

## 6. RESULTADOS.

### 6.1 Pruebas preliminares con los compuestos y mezclas de extracción.

Se realizaron las pruebas de extracción con los diferentes compuestos y mezclas señaladas anteriormente a los diferentes tiempos de extracción.

Se corrieron placas TLC preliminares de dimensiones de 6 x 3 cm con fase estacionaria de sílica gel, para cada una de las mezclas de extracción. De esta manera, se determinó el tiempo óptimo de extracción y la composición de solventes que presentaba mayor concentración de capsicina.

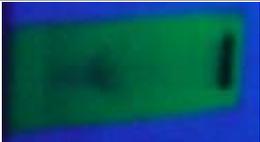
<b>Etanol % - Acetonitrilo %</b>	<b>Bandas 6 horas de extracción</b>
25 – 75	
50 – 50	
75 – 25	
100 -0	

Tabla 7. Bandas de capsicina en placas preliminares para mezclas etanol-acetonitrilo a 6 horas de extracción.

Para las pruebas realizadas a 3 y 4 horas, la banda de separación de capsicina era imperceptible. La banda de separación cromatográfica de capsicina, presenta mayor intensidad en un tiempo de extracción de 6 horas. El volumen de solución aplicada a cada placa fue de 5  $\mu$ L aproximadamente.

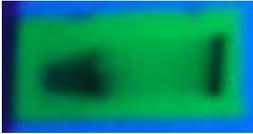
<b>Acético % - Etanol %</b>	<b>Bandas 6 horas de extracción</b>
25 – 75	
50 – 50	
75 – 25	
100 -0	

Tabla 8. Bandas de capsicina en placas preliminares para mezclas ácido acético-etanol a 6 horas de extracción.

Acetonitrilo % - Acético %	Bandas 6 horas de extracción
25 – 75	
50 – 50	
75 – 25	
100 -0	

Tabla 9. Bandas de capsicina en placas preliminares para mezclas acetonitrilo-ácido acético a 6 horas de extracción.

### **6.1.1 Solventes de extracción.**

En la búsqueda de una extracción más eficiente, se propuso emplear as siguientes mezclas de solventes:

1. Etanol-Acido Acético
2. Etanol-Acetonitrilo
3. Acetonitrilo-Acido Acético.

Para ello, se generaron las curvas de equilibrio líquido-vapor características de las mezclas mencionadas. Se hizo uso de Aspen Plus® para este análisis de propiedades.

Las dos primeras mezclas, son mezclas ideales regidas por el comportamiento de la ley de Raoult, sin embargo, las características de la mezcla de acetonitrilo y etanol son altamente dependientes de la composición que se utilice. Al hacer el análisis se encontró la formación de un azeótropo.

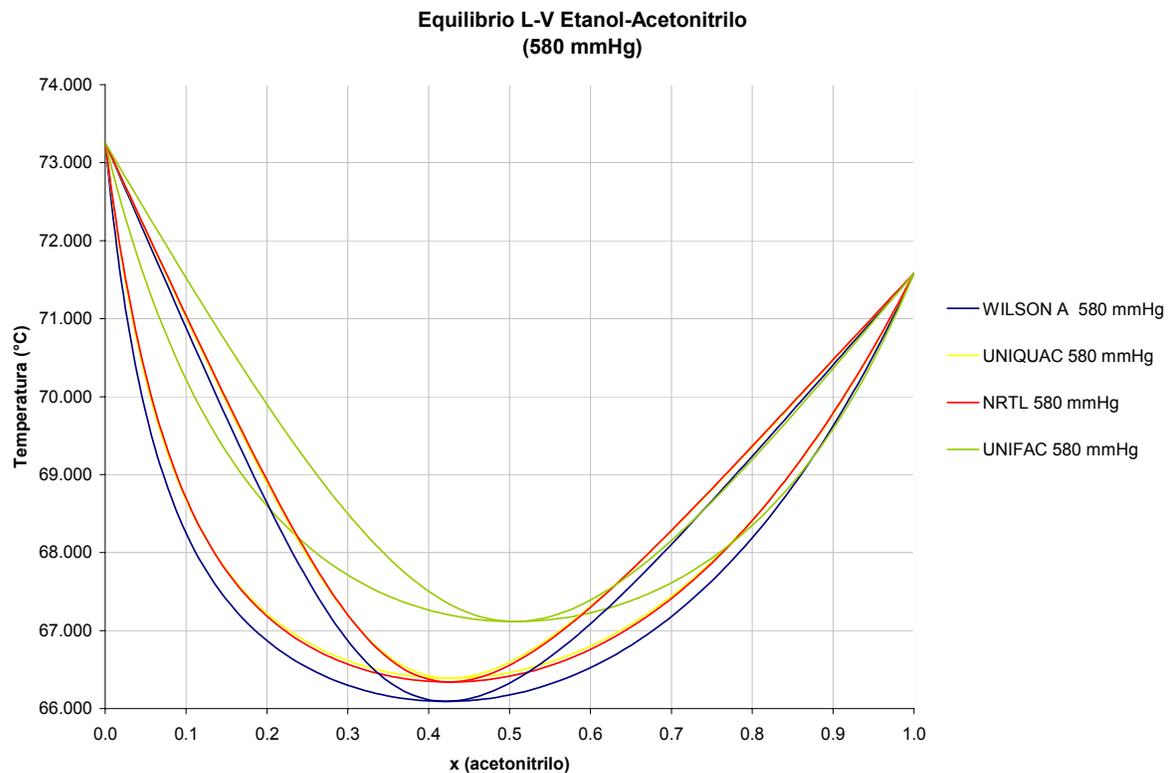


Figura 9. Curva de equilibrio líquido-vapor para etanol-acetonitrilo a 580 mmHg.

Los métodos de WILSON, UNIQUAC, NRTL a una presión de 580mmHg (Presión atmosférica local) muestran que la formación del azeótropo ocurre a la composición de 45% de etanol.

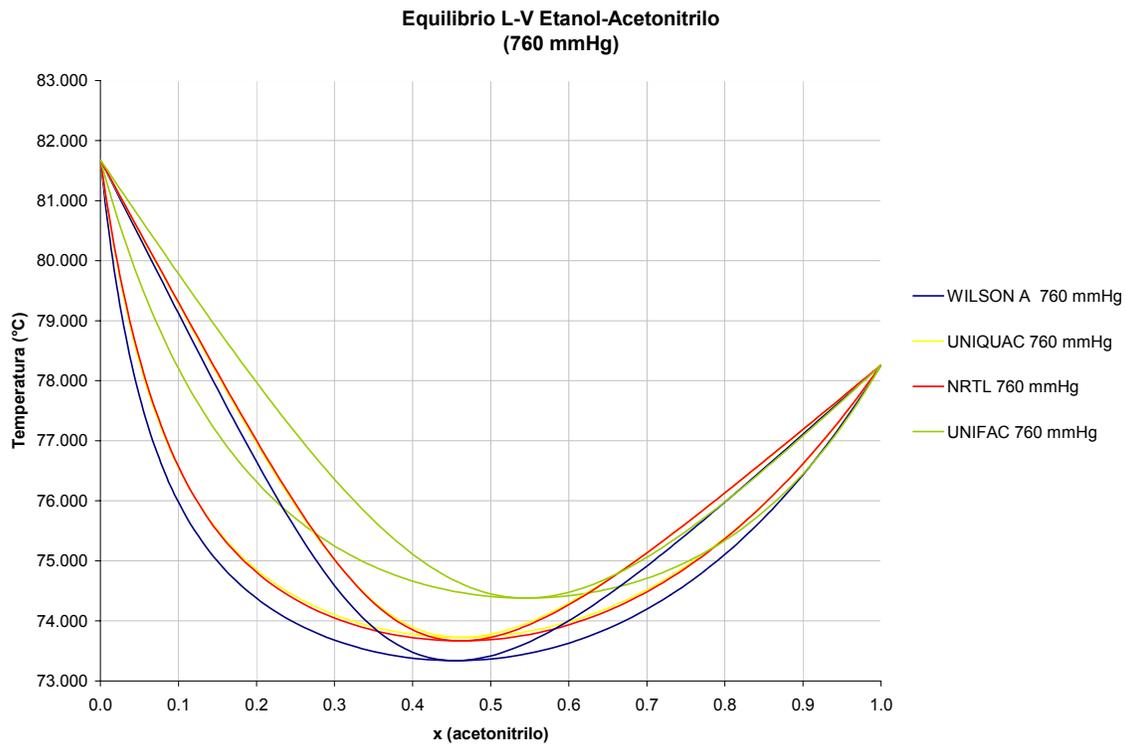


Figura 10. Curva de equilibrio líquido-vapor para etanol-acetonitrilo a 760 mmHg.

Por otra parte a 760 mmHg se obtienen resultados que son consistentes con la formación del azeótropo cuando la mezcla tiene una composición de 42% de etanol.

El uso de mezclas como solventes de extracción quedó descartado. Primero, porque los resultados experimentales demostraron que la extracción no se ve favorecida. Segundo, porque el uso de la mezcla implicaría la separación de los componentes mediante una destilación azeotrópica, que requiere de más equipos en el proceso.

Respecto a los solventes puros, el acetonitrilo no presentó la mayor concentración de capsicina en las pruebas experimentales, por otra parte, el objetivo de la extracción se enfoca a la obtención de una solución concentrada de capsicina

para el desarrollo de productos alimenticios, específicamente salsas, las cuales, no pueden contener un compuesto con las características del acetonitrilo para consumo humano. Por lo tanto, los solventes de extracción de análisis se restringen a etanol y ácido acético.

El etanol y el ácido acético son considerados como sustancias químicas peligrosas por sus características CRETIB, y se encuentran enlistados en la guía de referencia que presenta la [NOM-018-STPS-2000](#) de sustancias peligrosas.

Como sistema de identificación de peligro y riesgo para etanol y ácido acético se presenta el modelo de rombo de cada uno de los solventes.

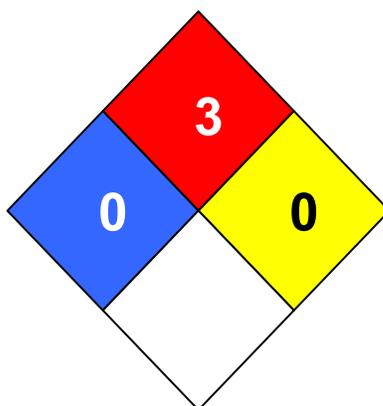


Figura 11. Rombo de seguridad para el solvente etanol.

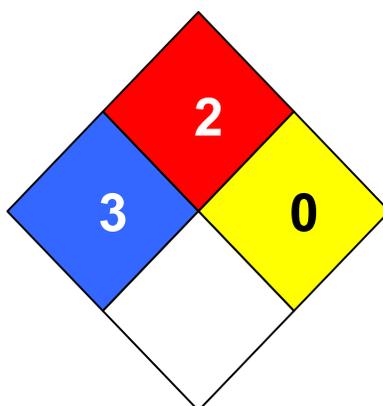


Figura 12. Rombo de seguridad para el solvente ácido acético.

## 6.2 Densitometría.

Una vez seleccionados los solventes de extracción, es necesario determinar el compuesto fase móvil más conveniente para el método TLC. Se realizaron pruebas con éter etílico como primera opción. Los resultados no muestran la banda de separación cromatográfica de capsicina, solo es visible una línea continua a lo largo de toda la placa a la máxima longitud de banda, es decir, a 60mm del límite inferior.

Se experimentó con mezclas de hexano – [acetato de etilo](#) en diferentes porcentajes, el óptimo se encontró en una relación de 60% hexano y 40% acetato de etilo. En esta proporción se corrieron las placas finales para la evaluación cuantitativa por densitometría. En las placas TLC se aplicaron alícuotas de concentración conocida de capsicina y la muestra concentrada del proceso de extracción como está señalado en la metodología.

La concentración de capsicina, se determinó en el equipo BIO RAD y el software Quantity One versión 4.2.0, el cual mide la intensidad de las bandas cromatográficas con respecto a un área determinada, cuando se incide luz UV de 265 nm sobre la placa.

Los resultados de la concentración de capsicina obtenida en las extracciones y los análisis densitométricos con etanol y ácido acético a 6 horas de extracción, con ebullición de núcleos y sin ebullición, se presentan a continuación:

Extracción con 40 ml de etanol y 5.0070 g de semilla de chilpotle.

Banda	Masa de muestra (g)	Concentración capsicina (ppm)	Densidad (INT/mm <sup>2</sup> )	Masa de capsicina en muestra (g)
1	0.0012	1000	54.65394112	1.20000E-06
<b>2</b>	<b>0.0012</b>	<b>1156.608156</b>	<b>64.75294518</b>	<b>1.38793E-06</b>
3	0.0012	1300	75.89647059	1.56000E-06
4	0.0012	1500	85.47388235	1.80000E-06
5	0.0013	1700	101.07482353	2.21000E-06
6	0.0012	1900	118.45270588	2.28000E-06

Tabla 10. Resultados para etanol a 70°C sin ebullición.

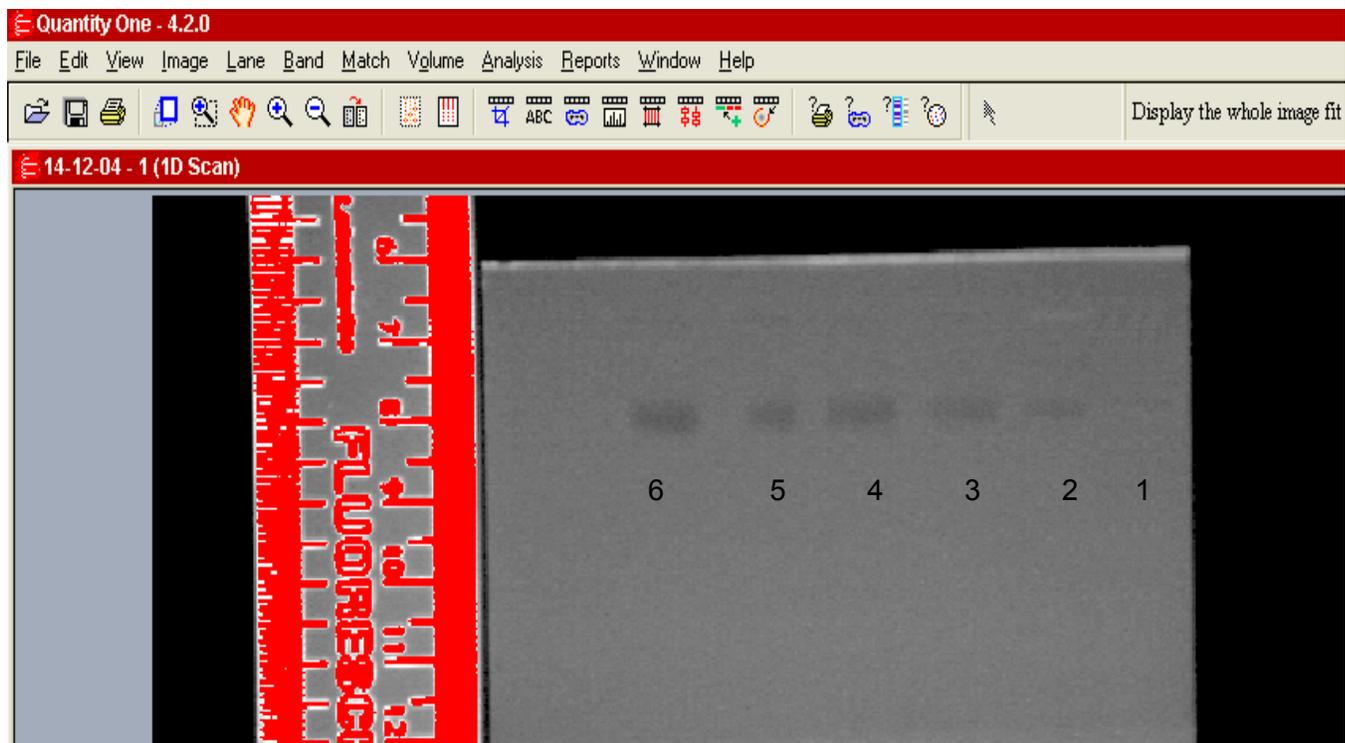


Figura 13. Placa TLC etanol a 70°C sin ebullición.

Etanol sin ebullición.

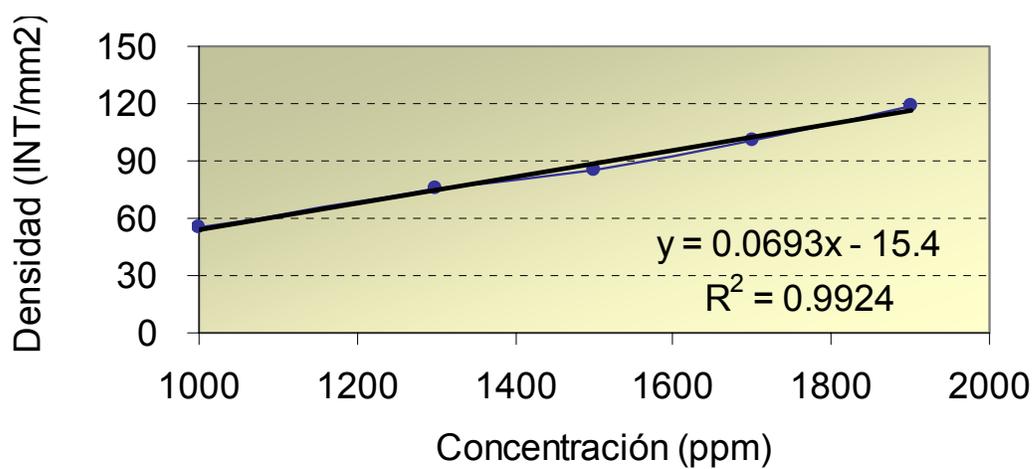


Figura 14. Curva de densidad para etanol sin ebullición.

Extracción con 40 ml de etanol y 5.0073 g de semilla de chilpotle.

Banda	Masa de solución (g)	Concentración capsicina (ppm)	Densidad (INT/mm <sup>2</sup> )	Masa de capsicina en la muestra (g)
1	0.0012	1000	58.45232196	1.20000E-06
<b>2</b>	<b>0.0012</b>	<b>1096.412002</b>	<b>68.45741176</b>	<b>1.31569E-06</b>
3	0.0012	1300	88.24470588	1.56000E-06
4	0.0012	1500	99.38729412	1.80000E-06
5	0.0013	1700	110.7727059	2.21000E-06
6	0.0013	1900	114.7002353	2.47000E-06

Tabla 11. Resultados para etanol a 73°C con ebullición de núcleos.



Figura 15. Placa TLC etanol a 73°C con ebullición de núcleos.

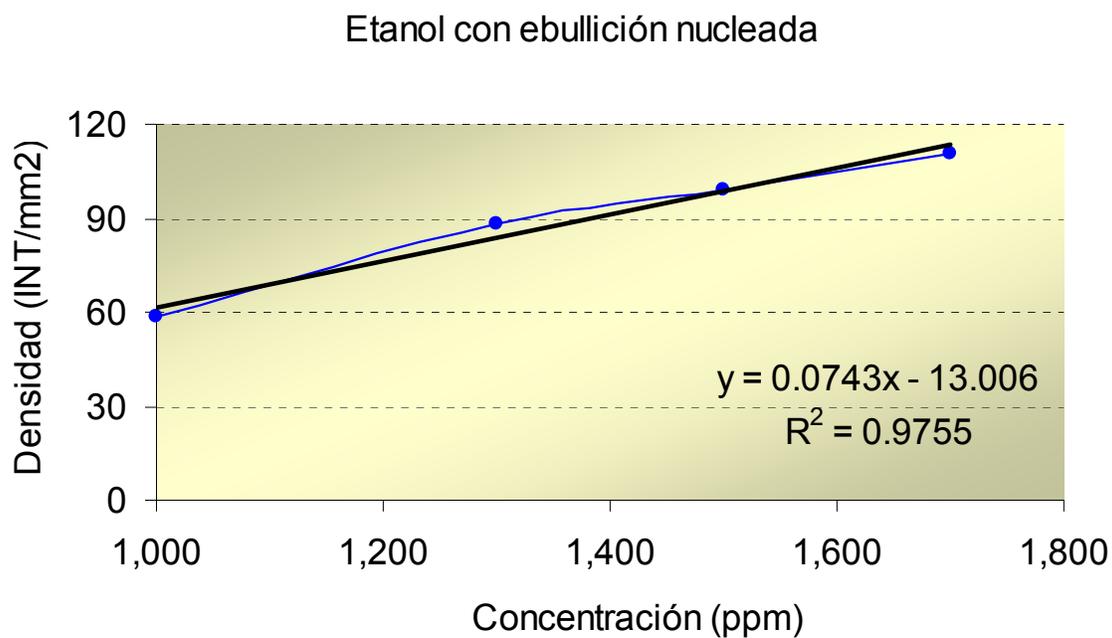


Figura 16. Curva de densidad para etanol con ebullición de núcleos.

Extracción con 40 ml de ácido acético y 5.0089 g de semilla chilpotle.

Banda	Masa de solución (g)	Concentración capsicina (ppm)	Densidad (INT/mm <sup>2</sup> )	Masa de capsicina en la muestra (g)
1	0.0012	1000	70.55530491	1.20000E-06
<b>2</b>	<b>0.0012</b>	<b>931.7774936</b>	<b>81.95576471</b>	<b>1.11813E-06</b>
3	0.0012	1300	100.7435294	1.56000E-06
4	0.0012	1500	114.5675294	1.80000E-06
5	0.0013	1700	122.8141176	2.21000E-06
6	0.0012	1900	128.6625882	2.28000E-06

Tabla 12. Resultados para ácido acético a 99°C sin ebullición.

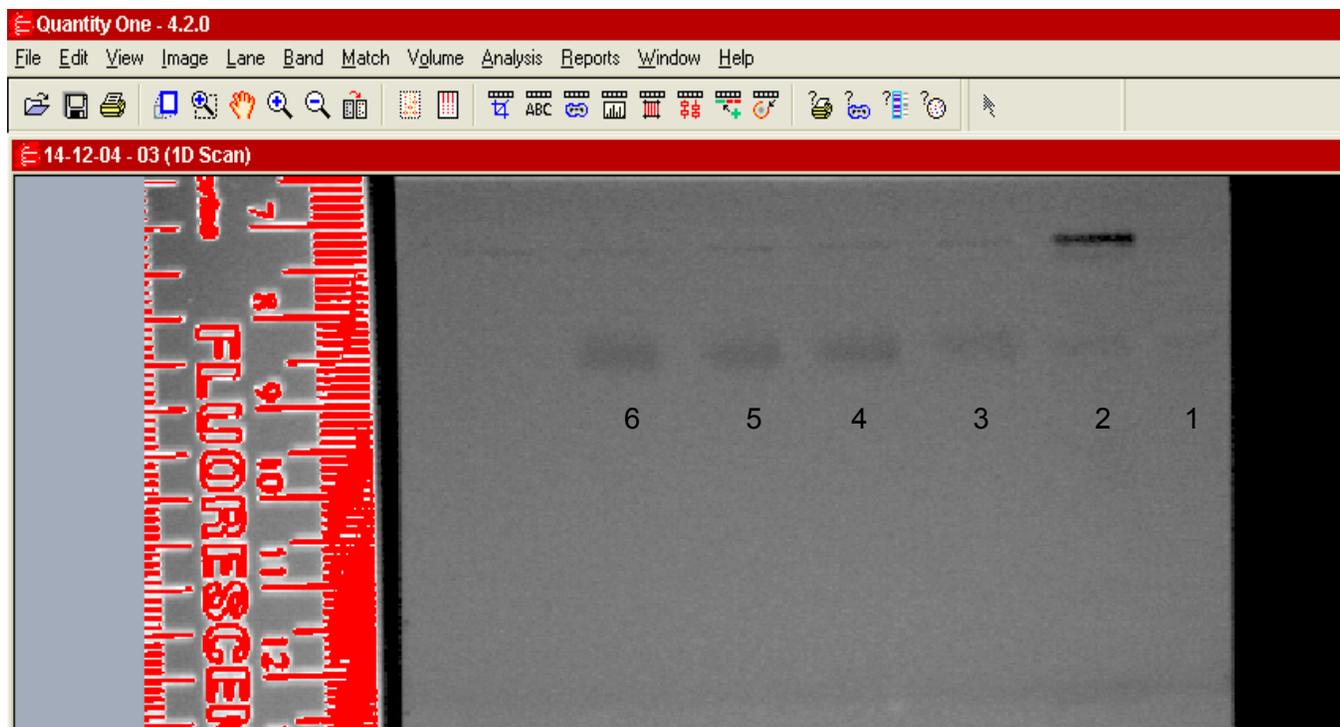


Figura 17. Placa TLC ácido acético a 99°C sin ebullición.

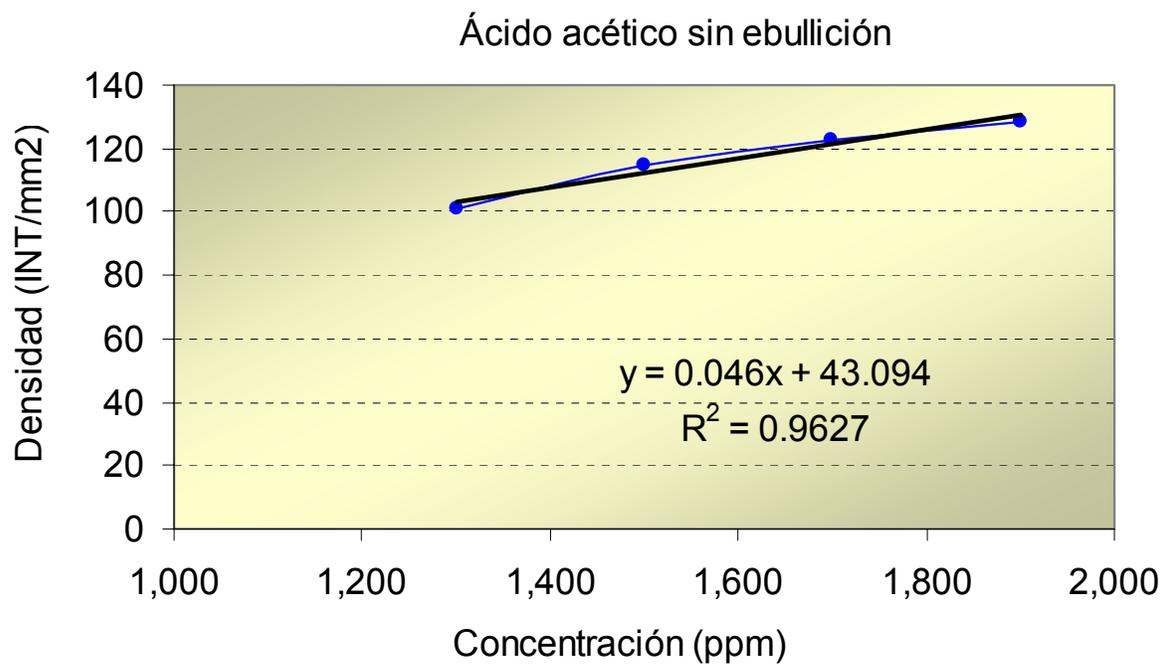


Figura 18. Curva de densidad para ácido acético a 99°C sin ebullición.

Extracción con 40 ml de ácido acético y 5.0087 g de semilla chilpotle.

Banda	Masa de solución (g)	Concentración capsicina (ppm)	Densidad (INT/mm <sup>2</sup> )	Masa de capsicina en la muestra (g)
1	0.0012	1000	122.7705103	1.20000E-06
<b>2</b>	<b>0.0012</b>	<b>1175.768749</b>	<b>130.6804706</b>	<b>1.41092E-06</b>
3	0.0012	1300	135.6800000	1.56000E-06
4	0.0013	1500	145.2875294	1.95000E-06
5	0.0013	1700	168.6588235	2.21000E-06
6	0.0012	1900	174.2305882	2.28000E-06

Tabla 13. Resultados para ácido acético a 112°C con ebullición de núcleos.

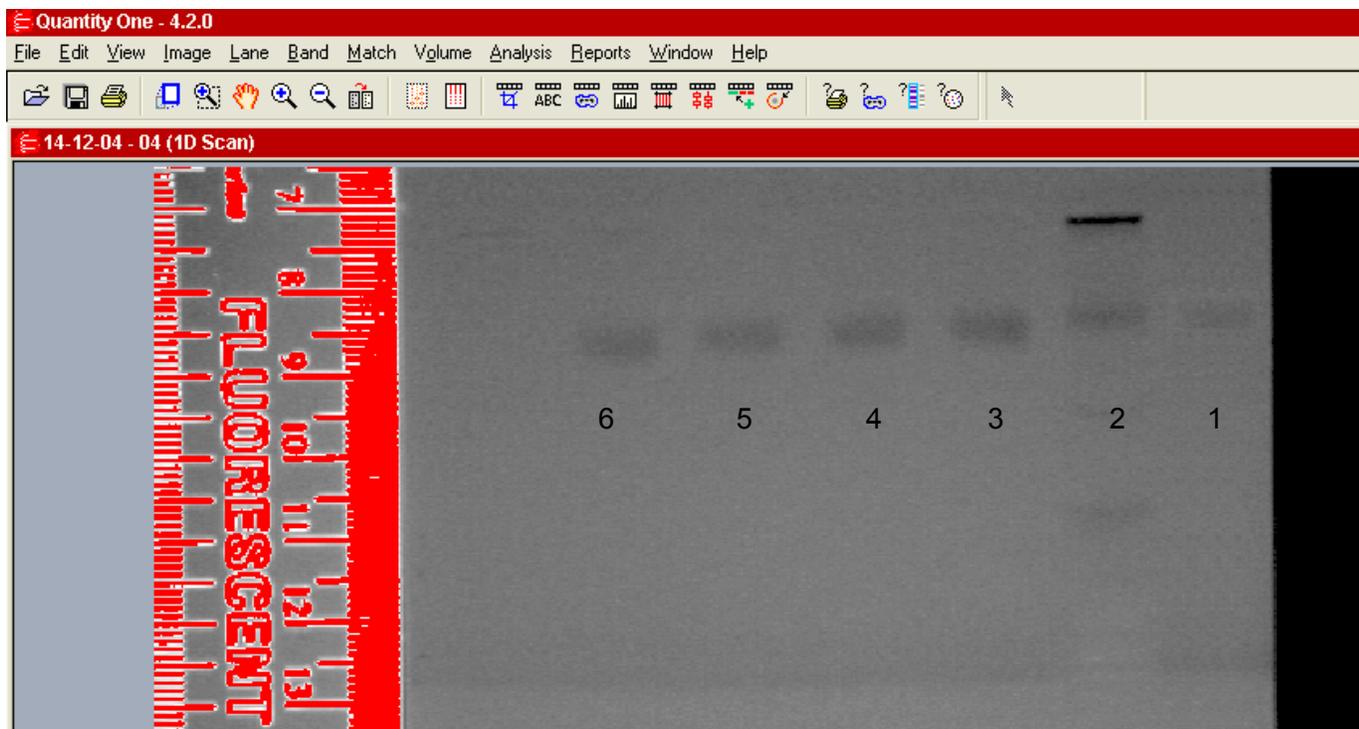


Figura 19. Placa TLC ácido acético a 112°C con ebullición de núcleos.

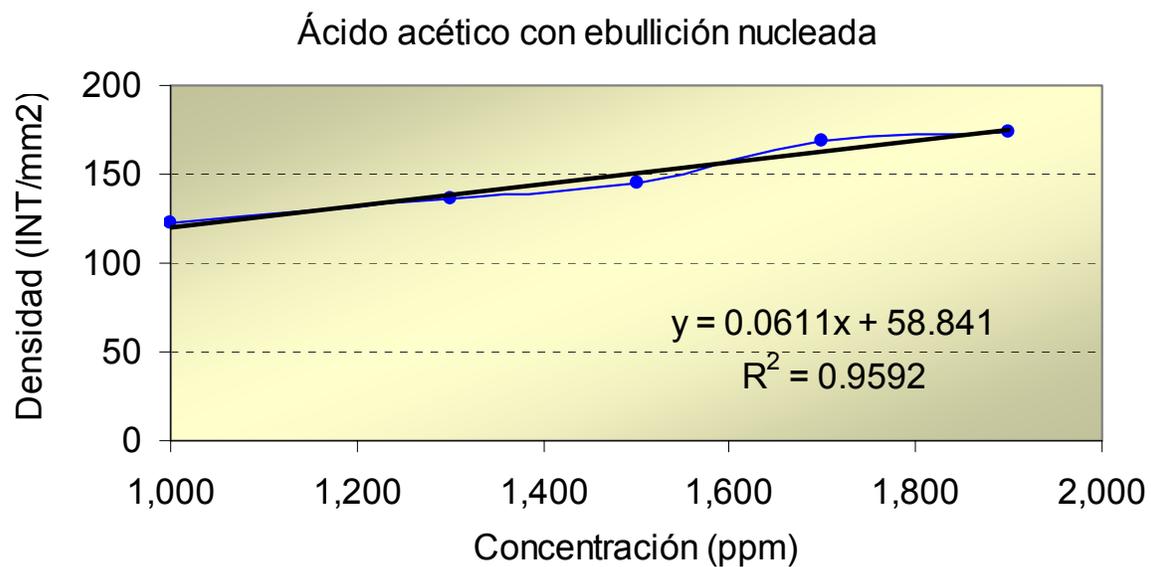


Figura 20. Curva de densidad para ácido acético a 112°C con ebullición de núcleos.

Los resultados muestran, que la solubilidad de capsicina se ve favorecida empleando ácido acético como solvente de extracción con ebullición en núcleos, sin embargo, no hay una diferencia significativa de concentración de capsicina con respecto a la extracción de ácido acético sin ebullición y las extracciones empleando etanol.

Dado que el etanol tiene un punto de inflamación de 17°C en comparación con el punto de inflamación del ácido acético de 39°C, se clasifica al etanol con un grado de inflamabilidad 3 y al ácido acético con un grado de inflamabilidad 2, respecto a la norma oficial mexicana [NOM-018-STPS-2000 “Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo”](#). Por lo tanto, el uso de etanol como solvente de extracción, implica incrementar las medidas de seguridad de transporte, almacenamiento y manejo por riesgo de incendio en condiciones prácticamente atmosféricas.

El ácido acético es un compuesto muy tóxico, y aunque no se considera un compuesto carcinogénico, puede causar severos daños a la salud si se ingiere, inhala o se expone por tiempo prolongado, dañando piel y ojos por sus características corrosivas, por lo tanto, su manejo requiere de medidas específicas, capacitación y programas de prevención de accidentes para evitar afectar la salud de trabajadores en el centro laboral.

Otro factor a considerar para la elección del solvente de extracción, es el uso de la solución concentrada de capsicina en la formulación de salsas picantes, en la cual los principales ingredientes son: ácido acético, vinagre, sal, agua, chiles, tomates, condimentos, especias y conservadores. La concentración de etanol no es representativa, dado que el vinagre solo contiene entre 2 y 6% de etanol.

Por lo anterior, el ácido acético se elige como el solvente de extracción de capsicina, asumiendo las medidas preventivas que establece la legislación mexicana respecto a sustancias químicas peligrosas.

### 6.3 Ingeniería de Proceso.

Considerando como base una tonelada diaria de residuos de semilla de la Empacadora San Marcos, el proceso de obtención de capsicina, se propone como muestra el diagrama de bloque:

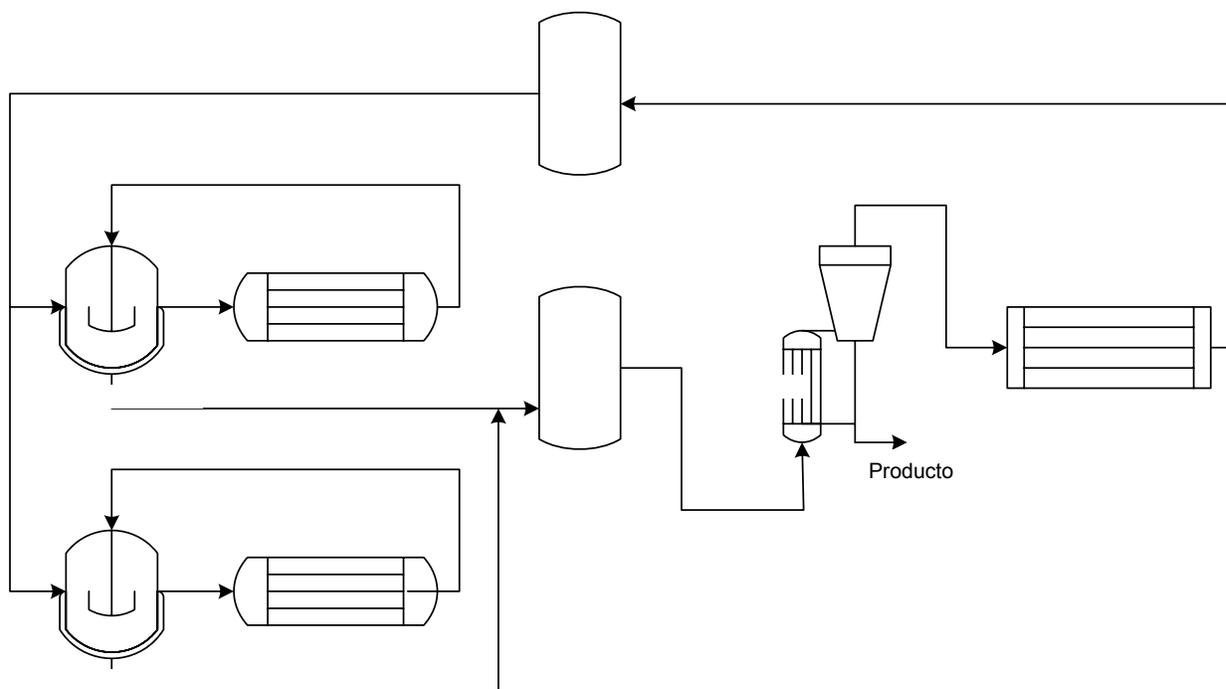


Figura 21. Diagrama de bloque del proceso de extracción de capsicina.

La temperatura del solvente para la etapa de extracción, se determina de  $99^{\circ}\text{C}$ , por debajo de su punto de ebullición, debido al ahorro energético, la reducción del área de los equipos de proceso y para eludir los riesgos de incendio en la zona de proceso por emisión de vapores, excepto en el evaporador.

Considerando la relación de semilla-solvente de extracción 1:8 (p/v) y temperatura ambiente promedio de 20°C, las dimensiones del tanque para la extracción de 250kg de semilla y asumiendo un 20% de volumen extra como medida de seguridad, se proponen como sigue:

**Datos de Diseño Tanque de Extracción**

## DISEÑO DE TANQUE DE EXTRACCIÓN

Datos de Semillas | Datos Solvente | **Tanque de Extracción**

Datos para el Diseño del Tanque

Tiempo de Residencia	6	h
Flujo Volumétrico Total	0.39176	m <sup>3</sup> / h
Volumen Mínimo de Tanque	2.35056	m <sup>3</sup>
Volumen Diseño de Tanque	2.84418	m <sup>3</sup>
Diámetro del Tanque	1.21884	m
Altura del Tanque	2.4377	m
Area Superficial del Tanque	11.66772	m <sup>2</sup>

Pérdidas de Calor en el Tanque

Material del tanque	Acero Inoxidable 304	
Tipo de Aislante	Fibra de Vidrio	
Espesor de Aislante	2	inch
Calor Perdido por Metro Lineal de Tanque	260.074556	W / m
Temperatura de Pared	23.214204	°C

Figura 22. Dimensiones del tanque de extracción.

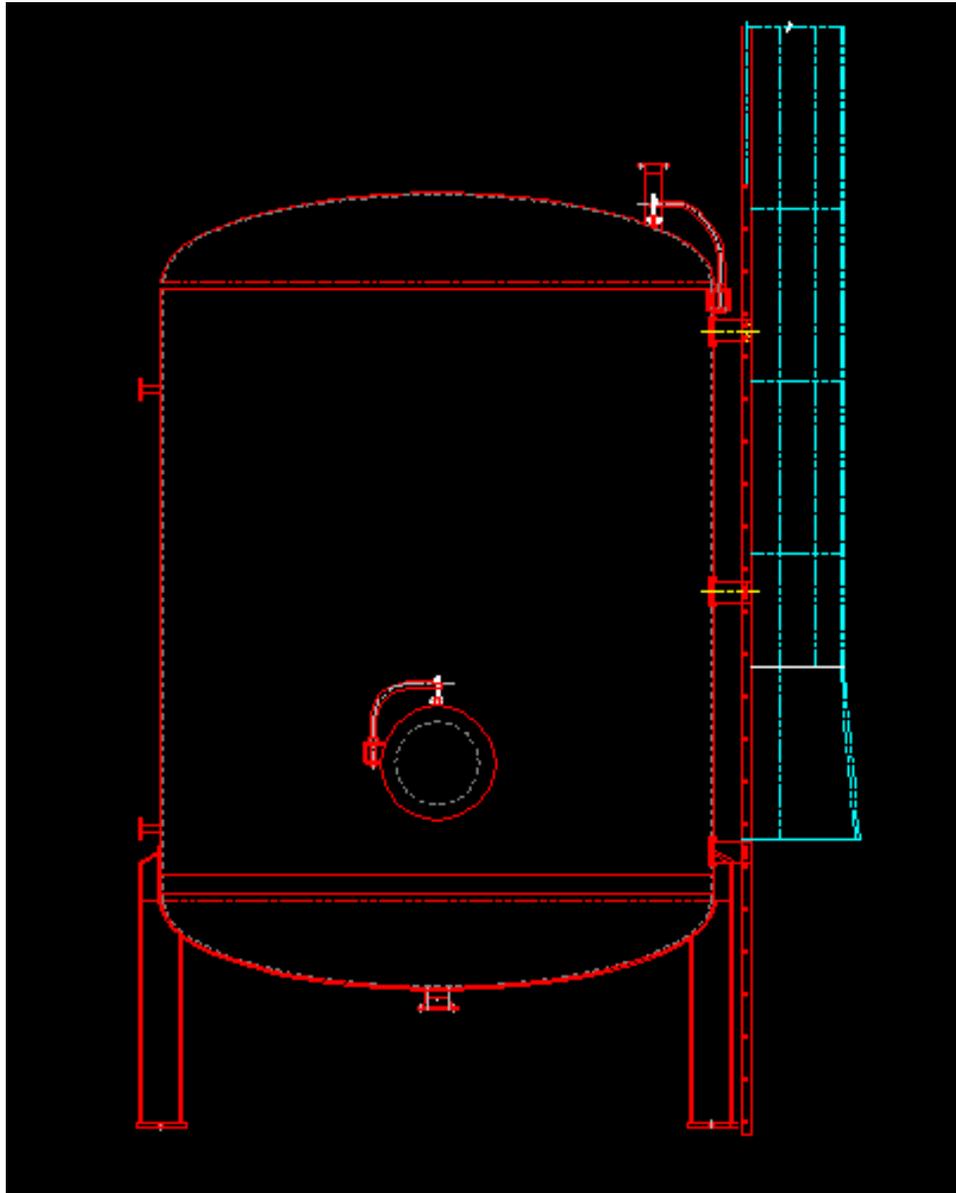


Figura 23. [Tanque de extracción de capsicina](#). Dimensión no proporcional.

En el interior del tanque, la semilla estará contenida en una canastilla de  $0.35 \text{ m}^3$ , con dimensiones de 0.6 m de diámetro y 1.3 m de altura. El contenedor debe ser de malla de 2 mm, con la finalidad de evitar que la semilla tenga contacto con el tanque y se adhiera a las paredes, provoque alguna obstrucción y para que la limpieza y mantenimiento del tanque de extracción se simplifique.

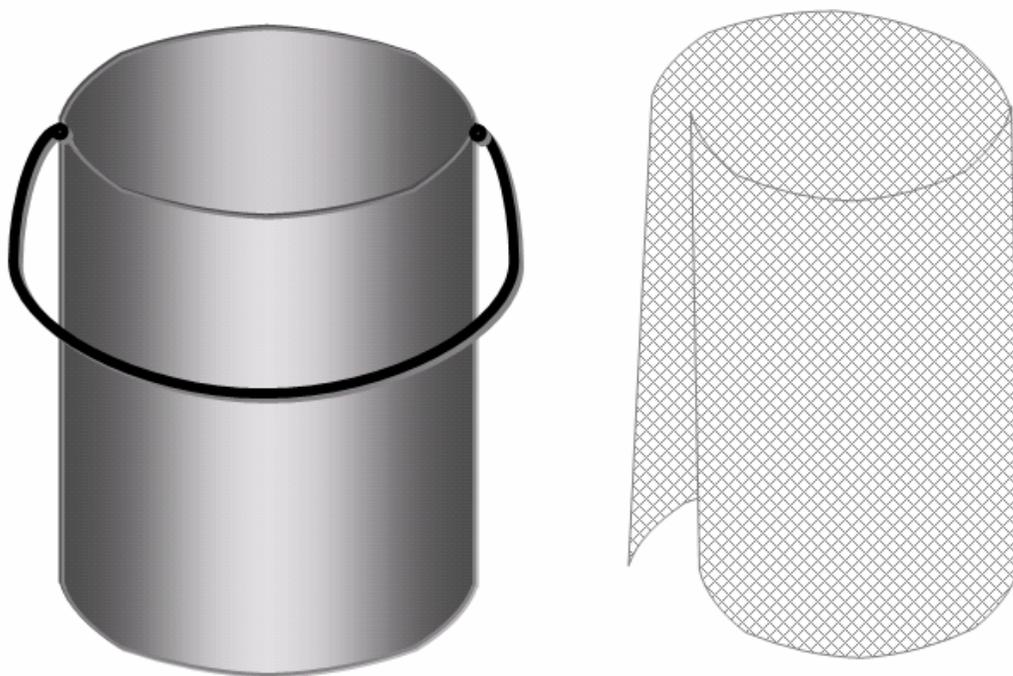


Figura 24. Contenedor de la semilla de chile en el tanque de extracción.

Para los equipos de intercambio de calor, se siguieron los [algoritmos Kern](#), introduciendo modificaciones en el cálculo de los coeficientes convectivos<sup>28</sup> y considerando el uso de agua en fase líquida y en fase gas para los servicios auxiliares. Se desarrolló un [programa con el software Visual Basic y Excel](#) para agilizar el cálculo de los equipos. Las condiciones óptimas de operación y dimensiones del intercambiador de calor de tubos y coraza usando vapor de baja presión (4 kg/cm<sup>2</sup>) son:

**Calentador : Cálculos**

Datos | MLDT | Corrientes | Tubos | Arreglo | Caída de Presión

Datos de Operación

Tiempo de Operación: 30 min | Volumen solvente: 2000 L

Propiedades de las Corrientes

Propiedad	Corriente Fría	Corriente Caliente
Compuesto	Acido Acetico	Vapor Saturado
W (Flujo Másico)	8,457.65998 lb/h	690.090 lb/h
T entrada	68.000 °F	302.000 °F
T Salida	210.200 °F	302.000 °F

Tubos

Diametro Exterior (De): 3/4 inch | BWG: 16 | Longitud de Tubos: 8 ft | Material de Tubos: Acero Inoxidable 304

Arreglo

Arreglo: Triangular | Número de Pasos: 2 | Pitch: 1 inch

Calcular | Cancelar

Figura 25. Condiciones de operación del intercambiador de calor.

<sup>28</sup> Holman, J.P. 1998

**Calentador : Cálculos**

Datos | MLDT | Corrientes | Tubos | **Arreglo** | Caída de Presión

Arreglo

# de Tubos (Calculado)	67.59	
# de Tubos (Ajustado)	82	
Diametro Interno Coraza	12	inch
Area de Transferencia (AT)	128.77	ft <sup>2</sup>
UD	50.69600	BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F

Cálculo de UC

Corriente Caliente (Coraza)		Corriente Fría (Tubos)	
Esp. Deflectores (B)	7	Area de Flujo (at)	0.085986 ft <sup>2</sup>
Claro (C')	0.250	Masa Velocidad (Gt)	98,360.90 lb/ft <sup>2</sup> .h
Area de Flujo (as)	0.145833	hi	59.300483 BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F
Masa Velocidad (Gs)	4,732.06 lb/ft <sup>2</sup> .h	hio	49.021733 BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F
Diámetro Equiv. (De)	0.059165 ft		
ho	786.80227 BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F		
UC	65.05980	BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F	
Rd	0.00436	h.ft <sup>2</sup> .°F/BTU	

Calcular      Cancelar

Figura 26. Dimensiones del intercambiador de calor.

El evaporador está diseñado para cambiar de fase el 86% del flujo de entrada. Esta condición es necesaria para evitar excesivas incrustaciones en el equipo, y como resultado de las pruebas de laboratorio en la etapa de obtención de la solución concentrada. Las condiciones de operación y dimensiones del evaporador vertical de tubos y coraza son:

The screenshot shows a software window titled "Evaporador : Cálculos" with a close button in the top right corner. The window contains several tabs: "Datos", "MLDT", "Corrientes", "Tubos", "Arreglo", and "Caída de Presión". The "Datos" tab is active, displaying the following information:

- Datos de Operación:**
  - Tiempo de Operación: 90 min
  - Volumen solvente: 4000 L
- Propiedades de las Corrientes:**
  - Corriente Fría:**
    - Compuesto: Acido Acetico
    - W (Flujo Másico): 4,697.76516 lb/h
    - T entrada: 210.200 °F
    - T Salida: 233.600 °F
  - Corriente Caliente:**
    - Compuesto: Vapor Saturado
    - W (Flujo Másico): 864.93 lb/h
    - T entrada: 302.000 °F
    - T Salida: 302.001 °F (150 °C)
- Tubos:**
  - Diametro Exterior (De): 3/4 inch
  - BWG: 16
  - Longitud de Tubos: 20 ft
  - Material de Tubos: Acero Inoxidable 304
- Arreglo:**
  - Arreglo: Triangular
  - Número de Pasos: 1
  - Pitch: 1 inch

Figura 27. Condiciones de operación del evaporador.

**Evaporador : Cálculos**

Datos | MLDT | Corrientes | Tubos | **Arreglo** | Caída de Presión

Arreglo

# de Tubos (Calculado)	10.04		
# de Tubos (Ajustado)	37		
Diametro Interno Coraza	8	inch	<b>13.49 m<sup>2</sup></b>
Area de Transferencia (AT)	145.26	ft <sup>2</sup>	
UD	68.2576	BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F	

Cálculo de UC

Corriente Fría (Tubos)		Corriente Caliente (Coraza)	
Esp. Deflectores (B)	7	Area de Flujo (at)	0.077597 ft <sup>2</sup>
Claro (C')	0.2500	Masa Velocidad (Gt)	181,621.65 lb/ft <sup>2</sup> .h
Area de Flujo (as)	0.097222	hi	119.880259 BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F
Masa Velocidad (Gs)	8,896.44 lb/ft <sup>2</sup> .h	hio	99.1010 BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F
Diámetro Equiv. (De)	0.059165 ft		
ho	750.71853 BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F		
Taza de Recirculación	2		
UC	87.5444	BTU/h.ft <sup>2</sup> .°F	
Rd	0.003228	h.ft <sup>2</sup> .°F/BTU	

Figura 28. Dimensiones del evaporador.

Las condiciones de operación y dimensiones del condensador de tubos y coraza con agua de enfriamiento de entrada a 30°C y salida de 45°C son:

The screenshot shows a software window titled "Condensador : Cálculos" with a close button in the top right corner. The window has a tabbed interface with the following tabs: "Datos", "MLDT", "Corrientes", "Tubos", "Arreglo", and "Caida de Presión". The "Corrientes" tab is currently selected.

Under the "Propiedades de las Corrientes" section, there are two columns for fluid properties:

- Corriente Fría (Cold Stream):**
  - Compound: Agua
  - Flow Rate (W): 29,234.66 lb / h
  - Entry Temperature (T entrada): 86.00 °F
  - Exit Temperature (T Salida): 113.00 °F
- Corriente Caliente (Hot Stream):**
  - Compound: Acido Acetico
  - Flow Rate: 4,697.70 lb / h
  - Entry Temperature: 233.600 °F
  - Exit Temperature: 233.600 °F
  - Enthalpy of Vaporization: 167.9341 BTU / lb

Under the "Tubos" section, the following parameters are set:

- Outer Diameter (De): 3/4 inch
- BWG: 16
- Tube Length: 8 ft
- Tube Material: Acero Inoxidable 304

Under the "Arreglo" section, the following parameters are set:

- Arrangement: Triangular
- Number of Passes: 1
- Pitch: 1 inch

Figura 29. Condiciones de operación del condensador.



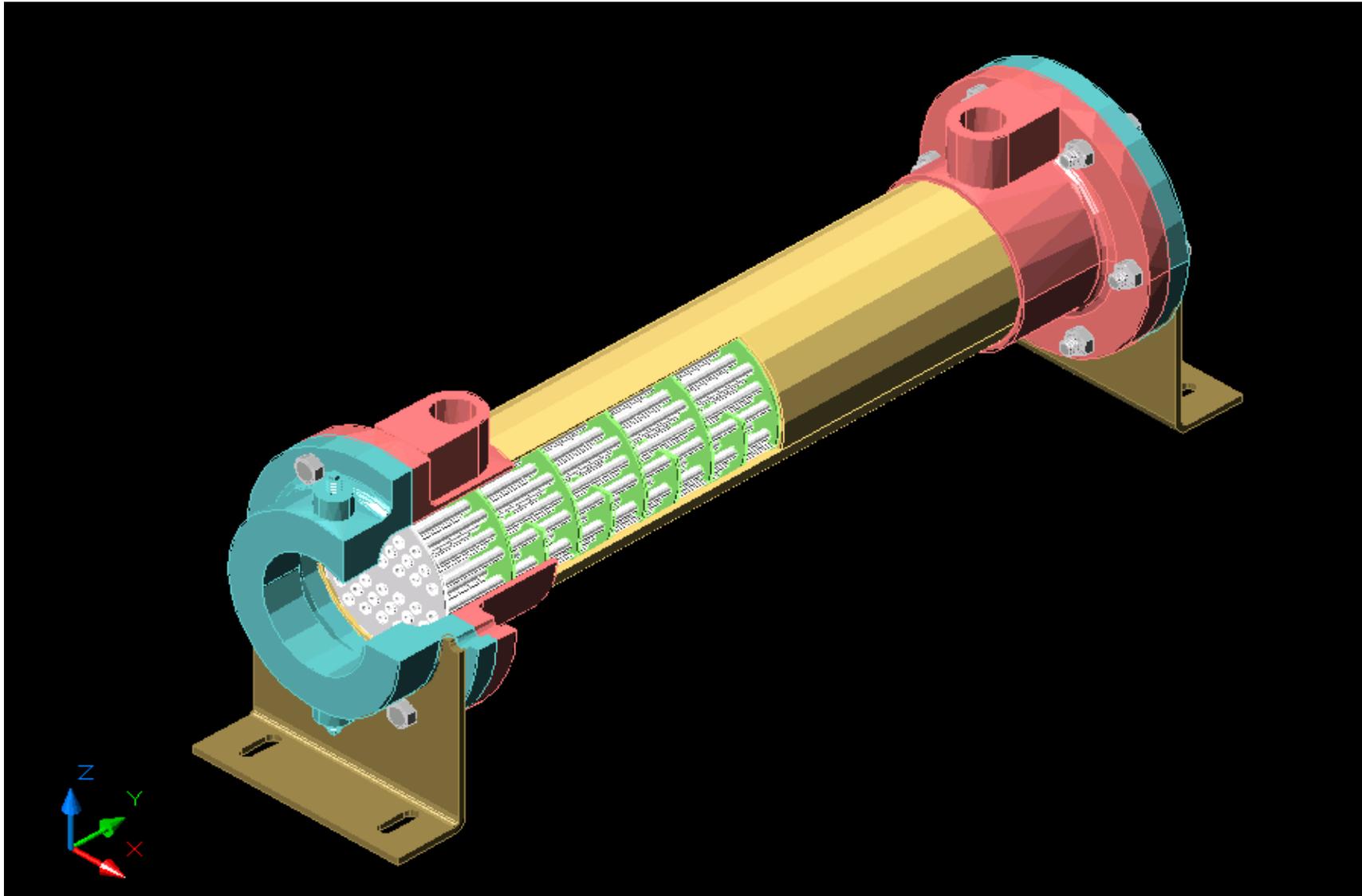


Figura 31. Intercambiador de calor de coraza y tubos con un paso de tubos. Dimensión no proporcional.

El calentamiento del solvente previo a cada extracción, tendrá una duración de 30 minutos en el intercambiador de tubos y coraza. Cada intercambiador tiene un área total de  $17.79 \text{ m}^2$ .

Se propone un proceso con dos tanques de extracción de  $2.8 \text{ m}^3$  y tiempo de operación de 6 horas cada uno. El diseño de cada tanque requiere de 250 kg de semilla de chile chilpotle y 2000 litros de solvente, ambos tanques operarán alternadamente para la extracción de una tonelada de semilla al día.

La solución de extracción se envía hacia un acumulador con capacidad de 5000 litros, con la finalidad de mantener una evaporación continua de 90 minutos. El equipo de evaporación tiene  $13.5 \text{ m}^2$  de área.

Los vapores del solvente provenientes del evaporador, pasan a través de un condensador con un tiempo de operación igual al del evaporador. El área total del condensador es de  $13.4 \text{ m}^2$ .

Con el proceso y las características que se presentan anteriormente, es posible obtener un volumen de 1120 litros de solución con una concentración de 930.91 ppm de capsicina, lo que equivale aproximadamente a 1396.36 unidades Scoville.

La relación del tiempo de operación de cada equipo del proceso, y su secuencia durante un día laboral, se presenta en el siguiente diagrama de Gantt.

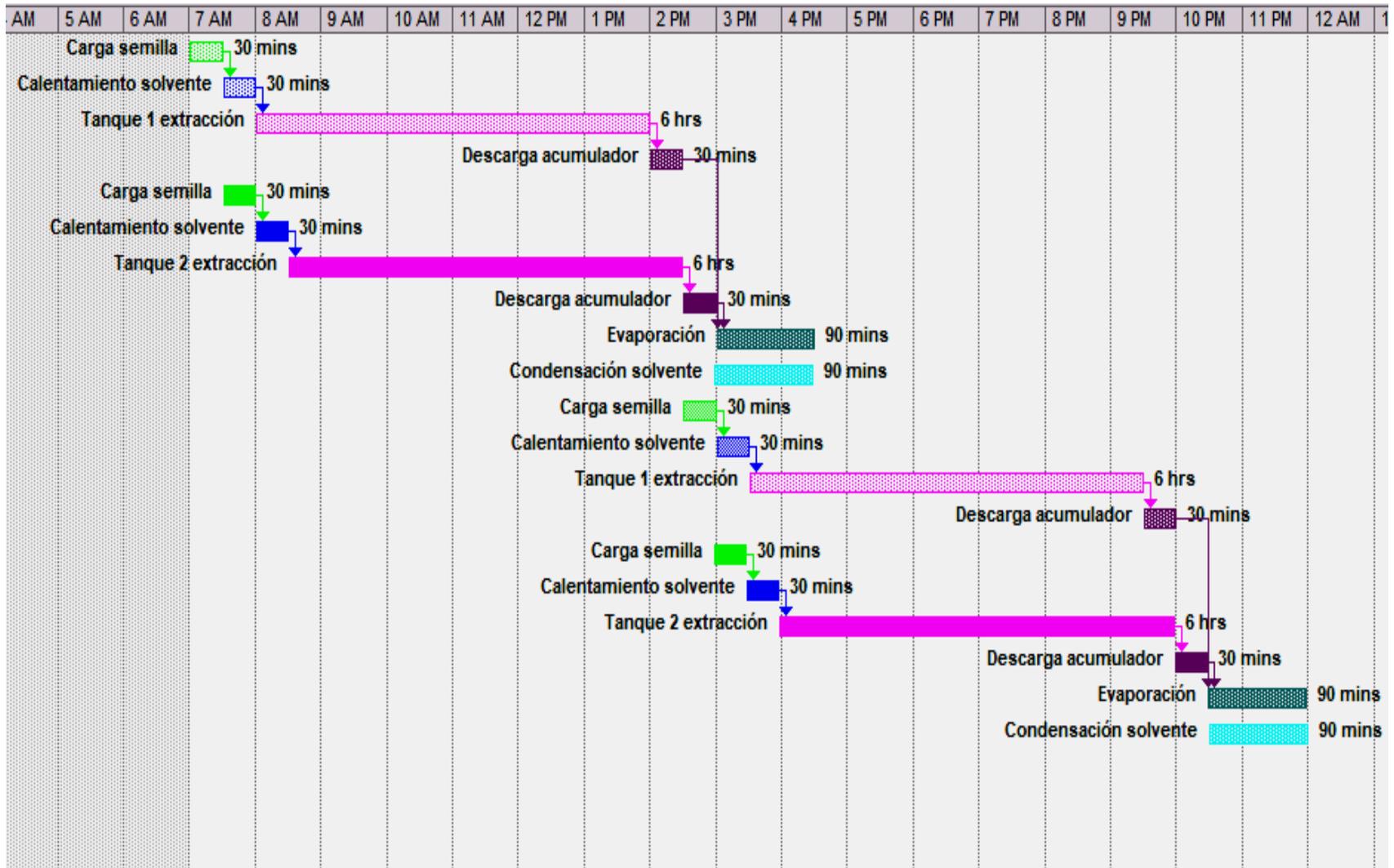


Figura 32. Diagrama de Gantt del proceso de extracción para un día laboral.