD)</i>	76
6.3.4. <i>Balance de Materia y Energía</i>	77
6.4. EQUIPOS DEL PROCESO	78
6.4.1. <i>Lista de Equipos</i>	78
6.4.2. <i>Hojas de Especificaciones</i>	79
6.5. INSTRUMENTACIÓN Y CONTROL DEL PROCESO	83
6.5.1. <i>Estrategia de Control</i>	83
6.5.2. <i>Diagrama de Canalizaciones e Instrumentación (P&ID)</i>	85
6.6. CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD.....	86

<i>6.6.1. Seguridad en la caldera</i>	86
<i>6.6.2. Fallo en el suministro eléctrico</i>	87
6.7. IMPACTO MEDIOAMBIENTAL	88
<i>6.7.1. Efluentes</i>	88
<i>6.7.2. Impacto Visual y Contaminación Acústica.....</i>	89
<i>6.7.3. Medidas para reducir el Impacto Medioambiental.....</i>	90
<i>6.7.4. Legislación aplicable</i>	90
6.8. BALANCE ECONÓMICO	91
<i>6.8.1. Estimación del Coste Total de Inversión (TIC).....</i>	91
<i>6.8.2. Balance Económico.....</i>	92
<i>6.8.3. Análisis de Sensibilidad.....</i>	95
7. CONCLUSIONES.....	97
8. BIBLIOGRAFÍA.....	103
ANEXOS.....	109
ANEXO I: PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES	111
<i>Steam Distillation</i>	111
<i>Pretratamiento con Microondas</i>	114
<i>Solvent Free Microwave Extraction</i>	118
ANEXO II: PROPIEDADES FÍSICAS. BALANCES DE MATERIA Y ENERGÍA.	121
ANEXO III: CÁLCULOS Y EXPLICACIONES	131
<i>Experimento de Steam Distillation</i>	131
<i>Experimento de Microwave Pre-Treatment + Steam Distillation</i>	133
<i>Experimento de Solvent Free Microwave Extraction</i>	135
<i>Diseño del Condensador con aire (E-101).....</i>	137
<i>Diseño del Intercambiador de calor de tubos concéntricos (E-102)</i>	139
<i>Diseño del Tanque de almacenamiento de agua (D-102)</i>	141
<i>Diseño del Decantador Florentino (D-103).....</i>	142

<i>Cálculo del Análisis de Sensibilidad del Balance Económico.....</i>	144
ANEXO IV: NOMENCLATURA Y ABREVIATURAS	145
ANEXO V: DIAGRAMAS (PBD, PFD Y P&ID).....	149

1. Resumen

Resumen

En este Trabajo de Fin de Grado se ha realizado un estudio de los efectos de las microondas comparando tres técnicas de extracción de aceites esenciales (Destilación por arrastre de vapor, Pretratamiento con microondas + Destilación por arrastre de vapor y Extracción con microondas sin disolvente añadido) utilizando *Cistus ladanifer* como materia prima. La aplicación de las microondas reduce el coste energético por gramo de aceite extraído ya que incrementa la velocidad y el rendimiento de la extracción. El pretratamiento con microondas logra reducir el coste para extraer un gramo de aceite esencial en casi 2 € frente a una operación sin pretratamiento. Para realizar los análisis se ha utilizado la cromatografía de gases combinada con la espectroscopía de masas (GC-MS).

Por último, se ha diseñado una planta industrial convencional de extracción de aceites esenciales de *Cistus ladanifer* capaz de producir 1 kg/h de aceite esencial trabajando durante 2000 horas/año.

Palabras clave: Aceites esenciales, Pretratamiento con microondas, Destilación por arrastre de vapor, *Cistus ladanifer*, Extracción con microondas sin disolvente añadido.

Abstract

In this TFG, a study of the effects of microwaves has been carried out comparing three essential oil extraction techniques (Steam Distillation, Microwave Pretreatment + Steam Distillation and Solvent Free Microwave Extraction) using *Cistus ladanifer* as raw material. The application of microwaves reduces the energy cost per gram of oil extracted as it increases the speed and performance of the extraction. Microwave pretreatment reduces the cost of extracting a gram of essential oil by almost € 2 versus a non-pretreatment operation. Gas chromatography combined with mass spectroscopy (GC-MS) has been used to perform the analyses.

Finally, a conventional industrial essential oil extraction plant from *Cistus ladanifer* has been designed capable of producing 1 kg/h of essential oil working for 2000 hours/year.

Key words: Essential Oils, Microwave Pretreatment, Steam Distillation, *Cistus ladanifer*, Solvent Free Microwave Extraction.

2. Introducción

2.1. Aceites Esenciales

2.1.1. Definición

De acuerdo con la 7^a Edición de la European Pharmacopoeia, los aceites esenciales se definen como: "Producto odorante, generalmente de una composición compleja, obtenido a partir de una materia prima vegetal definida botánicamente, ya sea por destilación por arrastre de vapor o por cualquier otro método mecánico adecuado sin calefacción. Un aceite esencial generalmente se separa de la fase acuosa por un método físico que no provoca ningún cambio significativo en su composición química" [1].

Los aceites esenciales contienen generalmente compuestos complejos como alcoholes, aldehídos, cetonas, fenoles, ésteres, éteres y terpenos en proporciones variables. Los aceites también se denominan "aceites volátiles o etéreos" ya que se evaporan cuando se exponen al calor en contraste con los aceites fijos. Si bien se denominan aceites, no deben confundirse con aceites "fijos" o grasos que en realidad están basados en lípidos y pueden no ser volátiles. De hecho, los aceites esenciales difieren químicamente y físicamente de los aceites fijos. Estos compuestos volátiles se encuentran sólo en el 10% del reino vegetal y, normalmente, se encuentran almacenados en las plantas dentro de estructuras secretoras especiales de carácter frágil (glándulas, pelos secretores, conductos secretores, cavidades secretoras o conductos de resina) [2].

La destilación es el método más común para aislar los aceites esenciales, pero otros procesos como la maceración, la extracción con disolvente o el prensado mecánico se utilizan para productos específicos. El método de extracción más adecuado depende principalmente de la materia prima de la que se extrae el aceite. Las plantas más jóvenes producen más aceite esencial que las más antiguas, pero las plantas viejas son más ricas en aceites más resinosos y oscuros debido a la continua evaporación de las fracciones de aceite más ligeras. La función del aceite esencial en una planta no se entiende bien. Se cree que los olores florales ayudan a la selección natural actuando como atrayentes para insectos particulares, mientras que los aceites derivados de la hoja, la madera y las raíces pueden proteger contra los parásitos o depredaciones de las plantas por los animales. Las exudaciones oleo-resinosas que aparecen por daños en la corteza del tronco del árbol evitan la pérdida de savia y crean un sellador protector contra parásitos

y organismos patógenos. Pocos aceites esenciales están involucrados en el metabolismo vegetal; de hecho, algunos investigadores sostienen que muchos de estos materiales son simplemente productos de desecho de la biosíntesis de la planta [2].

2.1.2. Aplicaciones de los aceites esenciales

A pesar de que se conocen 3000 aceites esenciales distintos, sólo 150 aproximadamente tienen importancia comercial en la actualidad y se negocian en los mercados mundiales. Los aceites esenciales producidos predominantemente para fines industriales son los de naranja, la menta, el maíz, el eucalipto, la citronela y el limón. Los aceites esenciales constituyen un grupo importante de productos industriales agroalimentarios y tienen aplicaciones en diversas industrias, como productos alimenticios, bebidas, perfumes, productos farmacéuticos y cosméticos. Mientras que la aromaterapia representa un punto reciente y de crecimiento en el mercado, su uso está muy bien establecido en las industrias de los alimentos, aromatizantes y fragancias. La industria de refrescos es el mayor usuario de aceites esenciales, especialmente los que utilizan aceites cítricos. De hecho, ningún refresco se produce sin aceites esenciales de lima o de limón. Otros usuarios principales son los fabricantes de bebidas alcohólicas, los productores de productos dulces, lácteos, confitería y postres, así como los alimentos procesados, todos del sector alimentario. Los aceites esenciales también tienen aplicaciones en otras industrias: productos farmacéuticos, cosméticos, suplementos, herbales y piensos [2].

Desde la antigüedad hasta la actualidad, los aceites esenciales han sido reconocidos por sus potentes productos vegetales naturales y su valor medicinal. Se han utilizado como perfumes y aromatizantes de alimentos y bebidas, incluso para curar el cuerpo y la mente durante miles de años. Los productos químicos naturales de los aceites esenciales han sido utilizados como: repelentes, antiparásitos, bactericidas, fungicidas, antivirales e insecticidas.

Los aceites esenciales tienen una increíble, amplia y variada aplicación en muchas industrias que fabrican productos necesarios para la calidad de vida de los seres humanos. Muchos de estos productos contribuyen directamente en nuestra salud, felicidad y bienestar general.

En la siguiente lista se enumeran un gran número de productos de uso común que emplean aceites esenciales para mostrar la cantidad de aplicaciones que tienen (obviamente en esta lista no están todos los productos que presentan estos aceites en su composición) [3]:

- Industria de Adhesivos: Pegamentos, cintas adhesivas y cintas industriales.
- Industria de Alimentación Animal: Alimento para ganado, perros y gatos.
- Industria del Automóvil: Limpiadores, jabones y pulimentos.
- Industria de Productos Horneados: Galletas, tartas, rosquillas, empanadas, pudines, glaseados, etc.
- Industria Conservera: Carnes, pescados, salsas, sopas, etc.
- Industria de Condimentos: Salsa de tomate, mayonesa, mostaza, vinagre, etc.
- Industria de la Confitería: Chocolate, fondant, gelatinas, etc.
- Industria de Insecticidas: Anti-ácaros, anti-plagas, anti-moscas, repelentes antimosquitos, desinfectantes.
- Productos Domésticos: Desodorantes, detergentes, desinfectantes, cera para muebles, etc.
- Industria de la Pintura: Pinturas, esmaltes, lacas, barnices, etc.
- Industria de la Impresión: Lápices, pinturillas, etiquetas, etc.
- Industria del Perfume y Cosmética: Colonias, cremas, polvos de maquillaje, mascarillas faciales, pintalabios, etc.
- Industria del Petróleo: Combustibles, neoprenos, lubricantes, disolventes orgánicos, alquitranes, etc.
- Industria Farmacéutica: Pastillas, ungüentos, preparados vitamínicos, laxantes, inhaladores, etc.
- Industria del Caucho: Juguetes, productos con water proof, cortinas de ducha, guantes, etc.

- Industria de Bebidas Alcohólicas: Vinos, whiskies, vermuts, rones, cervezas de jengibre, etc.
- Industria del Jabón: Geles de ducha, shampoos, jabones para fregar, jabones de manos, etc.
- Industria Textil: Tintes, químicos textiles, aceites textiles, cuero artificial, etc.
- Industria de Bebidas No Alcohólicas: Bebidas carbonatadas, refrescos, siropes, polvos para bebidas, etc.
- Industria del Tabaco: Cigarrillos, puros, tabaco de masticar, tabaco en polvo, etc.

2.1.3. Mercado de los aceites esenciales

En esta sección se presentan datos sobre la producción, el comercio y el consumo de los aceites esenciales. Es muy complicado encontrar datos precisos ya que los aceites esenciales muchas veces son tratados como otros tipos de aceites a la hora de hacer estudios de producción o de mercado.

Producción de aceites esenciales

La estimación de la producción mundial de aceites esenciales está plagada de dificultades ya que, en algunos países ni la producción doméstica, ni las estadísticas de exportación son registradas para algunos volúmenes altos de aceites. Por lo tanto, las publicaciones de producción global de aceites esenciales deben ser tratadas con cautela y escepticismo, ya que la información generalmente ignora el consumo doméstico y sólo está basada en los datos de unos pocos países. En realidad, un amplio rango de países de todos los continentes están involucrados en la producción de aceites esenciales [2].

La producción mundial de aceites esenciales se estimó que fue de 150000 toneladas en 2017, valorados aproximadamente en unos 6000 millones de USD. Este valor representa más del triple del volumen de producción del año 1990 (45000 toneladas) y un crecimiento del 50% desde el año 2007 (100000 toneladas). Según varios análisis económicos el crecimiento continuará y se estima que en el año 2020 se alcance la cifra de 370000 toneladas anuales valoradas en más de 10000 millones de USD. Los mayores productores de aceites esenciales en el mundo son: China e India en Asia; Estados Unidos y Canadá en América; Marruecos, Túnez y Egipto en África; Alemania y Francia

en Europa. Otros países que también tienen importancia y que están creciendo son Indonesia, México, Argentina, España, Taiwán y Japón. El 65% de la producción mundial proviene de las operaciones de bajo costo de los países en desarrollo gracias a los pequeños agricultores [2].

Una de las claves del crecimiento del mercado de los aceites esenciales es la preferencia de los clientes hacia los productos naturales frente a sustancias artificiales. El mayor inconveniente de estas sustancias artificiales suelen ser los conocidos efectos secundarios. Las excelentes propiedades antibacterianas y antisépticas también han impulsado su popularidad general [2].

La Federación Europea de Aceites Esenciales (EFEO) indica que la producción mundial de aceites esenciales cubre 600000 hectáreas de los 1600 millones de hectáreas de producción agrícola y, aproximadamente, 1 millón de explotaciones son productores de aceites esenciales en todo el mundo (0,06% del total). Los tres principales cultivos de aceites esenciales son los de naranja, menta y limón, que representan más de dos tercios de la producción total (100000 toneladas) [2].

De 2006 a 2016, la Unión Europea ha incrementado la producción de aceites esenciales en un 41% y ha duplicado su valor. En 2016, la producción total de aceites esenciales en toda la Unión Europea fue de 41000 toneladas con un valor de 902 millones de euros. Mientras que el valor de la producción de los aceites esenciales siempre fue creciendo año a año, excepto en 2009 que sufrió una pequeña bajada, el volumen de producción fue decreciendo desde 2011, aunque en 2016 experimentó una ligera subida. Entre los miembros de la Unión Europea, Alemania se encuentra siempre como el principal productor, representando en 2016 el 46% del volumen de producción. Países como Francia, España, Italia y el Reino Unido, en esa década, experimentaron grandes crecimientos [2].

Exportadores de aceites esenciales

En la Ilustración 1 se muestran los países que más cantidad de aceites esenciales exportan a otros países. Como se puede observar Asia y Europa son los continentes más exportadores. Estados Unidos e India son los países que más cantidad de aceites esenciales exportan en el mundo.



Ilustración 1. Principales exportadores de aceites esenciales en el mundo [4].

Importadores de aceites esenciales

En la Ilustración 2 se muestran los países que más cantidad de aceites esenciales importan de otros países. Europa es el continente más importador, mientras que Estados Unidos es el país que más aceite esencial importa con mucha diferencia respecto a los demás.

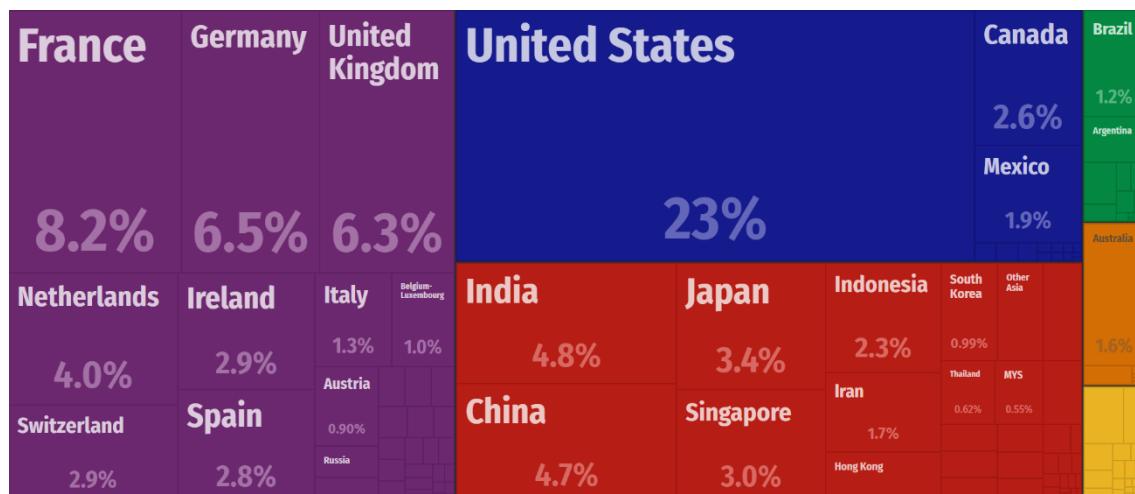


Ilustración 2. Principales importadores de aceites esenciales en el mundo [4].

2.2. Género Cistus

2.2.1. Introducción

Las plantas de *Cistus*, conocidas generalmente con el nombre común de Jara, son un género de arbustos nativos mediterráneos incluidos en la familia *Cistaceae*, la cual está formada por un total de ocho géneros. El género *Cistus* (25 especies diferentes según NCBI Taxonomy Browser) es el más numeroso, común y bien conocido. Las especies de *Cistus* se localizan en diferentes zonas de Portugal, España, Islas Canarias, África Noroccidental, Italia, Grecia y Turquía siguiendo un patrón de distribución particular para cada especie en función de la climatología y las condiciones del suelo. Algunas de las especies de *Cistus* son endémicas y otras especies están muy extendidas en el área mediterránea [5].

La mayoría de las especies de *Cistus* son de olor dulce y son muy apreciadas en la industria del perfume y para fines ornamentales. Los compuestos volátiles se encuentran no sólo en los aceites esenciales, sino también en los extractos acuosos e hidroalcohólicos [6].

Todas las especies de *Cistus* secretan aceites esenciales en diferentes cantidades. Los aceites esenciales y las resinas en las plantas tienen varias funciones vitales, contribuyen a la polinización, actúan como agentes repelentes de insectos, protegen contra el ataque fúngico o bacteriano, y evitan la evaporación del agua y el daño ultravioleta (UV).

En la Ilustración 3 se muestran flores de distintas especies de *Cistus*.



Ilustración 3. Flores de distintas plantas *Cistus*. A: *Cistus salviifolius*; B: *Cistus incanus*; C: *Cistus ladanifer* [6].

Las actividades antimicrobianas y antioxidantes son las más caracterizadas y bien documentadas para la mayoría de los aceites esenciales de *Cistus*. No obstante, debe hacerse aún más investigación sobre la seguridad para poder utilizar estos materiales con fines de preservación de los alimentos [6].

2.2.2. *Cistus ladanifer*

El aceite esencial de *Cistus ladanifer* es el más caracterizado entre todos los aceites esenciales de *Cistus* y su composición química se ha estudiado minuciosamente [6-7]. Aunque hay diferencias entre los datos reportados, probablemente debido al origen de la planta, variedad o variaciones estacionales, los componentes más abundantes son: α-pineno, viridiflorol, borneol, trimetil ciclohexanona y camfeno. El aceite esencial de *Cistus ladanifer* fue el primer aceite esencial que se obtuvo mediante la extracción supercrítica con CO₂ obteniendo pequeñas diferencias en la composición en comparación con la destilación tradicional obteniendo un aceite de mayor calidad y mayor pureza [6].

Esta especie se adapta fácilmente a los incendios forestales ya que sus semillas son resistentes a ellos. Esto eleva rápidamente la biomasa forestal aumentando el riesgo de incendios forestales en algunas zonas de España [5].

Las hojas de *Cistus ladanifer* están recubiertas con una resina altamente aromática llamada labdanum, que a veces se considera erróneamente como un aceite esencial en la literatura. El labdanum muestra un alto contenido de compuestos volátiles que han sido profundamente estudiados.

El labdanum, a pesar de haber sido bien caracterizado, presenta problemas para su ingestión oral debido a los efectos neurotóxicos, hepatotóxicos y nefrotóxicos reportados. Sin embargo, se ha utilizado tradicionalmente a baja dosis como ingrediente en el té sedante, café, y otras infusiones para prevenir el insomnio y la ansiedad [9].

El aceite esencial de *Cistus ladanifer* ha demostrado propiedades antioxidantes y antimicrobianas significativas. Probablemente, las plantas de *Cistus ladanifer* son las más profundamente caracterizadas entre todas las especies de *Cistus* en relación con estas actividades. La actividad antimicrobiana del aceite esencial se ha comprobado contra diversas cepas bacterianas y fúngicas, mientras que el resinoide del labdanum demostró una mala actividad. Se notificó una notable actividad del aceite esencial de *Cistus ladanifer* contra bacterias patógenas como *Listeria monocytogenes*. La mayor actividad antimicrobiana contra una variedad de patógenos clínicos gram-positivos y gram-negativos se observó para la fracción más polar del aceite esencial, que contenía

2. Introducción

principalmente alcoholes mono y sesquiterpenos, que incluso inhibieron *Enterobacter Aerogenes*. Otra capacidad de este aceite esencial que también se ha divulgado ha sido la inhibición en el crecimiento de *Helicobacter pylori*, lo cual puede permitir su uso como aditivo alimentario para mejorar las terapias actuales. Las hojas de *Cistus ladanifer* también se han utilizado como aditivo para la alimentación para mejorar la calidad de la carne de cordero [6].

2.3. Técnicas de Extracción de Aceites Esenciales

Los aceites esenciales han sido extraídos de las plantas por muchos métodos distintos. Estas técnicas se pueden clasificar en dos categorías: técnicas convencionales o clásicas y técnicas innovadoras o avanzadas. Estas últimas han tenido un desarrollo muy grande en los últimos años debido a la investigación y el desarrollo en nuevas tecnologías como los ultrasonidos y las microondas, las cuales han permitido tener procesos más eficientes (reducción del tiempo de extracción, reducción en el consumo de energía, aumento en el rendimiento de extracción y mejora de la calidad de los aceites esenciales).

2.3.1. Técnicas convencionales

Hidrodestilación (HD)

En esta técnica la materia prima es sumergida directamente en un recipiente con agua. El recipiente se calienta para conseguir la ebullición del agua y los vapores generados se llevan a un condensador. El líquido obtenido se lleva a un decantador o a un Florentino, donde se separa el aceite de la fase acuosa.

El principio de separación de este método está basado en la destilación azeotrópica ya que durante la extracción a presión atmosférica el agua y el aceite forman una mezcla heterogénea, la cual alcanza una temperatura de ebullición un poco inferior a los 100 °C (mucho menor que la de los componentes de los aceites esenciales). La ventaja de este método es que el agua es inmiscible con la mayoría de las moléculas terpélicas de los aceites esenciales y, por lo tanto, la separación de los aceites esenciales se puede realizar mediante una simple decantación.

Los principales inconvenientes de esta técnica tienen que ver con la transferencia de calor. Es necesaria una gran cantidad de energía para evaporar el agua y, como consecuencia de esto, se requiere una gran cantidad de tiempo que propicia altos costes. Otro inconveniente son las alteraciones (hidrólisis, ciclaciones...) que pueden sufrir las moléculas de los aceites esenciales debido al contacto prolongado con el agua hirviendo.

A escala industrial este método es muy utilizado debido a la simpleza de las instalaciones (no requiere equipos muy caros), la simpleza de la operación en sí y su selectividad.

Destilación por arrastre de vapor (SD)

Esta técnica es similar a la hidrodestilación, con la diferencia de que en este caso el vapor de agua se genera en un recipiente distinto al de la materia prima. El vapor generado puede ser saturado o sobrecalentado y se introduce por la parte inferior del recipiente extractor atravesando toda la carga de materia prima. El aceite esencial vaporizado y el vapor de agua se llevan al condensador y, posteriormente, esta corriente líquida se introduce en un decantador o un florentino para separar las dos fases inmiscibles. Se puede observar el proceso en la Ilustración 4 [10].

La baja viscosidad y los altos coeficientes de difusividad del vapor hacen que sea mucho más sencilla la extracción de los componentes volátiles del material vegetal. Esta técnica se basa en poner en contacto el aceite y el vapor a una temperatura cercana al punto de ebullición del agua. A pesar de que esta técnica es la más usada por la mayoría de empresas, la mayoría de los aceites esenciales obtenidos difieren mucho de la esencia original, sobre todo si el tiempo de destilación es muy grande [11].

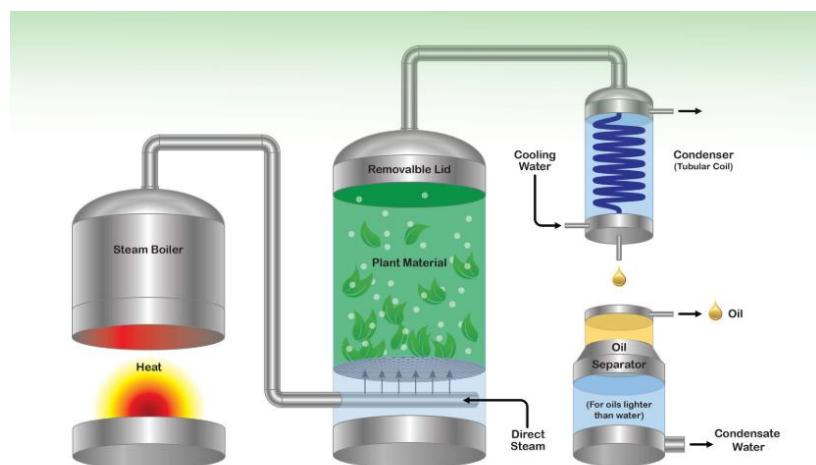


Ilustración 4. Destilación por arrastre de vapor [10].

Prensado en frío

Se trata de una técnica de extracción cuyo fundamento consiste en romper las glándulas en las que el aceite está contenido con el objetivo de liberar el aceite. Este aceite liberado se retira mecánicamente mediante prensado en frío obteniendo una emulsión acuosa. Posteriormente, este aceite se recupera mediante un centrifugación [12].

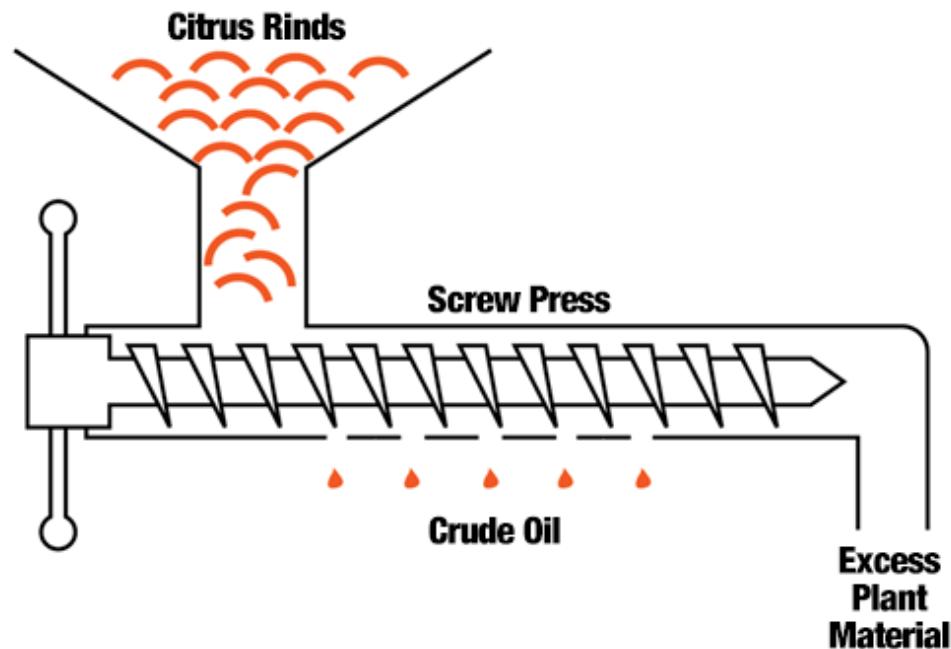


Ilustración 5. Prensado en frío [12].

Extracción con disolvente orgánico

En este método de extracción las plantas son maceradas en un disolvente orgánico, seleccionado en función de la solubilidad, sostenibilidad y economía del proceso, en el cual los aceites esenciales presentan una alta solubilidad. Los disolventes más comunes son el hexano, el ciclohexano, el etanol, el diclorometano y la acetona. Mediante esta técnica se evita tener que aplicar calor para hervir el agua y, por lo tanto, se consigue un gran ahorro energético [13].

El mayor problema de esta técnica es que los extractos obtenidos normalmente contienen residuos que pueden contaminar la comida o las fragancias a las que se añaden. Esto hace que sea imposible usar esta técnica de extracción si las esencias se van a usar en la industria alimentaria o farmacéutica. Esta desventaja se puede evitar usando un disolvente orgánico con bajo punto de ebullición y combinando esta técnica con una destilación por arrastre de vapor [14].

2.3.2 Técnicas innovadoras

Como ya se ha citado anteriormente, la mayoría de los componentes de los aceites esenciales son muy termolábiles por lo que las técnicas convencionales pueden provocar alteraciones químicas (hidrólisis, isomerización, oxidación) que reducen la calidad de los aceites esenciales extraídos. Estas nuevas técnicas consiguen mantener la

composición química de los aceites esenciales y la proporción natural de su estado original, además de reducir los tiempos de extracción, el consumo de energía, la cantidad de solvente y las emisiones de CO₂.

Extracción con fluidos supercríticos (SCFE)

Un fluido se encuentra en estado supercrítico cuando alcanza unas condiciones de presión y temperatura superiores a las de su punto crítico. Este punto crítico se alcanza cuando las densidades del vapor y el líquido son iguales. Los fluidos en estas condiciones presentan propiedades muy interesantes: baja viscosidad, alta difusividad y densidades iguales o muy cercanas a las de los líquidos.

El CO₂ es el disolvente más empleado para la extracción de aceites esenciales debido a que: (i) su punto crítico se puede alcanzar con gran facilidad ($P_c = 72,9$ atm y $T_c = 31,2$ °C), (ii) no es agresivo con las moléculas termolábiles, (iii) es químicamente inerte y no tóxico, (iv) es inflamable, (v) está disponible a un bajo coste con alta pureza y (vi) tiene una polaridad similar a la del hexano.

El método de operación en el que está basado este método es el uso y la recirculación del fluido a través de distintas fases de compresión y descompresión. En primer lugar, el CO₂ es comprimido y calentado para alcanzar su estado supercrítico. Despues, se hace pasar este CO₂ a través de la materia prima para extraer sus aceites. A continuación, se realizan una serie de descompresiones graduales para que el CO₂ pierda su capacidad de disolvente y se puedan separar los aceites esenciales. Finalmente, el CO₂ es recirculado y se repite el ciclo. En la Ilustración 6 se puede observar detalladamente el proceso descrito [1].

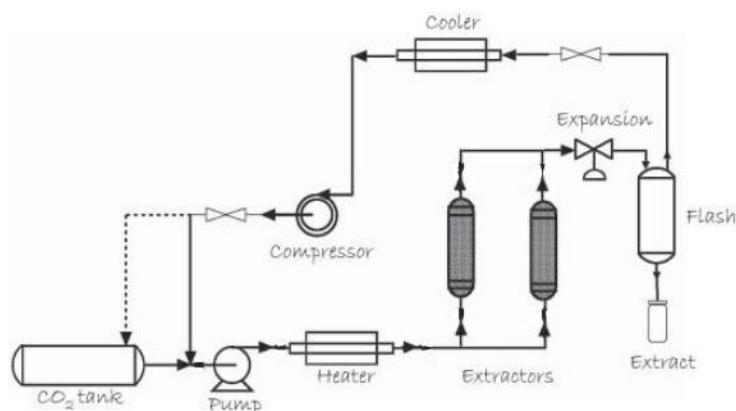


Ilustración 6. Extracción con CO₂ supercrítico [11].

El uso de esta técnica ha aumentado en los últimos 20 años. El único problema o inconveniente de esta técnica para su desarrollo es tanto el alto coste de las instalaciones y equipos necesarios como su mantenimiento. Sin embargo, mediante esta técnica se han obtenido aceites esenciales de mayor calidad y con mejores actividades biológicas y funcionales en comparación con los obtenidos mediante técnicas tradicionales.

Extracción asistida con ultrasonidos (UAE)

Esta técnica permite intensificar la extracción de los aceites esenciales ya que mediante los ultrasonidos se acelera la liberación de los aceites de la planta. Se emplea en combinación con otras técnicas de extracción (hidrodestilación y extracción con disolvente orgánico) [15].

El proceso consiste en sumergir la materia prima en agua o en un disolvente a la vez que se le somete a la acción de los ultrasonidos. Las ondas empleadas tienen una frecuencia de 20 kHz – 1MHz y provocan la vibración de las paredes y las membranas provocando una rápida liberación de los aceites esenciales. En esta técnica es obvio que un menor tamaño de la materia prima favorece la extracción ya que con mayor tamaño la exposición de las glándulas internas a los ultrasonidos se reduce mucho [15].

En comparación con los métodos clásicos, esta técnica mejora la eficiencia de la extracción, reduce la temperatura de operación y el tiempo de extracción e incrementa el rango de selección de los disolventes [16].

Extracción con microondas sin disolvente añadido (SFME)

Esta técnica está basada en la combinación de la energía de las microondas como medio para aumentar la temperatura y en una destilación seca (sin añadir agua o disolvente extra) a presión atmosférica. Para esta destilación se emplea la humedad contenida en el interior de la propia planta. Al aplicar las microondas, la planta aumentará su temperatura debido a la vaporización de su humedad interna y este vapor de agua causará la rotura de las glándulas en las que está el aceite contenido. Al quedar este aceite libre será evaporado instantáneamente debido a la destilación azeotrópica que presentará al estar en contacto con el agua procedente del interior de la materia prima.

En la Ilustración 7 se puede observar un montaje de laboratorio de esta técnica.

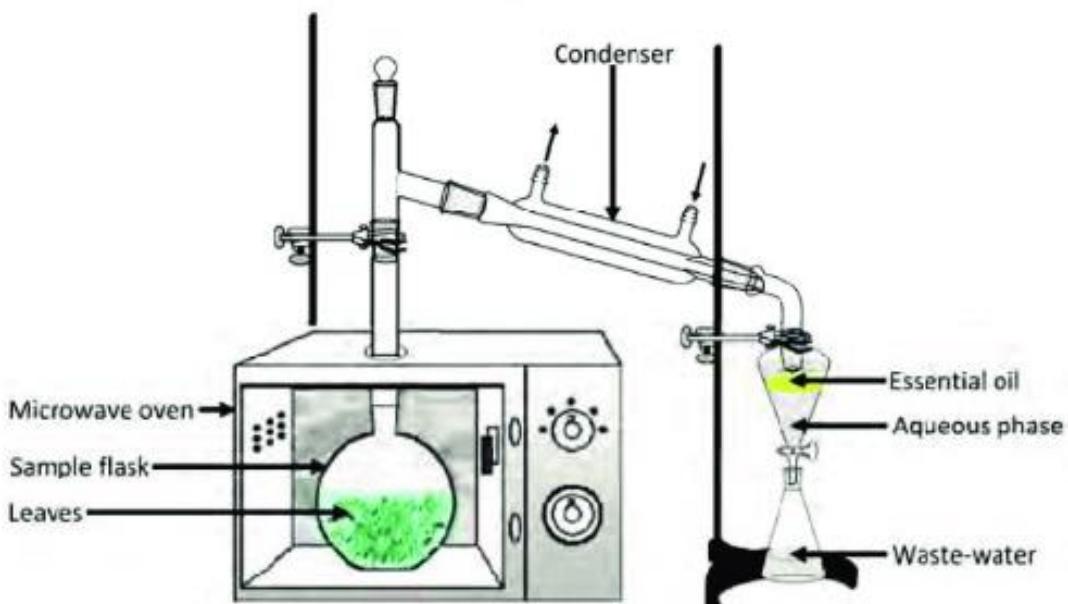


Ilustración 7. Extracción con microondas sin disolvente añadido [17].

La extracción con microondas sin disolvente añadido ha sido empleada a escala de laboratorio para extraer una gran variedad de aceites esenciales de distintos tipos de plantas. Esta técnica permite obtener unos rendimientos mayores con un tiempo de extracción mucho menor que con una técnica convencional. Esta reducción de tiempo de operación conlleva una gran reducción en el coste energético. Para el empleo de este método es importante conocer la humedad interior de la planta para que al someterla al tratamiento con microondas ésta no se llegue a degradar (pirólisis) [18].

Hidro difusión y gravedad con microondas (MHG)

Esta técnica utiliza un alambique "boca abajo" y está basada en la combinación del calentamiento de las microondas y de la gravedad para extraer los aceites esenciales. Este método de extracción se realiza a presión atmosférica e implica la colocación de material vegetal en un recipiente dado la vuelta en el interior de un microondas, sin ningún disolvente o agua añadida. El calentamiento interno del agua dentro del material vegetal (humedad) distiende las células de la planta y conduce a la ruptura de las glándulas y los recipientes oleíferos. La acción de calentamiento de las microondas libera así el aceite esencial y el agua (humedad) que se transfieren desde el interior al exterior del material vegetal.

Este fenómeno físico, conocido como hidro difusión, permite que el extracto (agua y aceite esencial) caiga por gravedad fuera del microondas. Un sistema de enfriamiento

fueras del microondas enfriá el extracto continuamente. El agua y el aceite esencial se recogen y se separan en un matraz Florentino. Es importante tener en cuenta que este método “verde” permite extraer aceites esenciales sin destilación, que es el proceso que consume más energía entre las operaciones unitarias. En la Ilustración 8 se puede observar el set-up de este tipo de técnica [19].

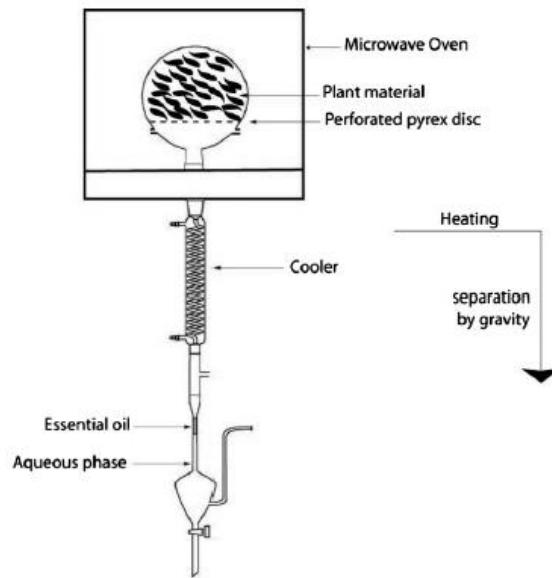


Ilustración 8. Hidro difusión y gravedad con microondas [19].

2.4. Pretratamiento con Microondas

Las microondas son ondas electromagnéticas con una frecuencia comprendida entre 300 MHz y 30 GHz y una longitud de onda comprendida entre 1 cm y 1 m. Esta radiación electromagnética es generada mediante un magnetrón o un klystron. Estos dispositivos se encargan de transformar la energía eléctrica en energía electromagnética [11].

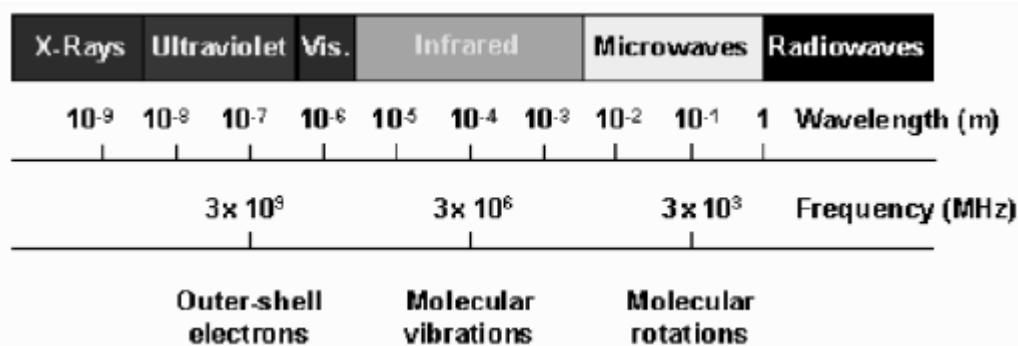


Ilustración 9. Espectro electromagnético [11].

La irradiación de microondas se propone como un método de pretratamiento para acelerar la destilación por arrastre de vapor. Estos métodos se basan en la capacidad de la radiación para romper las glándulas que contienen aceite, lo cual permite tasas de extracción más rápidas.

La extracción industrial de aceites esenciales se realiza generalmente mediante destilación por arrastre de vapor, sin embargo, la reducción de la energía empleada y del tiempo de operación con ayuda de las microondas puede hacer apto para el uso industrial el pretratamiento con microondas. Algunos estudios preliminares indican que el coste de la extracción con ayuda de las microondas podría ser competitivo con la tradicional destilación por arrastre de vapor. A pesar de ello, dos características disminuyen esta ventaja de la reducción de energía y del tiempo de operación más corto: (i) alto coste de inversión del microondas continuo (debe operar separando el vapor y la planta agotada) y (ii) alto coste de la energía eléctrica (en comparación con el reducido coste de los combustibles utilizados en la destilación mediante arrastre de vapor).

El aceite esencial de las plantas está principalmente presente en glándulas especiales. Durante la destilación por arrastre de vapor, como el vapor fluye sobre las glándulas que contienen el aceite, estas liberan lentamente su contenido debido a la alta temperatura.

En cambio, cuando se utilizan las microondas, la interacción del campo electromagnético con los polisacáridos y la humedad presente en las paredes de las glándulas provoca la rotura de la pared. Por lo tanto, el aceite esencial se libera rápidamente y está listo para ser evaporado por el vapor circundante. Este mecanismo revela la ventaja de las microondas para la extracción de aceite esencial ya que, desde el período inicial del proceso, el aceite puede evaporarse por vapor en una relación de aceite/vapor cerca del equilibrio líquido-vapor.

En base a estos hechos, se puede sugerir un nuevo proceso que aprovecha ambos métodos de extracción. En primer lugar, se aplica un pretratamiento de microondas corto a la planta con el fin de romper las paredes de las glándulas del aceite para liberarlo en la superficie de la planta. En segundo lugar, se realiza la destilación por arrastre de vapor en la planta pretratada.

Este proceso depende del rendimiento de la primera etapa. Si la rotura de la pared de los tricomas es rápida y no se genera vapor por la humedad de la planta, entonces el consumo de energía será bajo, y, además, no se requerirá ningún dispositivo de recuperación de vapor en el microondas continuo. A continuación, la destilación por arrastre de vapor extraerá el aceite a un ritmo más rápido, reduciendo la demanda de energía y el tiempo de funcionamiento.

Este método de extracción se empleó para la extracción de los aceites esenciales de las plantas de romero. Se realizaron experimentos de destilación por arrastre de vapor para cuantificar la influencia del pretratamiento de microondas en la cinética de destilación. El efecto del pretratamiento no era claro cuando se empleaba una energía baja ($0,30 \text{ kJ/g}_{\text{planta}}$). Cuando la energía era muy alta tampoco se obtenían buenos rendimientos, sin embargo, cuando la energía aplicada estaba en un intermedio ($0,45 \text{ kJ/g}_{\text{planta}}$) se obtenía una mejora del rendimiento y de la velocidad de extracción. El motivo por el que el rendimiento no aumentaba al aplicar mucha energía se debe a que la superficie de la planta queda cubierta con agua. Este agua superficial se entremezclaba con el aceite de la superficie, lo cual generaba gotas circulares de aceite en el agua, reduciendo la superficie de contacto con el vapor de agua de la destilación y, por consecuencia, reduciendo el rendimiento [20].

2.5. Grupo Operativo ESENCIAL



Ilustración 10. Proyecto GO Esencial.

El Grupo Operativo ESENCIAL tiene como objetivo fundamental desarrollar bioproductos y biocombustibles procedentes de la biomasa forestal con nula o escasa utilización mediante técnicas innovadoras aplicadas en toda la cadena de valor. Los objetivos concretos de GO ESENCIAL son los siguientes:

- Definir la mejor gestión y técnicas de recolección de los matorrales y tratamientos silvícolas en masas de jara, enebro, romero, pino y eucalipto. Selección de zonas piloto de actuación.
- Obtener bioproductos y proceder a su análisis y ensayo en laboratorio y en campo: biocidas, biocombustibles sólidos (pellets) y biocombustibles líquidos (etanol).
- Desarrollar un prototipo de extracción de aceites esenciales en continuo, asistido mediante tecnología de microondas.

La importancia fundamental de GO ESENCIAL se debe a que seis países mediterráneos albergan más del 50% de los terrenos arbustivos de la UE (21 Mha), de los cuales algo más de la mitad (10,6 Mha) se encuentran en España. GO ESENCIAL pretende dar utilidad a millones de hectáreas de terrenos arbustivos para que dejen de considerarse zonas marginales o abandonadas y al mismo tiempo reducir el posible riesgo de incendio. Este riesgo está presente debido a que las especies con aceites esenciales son fácilmente inflamables. Por otro lado, una adecuada valorización de estos terrenos en forma de leña o madera y bioproductos (aceites esenciales, biocidas y conservantes) puede superar el obstáculo que supone el coste de limpieza y convertirse en una opción más para la transición hacia una economía más verde y sostenible y el renacimiento del medio rural.

En cuanto a las tecnologías, GO ESENCIAL desarrollará tecnologías innovadoras para obtener bioproductos de elevado valor añadido sustitutivos de los derivados del petróleo. Entre estas técnicas destacan:

- Destilación asistida por microondas: Permite reducir el tiempo de extracción y el consumo energético de forma drástica en comparación con los procesos clásicos. La biomasa lignocelulósica resultante de esta extracción constituye una materia prima muy interesante para obtener otros bioproductos como: biocombustibles, bioplásticos, tensioactivos, etc.
- Procesos de hidrólisis química y bioquímica: Permiten obtener biocombustibles de segunda generación y un gran número de bioproductos químicos sustitutivos de derivados del petróleo. Tanto la hidrólisis por procedimientos biológicos enzimáticos como las técnicas de hidrolización hidrotermal o con agua supercrítica han generado en los últimos años patentes y plantas piloto industriales que auguran un futuro prometedor en el campo de la bioeconomía.

La metodología de operación del Grupo Operativo ESENCIAL sigue los pasos que se muestran a continuación:

- a. Extracción viable y sostenible de biomasa mediante técnicas mecanizadas de desbroce y empacado como las evaluadas en el proyecto LIFE ENERBIOSCRUB.
- b. Desarrollo de una planta piloto para obtener aceites esenciales mediante destilación asistida por microondas.
- c. Evaluación del potencial de los aceites esenciales como principios activos biocidas en agricultura y otros campos, y formulación de productos para uso comercial.
- d. Desarrollo de biocombustibles y bioproductos con la biomasa restante de la extracción de los aceites esenciales, utilizando distintas vías de fraccionamiento de la materia lignocelulósica.

El Grupo Operativo ESENCIAL está formado por 7 miembros solicitantes y 3 miembros colaboradores. Los miembros solicitantes forman un equipo multidisciplinar con una experiencia demostrada en distintos aspectos relacionados con la cadena de valor de la biomasa y los bioproductos y son líderes en sus respectivos campos de actuación e

2. Introducción

investigación: AGRESTA (gestión forestal); CIEMAT (recolección, procesado de biomasa y transformación en biocombustibles sólidos y líquidos); Universidad de Valladolid (extracción de aceites esenciales y formulación de productos); Universidad de Valencia (desarrollo de biocidas); IMIDA (aplicación en campo de los biocidas); y AVEBIOM y SEAE (difusión).

Este Trabajo Fin de Grado sobre la extracción de los aceites esenciales de *Cistus Ladanifer* contribuye al desarrollo del proyecto llevado a cabo por GO Esencial. En este Trabajo Fin de Grado se ha tratado de determinar el efecto que puede tener un pretratamiento con microondas en la extracción de aceites esenciales de *Cistus ladanifer*. Para ello, se han comparado las cinéticas de la destilación convencional por arrastre de vapor (steam distillation), del mismo tipo de destilación con un pretratamiento con microondas y utilizando un procedimiento SFME.

3. Objetivos

3. Objetivos

El objetivo fundamental de este trabajo es estudiar el efecto que puede tener realizar un pretratamiento con microondas antes de realizar una destilación por arrastre de vapor en la extracción de aceites esenciales de la planta *Cistus ladanifer*. Para ello, antes de todo será necesario entender el comportamiento de la materia prima y determinar las condiciones de operación necesarias para realizar la extracción del aceite esencial.

Una vez estudiado el efecto del pretratamiento con microondas a la destilación por arrastre de vapor, se van a llevar a cabo distintos experimentos con una técnica de extracción más innovadora o avanzada conocida como Solvent Free Microwave Extraction (SFME).

Para observar el efecto y la idoneidad del pretratamiento con microondas se van a comparar las cinéticas de extracción de los aceites, los rendimientos y los costes por gramo de aceite esencial de cada técnica de extracción aplicada. Para realizar los análisis de las muestras se va a emplear cromatografía de gases unida a la espectroscopía de masas.

A partir de los resultados obtenidos en los distintos experimentos, se va a tratar de seleccionar la mejor técnica de extracción posible. Este Trabajo Fin de Grado tiene también como fin contribuir al desarrollo del proyecto llevado a cabo por GO ESENCIAL, por lo que la decisión que se tome como mejor alternativa de obtención de los aceites esenciales estará orientada al proyecto llevado a cabo por el Grupo Operativo ESENCIAL.

A parte de este trabajo de experimentación, otro objetivo de este trabajo es la realización de un proyecto de diseño de una planta industrial convencional de extracción de aceites esenciales de *Cistus ladanifer*. En este proyecto se va a diseñar el proceso al completo, se van a diseñar los equipos más relevantes del proceso industrial, se va a realizar un estudio del control de la planta, del impacto medioambiental y de la seguridad del proceso y, finalmente, se realizará un breve balance económico.

4. Materiales y Métodos

4.1. Materia prima

La materia prima utilizada en todos los experimentos de este TFG ha sido *Cistus Ladanifer* (Jara pringosa o ládano). Dichas plantas han sido suministradas por Luis Saúl Esteban Pascual, trabajador en la Unidad de Biomasa del CEDER (Centro de Desarrollo de Energías Renovables) en la provincia de Soria. La materia prima se recibió en el laboratorio el día 13 de febrero de 2019. Nada más recibirla, se distribuyó en 5 bolsas con cierre hermético o zip, las cuales fueron almacenadas en la Cámara Fría del Laboratorio a una temperatura de 4 °C y a la oscuridad. Todos los días en los que se realizó algún experimento, la materia prima fue sacada de la Cámara Fría y se esperó el tiempo necesario para que al trabajar con ella se encontrara a temperatura ambiente (18 - 20 °C). A pesar de que en el CEDER nos indicaran que la humedad de la materia prima rondaba el 18% en base húmeda, se realizaron 3 mediciones de la humedad para comprobar que está se mantenía constante.



Ilustración 11. Materia prima: *Cistus Ladanifer*.

4.2. Reactivos

4.2.1. Hexano

Se ha empleado para realizar las extracciones líquido-líquido de los aceites esenciales cuando se encuentran en el agua. Marca comercial: PanReac (95% de pureza).

4.2.2. Linalool

Se ha empleado como estándar interno, es decir, como una sustancia que ha estado presente en una cantidad constante en todas las muestras y los blancos durante los análisis. El estándar interno permite compensar los errores sistemáticos y aleatorios durante la preparación y la introducción de la muestra, como por ejemplo la posible evaporación del Hexano al manipular las muestras o las posibles fluctuaciones en la inyección en el instrumento.

Se ha seleccionado el Linalool como estándar interno porque su comportamiento es similar al de los compuestos de interés, es estable, no reacciona con los componentes de la muestra, no es una sustancia que esté presente en la muestra a analizar, es muy soluble en el disolvente que se ha empleado (hexano) y en el cromatograma aparece cerca de los componentes de interés sin interferir en ninguno de los otros picos del aceite esencial. Marca comercial: Sigma-Aldrich (97% de pureza).

4.3. Equipos

- **Microondas Panasonic NN-GD566M:** Potencia máxima de 1000 W. Tecnología Inverter (Potencia transmitida de forma continua). Capacidad de 27 L (359x217x352 mm).



Ilustración 12. Microondas Panasonic NN-GD566M.

- **Manta Calefactora Fibroman HT-W:** Temperatura regulable desde 5 °C hasta 400 °C. Estabilidad ± 0,5 °C. Cavidad para matraz de fondo redondo de 1L de capacidad. Consumo 530 W.



Ilustración 13. Manta Calefactora Fibroman HT-W.

- **Termómetro infrarrojo Chy 110:** Rango de -30 °C hasta 550 °C. Precisión de ±2 °C en el rango de -30 °C hasta 100 °C y ±2% de la lectura en el rango de 101 °C hasta 550 °C. Longitud de onda: Roja (630 - 670 nm).



Ilustración 14. Termómetro Infrarrojo Chy 110.

- **Resistencia Eléctrica:** Resistencia de 66,5 Ohmios. Longitud de 5 m. $W@220V = 727$ W. Potencia controlada con un regulador de voltaje.
- **Centrífuga de Laboratorio Sigma 2-16P:** Velocidad máxima de 15000 rpm. Capacidad de 6 Falcons de 50 mL.



Ilustración 15. Centrífuga Sigma 2-16P.

- **Equipo GC-MS:** Sistema GC Agilent Technologies 7890B con una Columna HP-5ms (30 m x 250 μ m x 0,25 μ m). Sistema MSD Agilent Technologies 5977A. El software empleado para registrar los datos fue MassHunter Software con MSD ChemStation DA.



Ilustración 16. Equipo GC-MS.

4.4. Humedad de la materia prima

Para determinar la humedad de la materia prima, una muestra de 200 gramos de *Cistus Ladanifer* se sometió a un proceso de secado a 105°C durante 24 horas. Después del proceso de secado, el recipiente con la muestra se colocó en un desecador con gel de sílice para enfriarlo hasta temperatura ambiente sin que la materia prima cogiera humedad. Para calcular la humedad se pesó la muestra antes y después del proceso de secado. Este proceso se repitió en 3 ocasiones a lo largo del tiempo que ha durado el TFG para asegurar que la humedad se mantenía constante.

4.5. Métodos de Extracción de Aceites Esenciales

4.5.1. Steam Distillation (SD)

En primer lugar, se realizaron una serie de experimentos mediante la técnica de extracción conocida como destilación por arrastre de vapor o, más comúnmente, Steam Distillation. El objetivo de estos experimentos era ver como se comportaba la materia prima en el montaje realizado, es decir, comprobar el rendimiento que se obtenía, determinar la duración necesaria de los experimentos para conseguir agotar los aceites esenciales de la planta al máximo posible, ver las temperaturas que se alcanzaban en el sistema y determinar los valores que se debían establecer en los equipos (manta calefactora y resistencia eléctrica) para conseguir una operación lo más adecuada posible y lo más cómoda para que sea fácilmente reproducible por el operario.



Ilustración 17. Set-up de Steam Distillation.

4. Materiales y Métodos

Para realizar los experimentos se siguió una hoja de procedimiento en la que estaban detallados todos los pasos que se debían seguir para no olvidarse de nada. Esta ficha con el Procedimiento Experimental de la Steam Distillation se encuentra en el ANEXO I: Procedimientos Experimentales. El procedimiento experimental seguido para la realización de este tipo de extracción fue el siguiente:

a. Preparación del experimento

En primer lugar, cuando la temperatura de la materia prima estaba a temperatura ambiente, se pesaron 120 gramos de jara en un recipiente cerámico. Con ayuda de un embudo se introdujo la materia prima dentro de la columna de relleno a la vez que se iba comprimiendo ligeramente con ayuda de una vara metálica para intentar conseguir una porosidad lo más reproducible posible para todos los experimentos. Una vez introducida toda la materia prima dentro de la columna, se debe medir la longitud del lecho para verificar que se obtiene una porosidad similar en todos los experimentos.

En segundo lugar, se añadió 1 litro de agua al matraz de fondo redondo con 3 bocas que se colocaba dentro de la manta calefactora. En una salida de este matraz se colocaba un termómetro de mercurio para comprobar la temperatura de entrada del vapor a la columna de relleno. La otra boca restante se utilizaba para añadir agua durante los experimentos de mayor duración en el caso de que el agua se agotara.

En tercer lugar, se identificaron los recipientes para las muestras, se pesaron y se anotaron sus pesos para luego poder realizar los cálculos necesarios.

Por último, se comprobó que todas las conexiones eléctricas, las conexiones del agua de refrigeración y las conexiones del montaje de vidrio estuvieran en correcta posición para asegurar un correcto funcionamiento durante el experimento.

b. Experimento

En primer lugar, se abrió la llave del agua del circuito de refrigeración y se estableció la temperatura de la manta calefactora a la temperatura deseada, es decir, 280 °C. La modificación de este parámetro lo único que provocaría sería un mayor o un menor flujo de agua condensada. En el momento que comienza la ebullición del

agua se enciende la resistencia eléctrica colocada por el exterior de la columna. Esta resistencia tiene como función evitar la condensación del vapor por el interior de la columna, lo cual provocaría una inundación de esta y dificultaría el proceso. La potencia de la resistencia se estableció en el valor más bajo posible para el que no existía condensación en las paredes, para evitar sobreentalentar el vapor y no quemar la planta. Durante esta fase de arranque se midieron las temperaturas a la entrada y a la salida de la torre de relleno con un termómetro de mercurio y un termopar, respectivamente, y en la pared de la torre de relleno con un termómetro de láser infrarrojo. Se comprobó que, durante todos los experimentos, la temperatura en la pared de la columna de relleno nunca sobrepasó los 110 °C.

Se inicia el cronómetro en el momento en el que cae la primera gota de condensado en el recipiente de la muestra. Durante la extracción del aceite se fue cambiando el recipiente de la muestra cada 40 mL de condensado (10 minutos aproximadamente). Después de dejar enfriar los recipientes se pesaron para poder conocer la cantidad de condensado que se fue recolectando.

Finalmente, cuando los experimentos finalizaron se desconectaron la resistencia eléctrica, la manta calefactora y el termopar. Cuando la ebullición terminaba, se cerraba el circuito de refrigeración de agua. Después de cada experimento, se realizó una limpieza completa de todas las partes del montaje con agua y jabón y se dejaba secar para que estuviera preparado para el siguiente experimento.

4.5.2. Steam Distillation con Pretratamiento de Microondas

Una vez conocidos los resultados de la destilación por arrastre de vapor convencional, se estudió el efecto que podrían presentar distintos pretratamientos con microondas antes de realizar la destilación. Para ello, se estudiaron las posibles variables que podían afectar al pretratamiento y se llegó a la conclusión de que existían dos: el tiempo del pretratamiento en el microondas a 1000W de potencia y la cantidad de agua que se podía añadir a la materia prima para modificar su humedad. Para realizar el pretratamiento se utilizó un microondas doméstico colocado en posición vertical al que mediante una abertura se le introducía un eje rotatorio para conseguir la rotación del recipiente que contenía la materia prima propiciando así una agitación máxima y una

4. Materiales y Métodos

mayor uniformidad de las ondas en la materia prima. Se puede observar el Set-up del Pretratamiento en la Ilustración 18. La operación de pretratamiento es completamente segura ya que se comprobó en un trabajo de investigación anterior mediante la medición de fugas de radiación. Los valores obtenidos en aquellas pruebas se encontraban dentro de la normativa.



Ilustración 18. Set-up del Pretratamiento con Microondas.

Para comprobar la cantidad de humedad máxima que la materia prima podía adquirir, esta se sumergió en agua durante 15 minutos y se dejó escurrir durante 24 horas. Por diferencia de pesos se detectó que la humedad máxima que podía alcanzar era del 44% en base húmeda. A pesar de este aumento de humedad, el agua no se encontraba en el interior de la planta, sino que se encontraba en la superficie de la planta la mayor parte. Este hecho es importante a la hora de plantear una extracción con microondas sin disolvente (SFME) ya que, si la humedad interna fuera mayor, se producirían mejores resultados.

Antes de comenzar con los experimentos se realizó un estudio del incremento de la temperatura de la materia prima para distintos tiempos de duración del pretratamiento microondas con el objetivo de conocer el tiempo máximo al que se podía someter la materia prima sin que se sobrepasaran los 95 - 100 °C. Estos experimentos se realizaron para el caso de menor (18%) y mayor humedad (44%) posible de la materia prima, con el objetivo de detectar si una mayor cantidad de agua propiciaba distintos

comportamientos. Como se puede observar en el siguiente gráfico, la cantidad de agua no tuvo una influencia notable:

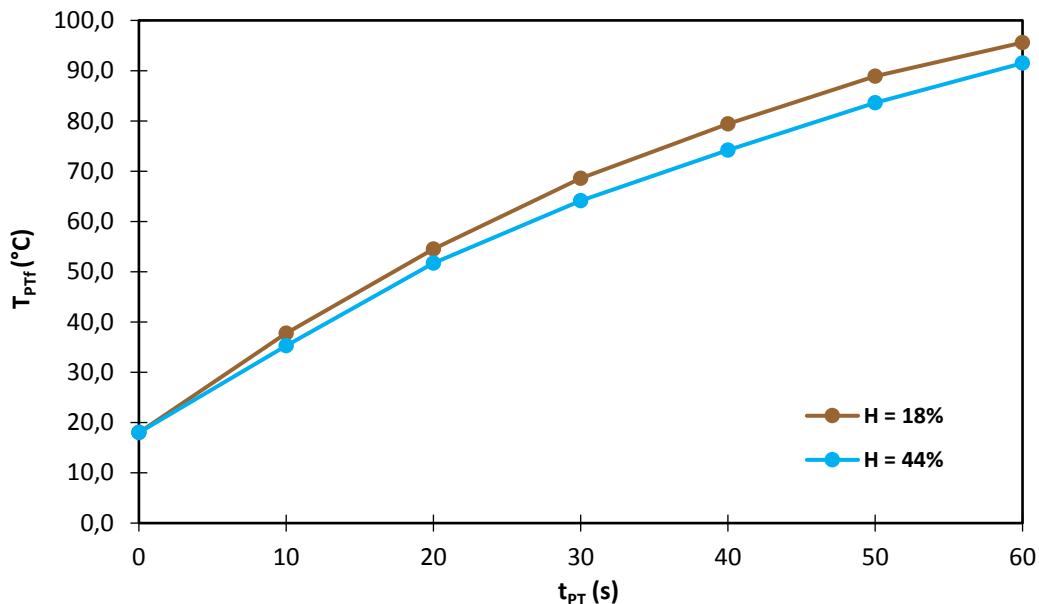


Ilustración 19. Temperatura alcanzada por la materia prima durante el pretratamiento con microondas para diferentes tiempos de pretratamiento.

En este apartado solo se va a describir el procedimiento experimental del pretratamiento ya que la destilación por arrastre de vapor se realiza de la misma forma que en el apartado anterior. Para realizar los pretratamientos se siguió una hoja de procedimiento en la que estaban detallados todos los pasos que se debían seguir para no olvidarse de nada. Esta ficha con el Procedimiento Experimental del Pretratamiento con Microondas se encuentra en el ANEXO I: Procedimientos Experimentales. El procedimiento experimental seguido para la realización del pretratamiento fue el siguiente:

a. Preparación del pretratamiento

En primer lugar, se debe pesar el recipiente del microondas con el tapón vacío. A continuación, se añadieron la materia prima y la cantidad de agua necesaria para realizar el experimento. Una vez hecho esto, se agitó el recipiente del microondas con objetivo de homogeneizar la materia prima y el agua añadida, en el caso de tener que añadir agua. En este momento, se mide la temperatura de la materia prima necesaria para calcular posteriormente la energía absorbida por la materia prima. Por último, se ensambló el recipiente del microondas al eje rotatorio y se comprobaron todas las conexiones eléctricas.

b. Pretratamiento

Para comenzar el pretratamiento se programó el tiempo en el microondas y se verificó que el microondas estuviera en el modo de potencia máxima (1000 W). Se estableció la velocidad de giro del motor a 40 rpm y se arrancó el motor. Una vez que la velocidad de giro era estable, se pulsó el botón START del microondas.

Cuando el microondas finalizaba se detenía el motor que hacía girar el recipiente de la materia prima y se desensamblaba del eje rotatorio. Rápidamente se medía la temperatura de la materia prima con ayuda del termómetro infrarrojo.

Finalmente, se introducía la materia prima en el interior de la columna y se volvía a pesar el recipiente de la muestra para saber con exactitud la cantidad de materia prima introducida en el lecho para realizar la destilación.

4.5.3. Solvent Free Microwave Extraction (SFME)

Este método de extracción se realizó de forma extraordinaria debido a los resultados observados en las extracciones con pretratamiento de microondas. Al analizar las muestras de los experimentos con pretratamiento se observó que la cantidad de aceites esenciales extraída era menor que la extraída mediante una destilación sin pretratamiento. Se determinó que el causante de esto era una abertura realizada en el recipiente del microondas por la cual se perdían los aceites esenciales al aumentar la temperatura. Esta temperatura durante los primeros experimentos no existía, pero se optó por hacerla para trabajar con un sistema a presión atmosférica y para evitar una posible explosión del recipiente, ya que en experimentos previos cogía demasiada presión. Por este motivo, se planteó la posibilidad de realizar una extracción de este tipo ya que una parte importante de los aceites salía de la planta con gran facilidad al someterla al pretratamiento.

Para determinar el tiempo máximo de operación en el microondas a potencia máxima, se realizó una prueba en el que se comprobó el tiempo que tardaba en salir toda la humedad del interior de la planta. En este experimento se comprobó que, a los 270 segundos de irradiación de microondas, la planta prácticamente había perdido toda el agua y había comenzado a pirolizarse. Cuando se retiró la planta se comprobó que está

estaba prácticamente chamuscada. A partir de ese experimento, se concluyó que el tiempo máximo de operación serían 250 segundos.

Para este montaje se planteó la posibilidad de trabajar con el microondas de forma vertical para favorecer al máximo la agitación de la materia prima y el reparto uniforme de las microondas en dicha materia prima. Sin embargo, debido a la dificultad del montaje y a la escasez de tiempo, se planteó un montaje más sencillo que se muestra en la Ilustración 20/Ilustración 20.

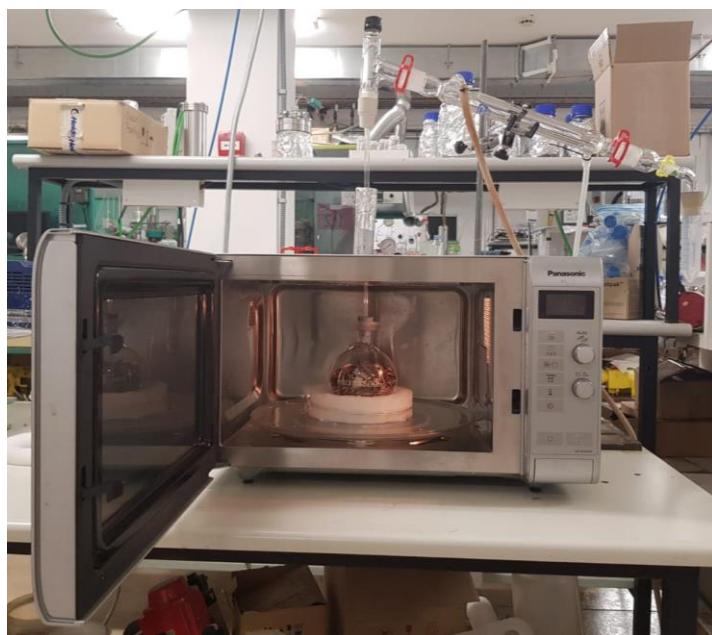


Ilustración 20. Set-up del SFME.

Para realizar los experimentos se siguió una hoja de procedimiento en la que estaban detallados todos los pasos que se debían seguir para no olvidarse de nada. Esta ficha con el Procedimiento Experimental del SFME se encuentra en el ANEXO I: Procedimientos Experimentales. El procedimiento experimental seguido para la realización de este tipo de extracción fue el siguiente:

a. Preparación del experimento

En primer lugar, se pesó un matraz de fondo redondo de 500 mL de capacidad sostenido con un soporte de corcho. A continuación, se añadieron 120 gramos de materia prima y se midió la temperatura de la materia prima. Por último, se introdujo el matraz dentro del microondas, se comprobaron todas las conexiones eléctricas, del agua de refrigeración y del montaje de vidrio y se lubrica la conexión del tubo de vidrio con la entrada del condensador.

b. Experimento

En primer lugar, se abrió la llave del circuito de agua de refrigeración y se programó el tiempo de microondas deseado verificando que estuviera en el modo de máxima potencia (1000 W). En este momento, se pulsó el botón START del microondas y se anotaron los tiempos en los que el vapor llega al condensador y en los que aparece la primera gota en el recipiente de la muestra. Cuando cae la primera gota se inicia el cronómetro y se anota la temperatura a la salida de la columna de relleno.

Al haber poca cantidad de agua en la planta, el recipiente de la muestra se cambia cada 5 mL de agua condensada. Después de dejar enfriar los recipientes se pesaron para poder conocer la cantidad de condensado que se fue recolectando. Cuando se detiene el microondas se mide la temperatura del matraz de fondo redondo con el termómetro infrarrojo y, cuando se enfria, se pesa para comprobar la humedad perdida por la planta.

Finalmente, cuando los experimentos finalizaron se cerró el circuito de refrigeración de agua y se realizó una limpieza completa de todas las partes del montaje con agua y jabón y se dejó secar para que estuviera preparado para el siguiente experimento.

4.6. Métodos de Análisis

4.6.1. Extracción Líquido-Líquido y Preparación de viales

A pesar de no tratarse de un método de análisis como tal, la extracción líquido-líquido se ha realizado justo después de todos los experimentos de cualquier tipo de método de extracción de los aceites esenciales. Por este motivo se ha incluido dentro del apartado de los métodos de análisis en esta memoria.

En primer lugar, debido a la escasa cantidad de aceite esencial recogida durante cada experimento, fue necesario realizar extracciones líquido-líquido con hexano para poder preparar los viales utilizados en el cromatógrafo de gases. Esta extracción se realizó añadiendo 4 mL de hexano en cada muestra con ayuda de una micropipeta de 1-5 mL. Una vez añadidos los 4 mL, los recipientes de las muestras se pesaron para conocer de manera exacta la cantidad de hexano añadida y poder realizar los cálculos necesarios. Posteriormente, los recipientes de las muestras se sometieron a una agitación vigorosa en un agitador de vórtice durante 1 minuto con el objetivo de favorecer al máximo la transferencia de materia. Por último, las muestras se centrifugaron durante 10 minutos a 7800 rpm para separar al máximo ambas fases.

Una vez realizado el proceso de extracción e identificados correctamente los viales de 2 mL, se realizó el trasvase de las muestras. Para ello, se utilizaron jeringas de 5 mL y filtros de 20 µL para evitar que pudieran entrar partículas sólidas al cromatógrafo. Durante este proceso fue muy importante aspirar con la jeringa solo la fase orgánica ya que en el cromatógrafo de gases no puede entrar nada de agua.

4.6.2. Análisis con Cromatografía de Gases con Espectrómetro de Masas (GC-MS)

Para el proceso de análisis se empleó el equipo GC Agilent Technologies 7890B equipado con una columna capilar HP-5ms (30 m x 250 µm x 0,25 µm) y con un detector de masas MSD Agilent Technologies 5977A.

Las condiciones de operación empleadas fueron las siguientes:

- **Injector:** Operando en Splitless a una temperatura de 250 °C y a una presión de 8 psi.

- **Volumen de inyección:** 1 μL .
- **Liner:** Agilent 5183-4711 (870 μL).
- **Fase móvil:** Helio con un flujo de 0,5 mL/min a una presión de 8 psi.
- **Horno:** Isotermia a 40 °C durante 5 minutos -> Rampa de 5 °C/min hasta 65 °C -> Isotermia a 65 °C durante 7 minutos -> Rampa de 2,5 °C/min hasta 180 °C -> Rampa de 20 °C hasta 300 °C -> Isotermia a 300 °C durante 1 minuto. Este programa del horno tiene una duración de 70 minutos.
- **Retraso del disolvente:** 7 minutos.
- **Detector:** Temperatura de 250 °C.

Para realizar el análisis, en primer lugar, se debía cargar el método creado con todas las condiciones expuestas anteriormente. Este método se llamó EO_Borja.M y se empleó para el análisis de todas las muestras. En segundo lugar, se debía crear la secuencia de las muestras en las que se indicaba el nombre del archivo de datos de cada muestra, la posición en la que estaba situado cada vial, el directorio donde se iban a guardar los datos y el método empleado para cada muestra.

Una vez finalizado el análisis, se trataron los resultados con el software MassHunter Agilent Qualitative Analysis. En este software se mostraban los cromatogramas de cada muestra y se realizaba una integración de los picos para conocer las áreas de cada pico.

5. Resultados y Discusión

5.1. Humedad de la materia prima

La humedad se calculó del siguiente modo para obtener los resultados en base húmeda:

$$H = \frac{m_{MPF} - m_{MPS}}{m_{MPF}} \cdot 100 \quad [\text{Ecuación 1}]$$

donde H es el porcentaje de humedad de la materia prima, m_{MPF} es la masa de materia prima fresca y m_{MPS} es la masa de materia prima seca.

Los resultados fueron los siguientes:

Tabla 1. Resultados de la humedad de la materia prima.

	Fecha	Humedad
	dd/mm/aaaa	%
M01	26/04/2019	17,70
M02	15/05/2019	18,35
M03	13/06/2019	17,85

Como se puede observar la materia prima tenía una humedad muy baja y esta se mantuvo constante a lo largo de los meses en los que se realizaron los experimentos. **La humedad media de la materia prima era del 17,97 % y la desviación estándar de la humedad era del 0,34 %.**

5.2. Cinética y rendimiento de extracción de aceites

En este apartado se van a mostrar las cinéticas y los rendimientos de extracción de los aceites esenciales para los tres métodos de obtención realizados en este trabajo. Todos los datos utilizados para las gráficas que se muestran en este apartado se pueden encontrar en el ANEXO III: Cálculos y Explicaciones. Para no repetir constantemente los nombres completos de los tipos de extracción se utilizan las siguientes siglas:

- SD = Steam Distillation.
- MPTSD = Microwave Pre-Treatment + Steam Distillation.
- SFME = Solvent Free Microwave Extraction.

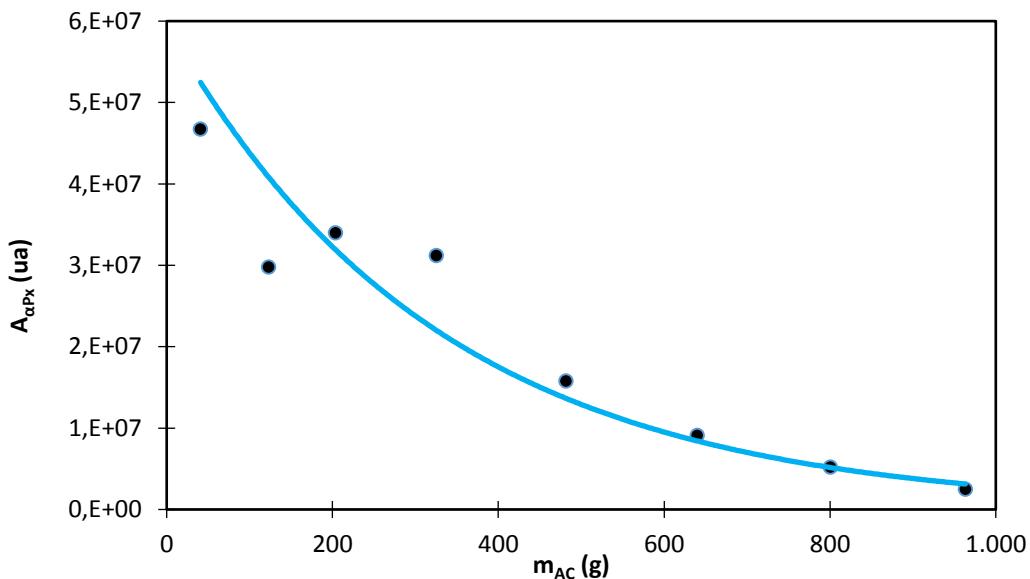
Los datos sobre la cinética y los rendimientos de extracción se muestran representando la masa acumulada de aceite esencial extraído frente a la masa de agua condensada en las extracciones. Si solamente se hubiera utilizado un tipo de extracción con una ratio de agua constante en todo momento, se podría emplear el tiempo de extracción en las comparaciones. Sin embargo, al emplear distintos métodos, la mejor manera para comparar los resultados obtenidos es empleando los gramos de agua condensada. En todos los experimentos realizados la masa de materia prima empleada era de 120 gramos, lo cual permite comparar de una forma más directa los rendimientos.

Para representar estos datos se ha seguido el siguiente procedimiento:

1. Se representa el área de α -Pineno obtenido en el cromatograma para cada muestra frente a la masa de agua condensada (tiempo) como muestran los puntos negros en la Ilustración 21.
2. A partir de estos puntos, se realiza un ajuste a una cinética de primer orden usando mínimos cuadrados con ayuda de Excel obteniendo una ecuación del tipo:

$$A_{\alpha Px} = B \cdot \exp(-j \cdot m_{AC}) \quad [\text{Ecuación 2}]$$

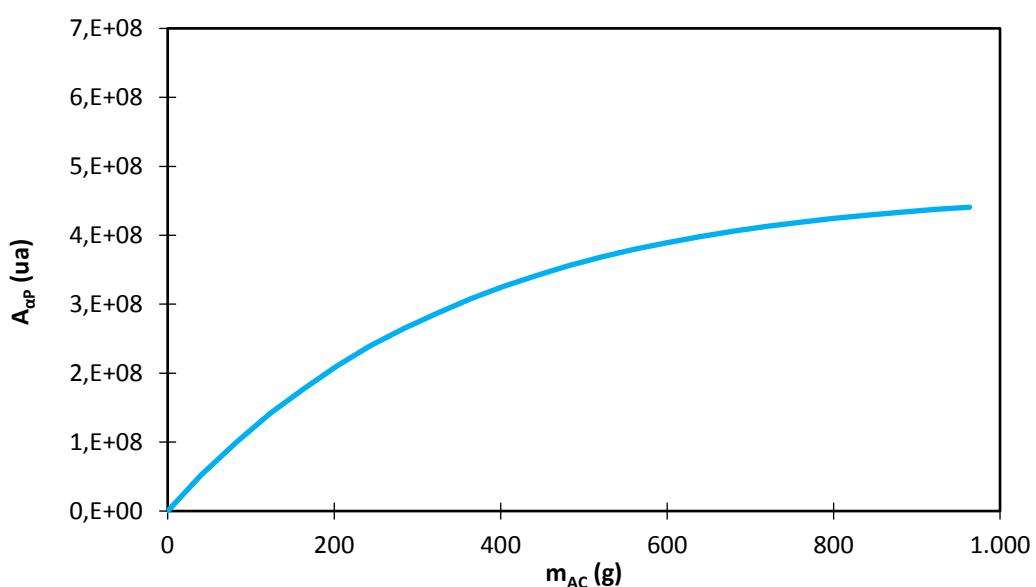
donde $A_{\alpha Px}$ es el área de α -Pineno en la muestra x y m_{AC} es la masa de agua condensada hasta el momento en el que se toma la muestra x. Esta ecuación se representa en la Ilustración 21 con la curva de color azul claro. Con Excel se obtienen los valores B y j.

Ilustración 21. Área de α -Pineno frente a la masa de agua condensada.

3. Una vez realizado este ajuste se calcula el área acumulada de α -Pineno ($A_{\alpha P}$) con respecto a la masa de agua condensada para obtener la gráfica mostrada en la Ilustración 22. La ecuación a la que se aproxima esta gráfica es de la forma:

$$A_{\alpha P} = F \cdot (1 - \exp(-k \cdot m_{AC})) \quad [\text{Ecuación 3}]$$

donde si sustituyéramos el área por masa de aceite esencial, F sería la masa final de aceite esencial extraído (rendimiento) y k sería la constante del ratio de extracción. Esta ecuación no hizo falta calcularla ya que se empleo la Ecuación 2 para los cálculos.

Ilustración 22. Área acumulada de α -Pineno frente a la masa de agua condensada.

4. Finalmente, para obtener la gráfica de masa acumulada de aceite esencial (m_{EO}) frente a la masa de agua condensada, se realizó un análisis cromatográfico de una muestra con una concentración de aceite esencial (w_{EO}) conocida en hexano. El aceite esencial empleado fue obtenido gracias al CEDER que envió una muestra del aceite que ellos obtenían. La concentración de la muestra era similar a las concentraciones de las muestras obtenidas mediante los experimentos. Los resultados obtenidos en este análisis fueron los siguientes:

$$\begin{aligned} w_{EOa} &= 0,1067\% \quad \text{w/w} \\ A_{\alpha Pa} &= 183557033 \quad \text{ua} \end{aligned}$$

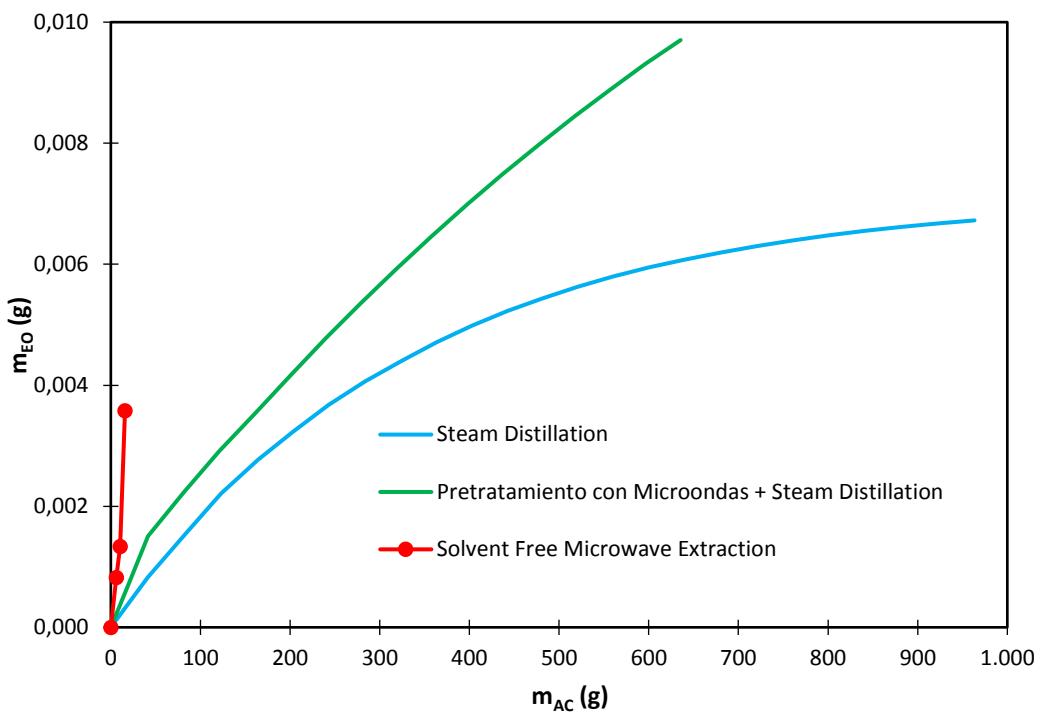
Por lo que mediante un factor de conversión se podía saber la concentración de aceite esencial en la muestra. Posteriormente, conociendo la masa de hexano añadida a cada muestra (m_D), se podía determinar la masa de aceite esencial en cada muestra (m_{EOx}):

$$m_{EOx} = W_{EOx} \cdot m_D = A_{\alpha Px} \cdot \frac{W_{EOa}}{A_{\alpha Pa}} \cdot m_D \quad [\text{Ecuación 4}]$$

El proceso de cálculo completo se realizó para los experimentos de SD y MPTSD para no tener un número excesivo de muestras que analizar. Sin embargo, para el caso del SFME solo fue necesario realizar el paso 4 debido a que la duración de la extracción era muy corta. Las ecuaciones de primer orden exponenciales usadas fueron las siguientes:

- *SD:* $A_{\alpha Px} = 6 \cdot 10^7 \cdot \exp(-0,003 \cdot m_{AC})$
- *MPTSD:* $A_{\alpha Px} = 5 \cdot 10^7 \cdot \exp(-0,001 \cdot m_{AC})$

En la Ilustración 23 se pueden observar los resultados obtenidos en cada tipo de extracción. Se observa claramente que mediante la SFME los aceites esenciales se extraen con una velocidad mucho mayor que mediante las otras dos técnicas que emplean la SD. Al aplicar el pretratamiento con microondas se observa un leve aumento de la velocidad de extracción de los aceites esenciales, aunque este aumento no fue el esperado. Esto indica que la resistencia a la transferencia de materia para extraer el aceite esencial es muy grande en SD y en MPTSD porque en el caso de SFME, el contenido del aceite en el vapor es mucho mayor.

Ilustración 23. Cinéticas de extracción de aceites esenciales de *Cistus ladanifer*.

En cuanto a la cantidad de aceite extraída, sí que se observa una gran mejora al aplicar el pretratamiento. Como se puede observar, mediante el MPTSD se extrae un 45 % más de aceite esencial respecto de la SD. Además, esta cantidad de aceite se extrae unos 330 gramos de agua condensada antes (1 hora y 20 minutos antes, aproximadamente), lo cual indica que el pretratamiento, a pesar de no aumentar la velocidad en gran medida al principio, si la duración del experimento se prolonga, sí que puede ser útil.

La eficacia y los rendimientos de extracción se encuentran en la Tabla 2, la cual se muestra a continuación:

Tabla 2. Eficacia y rendimiento de la extracción de aceites esenciales.

	m_{AC}	m_{EO}	ɛ_{EO}	η_{EO}
	<i>g</i>	<i>g</i>	<i>g EO/g AC</i>	<i>g EO/g MPF</i>
SD	963,4	0,0067	0,0007%	0,00560%
MPTSD	635,6	0,0097	0,0015%	0,00809%
SFME	15,8	0,0036	0,0227%	0,00298%

Se observa claramente que la mayor eficacia de extracción (ϵ_{EO}), es decir, la cantidad de aceite extraído por cada 100 gramos de agua condensada es mediante SFME. Se observa que el mejor rendimiento (η_{EO}), es decir, la masa de aceite esencial extraído respecto de la masa de materia prima utilizada que el mayor rendimiento se alcanza con MPTSD.

Este rendimiento podría ser mayor si el tiempo de extracción hubiera sido más grande ya que según la cinética parece que la planta seguía teniendo aceite en su interior. Esto indica que el pretratamiento consigue reducir la resistencia a la transferencia de materia en el interior de la planta, pero no consigue eliminarla suficientemente como para realizar la extracción en mucho menos tiempo. En cualquier caso, los rendimientos de extracción son rendimientos muy bajos en comparación con los que se obtuvieron en el CEDER mediante SD en una planta piloto (0,064% g EO/g MPF). Estas pruebas fueron realizadas antes del envío de la materia prima. El motivo de estos bajos rendimientos puede ser causado por el tiempo que ha estado almacenada la materia prima ya que en el CEDER extraen los aceites esenciales nada más recogerla. En este trabajo, a pesar de no haber obtenido resultados satisfactorios, se ha conseguido entender cómo se comporta la planta y, para posteriores investigaciones, se deberá realizar la extracción nada más recibirla, ya que se ha comprobado la rápida degradación del aceite esencial con el tiempo de almacenamiento.

Los experimentos tuvieron distintas duraciones. Mientras que la duración de la SD y de la MPTSD fueron de 4 horas y de 2 horas y 40 minutos (respectivamente) la duración de la SFME fue mucho menor (4 minutos aproximadamente). El problema de la SFME es que al estar trabajando con una materia prima con una humedad tan baja (18 %), los experimentos no pueden tener una duración mayor ya que el agua de la planta se agota y las microondas, a partir de ese momento, empiezan a quemar la planta. Los experimentos mediante SFME no podían tener una duración mayor de los 250 segundos para la relación de potencia empleada por unidad de masa de materia prima ya que, a partir de ese momento, la planta comenzaba a pirolizarse. Una posibilidad que se plantea para trabajos futuros es emplear una Hidrodestilación Asistida con Microondas (MAH), la cual consiste en realizar una hidrodestilación utilizando las microondas como energía para calentar el agua añadida, para conseguir alargar el tiempo de duración de las extracciones sin quemar la planta. En este TFG se llegó a realizar un experimento de este tipo con una duración de 15 minutos. Sin embargo, aunque este experimento sí se realizó, los resultados no están en el informe debido a que el GC-MS sufrió problemas de funcionamiento y las muestras no se pudieron analizar dentro del periodo establecido para el TFG.

5. Resultados y Discusión

Otro hecho importante que hay que destacar es que la extracción de los aceites esenciales de esta planta es muy lenta. Normalmente, los tiempos de extracción de aceites esenciales mediante SD suelen ser de unas 2 horas. Sin embargo, en este caso con 2 horas de duración (480 gramos de agua condensada) el aceite esencial sigue saliendo de la planta, incluso haciendo el pretratamiento con microondas, que a priori debería de provocar una reducción del tiempo de destilación.

5.3. Energía de microondas absorbida y coste energético de la extracción de aceites

En este apartado se van a mostrar los resultados sobre la cantidad de energía de microondas capaz de absorber la planta y el coste energético de los distintos tipos de extracción de los aceites esenciales realizados en este trabajo. Todos los datos utilizados para los resultados que se muestran en este apartado se pueden encontrar en el ANEXO III: Cálculos y Explicaciones.

En este apartado se van a mostrar los resultados de la eficacia del microondas ($\varepsilon_{\text{Microondas}}$), es decir, la relación entre cantidad de energía absorbida por la planta y la energía emitida por el microondas. Cuando se habla de energía emitida por el microondas se habla de la energía que el fabricante indica, es decir, aproximadamente el 70% de la energía generada por el magnetrón. La eficacia del microondas, cuando el microondas es diseñado correctamente por un ingeniero eléctrico, suele ser muy cercana a 1. También se van a mostrar los resultados del coste de operación de la destilación y del microondas para cada tipo de extracción y, por último, el valor más relevante, el coste de producción de 1 gramo de aceite esencial (C_{EO}) para cada técnica de obtención.

Para calcular la eficacia del microondas se ha seguido el siguiente procedimiento:

1. Cálculo de la energía absorbida por la materia prima en forma de calor a partir de la siguiente ecuación:

$$Q_{MPF} = m_{MPF} \cdot c_{P,MPF} \cdot (T_{MPFf} - T_{MPFi}) \quad [\text{Ecuación 5}]$$

donde Q_{MPF} es el calor absorbido por la materia prima, $c_{P,MPF}$ es la capacidad calorífica de la materia prima, T_{MPFf} es la temperatura final de la materia prima y T_{MPFi} es la temperatura inicial de la materia prima.

2. Cálculo de la energía absorbida por el agua empleada para que se produzca la vaporización a partir de la siguiente ecuación:

$$Q_A = m_A \cdot H_{vap} \quad [\text{Ecuación 6}]$$

5. Resultados y Discusión

donde Q_A es el calor absorbido por el agua para vaporizarse, m_A es la masa de agua vaporizada y H_{vap} es la entalpía de vaporización del agua. Este calor solo se tendrá en cuenta en el caso del SFME ya que en el MPTSD el agua de la materia prima no llega a evaporarse.

3. El calor total absorbido ($Q_{\text{Absorbido}}$) se calcula como la suma del calor absorbido por la materia prima y el calor absorbido por el agua. El calor generado por el microondas (E_{Generada}) se calcula multiplicando la potencia del microondas (1000 W) por el tiempo de duración del tratamiento en el microondas.
4. Finalmente, la eficacia del microondas se calcula con la siguiente ecuación:

$$\varepsilon_{\text{Microondas}} = \frac{Q_{\text{Absorbido}}}{E_{\text{Generada}}} \quad [\text{Ecuación 7}]$$

Para calcular el coste de energía de cada tipo de operación se ha seguido el siguiente procedimiento:

1. Para calcular la energía del microondas se emplea la siguiente ecuación:

$$E_{\text{Microondas}} = \frac{E_{\text{Generada}}}{0,7} \quad [\text{Ecuación 8}]$$

donde $E_{\text{Microondas}}$ es la energía consumida por el microondas.

2. Para calcular la energía de la destilación se emplea la siguiente ecuación:

$$E_{\text{Destilación}} = m_A \cdot H_{vap} + m_A \cdot c_{P,A} \cdot (T_{Af} - T_{Ai}) \quad [\text{Ecuación 9}]$$

donde $E_{\text{Destilación}}$ es la energía consumida para calentar el agua hasta la temperatura de ebullición más la necesaria para generar el vapor.

3. Para calcular el coste de producción de 1 gramo de aceite esencial se utiliza la siguiente ecuación:

$$C_{EO} = \frac{0,12 \frac{\epsilon}{kWh} \cdot E_{\text{Microondas}} + 0,04 \frac{\epsilon}{kWh} E_{\text{Destilación}}}{m_{EO}} \quad [\text{Ecuación 10}]$$

El coste del kWh de la energía eléctrica se puede asumir como el triple del coste del kWh de la energía que proviene del vapor.

En la Tabla 3 se muestran los resultados obtenidos en los distintos tipos de experimentos realizados:

Tabla 3. Eficacia del microondas y Costes energéticos.

	$\epsilon_{\text{Microondas}}$	m_{AC}	$C_{\text{destilación}}$	$C_{\text{Microondas}}$	C_{EO}
	kJ/kJ	g	$\text{€}/\text{carga}$	$\text{€}/\text{carga}$	$\text{€}/\text{g EO}$
SD	-	963,4	0,0276	-	4,1
MPTSD	0,342	635,6	0,0182	0,0029	2,2
SFME	0,284	15,8	-	0,0119	3,3

Como se puede observar, la eficacia del microondas es muy similar en ambas técnicas ya que el microondas utilizado en ambos casos ha sido el mismo. La pequeña diferencia en la eficacia ha podido ser debida a que en el caso del MPTSD la agitación de la materia prima era mucho mayor debido al distinto montaje empleado y, por lo tanto, la distribución de las microondas en la materia vegetal fue mayor, provocando así una mayor eficacia.

En cuanto a los costes energéticos, se ve que la mejor opción es el MPTSD. Resulta llamativo que el coste de la SD sea el mayor de todos ya que no emplea energía eléctrica, cuyo coste en kWh se puede asumir como el triple que el coste de la energía generada mediante vapor. El motivo de esto es la alta cantidad de agua que se necesita evaporar y condensar para obtener un gramo de aceite esencial (143,3 kg agua/g aceite esencial) frente a la MPTSD (65,5 kg agua/g aceite esencial) y la SFME (4,4 kg agua/g aceite esencial). Por este motivo, en la actualidad existe un gran interés en realizar investigaciones sobre nuevas técnicas capaces de aumentar de forma drástica la velocidad del proceso y reducir el consumo energético.

En el caso de este TFG, si se tuviera que elegir una opción, se elegiría la SFME como mejor técnica y se descartaría directamente la SD. La SFME, a pesar de no ser la mejor ni en cuanto a términos de rendimiento, ni en cuanto a costes de operación, al finalizar el proceso de extracción del aceite deja la materia prima prácticamente seca. Este hecho es muy importante debido a que en el proyecto de investigación abordado por GO ESENCIAL esta materia prima se utiliza como biocombustible y, por lo tanto, necesita un proceso de secado. Por el contrario, el MPTSD deja la materia prima muy húmeda y, posteriormente, se debería realizar una operación de secado, lo cual aumentaría los costes y dejaría de ser tan ventajosa en ese aspecto.

5. Resultados y Discusión

Si la materia prima no se utilizara posteriormente como biocombustible, la opción elegida sería el MPTSD ya que tiene un coste menor y un rendimiento mayor que la SFME. Otra ventaja frente a la SFME sería que ejecutar esta operación industrialmente es más sencilla ya que el diseño de un microondas continuo para el SFME resulta más complejo al requerirse la captación de los vapores para recuperar el aceite esencial del condensado.

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de *Cistus ladanifer*

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de *Cistus ladanifer*

6.1. Bases de diseño

6.1.1. Bases de diseño del proceso

Casos de diseño

El balance de materia y de energía ha sido diseñado para un caso de operación: **Normal (100 %).**

Alimentación a la Unidad

La alimentación principal de materia prima a la planta industrial es *Cistus Ladanifer* procedente de la limpieza de distintos bosques de la región de Castilla y León. La materia prima llega en remolques triturada (tamaño menor de 3 cm) y se almacena en un silo. La materia prima tiene una humedad que ronda el 18% en base húmeda.

Productos de la Unidad

El producto principal de la planta industrial es el **aceite esencial de *Cistus Ladanifer*.** Este aceite se almacena en bidones de 50 litros de capacidad y se mantiene en un almacén a una temperatura de 20 °C aproximadamente.

El rendimiento de aceite esencial obtenido es de **0,064 kg de aceite esencial por cada 100 kg de materia prima.** Este valor ha sido proporcionado por el CEDER de Soria a partir de una destilación por arrastre de vapor con este tipo de materia prima.

6.1.2. Criterio de Diseño del Proceso

Operación

La planta industrial está diseñada para operar durante 24 horas al día, 85 días todos los años, resultando en un total de **2000 horas al año**. Este periodo coincide con el periodo de recolección de la materia prima de los bosques. La planta industrial diseñada en este proyecto no ha incluido el tratamiento con microondas debido a que el diseño de un microondas adaptado perfectamente a esta planta industrial se debería de hacer trabajando en paralelo con un ingeniero eléctrico.

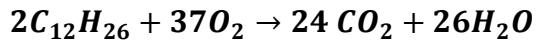
Alimentación a la Unidad

Las corrientes de alimentación para una operación Normal (100%) a la planta industrial son las siguientes:

- Corriente de **1601,0 kg/h de Cistus ladanifer**.
- Corriente de **385,8 kg/h de Agua**.

Reacciones químicas

La única reacción química que se produce en todo el proceso es la **combustión** de la caldera. La reacción química es la siguiente:



Para esta reacción se supone una **combustión completa** ya que en la caldera se va a introducir un **exceso de aire del 10 % en moles**.

Capacidad de almacenamiento de materia prima y producto

Se dispone de una capacidad de almacenamiento de **materias primas** equivalente a la necesaria para el periodo de **7 días**.

En el caso del **producto**, se dispone de una capacidad de almacenamiento equivalente a la producción de **200 días**.

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

6.1.3. Bases de diseño de Ingeniería

Designación de la Unidad

Compañía: CEDER (Centro de Desarrollo de Energías Renovables) de Soria.

Planta: CistusTFG.

Unidades: U-100 (Producción de aceite esencial de Cistus Ladanifer).

Localización: Lubia, Soria (España).

Códigos de diseño aplicables

1. ASME Code, Unfired Pressure Vessel Code Section 8, Division 1
2. ASME Code, Materials Specification, Part A, Ferrous Materials
3. American Society for Testing Materials, Part 10, Annual Book of ASTM Standards:
Metals-Physicals, Mechanical and Corrosion Testing
4. American Standards Association, Petroleum Refinery Piping ASA B31.3.
5. Standards of the Tubular Exchanger Manufacturers Association.

Sistema de unidades

Tabla 4. Sistema de unidades.

Magnitud	Unidades	Abreviatura
Densidad	Kilogramos por metro cúbico	kg/m ³
Energía	Kilovatios	kW
Longitud	Metros	m
Masa	Kilogramos	kg
Presión (absoluta)	Bar	bara
Presión (relativa)	Bar	barg
Temperatura	Grados centígrados	°C
Tiempo	Segundos, minutos, horas y años	s, h, min, año
Viscosidad	Pascales por segundo	Kg/m·s
Volumen	Metros cúbicos	m ³
Voltaje	Voltios	V

Datos geográficos y climatológicos

La estación climatológica más cercana a la planta industrial se encuentra en Soria a 656 metros por encima del nivel del mar (Latitud: 41° 30' 56" N - Longitud: 5° 44' 7" O). En la Tabla 5 se muestran los principales parámetros climatológicos:

Tabla 5. Datos climatológicos en Soria desde 1981 hasta 2010. Fuente: AEMET.

Mes	Temperatura media (°C)	Media de las temperaturas máximas diarias (°C)	Media de las temperaturas mínimas diarias (°C)	Precipitación media (mm)	Humedad relativa (%)	Número medio de días de helada
Enero	3,2	7,7	-1,3	37	77	19,7
Febrero	4,3	9,6	-1,0	36	71	17,1
Marzo	7,1	13,2	1,0	30	63	12,0
Abril	8,7	14,6	2,8	55	64	5,9
Mayo	12,5	18,7	6,2	67	63	0,8
Junio	17,2	24,6	9,9	40	56	0,1
Julio	20,5	28,7	12,4	30	50	0,0
Agosto	20,3	28,3	12,2	30	52	0,0
Septiembre	16,4	23,6	9,3	33	60	0,1
Octubre	11,6	17,4	5,8	55	70	1,5
Noviembre	6,7	11,5	1,9	50	75	9,2
Diciembre	4,0	8,4	-0,4	50	78	17,4
Año	11,0	17,2	4,9	512	65	83,3

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

6.2. Localización de la planta

La planta industrial va a estar situada en el CEDER de Soria. La dirección en la que se encuentra este Centro es la siguiente: Autovía de Navarra A15, Km.56, 42290 Lubia, Soria. Como se puede observar en la Ilustración 24, el acceso para camiones de abastecimiento de materias primas es bastante sencillo gracias a la Autovía A15.

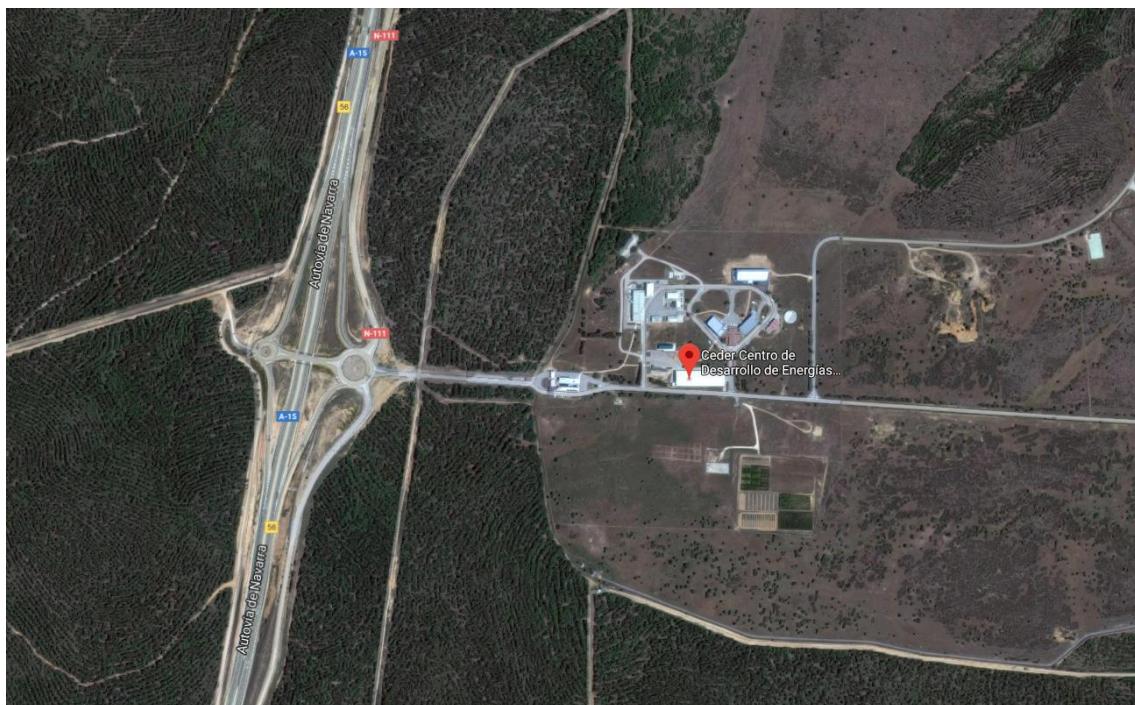


Ilustración 24. Localización del Centro de Desarrollo de Energías Renovables de Soria.

6.3. Descripción del proceso

6.3.1. Diagrama de Bloques del Proceso (PBD)

El Diagrama de Bloques del Proceso de la planta industrial (A2-PBD-101) se puede encontrar en el ANEXO V: Diagramas (PBD).

6.3.2. Descripción detallada del proceso

La planta cuenta con una Zona de Almacenamiento de Materias Primas, en la cual el material vegetal (*Cistus Ladanifer*), el agua no tratada y el gasoil para la caldera son almacenados. Mientras que la materia prima vegetal es almacenada en un silo (D-101), el agua y el gasoil se almacenan en dos tanques atmosféricos (D-102 y D-103, respectivamente) con el fin de proporcionar un flujo constante a los equipos (385 kg/h de agua y 22 kg/h de gasoil). La capacidad del tanque de agua está diseñada para tener al menos la capacidad necesaria como para acabar una operación de destilación en el caso de que se cortara el suministro de agua. Estas materias primas se transportan mediante una cinta transportadora en el caso de las plantas (sólidos) o mediante bombas en el caso del agua o el gasoil (líquidos).

Posteriormente existe una Zona de Tratamiento de Agua, en la cual el agua que va a entrar a la caldera es tratada para eliminar las impurezas que pueden provocar un mal funcionamiento de la caldera y alargar su vida útil. Para eliminar los iones que van disueltos en el agua se utiliza un filtro multimedia (F-101), un filtro de carbón activo (F-102), un ablandador de agua (F-103) y un proceso de osmosis inversa (F-104). Para superar estos filtros es muy importante la existencia de unas bombas centrífugas (P-101 A/B y P-102 A/B) capaces de proporcionar la presión suficiente para poder superar las grandes caídas de presión producidas por los filtros. A continuación, se utiliza un desgasificador (E-103) para eliminar el oxígeno del agua al ponerla en contacto con vapor de agua, aprovechando de esta forma la mayor solubilidad del oxígeno en el vapor de agua. Entre la ósmosis inversa y el desgasificador se encuentra un intercambiador de calor de tubos concéntricos con el objetivo de precalentar la corriente de agua a la entrada del desgasificador. Esta corriente es calentada con la corriente recién condensada de agua y aceites esenciales, lo cual permite realizar una integración energética. Por último, el agua tratada se impulsa con una bomba (P-103 A/B) para almacenarla en un tanque intermedio (D-104).

Después, en la Zona de Generación de Vapor, se produce el vapor necesario para realizar la destilación de las plantas. En esta zona existe una caldera pirotubular (B-101) en la que se realiza la combustión del gasoil que viene impulsado desde D-103, con la ayuda de una bomba (P-105 A/B), para generar la presión necesaria. El aire proviene de un

compresor (C-101) y se trabaja con un exceso del 10% en moles (351,9 kg/h) para conseguir una combustión completa. El vapor saturado generado en la caldera (385,8 kg/h) está a 4 bar de presión, mientras que los gases de combustión abandonan la caldera a 125 °C. Una pequeña parte del vapor generado (0,8 kg/h) se destina para eliminar el oxígeno del agua en el desgasificador.

Este vapor generado es enviado a la Zona de Extracción de los aceites esenciales, donde se realiza la extracción de aceites esenciales. Para ello, se emplean dos remolques, aislados térmicamente, con distintas entradas de vapor para conseguir una mayor uniformidad en su distribución. En la Ilustración 25 se puede apreciar cómo es el interior de un remolque y como se distribuye la inyección del vapor. Para este proceso se utilizan dos remolques para la extracción porque mientras en uno se está realizando la destilación, en el otro se está limpiando el interior y volviendo a cargar la materia prima. La duración de la destilación es de 150 minutos y los remolques son cargados con 4000 kg de materia prima. La cantidad de aceite extraída para estas condiciones de operación es de 1 kg/h o 2,5 kg por cada operación. El vapor, que proviene de la caldera, antes de ser inyectado es expandido isoentálpicamente con ayuda de una válvula de expansión hasta 1,1 bar. En estas condiciones, el vapor inyectado es vapor sobrecalefactado. La materia prima, después de realizar la extracción, es empleada como biomasa en otra zona del CEDER.



Ilustración 25. Remolque para Steam Distillation.

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

Los remolques cuentan con un techo hermético conectado a una tubería de salida para recoger los vapores con el aceite esencial. Esta corriente (421 kg/h) abandona el remolque como vapor saturado a una presión de 1,2 bar y es llevado directamente a un condensador (E-101) que utiliza como refrigerante el propio aire del ambiente con ayuda de un ventilador. En este condensador se realiza la condensación y se reduce la temperatura de la corriente hasta los 95 °C con el objetivo de asegurar la condensación completa. Posteriormente, esta corriente se enfriá hasta 40 °C en el intercambiador de calor de tubos concéntricos (E-102).

Una vez que la corriente ha sido enfriada hasta los 40 °C, ésta es llevada a la Zona de Separación de los aceites esenciales. Esta separación se lleva a cabo en un Florentino (D-103) gracias a la inmiscibilidad del aceite con el agua. Al realizar la separación a una temperatura de 40 °C, las viscosidades de ambos compuestos son menores que a temperatura ambiente, por lo que la separación es más rápida.

Por último, las dos corrientes que salen del Florentino se llevan a la Zona de Almacenamiento de Productos. En este lugar, el aceite esencial es almacenado en bidones (D-106 A/B) y el agua floral se almacena en un tanque (D-107).

6.3.3. Diagrama de Flujo del Proceso (PFD)

El Diagrama de Flujo del Proceso de la planta industrial (A2-PFD-101) se puede encontrar en el ANEXO V: Diagramas (PFD).

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

6.3.4. Balance de Materia y Energía

El Balance de Materia y de Energía de la planta industrial se puede encontrar en el ANEXO II: Propiedades físicas. Balances de Materia y Energía.

6.4. Equipos del proceso

6.4.1. Lista de Equipos

La Lista de Equipos del proceso de producción de aceites esenciales se muestra a continuación:

Universidad de Valladolid					EQUIPMENT LIST		
REV.	ITEM NO.	QUANTITY	DESCRIPTION		ORIGIN (1)	DRIVER (1)	REMARKS
1	B-101	1	WATER BOILER				
2	C-101 A/B	1	AIR COMPRESSOR		M	C-101 B STARTS WHEN C-101 A FAILS	
3	D-101	1	CISTUS LADANIFER HOLDING SILO				
4	D-102	1	WATER HOLDING TANK				
5	D-103	1	FLORENTINE DECANTER				
6	D-104	1	WATER INTERMEDIATE TANK				
7	D-105	1	GASOIL HOLDING TANK				
8	D-106 A/B	2	ESSENTIAL OIL BARREL				
9	D-107	1	FLORAL WATER STORAGE TANK				
10	E-101	1	AIR COOLER CONDENSER				
11	E-102	1	CONCENTRIC TUBE HEAT EXCHANGER				
12	E-103	1	DEAERATOR				
13	F-101	1	MULTIMEDIA FILTER				
14	F-102	1	ACTIVATED CARBON FILTER				
15	F-103	1	SOFTENING ION EXCHANGE FILTER				
16	F-104	1	REVERSE OSMOSIS				
17	M-101	1	CISTUS LADANIFER CONVEYOR BELT		M		
18	P-101 A/B	2	WATER PUMP		M	P-101 B STARTS WHEN P-101 A FAILS	
19	P-102 A/B	2	REVERSE OSMOSIS PUMP		M	P-102 B STARTS WHEN P-102 A FAILS	
20	P-103 A/B	2	DEAERATOR PUMP		M	P-103 B STARTS WHEN P-103 A FAILS	
21	P-104 A/B	2	WATER INTERMEDIATE PUMP		M	P-104 B STARTS WHEN P-104 A FAILS	
22	P-105 A/B	2	GASOIL PUMP		M	P-105 B STARTS WHEN P-105 A FAILS	
23	R-101 A/B	2	DISTILLATION TRAILER				
24							
25							
26							
27							
28							
29							
30							
31							
32							
33							
34							
35							
36							
37							
38							
39							
40							
41							
42							
43							
LEGEND: 1.- DRIVER: M - ELECTRIC MOTOR T - TURBINE ORIGIN: E - SPAIN O - OTHERS							

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

6.4.2. Hojas de Especificaciones

Todos los cálculos realizados para el diseño de los equipos mostrados a continuación se encuentran en el ANEXO III: Cálculos y Explicaciones.

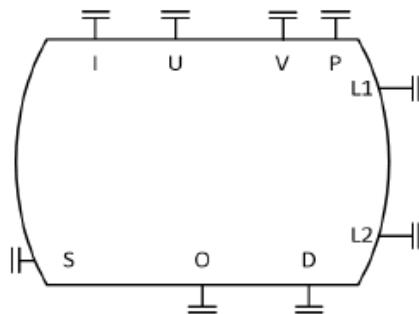
Las Hojas de Especificaciones de los equipos más significativos del proceso de producción de aceites esenciales se muestran a continuación:

 HEAT EXCHANGER PROCESS DATA SHEET					
Universidad de Valladolid					
REV.	0		JOB N°	2019	
DATE	03/07/2019		UNIT	CISTUS TFG	
BY	BGM		CLIENT	CEDER	
APPR'V			LOCATION	SORIA, SPAIN	
REV.					
1	ITEM NUMBER	E-101	QUANTITY	1	
2	SERVICE	AIR COOLER CONDENSER			
3	OPERATING CASE	NORMAL (100%)			
4	Type	Forced Draft	Units	AIR SIDE	TUBE SIDE
5	FLUID CIRCULATED			AIR	WATER
6	FLOW	TOTAL.	Normal (Máx.)	kg/h	28,9
7		Gas			421,0
8		Liquid			
9		Steam			
10		Incondensables			
11		Vaporized or condensate			
12		Steam or condensate			421,0
13	LIQUID (Inlet/Outlet)		kg/m³	1,1	1,1
14	VISCOSITY (Inlet/Outlet)		kg/m·s	1,90E-05	1,90E-05
15	MOLECULAR WEIGHT (Inlet/Outlet)			28,97	28,97
16	SPECIFIC HEAT (Inlet/Outlet)		kJ/kg °C	1,00	1,00
17	ENTHALPY (Inlet/Outlet)		kJ/kg	30,9	52,2
18	THERMAL CONDUCTIVITY		W/m °C	0,679	0,026
19	TEMPERATURE INLET		°C	35,0	97,0
20	OUTLET		°C	44,0	95,0
21	OPERATING PRESSURE (Normal, Inlet)		barg	0,0	0,2
22	ALLOWABLE PRESSURE DROP		bar	0,0015	0,1
23	FOULING FACTOR		W/ m² °C	5000,0	6000,0
24	DUTY		W	262500	
25	SURFACE		m²	10,98 (*1*)	
26	SURFACE OVERDESIGN		%	15	
27	HEAT TRANSFER COEFFICIENT		W/ m² °C	26	8000
28	FAN POWER		W	5930	
29	DESIGN CONDITIONS				
30	PRESSURE		barg	3,5	3,5
31	TEMPERATURE		°C	70	125
32	MATERIALS				
33	Fan Hood	Galvanized Steel			
34	Fan Guard	Stainless Steel			
35	Tubes	Stainless Steel			
36	CORROSION ALLOWANCE	Air side	3 mm	Tube side	3 mm
37	NOZZLES	Tube side		Inlet 1 inch	Outlet 1 inch
38					
39	CODE REQUIREMENTS				
40	NOTES				
41	(*1*): Tube Length = 6 m ; Number of tubes = 23 ; Number of banks = 1.				
42					
43					
44					
45					

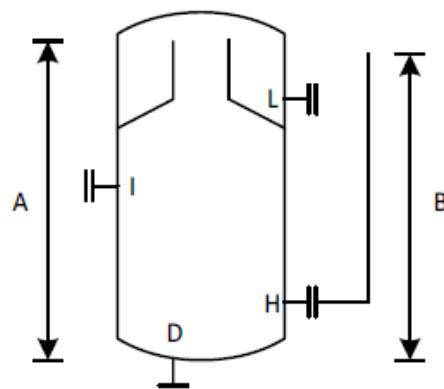
 Universidad de Valladolid				HEAT EXCHANGER PROCESS DATA SHEET				
REV.	0			JOB N°	2019			
DATE	03/07/2019			UNIT	CISTUS TFG			
BY	BGM			CLIENT	CEDER			
APPR'V				LOCATION	SORIA, SPAIN			
REV.								
1	ITEM NUMBER			E-102	QUANTITY	1		
2	SERVICE			CONCENTRIC TUBES HEAT EXCHANGER				
3	OPERATING CASE			NORMAL (100%)				
4	Type	Countercurrent	Units	INTERIOR TUBE	EXTERIOR TUBE			
5	FLUID CIRCULATED			WATER	WATER			
6	FLOW	TOTAL.	Normal (Máx.)	kg/h	421,0		385,8	
7		Gas						
8		Liquid			421,0		385,8	
9		Steam						
10		Incondensables						
11		Vaporized or condensate						
12		Steam or condensate						
13	LIQUID (Inlet/Outlet)		kg/m³	963,1	990,7	994,36	970,03	
14	VISCOSITY (Inlet/Outlet)		kg/m·s	2,98E-04	6,52E-04	8,90E-04	3,34E-04	
15	MOLECULAR WEIGHT (Inlet/Outlet)				18,00	18,00	18,00	
16	SPECIFIC HEAT (Inlet/Outlet)		kJ/kg·°C	4,20	4,20	4,20	4,20	
17	ENTHALPY (Inlet/Outlet)		kJ/kg	399,0	168,0	105,0	357,0	
18	THERMAL CONDUCTIVITY		W/m·°C		0,654		0,611	
19	TEMPERATURE	INLET	°C		95,0		25,0	
20		OUTLET	°C		40,0		85,0	
21	OPERATING PRESSURE (Normal, Inlet)		barg		0,1		0,1	
22	ALLOWABLE PRESSURE DROP		bar		0,1		0,1	
23	FOULING FACTOR		W/ m² °C		5000		8000	
24	DUTY		W		26950			
25	SURFACE		m²		1,82 (*1*)			
26	SURFACE OVERDESIGN		%		15			
27	HEAT TRANSFER COEFFICIENT		W/ m² °C		5200		4690	
28	GLOBAL HEAT TRANSFER COEFFICIENT		W/ m² °C		1200			
29	DESIGN CONDITIONS							
30	PRESSURE		barg		3,5		3,5	
31	TEMPERATURE		°C		120		110	
32	MATERIALS							
33	Interior tubes	Stainless Steel						
34	Exterior tubes	Stainless Steel						
35	U tubes	Stainless Steel						
36	CORROSION ALLOWANCE	Interior side	3	mm	Exterior side	3	mm	
37	NOZZLES	Interior side	Inlet	1 inch	Outlet	1	inch	
38		Exterior side	Inlet	1 inch	Outlet	1	inch	
39	CODE REQUIREMENTS							
40	NOTES							
41	(*1*): Tube Length = 6x6,06 m ; Number of U tubes = 5.							
42								
43								
44								
45								

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

 Universidad de Valladolid				TANK		PROCESS			
				DATA SHEET					
REV.	0			JOB N°	2019				
DATE	03/07/2019			UNIT	CISTUS TFG				
BY	BGM			CLIENT	CEDER				
APPR'V				LOCATION	SORIA, SPAIN				
REV.									
1	ITEM NUMBER			D-102					
2	QUANTITY			1					
3	SERVICE			WATER HOLDING TANK					
4	FLUID			WATER					
5		Units		Value					
6	FLUID PROPERTIES								
7	DENSITY	kg/m³		994,36					
8	VISCOSITY	kg/m·s		8,90E-04					
9	MOLECULAR WEIGHT	kg/kmol		18,00					
10	OPERATING CONDITIONS								
11	MASS FLOW	kg/h		385,8					
12	VOLUMETRIC FLOW	m³/h		0,38					
13	TEMPERATURE	°C		25,0					
14	PRESSURE	barg		0,0					
15	DESIGN CONDITIONS								
16	TEMPERATURE	°C		50,0					
17	PRESSURE	barg		3,5					
18	LIFE TIME	year		20					
19	DIMENSIONS								
20	VOLUME	m³		1,33					
21	TYPE	-		HOR. CILIND.					
22	HEIGHT	mm		1560					
23	DIAMETER	mm		1040					
24	THICKNESS	mm		5					
25	MATERIALS								
26	SHELL/BOTTOM/ROOF	-		PRGF					
27	INSULATION	-		NO					
28	CORROSION ALLOWANCE	mm		2					
29									
30	NOZZLES								
31	MARK		SERVICE		SIZE		QUANTITY		
32	I		Liquid Inlet		2"		1		
33	U		Multivariable Indicator		1 1/2"		1		
34	V		Vent		2"		1		
35	P		Pressure Safety Valve		1 1/2"		1		
36	L		Level Glass & Transmitter		1 1/2"		2		
37	S		Switch Level Low Low		1 1/2"		1		
38	O		Liquid Outlet		2"		1		
39	D		Drain		2"		1		
40	NOTES								
41									
42									
43									
44									
45									



 Universidad de Valladolid				DECANTER PROCESS DATA SHEET			
REV.	0			JOB N°	2019		
DATE	03/07/2019			UNIT	CISTUS TFG		
BY	BGM			CLIENT	CEDER		
APPR'V				LOCATION	SORIA, SPAIN		
REV.							
1	ITEM NUMBER				D-103		
2	QUANTITY				1		
3	SERVICE				FLORENTINE DECANTER		
4	FLUID				WATER+ESSENTIAL OIL		
5		Units	Value				
6	WATER PROPERTIES						
7	DENSITY	kg/m ³	1000				
8	VISCOSITY	kg/m·s	8,90E-04				
9	MOLECULAR WEIGHT	kg/kmol	18,00				
10	ESSENTIAL OIL PROPERTIES						
11	DENSITY	kg/m ³	910				
12	VISCOSITY	kg/m·s	3,00E-03				
13	MOLECULAR WEIGHT	kg/kmol	-				
14	OPERATING CONDITIONS						
15	MASS FLOW	kg/h	421,0				
16	VOLUMETRIC FLOW	m ³ /h	0,42				
17	TEMPERATURE	°C	40,0				
18	PRESSURE	barg	0,0				
19	DESIGN CONDITIONS						
20	TEMPERATURE	°C	65,0				
21	PRESSURE	barg	3,5				
22	LIFE TIME	year	20				
23	DIMENSIONS						
24	VOLUME	m ³	0,16				
25	TYPE	-	VER. CILIND.				
26	HEIGHT	mm	1215				
27	DIAMETER	mm	405				
28	LIQUID INLET HEIGHT	mm	610				
29	LIGHT LIQUID TAKE OFF (A)	mm	1090				
30	HEAVY LIQUID TAKE OFF (B)	mm	1060				
31	MATERIALS						
32	SHELL/BOTTOM/ROOF	-	SS				
33	CORROSION ALLOWANCE	mm	2				
34	NOZZLES						
35	MARK	SERVICE		SIZE	QUANTITY		
36	I	Liquid Inlet		2"	1		
37	L	Light Liquid Outlet		2"	1		
38	H	Heavy Liquid Outlet		2"	1		
39	D	Drain		2"	1		
40	NOTES						
41							
42							
43							
44							
45							



6.5. Instrumentación y Control del proceso

6.5.1. Estrategia de Control

En la Zona de Almacenamiento de Materias Primas es clave el control de los niveles de los tanques o silos de almacenamiento. Para el tanque de agua (D-102) existe un controlador de nivel que gestiona la apertura de la válvula antes de la entrada del tanque. Sin embargo, para el silo de materia prima vegetal (D-101) y para el tanque de almacenamiento de gasoil (D-105), no se ha instalado un control de nivel ya que la materia prima en estos casos llega mediante camiones que realizan un traspaso. Por este motivo, será importante asegurar que los proveedores siempre abastecan la planta industrial. Para el control del nivel simplemente se han colocado dos indicadores de nivel para que el operario pueda comprobar su estado.

Para la Zona de Tratamiento del Agua, será importante verificar las presiones en las canalizaciones. Para ello, se han instalado distintos indicadores de presión para verificar que los filtros están operando adecuadamente. Una elevación en la caída de presión podría estar indicando que el filtro podría necesitar una renovación. En cuanto al control del desgasificador, es importante mantener el nivel de agua en un determinado rango con un control de nivel que acciona la válvula de entrada de agua líquida. Es fundamental también mantener la presión en el interior del desgasificador (E-103) para que la desorción se realice a la presión adecuada y, para ello, se emplea un controlador de presión que gestiona la entrada de vapor al desgasificador. Para el tanque intermedio de agua (D-104) se emplea un control de nivel que actúa sobre la válvula a la entrada.

La Zona de Generación de Vapor es el punto crítico para controlar el correcto funcionamiento de la extracción. Es importante que el flujo de vapor generado sea constante y esté a la presión y temperatura adecuada. Para que el flujo de vapor sea constante es fundamental que el nivel de la caldera esté siempre en un determinado rango y que la ebullición sea constante. Para ello, se ha instalado un controlador de nivel que gestiona la entrada de agua y, además, el agua que se introduce viene precalentada gracias al desgasificador. Si el agua no estuviera cerca de la temperatura de ebullición, al entrar en la caldera enfriaría el agua del interior y el flujo de vapor no sería el adecuado. El otro punto fundamental para el control de la caldera es el controlador de

presión. Este controlador de presión actúa en cascada directamente sobre el controlador de flujo de gasoil a la entrada de la caldera. Para el control del aire, existe un controlador de la composición de los gases de combustión. Este controlador también envía una señal al controlador de flujo de gasoil para poder conseguir mantener la relación gasoil/aire en un valor adecuado.

El remolque de extracción (R-101 A/B) cuenta con un controlador de nivel que actúa sobre la cinta transportadora (M-101) para gestionar la cantidad de materia prima introducida. Posteriormente, los vapores atraviesan los dos cambiadores de calor, los cuales tienen situados indicadores de temperatura a la entrada y a la salida para controlar su correcto funcionamiento.

Finalmente, el Florentino (D-103) no necesita sistemas de control ya que su diseño es el adecuado para esta planta industrial. El tanque de almacenamiento de agua floral (D-107) cuenta con un indicador de nivel que el operario debe verificar con frecuencia.

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

6.5.2. Diagrama de Canalizaciones e Instrumentación (P&ID)

El Diagrama de Canalizaciones e Instrumentación de la planta industrial (A2-PID-101 y A2-PID-102) se puede encontrar en el ANEXO V: Diagramas (P&ID).

6.6. Consideraciones de Seguridad

En cuanto al tema de seguridad, en esta planta se realiza un proceso que solo presenta un área con cierto riesgo: la zona de la caldera. Este equipo es peligroso porque se trabaja a una alta presión (4 bar) y a una temperatura elevada. Las demás partes del proceso se encuentran la mayoría a presión atmosférica y no presentan riesgos graves para la seguridad de los operarios.

De todos modos, es importante implementar planes y calendarios de mantenimiento preventivo en todos los equipos de la planta con el objetivo de evitar cualquier tipo de problema.

6.6.1. Seguridad en la caldera

En este caso la caldera va a trabajar durante 24 horas al día y en muchos momentos va a operar sin una supervisión exhaustiva. Por este motivo, la regulación del caudal de entrada no se va a realizar con una bomba ON/OFF, sino que se va a realizar con una válvula de control, la cual cuenta con un actuador neumático o eléctrico.

La **caldera** debe presentar distintos tipos de dispositivos de seguridad [21]:

- Dispositivos de seguridad obligatorios: Su función es la de parar el quemador cuando los parámetros de funcionamiento han sido rebasados.
 - Válvulas de seguridad de alivio de presión (SIV): Protección contra un exceso de presión máxima.
 - Limitador de nivel mínimo de agua (WB): Protege la caldera ante la falta de agua.
 - Presostato de seguridad (DB): Protege la caldera contra el incremento de presión.
- Dispositivos de seguridad suplementarios:
 - Indicadores ópticos de nivel (WSA): Control visual del nivel de agua de la caldera.
 - Válvula de aireación (ELV): Necesaria para el llenado y el vaciado del generador y para eliminar el aire residual.

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

- Válvula de purga de lodos (ASV): Necesaria para eliminar residuos que se depositan en el fondo de la caldera.
- Válvula de purga continua de sales (ABV): Evita que se supere la máxima concentración de salinidad admitida en el interior de la caldera.
- Botellín de toma de muestras (X): Enfría la muestra de vapor hasta condensarla para conseguir el valor necesario de sales y de oxígeno.
- Reguladores de presión (DR): Aseguran la presión adecuada del vapor.

En la Ilustración 26 se pueden observar todos estos dispositivos de seguridad para asegurar un funcionamiento seguro de la caldera.

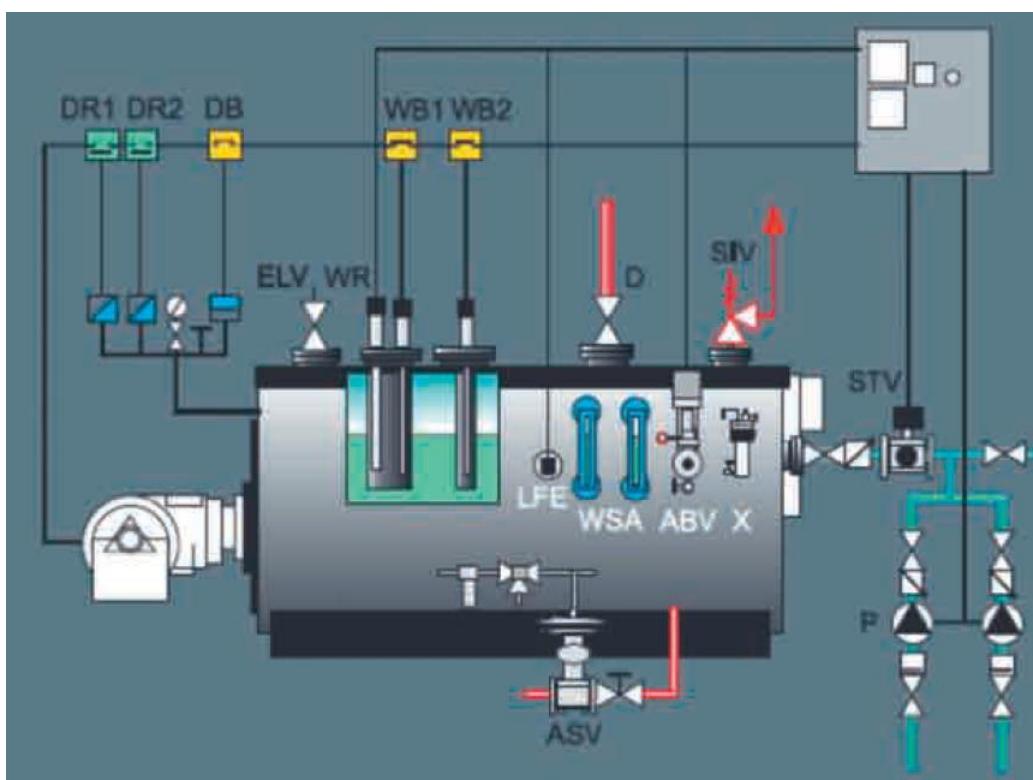


Ilustración 26. Dispositivos de seguridad y regulación [21].

6.6.2. Fallo en el suministro eléctrico

Ante un posible fallo del suministro eléctrico, ya sea causado por un cortocircuito, por un fallo del suministro o por un incendio, se deberá detener por completo todas las operaciones. Un corte de electricidad provoca que los equipos que presentan motores (bombas, cintas transportadoras, etc.) y los sistemas de control dejen de funcionar haciendo imposible el funcionamiento y control de la planta. Ante este hecho se deberá instalar generadores eléctricos de emergencia.

6.7. Impacto Medioambiental

El objetivo de esta sección es analizar el impacto ambiental causado por la construcción de esta planta industrial de extracción de aceite esencial. Este análisis se va a realizar desde distintas perspectivas: composición y peligro de los efluentes, alternativas de tratamiento, impacto visual y contaminación acústica. El estudio del impacto medioambiental se lleva a cabo con el fin de conocer los distintos tipos de contaminación, sus efectos y cómo reducirlos o eliminarlos por completo.

Al llevar a cabo este estudio del impacto medioambiental será importante citar las normas generales de protección del medio ambiente regionales, nacionales y continentales.

6.7.1. Efluentes

En la Tabla 6 se muestran las características de los efluentes de la planta industrial, así como sus flujos máscicos.

Tabla 6. Efluentes de la planta industrial.

Tag	Units	34	43	44	45
From		E-103	D-107	R-101 A/B	B-101
To		Outlet	Outlet	Outlet	Outlet
Phase		Vapor	Liquid	Solid	Gas
Temperature	°C	100,00	25,00	90,00	125,00
Pressure	barg	0,00	0,00	0,00	0,00
Mass Flow	kg/h	0,8	420,0	1565,0	373,9
Agua	kg/h	0,8	420,0	253,0	0,0
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	1312,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	373,9
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	1,0000	0,1617	0,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,8383	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	1,0000

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

La **corriente 34** es la corriente de **vapor de agua** encargada de extraer el oxígeno en el desgasificador de la planta. Esta corriente tiene un flujo extremadamente pequeño y no tiene ningún tipo de contaminante relevante. Si el flujo de esta corriente fuera mayor, se podría condensar y utilizar este calor latente para calentar el agua de los radiadores de las zonas comunes del CEDER. Sin embargo, como el flujo es muy pequeño esta corriente es liberada a la atmósfera en un punto en el que los operarios no tengan riesgo de quemaduras.

La **corriente 43** es la corriente de **agua floral**, es decir, del agua condensada que extrae el aceite esencial. Esta agua puede presentar muy pequeñas composiciones de algunos componentes de la materia prima que hayan podido ser hidrolizados. Esta agua, al almacenarse en un tanque, se consigue que esté a temperatura ambiente. En otras empresas esta agua se emplea para el riego por lo que aquí se empleará para el mismo fin.

La **corriente 44** es la formada por los restos de la destilación, es decir, la **materia prima** con una determinada cantidad de agua. En el CEDER esta materia prima se emplea como biomasa, por lo que se necesita un proceso de secado para emplearla como método de obtención de energía.

La **corriente 45** es la corriente de los **gases de combustión**. Al tratarse de una caldera de pequeño tamaño, los gases de combustión se pueden liberar directamente a la atmósfera en un punto en el que los operarios no tengan ningún riesgo de quemaduras ya que esta corriente está a 125 °C.

6.7.2. Impacto Visual y Contaminación Acústica

La planta está localizada en el propio CEDER de Soria, por lo que el impacto visual va a ser mínimo. Al realizar una nueva construcción, se debe intentar usar materiales del estilo de los edificios adyacentes para evitar contrastes de color. También será importante iluminar correctamente la zona para el trabajo nocturno y para mejorar la imagen del CEDER.

La presencia de ruido en la planta va a estar producida por los distintos equipos, como bombas, compresores, cambiadores de calor, etc. En la mayoría de estos casos los

sonidos son inevitables, sin embargo, el área en el que está situada esta planta es una zona sin espacios públicos cercanos.

6.7.3. Medidas para reducir el Impacto Medioambiental

En el proceso de producción, hay distintos puntos de ruidos y vibraciones con un impacto severo. Este impacto es producido por la maquinaria requerida para la producción. Para reducir este factor, la insonorización de muchos equipos puede ser implementada para prevenir que se oigan estos ruidos fuera de la planta.

Cuando se produce la carga y la descarga de las materias primas y los productos es importante ser cuidadoso para evitar posibles derrames accidentales que pueden contaminar el suelo. También será importante vigilar las canalizaciones para prevenir la aparición de posibles fugas realizando un mantenimiento periódico del estado de los materiales de los equipos.

Durante el proceso de producción se debe ser cuidadoso con el consumo de agua, de energía eléctrica y de los combustibles fósiles. Es importante adoptar una postura de optimización del proceso en cuanto a los recursos necesarios desde el primer momento. Por ejemplo, en esta planta se ha instalado un cambiador de calor para realizar una integración energética en el proceso.

Para reducir el consumo de gasolina en el transporte de las materias primas y de los productos, se puede reducir la frecuencia del transporte de las materias primas cambiando la capacidad de los camiones de transporte.

6.7.4. Legislación aplicable

Toda la legislación aplicable se encuentra en la página web de Medio Ambiente de la Junta de Castilla y León [22].

6.8. Balance Económico

6.8.1. Estimación del Coste Total de Inversión (TIC)

Para hacer una estimación del Coste Total de Inversión (TIC) se ha realizado una búsqueda de información sobre el TIC de otras plantas de producción de aceites esenciales.

Se ha encontrado un Informe de Rentabilidad de una planta de producción de aceites esenciales situada en Lhuentse, Bhutan. El TIC de esta planta es de 17500 € para una capacidad de producción de 1755 L/año [23].

La Regla de los Seis-Décimos se usa para calcular el coste de los equipos de una planta industrial B con una capacidad B con relación al coste de los equipos de una planta industrial A con una capacidad A [24]:

$$C_B = C_A \cdot \left(\frac{S_B}{S_A}\right)^{0.6} \quad \text{Ecuación 11}$$

donde C_B = coste aproximado del equipo para una capacidad S_B , C_A = coste conocido del equipo para una capacidad S_A (mismas unidades que S_B) y S_B/S_A es la ratio de capacidad (adimensional).

A partir de la Ecuación 11 y utilizando la capacidad de esta planta industrial (2000 L/año de aceite esencial), se obtiene que el **Coste Total de Inversión (TIC) es de 18930 €**.

6.8.2. Balance Económico

Se ha realizado una estimación del coste total del proyecto. Para ello, se ha llevado a cabo una evaluación de los costes de fabricación y de los costes generales de la planta industrial. Se ha supuesto que la vida útil media de los equipos es de 10 años y que la vida útil del software informático es de 5 años para este estudio de rentabilidad.

Se ha asumido que el coste de I+D/Ingeniería Básica es del 9% del TIC, que el Capital Corriente es del 6% del TIC y que no se han recibido subvenciones.

En la Tabla 7 se muestran los precios de compra de las materias primas (azul) y el valor de los productos (verde). En esta tabla no se ha incluido la materia prima vegetal ya que este coste está atribuido en otro proyecto debido a que esta materia prima se utilizaba directamente como biomasa. Con el Proyecto GO ESENCIAL antes de utilizarla como biomasa se le extraen los aceites esenciales, por lo que el coste de obtención no se incluye.

Tabla 7. Precio de las materias primas y de los productos.

Componente	Precio
	€/kg
Agua	0,0012
Aceite Esencial	40

Se ha establecido que el coste de producción es de 24,50 €/kg de aceite esencial. Los costes de producción incluyen la energía necesaria para generar el vapor en la caldera (coste del combustible) más la energía eléctrica empleada en las bombas, en el compresor y en la cinta transportadora. Los costes estructurales y comerciales se ha supuesto que son el 4 % de las ventas, mientras que los costes generales se ha supuesto que son un 9 % de los costes variables.

La planta industrial estará operando durante 2000 h/año y necesitará un operario cualificado que percibirá un sueldo de 8000 € repartidos en los 3 meses de trabajo.

En la Tabla 8 se muestra un resumen del Balance Económico con los valores más significativos:

6. Diseño de una planta de producción de Aceite Esencial de Cistus ladanifer

Tabla 8. Balance Económico.

Description (€)	YEAR									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
A1. Capital Fijo	1704	7572	11358							
A2. Capital Corriente			1136							
A. FI - Fondos Invertidos	-1704	-7572	-12494	0	0	0	0	0	0	0
B1. Beneficios por ventas		80000	80000	80000	80000	80000	80000	80000	80000	80000
B2. Costes		-66304	-66304	-66304	-66304	-66304	-66304	-66304	-66304	-66304
B. Margen Bruto		13696	13696	13696	13696	13696	13696	13696	13696	13696
C1. Amortización		-1893	-1893	-1893	-1893	-1893	-1893	-1893	-1893	-1893
C. EBIT - Earnings Before Interest and Taxes		11803	11803	11803	11803	11803	11803	11803	11803	11803
D1. Impuestos		-3895	-3895	-3895	-3895	-3895	-3895	-3895	-3895	-3895
D. NOPAT - Net Operating Profit After Tax		7908	7908	7908	7908	7908	7908	7908	7908	7908
E. NCF - Net Cash Flow	-1704	-7572	4586	7908	7908	7908	7908	7908	7908	7908
F. CCF - Cumulative Cash Flow	-1704	-9276	-13562	-5954	1954	9862	1770	25677	33585	41493
										49401

En la Ilustración 27 se muestra el Cash Flow Acumulado (CCF) en los 10 primeros años.

Como se puede observar, el proyecto empieza a dar rentabilidad a partir del cuarto año.

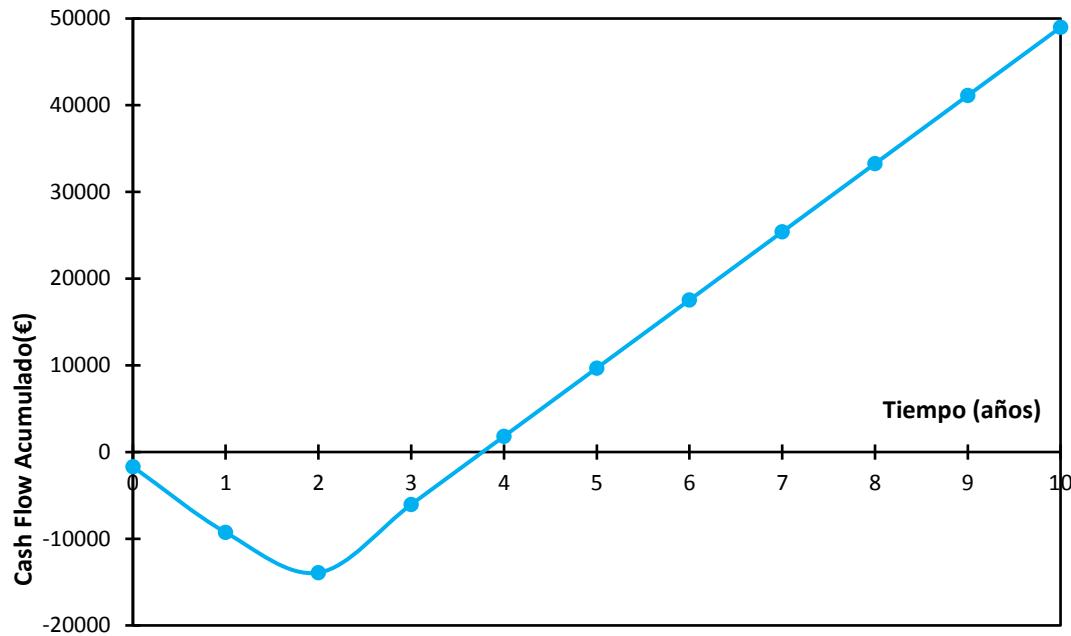


Ilustración 27. Evolución del Cash Flow Acumulado a lo largo del tiempo.

6.8.3. Análisis de Sensibilidad

Para el análisis económico de sensibilidad, el concepto de “Valor Actual Neto” (VAN) ha sido muy utilizado. El VAN es un indicador financiero que permite determinar la viabilidad de un determinado proyecto. El VAN del proyecto es de 26596 €. Como el valor del VAN es mayor que 0, esto quiere decir que la inversión produciría ganancias por encima de la rentabilidad exigida. P este motivo, el proyecto debería realizarse.

Se ha llevado a cabo un estudio de las variaciones que sufre el VAN cuando se varía el coste del gasoil, el coste del producto principal (aceite esencial) y el TIC en el rango desde -10 % hasta +10 %. En la Ilustración 28 se muestran los resultados.

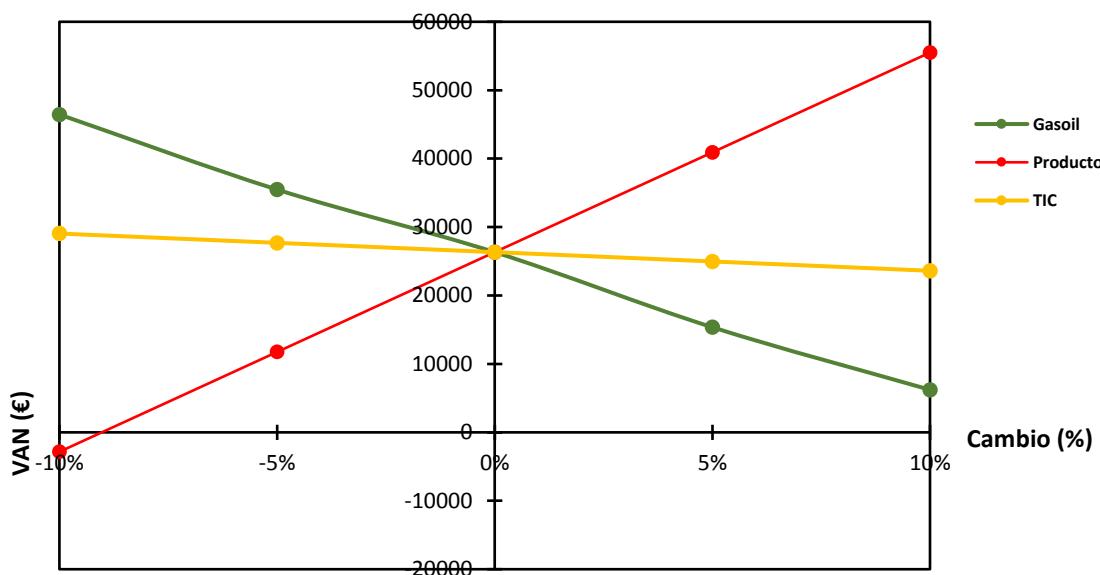


Ilustración 28. Variación del VAN frente a cambios en las variables más importantes.

Los datos utilizados para representar la Ilustración 28 se pueden encontrar en el ANEXO III: Cálculos y Explicaciones.

Otro concepto importante es la “Tasa Interna de Retorno” (TIR). El TIR se utiliza para medir la rentabilidad de las inversiones potenciales. El TIR de este proyecto es del 40 %. Este valor tan alto del TIR hace que la oportunidad sea rentable con muy poco riesgo. El TIR de este proyecto tendría que ser comparado con la rentabilidad requerida. Si el TIR es menor o igual que la rentabilidad requerida, se aceptaría el proyecto.

Se ha llevado a cabo un estudio de las variaciones que sufre el TIR cuando se varía el coste del gasoil, el coste del producto principal (aceite esencial) y el TIC en el rango desde -10 % hasta +10 %. En la Ilustración 29 se muestran los resultados.

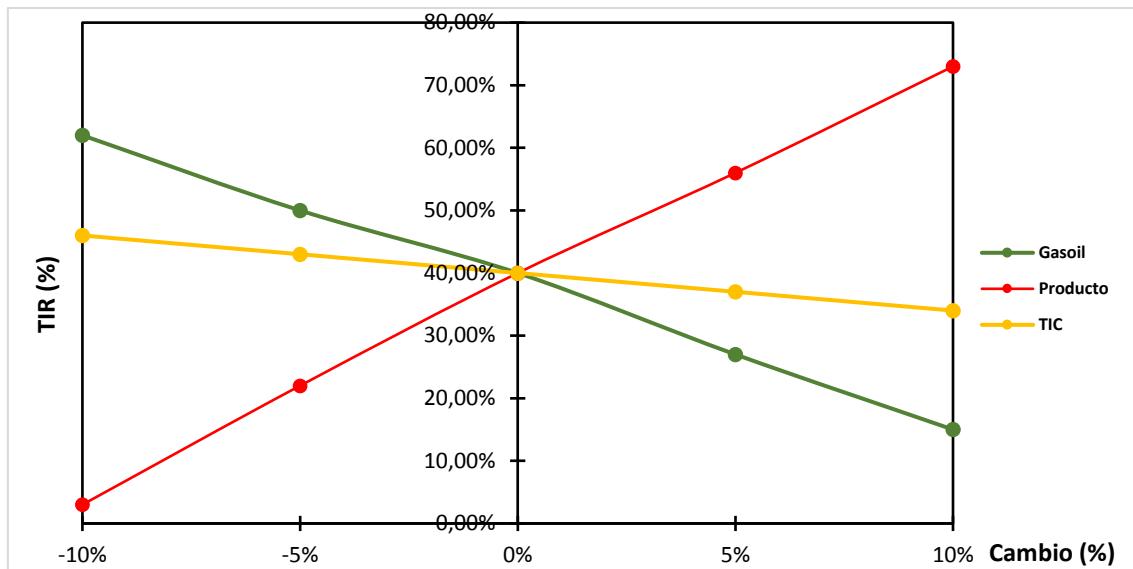


Ilustración 29. Variación del TIR frente a cambios en las variables más importantes.

Los datos utilizados para representar la Ilustración 29 se pueden encontrar en el ANEXO III: Cálculos y Explicaciones.

7. Conclusiones

En base a los objetivos planteados en el presente Trabajo Fin de Grado, se presentan a continuación las conclusiones más relevantes:

- En cuanto a la materia prima utilizada (*Cistus ladanifer*) se ha comprobado que la humedad se ha mantenido constante en el 18% a lo largo del tiempo. Esta ha sido almacenada en la cámara fría a una temperatura de 4 °C. Sin embargo, almacenar la materia prima desde febrero ha hecho que los aceites esenciales se degradaran y, a la hora de extraerlos, se han obtenido unos rendimientos muy bajos en comparación a los obtenidos previamente por el CEDER en una planta piloto de Steam Distillation. Mientras que en el CEDER obtuvieron un rendimiento del 0,064% g EO/g MPF, en el experimento de este TFG se obtuvo un 0,005% g EO/g MPF, es decir, más de 10 veces menor. Esto indica que en experimentos futuros será necesario extraer los aceites esenciales de la materia prima nada más recibirla.
- La resistencia a la transferencia de materia de la materia prima es muy elevada, incluso cuando se le aplica un pretratamiento con microondas. Este hecho se observa al ver que los aceites esenciales siguen saliendo incluso cuando se llevan 4 horas de experimento de SD. Con el objetivo de reducir esta resistencia a la transferencia de materia se aplicó un pretratamiento con microondas, pero su efecto no fue suficiente ya que los aceites esenciales a las 2 horas y 40 minutos de experimento seguían saliendo. Sin embargo, al realizar la SFME la cantidad de aceites esenciales en el vapor era mucho mayor. Este hecho demuestra que al realizar SD o MPTSD, la cantidad de aceite en el vapor es muy baja debido a la dificultad que presentan los aceites para salir de la planta.
- El MPTSD ha resultado ser la técnica de menor coste por gramo de aceite (2,2 €/g EO) y la que mayor rendimiento obtiene por gramo de materia prima fresca (0,0081% g EO/g MPF). El bajo coste de la MPTSD es debido al aumento de rendimiento provocado por el pretratamiento y a que el coste del kWh de vapor es 3 veces más barato que el kWh de electricidad. Sin embargo, el efecto del pretratamiento no ha sido todo lo grande que se hubiera querido, ya que se esperaba un efecto mucho mayor sobre todo en cuanto a términos de velocidad de extracción.

- La técnica más rápida y eficiente en cuanto a términos energéticos es el SFME. Sin embargo, el coste por gramo de aceite esencial es 1,1 € más caro que una operación con MPTSD (3,3 € vs 2,2 €) debido al alto coste del kWh de energía eléctrica. Este hecho es muy relevante a la hora de tomar una decisión sobre cuál es la mejor operación. Otra gran ventaja del SFME es que, al finalizar la extracción del aceite, deja la materia prima seca. Este hecho es muy relevante ya que al estar colaborando con el proyecto llevado a cabo por el GO ESENCIAL, en el cual emplean las plantas como biocombustible, que la materia prima esté seca ahorra un proceso de secado que se realizaba anteriormente. Si se realizara la extracción de los aceites esenciales mediante un SFME se podría obtener la materia prima seca para utilizarla como biocombustible sin tener que realizar un secado adicional y, además, se obtendría como producto aceite esencial, el cual proporciona un alto valor añadido.
- El problema que presenta el SFME respecto a las otras técnicas radica en la baja humedad presente en el interior de la planta. Este hecho provoca que la operación en el microondas sea de una duración muy corta (en la relación energía – masa de materia prima empleada) frente a las otras técnicas, lo cual propicia que no se puedan llegar a extraer todos los aceites esenciales sin quemar antes la planta.
- Gracias a este trabajo se ha conseguido implementar un método con unas condiciones de análisis para el GC-MS que podrá ser utilizado en el futuro por otros investigadores. En cuanto al análisis, también se ha logrado determinar que para esta materia prima se puede utilizar como patrón interno el Linalool y como disolvente el Hexano.
- En cuanto a posibilidades de investigación en el futuro queda abierto este trabajo ya que, a pesar de haber comprendido el comportamiento de la materia prima ante las distintas técnicas de extracción, no se ha podido realizar una mayor cantidad de experimentos para conseguir una repetibilidad en los resultados. Esto ha sido debido a la gran cantidad de tiempo empleada en realizar los montajes experimentales, determinar las condiciones de operación y de análisis, hallar un patrón interno que se pudiera emplear, etc.
- Otro posible tema en el que se puede trabajar en un futuro es en la posibilidad de realizar una Hidrodestilación Asistida por Microondas que, a pesar de haberse

7. Conclusiones

realizado en este trabajo, no se pudieron dar los resultados al existir un problema en el cromatógrafo.

- Si finalmente se opta por utilizar la SFME como mejor técnica para la investigación, será necesario conseguir un montaje en el cual la agitación de la materia prima sea mayor, lo cual permitirá una mejor distribución de las microondas.

8. Bibliografía

- [1] A. El Asbahani *et al.*, "Essential oils: From extraction to encapsulation," *Int. J. Pharm.*, vol. 483, no. 1–2, pp. 220–243, 2015.
- [2] C. Barbieri and P. Borsotto, "Essential Oils: Market and Legislation," *Potential Escent. Oils*, 2018.
- [3] E. Guenther, "By History — Origin in Plants," p. 427, 1948.
- [4] A. Simoes, "Essential Oils Market," 2017. [Online]. Available: <https://atlas.media.mit.edu/en/profile/hs92/3301/>. [Accessed: 02-Jul-2019].
- [5] E. Barrajón-Catalán *et al.*, "Cistaceae aqueous extracts containing ellagitannins show antioxidant and antimicrobial capacity, and cytotoxic activity against human cancer cells," *Food Chem. Toxicol.*, vol. 48, no. 8–9, pp. 2273–2282, 2010.
- [6] E. Barrajón-Catalán *et al.*, *Rockroses (Cistus sp.) oils*. Elsevier Inc., 2015.
- [7] J.T. De Pascual, I.S. Bellido, P. Basabe, I.S. Marcos, I.F. Ruano, J.G. Urones, "Labdane diterpenoids from *Cistus ladaniferus*," *Phytochemistry*, vol. 21, no. 4, pp. 899–901, 1982.
- [8] C. Robles, A. Bousquet-Mélou, S. Garzino, and G. Bonin, "Comparison of essential oil composition of two varieties of *Cistus ladanifer*," *Biochem. Syst. Ecol.*, vol. 31, no. 3, pp. 339–343, 2003.
- [9] H. W. Rauwald, T. Liebold, K. Grötzingen, J. Lehmann, and K. Kuchta, "Labdanum and Labdanes of *Cistus creticus* and *C. ladanifer*: Anti-Borrelia Activity and its Phytochemical Profiling," *Phytomedicine*, p. 152977, 2019.
- [10] P. Masango, "Cleaner production of essential oils by steam distillation," *J. Clean. Prod.*, vol. 13, no. 8, pp. 833–839, 2005.
- [11] A. Navarrete, "Studies in the development of a continuous process for the extraction of essential oils using microwaves," vol. 1, pp. 22–29, 2010.
- [12] A. C. Stratakos and A. Koidis, *Methods for extracting essential oils*. Elsevier Inc., 2015.
- [13] M. O. Faborode and J. F. Favier, "Identification and Significance of the Oil-point in Seed-oil Expression," pp. 335–345, 1996.

- [14] X. M. Li, S. L. Tian, Z. C. Pang, J. Y. Shi, Z. S. Feng, and Y. M. Zhang, "Extraction of Cuminum cyminum essential oil by combination technology of organic solvent with low boiling point and steam distillation," *Food Chem.*, vol. 115, no. 3, pp. 1114–1119, 2009.
- [15] M. Vinatoru, "An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs," *Ultrason. Sonochem.*, vol. 8, no. 3, pp. 303–313, 2001.
- [16] G. Romanik, E. Gilgenast, A. Przyjazny, and M. Kamiński, "Techniques of preparing plant material for chromatographic separation and analysis," *J. Biochem. Biophys. Methods*, vol. 70, no. 2, pp. 253–261, 2007.
- [17] Z. Liu, B. Deng, S. Li, and Z. Zou, "Optimization of solvent-free microwave assisted extraction of essential oil from Cinnamomum camphora leaves," *Ind. Crops Prod.*, vol. 124, no. August, pp. 353–362, 2018.
- [18] Y. Li, A. S. Fabiano-Tixier, M. A. Vian, and F. Chemat, "Solvent-free microwave extraction of bioactive compounds provides a tool for green analytical chemistry," *TrAC - Trends Anal. Chem.*, vol. 47, pp. 1–11, 2013.
- [19] M. A. Vian, X. Fernandez, F. Visinoni, and F. Chemat, "Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils," *J. Chromatogr. A*, vol. 1190, no. 1–2, pp. 14–17, 2008.
- [20] A. Navarrete, S. Wallraf, R. B. Mato, and M. J. Cocero, "Improvement of essential oil steam distillation by microwave pretreatment," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 50, no. 8, pp. 4667–4671, 2011.
- [21] J. Uceda, "Guía básica de calderas industriales eficientes," *Cons. Econ. y Hacienda, Organ. Dir. Gen. Indus-tria, Energía y Minas.*, pp. 71–95, 2012.
- [22] Junta de Castilla y León, "Normativa Ambiental," 2019. [Online]. Available: https://medioambiente.jcyl.es/web/jcyl/MedioAmbiente/es/Plantilla100/1246988915950/_/_._. [Accessed: 03-Jul-2019].
- [23] iBEST Consultancy Services, "Essential Oil Production Unit Feasibility Report," 2017.
- [24] R. W. Whitesides, "Process Equipment Estimating by Ratio and Proportion,"

8. Bibliografía

Course notes, PDH Course G, vol. 127, pp. 1–8, 2012.

- [25] J. M. Coulson and J. F. Richardson, *Chemical Engineering Design*, vol. 1. 2007.

ANEXOS

ANEXO I: Procedimientos Experimentales

Steam Distillation

Procedimiento Experimental Steam Distillation	Fecha:
	Operario:
	Montaje:
	Material:

a) Preparación del experimento.

I. Preparación de la materia prima.

1. Pesar 120 gramos de materia prima.
2. Anotar el peso obtenido (m_{MPF}).
3. Introducir la materia prima en el interior de la columna.
4. Comprimir el lecho con frecuencia al llenar la columna.
5. Comprobar la verticalidad de la columna.
6. Medir la longitud del lecho.
7. Anotar la longitud del lecho obtenida (L_{Lecho}).

II. Preparación de los recipientes para las muestras.

1. Identificar los recipientes de las muestras (MontajeFecha0x).
2. Pesar los recipientes de las muestras vacíos.
3. Anotar los pesos obtenidos (m_{RV}).

III. Preparación del agua de destilación.

1. Añadir en un vaso de precipitados aproximadamente 1 L de agua destilada.
2. Introducir el agua destilada en el matraz con ayuda de un embudo.
3. Medir la temperatura del agua fría.
4. Anotar la temperatura del agua fría (T_{AF})

IV. Preparación de los equipos varios.

1. Enchufar la manta calefactora.
2. Enchufar al resistencia eléctrica de la torre.
3. Enchufar el termopar.
4. Comprobar todas las conexiones eléctricas.
5. Comprobar todas las conexiones de agua de refrigeración.
6. Comprobar todas las conexiones del montaje de vidrio.

b) Experimento.

I. Fase de arranque.

1. Anotar la hora de comienzo del experimento (t_0).
2. Abrir la llave del circuito de agua de refrigeración.
3. Establecer la temperatura de la manta calefactora a 350 °C.
4. Cuando la ebullición esté a punto de comenzar, bajar la temperatura de la manta a 280 °C.
5. Observar hasta que aparezca la ebullición al inicio de la columna de relleno.
6. Anotar la hora a la que comienza la ebullición (t_{eb}).
7. Establecer la potencia de la resistencia eléctrica en 4.
8. Anotar la temperatura a la entrada del relleno (T_{ELE}).
9. Anotar el tiempo en el que llega el vapor a la entrada del condensador (t_{Cond}).
10. Anotar la temperatura a la salida del relleno (T_{EIS}).
11. Anotar el tiempo en el que llega el condensado al recipiente de la muestra (t_{PG}).
12. Arrancar el cronómetro cuando aparece la primera gota en el recipiente de la muestra.
13. Medir la temperatura de la pared de la columna con la pistola infrarroja.
14. Anotar la temperatura de la pared de la columna (T_p).

II. Fase de extracción del aceite.

1. A los 40 mL de agua condensada, cambiar el recipiente de la muestra y anotar el tiempo (t).
2. Cerrar el recipiente de la muestra anterior.
3. Dejar enfriar el recipiente de la muestra.
4. Pesar el recipiente de la muestra.
5. Anotar el peso obtenido ($m_{\text{RV+AC}}$)
6. Repetir los pasos desde el 1 hasta el 5 hasta obtener todas las muestras.

III. Fase de apagado.

1. Desconectar la resistencia eléctrica.
2. Desconectar la manta calefactora.
3. Desconectar el termopar.
4. Cuando acabe la ebullición, cerrar la llave del circuito de refrigeración.

IV. Fase de limpieza.

1. Esperar a que el montaje se enfríe.
2. Desmontar la columna y tirar la materia prima al contenedor adecuado.
3. Lavar con agua y jabón todas las piezas del montaje.
4. Aclarar con agua abundante todas las piezas del montaje.
5. Dejar secar todo para que esté preparado para el próximo experimento.

$m_{MPF} =$	g
$L_{echo} =$	m
$T_{AF} =$	°C
$t_0 =$	hh/mm/ss
$t_{Eb} =$	hh/mm/ss
$T_{EBE} =$	°C
$t_{Cond} =$	hh/mm/ss
$T_{EBS} =$	°C
$t_{PG} =$	hh/mm/ss
$T_P =$	°C

	m_{RV}	m_{RV+AC}	$m_{RV+AC+D}$	t
	g	g	g	min
M01				
M02				
M03				
M04				
M05				
M06				
M07				
M08				

Pretratamiento con Microondas

Procedimiento Experimental Pretratamiento con Microondas	Fecha:
	Operario:
	Montaje:
	Material:

a) Preparación del Pretratamiento.

I. Preparación de la materia prima.

1. Pesar el recipiente del microondas con el tapón.
2. Anotar el peso obtenido (m_{RMV}).
3. Sin tarar la balanza, añadir la materia prima necesaria en el recipiente del microondas.
4. Anotar el peso obtenido ($m_{RMV+MPF}$).
5. Sin tarar la balanza, añadir la cantidad de agua necesaria en el recipiente del microondas.
6. Anotar el peso obtenido ($m_{RMV+MPF+AA}$).
7. Agitar el recipiente del microondas durante unos minutos para homogeneizar.
8. Medir la temperatura de la materia prima.
9. Anotar la temperatura de la materia prima (T_{PT}).

II. Preparación de los equipos varios.

1. Coger la pistola infrarroja para medir la temperatura.
2. Enchufar el motor para el giro del recipiente dentro del microondas.
3. Comprobar todas las conexiones eléctricas.

b) Pretratamiento.

I. Fase de arranque.

1. Introducir y ensamblar el recipiente en el microondas.
2. Programar en el microondas el tiempo de pretratamiento.
3. Anotar el tiempo de pretratamiento (t_{PT}).
4. Verificar que el microondas está en el modo de potencia máxima (1000 W).
5. Establecer el motor a 40 rpm (7,52 en la pantalla).

II. Pretratamiento.

1. Pulsar el botón verde del motor para arrancarlo.
2. Pulsar el botón START del microondas.

III. Fase final.

1. Cuando el microondas finalice, pulsar el botón rojo para detener el motor.
2. Abrir la puerta del microondas y desensamblar el recipiente.
3. Agitar un poco el recipiente.
4. Medir la temperatura de la materia prima al final del pretratamiento.
5. Anotar la temperatura de la materia prima al final del pretratamiento (T_{PT}).
6. Cerrar la puerta del microondas.
7. Dejar enfriar la materia prima lo suficiente para poder manejarla.

IV. Fase de apagado.

1. Desenchufar el motor de giro.

c) Preparación del experimento.

I. Preparación de la materia prima.

1. Introducir la materia prima en el interior de la columna.
2. Comprimir el lecho con frecuencia al llenar la columna.
3. Comprobar la verticalidad de la columna.
4. Medir la longitud del lecho.
5. Anotar la longitud del lecho obtenida (L_{Lecho}).
6. Pesar el recipiente del microondas con los restos de materia prima.
7. Anotar el peso obtenido ($m_{RMV+RMPF}$).

II. Preparación de los recipientes para las muestras.

1. Identificar los recipientes de las muestras (MontajeFecha0x).
2. Pesar los recipientes de las muestras vacíos.
3. Anotar los pesos obtenidos (m_{RV}).

III. Preparación del agua de destilación.

1. Añadir en un vaso de precipitados aproximadamente 1 L de agua destilada.
2. Introducir el agua destilada en el matraz con ayuda de un embudo.
3. Medir la temperatura del agua fría.
4. Anotar la temperatura del agua fría (T_{AF})

IV. Preparación de los equipos varios.

1. Enchufar la manta calefactora.
2. Enchufar al resistencia eléctrica de la torre.
3. Enchufar el termopar.
4. Comprobar todas las conexiones eléctricas.
5. Comprobar todas las conexiones de agua de refrigeración.
6. Comprobar todas las conexiones del montaje de vidrio.

d) Experimento.

I. Fase de arranque.

1. Anotar la hora de comienzo del experimento (t_0).
2. Abrir la llave del circuito de agua de refrigeración.
3. Establecer la temperatura de la manta calefactora a 350 °C.
4. Cuando la ebullición esté a punto de comenzar, bajar la temperatura de la manta a 280 °C.
5. Observar hasta que aparezca la ebullición al inicio de la columna de relleno.
6. Anotar la hora a la que comienza la ebullición (t_{Bo}).
7. Establecer la potencia de la resistencia eléctrica en 4.
8. Anotar la temperatura a la entrada del relleno (T_{ESE}).
9. Anotar el tiempo en el que llega el vapor a la entrada del condensador (t_{Cond}).
10. Anotar la temperatura a la salida del relleno (T_{Els}).
11. Anotar el tiempo en el que llega el condensado al recipiente de la muestra (t_{PG}).
12. Arrancar el cronómetro cuando aparece la primera gota en el recipiente de la muestra.
13. Medir la temperatura de la pared de la columna con la pistola infrarroja.
14. Anotar la temperatura de la pared de la columna (T_p).

II. Fase de extracción del aceite.

1. A los 40 mL de agua condensada, cambiar el recipiente de la muestra.
2. Cerrar el recipiente de la muestra anterior.
3. Dejar enfriar el recipiente de la muestra.
4. Pesar el recipiente de la muestra.
5. Anotar el peso obtenido ($m_{\text{RV+AC}}$)
6. Repetir los pasos desde el 1 hasta el 5 hasta obtener todas las muestras.

III. Fase de apagado.

1. Desconectar la resistencia eléctrica.
2. Desconectar la manta calefactora.
3. Desconectar el termopar.
4. Cuando acabe la ebullición, cerrar la llave del circuito de refrigeración.

IV. Fase de limpieza.

1. Esperar a que el montaje se enfrie.
2. Desmontar la columna y tirar la materia prima al contenedor adecuado.
3. Limpiar con agua y jabón todas las piezas del montaje.
4. Aclarar con agua abundante todas las piezas del montaje.
5. Dejar secar todo para que esté preparado para el próximo experimento.

$m_{RMV} =$	g
$m_{RMV+MPF} =$	g
$m_{RMV+MPF+AA} =$	g
$T_{PTI} =$	°C
$t_{PT} =$	s
$T_{PTI} =$	°C
$L_{Echo} =$	m
$m_{RMV+RMPF} =$	g
$T_{AF} =$	°C
$t_0 =$	hh/mm/ss
$t_Eb =$	hh/mm/ss
$T_{EDE} =$	°C
$t_{Cond} =$	hh/mm/ss
$T_{Ebs} =$	°C
$t_{PG} =$	hh/mm/ss
$T_p =$	°C

	m_{RV}	m_{RV+AC}	$m_{RV+AC+D}$	t
	g	g	g	min
M01				
M02				
M03				
M04				
M05				
M06				
M07				
M08				

Solvent Free Microwave Extraction

Procedimiento Experimental Solvent Free Microwave Extraction	Fecha:
	Operario:
	Montaje:
	Material:

a) Preparación del experimento.

I. Preparación de la materia prima.

1. Pesar el matraz de fondo redondo de 500 mL con el soporte.
2. Anotar el peso obtenido (m_{RMV}).
3. Sin tarar la balanza, añadir la materia prima necesaria en el matraz de fondo redondo.
4. Anotar el peso obtenido ($m_{RMV+MPF}$).
5. Sin tarar la balanza, añadir la cantidad de agua necesaria en el matraz de fondo redondo.
6. Anotar el peso obtenido ($m_{RMV+MPF+AA}$).
7. Agitar el matraz de fondo redondo durante unos minutos para homogeneizar.
8. Medir la temperatura de la materia prima.
9. Anotar la temperatura de la materia prima (T_{SFME}).

II. Preparación de los recipientes para las muestras.

1. Identificar los recipientes de las muestras (MontajeFecha0x).
2. Pesar los recipientes de las muestras vacíos.
3. Anotar los pesos obtenidos (m_{RV}).

III. Preparación de los equipos varios.

1. Comprobar todas las conexiones eléctricas.
2. Comprobar todas las conexiones de agua de refrigeración.
3. Comprobar todas las conexiones del montaje de vidrio.

b) Experimento.**I. Fase de arranque.**

1. Anotar la hora de comienzo del experimento (t_0).
2. Abrir la llave del circuito de agua de refrigeración.
3. Introducir y colocar el matraz de fondo redondo en el microondas.
4. Lubricar con vaselina la conexión del tubo con la entrada del condensador.
5. Programar en el microondas el tiempo de tratamiento.
6. Anotar el tiempo de tratamiento (t_{SFME}).
7. Verificar que el microondas está en el modo de potencia máxima (1000 W).
8. Pulsar el botón START del microondas.
9. Anotar el tiempo en el que llega el vapor a la entrada del condensador (t_{Cond}).
10. Anotar la temperatura a la salida del relleno (T_{EUS}).
11. Anotar el tiempo en el que llega el condensado al recipiente de la muestra (t_{PG}).
12. Arrancar el cronómetro cuando aparece la primera gota en el recipiente de la muestra.

II. Fase de extracción del aceite.

1. A los 5 mL de agua condensada, cambiar el recipiente de la muestra.
2. Cerrar el recipiente de la muestra anterior.
3. Dejar enfriar el recipiente de la muestra.
4. Pesar el recipiente de la muestra.
5. Anotar el peso obtenido (m_{RV+AC})
6. Repetir los pasos desde el 1 hasta el 5 hasta obtener todas las muestras.

III. Fase de apagado.

1. Desconectar el microondas.
2. Medir la temperatura de la materia prima al final del SFME.
3. Anotar la temperatura de la materia prima al final del SFME (T_{SFMEf}).
4. Pesar el matraz de fondo redondo con la materia prima al final del SFME.
5. Anotar el peso del matraz de fondo redondo con la materia prima al final del SFME (m_{SFMEf}).
6. Cerrar la llave del circuito de refrigeración.

IV. Fase de limpieza.

1. Tirar la materia prima al contenedor adecuado.
2. Lavar con agua y jabón todas las piezas del montaje.
3. Aclarar con agua abundante todas las piezas del montaje.
4. Dejar secar todo para que esté preparado para el próximo experimento.

$m_{RMV} =$	g
$m_{RMV+MPF} =$	g
$m_{RMV+MPF+AA} =$	g
$T_{SFMEI} =$	°C
$t_0 =$	hh:mm:ss
$t_{SFME} =$	s
$t_{Cond} =$	hh:mm:ss
$T_{EBS} =$	°C
$t_{PG} =$	hh:mm:ss
$T_{SFMEI} =$	°C
$m_{SFMEI} =$	g

	m_{RV}	m_{RV+AC}	$m_{RV+AC+D}$	t
	g	g	g	min
M01				
M02				
M03				
M04				
M05				
M06				
M07				
M08				

ANEXO II: Propiedades físicas. Balances de Materia y Energía.

Tag	Units	1	2	3	4	5
From		Inlet		D-101	M-101	Inlet
To			D-101	M-101	R-101	
Phase		Solid	Solid	Solid	Solid	Liquid
Temperature	°C	20,00	20,00	20,00	20,00	25,00
Pressure	barg	0,00	0,00	0,00	0,00	0,70
Mass Density	kg/m³	700,0	700,0	700,0	700,0	1000,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	2,22	2,22	2,22	2,22	4,20
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	100,00%
Mass Solid Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	1601,0	1601,0	1601,0	1601,0	385,8
Volume Flow	m³/h	2,29	2,29	2,29	2,29	0,39
Mass Enthalpy	kJ/kg	44,40	44,40	44,40	44,40	105,00
Enthalpy Flow	kW	19,75	19,75	19,75	19,75	11,25
Mass Flow	kg/h	1601,0	1601,0	1601,0	1601,0	385,8
Agua	kg/h	288,0	288,0	288,0	288,0	385,8
Aceite Esencial	kg/h	1,0	1,0	1,0	1,0	0,0
Jara	kg/h	1312,0	1312,0	1312,0	1312,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	0,1799	0,1799	0,1799	0,1799	1,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0000
Jara	kg/kg	0,8195	0,8195	0,8195	0,8195	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	6	7	8	9	10
From			D-102	P-101 A/B	F-101	F-102
To		D-102	P-101 A/B	F-101	F-102	F-103
Phase		Liquid	Liquid	Liquid	Liquid	Liquid
Temperature	°C	25,00	25,00	25,00	25,00	25,00
Pressure	barg	0,00	0,00	3,00	2,50	2,00
Mass Density	kg/m ³	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Volume Flow	m ³ /h	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39
Mass Enthalpy	kJ/kg	105,00	105,00	105,00	105,00	105,00
Enthalpy Flow	kW	11,25	11,25	11,25	11,25	11,25
Mass Flow	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Agua	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	11	12	13	14	15
From		F-103	P-102 A/B	F-104	E-102	
To		P-102 A/B	F-104	E-102		E-103
Phase		Liquid	Liquid	Liquid	Liquid	Liquid
Temperature	°C	25,00	25,00	25,00	85,00	85,00
Pressure	barg	1,50	3,00	0,10	0,00	0,00
Mass Density	kg/m ³	1000,0	1000,0	1000,0	970,0	970,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Volume Flow	m ³ /h	0,39	0,39	0,39	0,40	0,40
Mass Enthalpy	kJ/kg	105,00	105,00	105,00	357,00	357,00
Enthalpy Flow	kW	11,25	11,25	11,25	38,26	38,26
Mass Flow	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Agua	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	16	17	18	19	20
From		E-103	P-103 A/B		D-104	P-104 A/B
To			P-103 A/B		D-104	P-104 A/B
Phase		Liquid	Liquid	Liquid	Liquid	Liquid
Temperature	°C	100,00	100,00	100,00	90,00	90,00
Pressure	barg	0,00	0,70	0,00	0,00	3,30
Mass Density	kg/m ³	960,0	960,0	960,0	960,0	960,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Volume Flow	m ³ /h	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
Mass Enthalpy	kJ/kg	420,00	420,00	420,00	378,00	378,00
Enthalpy Flow	kW	45,01	45,01	45,01	40,51	40,51
Mass Flow	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Agua	kg/h	385,8	385,8	385,8	385,8	385,8
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	21	22	23	24	25
From			Inlet		D-105	P-105 A/B
To		B-101		D-105	P-105 A/B	
Phase		Liquid	Liquid	Liquid	Liquid	Liquid
Temperature	°C	90,00	25,00	25,00	25,00	25,00
Pressure	barg	3,00	1,00	0,30	0,00	0,80
Mass Density	kg/m ³	960,0	832,0	832,0	832,0	832,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	4,20	-	-	-	-
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	385,8	22,0	22,0	22,0	22,0
Volume Flow	m ³ /h	0,40	0,03	0,03	0,03	0,03
Mass Enthalpy	kJ/kg	378,00	43100,00	43100,00	43100,00	43100,00
Enthalpy Flow	kW	40,51	263,30	263,30	263,30	263,30
Mass Flow	kg/h	385,8	22,0	22,0	22,0	22,0
Agua	kg/h	385,8	0,0	0,0	0,0	0,0
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	22,0	22,0	22,0	22,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	26	27	28	29	30
From			Inlet	C-101		
To			C-101			B-101
Phase		Liquid	Gas	Gas	Gas	Liquid/Gas
Temperature	°C	25,00	25,00	25,00	25,00	25,00
Pressure	barg	0,10	0,00	0,80	0,10	0,10
Mass Density	kg/m³	832,0	1,2	1,2	1,2	-
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	-	1,00	1,00	1,00	-
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	100,00%	100,00%	100,00%	93,50%
Mass Liquid Fraction	% wt	100,00%	0,00%	0,00%	0,00%	6,50%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	22,0	351,9	351,9	351,9	373,9
Volume Flow	m³/h	0,03	293,24	293,24	293,24	293,26
Mass Enthalpy	kJ/kg	43100,00	25,00	25,00	25,00	43100,00
Enthalpy Flow	kW	263,30	2,44	2,44	2,44	4476,12
Mass Flow	kg/h	22,0	351,9	351,9	351,9	373,9
Agua	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	22,0	0,0	0,0	0,0	22,0
Aire	kg/h	0,0	351,9	351,9	351,9	351,9
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	1,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0588
Aire	kg/kg	0,0000	1,0000	1,0000	1,0000	0,9412
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	31	32	33	34	35
From		B-101			E-103	
To				E-103	Outlet	
Phase		Vapor	Vapor	Vapor	Vapor	Vapor
Temperature	°C	143,63	143,63	140,88	100,00	143,63
Pressure	barg	3,00	3,00	2,50	0,00	3,00
Mass Density	kg/m³	2,0	2,0	2,0	0,6	2,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	2,68	2,68	2,18	2,68	2,68
Mass Vapor Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	385,8	0,8	0,8	0,8	385,0
Volume Flow	m³/h	192,90	0,40	0,40	1,33	192,50
Mass Enthalpy	kJ/kg	2736,60	2736,60	2736,60	2676,20	2736,60
Enthalpy Flow	kW	293,27	0,61	0,61	0,59	292,66
Mass Flow	kg/h	385,8	0,8	0,8	0,8	385,0
Agua	kg/h	385,8	0,8	0,8	0,8	385,0
Aceite Esencial	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	36	37	38	39	40
From			R-101	E-101	E-102	D-103
To		R-101	E-101	E-102	D-103	D-106
Phase		Vapor	Vapor	Liquid	Liquid	Liquid
Temperature	°C	130,73	100,00	95,00	40,00	40,00
Pressure	barg	0,10	0,20	0,10	0,00	0,00
Mass Density	kg/m³	0,6	0,6	960,0	1000,0	910,0
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	2,72	2,72	4,20	4,20	4,20
Mass Vapor Fraction	% wt	100,00%	100,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	100,00%	100,00%	100,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	385,0	421,0	421,0	421,0	1,0
Volume Flow	m³/h	641,67	701,73	0,44	0,42	0,00
Mass Enthalpy	kJ/kg	2736,60	2676,20	399,00	168,00	168,00
Enthalpy Flow	kW	292,66	313,00	46,67	19,65	0,05
Mass Flow	kg/h	385,0	421,0	421,0	421,0	1,0
Agua	kg/h	385,0	420,0	420,0	420,0	0,0
Aceite Esencial	kg/h	0,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	1,0000	0,9975	0,9975	0,9975	0,0000
Aceite Esencial	kg/kg	0,0000	0,0025	0,0025	0,0025	1,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Tag	Units	41	42	43	44	45
From		D-103	D-103	D-107	R-101 A/B	B-101
To		Outlet	Outlet	Outlet	Outlet	Outlet
Phase		Liquid	Liquid	Liquid	Solid	Gas
Temperature	°C	40,00	40,00	25,00	90,00	125,00
Pressure	barg	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mass Density	kg/m³	910,0	1000,0	1000,0	700,0	1,2
Specific Heat Capacity	kJ/(kg °C)	4,20	4,20	4,20	2,93	1,00
Mass Vapor Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	100,00%
Mass Liquid Fraction	% wt	100,00%	100,00%	100,00%	0,00%	0,00%
Mass Solid Fraction	% wt	0,00%	0,00%	0,00%	100,00%	0,00%
Mass Flow	kg/h	1,0	420,0	420,0	1565,0	373,9
Volume Flow	m³/h	0,00	0,42	0,42	2,24	311,56
Mass Enthalpy	kJ/kg	168,00	168,00	105,00	263,70	125,00
Enthalpy Flow	kW	0,05	19,60	12,25	114,64	12,982
Mass Flow	kg/h	1,0	420,0	420,0	1565,0	373,9
Agua	kg/h	0,0	420,0	420,0	253,0	0,0
Aceite Esencial	kg/h	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Jara	kg/h	0,0	0,0	0,0	1312,0	0,0
Gasoil	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Aire	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gases de combustión	kg/h	0,0	0,0	0,0	0,0	373,9
Mass Fractions	kg/kg	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Agua	kg/kg	0,0000	1,0000	1,0000	0,1617	0,0000
Aceite Esencial	kg/kg	1,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Jara	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,8383	0,0000
Gasoil	kg/h	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Aire	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Gases de combustión	kg/kg	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	1,0000

ANEXO III: Cálculos y Explicaciones

Experimento de Steam Distillation

$m_{MPF} =$	120,0	g
$L_{Lecho} =$	0,70	m
$m_{MP}/L_{Lecho} =$	171,4	g/m
$T_{AF} =$	18	°C
$T_{MC} =$	280	°C
$T_{EbE} =$	97	°C
$T_{EbS} =$	97	°C
$T_P =$	105	°C

	m_{RV}	m_{RV+AC}	t	m_{ACx}	m_{AC}	$m_{RV+AC+D}$
	g	g	hh:mm:ss	g	g	g
M00	0,000	0,000	0:00:00	0,000	0,000	0,000
M01	12,608	53,552	0:09:45	40,944	40,944	56,227
	12,674	54,642	0:20:00	41,968	82,912	-
M02	12,727	52,749	0:29:45	40,022	122,934	55,546
	12,674	54,117	0:40:00	41,443	164,377	-
M03	12,604	51,895	0:50:00	39,291	203,668	54,367
	12,674	51,947	1:00:00	39,273	242,941	-
	12,629	53,665	1:10:00	41,036	283,977	-
M04	12,544	53,689	1:20:00	41,145	325,122	56,311
	12,674	51,877	1:30:00	39,203	364,325	-
	12,629	51,532	1:40:00	38,903	403,228	-
	12,674	52,145	1:50:00	39,471	442,699	-
M05	12,571	51,685	2:00:00	39,114	481,813	54,185
	12,629	51,571	2:10:00	38,942	520,755	-
	12,674	51,960	2:20:00	39,286	560,041	-
	12,629	53,072	2:30:00	40,443	600,484	-
M06	12,821	52,401	2:40:00	39,580	640,064	54,921
	12,674	52,637	2:50:00	39,963	680,027	-
	12,629	52,742	3:00:00	40,113	720,140	-
	12,674	53,271	3:10:00	40,597	760,737	-
M07	12,751	52,742	3:20:00	39,991	800,728	55,422
	12,629	52,966	3:30:00	40,337	841,065	-
	12,674	52,958	3:40:00	40,284	881,349	-
	12,629	53,547	3:50:00	40,918	922,267	-
M08	12,790	53,911	4:00:00	41,121	963,388	56,567

	A_{Pix}	A_{αPx}	A_{αPx, calc}	A_{αP, calc}	W_{E0x}	m_{E0x}	m_{E0}
	<i>ua</i>	<i>ua</i>	<i>ua</i>	<i>ua</i>	<i>w/w</i>	<i>g</i>	<i>g</i>
M00	3,20E+08	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,0000	0,000000	0,000000
M01	3,35E+08	4,68E+07	5,31E+07	5,31E+07	0,0003	0,000825	0,000825
	-	-	4,68E+07	9,99E+07	0,0003	0,000711	0,001536
M02	3,02E+08	2,98E+07	4,15E+07	1,41E+08	0,0002	0,000675	0,002211
	-	-	3,66E+07	1,78E+08	0,0002	0,000557	0,002768
M03	2,98E+08	3,40E+07	3,26E+07	2,11E+08	0,0002	0,000468	0,003236
	-	-	2,89E+07	2,40E+08	0,0002	0,000440	0,003676
	-	-	2,56E+07	2,65E+08	0,0001	0,000389	0,004065
M04	2,97E+08	3,12E+07	2,26E+07	2,88E+08	0,0001	0,000345	0,004410
	-	-	2,01E+07	3,08E+08	0,0001	0,000306	0,004716
	-	-	1,79E+07	3,26E+08	0,0001	0,000272	0,004988
	-	-	1,59E+07	3,42E+08	0,0001	0,000242	0,005230
M05	2,99E+08	1,58E+07	1,41E+07	3,56E+08	0,0001	0,000205	0,005435
	-	-	1,26E+07	3,68E+08	0,0001	0,000191	0,005627
	-	-	1,12E+07	3,80E+08	0,0001	0,000170	0,005797
	-	-	9,90E+06	3,89E+08	0,0001	0,000151	0,005947
M06	2,97E+08	9,14E+06	8,79E+06	3,98E+08	0,0001	0,000129	0,006076
	-	-	7,80E+06	4,06E+08	0,0000	0,000119	0,006195
	-	-	6,92E+06	4,13E+08	0,0000	0,000105	0,006300
	-	-	6,12E+06	4,19E+08	0,0000	0,000093	0,006393
M07	2,90E+08	5,23E+06	5,43E+06	4,25E+08	0,0000	0,000085	0,006477
	-	-	4,81E+06	4,29E+08	0,0000	0,000073	0,006551
	-	-	4,26E+06	4,34E+08	0,0000	0,000065	0,006615
	-	-	3,77E+06	4,37E+08	0,0000	0,000057	0,006673
M08	3,02E+08	2,50E+06	3,33E+06	4,41E+08	0,0000	0,000051	0,006724

Cálculo del Coste de Energía		
E _{Microondas} =	0,000	kWh
E _{Destilación} =	0,691	kWh
E _{Total} =	0,691	kWh
C _{Microondas} =	0,000	€
C _{Destilación} =	0,028	€
C _{Total} =	0,028	€
C _{E0} =	4,11	€/g

Experimento de Microwave Pre-Treatment + Steam Distillation

$m_{MF} =$	120,0	g
$t_{PT} =$	60	s
$m_{RMV} =$	206,1	g
$m_{RMV+MPF} =$	326,1	g
$T_{PTi} =$	18,0	°C
$T_{PTf} =$	94,8	°C
$m_{RMV+RMPF} =$	209,1	g
$m_{MPF} =$	117,0	g
$L_{Lecho} =$	0,70	m
$m_{MPF}/L_{Lecho} =$	167,1	g/m
$T_{AF} =$	18	°C
$T_{MC} =$	280	°C
$T_{EbE} =$	97	°C
$T_{EbS} =$	97	°C
$T_P =$	105	°C

	m_{RV}	m_{RV+AC}	t	m_{ACx}	m_{AC}	$m_{RV+AC+D}$
	g	g	hh:mm:ss	g	g	g
M00	0,000	0,000	0:00:00	0,000	0,000	0,000
M01	12,589	33,787	0:05:00	21,198	21,198	36,457
M02	12,677	33,092	0:10:00	20,415	41,613	35,773
M03	12,624	51,957	0:20:00	39,333	80,946	54,639
	12,628	52,288	0:30:00	39,660	120,606	-
M04	12,617	53,159	0:40:00	40,542	161,148	55,689
	12,629	52,189	0:50:00	39,560	200,708	-
	12,628	51,654	1:00:00	39,026	239,734	-
M05	12,566	51,538	1:10:00	38,972	278,706	54,187
	12,629	52,113	1:20:00	39,484	318,190	-
	12,628	51,811	1:30:00	39,183	357,373	-
M06	12,721	53,311	1:40:00	40,590	397,963	56,076
	12,629	52,120	1:50:00	39,491	437,454	-
	12,628	52,527	2:00:00	39,899	477,353	-
M07	12,576	52,339	2:10:00	39,763	517,116	55,032
	12,629	52,627	2:20:00	39,998	557,114	-
	12,628	51,582	2:30:00	38,954	596,068	-
M08	12,828	52,329	2:40:00	39,501	635,569	54,895

	A_{Pix}	A_{αPx}	A_{αPx, calc}	A_{αP, calc}	W_{EO}	m_{EOx}	m_{EO}
	<i>ua</i>	<i>ua</i>	<i>ua</i>	<i>ua</i>	<i>w/w</i>	<i>g</i>	<i>g</i>
M00	3,32E+08	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,0000	0,000000	0,000000
M01	3,41E+08	6,34E+07	4,90E+07	4,90E+07	0,0003	0,000760	0,000760
M02	3,38E+08	3,94E+07	4,80E+07	9,69E+07	0,0003	0,000747	0,001507
M03	3,05E+08	5,18E+07	4,61E+07	1,43E+08	0,0003	0,000719	0,002226
	-	-	4,43E+07	1,87E+08	0,0003	0,000684	0,002910
M04	2,99E+08	3,98E+07	4,26E+07	2,30E+08	0,0002	0,000626	0,003536
	-	-	4,09E+07	2,71E+08	0,0002	0,000631	0,004167
	-	-	3,93E+07	3,10E+08	0,0002	0,000607	0,004774
M05	3,05E+08	2,65E+07	3,78E+07	3,48E+08	0,0002	0,000583	0,005357
	-	-	3,64E+07	3,84E+08	0,0002	0,000561	0,005918
	-	-	3,50E+07	4,19E+08	0,0002	0,000540	0,006458
M06	3,03E+08	2,54E+07	3,36E+07	4,53E+08	0,0002	0,000540	0,006998
	-	-	3,23E+07	4,85E+08	0,0002	0,000498	0,007496
	-	-	3,10E+07	5,16E+08	0,0002	0,000479	0,007975
M07	3,10E+08	1,88E+07	2,98E+07	5,46E+08	0,0002	0,000467	0,008441
	-	-	2,86E+07	5,75E+08	0,0002	0,000442	0,008883
	-	-	2,75E+07	6,02E+08	0,0002	0,000425	0,009309
M08	3,16E+08	2,79E+07	2,65E+07	6,29E+08	0,0002	0,000395	0,009704

Cálculo de la Energía Absorbida Microondas		
C _{P,CL} =	1,800	kJ/kg·K
C _{P,A} =	4,180	kJ/kg·K
C _{P,MPF} =	2,228	kJ/kg·K
λ _{Condensación} =	2250	kJ/kg
m _{MPF} =	0,1200	kg
m _A =	0,0000	kg
Q _{MPF} =	20,537	kJ
Q _A =	0,000	kJ
E _{Microondas} =	85,714	kJ
E _{Generado} =	60,000	kJ
Q _{Absorbido} =	20,537	kJ
ε _{Microondas} =	0,342	

Cálculo del Coste de Energía		
E _{Microondas} =	0,024	kWh
E _{Destilación} =	0,456	kWh
E _{Total} =	0,480	kWh
C _{Microondas} =	0,003	€
C _{Destilación} =	0,018	€
C _{Total} =	0,021	€
C _{EO} =	2,17	€/g

Experimento de Solvent Free Microwave Extraction

$m_{MPF} =$	120,0	g
$t_{SFME} =$	250	s
$P_{SFME} =$	1000	W
$m_{MV} =$	211,2	g
$m_{MV+MPF} =$	331,2	g
$m_{MV+MPF+AA} =$	331,2	g
$m_{SFMEi} =$	331,2	g
$m_{SFMEf} =$	310,9	g
$T_{SFMEi} =$	18,0	°C
$T_{SFMEf} =$	102,0	°C
$T_{Ebs} =$	97	°C

	m_{RV}	m_{RV+AC}	t	m_{ACx}	m_{AC}	$m_{RV+AC+D}$
	g	g	s	g	g	g
M00	0,000	0,000	0	0,000	0,000	0,000
M01	12,578	18,748	50	6,170	6,170	21,423
M02	12,835	16,922	90	4,087	10,257	19,640
M03	12,687	18,233	150	5,546	15,803	20,881

	A_{Plx}	$A_{\alpha Px}$	$A_{\alpha P}$	W_{EO}	m_{EOx}	m_{EO}
	ua	ua	ua	w/w	g	g
M00	329513518	0	0	0,0000	0,000000	0,000000
M01	320946984	53098999	53098999	0,0003	0,000826	0,000826
M02	329713798	32220226	85319225	0,0002	0,000509	0,001335
M03	350054416	1,46E+08	231181081	0,0008	0,002245	0,003580

Cálculo de la Energía Absorbida		
$C_{P,CL} =$	1,800	kJ/kg·K
$C_{P,A} =$	4,180	kJ/kg·K
$C_{P,MPF} =$	2,228	kJ/kg·K
$\lambda_{Condensación} =$	2250	kJ/kg
$m_{MPF} =$	0,1200	kg
$m_A =$	0,0216	kg
$Q_{MPF} =$	22,462	kJ
$Q_A =$	48,600	kJ
$Q_{Magnetrón} =$	357,143	kJ
$Q_{Generado} =$	250,000	kJ
$Q_{Absorbido} =$	71,062	kJ
$\varepsilon_{Microondas} =$	0,28	

Cálculo del Coste de Energía		
$E_{\text{Microondas}} =$	0,099	kWh
$E_{\text{Destilación}} =$	0,000	kWh
$E_{\text{Total}} =$	0,099	kWh
$C_{\text{Microondas}} =$	0,012	€
$C_{\text{Destilación}} =$	0,000	€
$C_{\text{Total}} =$	0,012	€
$C_{\text{EO}} =$	3,33	€/g

Diseño del Condensador con aire (E-101)

Para diseñar este equipo se ha seguido el procedimiento detallado en las páginas 939 - 948 del Coulson & Richardson [25]. Los cálculos realizados son los siguientes:

Fluido caliente: Vapor de agua. TUBOS		
$G_c =$	0,1167	kg/s
$T_{c,in} =$	97,00	°C
$T_{c,out} =$	95,00	°C
$\rho_L =$	958,40	kg/m³
$\rho_v =$	0,5973	kg/m³
$c_{p,L} =$	4214	J/kg·°C
$\mu_L =$	2,82E-04	Kg/m·s
$\mu_v =$	1,23E-05	Kg/m·s
$k_L =$	0,6793	W/m·°C
$Pr =$	1,749	

Fluido frío: Aire. EXTERIOR		
$Q_f =$	26,2890	m³/s
$T_{f,in} =$	35,00	°C
$T_{f,out} =$	44,05	°C
$\rho =$	1,10	kg/m³
$c_p =$	1007	J/kg·°C
$\mu =$	1,90E-05	Kg/m·s
$k =$	0,02625	W/m·°C
$Pr =$	0,7268	

$\lambda_{\text{Condensación}} =$	2250000	J/kg
$q =$	262500	W

CÁLCULO DE ΔT_m Y DE A		
$R =$	0	
$S =$	0,14	
$F_t =$	1	
$\Delta T_{lm} =$	60,36	°C
$\Delta T_m =$	60,36	°C
$A =$	10,98	m²

CÁLCULO DE U_o		
$h_i =$	8000	W/m ² ·°C
$h_{id} =$	6000	W/m ² ·°C
$\epsilon_{fin} =$	0,9	
$A_{fin}/A_{tube} =$	20	
$h_o =$	25,97	W/m ² ·°C
$h_{od} =$	5000	W/m ² ·°C
$k_w =$	45	W/m·°C
$1/U_o =$	0,00253	m ² ·°C/W
$U_o =$	396,03	W/m ² ·°C

DISEÑO DEL AIR COOLER		
$d_o =$	0,0254	m
$d_i =$	0,0221	m
$L =$	6	m
$A_t =$	0,48	m ²
$N_t =$	23	tubos
$N_p =$	2	pasos
$N_b =$	1	banco
$P_t =$	0,076	m
$N_{bk} =$	23	tubos/banco
$A_b =$	10,516	m ²
$u_f =$	2,50	m/s
$\Delta P_b =$	150,0	Pa
$\eta_f =$	0,70	
$W_f =$	5633	W
$\eta_m =$	0,95	
$W_t =$	5930	W

Las suposiciones realizadas son las siguientes:

- Como la condensación no es controlante se ha supuesto un coeficiente por el interior de los tubos conservador ($h_i = 8000$ W/m²·°C).

Diseño del Intercambiador de calor de tubos concéntricos (E-102)

Para diseñar este equipo se ha seguido el procedimiento detallado en el Capítulo 12 del Coulson & Richardson [25]. Los cálculos realizados son los siguientes:

Fluido caliente: Agua+Aceite. TUBOS		
$G_c =$	0,1167	kg/s
$T_{c,in} =$	95	°C
$T_{c,out} =$	40	°C
$\rho_c =$	978,87	kg/m³
$C_{P,c} =$	4200	J/kg·°C
$\mu_c =$	0,00040	Kg/m·s
$k_c =$	0,65485	W/m·°C
$Pr =$	2,57	
Fluido frío: Agua. CARCASA		
$G_f =$	0,1069	kg/s
$T_{f,in} =$	25	°C
$T_{f,out} =$	85	°C
$\rho_f =$	986,61	kg/m³
$C_{P,f} =$	4200	J/kg·°C
$\mu_f =$	0,00089	Kg/m·s
$k_f =$	0,611	W/m·°C
$Pr =$	6,12	

q =	26950	W
$U_{supuesto} =$	1200	W/m²·°C
$\Delta T_{lm} =$	12,33	°C
$F_t =$	1	
$\Delta T_m =$	12,33	°C
$A =$	1,82	m²

DISEÑO TUBO INTERIOR		
$d_{oi} =$	0,016	m
$e_i =$	0,0012	m
$d_{ii} =$	0,0136	m
$L =$	36,23	m
$u_c =$	0,82	m/s
$Re =$	27306	
$Nu =$	108,02	
$h_i =$	5201,0	W/m²·°C

DISEÑO TUBO EXTERIOR		
$d_{oo} =$	0,025	m
$e_o =$	0,002	m
$d_{io} =$	0,021	m
$d_e =$	0,005	m
$A_{Anular} =$	1,45E-04	m^2
$u_f =$	0,75	m/s
$G_f' =$	736,032	$kg/m^2.s$
$Nu =$	38,38	
$h_o =$	4690,2	$W/m^2.\cdot{}C$

CÁLCULO DE U		
$h_{id} =$	5000	$W/m^2.\cdot{}C$
$h_{od} =$	8000	$W/m^2.\cdot{}C$
$k_w =$	45	$W/m\cdot{}C$
$1/U_{calculado} =$	0,001	$m^2.\cdot{}C/W$
$U_{calculado} =$	1206,86	$W/m^2.\cdot{}C$

Las suposiciones realizadas son las siguientes:

- Fluidos en contracorriente con un solo paso.
- Temperatura de salida del fluido frío de 85 °C.

Diseño del Tanque de almacenamiento de agua (D-102)

Al ser un tanque de un tamaño muy pequeño, no se puede seguir una norma de diseño como tal, por lo tanto, se debería buscar en los catálogos comerciales algún tanque con unas dimensiones similares. Los cálculos realizados son los siguientes:

Fluido: Agua		
G =	0,1069	kg/s
T _{in} =	20	°C
T _{out} =	20	°C
ρ =	998,20	kg/m ³
c _p =	4180	J/kg·°C
μ =	0,00010	Kg/m·s
k =	0,604	W/m·°C
g =	9,80	m/s ²

Datos de partida y Bases de Diseño		
T _{operación} =	25	°C
P _{operación} =	0	barg
P _{máx,operación} =	< 2	barg
Q =	0,00011	m ³ /s
Life Time =	20	años
P _{diseño} =	3,5	barg
T _{diseño} =	50,0	°C

Diseño del Tanque		
τ _{minimun} =	5	min
τ _{hold-up} =	150	min
τ _{surge} =	10	min
V _L =	1,061	m ³
V _T =	1,326	m ³
H/D =	1,5	
D =	1,040	m
H =	1,560	m

Las suposiciones realizadas son las siguientes:

- El tiempo de residencia es el mínimo para conseguir completar un ciclo de destilación (150 minutos).
- El factor de llenado es del 80%.

Diseño del Decantador Florentino (D-103)

Para el diseño de este equipo se ha seguido el procedimiento detallado en las páginas 440 – 445 del Coulson & Richardson [25]. Los cálculos realizados son los siguientes:

FASE DISPERSA: Aceite esencial		
$G_d =$	0,0001	kg/s
$Q_d =$	1,28E-07	m^3/s
$u_d =$	9,94E-07	m/s
$\rho_d =$	910	kg/m^3
$\mu_d =$	3,00E-03	$Kg/m \cdot s$

FASE CONTINUA: Agua Floral		
$G_c =$	0,1167	kg/s
$Q_c =$	1,18E-04	m^3/s
$u_c =$	9,19E-04	m/s
$\rho_c =$	985	kg/m^3
$\mu_c =$	1,00E-03	$Kg/m \cdot s$

DECANTER DESIGN		
$d_{dd} =$	1,50E-04	m
$g =$	9,8	m/s^2
$u_{sd} =$	-9,19E-04	m/s
$A_i =$	0,129	m^2
$D =$	0,405	m
$H =$	1,215	m
$H_d =$	0,122	m
$t_{rd} =$	132	s
$u_{sc} =$	9,94E-07	m/s
$d_{dc} =$	8,55E-06	m

PIPING ARRANGEMENT		
$Q_e =$	0,0001	m^3/s
$u_e =$	1,00	m/s
$A_e =$	0,0001	m^2
$D_e =$	0,0123	m
$z_1 =$	1,09	m
$z_2 =$	1,06	m
$z_3 =$	0,61	m

Las suposiciones realizadas son las siguientes:

- Como el flujo de entrada es pequeño se utiliza un recipiente cilíndrico vertical.
- La velocidad de la fase continua no puede ser mayor que la velocidad de sedimentación de la fase dispersa para el cálculo de u_c .
- La banda de dispersión es el 10% de la altura del cilindro.
- La velocidad de sedimentación de la fase continua tiene que ser mayor que la velocidad de la fase dispersa.
- El diámetro de las gotas es menor que 0,15 mm.
- La velocidad de entrada tiene que ser menor que 1 m/s.

Cálculo del Análisis de Sensibilidad del Balance Económico

Cambio	Gasoil	VAN	Producto	VAN	TIC	VAN
	€/kg	€	€/kg	€	€	€
-10%	0,99	46447	36,00	-2840	17037	29052,0
-5%	1,05	35475	38,00	11746	17984	27691,0
0%	1,10	26332	40,00	26332	18930	26332,3
5%	1,16	15361	42,00	40918	19877	24972,0
10%	1,21	6218	44,00	55504	20823	23613,0

Cambio	Gasoil	TIR	Producto	TIR	TIC	TIR
	€/kg	%	€/kg	%	€	%
-10%	0,99	62%	36,00	3%	17037	46%
-5%	1,05	50%	38,00	22%	17984	43%
0%	1,10	40%	40,00	40%	18930	40%
5%	1,16	27%	42,00	56%	19877	37%
10%	1,21	15,0%	44,00	73%	20823	34%

ANEXO IV: Nomenclatura y abreviaturas

Símbolos

A	Área
c_p	Capacidad calorífica
C	Coste
d	Diámetro de burbuja
D	Diámetro
E	Energía
g	Gravedad de la Tierra
G	Flujo máscico
h	Coeficiente individual de transmisión de calor
H	Humedad
k	Conductividad térmica
L	Longitud
m	Masa
Nu	Número de Nusselt
P	Presión
Pr	Número de Prandtl
Q	Flujo volumétrico
Re	Número de Reynolds
T	Temperatura
t	Tiempo
u	Velocidad
U	Coeficiente global de transferencia de calor
V	Volumen

w Fracción másica

W Potencia

z Altura

ε Eficacia

η Rendimiento

μ Viscosidad

ρ Densidad

τ Tiempo de residencia

(-ΔP) Caída de presión

Subíndices

A Agua

AC Agua condensada

b Bundle

c Caliente

CL *Cistus ladanifer*

Cond Condensación

D Disolvente (Hexano)

Eb Ebullición

e Entrada

EO Essential Oil

i Inicio

i Inside (Intercambiadores de calor)

f Final

f Frío (Intercambiadores de calor)

MP Materia prima

MPF	Materia prima fresca
MV	Matraz vacío
o	Outside
p	Pasos
P	Pared
PG	Primera gota
PI	Patrón interno (Linalool)
PT	Pretratamiento
RV	Recipiente vacío
s	Salida
t	Tubos
Vap	Vaporización
w	Wall (Pared)
αP	α -Pineno
0	inicial

ANEXO V: Diagramas (PBD, PFD y P&ID)