



























## d) Variación en el tiempo de secado

Al inicio del proceso de secado, la humedad tiene un camino de difusión corto para llegar a la interface, y el contenido de humedad decrece muy rápidamente con el tiempo. A medida que el secado procede, el camino de difusión se hace más largo y el secado del contenido de humedad restante es lento. Estos resultados experimentales concuerdan con la teoría. Sin embargo, para los experimentos repetidos se observó una variación considerable en el tiempo de secado. Por ejemplo, en el experimento repetido cuatro veces, con las hojuelas de un grosor de 2 mm y lixiviadas durante 30 horas con una relación de hexano y metanol de tres a uno, se requirió completamente diferentes tiempos de secado para alcanzar el mismo contenido de humedad (ver Fig. 5). Para secar las hojuelas hasta 0.4 g solvente/g hojuelas secas, todos los experimentos reportan tiempos de secado similares. Sin embargo, después de los 0.4 g solvente/g hojuelas secas las curvas de secado toman diferentes formas. En dos de los experimentos, el contenido de humedad continúa disminuyendo rápidamente, mientras que en los otros dos los cambios en el contenido de humedad con respecto al tiempo son muy pequeños. Estas variaciones dificultan las conclusiones sobre el tiempo de secado.

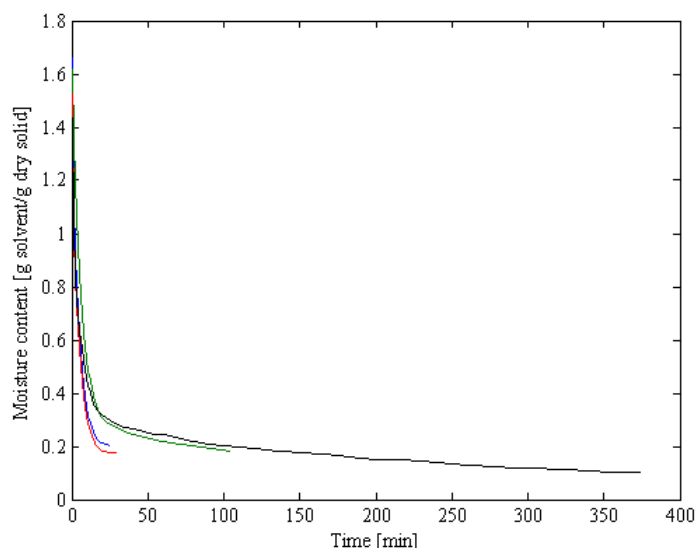


Fig. 5 Variaciones en el tiempo de secado.

El contenido de humedad de las hojuelas al inicio del proceso de secado afecta el tiempo de secado, pero esto no es seguramente la razón de la gran variación en los tiempos de secado. La razón podría ser debido a muchos factores, pero la razón principal es, probablemente, debido al aire entrante a la columna que tuvo diferente humedad. La columna de absorción no se regeneró antes de cada experimento. Esto da como resultado equilibrio diferente entre el aire entrante y las hojuelas húmedas. Un flujo de aire entrante humidificado resulta en un mayor contenido de humedad de equilibrio en las hojuelas. Más allá de esta etapa, el secado se detuvo. El proceso es muy difícil de analizar ya que la humedad en el aire es un solvente adicional. Otra razón importante para las diferencias podría ser la balanza analítica del equipo experimental.

## e) Proceso de secado en la columna

De acuerdo a las curvas de perfiles de temperatura (no incluidas en el artículo), los experimentos de secado fueron principalmente realizados isotérmicamente, excepto al inicio del proceso de secado donde las temperaturas se reducen algunos grados.

Teóricamente, el secado debe ser isotérmico hasta que las hojuelas estén totalmente secas, excepto al inicio del proceso. Debido a que la entrada del aire está en la parte inferior de la columna, las hojuelas cercanas al fondo son las primeras en secarse y el aire se satura antes de la salida de la columna. Un frente que separa la parte superior saturada y húmeda con la parte inferior seca aparece a través de la columna a medida que avanza el secado. Cuando el frente alcanza la parte superior de la columna y todas las hojuelas están secas, la temperatura del flujo de aire de salida aumenta debido que la fase líquida no está presente, por lo tanto no hay demanda de energía para la evaporación de humedad.

Cuando las hojuelas son colocadas en la columna y el secado inicia, la temperatura a la entrada de la columna disminuye. Este descenso de la temperatura se produce cuando el flujo de aire caliente y no saturado se encuentra con la fase líquida fría dentro de las hojuelas. La energía en el flujo de aire no es suficiente para evaporar el líquido, y por lo tanto la energía es tomada de las hojuelas. La temperatura de las hojuelas disminuye y el calor es transferido desde las paredes de la columna hacia las hojuelas, mientras la temperatura de las paredes de la columna disminuye. El flujo de aire entrante se enfría, lo que resulta en que la temperatura del flujo del aire entrante se reduce.

#### f) Medición de la concentración del gas de salida durante el secado

Para la determinación de las concentraciones del gas de salida se utilizó un espectrofotómetro, el cual proporcionó información de la composición del gas a diferentes tiempos. Con la información recolectada es posible determinar el contenido de humedad restante y la velocidad de secado para cada uno de los componentes de la mezcla, a cualquier intervalo de tiempo durante el proceso de secado. Idealmente, la curva de concentración debería comenzar en cero al momento que el secado inicia, al instante aumentar hasta un máximo, y luego a medida que avanza el secado disminuye gradualmente hasta cero otra vez. Datos de los tres primeros experimentos de secado se muestran en las Figs. 6-8. Las primeras mediciones en cada experimento no fue posible medirlas. Las variaciones en la concentración de los solventes que pasan a través del escáner fueron muy altas, lo que resulta en picos al inicio del secado donde la concentración es mucho mayor que al final. A cualquier tiempo, se detectó más metanol que hexano, independientemente de la relación de solvente empleada.

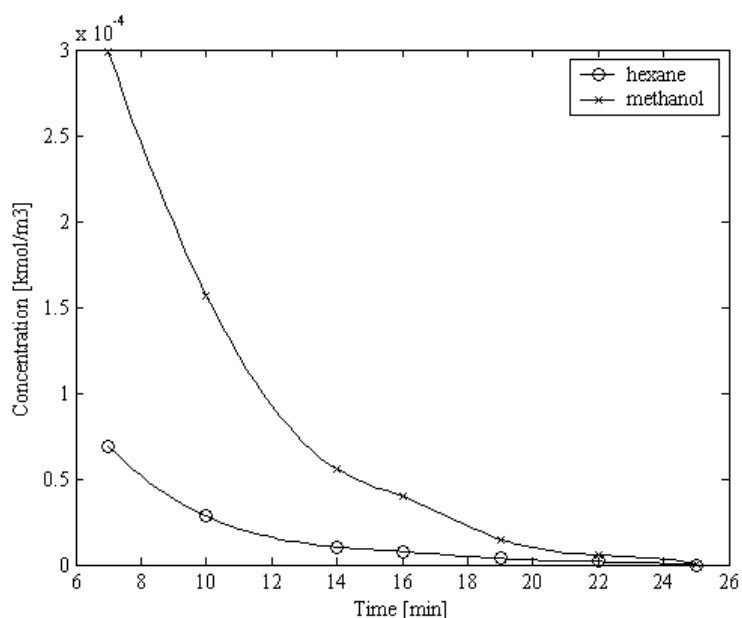


Fig. 6 Mediciones de la concentración del gas de salida durante el secado. 10 h de lixiviación, 2 mm de grosor de hojuela y 1:1 de relación de solvente hexano:metanol.

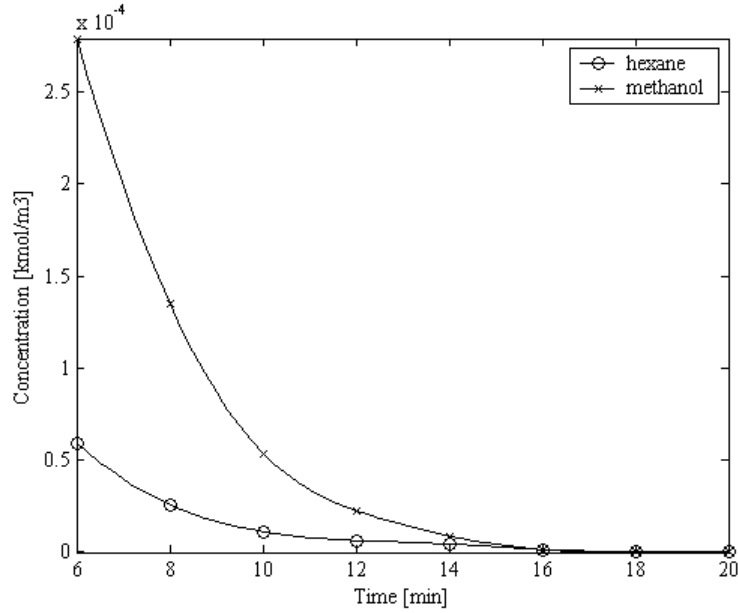


Fig. 7 Mediciones de la concentración del gas de salida durante el secado. 10 h de lixiviación, 2 mm de grosor de hoja y 1:2 de relación de solvente hexano:metanol.

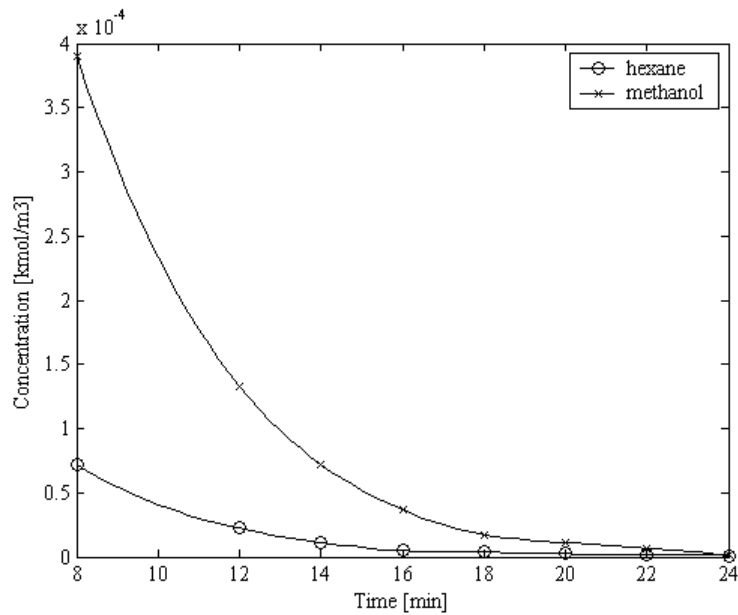


Fig. 8 Mediciones de la concentración del gas de salida durante el secado. 10 h de lixiviación, 2 mm de grosor de hoja y 2:1 de relación de solvente hexano:metanol.

### CONCLUSIONES

Los parámetros estudiados en la parte de lixiviación demostraron tener una gran influencia sobre el rendimiento de compuestos insecticidas, pero la influencia de la relación de solventes fue la más importante. Se demostró que más metanol que hexano tuvo que ser utilizado para obtener un alto rendimiento de compuestos insecticidas. El rendimiento de aceite fue influenciado principalmente por el

grosor de las hojuelas. Se alcanzó el rendimiento más alto de insecticida cuando hojuelas de 2 mm fueron lixiviadas durante 30 h, empleando una relación de volumen de hexano y metanol de 1 a 3, y un volumen total de solventes de 400 mL. Este experimento se llevó a cabo cuatro veces y el rendimiento promedio de compuestos insecticidas fue de 18.55%. Este es un porcentaje de rendimiento mayor en comparación tanto con el proceso por lotes así como el proceso de dos etapas.

La lixiviación con la mezcla de solventes polar/no-polar, en comparación con el proceso por lotes y el proceso de dos etapas, resulta en un mayor rendimiento de compuestos insecticidas en un tiempo de proceso más corto, empleando un grosor de hojuelas de 2 mm. Para el grosor de hojuelas más pequeño, 0.7 mm, se alcanzó un rendimiento de compuestos insecticidas del 2% menor en comparación al proceso de dos etapas en la mitad del tiempo total del proceso, pero los resultados tuvieron una amplia variación debido a que apareció una cera blanca que hizo la separación después de la lixiviación muy difícil. Por esta razón, las hojuelas de 0.7 mm no fueron lixiviadas durante más de 20 h.

En la parte de secado, lo que puede afirmarse es que la temperatura del flujo de aire entrante tiene influencia en el proceso. Una temperatura mayor resulta en un tiempo de secado corto y en una velocidad de secado alta a cierto contenido de humedad. Conclusiones sobre el tiempo de secado o la velocidad de secado no son posibles de realizar a partir de los resultados de los experimentos. Las variaciones en el tiempo de secado son demasiadas grandes y la velocidad de secado parece ser independiente de las condiciones de la etapa de lixiviación anterior.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Agencia Sueca de Cooperación Internacional para el Desarrollo (Asdi) por el apoyo financiero brindado para la realización de este trabajo.

## REFERENCIAS

Angulo-Escalante, M.A., A.A. Gardea-Béjar, R. Vélez de la Rocha, R.S. García-Estrada, A. Carrillo-Fasio, C. Cháidez-Quiroz y J.I. Partida-López (2004). *Contenido de Azadiractina A en Semillas de Nim (Azadirachta indica A. Juss) Colectadas en Sinaloa, México*. Revista Fitotecnia Mexicana, Vol. 27, No. 4, pp. 305-311.

Biswas, K., I. Chattopadhyay, R.K. Banerjee and U. Bandyopadhyay (2002). *Biological Activities and Medicinal Properties of Neem (Azadirachta indica)*. Current Science, Vol. 82, No. 11, pp. 1336-1345.

Espinosa, R. (2000). *Leaching and Drying Process Steps in the Manufacture of a Botanical Insecticide from Ground Neem Seeds*. Licentiate Treatise. Department of Chemical Engineering and Technology, Royal Institute of Technology (KTH). Stockholm, Sweden.

Green, D.W. y R.H. Perry (2008). *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. 8ta Ed., pp. 2.28-2.46. McGraw-Hill Professional. Nueva York, Estados Unidos.

Koul, O., M.B. Isman y C.M. Ketkar (1990). *Properties and Uses of Neem, Azadirachta indica*. Canadian Journal of Botany, Vol. 68, No. 1, pp. 1-11.

Martínez, C. (2003). *Estudio Experimental y Modelación del Proceso de Lixiviación de Hojuelas de Nim en Columnas*. Informe Técnico. Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología, Universidad de Chile. Santiago, Chile.



Martínez, C., J.M. Casas y J. Martínez (1998). *Extraction Kinetics of Neem Seed Flakes*. In Proceedings of the 18th Inter-American Congress of Chemical Engineering (IACChE'98). San Juan, Puerto Rico.

Martínez-Pavón, C. (2006). *Producción de Insecticida a partir de la Semilla de Nim: Avances en la Investigación de la Operación de Lixiviación*. Nexo, Vol. 19, No. 1, pp. 43-49.

Persson, J. y J. Sjöberg (1998). *Leaching of Neem Seed Flakes*. Master's Thesis. Department of Chemical Engineering and Technology, Royal Institute of Technology (KTH). Stockholm, Sweden.