

Universidad Nacional de Ingeniería

PROGRAMA ACADÉMICO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y MANUFACTURERA



PROYECTO DE INVESTIGACION TECNOLÓGICA PARA REFINAR

ACEITES ESENCIALES EXTRAIDOS DE LA CORTEZA

DE LIMÓN Y NARANJA DE CONSUMO NACIONAL

Volumen II

TESIS

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUÍMICO**

RAQUEL ESPERANZA CASTRO QUIROZ

REYNALDO ALEJANDRO VARGAS RODRIGUEZ

LIMA - PERU

1980

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA
PROGRAMA ACADEMICO DE ING. QUIMICA Y MANUFACTURERA.

" PROYECTO DE INVESTIGACION TECNOLOGICA PARA RE
FINAR ACEITES ESENCIALES EXTRAIDOS DE LA CORTE-
ZA DE LIMON Y NARANJA DE CONSUMO NACIONAL ".

Tesis para optar el título de Ingeniero Químico.

RAQUEL E. CASTRO QUIROZ
REYNALDO A. VARGAS R.

VOL. I I

LIMA - PERU.

1980.

" PROYECTO DE INVESTIGACION TECNOLOGICA PARA RE -
FINAR ACEITESESENCIALES EXTRAIDOS DE LA COR -
TEZA DE LIMON Y NARANJA DE CONSUMO NACIONAL".

" En este volúmen II, se muestran los resultados experimentales obtenidos en el laboratorio y los cromatogramas obtenidos de las muestras analizadas , Esta sección es excluida del Volúmen I , debido a que es una patente de la Compañía de Concentrados Nacionales CONASA " .

PARTE 2 : FASE EXPERIMENTAL

6. ANÁLISIS DE ACEITES ESENCIALES NATURALES DE LIMÓN Y NARANJA

Actualmente, las variedades de aceites esenciales de limón y naranja en el mercado nacional son muy diversificados; se tratará con las siguientes :

Limón

Aceite esencial nacional Chulucanas -USP

Aceite esencial importado 60325-34 SUIZA

Aceite esencial importado 5X-ESROLKO

Aceite esencial importado OIL 10179-FRAMONT

Aceite esencial importado 50.532/C -FIRPECO

Naranja

Aceite esencial nacional INDALSA-USP

Aceite esencial importado 4X s/c-MONSANTO

Aceite esencial importado NORDA-USP

6.1 PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS Y ORGANOLEPTICAS

6.1.1 Determinación en el laboratorio

6.1.1.1 Análisis preliminar

Se pone una muestra del aceite en una probeta graduada, se observa el color, la claridad, la viscosidad, la presencia o ausencia de sedimentos, y se anotan los resultados.

6.1.1.2 Análisis Organolépticos

Una gota o dos de aceite, se colocan cerca de un extremo de una tira de papel secante(de 10 cms. de largo por uno o dos cms. de ancho), que no tenga olor, una cantidad igual del aceite patrón usado para la comparación se pone en otra tira igual, y las dos se colocan juntas en ángulo recto sujetas con una grapa.

El aroma de los aceites debe ser estudiado cuidadosamente y comparado las materias adulteradas más volátiles y también se puede descubrir el disolvente, en el caso de un producto obtenido por extracción.

Como los papeles se han secado considerablemente, se pueden descubrir adulterantes menos volátiles.

6.1.1.3 Densidad relativa (25° / 25° C)

Para realizar ésta medición se agrega la muestra a una probeta y se coloca el aerómetro o densímetro y se toma la lectura. También puede utilizarse un picnómetro , que es un depósito de vidrio de volumen conocido en el cual se determina la densidad, pesando el contenido del picnómetro y dividiéndolo entre su volumen. Esto es realizado en una balanza electrónica.

Factor de conversión de la densidad relativa de (15/15C) a (25° / 25° C) :

limón: 0.0058

naranja dulce: 0.0057

6.1.1.4 Índice de refracción a 25°C

Se coloca la muestra en un refractómetro, se centra el visor y se toma la lectura. Se ha usado en el Laboratorio, el refractómetro Linder.

Factor de conversión del Ind. refrac.

Ac. de limón: 0.00046

Ac. de naranja dulce: 0.00045

Si el índice de refracción, está dada a temp. mayores de 20°C, la corrección se adiciona; pero si está dado a temp. menores, se resta la corrección.

6.1.1.5 Rotación óptica a 25°C

Se mide con un polarímetro; el utilizado en éstas pruebas, es el Carl Zeiss 155885

6.1.1.6 Solubilidad en alcohol

Se determina, mezclando aceite esencial con alcohol de diferentes concentraciones, a una temp. normal determinada.

Procedimiento

Se introduce exactamente 1 cc. del aceite, dentro de un tubo de vidrio taponado de 10 cc (calibrado a 0.1cc) y se adiciona lentamente, en pequeñas proporciones, alcohol de fuerza apropiada. Se agita completamente el tubo, después de cada adición. Cuando una solución clara es obtenida primero, se registra la fuerza y el número de volúmenes de alcohol requerido. Se continúa las adiciones de alcohol hasta 10 cc. Si ocurre opalescencia o nubosidad durante esas adiciones subsecuentes de alcohol, se registra el punto al que éste fenómeno ocurrió. En el caso de que una solución clara no se obtenga en ningún punto durante la adición de alcohol, se repita la determinación, usando un alcohol de más alta pureza.

CUADRO 6.1

PREPARACION DE ALCOHOLES DILUIDOS

alcohol %vol.	grav. esp. 25°/ 25°C	95% alcohol por vol (gr)	agua dest.(gr)
50	0.9342	460	540
60	0.9135	564	436
65	0.9019	619	381
70	0.8899	676	324
75	0.8771	734	266
80	0.8636	796	204
90	0.8336	927	73
95	0.8158	1000	0

Los siguientes términos empíricos , son usados en los laboratorios de los Hnos. Pritzsche y describen la aparencia de la solución:

claramente soluble; opalescente

ligeramente brumoso; ligeramente turbio

brumoso; turbio

ligeramente opalescente; nuboso

6.1.1.7 Residuos de evaporación

Se pesa exactamente (a exactitud de miligramos) una bien limpia fuente de evaporación Pyrex, que ha sido mantenida en un desecador por 30 min. Se adiciona la cantidad requerida de aceite(pesado a exactitud de miligramo) y se calienta en un baño de vapor por el tiempo prescrito en el cuadro 6.2. Luego, se permite que la fuente de evaporación se enfríe a temp. ambiente en el desecador y se pesa(a exactitud de miligramo).

Se calcula los residuos no volátiles obtenidos, los así llamados "residuos de evaporación" y se expresa como un % del aceite original.

CUADRO 6.2

ac. esencial	peso de muestra(gr)	período de calentam.(hr)
limón	5	4.5
naranja	5	4.5

Después se calienta por una hora adicional.

Expresión de resultados:

$$\% RE = \frac{100 (P - P_1)}{P} \quad \dots (6.1)$$

dónde: %RE = residuo de evap. en %

P = peso de aceite, en grs.(inicial)

P₁ = peso de aceite final(grs.)

Ejemplo: Ac. esen. limón Chulucanas

P = 5 grs.

P₁ = 4.895 grs.

Reemp. en (6.1), se tiene %RE = 2.1

6.1.1.8 determinación de ésteres

Procedimiento . Dentro de un frasco de saponificación resistente a los álcalis , de 100 cc., se pesa exactamente, cerca de 1.5 grs. de aceite. Se adiciona 5 cc. de alcohol neutro y 3 gotas de una solución alcohólica de fenolftaleína al 1%, neutralizando los ácidos libres con NaOH alcohólico 0.5 N, medido exactamente de una pipeta o bureta. Se une al frasco, un-

condensador de vidrio de 1 mt. de longitud y 1 cm de diámetro y se refluja el contenido del frasco por 1 hora , en un baño de vapor. Se remueve, y se permite enfriar a la temp. ambiente por 15 min. Se titula el exceso de álcali con HCl acuoso 0.5N. Una última adición de unas pocas gotas de solución de fenolftaleína - pura será necesario en éste punto. El HCl (0.5N), puede ser preparado por dilución de 85 cc. de ácido concentrado a 2 litros, debiendo luego, ser cuidadosamente estandarizado.

Reacción de saponificación:



R y R' pueden ser radicales alifáticos, aromáticos, o alicíclicos. (R puede también ser un átomo de H).

Expresión de resultados:

El contenido de éster puede ser calculado de:

$$\% \text{ de éster} = \frac{am}{20s} \quad \dots(6.3)$$

dónde:

a = # de cc de NaOH(0.5N) usado en la saponif .

m = peso molecular del éster

s = peso de la muestra en gramos

Esta fórmula asume que el éster es monobásico; para ésteres de ácidos dibásicos y dihidroxi alcoholes , el contenido de éster es dividido entre 2; para ácidos tribásicos y tri hidroxi alcoholes , entre 3

Cuando el éster presente en el aceite es desconocido, se usa , la siguiente fórmula:

$$\# \text{ de éster} = (28.05 a)/s \quad \dots (6.4)$$

El número de éster, puede rápidamente ser convertido a contenido de éster, expresado como un % en peso, por:

$$\% \text{ de éster} = m(\# \text{ de éster})/561.04 \quad (6.5)$$

Si el ácido es dibásico, o tiene dos grupos hidroxilo, el resultado se divide entre 2; si el ácido es tribásico o los radicales alcohólicos tienen tres grupos hidroxilo, se divide entre 3.

Ejemplo: Ac. esencial de naranja "Indalsa"

$$a = 17.6 \text{ ml}$$

$$s = 1.5 \text{ grs.}$$

Reemplazando en (6.4), se tiene:

$$\# \text{ de éster} = 32.98$$

6.1.1.9 Porcentaje de acidez y de aldehídos

Equipo

- 1 centrífuga de laboratorio
- 2 tubos de 15 ml para centrífugas con tapa
- 1 microbureta
- 3 pipetas de 1 ml de capacidad.

Soluciones

Solución alcohólica 0.1 N de KOH

solución alcohólica 0.1 N de HCl

solución alcohólica 1 N de cloruro de hidroxilamina -
neutralizada a un pH de 4.4

Indicador preparado por disolución de fenolftaleína (1%)
y azul de bromofenol (0.1%) en etanol.

Procedimiento

1 ml de aceite esencial de cítricos, es introducido en cada uno de los tubos de la centrífuga, seguido de una gota de indicador. La solución 0.1N de KOH se deja caer gota a gota de la microbureta. Los tubos son tapados, agitados y luego centrifugados por 10 segundos. Se observa el color del fondo y se le adiciona KOH adicional de la misma manera, hasta que la parte del fondo se torne violácea.

A = ml de KOH usados. Luego, 0.1 N HCl se le agrega gota a gota de la pipeta, hasta que la parte del fondo se ponga amarillo brillante. Ahora, 1 ml (1N de cloruro de hidroxilamina), se le añade como en la primera titulación, pero se detiene la adición cuando la parte del fondo se pone verdosa, B = ml de KOH usados

Expresión de resultados

$$\text{Acidez (mg KOH/1 gr.aceite)} = A (5.6)/0.85 \quad (6.6)$$

$$\% \text{ aldehídos (decanaldehído)} = B (156)/85 \quad (6.7)$$

$$\% \text{ aldehídos (citral)} = B (152)/85 \quad (6.8)$$

Ejemplo : ac. esencial de limón "Chulucanas"

$$A = 0,091 \text{ ml}$$

$$B = 0.48 \text{ ml}$$

Reemplazando en (6.6) y (6.7) y (6.8), se tiene:

$$\text{acidez (mg KOH/ 1 gr ac.)} = 0.60$$

$$\% \text{ aldehídos (decanaldehído)} = 0.88$$

$$\% \text{ aldehídos (citral)} = 0.87$$

6.1.2 Tabulación de resultados

Temp. a la que se llevó a cabo los análisis: 25° C

CUADRO 6.3

ACETTES ESENCIALES NATURALES Y NACIONALES

Propiedad	Ac. esencial de limón "Chulucanas"	Ac. esenc. de naranja : INDALSA
Aspecto	líq. límpido	líq. transparen.
Color	amarillo verdoso claro	amarillo pálido cristalino
Aroma y sabor	caract. al de limón, algo irri tante	característicos, parece naranja agria
densidad rel. (25° / 25°C)	0.860	0.840
rotación ópt. 25° C, (tubo 1 dm)	35° - 39°	92° - 96°
Ind. Refrac.	1.4722	1.4702
Residuos de evap. (%)	2.1	2
ACIDEz (mg KOH/1 gr ac.)	0.60	0.67
% aldehídos (citral)	0.87	1.2
# éster	45.27	32 .98

CUADRO 6.4

SOLUBILIDAD DE AC. ESENC. NATURALES Y NACIONALES

concentración de alcohol etílico	Ac. esencial de limón Chulucanas	Ac. esenc.de naranja : INDALSA
95°	soluble en 1 V de alcohol, pero claro, al agregar más volúmenes mantiene esa claridad.	sol. en 1 V de alcohol, pero es opaco, aclarándose con más volúmenes hasta a clararse completamente en 5 V.
90°	ligeramente soluble ⁱⁿ en 1 V de alcohol; es poco opaco, aclarándose conforme se aumenta los V de alc. siendo clara en 4 V	ligeramente soluble en 1V de alcohol; es brumoso. Es completamente clara en 8 V.
80°	1V: ligeramente soluble. 3V: soluble, y opaco 12V: complet.claro	1V: casi insoluble 4V: soluble, brumoso 15V: soluble, claro
75°	1V: casi insoluble 5V: soluble, nuboso 17V: complet.claro	1V: insoluble 7V: sol., brumoso 21V: compl.claro
70°	1V: insoluble 9V: soluble y brumoso	1V: insoluble 11V: soluble, brumoso.
65°	1V: insoluble 13V: casi soluble y brumoso	1V: insoluble 15V: mejora la solubilidad.

CUADRO 6.4
(continuación)

Conc. alcohol etílico	Ac. esenc. limón "Chulucanas"	Ac. esen. naranja INDALSA
60°	IV: insoluble con más V, es más soluble pero turbia	IV: insoluble con más V, más soluble, turbia.
50°	IV: insoluble con mas V, aumenta la solubilidad, pero se torna lechoso blanquecino.	IV: insoluble, al agregar más V de alcohol, se vuelve amarillo, formándose una suspensión.

V: volumen de alcohol por volumen de aceite

CUADRO 6.5

ACEITES ESENCIALES DE LIMÓN: NATURALES: IMPORTADOS.

Propiedad	Ac. Es. limón 5X- ESROLKO	Ac. es. de limón 60325-34 SUIZA
Aspecto	líquido transp.	líq. transparente
Color	amarillo verdusco cristalino	amarillo verdusco claro
Aroma y sabor	característicos aroma intenso	característicos aroma, menos intenso que ESROLKO
Densidad relativa (25°/25°C)	0,856	0,844
rotación ópt. (25°C, tubo 1 dm)	53° - 57°	61° - 65°

CUADRO 6.5

(continuación)

Propiedad	Ac. Es. limón 5X- ESROLKO	Ac. Es. de limón 60325-34 SUIZA
Inf. Refrac.	1.4724	1.4710
Residuo de evapor. (%)	2.2	2.2
acidez (mg KOH/1 gr ac.)	0.7	0.68
% aldehídos (citral)	0.88	0.89
Solubilidad	sol. en 3v de alc. de 95°	igual que 5X Esrolko

CUADRO 6.6

ACEITES ES. LIMON: NATURALES E IMPORTADOS

Propiedad	OIL 10179 FRAMONT	50.532/ C FIRPECO
Aspecto	líq. transparente	líq. transp.
Color	incolore	incolore
Aroma y sabor	olor más intenso que el FIRPECO, y duradero; sabor algo dulce	característico
densidad relativa (25°/ 25°C)	0,862	1.0052
rotación ópt. (25°C), tubo 1 dm.	60° - 64°	18° - 22°
I.Refracción	1.4727	1.4308

CUADRO 6.6

(continuación)

propiedad	OIL 10179 FRAMONT	50.532/C FIRPECO
Residuos de evaporac. (%)	2.3	2.3
acidez (mg KOH) 1 gr ac.	0.66	0.68
% aldehy. (citral)	0.88	0.89
# éster	46.15	46.18
Solubilidad	sol. en 3V de alcohol de 90°	sol. en 3V de alcohol de 90°

CUADRO 6.7

ACELITES ESENCIALES DE NARANJA: NATURALES, IMPORT.

Propiedad	NORDA U.S.P.	4 x s/c MONSANTO
Aspecto	líquido límpido	líquido límpido
Color	amarillo pálido cristalino	amarillo oro claro más intenso
Aroma y sabor	aroma caracter. sabor más dulce y agradable que INDALSA	característico de la naranja
densidad relativa (25° / 25°C)	0,840	0,841
Rotación ópt. (25°C, tubo 1 dm)	93° - 97°	96° - 100°
Ind. refrac.	1.4703	1.4702
Residuo de evapor. (%)	2.1	2.2

CUADRO 6.7

(continuación)

propiedad	NORDA U.S.P	4X s/c MONSANTO
acidez (<u>mg KOH</u>) 1 gr. ac.	0.67	0.68
% aldehídos (citral)	1.2	1.3
# éster	33.01	33
Solubilidad	sol. en 4V de alc. de 95°	igual que NORDA U.S.P

6.2 ANÁLISIS CROMATOGRÁFICOS

Los aceites analizados por cromatografía de gases fueron los aceites esenciales nacionales de: limón Chulucanas, y el de naranja "Indalsa", además de los aceites importados: de limón "Esrolko" y "Suiza", y los de naranja "Monsanto" y "Norda".

Los cromatogramas respectivos pueden verse en el Apéndice B.

6.2.1. Aceite Esencial de Limón "Chulucanas"

6.2.1.1 Características de operación

Cromatógrafo: Perkin-Elmer 900

Columna: 15% Carbowax 20M en CHROM./NAW
30-100 mesh.

Cantidad de muestra: 0,4 ml

Flujo de gas : de Helio 2.5

Temperatura programada: 100- 200°C

Rango programado: 30°C / min.

Tiempo inicial: 4 min
 Amplificador: x 100
 Atenuación : x 32
 Temperatura de inyección: 250°C
 Temperatura de detector : 222°C

6.2.1.2 Características del Cromatograma B1

<u>Nº de pico</u>	<u>tiempo de retención</u>	<u>área</u>
1	1'15''	0.18
2	2'00''	trazas
3	2'30''	trazas
4	3'15''	1.22
5	3'55''	1.02
6	4'45''	2.32
7	5'25''	1.25
8	6'30''	47.58
9	7'25''	11.11
10	8'05''	10.07
12	11'20''	0.52
13	12'00''	0.44
14	12'59''	0.56
15	13'45''	2.60
16+17	14'30''	5.16
19	15'45''	10.09
20	16'40''	3.73
21	17'20''	trazas
22	18'40''	2.14

6.2.2 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "INDALSA"

6.2.2.1 Características de operación

Cromatógrafo: Perkin-Elmer 900
 Columna : 15% CARBOWAX EN CHROMO.WNAW
 80-100 mesh
 Cantidad de muestra: 0.4 ml
 Flujo de gas He.: 2.5
 Presión de gas He : 50 psi
 Temperatura programada: 100-200°C
 Rango programado: 8°C / min
 Tiempo inicial: 4 min
 Amplificador: x 100
 Atenuación: x 32
 Temperatura de inyección: 250°C
 Temperatura de detección: 220°C

6.2.2.2 Características del Cromatograma B2

<u>Nº de pico</u>	<u>tiempo de retención</u>	<u>% de área</u>
1	1'15"	0.35
4	3'15"	0.33
6	4'45"	0.43
7	5'25"	1.85
8	6'30"	95.93
10	8'05"	0.33
13a	12'39"	0.30
14	12'59"	0.50

6.2.3 ACEITE ESENCIAL DE LIMÓN "ESROLKO"

6.2.3.1 Características de operación

Cromatógrafo: Perkin -Elmer 900
 Columna: 15% CARBOWAC 20 M en CHROM.WNAW
 80-100 mesh
 Cantidad de muestra: 0,4 ml
 Flujo de gas He : 2.5
 Presión de Helio : 50 psi
 Temperatura programada: 100-200°C
 Rango programado : 8°C / min
 Tiempo inicial : 4 '
 Amplificador: x 100
 Atenuación: x 32
 Temperatura de inyección: 250°C
 Temperatura de detector : 220°C

6.2.3.2 Características del Cromatograma B.3

<u>Nº de pico</u>	<u>Tiempo de retención</u>	<u>% de área</u>
1	1'15"	0.23
2	2'00"	0.46
4	3'15"	1.96
6	4'45"	12.58
7	5'25"	1.23
8	6'30"	62.28
9	7'25"	8.33
10	8'05"	2.11
11	10'30"	0.22
12	11'20"	trazas
13	12'00"	trazas
14	12'59"	0.39
16	15'45"	0.38
19	14'30"	2.72
20	16'40"	7.12

6.2.4 ACEITE ESENCIAL DE LIMON "SUIZA"

6.2.4.1 Características de operación

Cromatógrafo: Perkin-Elmer 900
Columna: 15 % Carbowax 20 M en CHROM.WNAW
80-100 Mesh
Cantidad de muestra: 0.25 ml
Flujo de gas He : 2.5
Presión del He : 50 psi
Temperatura programada: 100-200 °C
Rango programado: 8°C / min
Tiempo inicial : 4 min
Amplificador : x 100
Atenuación : x 32
Temperatura de inyección: 250°C
Temperatura de detección: 220°C

6.2.4.2 Características del cromatograma B4

<u>Nº de pico</u>	<u>Tiempo de retención</u>	<u>% área</u>
1	1'15"	0.77
4	3'15"	1.34
6	4'45"	12.60
7	5'25"	1.68
8	6'30"	67.47
9	7'25"	7.06
10	8'05"	3.40
13	12'00"	trazas
14	12'59"	trazas
16	14'30"	trazas
18	15'30"	trazas
19	15'45"	2.11
20	16'40"	3.58

(continúa en la siguiente pág)

6.2.5 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "NORDA"

6.2.5.1 Características de operación

Cromatógrafo: Perkin Elmer 900
Columna: 15% Carbowax 20M en CHROM.WNAW
80-100 ml
Cantidad de muestra : 0.4 ml
Flujo de gas He : 2.5
Presión de He : 50 psi
Temperatura programada: 100-200°C
Rango programado: 8°C / min
Tiempo inicial : 4 min
Amplificador: x 100
Atenuación : x32
Temperatura de inyección: 250°C
Temperatura de detector : 220°C

6.2.5.2 Características del cromatograma B5

<u>Nº de pico</u>	<u>Tiempo de retención</u>	<u>% área</u>
1	1'15"	0.14
4	3'15"	0.52
6	4'45"	0.57
7	5'25"	1.88
8	6'30"	9 5.52
10	8'05"	0.53
13a	12'39"	0.44
14	12'59"	0.42

(ver cromatogramas en el Apéndice B)

6.2.6 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "MONSANTO"

6.2.6.1 Características de operación

Cromatógrafo: Perkin-Elmer 900
Columna: 15% Carbowax 20M en CHROMO.WNAW
80-100 mesh
Cantidad de muestra: 0.25 ml
Flujo de gas He: 2.5
Presión de gas He : 50 psi
Temperatura programada: 100-200°C
Rango programado: 8°C / min
Tiempo inicial : 4 min
Amplificador: x 100
Atenuación : x 32
Temperatura de inyección: 250°C
Temperatura de detección: 220°C

6.2.6.2 Características del cromatograma B6

<u>N° de pico</u>	<u>tiempo de retención</u>	<u>% área</u>
1	1'15"	0.17
7	5'25"	1.29
8	6'30"	99.20
10	8'05"	trazas
13a	12'39"	0.63
14	12'59"	0.74

6.3 CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

6.3.1 . Observaciones

1. La parte técnica de éste proyecto se realiza en el Laboratorio de CEPSA(Compañía Embotelladora del Pa_ cífico S.A.), en el Laboratorio de Química Orgáni_ ca de la Universidad de Ingeniería. Los desarrollos y análisis cromatográficos en el I.I.A (Instituto_ de Investigaciones Agro-Industriales)
- 2 . Se han analizado aceites esenciales importados de - limón y naranja con la finalidad de que sirvan de - patrón de comparación con los existentes en el mer_ cado nacional; ac. esencial de limón Chulucanas y ac. esencial de naranja Inalsa.
3. Se ha expuesto con mayor detalle la solubilidad de - los aceites esenciales nacionales, porque ellos son el motivo de la presente tesis.
4. Las técnicas de análisis a aplicarse , son organo_ lépticos, físico-químicos y cromatográficos; ellos- nos dan importantes y suficientes informaciones so- bre los aceites en estudio. Los otros métodos tie- nen valor limitado para exámenes de laboratorio
- 5.No se ha analizado cromatográficamente, los ac. ese_ enciales de limón : OIL 10179-Framont y 50.532/C Firpeco debido a sus propiedades físico-químicas - similares con los otros ac. esenc. importados de li_ món
6. En el cromatograma que es realizado por el registra_ dor del cromatógrafo, aparecen unos picos. El área

de ellos representa el % cuantitativo de los componentes en la sustancia. Como los picos tienen aproximadamente la forma de triángulos, se aproximan las áreas de éstos picos por áreas de triángulos A_i , determinándose así su composición cuantitativa.

$$\% A_i = \frac{A_i}{\text{Área total}} \times 100$$

Se suman todas las áreas de los triángulos, lo cual da el área total, y se multiplica por 100.

6.3.2 Conclusiones

1. Debido a que la cromatografía de gases, sólo nos da la composición cuantitativa de los componentes para la identificación cualitativa, se han de realizar identificaciones tentativas, hasta poder identificar verdaderamente los compuestos de los aceites.
2. Los aceites esenciales son mezclas complejas, con más de 100 constituyentes, pero el cromatograma solamente nos muestra los de mayor composición cuantitativa.
3. Los picos de mayor área en un aceite esencial, ya sea de limón o naranja, representan los compuestos de la serie terpénica.
4. Los aceites de naranja, como pueden verse en los cromatogramas, poseen mayor porcentaje del d-limoneno y de composición mucho menor de compuestos oxigenados que el aceite de limón.

5. El porcentaje del d-limoneno es mucho mayor en los aceites esenciales de naranja, en donde es el 95%, mientras que en los de limón, el porcentaje es mucho menor, aprox. entre un rango de 40-70% ; esto es debido a que el aceite de limón, si bien es cierto, posee un porcentaje mayor de la fracción oxigenada que el ac. es. de naranja, posee otros compuestos sesquiterpenos y terpenos en mayor composición que éste.
6. Como puede verse en los cromatogramas, el componente en mayor proporción es el de mayor composición, siendo el d-limoneno, el cuál tiene un tiempo de retención de 6'30", para todos los aceites analizados.
7. Debido a que la composición de un aceite esencial no sólo depende de la variedad de la fruta y las condiciones climatológicas, sino también del método extracción usado; un aceite de una variedad y un mismo tiempo de cosecha, presenta cromatogramas de composición diferente (los picos serán los mismos, pero variarán las áreas).
8. El cromatograma del aceite de naranja "Indalsa", es casi exacto, al cromatograma del ac. de naranja "Norda" U.S.P., por lo que éste aceite nacional puede usarse con bastante seguridad de su calidad, en lo referente a aceites de calidad U.S.P.
9. Los cromatogramas de los ac. esenciales naturales servirán de comparación con los cromatogramas de ac. esenciales desterpados, interesándonos pri -

mordialmente los tiempos de retención de los picos y no su identificación cualitativa.

10. En la cromatografía de gases, la velocidad de elución es expresada como tiempos de retención, definido como el tiempo que transcurre entre la inyección de la muestra en la columna y el máximo de elución del componente en cuestión.
11. El aceite de naranja "Indalsa" presenta mayor % de citral y de rotación óptica (más cantidad de terpenos), pero menor densidad y solubilidad en alcohol etílico que el aceite esencial de limón "Chulucanas".
12. El aceite esencial de Naranja "Indalsa", presenta propiedades físico-químicas similares a la variedad "Norda", y es ligeramente diferente al 4Xs/c "Mon_santo".
13. El aceite esencial de limón "Chulucanas", presenta menor cantidad de terpenos que los ac. es. de limón importados, a excepción del 50.532/C-Firpeco.

7. DESTERPENACION POR DESTILACION:
SIMPLE Y A PRESION REDUCIDA

7.1 DESTERPENACION POR DESTILACION SIMPLE

7.1.1 Características de operación

Lugar: Laboratorio de Química Orgánica de la U.N.I.

Equipo: (ver figura 7.1)

1 vaso de 600 ml
1 trípode
1 rejilla de asbesto
1 mechero
2 soportes
2 pinzas
1 condensador con sus mangueras de plástico
1 balón de destilación de 125 ml
1 termómetro
1 adaptador
1 vaso de 100 ml
1 olla para hielo

Sustancias usadas:

Aceite de cocina para baño María
Hielo para condensar
Aceite U.S.P. de Naranja NORDA
Aceite esencial de limón OIL 10179 FRAMONT

Condiciones de trabajo:

Temperatura: 23°C
Volumen usado: 25 ml

7.1.2 Resultados y balance de materia

Los resultados que se obtuvieron en el laboratorio se muestran a continuación.

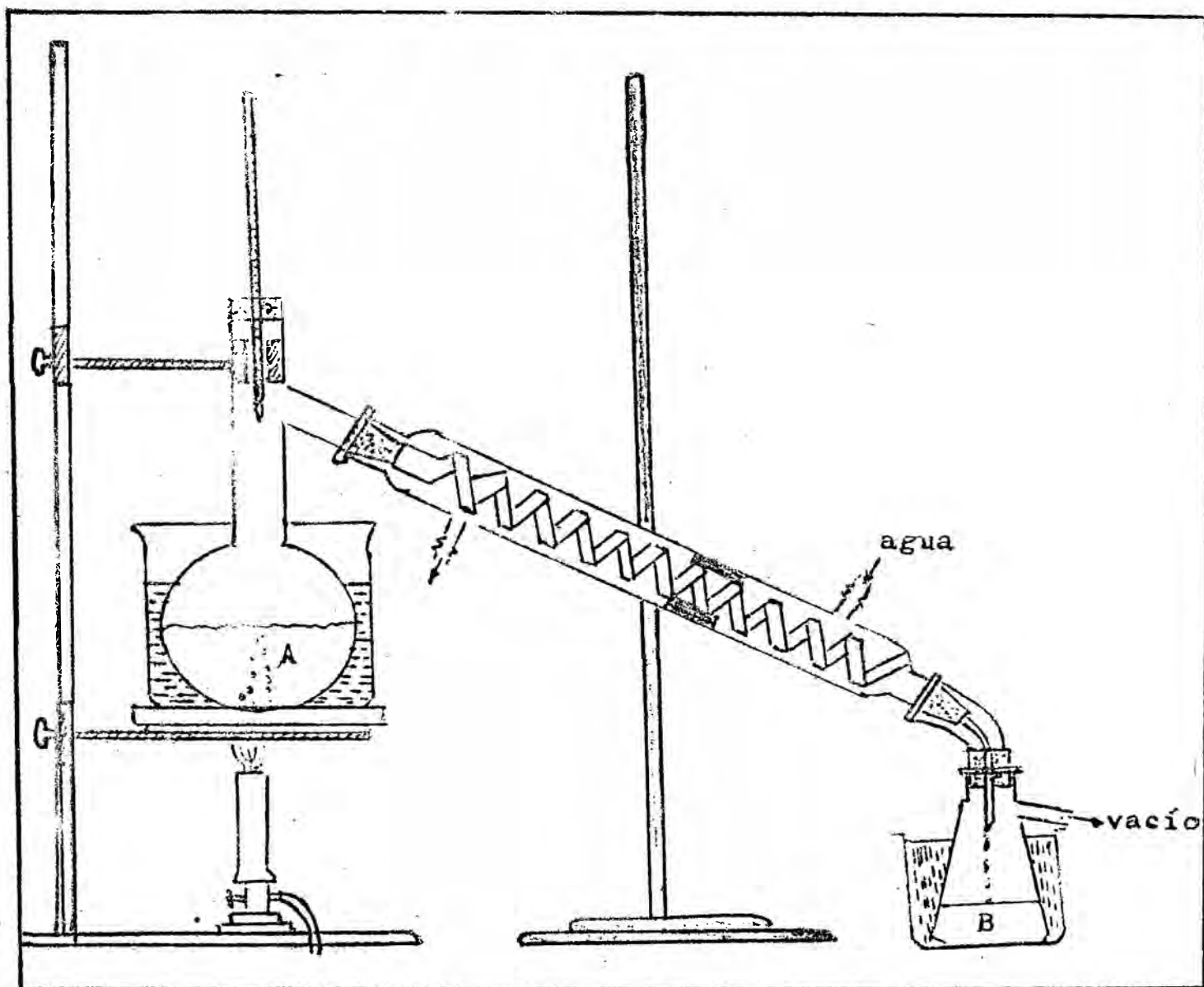


Fig7.1: "DESTILACION A VACIO"

A. concentrado
B. Porcentaje de terpenos y
sustancias volátiles.

ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "NORDA" U.S.P.

Rango de destilación : 172°C-175°C
Volumen obtenido de fracción de hidrocarburos: 19.6 ml
Color: blanquecino
Volumen de fracción oxigenada: 5 ml
Color: amarillo ámbar
volumen perdido: 0.4 ml
Porcentaje de volumen perdido: 1.6%
Conversión en concentrado: $(5/25) \times 100$: 20%

ACEITE ESENCIAL DE LIMON OIL 10179-FRAMONT

Rango de destilación: 130-133°C
volumen de compuestos terpénicos: 13.5 ml
Color: blanco, ligeramente amarillento
Volumen de fracción oxigenada: 10.9 ml
Color: ámbar (caramelo)
Volumen perdido: 0.6 ml
Porcentaje de volumen perdido: 2.5 %
Conversión en concentrado: 43.6%

7.2 DESTERPENACION POR DESTILACION A VACIO

7.2.1. características de operación

Lugar: Laboratorio de Química Orgánica de la U.N.I

Equipo:

- 1 vaso de 600 ml
- 1 trípode
- 1 mechero
- 1 balón de destilación de 125 ml
- 1 termómetro
- 1 condensador con mangueras de plástico
- 1 kitasato de 250 ml. con manguera para vacío
- 1 rejilla de asbesto
- 2 soportes metálicos
- 2 pinzas
- 1 bomba de vacío
- 1 olla para hielo

Disposición del equipo: Ver fig. 7.1

Sustancias usadas:

- Aceite de cocina para baño María
- Hielo para condensar
- Aceite esencial de naranja Norda U.S.P
- Aceite esencial de limón Framont OIL 10179
- Aceite esencial de limón Firpeco 50.532/c
- Aceite esencial de limón Suiza.

Ac. esencial de Naranja Monsanto 4X s/c
Ac. esencial de limón Chulucanas

7.2.2 Resultados y balance de materia

ACEITE ESENCIAL DE LIMON "CHULUCANAS"

Temperatura de la muestra: 25°C
Volumen de muestra usada: 100 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Tiempo de destilación : 25 min
Temperatura de destilación : 67 min 72°C
Volumen de fracción oxig. : 20 ml
Color: amarillo verdoso
Volumen de fracción de hidrocarburos: 70 ml
Color: blanquecino
Volumen perdido: 10 ml
Porcentaje de vol. perdido: 10%
Conversión en concentrado: $(20/100) \times 100$: 20%

ACEITE ESENCIAL DE LIMON SUISA 60325-34

Temperatura de la muestra: 28°C
Volumen usado: 50 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Temperatura de destilación : 56°- 60°C
Volumen refinado en el balón: 10.8 ml
Color: amarillo verdoso
Volumen de compuestos terpenicos: 13 ml
Color : blanquecino
Volumen perdido: 26.2
Porcentaje de vol. perdido: 52.4 %
Conversión en concentrado: 21.6%

ACEITE ESENCIAL 5X- ESROLKO

conversión en concentrado: $(11/50) \times 100$: 22%
Temperatura de la muestra: 26°C
Volumen usado de muestra: 50ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Temperatura de destilación: 58°-60°C
Volumen refinado en el balón: 11 ml
Color: amarillo
Volumen de compuestos terpenicos: 14 ml
Color: blanquecino
Volumen perdido: 25 ml
Porcentaje de vol. perdido: 50 %

ACEITE ESENCIAL DE LIMON FRAMONT OIL 10179

Temperatura de la muestra: 23°C
Volumen usado: 33.4 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg.
Temperatura de destilación: 80°C -83°C
Volumen refinado en el balón: quedó una masa muy viscosa, tipo caramelo, de aproximadamente 1 ml de volumen.
Volumen de compuestos terpénicos: 8.4 ml
Volumen perdido: 24 ml
Porcentaje de volumen perdido: 71.85%
Tiempo de destilación: 25 min
Conversión en concentrado: 2.99%

ACEITE ESENCIAL DE LIMON "FIRPECO" 50.3320

Temperatura de la muestra: 28°C
Volumen usado: 50 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Tiempo de destilación: 15 min
Temperatura de destilación: 69°-70°C
Volumen de aceite refinado: 27 ml
Color: incoloro
Volumen de compuestos terpénicos: 7.6 ml
Color: blanquecino
Volumen perdido: 15.4 ml
Porcentaje de volumen perdido: 30.8%
Conversión en concentrado: 54%

ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "INDALSA"

Temperatura de la muestra: 25°C
Volumen usado: 100 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Tiempo de destilación: 20 min
Temperatura de destilación: 58-65°C
Volumen de aceite refinado: 15 ml
Color: naranja oscuro
Volumen de fracción de hidrocarburos: 70ml
Color: amarillo pálido
Volumen perdido: 15 ml
Conversión en concentrado: 15 %

ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "MONSANTO" 4X s/c

Temperatura de la muestra: 28°C
Volumen usado: 50 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Tiempo de destilación : 15 min
Temperatura de destilación : 90-110°C
Volumen refinado en el balón: 21 ml
Color: amarillento
Volumen con terpenos: 10 ml
Color: blanquecino
Volumen perdido: 19 ml
Porcentaje de volumen perdido: 38%
Conversión en concentrado: 42 %

ACEITE ESENCIAL DE NARANJA "NORDA" U.S.P.

Temperatura de la muestra: 28°C
Volumen usado: 50 ml
Presión de vacío: 110 mm Hg
Tiempo de destilación : 15 min
Temperatura de destilación: 39°C - 41°C
Volumen refinado en el balón: 8,8 ml
Color: ámbar, caramelo
Volumen de compuestos terpénicos: 19.2 ml
Color: blanquecino
Volumen perdido: 22 ml
Tiempo de destilación: 15 min.
Porcentaje de vol. perdido: 44 %

(El vacío se aplicó a partir de los 30°C)
Conversión en concentrado: 17.6%

7.3 CARACTERISTICAS FINALES DE ACEITES DESTERPENADOS
POR DESTILACION A VACÍO

7.3.1. PROPIEDADES FISICO QUIMICAS Y ORGANOLEPTICAS

A continuación se muestran cuadros de propiedades , no sólo de los aceites anteriores, sino también de las fracciones terpénicas de los aceites esenciales de limón "Chulucanas", y naranja "Indalsa".

CUADRO 7.1

ACEITES ESENCIALES DESTILADOS DE LIMÓN

Propiedades fracc. exig. ac. esencial	Ac. Es. Limón 00325-34 SMLA	Ac. es. Limón 50.532/c FINE CO
Aspecto	líquido viscoso	líquido viscoso.
Color	más intensa que la muestra ori- ginal	más intensa que la muestra ori- ginal.
Olor	pierde un poco su fragancia.	pierde un poco - su fragancia y - frescura.
densidad re lativa(25°/25°c)	0.854	0.872
Rotación óp tica(25°c, tubo 1 dm)	55°-59°	0°-2°
I. Refrac.	1.4735	1.4722
Residuos de evap.(%)	0%	0%
acidez(mg KOH) 1 gr ac.	0.67	0.67
Índice alcoh.(citrál)	5.35	5.36
No. éster	28.25	28.15
Solubilidad	Sol.en 1v de al- cohol de 95°	insoluble en al- cohol de cualquier concentración

CUADRO 7.2

ACEITE ESENCIAL DE NARANJA INDIAISA
DESTERPENADO

Propiedades	Fracción oxigenada	Fracción de hidrocarburos
Aspecto	líquido bastante viscoso	líquido móvil
Color	naranja oscuro	amarillo pálido
Aroma y sabor	parecido al original, no irritante.	similar al original, menos intenso.
densidad relativa (25° / 25°C)	0.853	0.842
Rotación óptica (25°C) tubo 1 dm	84° - 88°	94° - 98°
I. Refrac.	1.4779	1.4692
Residuo de evaporac. (%)	0 %	2.1%
acidez (mg KOH) / 1 gr. ac.	0.67	0.67
% ald. (citral)	5.36	0.80
N° éster	28.15	16.20
Solubilidad	soluble en 1V de alc. 95°	insoluble en alcohol de cualquier concentrac.

CUADRO 7.3

ACEITE ESENCIAL DESTERPENADO DE L.CHULUCANAS

Propiedades	Fracción oxigenada	Fracción de hidrocarburos
Aspecto	líquido viscoso	líquido móvil
Color	amarillo verdoso más intenso que el original	amarillo verdoso bastante claro
Aroma y sabor	pierde un poco su fragancia, sabor característico	similar al original, menos intenso.
densidad relativa (25°/25°) (tubo 1 dm)	0,871	0,851
rotación óptica (25°C) tubo 1 dm	32° - 36°	47° - 51°
I.Refrac.	1.479	1.4747
Residuo de evaporac. (%)	0%	2.2%
acidez (mg KOH) / 1 gr. ac.	0.65	1.97
% aldehídos (citrál)	2.14	0.53
No.éster	38.45	24.12
Solubilidad	soluble en 1v alcohol de 95°	insoluble en alcohol de cualquier conc.

CUADRO 7.4

ACEITES ESENCIALES DESTERPENADOS DE NARANJA

Prop. fracc. oxig. ac. es.	Ac. esen. naranja NORDA U.S.P	Ac. es. naranja 4X s/c MONSANTO
Aspecto	líquido viscoso	líq. muy viscoso.
Color	más intenso que el original	más intenso que el original
OLOR	pierde un poco su fragancia	pierde un poco su fragan.
Densidad relativa(25°/25°C)	0.853	0.854
Rotación óptica(25°C, tubo 1 dm)	91°- 95°	91°- 95°
I. refrac.	1.4769	1.4720
Residuos de evap.(%)	0%	0%
acidez(mgKOH) 1 gr.ac	0.67	0.676
% ald.(citral)	5.36	5.38
No. éster	28	28
Solubilidad	sol. en 1 v de alcohol de 95°	insoluble en cualquier conc. alc.

CUADRO 7.5

ACEITES ESENCIALES DETERMINADOS DE LIMÓN

Prop. fracc. oxig. de ac. esencial	Ac. esencial lim OIL 10179 FRAMONT	Ac. es. lim. 5X-ESROLKO
Aspecto	líquido viscoso	líq. muy viscoso
Color	más intenso que el original	más intenso que el original.
Olor	pierde un poco su fragancia	pierde un poco su frag.
Densidad relativa(25°/25°C)	0.872	0.878
Rotación óptica(25°C, tubo 1 dm)	54° - 58°	48° - 52°
Índice Refrac.	1.4818	1.4801
Residuos de evap.(%)	0%	0%
acidez(<u>mg KOH</u>) 1 gr.aceite	0.665	0.671
% aldeh.(citral)	5.36	5.38
No. éster	28.17	28.8
Solubilidad	en IV alc. a 95°	insoluble en alc.

7.3.2 Análisis cromatográficos

Los cromatogramas muestran lo siguiente:

B7: Ac. esencial de naranja Indalsa destilado a vacío

B8: Terpenos del aceite de naranja Indalsa destilado a vacío

B9: Ac. es. limón Chulucanas destilado a vacío.

Estos cromatogramas se hallan en el apéndice B.

Las características de operación han sido:

Columna: 15 % Carbowax 20 M en Chrom.Wnaw- 80-100 mesh

Cantidad de muestra: 0,1 ul

Presión de Helio: 40 psi

Temp. programación : 100-200°C

Rango prog. : 12°C / min

Tiempo inicial : 8 min.

Amplificador: x100

Atenuación : x 32

Temp. inyección: 250°C

Temp. Detector : 220°C

La evaluación de éstos picos es per comparación de picos con el aceite esencial natural de limón "Chulucanas" , ya que presenta el mayor número de picos.

Debido a que nos interesa reducir la fracción terpénica y aumentar la fracción oxigenada en los cromatogramas de los ac. desterpénados y lo inverso en los cromatogramas de la fracción terpénica: basta la comparación visual, y no una comparación porcentual como se ha hecho anteriormente.

7.4 CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

7.4.1 Observaciones

1. Como hemos estado trabajando a nivel de laboratorio, y a manera de ensayo, se ha tratado de refinar primero los aceites esenciales por medio de la destilación simple; las muestras resultantes no se utilizaron posteriormente
2. En vez de aceite vegetal, como baño María, se puede utilizar como otra sustancia : glicerina, u otra con punto de ebullición alto y no inflamable. El aceite vegetal permite obtener un calentamiento uniforme y lento.
3. El equipo fue cuidadosamente lavado previamente y sellado con litargirio para evitar fugas de vapores. Sin embargo, se observan variaciones del punto de ebullición de un mismo aceite esencial; esto se debe más que todo a la deficiencia de la bomba de vacío y también posiblemente, a que el sistema no se haya logrado cerrar completamente y hayan pequeñas fugas.
4. El vacío se aplicó después de un breve calentamiento de la muestra, más o menos a unos 40°C.
5. El aceite de limón FIRPECO es un aceite más denso y viscoso que todos los demás aceites esenciales-tratados, es por ello que su velocidad de destilación es bastante lenta.
6. En la olla de hielo, donde se recoge la fracción de hidrocarburos, se agregó sal para lograr un me

jor enfriamiento.

7. No se puede obtener menor presión de vacío (110 mm-Hg), debido a la limitación del equipo; además esta presión no será constante debido a que la bomba trabaja en un sistema de tuberías, donde constantemente se abren éstas llaves y otras, existiendo fugas. Otra razón, es el tiempo que ya tiene de servicio el equipo.
8. Antes de aplicar vacío, se calentó la muestra un poco, debido que (aprox. 40°C) a ésta temperatura no destila ningún componentes en la mezcla.
9. La muestra de aceite de limón FRAMONT OIL 10179, tuvo demasiado tiempo de destilación, por lo que se concentró demasiado, e inclusive tuvo sobrecalentamiento, notándose un cierto olor a quemado.

7.4.2 Conclusiones

1. Este método de refinación de aceites esenciales ha sido tomado como un método alternativo en éste proyecto, debido a que la separación completa de los-componentes oxigenados de los terpenos y sesquiterpenos es a menudo imposible, debido a que el rango de ebullición de todos los terpenos, sobrepasa el de los ésteres más importantes. Este problema se complica por la existencia de mezclas azeotrópicas y la inadecuada capacidad de fraccionamiento de los equipos de destilación.
2. Debido a los diferentes compuestos que presentan en su composición, los aceites esenciales tienen -

un rango de ebullición y no un sólo valor en la temperatura.

3. Es preferible trabajar con destilación a vacío, - porque generalmente, un compuesto orgánico que tenga puntos de destilación mayores que 100°C , se descompone, y con el vacío se baja la temperatura de ebullición, lográndose mejor aceptación en cuando a productos resultantes.
4. Es necesario trabajar con un vacío regulable, debido a que cuando hay vacío excesivo, la mezcla hierve muy lentamente; hay el peligro de que se succione la mezcla.
5. Los componentes oxigenados del aceite esencial, son bastante sensibles al calor, es por eso, que éstos son prontamente polimerizados o resinificados, causando estragos en el sabor y olor del aceite.
6. Los aceites esenciales refinados por destilación a vacío, ya no presentan ese olor a quemado que presentaban los destilados en forma simple; pero si es imposible refinar completamente el aceite por éste método, comprobándose con el ac. limón FRAMONT.
7. Lo que se hace generalmente con la destilación a vacío, es concentrar un aceite esencial.
8. Al destilar a vacío se obtienen mayores porcentajes de pérdidas de volumen de muestra destilada debido principalmente a que el condensador es de línea recta, donde el baño de frío no es muy eficiente. Esto puede mejorarse con un condensador en serpiente, colocando otro kitasato en serie al anterior,

para que el compuesto pase por dos baños de -
frío y pueda condensarse así mucho más de éste.

9. Las destilaciones a vacío se hacen con diferentes tiempos de destilación, para observar la variación en lo que respecta a su aroma y fragancia.
10. Las pérdidas de terpenos se pueden minimizar al destilar, utilizando un adaptador de pico largo para poder introducir éste lo más que se pueda en el kitasato de recuperación de terpenos, y ponien éste en un buen baño de hielo.
11. Si comparamos los cromatogramas de ac. esencial de naranja Indalsa B2(natural) y B7(concentrado) se observa un decremento del pico 8 "limoneno" en el cromatograma B7; y los picos 13a y 14 se incrementan .
En el cromatograma B8 se incrementa casi 4 veces el pico 8 "limoneno" (terpenos de naranjada destilado a vacío), y en menor escala los picos 7,6,4.
En el cromatograma B9 (ac.limón destilado a vacío) hay un incremento bastante notorio del pico 19 "citral" y en menor escala los picos 16,17,21; mientras que el pico 8 "limoneno" se reduce notablemente".

8. DESTERPENACION POR DISOLUCIÓN

SELECTIVA

8.1 CARACTERÍSTICAS DE OPERACIÓN

Lugar: Laboratorio de la Compañía Embotelladora del
Pacífico S.A. (CEPSA)

Equipo:

- 3 vasos de 600 ml
- 1 trípode
- 1 rejilla de asbesto
- 1 mechero
- 2 soportes
- 1 probeta de 50 ml
- 2 pinzas
- 1 condensador con sus mangueras de plástico
- 1 balón de destilación de 125 ml
- 1 termómetro
- 1 adaptador
- 1 vaso de 100 ml
- 1 olla para hielo
- 1 balanza electrónica
- 1 embudo ,10 cm diámetro
- 1 agitador de veloc. regulable
- 1 pera de decantación de 1/2, 1 , 2 litros
- 7 tubos de vidrio sellados.

Disposición del equipo: Ver fig. 9.1, a partir del
paso 2.

Sustancias usadas:

- Aceite esencial de limón Chulucanas
- aceite esencial de naranja Indalsa
- alcohol diluido de 90°, 80°, 70°, 60°
- pentano
- hexano
- hielo para condensar
- aceit. de cocina para baño María
- sal de cocina

Procedimiento

El método desarrollado es el laboratorio, es el de extracción por lotes, que consiste en lo siguiente:

Se mezcla el aceite esencial con alcohol diluido, y si se desea, el pentano o hexano, en un vaso de vidrio - (las proporciones varían de acuerdo al caso a tratarse se coloca dentro un agitador de velocidad regulable y se agita durante 4 horas, dejándose reposar en una pera de decantación durante 12 horas. Luego, se separa la fase terpénica de la esencia hidrosoluble (conteniendo la fracción oxigenada); filtrándose ésta última, dos veces para dejarla completamente cristalina.

Para una segunda extracción, se le vuelve a añadir, el alcohol, agua destilada, opcionalmente :pentano o hexano a la fase terpénica; repitiéndose el procedimiento anterior.

La esencia hidrosoluble es destilada para eliminar el alcohol (T: 78°C); la solución resultante se la mezcla con salmuera (Na Cl :20% en peso) en una pera de decantación. Se deja reposar 20 minutos y se separa el alcohol acuoso del aceite refinado. Se sigue lavando el aceite con salmuera hasta eliminar todo el alcohol. Se filtra el aceite resultante y se guardan en tubos completamente sellados. El papel de filtro usado se lava con alcohol (el cual va ser evaporado posteriormente por calentamiento, de la solución), para arrastrar el aceite. El aceite resultante ,se añade al ya obtenido en los tubos sellados.

La fase terpénica es separada del alcohol, con la sol. de salmuera, en la misma forma que para la esencia , y si tiene hexano o pentano, se destila a 69° o 36° C respect.

8.2 ACEITE ESENCIAL DE LIMON CHULUCANAS

8.2.1. Refinación con alcohol diluido de 70°

8.2.1.1 Resultados y balances de extracción:

Temperatura ambiente: 25°C

PRIMERA EXTRACCION

Se usó:

Volumen de aceite esencial:	200 ml
Volumen de alcohol de 70° :	500 ml
Volumen de agua destilada :	300 ml
Total :	<u>1000 ml</u>

Se obtuvo:

Volumen de aceite rico en terpenos:	185 ml
Volumen de esencia hidrosoluble :	815 ml
Total :	<u>1000 ml</u>

SEGUNDA EXTRACCIÓN

Se usó:

Vol.aceite rico en terp.de la 1 ^{ra} extracción	: 185 ml
Volumen de alcohol de 70°	: 300 ml
Volumen de agua destilada	: 100 ml
Total	: <u>585 ml</u>

Se obtuvo:

Vol.aceite rico en terpenos:	178 ml
Vol.esencia hidrosoluble :	407 ml
Total	: <u>585 ml</u>

OBTE NCION DE TERPENOS

vol.aceite rico en terpenos que se va a tratar :	178 ml
Vol. de terpenos después de lavar con salmuera :	165 ml
Vol. alcohol recuperado :	13 ml
Balance	
<u>Vol. usado = Vol. obtenido =</u>	<u>178 ml</u>

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

Vol. total sol.es.hidrosol. : 815 + 407 : 1222ml

Se obtuvo:

Vol.tot.sol.es.hidros.filtrada: 1130 ml
Vol.perdido en el filtrado : 92 ml

Total: 1222 ml

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

Vol.sol.es. hidrosoluble : 1130ml

Se obtuvo:

alcohol recuperado por des-
tilación simple : 727 ml
aceite refinado : 16 ml
agua recuperada : 377 ml
pérdidas de sol.hidros.al des-
tilar : 10 ml

Total 1130 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Vol. alcohol inicial 800 ml
alcohol recuperado en obten-
ción de terpenos: 13 ml
alcohol recuperado en obten-
ción de aceite ref.: 727 ml
pérdidas de alcohol: 60 ml
Balance
vol.usado = vol. obtenido : 800 ml

8.2.1. Rendimientos

Conversión en aceite dester-
penado: $(16/200) \times 100$: 8%
Conversión en terpenos :
 $(165/200) \times 100$: 82.5%
alcohol recuperado
 $(740/800) \times 100$: 92.5%
agua recuperada
 $(377/400) \times 100$: 94.25%

8.2.2 Refinación con alcohol diluido de 60°

8.2.2.1. Resultados y balances de extracción

Temperatura ambiente: 25°C

PRIMERA EXTRACCION

Se usó:

Volumen de aceite esencial	: 200 ml
Volumen de alcohol de 60°	: 500 ml
Volumen de agua destilada	: 300 ml
Total	: <u>1000 ml</u>

Se obtuvo:

Volumen de aceite rico en terpenos:	187ml
Volumen de esencia hidrosoluble	: <u>813ml</u>
Total	: <u>1000ml</u>

SEGUNDA EXTRACCION

Se usó:

Vol. ace. rico en terp. de la primera extracción	: 187ml
Vol. alcohol de 60°	: 300ml
Vol. agua destilada	: 100ml
Total	: <u>587ml</u>

Se obtuvo:

Vol. aceite rico en terpenos	: 180ml
Vol. esencia hidrosoluble	: 407ml
Total	: <u>587ml</u>

TERCERA EXTRACCION

Se usó:

Vol. ac. rico en terpenos de la segunda extracción	: 180ml
Vol. alcohol de 60°	: 230ml
Vol. agua destilada	: 70ml
Total	: <u>480ml</u>

Se obtuvo:

Vol. ac. rico en terpenos	: 176 ml
Vol. esencia hidrosoluble	: <u>304ml</u>
Total	: 480ml

OBTENCION DE TERPENOS:

Se usó:

Volumen de aceite rico en terpenos : 176ml
que se va a tratar.

Se obtuvo:

Volumen de terpenos después de
lavar con salmuera : 164ml
Vol. alcohol recuperado : 12ml
Total : 176ml

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

vol.total sol.es.hidros.:
(813 + 407 + 304) : 1524 ml

Se obtuvo:

Vol. tot.sol es. hidros.filtrada : 1434 ml
Vol.perdido en el filtrado : 90 ml
Total : 1524 ml

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

Vol.sol.es.hidrosoluble : 1434 ml

Se, obtuvo:

alcohol recuperado por des-
tilación simple : 973 ml
aceite refinado : 17 ml
agua recuperada : 434 ml
pérd. de sol hidros.al des-
tilar : 10 ml
Total : 1434 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Vol. de alcohol inicial : 1030 ml
alcohol recuperado en la ob-
tención de terpenos : 12 ml
alcohol recuperado en ob-
tención de refinado : 973 ml
pérdidas de alcohol : 45 ml
vol.usado = Vol.obtenido : 1030 ml

8.2.2.2 Rendimientos

Conversión en aceite desterr- penado: (17/200)x100	:	8.5%
Conversión en terpenos (164/200)x100	:	88%
alcohol recuperado (985/1030)x100	:	95.63%
agua recuperada (434/470)x100	:	92.34%

8.2.3 Refinación con alcohol diluido de 70° y pentano

8.2.3.1 Resultados y balances de extracción

Temperatura ambiente: 25°C

PRIMERA EXTRACCION

Se usó:

Volumen de aceite esencial	:	200 ml
Volumen de alcohol de 70°	:	500 ml
Volumen de agua destilada	:	300 ml
Volumen de pentano	:	200 ml
Total		<u>1200 ml</u>

Se obtuvo:

Vol.de aceite rico en terpeno y pentano:	:	340 ml
Volumen de esencia hidrosoluble	:	810ml
Vol.pentano volatilizado	:	50 ml
Total		<u>1200 ml</u>

SEGUNDA EXTRACCION

Se usó:

Vol. aceite rico en terp. de la primera extracción	:	340 ml
Vol.alcohol de 70°	:	300 ml
Vol.agua destilada	:	100 ml
Vol. pentano	:	50 ml
Total		<u>790 ml</u>

Se obtuvo :

Vol.aceite rico en terpenos y pentano	:	330 ml
Vol.esencia hidrosoluble	:	404 ml
Vol.pentano volatilizado	:	56 ml
Total		<u>790 ml</u>

OBTENCION DE TERPENOS

Se usó:

Vol. de aceite rico en terpenos y
pentano que se va a tratar: 330 ml

Se obtuvo:

Vol. de terpenos después de separar
el pentano, alcohol y lavar con sal
muera : 180 ml
Vol. pentano recuperado : 140 ml
Vol. alcohol recuperado : 10 ml
Total : 330 ml

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

vol. total sol. es. hidrosol.:
(810 + 404) : 1214 ml

Se obtuvo:

Vol. tot. sol. es. hidros. filtrada: 1150 ml
Vol. perdido en el filtrado : 64 ml
Total : 1214 ml

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

vol. tot. sol. hidrosoluble : 1150 ml

se obtuvo:

alcohol recuperado por desti
lación simple : 720 ml
aceite refinado : 10 ml
agua recuperada : 378 ml
pérdidas de sol. hidros. al des
tilar : 42 ml
Total : 1150 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Volumen alcohol inicial : 800 ml
alcohol recuperado en la ob-
tención de terpenos : 10 ml
alcohol recuperado en la ob-
tención de ac. refinado : 720 ml
pérdidas de alcohol : 70 ml

Vol.usado = vol. obtenido = 800 ml

RECUPERACION TOTAL DE PENTANO

Se usó:

pentano usado : 250 ml

Se obtuvo:

pentano recuperado : 140 ml

pentano perdido : 110 ml

Total : 250 ml

8.2.3.2 Rendimientos

Conversión en aceite desterr-
penado: $(10/200) \times 100$: 5

Conversión en terpenos
 $(180/200) \times 100$: 90%

alcohol recuperado :
 $(730/800) \times 100$ 91.25%

agua recuperada :
 $(378/400) \times 100$ 94.5 %

pentano recuperado :
 $(140/250) \times 100$ 56 %

8.2.4 Refinación con alcohol diluido de 60° y pentano

8.2.4.1 Resultados y balances de extracción

Temperatura ambiente: 25°C

PRIMERA EXTRACCION

Se usó:

Volumen de aceite esencial : 200 ml

Volumen de alcohol de 60° : 500 ml

Volumen de agua destilada : 300 ml

Volumen de pentano : 200 ml

Total : 1200 ml

se obtuvo:

Vol.de aceite rico en ter-
penos y pentano : 350 ml

Vol.esencia hidrosoluble : 809 ml

Vol.pentano volatilizado : 41 ml

Total : 1200 ml

SEGUNDA EXTRACCION

Se usó:

Vol.aceite rico en terp, y pentano de la primera extracción	:	350 ml
Vol.alcohol de 60°	:	300 ml
Vol.agua destilada	:	100 ml
Vol. pentano	:	<u>50 ml</u>
Total	:	800 ml

Se obtuvo:

Vol.aceite rico en terpenos y pentano	:	350 ml
Volumen de esencia hidrosoluble	:	404 ml
Vol.pentano volatilizado	:	<u>46 ml</u>
Total	:	800 ml

TERCERA EXTRACCION

Se usó:

Vol.aceite rico en terpenos y pentano de la segunda extrac.	:	350 ml
Vol.alcohol de 60°	:	230 ml
Vol.agua destilada	:	70 ml
Vol.pentano	:	<u>50 ml</u>
Total	:	700 ml

Se obtuvo:

Vol aceite rico en terpenos y pentano	:	350 ml
Vol. esencia hidrosoluble	:	302 ml
Vol.pentano volatilizado	:	<u>48 ml</u>
Total	:	700 ml

OBTENCION DE TERPENOS

Se usó:

Vol.de aceite rico en terpenos y pentano que se va a tratar	:	350 ml
---	---	--------

Se obtuvo:

Vol.de terpenos después de separar el pentano, alcohol y lavar con salmuera	:	175 ml
---	---	--------

Vol. pentano recuperado	:	145 ml
Vol. alcohol recuperado	:	30 ml
Total	:	<u>350 ml</u>

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

Vol. total sol. es. hidrosol (809 + 404 + 302)	:	1515 ml
---	---	---------

Se obtuvo:

Vol. tot. sol. es. hidros. filtrada	:	1420 ml
Vol. perdido en el filtrado	:	95 ml
Total	:	<u>1515 ml</u>

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

Vol. tot. sol. hidrosoluble	:	1420 ml
-----------------------------	---	---------

Se obtuvo:

alcohol recuperado por desti- lación simple	:	960 ml
aceite refinado	:	10.5 ml
agua recuperada	:	440 ml
pérdidas de sol. hidros. al des- tillar	:	<u>9.5 ml</u>
Total	:	1420 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Se usó:

Volumen de alcohol inicial	:	1030 ml
----------------------------	---	---------

Se obtuvo:

alcohol recuperado en la ob- tención de terpenos	:	30 ml
alcohol recuperado en la ob- tención de ac. refinado	:	960 ml
pérdidas de alcohol	:	<u>40 ml</u>
Total	:	1030 ml

RECUPERACION TOTAL DE PENTANO

Se usó:

pentano usado	:	300 ml
---------------	---	--------

Se obtuvo:

pentano recuperado	:	145 ml
pentano perdido	:	155 ml
		<hr/>
Total :		300 ml

8.2.4.2 Rendimientos

Conversión en aceite des- terpenado: $(10.7/200) \times 100$:	5.25%
Conversión en terpenos (175/200) $\times 100$:	87.5%
alcohol recuperado (990/1030) $\times 100$:	95.1%
agua recuperada (440/ 470) $\times 100$:	93.6%
pentano recuperado (145/300) $\times 100$:	48.33%

8.2.5 Refinación con alcohol diluido de 70° y hexano

8.2.5.1 Resultados y balances de extracción

Temperatura ambiente: 25°C

PRIMERA EXTRACCIÓN

Se usó:

Volumen de aceite esencial	:	200 ml
Volumen de alcohol de 70°	:	500 ml
Volumen de agua destilada	:	300 ml
Volumen de hexano	:	200 ml
		<hr/>
Total :		1200 ml

Se obtuvo:

Vol.de aceite rico en ter- penos y hexano	:	350 ml
Vol.esencia hidrosoluble	:	810 ml
Vol.hexano volatilizado	:	40 ml
		<hr/>
Total :		1200 ml

SEGUNDA EXTRACCIÓN

Se usó :

Vol.aceite rico en terpe- nos y hexano de la 1° ext.	:	350ml
---	---	-------

Vol.alcohol de 70°	:	300 ml
vol.agua destilada	:	100 ml
Vol. hexano	:	50 ml
Total	:	800 ml

Se obtuvo:

vol. aceite rico en terpenos y hexano	:	345 ml
Volumen de esencia hidrosoluble	:	404 ml
Vol.hexano volatilizado	:	<u>51 ml</u>
Total	:	800 ml

OBTENCION DE TERPENOS

Se usó:

Vol.aceite rico en terpenos y hexano que se va a tratar	:	345 ml
--	---	--------

se obtuvo:

Vol. de terpenos después de se- parar el hexano, alcohol y lavar con salmuera	:	178 ml
volumen hexano recuperado	:	150 ml
Vol.alcohol recuperado	:	17 ml
Total	:	<u>345 ml</u>

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

Vol. total sol.es.hidrosol (810 + 404)	:	1214 ml
--	---	---------

se obtuvo:

Vol.tot.sol.es.hidros.filtrada:	1160 ml
Vol.perdido en el filtrado	: 54 ml
Total	: <u>1214 ml</u>

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

vol.total sol.es.hidrosol	:	1160 ml
---------------------------	---	---------

se obtuvo:

alcohol recuperado por desti- lación simple;	:	725 ml
aceite refinado	:	9.5ml
agua recuperada	:	385 ml
pérdidas de sol.hidros.al destilar	:	<u>40.5ml</u>
Total	:	1160 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Se usó:

Vol. usado de alcohol : 800 ml

Se obtuvo:

Alcohol recuperado en la obtención de terpenos : 725 ml
alcohol recuperado en la obtención de ac. refinado : 17 ml
pérdidas de alcohol : 58 ml

Total : 800 ml

RECUPERACION TOTAL DE HEXANO

Se usó:

Vol. hexano usado : 250 ml

Se obtuvo:

Hexano recuperado : 150 ml
hexano perdido : 100 ml

Total : 250 ml

8.2.5.2 Rendimientos

Conversión en aceite destilado: $(9.5/200) \times 100$: 4.75 %
Conversión enterpenos $(178/200) \times 100$: 89 %
alcohol recuperado $(742/800) \times 100$: 92.75%
Hexano recuperado $(150/250) \times 100$: 60 %

8.2.6 Refinación con alcohol diluido de 60° y hexano

8.2.6.1 Resultados y balances de extracción

temperatura ambiente: 25°C

PRIMERA EXTRACCION

Se usó:

Volumen de aceite esencial : 200 ml

Volumen de alcohol de 60°	:	500 ml
Volumen de agua destilada	:	300 ml
Volumen de hexano	:	200 ml
Total	:	<u>1200 ml</u>

Se obtuvo:

Vol.aceite rico en terpenos y hexano	:	355 ml
Vol.esencia hidrosoluble	:	809 ml
Vol. hexano volatilizado	:	36 ml
Total	:	<u>1200 ml</u>

SEGUNDA EXTRACCION

se usó:

vol.aceite rico en terp. y hexano de la primera extrac.	:	355 ml
Vol.alcohol de 60°	:	300 ml
Vol.agua destilada	:	100 ml
Vol. hexano	:	50 ml
Total	:	<u>805 ml</u>

Se obtuvo:

Vol.aceite rico en terpenos y hexano	:	360 ml
Vol.esencia hidrosoluble	:	403 ml
Vol. hexano volatilizado	:	42 ml
Total	:	805 ml

TERCERA EXTRACCION

Se usó:

Vol.aceite rico en terpenos y hexano de la segunda extracc.	:	360 ml
Vol.alcohol de 60°	:	230 ml
Vol.agua destilada	:	70 ml
Vol.hexano	:	50 ml
Total	:	<u>710 ml</u>

Se obtuvo:

Vol.aceite rico en terpenos y hexano	:	365ml
Vol.esencia hidrosoluble	:	302ml
Vol. hexano volatilizado	:	<u>43ml</u>
Total	:	710ml

OBTENCION DE TERPENOS

OBTENCION DE TERPENOS

Se usó:

Vol.de aceite rico en terpenos y
hexano que se va a tratar : 365 ml

Se obtuvo:

Vol.de terpenos después de separar el hexano, alcohol y lavarlo con salmuera : 170 ml
Vol.hexano recuperado : 175 ml
Vol.alcohol recuperado : 20 ml
Total : 365 ml

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

Vol.total sol.es. hidresol.
(809 + 403 + 302) : 1514 ml

Se obtuvo:

Vol.tot.sol.es.hidros.filtrada : 1440 ml
Vol.perdido en el filtrado : 74 ml
Total : 1514 ml

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

Vol.tot.sol.hidrosoluble : 1440 ml

Se obtuvo:

alcohol recuperado por destilación simple : 970 ml
aceite refinado : 10 ml
agua recuperada : 450 ml
pérdidas de sol.hidros.al destilar : 10 ml
Total : 1440 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

SE usó:

volumen de alcohol inicial : 1030ml

Se obtuvo:

alcohol recuperado en la ob-	:	20 ml
tención de terpenos	:	
alcohol recuperado en la ob-	:	970 ml
tención de ac. refinado	:	
pérdidas de alcohol	:	<u>40 ml</u>
Total	:	1030 ml

RECUPERACION TOTAL DEL HEXANO

se usó:

Hexano usado	:	300 ml
--------------	---	--------

Se obtuvo:

hexano recuperado	:	175 ml
hexano perdido	:	<u>125 ml</u>
Total	:	300 ml

8.2.6.2 Rendimientos

Conversión en aceite desterr-	:	5%
penado. $(10/200) \times 100$:	
Conversión en terpenos	:	85%
$(170/200) \times 100$:	
alcohol recuperado	:	95.1%
$(990/1030) \times 100$:	
agua recuperada	:	95.74%
$(450/470) \times 100$:	
hexano recuperado	:	58.33%
$(175/300) \times 100$:	

8.3 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA INDIALSA

8.3.1. Refinación con alcohol diluido de 80°

8.3.1.1. Resultados y balances de extracción (T=25°C)

se usó: PRIMERA EXTRACCION

Volumen de aceite esencial	:	200 ml
Volumen de alcohol de 80°	:	500 ml
Volumen de agua destilada	:	300 ml
Total	:	<u>1000 ml</u>

se obtuvo:

Volumen de aceite rico en terpenos: 196 ml

Volumen de esencia hidrosoluble	:	804 ml
Total	:	<u>1000 ml</u>

SEGUNDA EXTRACCION

se usó:

Volumen de aceite rico en terpenos de la primera extracción	:	196 ml
Volumen de alcohol de 80°	:	300 ml
Volumen de agua destilada	:	100 ml

Se obtuvo:

Volumen de aceite rico en terpenos	:	194 ml
Volumen de esencia hidrosoluble	:	402 ml
Total	:	<u>596 ml</u>

OBTENCION DE TERPENOS

se usó:

Volumen de aceite rico en terpenos que se va a tratar	:	194 ml
---	---	--------

Se obtuvo:

volumen de terpenos después de lavar con salmuera	:	180 ml
Vol. alcohol recuperado	:	14 ml
Total	:	<u>194 ml</u>

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

Vol. total sol. es. hidrosol. (804 + 402)	:	1206 ml
--	---	---------

Se obtuvo:

Vol. tot. sol. es. hidrosol. filtrada	:	1150 ml
Volumen perdido en el filtrado	:	56 ml
Total	:	<u>1206 ml</u>

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

Vol. sol. es. hidrosoluble	:	1150 ml
----------------------------	---	---------

Se obtuvo:

alcohol recuperado por destilación simple	:	737 ml
aceite refinado	:	13 ml
agua recuperada	:	360 ml
pérdidas de sol.hidros.al destilar	:	5.0 ml
Total		<hr/> 1150 ml

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Se usó:

Vol.alcohol inicial	:	800 ml
---------------------	---	--------

Se obtuvo:

alcohol recuperado por destilación simple en ac. refinado	:	737 ml
alcohol recuperado en obtención de terpenos	:	14 ml
pérdidas de alcohol	:	49 ml
Total		<hr/> 800 ml

8.3.1.2 Rendimientos

Conversión en aceite destemperado: $(3/200) \times 100$:	1.5 %
Conversión en terpenos $(180/200) \times 100$:	90 %
alcohol recuperado $(751/800) \times 100$:	93.87%
agua recuperada $(360/400) \times 100$:	90 %

8.4 CARACTERÍSTICAS FINALES DE ACEITES DESTERPENADOS POR DISOLUCIÓN SELECTIVA

8.4.1 Propiedades físico químicas y organolépticas

CUADRO 8.1

ACEITE DE LIMON CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL DILUIDO DE 70°

Prop. físico químicas	Ac. es. desterpe nado de limón	terpenos de limón
Aspecto	líq. más viscoso que el original	líquido móvil
Color	amarillo pálido intenso.	amarillo verdusco igual al aceite original
Olor	más concent. que el original, no irritante.	menos intenso que el aceite original.
Densidad relativa(25°/25°C)	0.881	0.850
Rotación óptica(25°C, tubo 1 dm)	-3° a +1°	48° - 52°
Índice de Refracción	1.4803	1.4745
Residuos de evapor.(%)	0%	1.0%
acidez(mg KOH) 1 gr. ace.	0.33	1.31
% ald.(citral)	5.5	0.40
No éster	40.26	26.14
solubilidad	sol.en 1 V alcohol de 95°	insol.en cualquier conc.alcohol diluido

CUADRO 8.2

ACEITE DE LIMON CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL

DILUIDO DE 60°

Prop. físico químicas	Ac. es. desterrpe nado de limón	terpenos de limón
Aspecto	líq. viscoso	líq. móvil
Color	amarillo pálido intenso	amarillo verdusco igual al original
Olor	semejante al original pero no irritante	menos intenso que el ac. original
Densidad relativa (25°C/25°C)	0.882	0,851
Rotación óptica (25°C, tubo 1 dm)	-3° a + 1°	48°-52°
Ind. Refrac.	1.4805	1.4744
Residuos de evapor. (%)	0%	1.1%
acidez (mgKOH) 1 gr. ac.	0.33	1.30
% ald. (citral)	5.50	0.40
N° éster	40.8	26.2
Solubilidad	sol. en 1 V de alc. de 95°	insoluble en cualquier conc. de alcohol diluido

CUADRO 8.3

ACEITE DE LIMON CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL
DILUIDO DE 70° Y PENTANO

Prop. físico químicas y organolép.	Ac. es. desterrpe nado de limón	terpenos
Aspecto	líquido viscoso	líq. transp.
Color	amarillo ámbar intenso	amarillo verduzco
Olor	agradable, más concentrado que el original, menos fresco.	menos fresco y fragante que el original.
Densidad relativa (25°/25°C)	0.879	0.850
Rotación óptica (25°C, tubo 1 dm)	-5° a -1°	48° - 52°
Indice de Refrac.	1.4803	1.4744
Residuos de evapor. (%)	0%	0.8%
acidez (mg KOH) 1 gr. ac.	0.33	1.30
% ald. (citral)	6.24	0.38
No. éster	41.12	27.40
Solubilidad	sol. en 1 V de alc de 95°	insoluble en cualq. conc. alcohol diluido

CUADRO 8.4

ACEITE DE LIMON CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL
DILUIDO DE 60° Y PENTANO

propiedades	Ac. es. desterrpe nado de limón	terpenos de limón
Aspecto	líquido viscoso	líquido transp.
Color	AMARILLO ámbar intenso	amarillo ver- duzco igual al original
Olor	agradable, más conc. que el o- riginal, menos fresco	menos fresco y fragante que el original
Densidad re lativa(25°/25°C)	0.880	0.850
Rotación óp tica(25°C, tubo 1 dm) %	-5° a -1°	48°-52°
Indice de refracc.	1.4805	1.4745
Residuos de evaporac.(%)	0%	0.9%
acidez(mg KOH) 1 gr. acei.	0.33	1.30
% aldeh.(citral)	6.24	0.38
No. éster	41.80	26 .60
Solubilidad	sol. en lV de alc. de 95	insol.en cualq. conc. alcohol diluido

CUADRO 8.5

ACEITE DE LIMON CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL

DILUIDO DE 70° Y HEXANO

Propiedades	Ac. esen. dester. de limón	terpenos de limón
Aspecto	líquido viscoso	líq. transp.
Color	amarillo ámbar intenso	amar. verdusco.
Olor	agradable, más conc. que el o- riginal, menos fresco	semej. al o- riginal, menos fresco.
Densidad re- lativa (25°/25°C)	0.880	0.851
Rotación óp- tica (25°C, tubo 1 dm)	-5° a -1°	47°-51°
Ind. refrac.	1.4802	1.4746
Residuos de evap. (%)	0%	0.95%
acidez (mg KOH) 1 gr. ac.	0.40	1.64
% aldeh. (citral)	6.22	0.45
No. éster	39.7	29.64
Solubilidad	sol. en 1V de alcohol de 95	insol. en cualc. conc. alcohol diluído

CUADRO 8.6

ACEITE DE LIMÓN CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL
DILUIDO de 60° Y HEXANO

Propiedades	Ac. es. desterp. de, limón	terpenos de limón
Aspecto	líquido viscoso	líq. móvil
Color	amarillo ámbar intenso	amarillo verdusco
Olor	agradable, más conc. que el original, menos fresco	menos fresco - que el original más irritante.
Densidad re- lativa(25°/25°C)	0.879	0.850
Rotación óp- tica(25°C, tubo 1 dm)	-5° a -1°	47° -51°
Ind. refrac.	1.4805	1.4748
Residuos de evap.(%)	0%	1.0%
acidez(mg KOH) 1 gr. ac.	0.42	1.54
% aldeh.(citral)	6.22	0.43
No. éster	38.90	28.52
Solubilidad	sol. en lV de alc de 95°	insol. en cualq. conc. alcohol diluido

CUADRO 8.7

ACEITE DE NARANJA INDIALSA REFINADO CON ALCOHOL

DILUIDO DE 80°

Propiedades	Ac. es. desterp. de naranja	terpenos de naranja
Aspecto	líquido bastante viscoso	líquido móvil
Color	naranja ámbar oscuro	igual al aceite original
Olor	más concent. que el original	menos intenso que el original
Densidad relativa(25°/25°C)	0.866	0.842
Rotación óptica(25°C, tubo 1 dm)	40°- 44°	96°-100°
Ind. refracción	1.4785	1.4720
Residuos de evap.(%)	0%	1.0%
acidez($\frac{\text{mg KOH}}{1 \text{ gr. ac.}}$)	0.60	0.98
% aldeh.(citral)	6.62	0.74
No. éster	32.43	18.31
Solubilidad	sol. en 1V de alc. de 95°	insol. en cualq. conc. de alcohol.

8.4.2 Análisis Cromatográficos

Cromatográficamente se han analizado las siguientes muestras, que se muestran en el Apéndice B :

- B.10 : Ac. Esencial de limón Chulucanas extraído con alcohol de 70° y agua.
 - B.11 : Terpenos de aceites esenciales de limón - Chulucanas extraído con alcohol de 60° y agua.
 - B.12 : Ac. Esencial de limón Chulucanas extraído con alcohol de 60° y agua
 - B.13 : Ac. esencial de limón Chulucanas extraído con pentano y alcohol de 70°
 - B.14 : Ac. Esencial de limón Chulucanas extraído con pentano y alcohol diluido de 60°
 - B.15 : Ac. esencial de limón Chulucanas extraído con hexano y alcohol de 60°
 - B.16 : Ac. esencial de limón Chulucanas extraído con hexano y alcohol de 70°
 - B.17 : Ac. Esencial de limón Chulucanas extraído con alcohol de 60° y agua (Procesos Combinados)
 - B.18 : Ac. esencial de naranja Indalsa extraído con agua y alcohol de 80°
 - B.19 : Aceite Esencial de limón Chulucanas natural
- Este último cromatograma está a otras condiciones de operación que B1

8.5 CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

8.5.1 Observaciones

1. Se ha empleado destilación simple en la separación de alcohol de la esencia hidrosoluble . A la temperatura que destila el alcohol ($T: 78^{\circ}\text{C}$) , no se descompone el aceite, conservando sus características odoríficas; pero es recomendable utilizar destilación a vacío debido a que el aceite obtenido da la sensación de mayor frescura.
2. Los terpenos obtenidos en las extracciones son lavados repetidas veces con salmuera para eliminar el alcohol y luego son filtrados. Cuando se usa pentano o hexano, éstos son separados por destilación . Sus puntos de ebullición son bajos (36° y 69° C respect.) , lo que permite que se puedan destilar a presión atmosférica.
3. El alcohol separado por destilación de la esencia hidrosoluble, se vuelve a destilar un poco, para separar los componentes más volátiles del aceite y poder utilizarlo nuevamente, en otras extracciones.
4. Se han hecho análisis cromatográficos de los terpenos de limón Chulucanas y naranja Indalsa, para ver la efectividad en la separación de las fracciones oxigenadas.
5. Se trata de obtener una refinación óptima de los aceites esenciales de limón Chulucanas y de naranja Indalsa, de todas las alternativas posibles. Este es el motivo por lo que no se han analizado lo ac. esen.

importados, sirviendo éstos, solamente de patrones de comparación.

8.5.2 Conclusiones

1. Este método de desterpenación se basa en la extracción por lotes. No se utiliza una columna de extracción, debido a que la mezcla de disolventes y de aceite esencial, inicialmente forma una emulsión - que tarda horas para separarse. Este problema se complica con la resimificación que sufre el aceite el cual genera una suspensión que da un aspecto lechoso a la mezcla, el cuál no puede separarse por efecto de la gravedad (principio en el que se basa una columna de extracción).
2. La elección de las graduaciones de alcohol empleadas (90°, 80°, 70°, 60°), fueron el resultado - de diferentes ensayos, lográndose un mejor rendimiento en la extracción con ellos.
3. El uso de alcoholes más diluídos implica:
 - a. Un mayor número de extracciones para extraer las fracciones oxigenadas.
 - b. Destilación de una mayor cantidad de solvente, aumentando los gastos de combustible.
 - c. extracciones de fracciones oxigenadas: pobre.
4. El uso de mayores graduaciones de alcohol aumentan la solubilidad de los terpenos en la fase alcohólica, dificultando la desterpenación.
5. Considerando que la solubilidad del aceite esencial en pentano o hexano es de 1:1 ; se han utilizado volúmenes iguales de cada uno .

6. El pentano ó hexano es casi insoluble en alcohol diluído, permitiendo que la fracción oxigenada, se separe de la terpénica; ésta última quedará contenida en los solventes de hidrocarburos.
7. El uso de pentano ó hexano se caracteriza por :
 - a. Mejora la calidad de la desterpenación.
 - b. Existen muchas pérdivas de solvente, debido a su volatilidades.
 - c. El porcentaje promedio de recuperación de los solventes es de 55 %.
 - d. El pentano es más volátil que el hexano, y prefiriéndosele porque permite que el aceite refinado contenga menos trazas de él.
 - e. La recuperación de pentano es menor que la de hexano.
8. Para el aceite esencial de limón Chulucanas, es el método de disolución selectiva con alcohol diluído de 60° , el que permite una mejor conversión en aceite desterpenado(8.5%), y con una recuperación de alcohol de 95.63%
9. El aceite de naranja Indalsa se extrajo con alcohol diluído de 80°, lográndose una conversión de - 1.5%, en aceite desterpenado; con otras variantes se obtiene un menor rendimiento.
10. Los aceites refinados por éste método presentan propiedades físico químicas y organolépticas bastante aceptables. Su rotación óptica disminuye, y su gravedad específica e índice de refracción aumentan; pruebas de una buena eliminación de terpenos.

11. El cromatograma B19 de aceite esencial natural de limón Chulucanas es el mismo que el Crom. B1; sólo que se han variado las condiciones de operación , para poder comparar con los cromatogramas del B7 al B18 que están trabajando a las mismas condiciones. Los tiempos de retención no son los mismos , pero - los componentes principales no varían.

12. A partir del cromatograma B7 al B 19, no se ha con-siderado necesario, obtener una evaluación porcentual de cada pico debido a que no se tienen croma-togramas estándares de identificación de picos para observar que componente está variando. Si creemos conveniente el numerarlos para compararlo con el ac. esencial natural.

Se puede observar que los primeros picos en obtenerse pertenecen a la fracción terpénica , y un segundo grupo a las fracciones oxigenadas; los primeros disminuyen su tamaño y los segundos aumentan, en los aceites refinados, sucediendo lo inverso en los cro-matogramas de fracciones terpénicas. Debido a estudios previos ya realizados, consideramos que el pico 19 es el citral, y el 8 es el limoneno (son los más abundantes). Todos los cromat. concuerdan con resul. exper.

13. En el cromatograma B18 se observan picos (14 al 20) que no aparecían en el cromat. del Ac. naranja natural y que son característicos del ac. limón ; esto puede explicarse considerando una posible contaminaci-ón en los recipientes de extracción de ambos aceites. Pero si se observa que los picos terpénicos si se han reducido con la refinación.

9. DESTILACION POR PROCESOS

COMBINADOS

9.1 CARACTERÍSTICAS DE OPERACIÓN

Lugar: laboratorio de la Compañía Embotelladora del Pacífico S.A. (CEPSA)

Equipo:

- 3 vasos de 500 ml
- 1 trípode
- 1 rejilla de asbesto
- 1 mechero
- 2 soportes metálicos
- 1 probeta de 50 ml
- 2 pinzas
- 1 condensador con sus mangueras de plástico
- 1 balón de destilación de 125 ml
- 1 termómetro
- 1 adaptador
- 1 bomba de vacío
- 1 kitasato de 250 ml con manguera de vacío
- 1 vaso de 100 ml
- 1 olla para hielo
- 1 balanza electrónica
- 1 embudo de 10 cm de diámetro
- 1 agitador de veloc. regulable
- 1 pera de decantación de 1/2, 1, 2 litros
- 2 tubos de vidrio sellados.

Disposición del equipo: Ver fig. 9.1

Sustancias usadas

Aceite esencial de limón Chuluca las
alcohol diluido de 60°
hielo para condensar

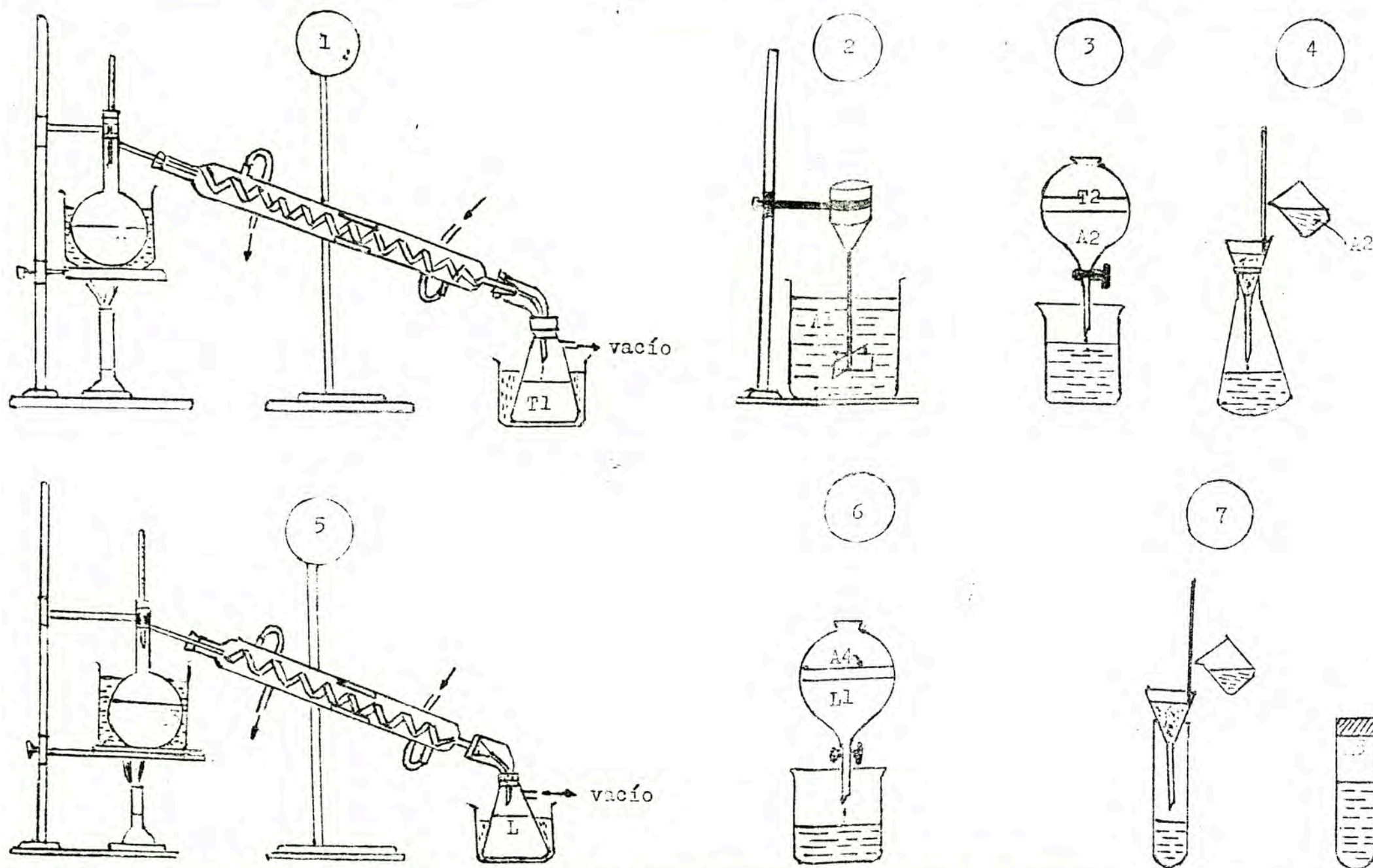


FIG. 9.1 " PROCESO S COMBINADO S "

A: aceite esencial natural a destilar	T1: terpenos de destilación más sustancias volátiles
A1: mezcla a extraer de ac. esencial natural	T2: terpenos de extracción
A2: soluc. esencia hidrosoluble	L: alcohol recuperado por destilación
A3: soluc. A2 destilada	L1: alcohol acuoso con sal muera
A4: ac. esencial destermenado	
A5: sol. filtrada de A4	

aceite de cocina para baño María
sal de cocina.

Procedimiento

Se destila el aceite, aplicando bastante vacío y por un tiempo aproximado de 15 minutos. Luego, enfriarlo y someterlo al mismo proceso de extracción por solventes del capítulo anterior, siguiendo exactamente los mismos pasos

9.2 ACEITE ESENCIAL DE LIMON CHULUCANAS, REFINADO CON ALCOHOL DILUIDO DE 60°

9.2.1. Resultados y balances de extracción

Temperatura ambiente: 25°C

DESTILACION A PRESION REDUCIDA

Condiciones de operación:

presión de vacío: 510 mm Hg
Temp. de destilación : 67°-72°C
Tiempo de destilación: 15 min.

Se usó:

volumen de aceite esencial : 200 ml

Se obtuvo:

volumen de concentrado de aceite esencial : 140 ml
Volumen de fracc.terpénica : 60 ml

Total 200 ml

PRIMERA EXTRACCION

Se usó:

Volumen de concentrado : 140 ml
Volumen de alcohol de 60° : 300 ml
Volumen de agua destilada : 100 ml

Total : 540 ml

Se obtuvo:

Volumen de aceite rico en terpenos:	120 ml
Volum. esencia hidrosoluble	: 420 ml
Total	: <u>540 ml</u>

SEGUNDA EXTRACCION

Se usó:

Vol. aceite rico en terpenos de la primera extracción	: 120 ml
Vol. alcohol de 60°	: <u>125 ml</u>
Vol. agua destilada	: 75 ml

Total	: 320 ml
-------	----------

Se obtuvo:

Vol. aceite rico en terpenos	: 115 ml
Vol. esencia hidrosoluble	: 205 ml

Total	: <u>320 ml</u>
-------	-----------------

OBTENCION DE TERPENOS EN LA EXTRACCION

se usó:

Vol. de aceite rico en terpenos que se va a tratar	: 115 ml
--	----------

Se obtuvo:

Volumen de terpenos después de lavar con salmuera	: 104 ml
Volumen de alcohol recuperado	: <u>11 ml</u>

Total	115 ml
-------	--------

TOTAL DE TERPENOS OBTENIDOS

Terpenos obtenidos en la destilación a presión reducida	: 60 ml
Terpenos obtenidos en las extracciones	: <u>104 ml</u>

Total	: 164 ml
-------	----------

OBTENCION DE SOLUCION HIDROSOLUBLE FILTRADA

Se usó:

Vol. tot. sol. es. hidros. ^{sin} filtrarla:	
(420 + 205)	: 625 ml

Se obtuvo:

Vol. tot. sol. es. hidros. filtrada	: 580 ml
Vol. perdido en el filtrado	: 45 ml

Total : 625 ml

OBTENCION DE ACEITE REFINADO

Se usó:

Vol. sol. es. hidrosoluble: : 580 ml

Se obtuvo:

alcohol recuperado por destilación simple	:	393 ml
aceite refinado	:	17 ml
agua recuperada	:	160 ml
pérdidas de sol hidros. al destilar	:	10
Total	:	<u>580 ml</u>

RECUPERACION TOTAL DE ALCOHOL

Se usó:

volumen de alcohol utilizado : 425 ml

Se obtuvo:

alcohol recuperado en la obtención de terpenos	:	11 ml
alcohol recuperado en la obtención de ac. refinado	:	393 ml
pérdidas de alcohol	:	<u>21 ml</u>
Total	:	425 ml

9.2.2 Rendimientos

Conversión en aceite desterrpenado $(17/200) \times 100$:	8.5%
Conversión en terpenos $(164/200) \times 100$:	82%
alcohol recuperado $(404/425) \times 100$:	95.05%
agua recuperada $(160/175) \times 100$:	92.42%

9.3 Características finales del ac.refinado

9.3.1.

CUADRO 9.1

ACEITE DE LIMON CHULUCANAS REFINADO CON ALCOHOL
DILUIDO DE 60°

propiedades	Ac. es. desterp. de limón	terpenos de limón
Aspecto	líquido viscoso	líquido móvil
Color	amarillo pálido intenso	amarillo ver- duzco.
Olor	más concentrado que el original no irritante	senejante al aceite origi- nal.
Densidad re- lativa (25°/25°C)	0.882	0,851
Rotación ópti- ca(25°C, tubo 1 dm)	24° - 28°	48° - 52°
Ind. refracción	1.4805	1.4746
Residuos de evap.(%)	0%	1.0%
acidez(<u>mg KOH</u>) 1 gr.ac.	0.34	1.42
% aldeh.(citral)	5.5	0.42
No. éster	39.46	27.28
Solubilidad	sol. en 1V alc. de 95°	insol.en cualq. conc.alcohol

9.3.2 Análisis cromatográficos

Se ha analizado el aceite esencial de limón Chulucanas extraído con alcohol de 60° y agua, (Ver cromatograma-B17, Apéndice B).

Condiciones de operación:

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom.WNAW
80-100 mesh

Cantidad de muestra: 0,1 ul

Flujo de gas helio : 1.5

Presión de helio : 40 psi

Temp. programable : 12°C/min

Tiempo inicial : 8 min

Amplificador : x 100

Atenuación : x 32

Temp. inyección : 250°C

Temp. detector : 220°C

9.4 Conclusiones y observaciones

9.4.1. Observaciones

1. Para mejorar la extracción, la agitación debe ser fuerte, lo cuál se logra dándole bastante velocidad al agitador.
2. No es conveniente destilar la muestra durante mucho tiempo, porque se obtendría bastante concentrado. Se ha hallado que un tiempo de 15 minutos, es el más óptimo.

9.4.2 Conclusiones

1. La cantidad de solvente utilizado en éste método es casi la mitad del utilizado en la extracción por solventes, pero su rendimiento en la desterpenación es el mismo.
2. Para mejorar la extracción, se debe elegir un agitador apropiado.
3. Considerando además de (1), que las propiedades físico químicas también son similares a los obtenidos por disolución selectiva, se concluye que el uso de ambos métodos de desterpenación conducen a un aceite igualmente refinado.
4. Se obtiene un mejor rendimiento de desterpenación, cuando se trabaja con alcohol diluido de 60°. (aceite esencial de limón Chulucanas)
5. El aceite esencial de naranja Indalsa, da el mismo bajo rendimiento de desterpenación (1.5%).
6. Los terpenos obtenidos en la destilación del acei-

te, son un poco más claros que los terpenos obtenidos por extracción con solventes.

7. Este método utiliza menos cantidad de solvente que el anterior, pero el tiempo de desterpenación es más largo y la operación más laboriosa.

APENDICE B
CROMATOGRAMAS.

MUESTRA B2 : NARANJA - INDALSA

COLUMANA 15% GARDOLUX 25 CHEST UNAW
80-100 MESH.

CANT. MUESTRA 0.4 ul.

FLUJO GAS HE 2.5

PRESION HE 50 PSI

TEMP. PROG. 100-200°C

RANEO PROG 8°C/min

TIEMPO INICIAL 4'

AMPLIFICADOR X100

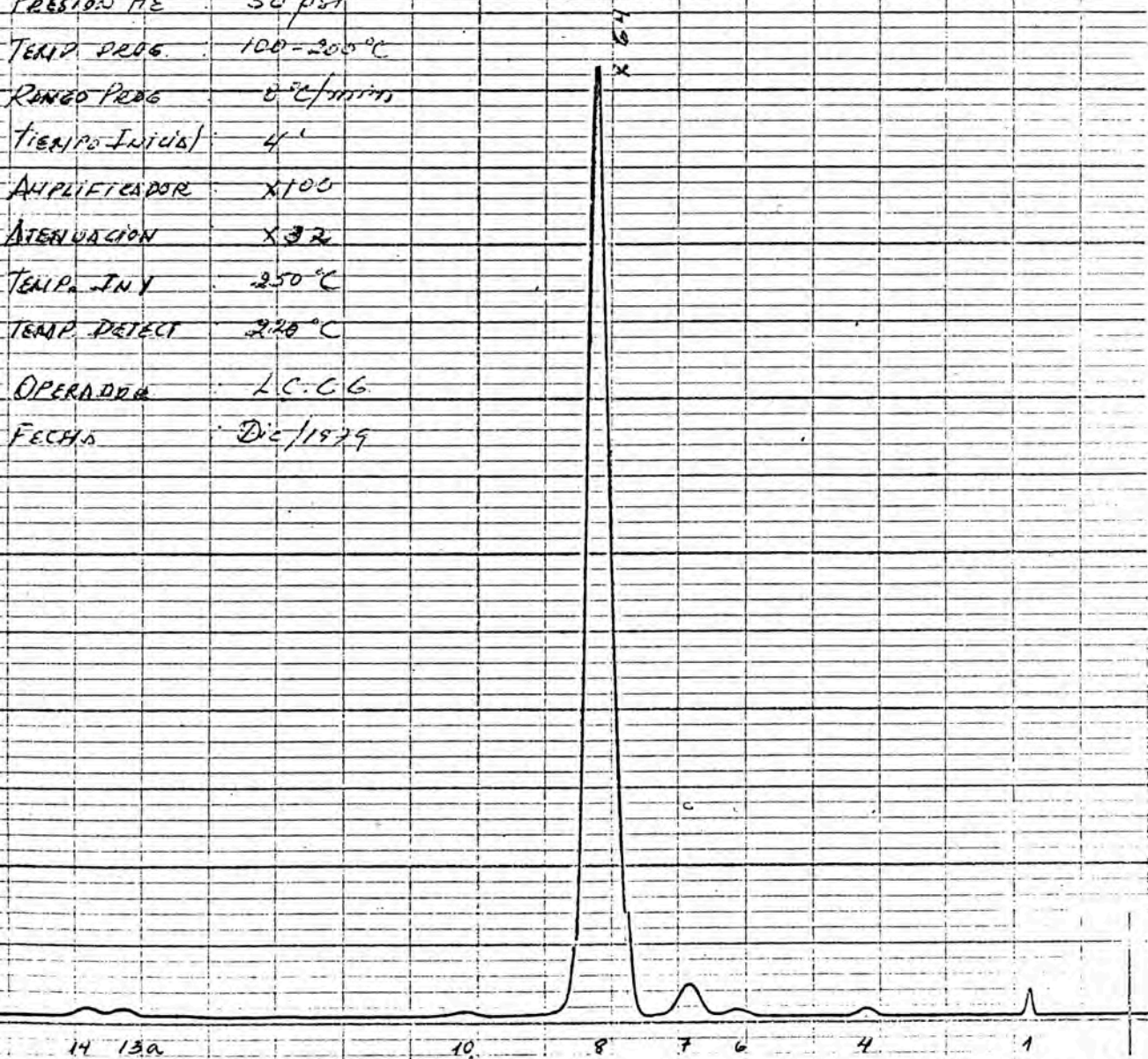
ATENUACION X32

TEMP. INY 250°C

TEMP. DETECT 220°C

OPERADOR L.C.G.G.

FECHA Dic/1979



MUESTRA B3: Limón 5x0 - Esrolko.

Columna 15% CARBOWAX 20M en Chrom. WNWAV
80-100 mesh.

CANT. MUEST. : 0.4 µl.

Flujo Gas He : 2.5 ⁸⁰ 20

Presión He : 50 psi

Temp. Prog. : 100-200 C.

Range Prog. : 8°C/min. ⁰ 30

Tiempo Inicial : 4'

Amplificador : X100

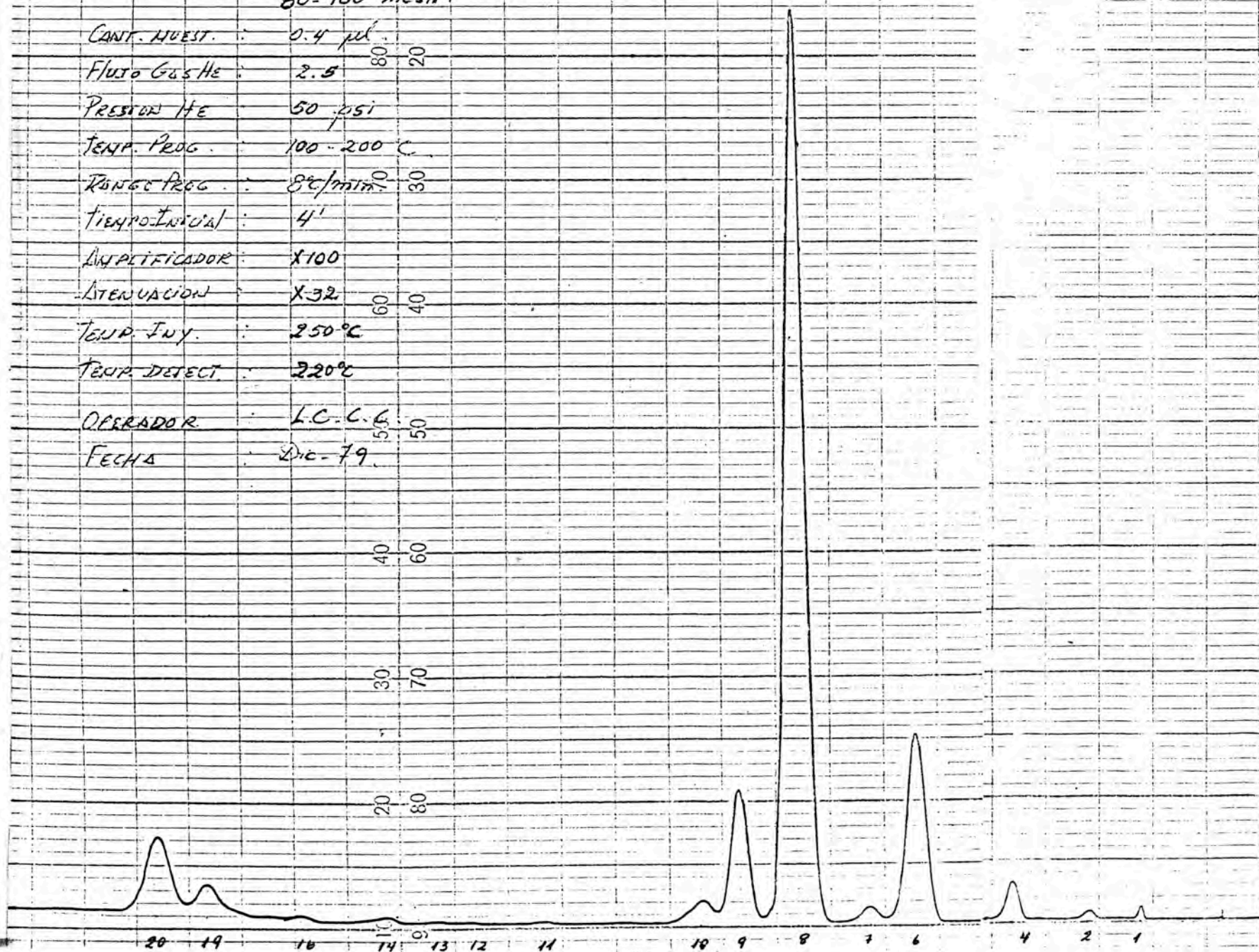
Atenuación : X32 ⁶⁰ 40

Temp. Iny. : 250°C

Temp. Detect. : 220°C

Operador : L.C.C.G. ⁵⁰ 50

Fecha : Dic-79.



MUESTRA BA: A.E. LIMÓN 603.25-34 (SUIZA)

COLUMNA 15% CORONA 20M. en Chrom. WNAW

CANT. MUEST. 0.35 µl

FLUJO GAS HE: 2.5

PRESION HE: 50 PSI

TEMP. PROG: 100-200°C

RANGO PROG: 8°C/min

TIEMPO INIC: 4'

AMPLIFICADOR: X100

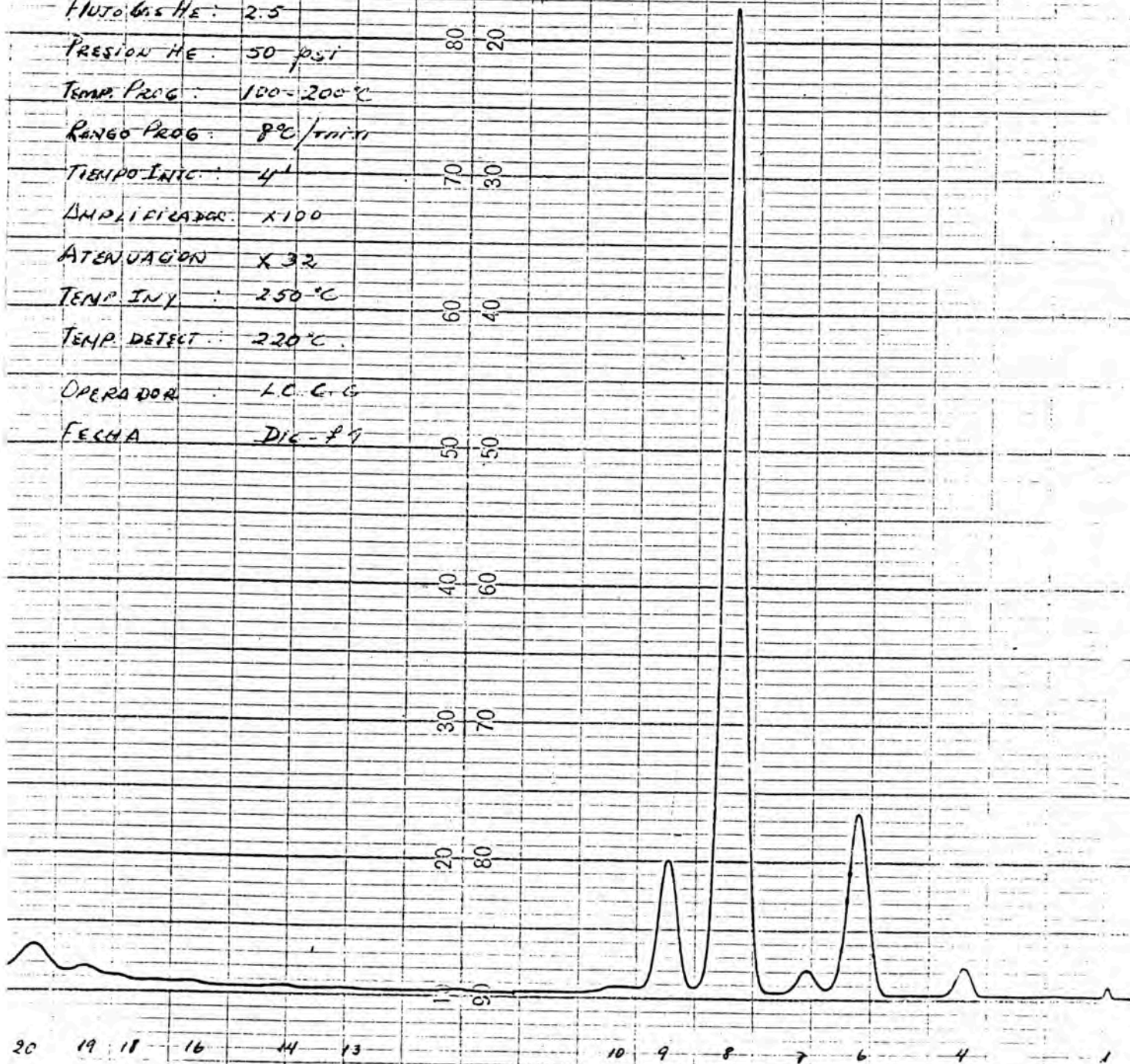
ATENUACION: X32

TEMP INY: 250°C

TEMP. DETECT: 220°C

OPERADOR: L.C.G.G

FECHA: DIC-89



MUESTRA B5: A. E. NARANJA NORDA - U.S.P.

COLUMNA 15% CARBOWAX 20M en Chrom. MW 3W.
80 - 100 mesh.

CANT. MUESTRA: 0.4 μ l

FLUJO GAS HE: 2.5

PRESION HE: 50 psi

TEMP. PROG: 100 - 200 °C

RANGO PROG: 8 °C/min

TIEMPO INICIAL: 4'

AMPLIFICADOR: X100

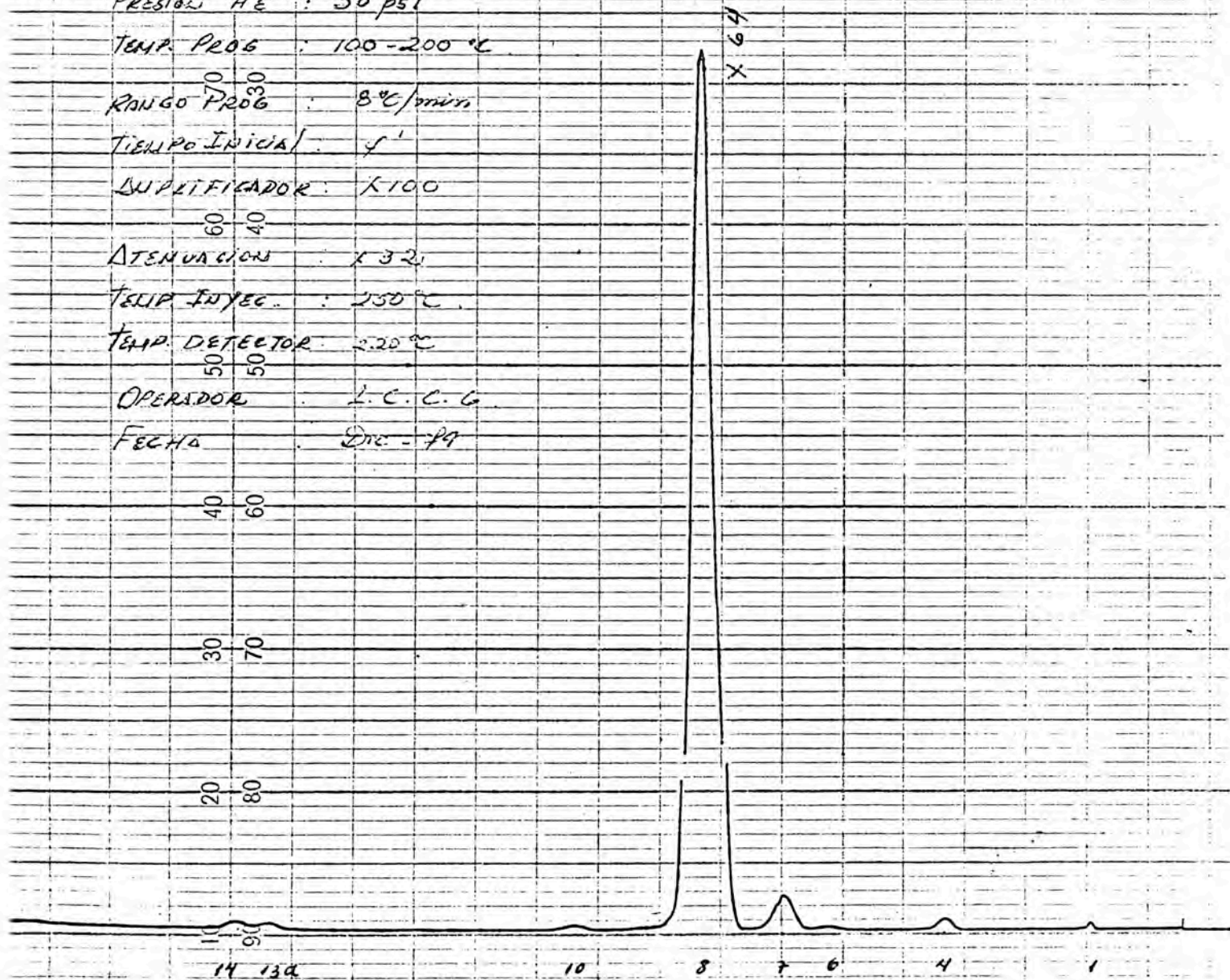
ATENUACION: X32

TEMP. INYEC.: 250 °C

TEMP. DETECTOR: 220 °C

OPERADOR: L. C. C. G.

FECHA: Dic - 79



MUESTRA B6: NARANJA 4x 5/C. MONSANTO

COLUMNA : 15% CARBOWAX 20M 9M.
CHROM. WNAW 80-100 mesh.

CANT. MUEST. 0.25 ml

FLUJO GAS 2.5

PRESION HE 50 PSI

TEMP. PROG 100-200 °C

RANGO PROG 8 °C/min

TIEMPO INIC 4'

AMPLIFICAD. X100

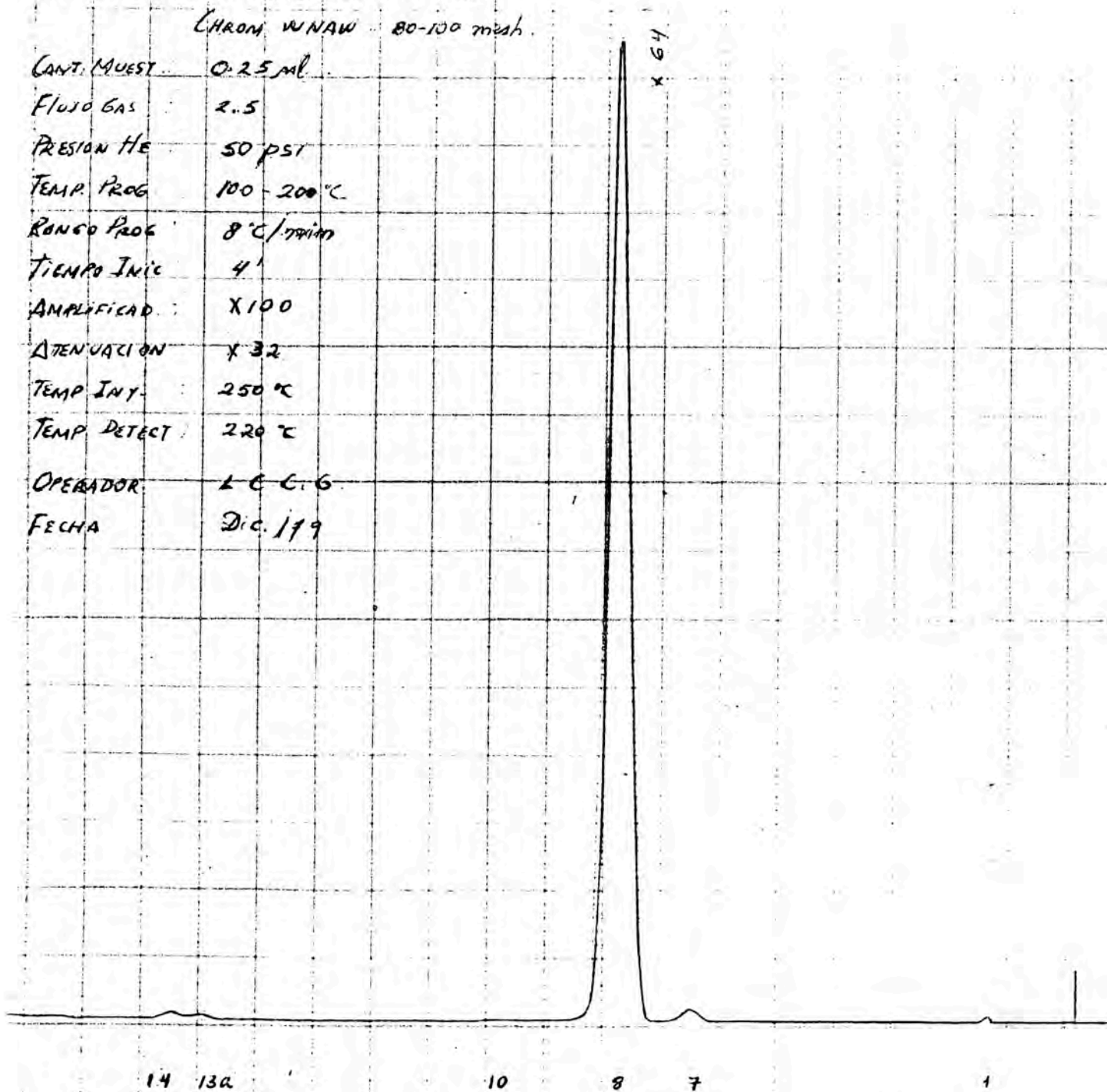
ATENUACION X32

TEMP INT. 250 °C

TEMP DETECT 220 °C

OPERADOR L. C. C. G.

FECHA Dic. 199



Muestra B7: Ac. Es. Naranja Indulsa
destilado a vacío

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. W/A/W
80-100 mesh

Cantidad muestra: 0,1 μ l

Flujo gas He : 1,5

Presión He : 40 psi

Temp. Prog. : 100-200°C

Rango Prog. : 12°C/min

Tiempo Inicial: 8'

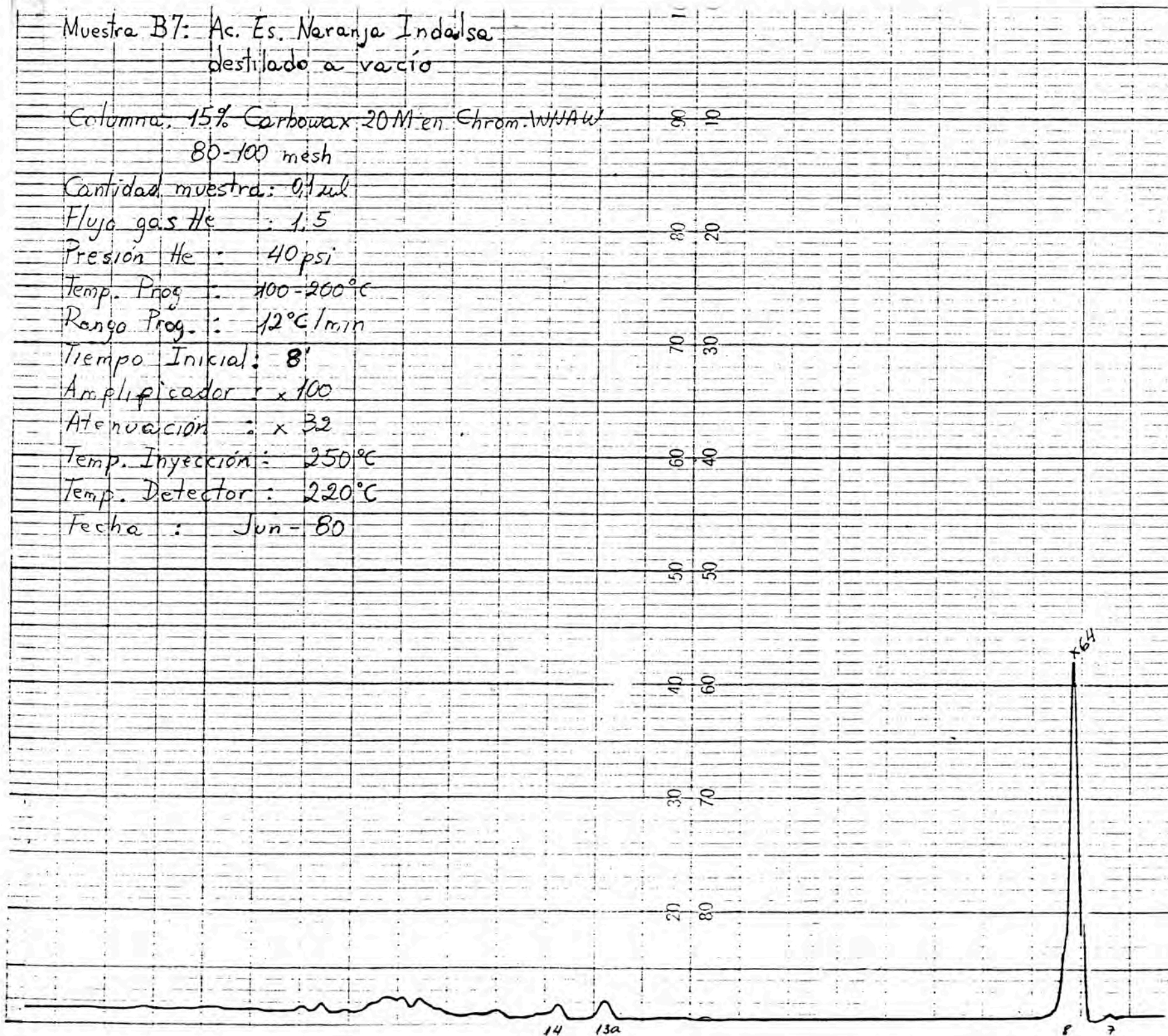
Amplificador : x 100

Atenuación : x 32

Temp. Inyección: 250°C

Temp. Detector: 220°C

Fecha : Jun-80



Muestra B7: Ac. Es. Naranja Indulsa
destilado a vacío

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. W/A/W
80-100 mesh

Cantidad muestra: 0,1 μ l

Flujo gas He : 1,5

Presión He : 40 psi

Temp. Prog. : 100-200°C

Rango Prog. : 12°C/min

Tiempo Inicial: 8'

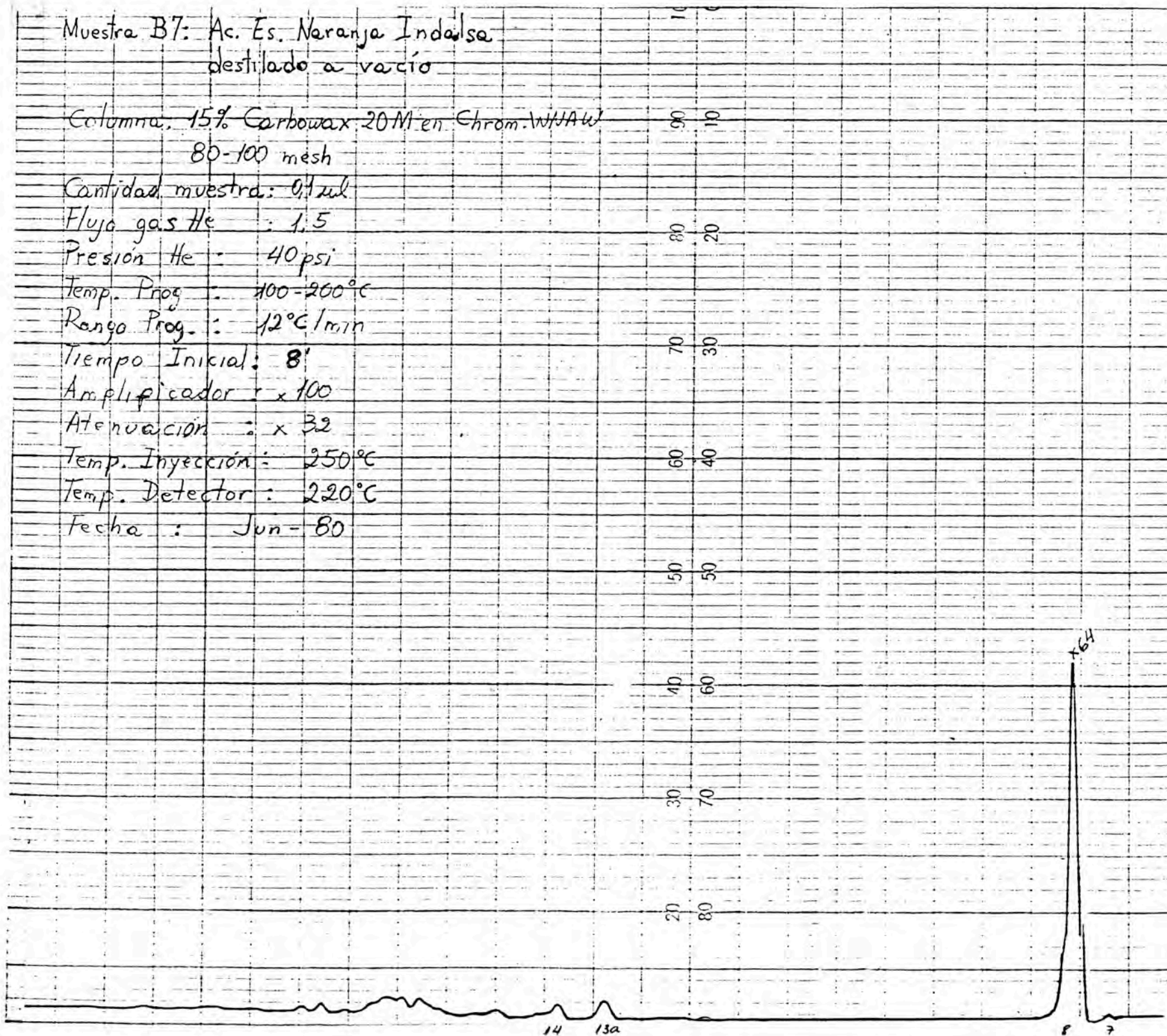
Amplificador : x 100

Atenuación : x 32

Temp. Inyección: 250°C

Temp. Detector: 220°C

Fecha : Jun-80



Muestra B9: Ac. Es. Limón Chulucanas
destilado a vacío

Columna: 15% Carbowax 20M en CHROM-WNAW 80-100 mesh

Cantidad Muestra: 0.1 μ l

Flujo gas He : 1.5

Presión He : 40 psi

Temp. Prog. : 100-200°C

Rango Prog. : 12°C/min

Tiempo Inicial : 8 min

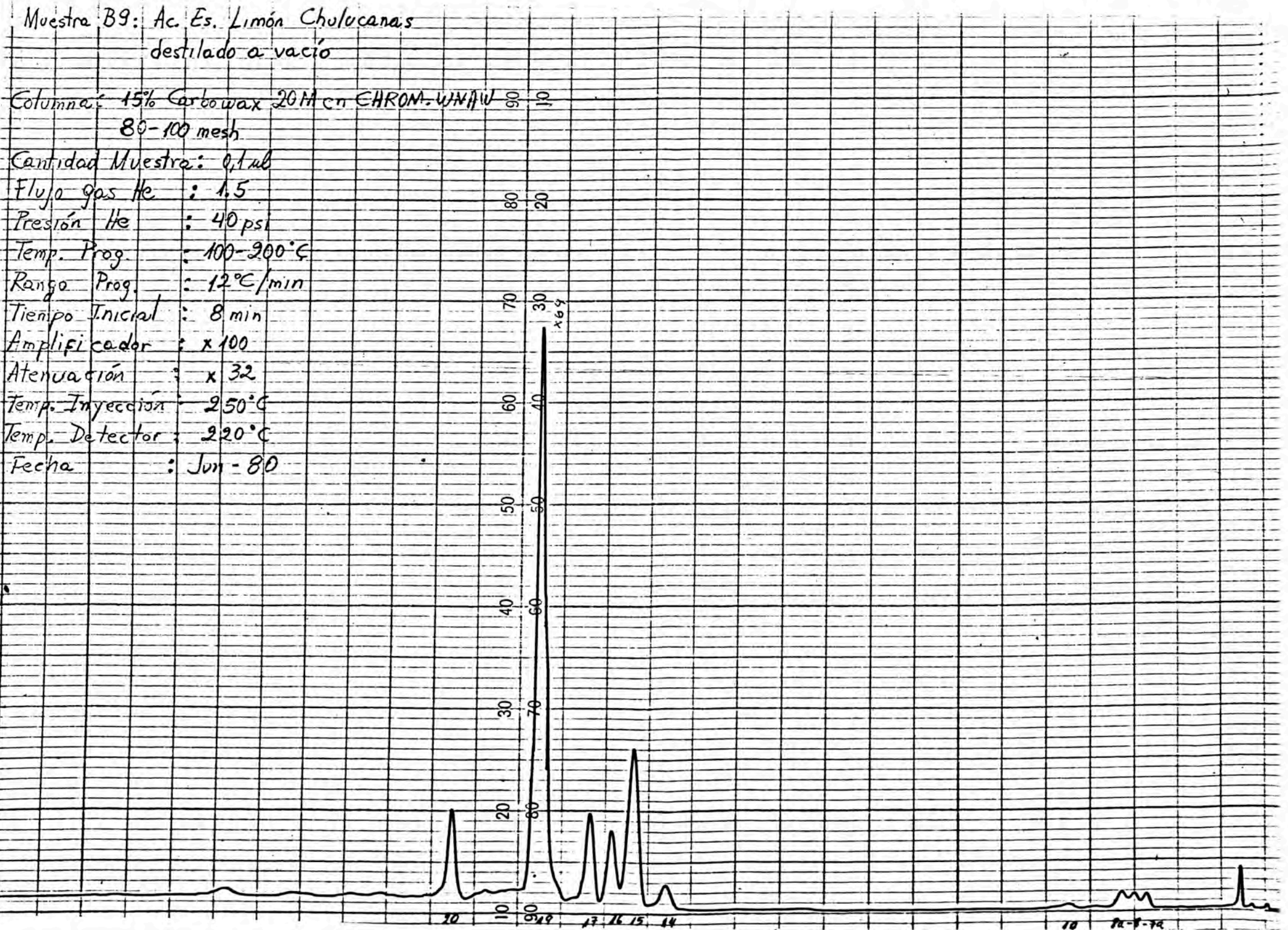
Amplificador : x 100

Atenuación : x 32

Temp. Inyección : 250°C

Temp. Detector : 220°C

Fecha : Jun - 80



Muestra

B 10 : Ac. Es. Limón Chulucanas

extraído con alcohol 70' y agua

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. UNAW
80-100 mesh

Cantidad Muestra: 0.1 ul

Flujo gas He : 1.5

Presión He : 40 psi

Temp. prog. : 100-200 °C

Rango prog. : 12 °C/min

Tiempo Inicial: 8'

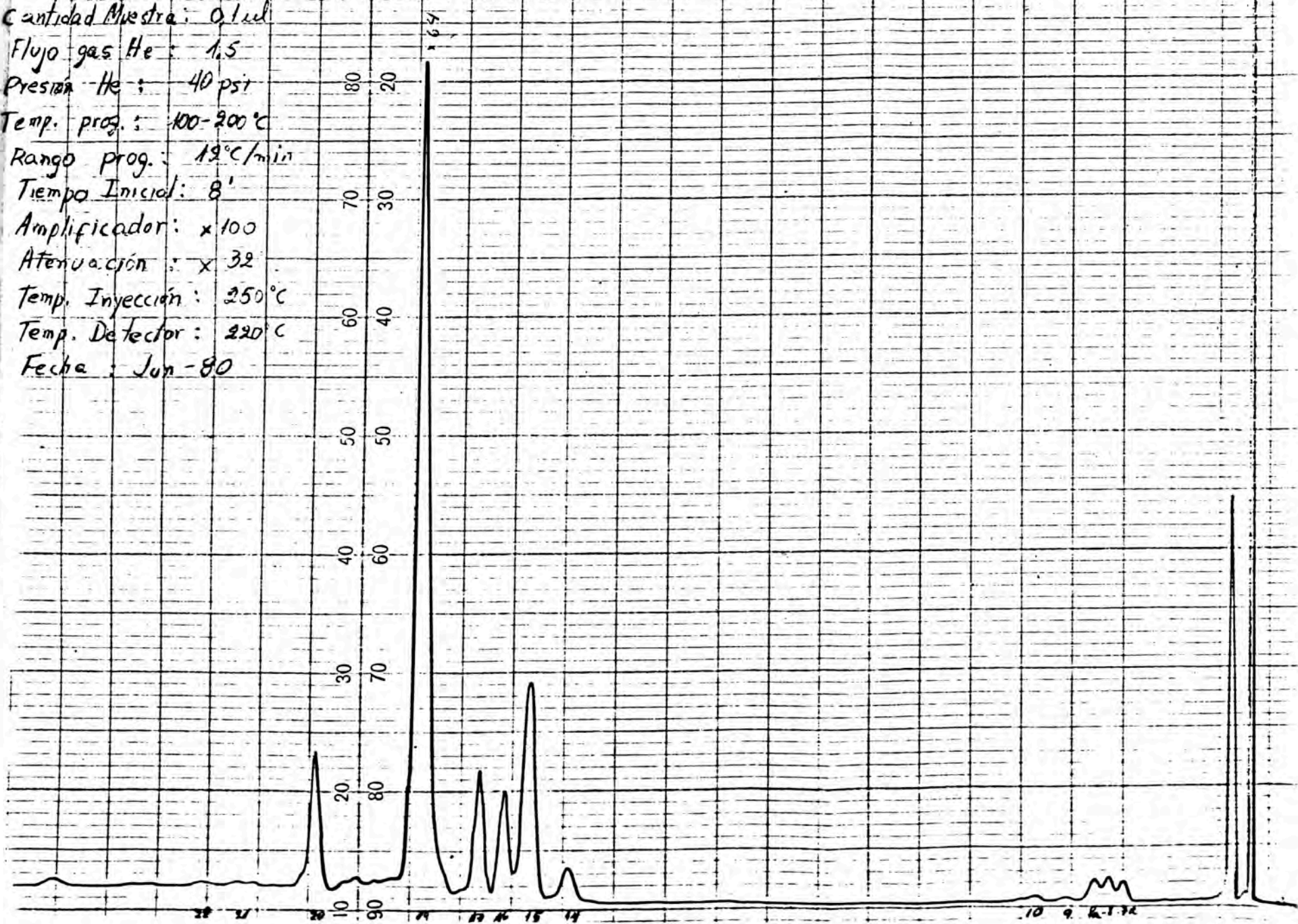
Amplificador: x 100

Atenuación: x 32

Temp. Inyección: 250 °C

Temp. Detector: 220 °C

Fecha: Jun-80



Muestra B11. Terpenos de Ac. Es.
limón Chulucanas extraído
con alcohol de 60° y agua

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. WNA W
80-100 mesh

Cantidad muestra: 0,1 ul

Flyo gas He : 1.5

Presión He : 40 psi

Temp. prog. : 12°C/min

Tiempo Inicial : 8 min

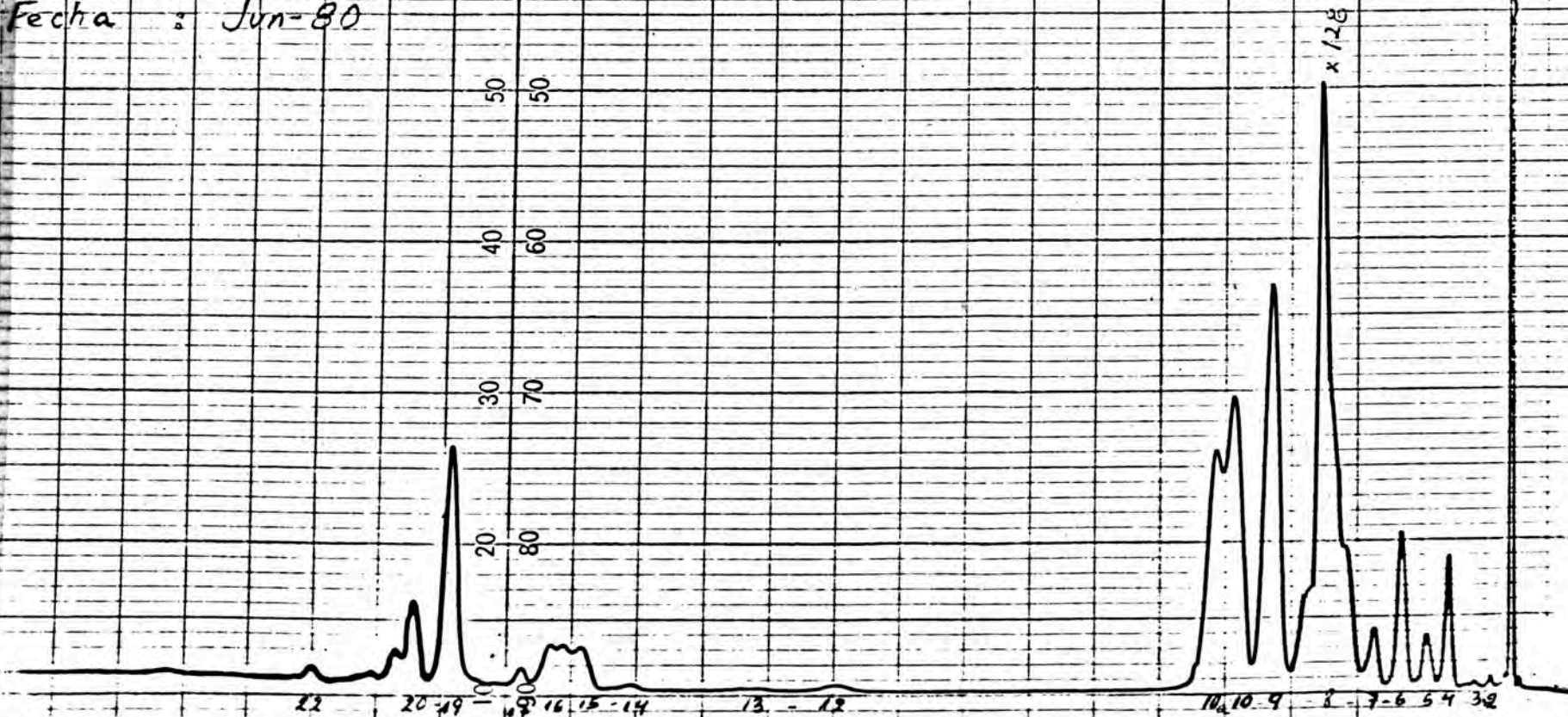
Amplificador : x 100

Atenuación : x 32

Temp. inyección : 250°C

Temp. detector : 220°C

Fecha : Jun-80



Muestra: Aceite Esencial de
B12 limón Chulucanas extraído
con alcohol 60° y agua

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. WNAW
80-100 mesh

Cantidad Muestra: 0.1 ml

Flujo gas He : 1.5

Presión He : 40 psi

Temp. prog : 100-200°C

Rango prog. : 12°C/min

Tiempo Inicial: 8'

Amplificador : x100

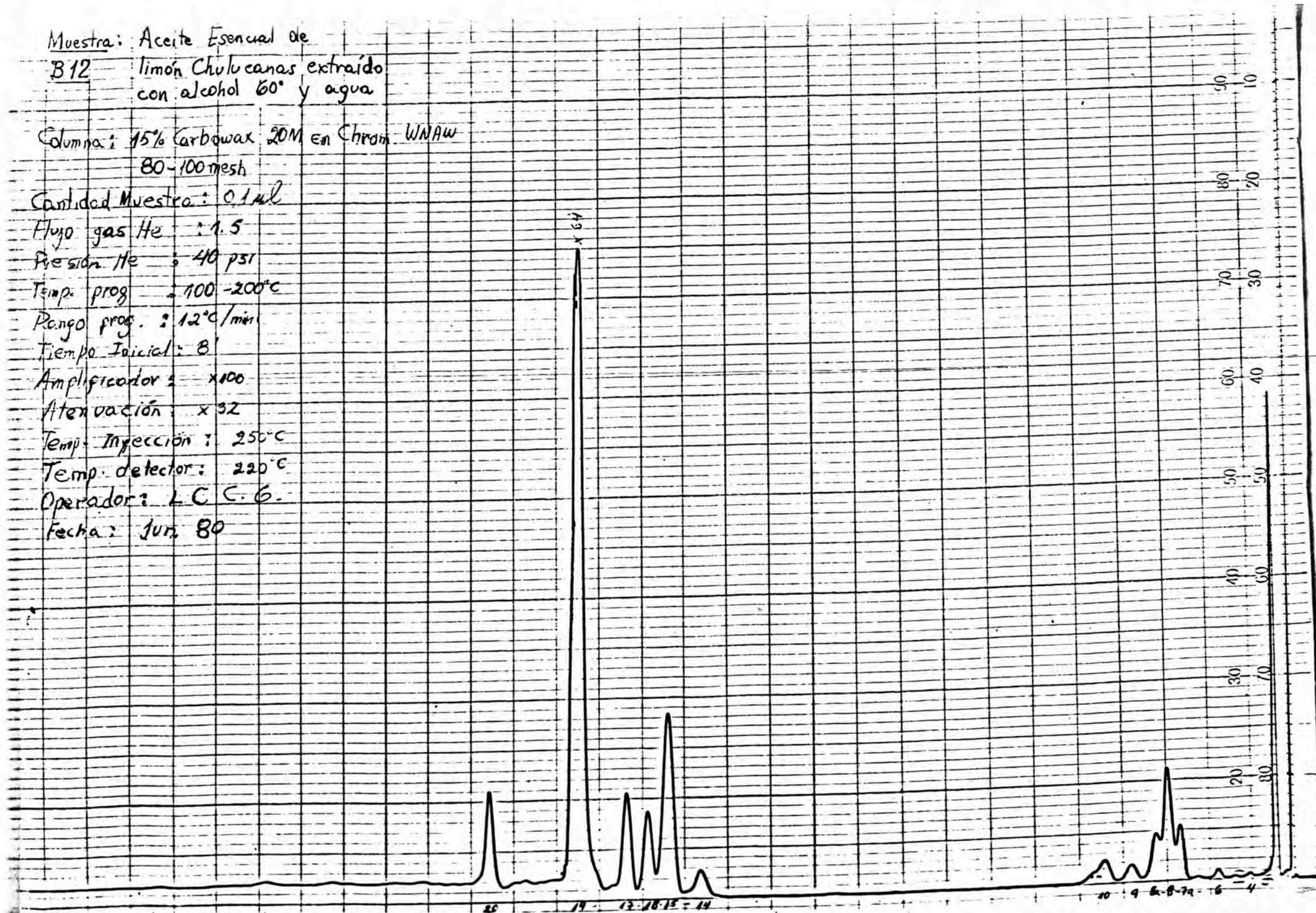
Atenuación : x32

Temp. Inyección : 250°C

Temp. detector : 220°C

Operador: L. C. C. G.

Fecha: Jun 80



Muestra: Aceite Esencial de Limón

B-13 Chulucanas extraído con
pentano y alcohol de 70°

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom WNAW
80-100 mesh

Cant. Muestra: 0,1 µl

Flujo gas He: 1,5

Presión He: 40 psi

Temp. Prog: 100-200°C

Rango Prog: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8'

Amplificador: x100

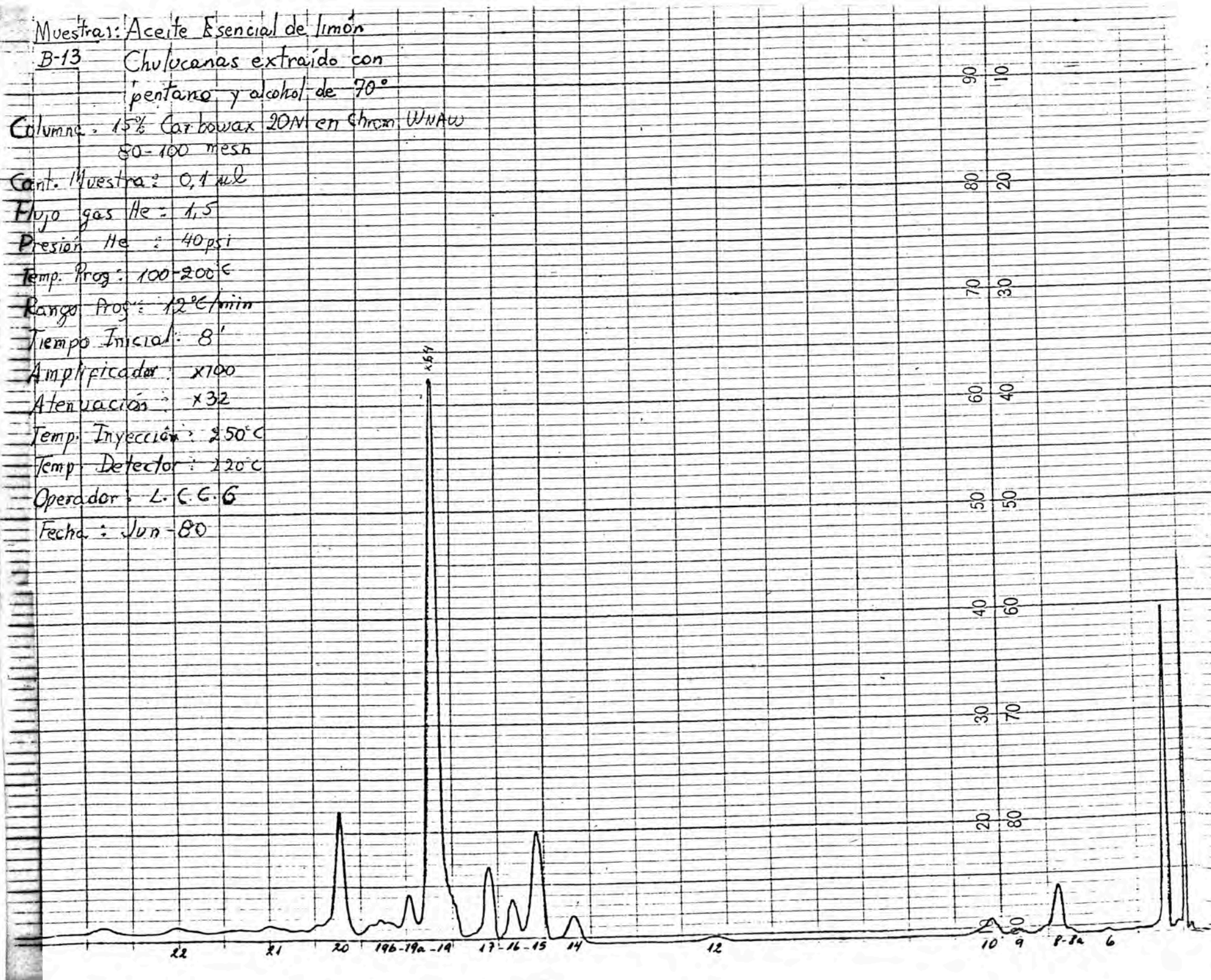
Atenuación: x32

Temp. Inyección: 250°C

Temp. Detector: 220°C

Operador: L. C. G. G

Fecha: Jun-80



Muestra: Aceite Esencial de limón

B44 Chulucanas extraído con

Pentano y alcohol diluido de 60°

Columna: 15% Carbowax 20m en Chrom. WUW
80-100 mesh

Cant. Muestra: 0.15 ml

Flujo Gas He: 1.5

Presión He: 40 psi

Temp. Prog.: 100-200°C

Rango Prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8

Amplificador: x100

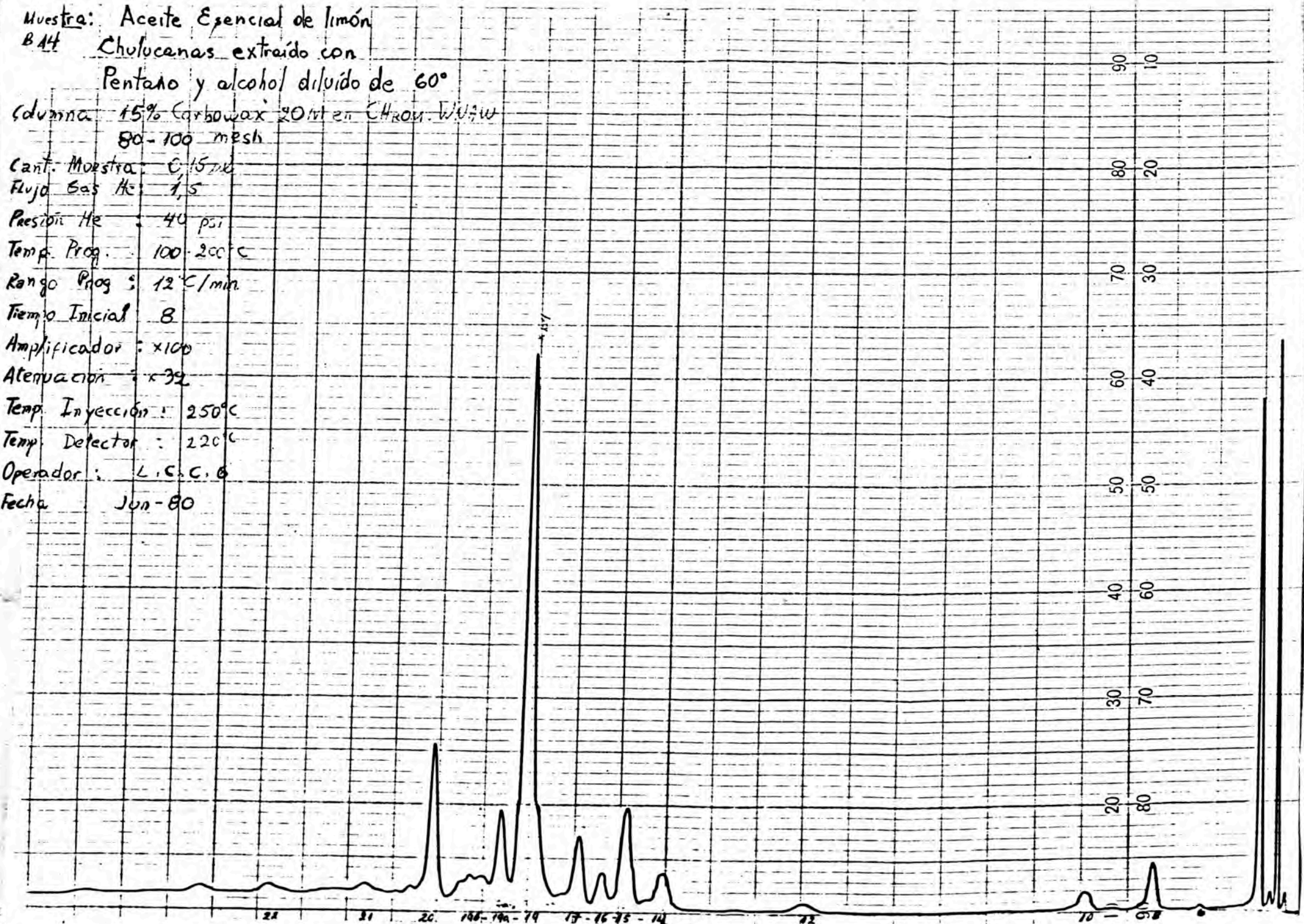
Atenuación: x32

Temp. Inyección: 250°C

Temp. Detector: 220°C

Operador: L.C.C.B.

Fecha: Jun-80



Muestra: Aceite Esencial de Limón

B44 Chulucanas extraído con

Pentano y alcohol diluido de 60°

Columna 15% Carbowax 20m en Chrom. WAW
80-100 mesh

Cant. Muestra: 0.15 ml

Flujo Gas He: 1.5

Presión He: 40 psi

Temp. Prog.: 100-200°C

Rango Prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 3

Amplificador: x100

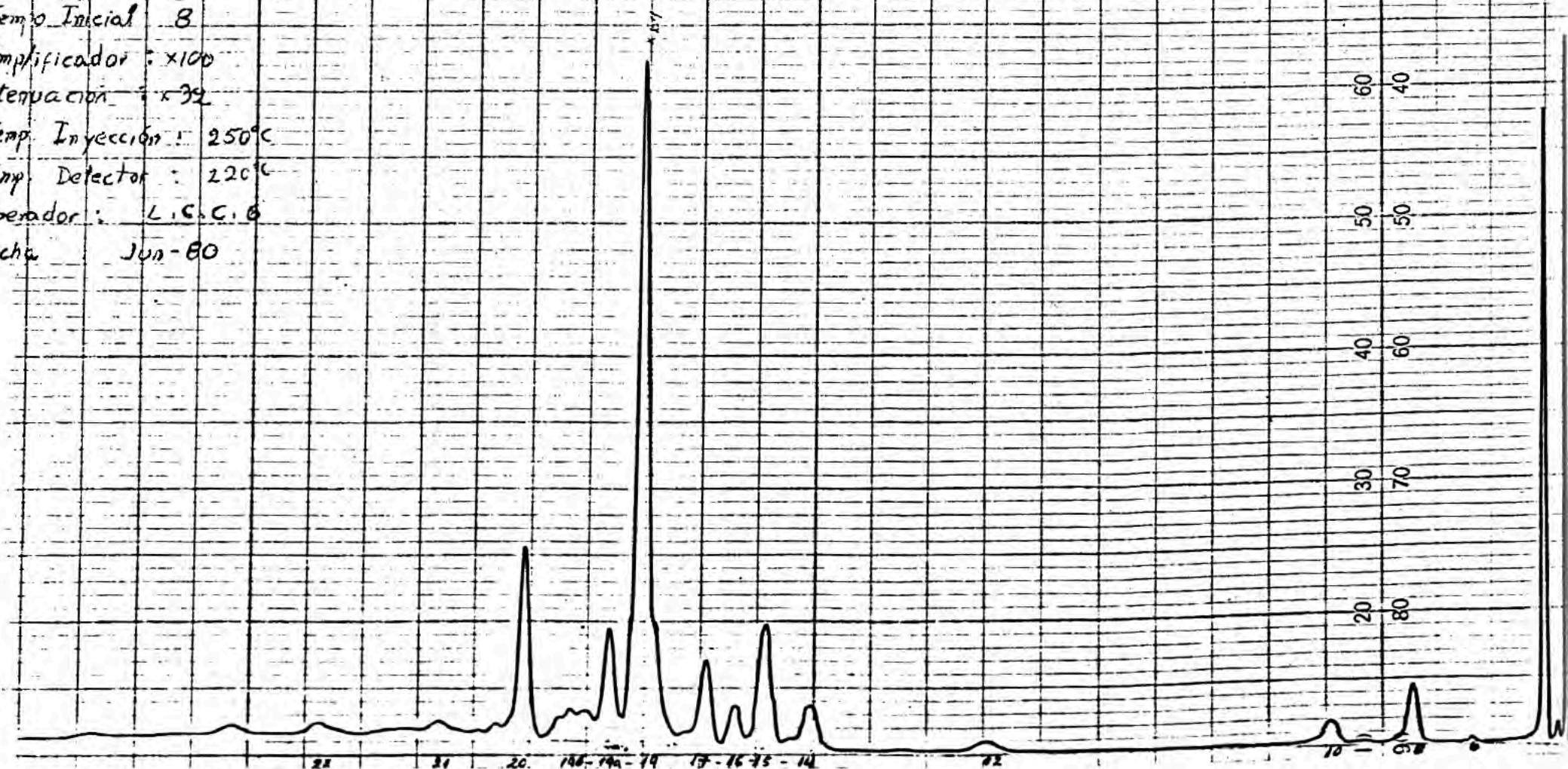
Atenuación: x32

Temp. Inyección: 250°C

Temp. Detector: 220°C

Operador: L.C.C.B

Fecha: Jun-80



Muestra B-15: Hc. Es. de limon

Chulucanas extraido
con hexano y alcohol de 60°

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. WNW

80-100 mesh

Cant. Muestra: 0,1 ul

Flujo gas He: 1,5

Presión He: 40 psi

Temp. Prog.: 100-200°C

Rango Prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8 min

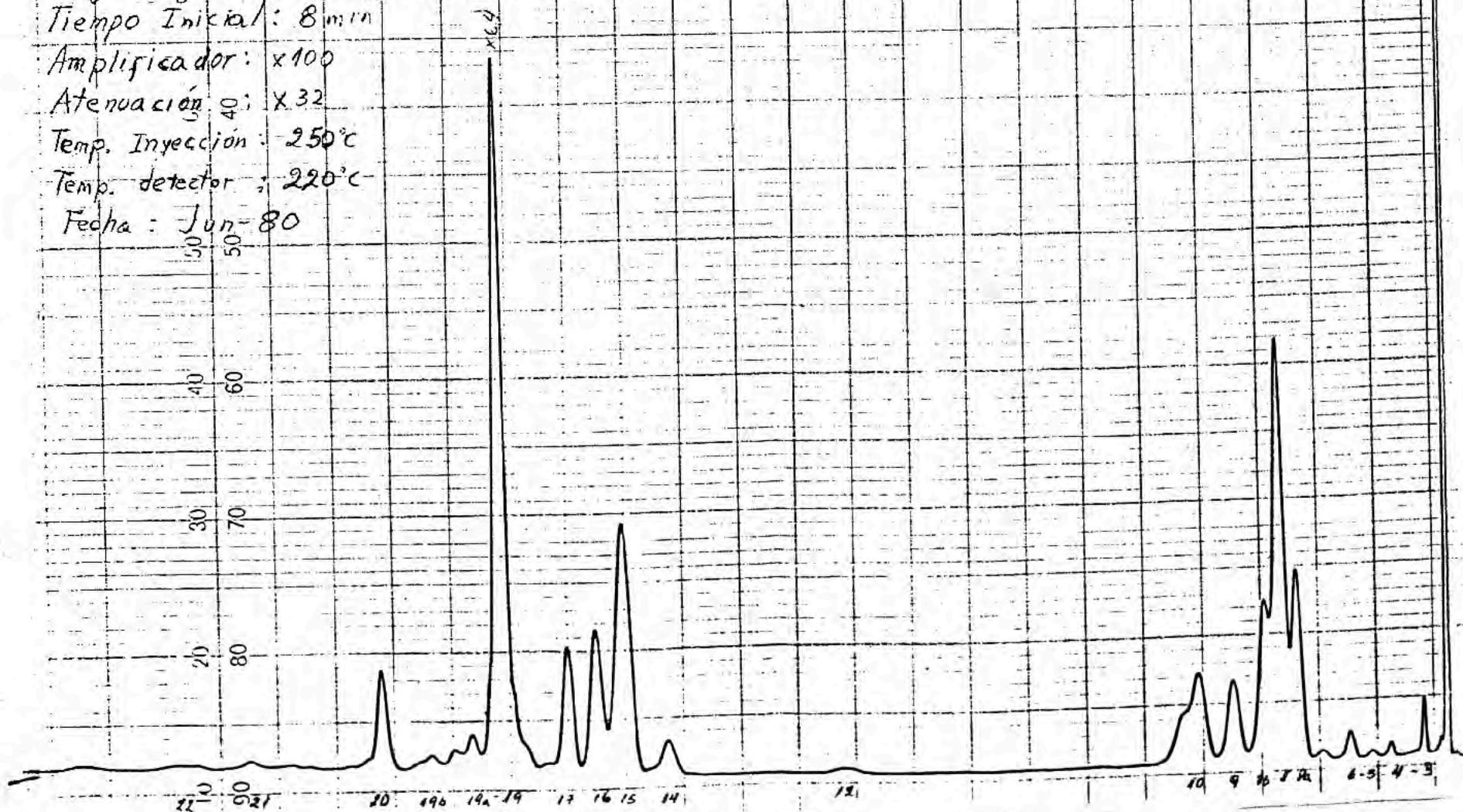
Amplificador: x100

Atenuación: x32

Temp. Inyección: 250°C

Temp. detector: 220°C

Fecha: Jun-80



muestra B-16. Ac. Es. de limón

Cholucanas extraído
con hexano y alcohol de 70°

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. WMAW
80-100 mesh

Carl. Muestra: 0.1 μ l

Flujo gas He: 1,5

Presión He: 40 psi

Temp. Prog.: 100-200°C

Rango Prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8 min

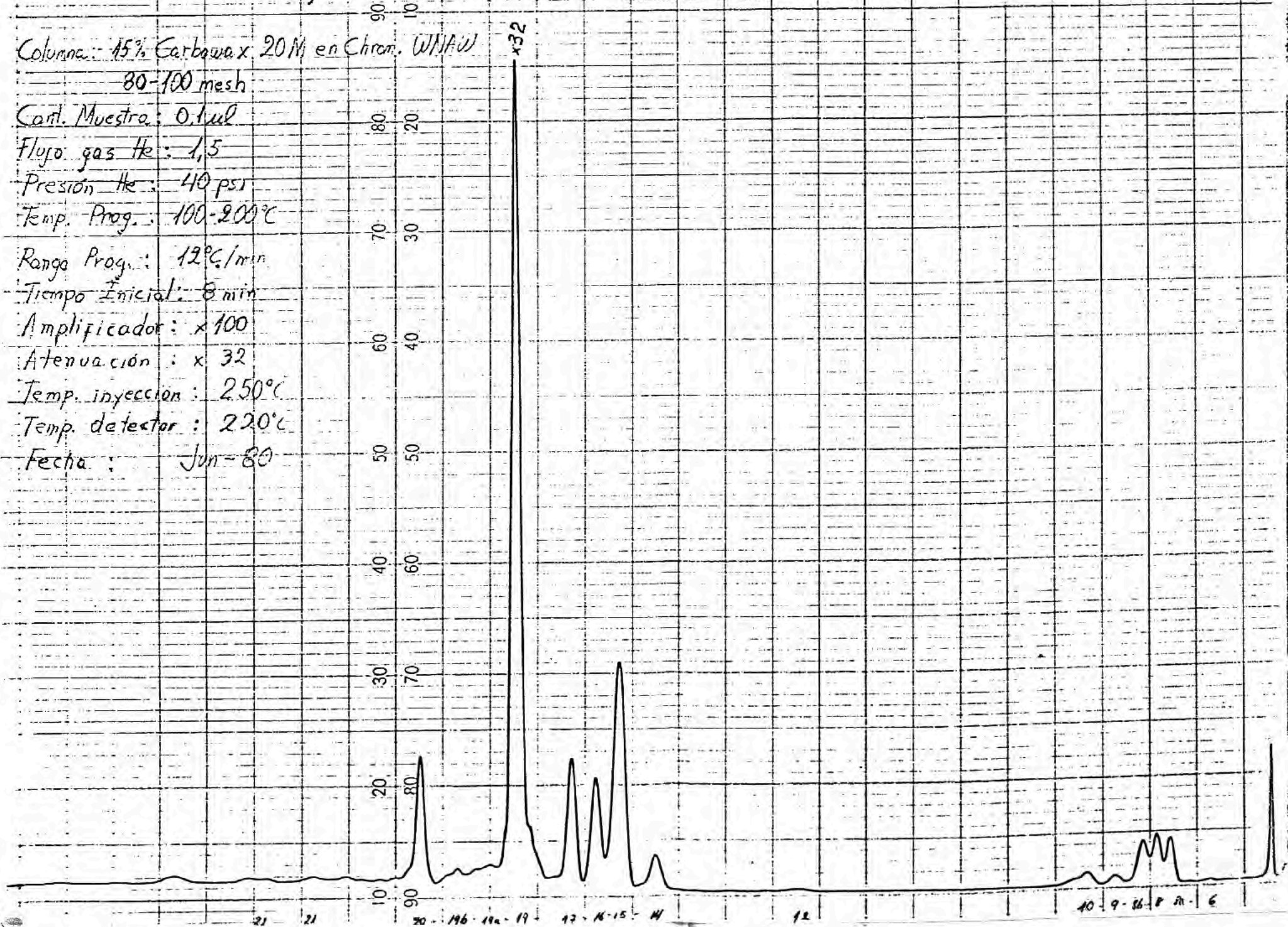
Amplificador: x100

Atenuación: x32

Temp. inyección: 250°C

Temp. detector: 220°C

Fecha: Jun-80



21 21

20 - 196 - 19 - 19 - 12 - 16 - 15 - 11

12

10 9-86-P 21 E

Muestra: Ac. Es. de limón (Procesos Combinados)
B17 Chulucanas extraído
con alcohol 60° y agua

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. WNAW
80-100 mesh

Cant. muestra: 0,1 ul

Flujo gas He: 1.5

Presión He: 40 psi

Temp. prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8'

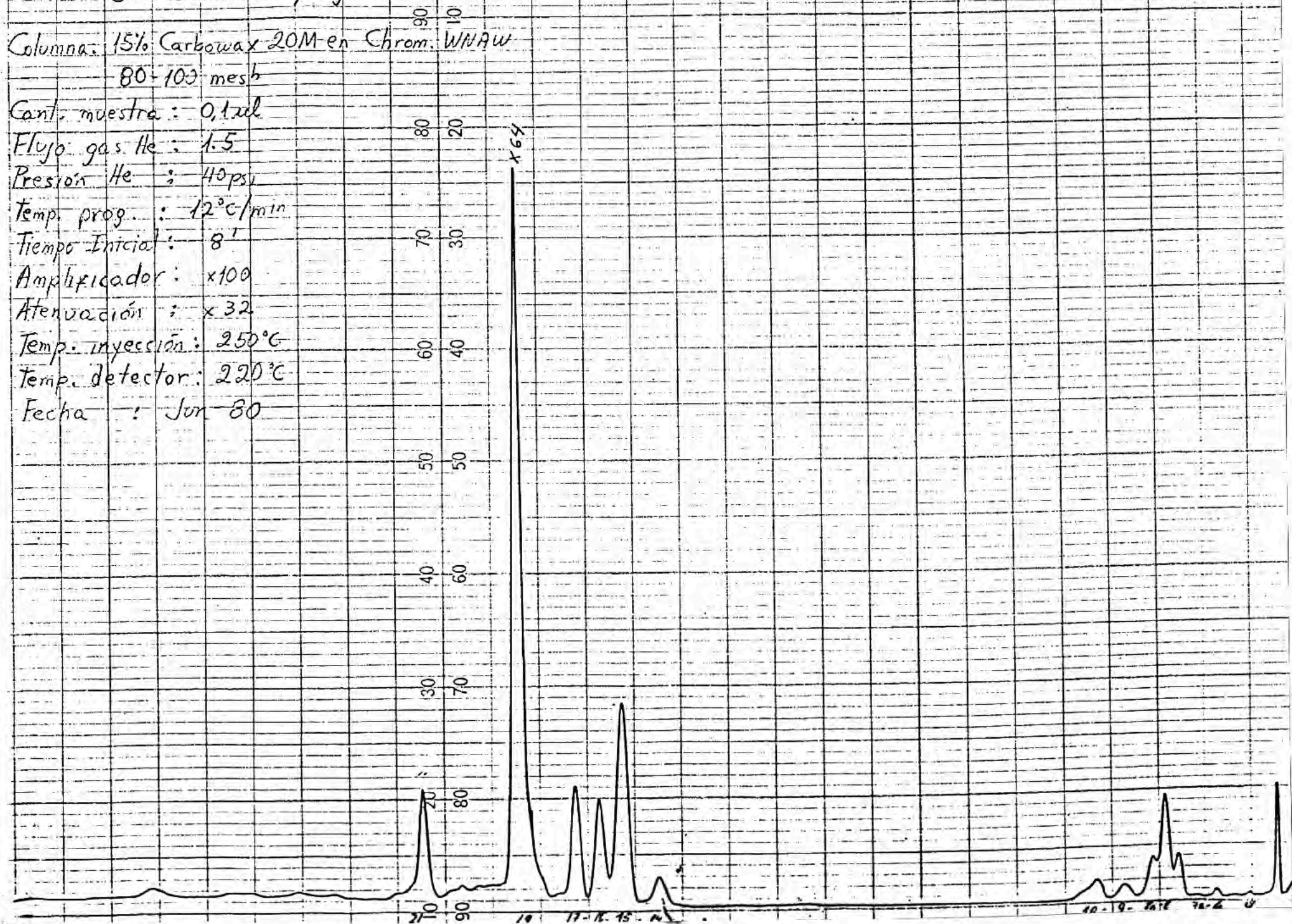
Amplificador: x100

Atenuación: x32

Temp. inyección: 250°C

Temp. detector: 220°C

Fecha: Jun 80



Muestra B18 : Naranja Indalsa extraido
con agua y alcohol de 80°

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom. WNAW
80-100 mesh

Cant. muestra: 0,1 μ l

Flujo gas He: 1,5

Presión He: 40 psi

Temp. prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8 min

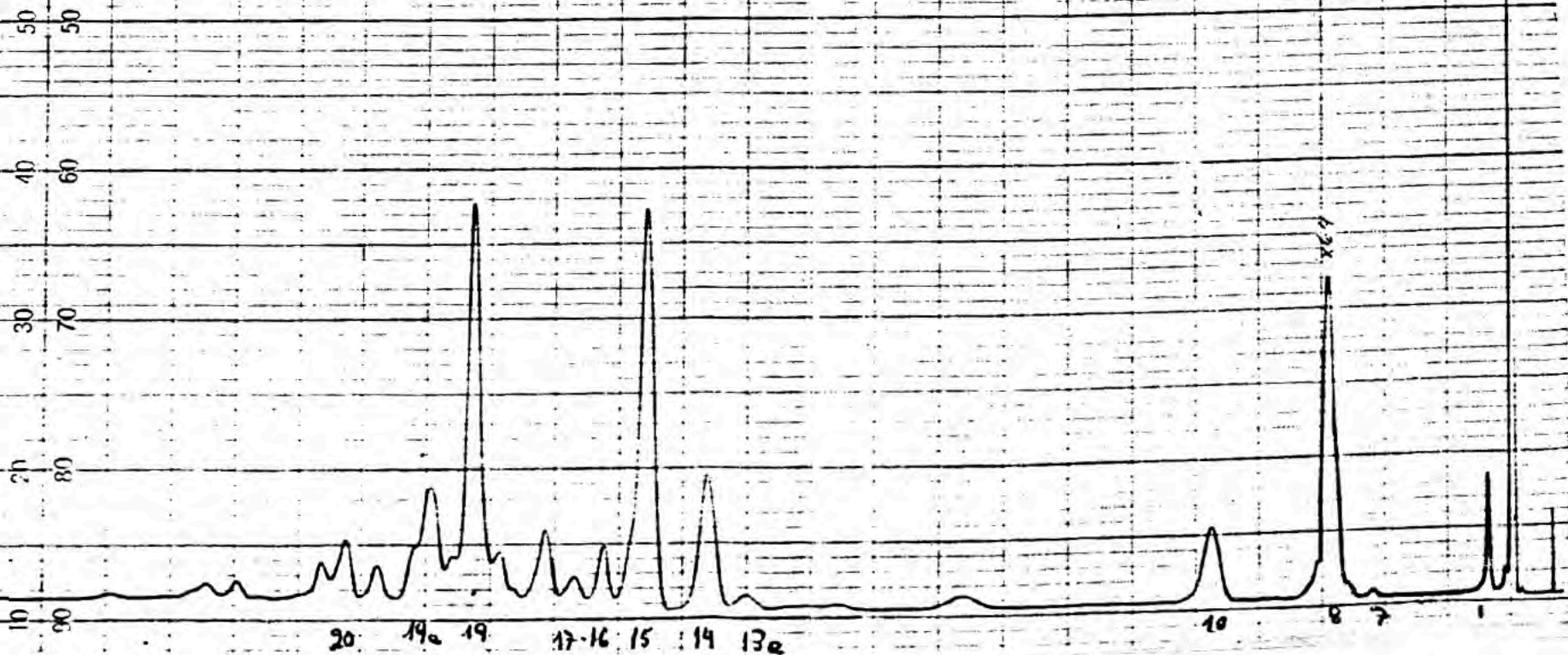
Amplificador: $\times 100$

Atenuación: $\times 32$

Temp. inyección: 250°C

Temp. detector: 290°C

Fecha: Jun-80



Muestra B19: Aceite Esencial de
Limón-Chulucanas Natural

Columna: 15% Carbowax 20M en Chrom-8
WNAW-(80-100 mesh)

Cantidad Muestra: 0,08 μ l

Flujo gas Helio: 1,5

Presión He: 40 psi

Temp. Prog.: 100-200°C

Rango Prog.: 12°C/min

Tiempo Inicial: 8 min

Amplificador: $\times 100$

Atenuación: $\times 32$

Temp. inyección: 250°C

Temp. detector: 220°C

Fecha: Jun-80

