

PUESTA A PUNTO DE UN EQUIPO DE DESTILACIÓN A ESCALA LABORATORIO DEL ACEITE ESENCIAL DE CITRONELA (*Cymbopogon nardus*)

ZAMBON, S. N.; CHAMORRO, E. R.; VELASCO, G. A.; UEZ, A.
Grupo de Investigación QUIMOBÍ, Facultad Regional Resistencia, Universidad
Tecnológica Nacional. French 414, CPA H3500CHJ, Resistencia, Chaco.
Tel./Fax. 03722-432683. Email: silzambon@fre.utn.edu.ar

1. Resumen

En el presente trabajo se informa sobre la puesta a punto de un equipo de laboratorio de destilación fraccionada al vacío, para la separación de los componentes del aceite esencial de Citronela (*Cymbopogon nardus*). Se ajustaron las características del mismo para asegurar un proceso que permita ser confiable para la obtención de datos para el diseño de un equipo de escala industrial.

Se realizaron sucesivos ensayos hasta alcanzar una fracción con una proporción relativa del 99.9 % de citronelal y un resto de destilación compuesto fundamentalmente por citronelol y geraniol.

Palabras claves: aceites esenciales, citronelal, destilación

2. Introducción

Los aceites esenciales se definen como una parte del metabolismo de un vegetal, compuesto generalmente por terpenos que están asociados o no a otros componentes, la mayoría de ellos volátiles, que generan en conjunto el olor o esencia de dicho vegetal (Bandoni, 2003).

El aceite esencial de Citronela (*Cymbopogon nardus*), se compone principalmente de limoneno, citronelal, citronelol y geraniol, siendo los mismos utilizados en la industria de los sabores y las fragancias, (Gunther, 1961); en el caso del citronelal se lo aplica en reacciones de síntesis orgánica (Lenardao y col, 2007).

Se puede proporcionar mayor valor agregado al aceite esencial de Citronela (*Cymbopogon nardus*) obtenido de la destilación por arrastre con vapor, enriqueciendo sus componentes por destilación fraccionada al vacío (Vogel, 1989).

La destilación fraccionada tipo batch es utilizada tanto en industrias químicas, de alimentos y farmacéuticas, por su flexibilidad operacional y por ser particularmente aplicable para pequeñas cantidades de producto pero de gran valor comercial (Arellano - Garcia y col, 2008) (Carney, 1949).

Los aceites esenciales son procesados en columnas de destilación batch, de forma que mientras se enriquece un componente, decrece la cantidad de otros. Si bien la eliminación completa de un componente es físicamente imposible, se puede lograr una mejor separación, aumentando los platos teóricos y la relación de reflujo en la columna (Zamar y col, 2005).

3. Objetivos

El objetivo de nuestro trabajo fue la puesta a punto de una destilación fraccionada al vacío para la separación de los componentes principales del aceite esencial de citronela (*Cymbopogon nardus*), con una proporción relativa mayor del 90 %, a fin de obtener datos que permitan el diseño del equipo a escala industrial.

4. Metodología

4.1 Equipo de rectificación de aceites esenciales

El equipo utilizado constaba de un balón de alimentación de 300 ml, unido a una columna rectificadora de 28 cm de longitud y 2.5 cm de diámetro interno, se utilizó como relleno arandelas de acero dobladas en forma de montura de tres tamaños diferentes con una superficie total de contacto de 412.6 cm²; un dedo frío con un área de intercambio de 30.6 cm²; un termómetro de mercurio de 0 a 250 °C; y un refrigerante de 125.6 cm² de superficie de contacto. Las fracciones se recogieron en 4 balones de 30 ml cada uno, unidos por una ubre que direcciona el flujo de producto a cada balón. Todas las partes se acoplaron mediante uniones esmeriladas y selladas con grasa siliconada.

El sistema de vacío estaba compuesto por una bomba Dosivac DV95, caudal máximo de 5.7 m³/h y presión final de 0.015 mm Hg; mangueras reforzadas para alto vacío, una trampa de gotas y una válvula de reguladora de presión. Para el control se utilizó un vacuómetro rango 0 a 76 cm Hg (Nuova Fima).

4.2 Condiciones de trabajo para la rectificación y separación de las fracciones

Se trabajó con una presión menor a 2 cm Hg, y una temperatura de calefacción menor a 120 °C, para preservar los componentes termolábiles de los aceites esenciales; Se utilizó para el calentamiento una manta calefactora con agitación y un baño de silicona. Se realizaron controles de relación de reflujo (gotas/minuto) y temperatura en la cabeza de la columna, baño y agua de refrigeración durante todo el proceso.

Los componentes a rectificar fueron limoneno, citronelal, citronelol y geraniol, definiéndose el diseño para la separación de estos cuatro componentes, cuyas temperaturas de ebullición en función de la presión se ven en la Figura 1 (Gunther, 1961). Se inicia el proceso, manteniendo un reflujo total durante 30 minutos, transcurrido ese tiempo, se destila la primera fracción, hasta observar una disminución de la temperatura en la cabeza de la columna, momento en el cual se reemplazaba el balón, y se reanudaba el reflujo total, nuevamente durante 30 minutos al cabo del cual se destila la segunda fracción hasta una nueva disminución de la temperatura, repitiéndose el procedimiento hasta la recolección de las cuatro fracciones.

4.3 Control de las fracciones obtenidas

Las fracciones recogidas fueron analizadas cualitativa y cuantitativamente por Cromatografía. Para el estudio cuali-cuantitativo se utilizó Cromatografía de Gases (GC) mediante la medición del área de los picos. Se utilizó un cromatógrafo SHIMADZU GC14B, utilizando una columna Mega Bore DB-WAX P/N 125-7032, (30 m de longitud x 0.53 mm i.d. x 1 micrón). Las condiciones operativas fueron: temperatura del detector de 220 °C, la del inyector de 180 °C con una rampa de

temperatura de la columna de 60 °C, durante 5 minutos, un incremento de 10 °C/minuto hasta 200 °C, temperatura que se mantiene durante 10 minutos. La identificación de los componentes se realizó con un cromatógrafo gaseoso Agilent 6890, con detector selectivo de masas Agilent 5973, provisto de una columna capilar HP -5MS de 30 x 250 µm x 0.25µm nominales, con un inyector split/splitless y sistema de inyección automático. Se utilizó una librería NIST Mass spectral search program, Versión 1.6d. Las condiciones de trabajo fueron: inyección splitless; relación 70:1, Volumen inyectado 1 µl, Temperatura del inyector 200 °C, rampa de temperatura de la columna de 50 °C, durante 1 minuto, luego se incrementa 8 °C/minuto hasta alcanzar los 250 °C, temperatura que se mantiene durante 5 minutos. El flujo fue de 1.2 ml/minutos, modo constante con una velocidad de 41 cm/seg. Temperatura de la interfase 270 °C.

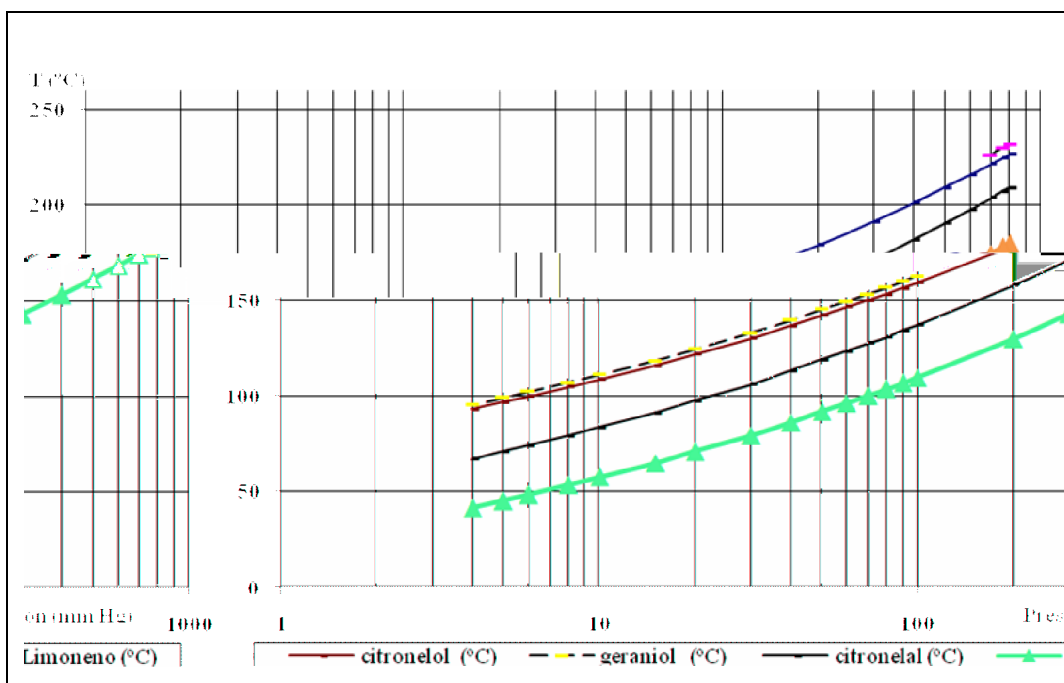


Figura 1 Curvas de presión-temperatura

5. Resultados

La composición de las cuatro fracciones en cada uno de los ensayos se muestra en la Figura 2 en donde, cada barra vertical corresponde a 1 ensayo 1 a 4 respectivamente. Como se observa a partir del ensayo 2 se obtuvo una proporción relativa de citronelal mayor al 90 %. En las sucesivas rectificaciones se logró aumentar a 99,9 % esta proporción.

De la figura 2 se observa que el aceite de partida presenta una composición típica del orden del 5 a 12 % de limoneno, de 40 a 60 % citronelal, 26 a 45 % geraniol y 15 a 20 % de citronelol (Gunter, 1961).

En la primera fracción se enriqueció el limoneno de 6 a 60 %, mezclado con citronelal; esto asegura que no habrá limoneno en las sucesivas fracciones. La segunda corresponde a citronelal que varió de 43 a 99.9 %. En la tercera, aún queda restos de citronelal y principalmente citronelol y geraniol. La cuarta está compuesta

mayoritariamente por citronelol y geraniol; mientras que en el fondo de destilado se retuvo citronelol y geraniol. La mejor separación de citronelal se encontró en el cuarto ensayo.

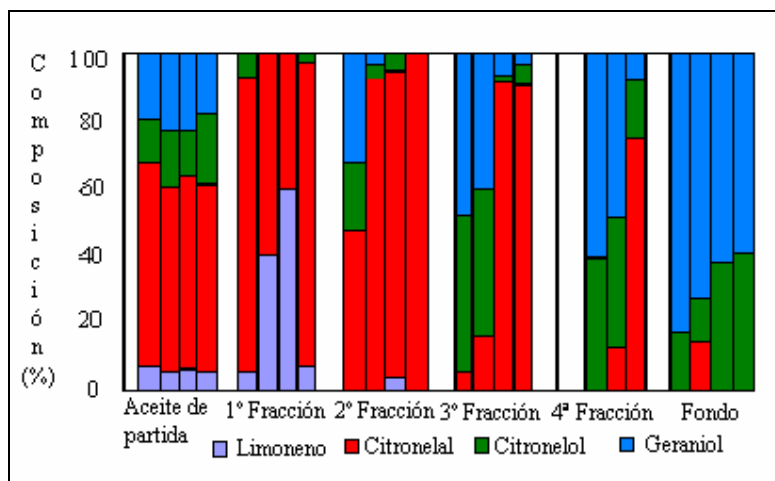


Figura 2. Composiciones relativas de las fracciones

Los volúmenes obtenidos de cada fracción en los sucesivos ensayos se observan en la Figura 3. En todos los ensayos el volumen inicial fue de 100 ml, para el caso del cuarto ensayo se obtuvo 29 ml en la segunda fracción (99.9 % de citronelal) mientras quedaron 62 ml de fondo (mezcla de citronelol y geraniol).

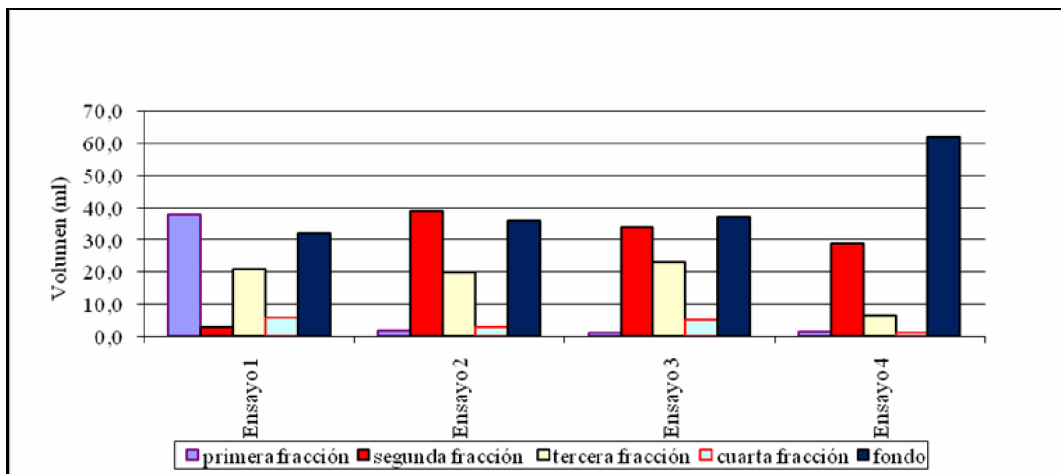


Figura 3. Volúmenes obtenidos de las fracciones

Con el objeto de controlar el reflujo, se incorporó en el equipo de trabajo, desde el tramo que comprende el recipiente que contenía el baño de calefacción y el balón de alimentación hasta el dedo frío, un recubrimiento para aislar del medio ambiente; en una primera etapa, se utilizó poliuretano y finalmente lana de vidrio de 2.4 cm de espesor recubierta con papel de aluminio (Perry, 1992) ya que presentaba mayor resistencia térmica. Para el baño de calefacción, primeramente se utilizó arena, difícil de controlar ya que presenta gradientes de temperatura dentro de este, se lo cambió por fluido de silicona con agitación continua, con lo que se logró uniformidad de la misma en todo el

baño. Se utilizó rampa de temperatura en el baño partiendo de 90 °C en la primera fracción hasta alcanzar los 120 °C en la cuarta. El sistema de refrigeración estaba provisto de agua a 5 °C la cual se direccionaba por medio de válvulas al dedo frío y se aumentó el área de contacto del mismo, con lo cual se logró la condensación de los compuestos más volátiles.

El tipo de relleno utilizado, fue primeramente de anillos de vidrio similares a Raschig, de 0.5 a 1 cm de largo y de 0.5 cm de diámetro; como se perdía área superficial por la rotura de los mismos, se reemplazó por arandelas de acero inoxidable, dobladas tipo monturas, las cuales impedían las pérdidas de área de contacto, caída de presión y mejoró el hold up de la columna.

6. Conclusiones

En base a los resultados obtenidos podemos concluir que en las condiciones del ensayo 2, 3 y 4 se logró la separación de citronelal (segunda fracción) acorde al objetivo. La máxima proporción de citronelal se obtuvo en el ensayo 4 (99.9 %) para lo cual se disminuyó el volumen de la fracción mencionada, con el objetivo de retener la totalidad del limoneno en la primera fracción y los componentes más pesados en el resto de las fracciones.

Sin embargo, la columna de rectificación utilizada no posee la eficiencia suficiente para separar los componentes con puntos de ebullición cercanos (geraniol y citronelol), para lo cual sería necesario incrementar el número de platos teóricos en la misma.

El reflujo total, directamente relacionado con el tipo y temperatura del baño de calefacción, el tipo de recubrimiento de la columna, la temperatura de refrigeración y la superficie del dedo frío, se pudo controlar en el ensayo 4, debido a las correcciones que se hicieron al equipo a lo largo de los ensayos.

El tipo de relleno de la columna, relacionado con la superficie de contacto y la forma del mismo, aseguró que el área de contacto se mantenga constante a lo largo de los sucesivos ensayos.

7. Bibliografía

- Arellano-García, H.; Carmona, I. y Wozny, G. (2008). A new operation mode for reactive batch distillation in middle-vessel columns: Start-up and operation. *Computers and Chemical Engineering* 32, 161 -169.
- Bandoni, A. L. (2003). Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica. 2ª ed.
- Carney, T. (1949). *Laboratory fractional distillation*.
- Gunther, E. (1960). *The essential oils*. First ed. 4th printing.
- Lenardao, E. J.; Botteselle, G. V.; Azambja, G. P. y Jacob, R. G. (2007). Citronellal as key compound in organic synthesis. *Tetrahedron* 63, 6671 -6712.
- Perry, H. R. (1992). *Manual del Ingeniero Químico*. 6th ed. Tercera edición en español.
- Vogel, A. I. (1989). *Vogel's Textbook of practical organic chemistry* -5th ed. Ed. Longman. Singapore.
- Zamar, S.D.; Salomone, H.E.; Iribarren, O. A. (2005). Operation planning in the rectification of essential oils. *Journal of Food Engineering* 69, 207 -215.