Oportunidades de mejora en la supervisión de procesos de destilación por arrastre de vapor

Elías Ramos-Hernández, Carlos Astorga-Zaragoza *, Juan Reyes-Reyes, Gloria-Lilia Osorio-Gordillo, Rodolfo-Amalio Vargas-Méndez, Jesús Arce-Landa

Coordinación de Ciencias de la Ingeniería, Tecnológico Nacional de México, Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico, Cuernavaca, Morelos, México.
* Autor de correspondencia: carlos.az@cenidet.tecnm.mx

Artículo de divulgación científica

Recibido: 9 de octubre de 2024 Aceptado: 1 de diciembre de 2024 Publicado: 17 de diciembre de 2024
DOI: https://doi.org/10.56845/terys.v3i1.259

Resumen: En este artículo se presentan los resultados experimentales de la extracción de aceites esenciales mediante la técnica de destilación por arrastre de vapor, utilizando materiales vegetales como eucalipto, romero y salvia. Se registraron datos de temperatura y el tiempo de goteo. La metodología incluyó un modelo matemático para describir la transferencia de aceite durante la destilación. Además, se propuso un observador de estados para estimar variables como la masa de aceite esencial en el interior del destilador. Los datos recabados en los experimentos mostraron que la temperatura es una variable importante para la etapa de condensación y que debería ser controlada. Por ello, el desarrollo de algoritmos de control como los observadores de estado, resulta fundamental para mejorar la supervisión del proceso, detectar fallas en tiempo real, favorecer la operación y reducir el consumo energético.

Palabras clave: Destilación por arrastre de vapor; experimentación; observadores de estado; temperatura; masa de aceite

Introducción

El proceso de destilación por arrastre de vapor ha sido una técnica ampliamente utilizada para la extracción de aceites esenciales de diversos materiales vegetales. Consiste en hacer pasar vapor de agua a bajas presiones a través de un lecho vegetal, lo cual permite liberar los compuestos volátiles sin degradarlos. El vapor cargado con estos compuestos se condensa en un sistema de enfriamiento, separándose en dos fases: una acuosa y otra oleosa, donde se recolecta el aceite esencial. Este método es valorado por ser respetuoso con el medio ambiente al evitar el uso de solventes químicos y por preservar la calidad de los aceites obtenidos. Sin embargo, a pesar de ser una técnica tradicional, involucra variables importantes, como la temperatura, la presión, el flujo de vapor y la concentración de aceite. Si bien es cierto que para algunas de estas variables existen dispositivos de medición, como sensores de temperatura, medidores de flujo y transmisores de presión, para otras no sucede así, ya que son difíciles de medir en línea o simplemente no existen dispositivos de medición directa. Es en este contexto donde los observadores de estado adquieren relevancia como una solución para la estimar las variables no medibles en un sistema. Un observador de estado es una herramienta matemática utilizada en sistemas de control que permite estimar las variables de estado de otro sistema dinámico a partir del conocimiento de las entradas y salidas medidas del sistema (Katsuhiko Ogata, 2003).

Para describir la cinética de extracción del aceite en la destilación por arrastre de vapor, algunos investigadores han explorado diversos modelos matemáticos (Ait Amer Meziane *et al*., 2019). Algunos de los modelos más generales se basan en balances de masa y energía (Maharaj & McGaw, 2020), (Arias *et al*., 2020) mientras que otros se enfocan en la interacción entre los disolventes y las propiedades del material vegetal, como los terpenos (Hodel *et al*., 2021), o consideran el efecto de las variables del proceso (Lainez-Cerón *et al*., 2021). En un proceso de destilación, un observador puede utilizarse para estimar variables internas, como las fracciones molares de componentes volátiles, el aislamiento de fallas (González, 2008; Whitaker *et al*., 2016), la detección de fallas en sensores y actuadores (Ortiz-Torres *et al*., 2023), y para el diagnóstico de fallas en secciones del proceso, como el hervidor (Cristina Verde, 2023).

La contribución principal de este trabajo es la propuesta de un esquema para la estimación de variables de estado en un proceso de destilación por arrastre de vapor. Además, el esquema puede extenderse para la estimación de fallas en la etapa de salida del producto destilado, lo que contribuye a mejorar la seguridad del proceso. Asimismo, se identifican áreas de oportunidad para mejorar la operación e instrumentación del proceso de destilación.

Desarrollo

Una de las variables más importantes en el proceso de destilación por arrastre de vapor es la temperatura. Si la temperatura de la corriente de vapor es demasiado elevada, los componentes volátiles (aceites esenciales) pueden perder sus propiedades, ya que algunos de estos compuestos se evaporan a aproximadamente 90°C, dependiendo del material vegetal. Otra etapa crucial donde interviene la temperatura es en la condensación; si no se produce un adecuado intercambio de calor entre el agua de enfriamiento y la mezcla de vapor, el tiempo para obtener el producto destilado puede prolongarse, aumentando la duración total del proceso.

Figura 1. Proceso de destilación por arrastre de vapor.

En la Figura 1 se muestra el montaje del proceso de destilación por arrastre de vapor a escala de laboratorio. El reactor metálico, ubicado sobre la fuente de calor, contiene el material vegetal. En la parte superior del reactor se encuentra el condensador, que está conectado a un tubo que conduce la mezcla al decantador de vidrio, donde se realiza la separación por diferencia de densidades. A la derecha, un recipiente de aluminio almacena el agua de enfriamiento. Las temperaturas se identifican de la siguiente manera: T_{cv} para la corriente de vapor de arrastre, T_v para la mezcla de vapor, y T_a para el agua de enfriamiento.

Experimentación

Se realizaron pruebas con tres plantas (eucalipto, romero y salvia). En la Tabla 1, se muestra el valor en gramos [g] del lecho para cada tipo de material vegetal.

Tabla 1. Cantidad de material vegetal utilizado en los experimentos.

Tipo de material vegetal	Peso en gramos [g]
Romero	3584
Eucalipto	800
Salvia	684

En cada prueba se usaron 2.5 L de agua en el destilador para evitar que el nivel sobrepase la base perforada que sostiene el lecho vegetal. La temperatura de la mezcla de vapor (T_v) se midió con un sensor HT-5, el cual tiene un rango de medición: -50°C a 110°C, y una precisión de ±1°C. Este sensor se instaló en la parte superior del condensador. La temperatura del agua de enfriamiento (T_a) se midió manualmente con un termómetro de mercurio.

A continuación, se presentan las curvas de temperatura del agua de enfriamiento (T_a) y de la mezcla de vapor (T_v) durante la destilación de eucalipto, romero y salvia. En cada gráfica, la línea continua de color rojo representa la temperatura del vapor (T_v), mientras que la línea continua de color azul corresponde a la temperatura del agua de enfriamiento (T_a).

Para la destilación de eucalipto (Figura 2), la temperatura del agua de enfriamiento inició en 26°C y alcanzó un máximo de 35°C en los primeros 30 minutos. Luego, disminuyó a 13°C tras la adición de hielo y finalmente se estabilizó en 32°C. La temperatura del vapor se estabilizó en aproximadamente 89°C en el minuto 43.

En la destilación de romero (Figura 3), la temperatura del agua fría comenzó a 8°C, con un máximo de 25°C, mientras que la temperatura del vapor se estabilizó en 90°C a los 18 minutos.

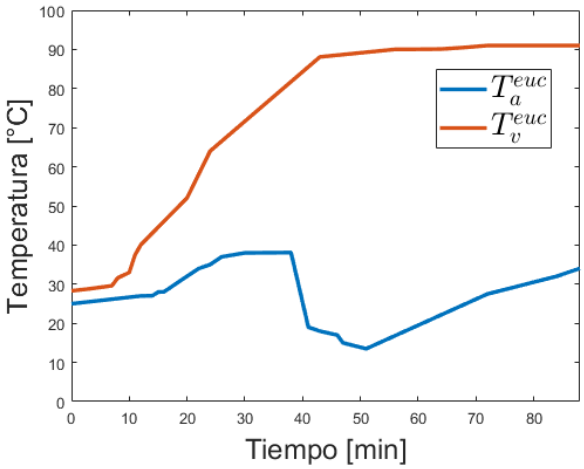

Figura 2. Curvas de temperatura destilación de eucalipto.

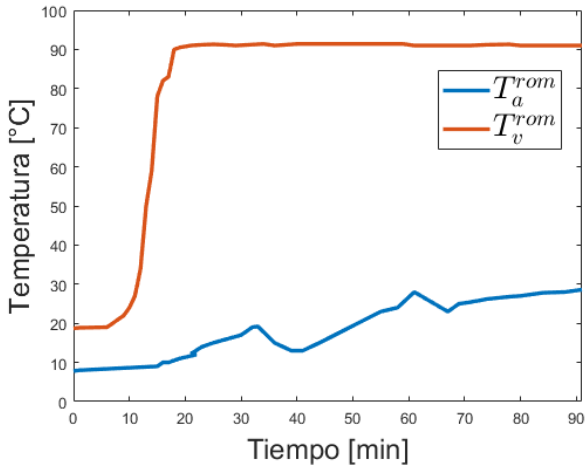

Figura 3. Curvas de temperatura destilación de eucalipto.

En la destilación de salvia (Figura 4), tanto la temperatura del agua como la del vapor comenzaron en 25°C. El enfriamiento del agua se realizó en los minutos 10 y 27, alcanzando un mínimo de 16°C y un máximo de 38°C. La temperatura del vapor se estabilizó en 92°C durante la mayor parte del proceso.

En la Tabla 2, se muestran los datos obtenidos del experimento como el volumen de agua floral, el volumen de aceite, el tiempo de goteo, la temperatura del vapor y del agua de enfriamiento.

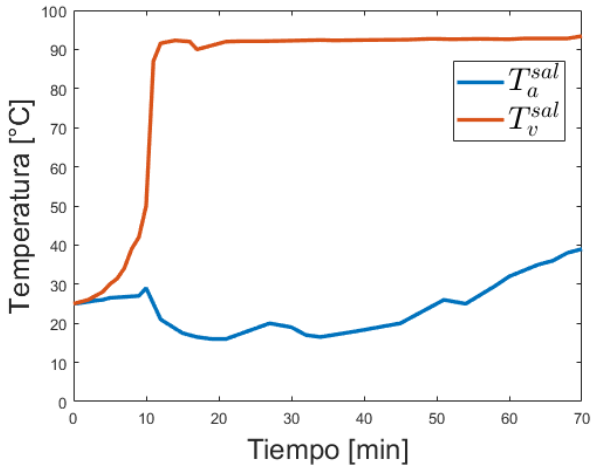

Figura 4. Curvas de temperatura destilación de salvia.

Tabla 2. Datos experimentales.

Símbolo	Descripción	Eucalipto	Romero	Salvia	Unidades
t_{goteo}	Tiempo de goteo	43	18	13	min
T_v	Temperatura del vapor	89.9	90.1	92.0	$°C$
T_a	Temperatura agua fría	16.2	10.3	19.8	$°C$
V_{af}	Volumen de agua floral	1848	1814	1779	ml
t_{goteo}	Tiempo de goteo	43	18	13	min

Discusión

Al analizar las curvas de temperatura del vapor y del agua de enfriamiento para cada material vegetal, se observa que, en la destilación de romero y salvia, la mezcla de vapor se condensa con mayor rapidez que en la destilación de eucalipto. Esto se debe a que la temperatura del agua fría se mantiene por debajo de los 30°C en ambos casos, lo que favorece un mayor gradiente de temperatura entre el vapor y el agua de enfriamiento, acelerando el proceso de condensación.

En particular, durante la destilación de salvia, la temperatura del agua permanece alrededor de los 20°C desde el minuto 11 hasta el minuto 45. En contraste, en la destilación de eucalipto, la temperatura del agua sobrepasa los 30°C y presenta mayores fluctuaciones en comparación con los otros materiales. Estas diferencias de temperatura afectan directamente en el tiempo de obtención de la primera gota de destilado, como se muestra en la Tabla 2. En la destilación de eucalipto, la primera gota se obtuvo alrededor del minuto 43, mientras que en la destilación de romero apareció a los 18 minutos y en la salvia a los 13 minutos. Esto indica que un control adecuado de la temperatura del agua de enfriamiento es crucial para lograr un proceso de condensación eficiente y reducir el tiempo de obtención de la primera gota del producto destilado. Sin embargo, para comprender en profundidad el comportamiento del aceite esencial a lo largo del proceso de destilación, es necesario considerar un modelo matemático que describa la transferencia de aceite desde el interior del material vegetal hacia la corriente de vapor.

Modelo matemático

El modelo propuesto por Cerpa y colaboradores, es de tipo fenomenológico y describe la dinámica de transferencia del aceite desde el interior de los tricomas peltados de la planta hasta la mezcla de vapor (Cerpa *et al*., 2008). Se recomienda usar este modelo en procesos de hidrodestilación y destilación por arrastre de vapor. A continuación, se presentan las ecuaciones que describen cada etapa del proceso de transferencia:

$$\frac{dM^{w}(t)}{dt} = -K_{tr}M^{w}(t) \tag{1}$$

$$\frac{dM^{os}(t)}{dt} = K_{tr}M^{w}(t) - \frac{K_g C^{*} M^{os}(t)}{h\rho_{eo}}\left(1 - \frac{K_g M^{os}(t)}{Q(t)h\rho_{eo} + K_g M^{os}(t)}\right) \tag{2}$$

$$\frac{dM^{sd}(t)}{dt} = \frac{Q(t)K_g M^{os}(t)C^{*}}{Q(t)h\rho_{eo} + K_g M^{os}(t)} \tag{3}$$

donde $M^{w}(t)$ es la masa de aceite esencial total dentro del material vegetal, $M^{os}(t)$ es la masa de aceite esencial en la capa acuosa, $M^{sd}(t)$ es la masa de aceite esencial recolectado, h es el espesor de las manchas de aceite, ρ_{eo} es la densidad del aceite esencial, C^{*} es la concentración de aceite en el vapor de la interface, $Q(t)$ es el flujo volumétrico de vapor (entrada), K_{tr} es la constante de velocidad de exudación y K_g es un coeficiente de transferencia de masa que está relacionado con el flujo de vapor. El sistema dado por las ecuaciones (1-3) puede representarse en espacio de estados de la siguiente forma general:

$$\begin{bmatrix}\dot{x}_1(t)\\ \dot{x}_2(t)\\ \dot{x}_3(t)\end{bmatrix} = \begin{bmatrix}-K_{tr} & \mathbf{0} & \mathbf{0}\\ K_{tr} & \dfrac{k_g C^{*}}{h\rho_{eo}} & \mathbf{0}\\ \mathbf{0} & \mathbf{0} & \mathbf{0}\end{bmatrix}\begin{bmatrix}x_1(t)\\ x_2(t)\\ x_3(t)\end{bmatrix} + \begin{bmatrix}\mathbf{0} & \mathbf{0}\\ \mathbf{1} & \mathbf{0}\\ \mathbf{0} & \mathbf{1}\end{bmatrix}\begin{bmatrix}\dfrac{k_g^2 C^{*} x_2^2(t)}{u(t)h^2\rho_{eo} + k_g h\rho_{eo}x_2(t)}\\ \dfrac{k_g u(t)C^{*}x_2(t)}{u(t)h\rho_{eo} + k_g x_2(t)}\end{bmatrix} \tag{4}$$

$$y(t) = [\mathbf{0} \quad \mathbf{0} \quad \mathbf{1}]\begin{bmatrix}x_1(t)\\ x_2(t)\\ x_3(t)\end{bmatrix} \tag{5}$$

Donde el vector de variables de estado es $x(t) = [M^{w}(t)\ M^{os}(t)\ M^{sd}(t)]^{T} \in \mathbb{R}^{n}$, la entrada $u(t) = Q(t) \in \mathbb{R}$, y la salida medible es $y(t) = M^{sd}(t) \in \mathbb{R}^{p}$. La matriz $\boldsymbol{A}$ es de dimensiones 3×3, $\boldsymbol{B}$ de dimensiones 3×2 y $\boldsymbol{C}$ de 1×3. En caso de considerar fallas en el sistema, la Ec. (4) se modifica de la siguiente manera:

$$\dot{x}(t) = \boldsymbol{A}x(t) + \boldsymbol{B}g\big(x(t), u(t)\big) + \boldsymbol{G_f}f_s(t) \tag{6}$$

Donde se adhiere una matriz de inserción de falla $\mathbf{G_f}$ de dimensiones 3×1. El comportamiento en el tiempo de la falla se representa por $f_s(t)$.

Observador de estado

En la Figura 5, se presenta un esquema del proceso de destilación y del observador diseñado para estimar las variables de estado y detectar fallas. El bloque de color amarillo representa el proceso de destilación, donde la entrada es el flujo volumétrico de vapor $Q(t)$ y la salida medible $y(t)$ es la masa de aceite esencial recolectada $M^{sd}(t)$. El bloque de color azul corresponde al observador, que utiliza la información de la entrada y la salida para estimar las variables de estado del proceso: la masa de aceite dentro del material vegetal $M^{w}(t)$, la masa en la capa acuosa $M^{os}(t)$ y la masa recolectada $M^{sd}(t)$. Además, el observador puede estimar una falla $f_s(t)$ en la tubería de salida del producto destilado, como se indica con el icono de color rojo.

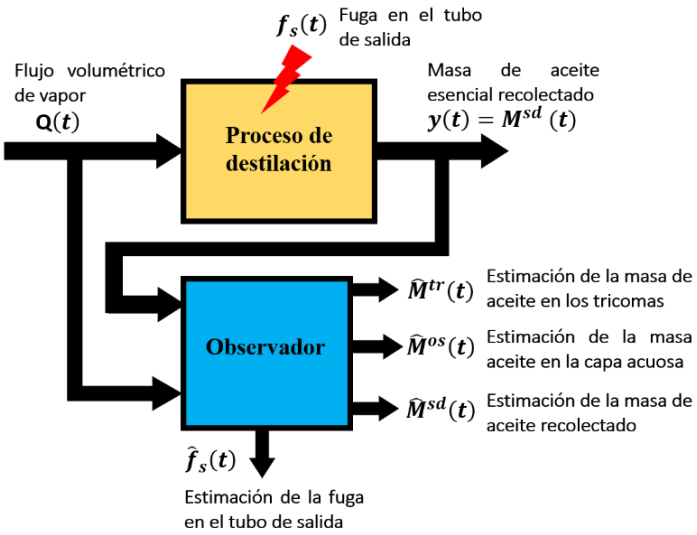

Figura 5. Esquema de estimación de estados y fallas.

El observador propuesto tiene una estructura matemática que permite estimar simultáneamente las variables de estado y las fallas presentes en el sistema. Esta estructura está compuesta por las ecuaciones (7-9):

$$\begin{bmatrix}\dot{\xi}_1(t)\\ \dot{\xi}_2(t)\\ \dot{\xi}_3(t)\end{bmatrix} = N\left(\begin{bmatrix}\xi_1(t)\\ \xi_2(t)\\ \xi_3(t)\end{bmatrix} + T\begin{bmatrix}0\\0\\1\end{bmatrix}\hat{f}_s(t) + Fy(t)\right) + T\begin{bmatrix}0\\0\\1\end{bmatrix}\hat{f}_s(t) + T\begin{bmatrix}0 & 0\\ 1 & 0\\ 0 & 1\end{bmatrix}\begin{bmatrix}\dfrac{k_g^2 C^* \hat{x}_2^2(t)}{u(t)h^2\rho_{eo} + k_g h\rho_{eo}\hat{x}_2(t)}\\ \dfrac{k_g u(t) C^* \hat{x}_2(t)}{u(t)h\rho_{eo} + k_g\hat{x}_2(t)}\end{bmatrix} \quad (7)$$

$$\begin{bmatrix}\hat{x}_1(t)\\ \hat{x}_2(t)\\ \hat{x}_3(t)\end{bmatrix} = \begin{bmatrix}\xi_1(t)\\ \xi_2(t)\\ \xi_3(t)\end{bmatrix} + T\begin{bmatrix}0\\0\\1\end{bmatrix}\hat{f}_s(t) + \boldsymbol{Q_n}y(t) \quad (8)$$

$$\dot{\hat{f}}_s(t) = \boldsymbol{\Phi}[\mathbf{0} \quad \mathbf{0} \quad \mathbf{1}]\left(\hat{x}(t) - x_3(t)\right) \quad (9)$$

En la ecuación (7), $\zeta(t) \in \mathbb{R}^{q_0}$ representa el vector de estado del observador, donde N es una matriz que repercute en la dinámica interna del observador. Define como evolucionan las estimaciones del estado en función del primer término de la ecuación. La matriz $\boldsymbol{T}$ es una matriz que define cómo el observador utiliza la información de la falla $\hat{f}_s(t)$ para ajustar la estimación de la falla, el término $Fy(t)$ representa la corrección basada en la diferencia entre la salida medida $y(t)$ y la salida estimada, este término ajusta la estimación del estado para minimizar el error. $\boldsymbol{TB}g(\hat{x}(t), u(t))$ incluye la entrada del sistema $u(t)$ que es el flujo volumétrico de vapor, el cual influye de manera significativa en las funciones no lineales del sistema. La ecuación (8) describe la estimación de las masas de aceite en las diferentes etapas del proceso, es decir $\hat{M}^{w}(t)$, $\hat{M}^{os}(t)$ y $\hat{M}^{sd}(t)$. El producto $\boldsymbol{Q_nC}$ representa un término de corrección basado en la ganancia del observador, asegurando que el estado estimado siga de cerca la dinámica del sistema. Finalmente, la ecuación (9) representa la dinámica de la estimación de la falla, donde la matriz $\boldsymbol{\Phi}$ afecta al término de corrección entre los estados estimados $\hat{x}(t)$ y el estado disponible $x_3(t)$.

Oportunidades de mejora y tendencias

1.- Usar un controlador basado en observador para automatizar la regulación de la temperatura en la etapa de enfriamiento del proceso evitando así la intervención manual constante y reducir el tiempo de obtención de la primera gota del destilado.

2.- Incorporar sistemas de control y sensores de alta precisión en diferentes puntos del proceso para monitorear variables como presión, nivel de agua y temperatura, con la finalidad de garantizar estabilidad y eficiencia en la extracción.
3.- Utilizar el enfoque de observadores de estado para estimar parámetros específicos del proceso como la porosidad del lecho vegetal, la constante de velocidad de exudación o el espesor de las manchas de aceite.
4.- Considerar escenarios de falla como fugas en tuberías, obstrucciones en el condensador, sensores dañados y desgaste de válvulas para diseñar sistemas de diagnóstico de fallas como los bancos de observadores.
5.- Explorar nuevas geometrías para el lecho vegetal con la finalidad de mejorar la superficie de contacto con la corriente de vapor.

Conclusiones

En este trabajo, se llevaron a cabo experimentos para la extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre de vapor, logrando extraer aproximadamente 1.5 ml de aceite de eucalipto, 6 ml de romero y 1.5 ml de salvia. Los datos de temperatura obtenidos demostraron la influencia significativa de esta variable en el proceso de condensación. Por otro lado, para estimar la masa de aceite a lo largo del proceso, se propone utilizar el enfoque de observadores de estado, empleando un modelo matemático que describe la transferencia de aceite desde el interior del material vegetal hasta la fase de vapor. Tomando en cuenta algunas consideraciones del modelo, es posible estimar la masa de aceite al interior del material vegetal y en la capa acuosa. Además, el enfoque de observadores permite considerar escenarios de falla en la sección de salida del producto destilado. Esto sugiere que el uso de observadores puede favorecer al proceso de destilación, con la instrumentación adecuada y algoritmos de control, se puede mejorar el consumo de energía, optimizar el proceso y mejorar el rendimiento de los productos obtenidos. Finalmente, la metodología propuesta en este trabajo tiene un gran potencial en otros procesos como las columnas de destilación en la industria petroquímica para estimar composiciones molares y en reactores de agitación para estimar la concentración de algún reactivo peligroso.

Bibliografía

Ait Amer Meziane, I., Bali, N., Belblidia, N. B., Abatzoglou, N., & Benyoussef, E. H. (2019). The first-order model in the simulation of essential oil extraction kinetics. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*, *15*. https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2019.100226

Arias, J., Casas-Orozco, D., Cáceres-León, A., Martínez, J., Stashenko, E., & Villa, A. L. (2020). Dynamic modeling and experimental validation of essential oils fractionation: Application for the production of phenylpropanoids. *Computers and Chemical Engineering*, *135*. https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2020.106738

Cerpa, M. G., Mato, R. B., & José Cocero, M. (2008). Modeling steam distillation of essential oils: application to lavandin super oil. *AIChE Journal*, *54*(4), 909–917.

Cristina Verde. (2023). *Fault Diagnosis and Tolerant Control: Applications*.

González, A. (2008). Observador Continuo-Discreto para la Estimación de Concentraciones en una Columna de Destilación, para la Mezcla Etanol–Agua. *Trabajo de Maestría En Ingeniería Electrónica, Cuernavaca, México. Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico*.

Hodel, J., O'Donovan, T., & Hill, A. E. (2021). Influence of still design and modelling of the behaviour of volatile terpenes in an artificial model gin. *Food and Bioproducts Processing*, *129*, 46–64. https://doi.org/10.1016/j.fbp.2021.07.002

Katsuhiko Ogata. (2003). *Ingeniería de control moderna* (Pearson PrenticeHall, Vol. 4).

Lainez-Cerón, E., Jiménez-Munguía, M. T., López-Malo, A., & Ramírez-Corona, N. (2021). Effect of process variables on heating profiles and extraction mechanisms during hydrodistillation of eucalyptus essential oil. *Heliyon*, *7*(10). https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e08234

Maharaj, S., & McGaw, D. (2020). Mathematical model for the removal of essential oil constituents during steam distillation extraction. *Processes*, *8*(4). https://doi.org/10.3390/PR8040400

Ortiz-Torres, G., Valdez-Resendiz, J. E., Torres-Cantero, C. A., Rumbo-Morales, J. Y., Ramos-Martinez, M. B., & Valdez-Martinez, J. S. (2023). Actuator and Sensor Fault Detection and Isolation System Applied to a Distillation Column. *IEEE Access*, *11*, 48548–48558. https://doi.org/10.1109/ACCESS.2023.3276717

Téllez-Anguiano, A. C., Astorga-Zaragoza, C. M., Escobar, R. F., Alcorta-García, E., & Juárez-Romero, D. (2016). Continuous-Discrete Observer-based fault detection and isolation system for distillation columns using a binary mixture. *Revista mexicana de ingeniería química*, *15*(1), 275-290. http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1665-27382016000100275&lng=es&tlng=en.