



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA



**EXTRACCIÓN DE LIMONENO POR MEDIO DE HIDRODESTILACIÓN Y EL MÉTODO
SOXHLET**

T E S I S

Que para obtener el Título de:
INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

ARIANA POZAS LECHUGA

Asesor académico:
Dr. Julián Cruz Olivares

TOLUCA, MÉXICO

Noviembre 2025

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS-----	I
ÍNDICE DE TABLAS-----	IV
INTRODUCCIÓN-----	14
1. ANTECEDENTES-----	24
1.1 PASADO Y PRESENTE DE LAS PLANTAS MEDICINALES-----	24
1.2 LOS ORÍGENES EN OCCIDENTE-----	24
1.3 EL DESARROLLO EN EUROPA-----	26
1.4 ACEITES ESENCIALES-----	29
1.4.1 Origen de los aceites esenciales-----	29
1.4.2 Quimiotipos de los aceites esenciales-----	33
1.4.3 Clasificación de los aceites esenciales-----	34
1.4.4 ¿Cómo actúan los aceites esenciales?-----	38
1.4.5 Principales usos de los aceites esenciales-----	39
1.4.6 Aceites esenciales en el mercado-----	43
1.4.7 Ventajas y desventajas de los aceites esenciales-----	45
1.4.8 Aceites esenciales y ecología-----	46
1.5 LA NARANJA-----	47
1.5.1 La naranja en México-----	48
1.6 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA-----	51
1.6.1 Características físicas de los aceites esenciales-----	52
1.6.2 Características químicas de los aceites esenciales-----	52

1.7 LIMONENO	54
1.7.1 Propiedades físicas del limoneno	55
1.7.2 Composición química del limoneno	55
1.7.3 Propiedades terapéuticas del limoneno	56
1.8 EXTRACCIÓN	56
1.9 PROCESOS DE EXTRACCIÓN	57
1.9.1 Destilación por arrastre con vapor de agua	57
1.9.2 Destilación con agua (hidrodestilación)	59
1.9.3 Método de extracción con equipo Soxhlet	61
1.9.4 Método de extracción con fluidos supercríticos	63
2. JUSTIFICACIÓN	69
3. HIPÓTESIS	71
4. OBJETIVOS	73
4.1. OBJETIVO GENERAL	73
4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	73
5. MÉTODO DE EXTRACCIÓN DEL LIMONENO	75
5.1. PROCEDIMIENTO	75
5.1.1 Recolección de la muestra	75
5.1.2 Selección de la muestra	75
5.1.3 Preparación de la muestra	76
5.1.4 Obtención del aceite de limoneno	77
5.1.5 Método de extracción por medio del equipo Soxhlet	78

5.1.6 Método de extracción por medio de hidrodestilación utilizando el equipo Dean-Stark-----	80
6. ANÁLISIS DEL EXTRACTO-----	82
7. RESULTADOS Y DISCUSIONES-----	88
8. CONCLUSIONES-----	91
ANEXOS-----	93
1. HOJA DE DATOS DE SEGURIDAD DEL LIMONENO-----	94
2. HOJA DE DATOS DE SEGURIDAD DEL ETANOL (ALCOHOL ETÍLICO)-----	99
GLOSARIO-----	103
BIBLIOGRAFÍA-----	119

Índice de figuras

Figura 1. La agricultura y el uso de las plantas-----	14
Figura 2. Diferencias alambique y alquitara-----	16
Figura 3. Representación de la técnica conocida como Enfleurage-----	17
Figura 4. Representación de esencias obtenidas a partir de la mezcla de alcohol con hierbas--- -----	17
Figura 5. Representación artística del aparato para la destilación del Aqua Vitae, para “Liber de arte Distillandi”, por Hieronymus Brunschwig-----	18
Figura 6. Columna para destilación por Cellier Blumenthal-----	19
Figura 7. Alambique continuo-----	20
Figura 8. Caratula y contenido de “Pharmacopoeia”-----	27
Figura 9. Samuel Thomson, fundador del movimiento fisiomédico-----	28
Figura 10. Partes de las plantas utilizadas en la elaboración de aceites esenciales-----	30
Figura 11. Producción de Stevia (Stevia rebaudiana) en cultivos de tipo clonal -----	47
Figura 12. Anatomía de la naranja-----	48
Figura 13. La naranja en México-----	49
Figura 14. Producción de naranja en México-----	50
Figura 15. Representación del flavedo, ubicación del aceite esencial de naranja-----	52
Figura 16. Molécula del limoneno-----	55
Figura 17. Representación de la destilación por arrastre con vapor de agua-----	58
Figura 18. Representación de la destilación por medio de hidrodestilación con ayuda de la trampa Dean-Stark-----	60
Figura 19. Representación de extracción por medio del equipo Soxhlet-----	62
Figura 20. Diagrama de fases-----	65
Figura 21. Estructuración de un proceso en base al diagrama de fases-----	65
Figura 22. Representación del proceso de extracción por CO ₂ -----	66
Figura 23. Naranjas en distintos grados de madurez-----	75
Figura 24. Cáscara de naranja en trozos fresca vs seca-----	76
Figura 25. Destilación de limoneno por medio del método Soxhlet-----	79
Figura 26. Destilación de limoneno por medio del equipo Dean-Stark-----	81

Figura 27. Espectro IR de limoneno Sigma-Aldrich-----	83
Figura 28. Espectro IR de limoneno Dean-Stark-----	83
Figura 29. Espectro IR del Etanol-----	84
Figura 30. Espectro IR por destilación Soxhlet-----	85
Figura 31. Espectro IR de limoneno por medio de extracción soxhlet y separado con destilación simple-----	85
Figura 32. Gráfica de Absorbancia vs longitud de onda para el aceite estándar de Sigma-Aldrich-----	86
Figura 33. Gráfica de Absorbancia vs longitud de onda para el aceite obtenido mediante hidrodestilación Dean-Stark-----	87
Figura 34. Espectro IR muestra estándar vs hidrodestilación Dean-Stark-----	90
Figura 35. Espectro IR muestra estándar vs destilación Soxhlet -----	90

Índice de tablas

Tabla I. Ejemplificación de los aceites esenciales de acuerdo a su consistencia-----	35
Tabla II. Grupos funcionales presentes en cada categoría-----	37
Tabla III. Análisis cualitativo y cuantitativo de la composición química del aceite esencial de cáscara de naranja-----	56
Tabla IV. Experimentos realizados-----	77
Tabla V. Análisis del limoneno de Sigma-Aldrich-----	82
Tabla VI. Picos de absorción para el limoneno estándar -----	87
Tabla VII. Picos de absorción para el limoneno obtenido por hidrodestilación Dean-Stark -----	88
Tabla VIII. Rendimiento extracción Soxhlet e Hidrodestilación-----	88
Tabla IX. Rendimiento de la hidrodestilación en proporción 5:1 vs 3:1-----	89

RESUMEN

Para obtener las sustancias activas de una planta, se utilizan diferentes métodos de extracción; uno de los más frecuentes es el uso de extractos de aceites esenciales. El procedimiento de extracción consiste en añadir las sustancias activas de una planta a un solvente, siendo normalmente utilizados el agua o alcohol. Puede llevarse a cabo en diferentes condiciones de temperatura o presión y el producto obtenido puede ser una solución concentrada, diluida o espesa dependiendo del componente de origen y el proceso seleccionado o espesarse a voluntad según la aplicación que se requiera o desee.

Usando este conocimiento como base, utilizando el método de hidrodestilación con ayuda de la trampa Dean-Stark y el método Soxhlet se extrajo aceite esencial de limoneno a fin de obtener un aceite con una composición similar a la que se encuentra actualmente en el mercado, para el cuál ocupamos como materia prima cáscara de naranja (*Citrus Sinesis*), la cual posee una notable cantidad de diversos aceites esenciales en su corteza, entre ellas el componente de nuestro interés: el limoneno.

El limoneno es utilizado en innumerables industrias como base para sus productos entre ellas se encuentra la industria alimenticia como saborizante, así como en la aromaterapia y en la industria de la cosmética, de igual manera destaca notablemente dentro de la industria de limpieza debido a que su aroma es agradable sin embargo, no es eso lo que hace que este compuesto sea de gran interés, sino sus propiedades antivirales, anti-fúngicas y bactericidas, todo esto y el hecho de provenir de una fuente natural es lo que hace al limoneno como un compuesto deseable por muchos.

Ambos métodos ocupan solventes diferentes, sin embargo, ambos nos dan como resultado el limoneno, sustancia cuyo olor es notablemente cítrico, no obstante, su apariencia entre ambos métodos difiere de una mezcla oleosa y turbia a un líquido transparente, el cuál es útil dependiendo la finalidad de uso de este aceite. El rendimiento de extracción fue superior con el método Soxhlet, sin embargo, el extracto obtenido por medio de hidrodestilación destaca con una pureza mayor (de acuerdo con el análisis Infrarrojo), lo cual es notable al comparar los espectros con el estándar comercial de limoneno.

INTRODUCCIÓN

Desde el inicio de la vida del hombre en la tierra, este se ha visto en la búsqueda constante de hallar la manera de aprovechar los recursos naturales que se desarrollaban en las zonas que habitaban, no sólo de manera comestible sino también de otras maneras que les generaran experiencias agradables.

Con el surgimiento de la agricultura, las poblaciones dejaron de moverse de un lugar a otro y comenzaron a criar animales para su aprovechamiento como alimento, sus huesos como herramientas y sus pieles como ropa, asimismo comenzaron a cultivar plantas debido a sus propiedades, las cuales eran aplicables para armonizar, para el tratamiento de diferentes padecimientos, así como para usarlo en conjunto con los alimentos, mejorando así el sabor de estos.

Los alquimistas egipcios fueron los creadores del proceso de destilación; estos utilizaron una inmensa cantidad de dispositivos que tenían como objetivo vaporizar sustancias volátiles y trabajar metales con el uso de estas. Como ejemplo, el mercurio se lograba calentando el cinabrio (sulfuro mercurioso) en un plato de hierro, posteriormente se situaba dentro de una olla que estaba tapada con un puchero o "ambix", en esta última, se condensaba el vapor del mercurio. Después, se utilizó el término para referirse a todo el equipo de destilación, que se le conoció como alquitara.

La alquitara (del árabe al-gattara, que significa la que destila) es el procedimiento más antiguo y tradicional, que todavía se emplea en algunas áreas de Galicia. Indudablemente, es el sistema más lento y de peor desempeño.

El equipo para destilar está compuesto por tres partes que pueden conectarse: una base o soporte, normalmente de hierro fundido; un capacete, en el cual se ubica un condensador o cámara de expansión semiesférica y tiene salida por medio de un pico (biqueira), y una pota o caldera.

El capacete, por su parte, cuenta con dos orificios: uno para el ingreso de agua a contracorriente y otro para la salida de agua. Además, el bidón con serpentín también puede ser incluido.

Para prevenir que el orujo a destilar entre en contacto con el fuego de manera excesiva, en la parte inferior del pote se ubica una mantilla perforada (hay algunos destiladores que utilizan paja o sarmientos para este mismo propósito). El cierre entre el pote y el capacete se realiza con agua o con una mezcla de harina, preferentemente de centeno, que parece adherir mejor que la de maíz o trigo.

La destilación es un proceso simple: los vapores generados se expanden en el condensador y, gracias al agua refrigerante, se condensan. El destilado sale por el pico o biqueira. La madera o cualquier otro combustible que posibilite el aporte y regulación del calor puede ser usado como combustible para proporcionar el calor requerido para generar una vaporización.

Una desventaja significativa de este sistema es que no se puede aumentar la refrigeración para acelerar el proceso de salida del extracto.

El alambique es un perfeccionamiento de la alquitara, ya que tiene una capacidad de rectificación y rendimiento energético mejoradas.

Al igual que el alquitara, cuenta con una caldera y una parte superior llamada cabeza. Sin embargo, a diferencia de aquella, el alambique tiene un tubo conocido como cuello de cisne que se extiende desde la salida del alambique hasta un serpentín sumergido en agua fría dentro del condensador, esto posibilita la aparición de fenómenos de reflujo en la cabeza del alambique, los vapores menos volátiles se condensan y regresan a la caldera, mientras que los más volátiles pasan a través del cuello de cisne y se condensan en el serpentín. Así, se consigue una separación más eficaz de los compuestos según sus puntos de ebullición y un destilado con mayor proporción de etanol, lo cual facilita un control más preciso sobre el proceso de destilación y reduce su costo (Rodríguez, 2008). Este método fue utilizado por primera vez por los griegos al inicio del siglo I.

No se tienen registros de la utilización de alambiques con propósitos distintos a los alquímicos hasta cerca de 700 años después de su primera aparición en la alquimia, cuando empezaron a ser utilizados y mencionados en libros de recetas.

Abu Mussah-al-Sofi o Geber, que vivió aproximadamente en el año 760 d.C., describió técnicas de filtración, cristalización, destilación, evaporación, sublimación y fusión más perfeccionadas. Otros, como Avicena, también llamado Ibn Sina, clasificaron productos químicos y minerales y explicaron con gran detalle su fabricación. Los textos antiguos mencionan a Damasco como un centro de manufactura y destilación.

El proceso de destilación del alcohol y la generación de ácidos fuertes, como el nítrico y el sulfúrico, tuvieron un impacto significativo en varios métodos; por ejemplo, la elaboración de perfumes cambió por completo. Los químicos de épocas pasadas adquirían sus esencias mediante el enfleurage, que consiste en la combinación de hierbas y flores con ceras o grasas derretidas; posteriormente, se realizaba filtración para separarlas.

De esta manera, el aceite o la grasa absorbía las esencias que causaban el aroma. Sin embargo, fue entonces cuando los árabes comenzaron a combinar las flores y las hierbas con agua o alcohol, y a destilar esa mezcla para crear un perfume líquido. Cuando se empleaba agua, las esencias formaban una capa delgada en la parte superior de la mezcla y podían separarse por decantación; de esta manera dio inicio al nacimiento del proceso de destilación por arrastre con vapor.

Un siglo después, el alcohol, que era producido por la destilación del vino, ya era una sustancia ampliamente conocida. En la Edad Media, el alcohol concentrado se hacía en dos fases: la primera destilación generaba un alcohol de 60%, al que se le llamaba agua ardens o aguardiente; luego, una segunda destilación aumentaba la concentración a 96%, y el producto final se denominaba aqua vitae o agua de la vida. La producción de alcohol en Módena, Italia, era masiva en 1320 y la técnica se propagó por Alemania y Francia.

La industria química se incorporó al campo del gremio de los destiladores, que en el siglo XV incluía a los fabricantes de ginebra, así como a los boticarios y a quienes producían ácidos.

Esto significaba que la destilación de ácidos posibilitaba la elaboración de una variedad de nuevos productos químicos. En la primera parte de la Edad Media, las medicinas consistían principalmente en jarabes y polvos; sin embargo, estos últimos fueron sustituidos por tinturas, o sea, soluciones o destilados de la "droga" en alcohol. Los perfumes que se habían hecho de manera tradicional, mediante la maceración de hierbas y aceites o grasas, comenzaron a producirse siguiendo el método árabe, o sea, por medio de la destilación y disolución en alcohol.

Los primeros libros acerca de la destilación fueron escritos en el siglo XVI (Brunschwig, 1500; Andrew, 1527); uno de ellos fue publicado más adelante por Libanius (1606).

Boyle destiló vinagre y alcohol de madera y obtuvo las distintas fracciones según sus puntos de ebullición, lo que fue quizás la primera destilación analítica.

Rumford empleó vapor de agua como agente térmico en el año 1800. En ese entonces, los investigadores franceses de vanguardia habían creado y probado lo que se conoce como columnas de destilación. Con el invento de la columna de rectificación de Cellier Blumenthal, en 1813, estas tuvieron un progreso significativo.

En el año 1822, Perrier creó las campanas de burbujeo y desarrolló un alambique continuo que incluía el uso de reflujo interno y la precalentación de la alimentación.

En otro lado, Adam y Bérard crearon columnas para rectificar el alcohol que se extraía del vino. Blumenthal, por su parte, unió los métodos usados por ambos inventores para crear una columna que producía una corriente de alcohol rectificado a partir de una alimentación constante de vino; así consiguió el primer procedimiento de destilación a régimen permanente.

En el año 1850, las industrias de alquitrán de hulla y petróleo comenzaron a emplear columnas rectificadoras en la industria del alcohol.

Con la destilación del alquitrán, se hallaron compuestos químicos importantes como el tolueno, el xileno y el benceno durante los años 1860 y 1880 (Valiente, 1995).

En mediados del siglo pasado se encontró el método para producir vidrio que es transparente, dúctil y que puede resistir temperaturas altas y bajas de manera constante. La elaboración de dispositivos y materiales de laboratorio fue el uso inmediato de este vidrio.

En el área de la destilación, se hicieron cambios a los alambiques y surgieron matraces, columnas y condensadores parecidos a los que se utilizan actualmente. Desde ese momento, la destilación ha sido una de las técnicas de separación más utilizadas en los laboratorios y en la investigación química; además se aplica como técnica analítica.

En la actualidad, la industria se centra en desarrollar procesos que faciliten la vida del ser humano; no obstante, debido al aumento de la contaminación a nivel global, ha surgido la necesidad de generar alternativas sostenibles para mitigar el impacto, conocido como química verde. Este enfoque persigue conseguir un producto mediante materias primas que no afecten al ecosistema y que, al mismo tiempo, sean capaces de satisfacer una demanda social. .

Los productos derivados de la destilación tienen la capacidad de responder a las necesidades de diversas industrias, puesto que no solo conseguimos características sensoriales como el sabor y el olor, sino también las propiedades del producto destilado. Dichas propiedades incluyen usos como antimicrobianos, antiinflamatorios, antifúngicos y expectorantes, entre otros.

Los terpenos son el grupo más grande de metabolitos secundarios, son elementos de las glándulas de los aceites esenciales, las flores y las resinas que definen a las plantas aromáticas. Los terpenos les otorgan a estas últimas sus sabores y aromas distintivos (Rodríguez, 2013).

La defensa de una gran variedad de especies vegetales, animales y microorganismos contra competidores, patógenos y depredadores está directamente relacionada con los terpenos volátiles.

Los terpenos volátiles son especialmente abundantes en las frutas carnosas. Los monoterpenos, siendo el D-limoneno el más frecuente (hasta un 95% en la naranja), son los

componentes principales de las glándulas del aceite esencial de la cáscara de los frutos cítricos (flavado) (Rodríguez, 2013); obtenidos para su aplicación en la industria alimenticia, en dónde las esencias son utilizadas como saborizantes o en la medicina alternativa en dónde son utilizados como aromatizantes.

Un proceso de destilación adecuado incluye otro tipo de propiedades del producto, tal como es en la industria cosmética en dónde se utilizan las propiedades de diferentes productos, tales como la jalea real y miel, los cuales poseen propiedades cicatrizantes para la piel del ser humano, en la industria de la medicina en dónde se utilizan extractos herbáceos como relajantes y calmantes o en la industria de los limpiadores en dónde se utilizan los extractos de cítricos como aromatizantes y desinfectantes.

El limoneno es uno de los compuestos que se emplean en múltiples sectores, gracias a su capacidad para funcionar como desinfectante, aromatizante o vitamina. Este compuesto puede ser obtenido de diversas frutas cítricas, entre ellas la mandarina, la toronja y el limón, sin embargo, nosotros utilizamos la naranja para la extracción de este.

El limoneno, es uno de los muchos compuestos y aceites que se podemos encontrar en la cáscara de las naranjas, siendo este el de mayor interés, éste compuesto es un aceite conocido por tener múltiples propiedades que van desde desinfectante hasta como tónico, las altas concentraciones en las que se obtiene este compuesto hace que sea cotizado en el mercado con un alto valor monetario.

Este aceite, es extraíble por medio de diversos métodos de destilación, sin embargo, al ser un compuesto con múltiples propiedades su costo de venta es alto por lo que por medio de dos métodos conocidos cómo son la hidrodestilación y la extracción por medio del equipo Soxhlet, enfocamos esta investigación para buscar la extracción de éste compuesto de manera que sea lo más cercana al limoneno estándar que se encuentra actualmente a la venta.

La hidrodestilación es un procedimiento de destilación que persigue la separación de compuestos mediante la distinción entre las densidades del agua y el aceite. Este método

recircula el agua obtenida al separar el aceite, con el objetivo de intentar rescatar la mayor cantidad de aceite posible.

La destilación por medio del equipo Soxhlet busca arrastrar el aceite con algún compuesto en el que sea soluble, una vez recuperada una cantidad suficiente de la mezcla aceite-compuesto y por medio de una destilación simple, se separa la parte oleosa de la parte líquida debido la diferencia de puntos de ebullición.

1. ANTECEDENTES

1.1 PASADO Y PRESENTE DE LAS PLANTAS MEDICINALES

El empleo de las plantas para la alimentación del hombre y la curación de diversas enfermedades se remonta a la creación del mundo. Esta experiencia fue transmitida de generación en generación a tal punto que en la actualidad, en pleno siglo XXI son denominadas plantas de uso tradicional cuyos compuestos son importantes para el desarrollo de muchos medicamentos.

1.2 LOS ORÍGENES EN OCCIDENTE

El origen de las ciencias médicas se remonta en los tiempos y es confundido, por una parte, con el empirismo y, por otra, con la superstición. El primero dio nacimiento a la medicina popular, fundamento de la observación rudimentaria de los fenómenos de orden médico, que aún perdura entre los pueblos salvajes; en tanto, la superstición dio lugar a la medicina sacerdotal, que apareció en las primeras edades de todos los pueblos y se explica, también, por la mayor ilustración de los ministros del culto respecto a una masa popular ignorante.

Desde hace aproximadamente 4,000 años, el ajo y el enebro han sido empleados con propósitos medicinales. Estos y otras plantas de uso frecuente ya estaban listados en papiros egipcios que datan del año 1,700 a.C.

Durante la época de Ramsés III, el cáñamo se usaba para los problemas de los ojos, de la misma forma que hoy en día puede recetarse para el glaucoma, mientras que la amapola del opio se empleaba para apaciguar el llanto infantil.

En el año 468-377 a.C. en los tiempos de Hipócrates, la tradición europea había absorbido ya ideas procedentes de Asiria e India e incorporando plantas orientales como la albahaca y el jengibre, igualmente, comenzaba a formularse la teoría de los humores y fluidos esenciales del cuerpo.

Hipócrates clasificó los alimentos y las hierbas en grupos según su característica principal: calientes, fríos, secos o húmedos.

El clásico "De Materia Medica", escrito por Pedanius Dioscorides aproximadamente en el año 60 d. C., será un libro de consulta ineludible durante 1,500 años. El perejil es diurético, el hinojo estimula la producción de leche y el marrubio blanco combinado con miel tiene propiedades expectorantes; estas son algunas de las acciones medicinales que Dioscorides menciona y que hoy en día nos son familiares.

Las teorías médicas griegas llegaron a Roma en el año 100 a.C. Con el tiempo, se tornaron más mecanicistas y comenzaron a ver al cuerpo como una máquina que "necesitaba reparación", en vez de continuar con la prescripción hipocrática de dejar que las enfermedades se curen por sí solas. De esta manera, la medicina se convirtió en un negocio muy rentable que ofrecía remedios complejos y costosos elaborados con hierbas. Claudius Galenus, de la ciudad de Pergamon, Asia Menor, y médico de la corte del emperador Marco Aurelio era contrario a esto, por lo que reelaboró muchas de las ideas antiguas hipocráticas y dio forma a la teoría de los humores. Sus obras se convirtieron en libros de texto sobre medicina no sólo en Roma, sino también para los posteriores especialistas árabes y medievales.

Tras la caída de Roma en el siglo V, Oriente se convirtió en el nuevo centro de la cultura clásica y Constantinopla y Persia fueron los lugares donde se enfocó el estudio de la medicina galénica, los árabes adoptaron el galenismo, fundiéndolo tanto con sus conocimientos populares como con los conocimientos supervivientes del antiguo Egipto.

Posteriormente, la invasión árabe trajo a Europa una combinación de ideas, costumbres y prácticas relacionadas con el uso de las hierbas.

En el continente asiático, así como ocurría en la antigua filosofía griega, la tradición china se basaba en la teoría de los cinco elementos (en lugar de los cuatro del modelo griego), las cuales explicaban las interacciones entre el ser humano y el entorno que lo rodeaba.

Estos elementos llamados madera, fuego, tierra, metal y agua, están relacionados entre sí de manera que: la madera atrae al fuego, el fuego se transforma en tierra, la tierra descubre el

metal, el metal produce agua (en forma de condensación sobre una superficie metálica fría), y el agua da origen a la madera alentando el crecimiento de la vegetación.

Los orígenes del uso medicinal de las hierbas en China se pierden en la mitología y relatos de la época. Personas legendarias como Shen Nong, conocido como "el agricultor divino", que cuentan, "creó" la agricultura y descubrió múltiples plantas con propiedades medicinales, además de ser el inventor del té. Su nombre refiere a un importante herbario chino de alrededor del año 200 a.C.

1.3 EL DESARROLLO EN EUROPA

En los años oscuros que siguieron a la caída de Roma, no se perdieron por completo las tradiciones europeas en materia de hierbas, los "bárbaros" trajeron sus propias plantas medicinales y éstas se incorporaron a las prácticas romanas supervivientes.

"The Leech Book of Bald", escrito en lengua vernácula y que data de los primeros cincuenta años del siglo X, es el herbario más antiguo que se conserva en Europa. Contiene remedios que el patriarca de Jerusalén envió al rey Alfred. En él se detallan muchos tratamientos para una variedad de enfermedades. .

Pese a que las escuelas de medicina se difundieron por toda Europa (la más conocida, la de Salerno, fue establecida a inicios del siglo X y enseñaba los principios hipocráticos), la iglesia tenía en gran parte el control sobre los tratamientos y la práctica médica basada en plantas. Se cuidaba a los enfermos y se cultivaban plantas medicinales en todos los monasterios como parte de las obligaciones.

Al irse desvinculando el conocimiento de los claustros de los monasterios, empezó a ponerse de nuevo el énfasis en las habilidades y disciplinas sanadoras que en tiempos anteriores se habían enseñado en la escuela de Salerno.

Ya en los años 1530, Paracelso (nacido Philippus Theophrastus Bombastus von Hohenheim, cerca de Zurich en 1493) revolucionaba las actitudes europeas en el campo de la salud. Tanto

alquimista como médico, insistía en dar sus conferencias en alemán en lugar de hacerlo en latín, como era costumbre ya que consideraba a la mayor parte de los boticarios y médicos unos conspiradores corruptos cuyo fin era “ordeñar” al público.

La actitud de Paracelso fue seguida por médicos como William Turner que escribía en inglés para que los boticarios y las personas que recogían hierbas pudieran entender a qué plantas se referían los médicos con sus prescripciones en latín y no pusieran en peligro la vida de muchos debido a su ignorancia.

Nicholas Culpeper adoptaría más adelante un punto de vista similar haciéndose acreedor de la ira del recién creado “College of Physicians” al traducir su “Pharmacopoeia” al inglés para que la gente corriente pudiera buscar sus propias hierbas en el campo y no tener que comprarlas.

Durante los siglos XVII y XVIII, las luchas entre médicos, boticarios y "recolectores de hierbas" se llevaron a cabo a medida que la medicina pasó a estar bajo el control creciente de médicos académicos con formación universitaria, mientras que la dispensación de medicamentos estaba estrictamente regulada por los boticarios.

Los primeros colonos europeos que llegaron a Norteamérica llevaban consigo las plantas medicinales habituales en sus lugares de origen. Antes de que la población indígena quedara diezmada como resultado de sus batallas con los pioneros, éstos y los nativos compartieron buena parte de su folklore sobre los usos de las hierbas.

Uno de los primeros entusiastas fue Samuel Thomson, que fundó el movimiento fisiomédico. Nacido en New Hampshire en 1779, Thomson estudió el oficio desde niño con Widow Benton, una doctora de “raíces y hierbas” que combinaba los conocimientos de los nativos americanos con el rol tradicional de “curandera”.

A partir del siglo XVIII, se empezaron a identificar los componentes activos individuales con el propósito de emplearlos como medicamentos o drogas aisladas. Estos productos químicos poseen características distintas a las hierbas de las que fueron obtenidos inicialmente, al

principio, estas drogas solo podían obtenerse de extractos de plantas, pero más adelante fueron descubiertas las estructuras químicas.

Actualmente existen varias formas de extraer los compuestos de plantas, hierbas y frutos, algunos de ellos son por ejemplo las tinturas, las infusiones y los extractos de aceites esenciales, éste último método es el que se estará abordando a lo largo del presente trabajo.

1.4 ACEITES ESENCIALES

1.4.1 ORIGEN DE LOS ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales son formas con alta concentración de la parte de la planta de la que se extraen; no obstante, es posible que estos aceites experimenten variaciones en su composición y en el lugar las cuales tienen lugar dentro de una misma planta o fruto. Por ejemplo, el aceite de naranja se extrae de la cáscara del fruto, el aceite neroli, de las flores y el aceite esencial del petitgrain, de las hojas. Existen tres aceites distintos, dependiendo de la sección del árbol que se emplea (Gennari, 1996)

El metabolismo primario de las plantas genera metabolitos primarios (indispensables para la vida), que son compuestos presentes en todas las plantas verdes, formados a partir de agua, dióxido de carbono y minerales. En otras palabras, las plantas producen metabolitos primarios, entre los cuales se encuentran: carbohidratos, proteínas, lípidos, ácidos nucleicos y aminoácidos; así como también algunas vitaminas y reguladores de crecimiento. Además, incluyen compuestos que participan en el proceso de fotosíntesis.

Las plantas, además, producen metabolitos secundarios (los cuales no son imprescindibles para su vida), que no son propios de todas las plantas; sin embargo, son distintivos de cada especie y en ocasiones se les ve como mecanismos defensivos generados por ellas. Los flavonoides, los taninos, las cumarinas, los esferoides, los aceites esenciales y los alcaloides son algunos ejemplos de estos metabolitos.

Los aceites esenciales, o aromas vegetales, se generan mayormente a través de la actividad enzimática, que surge principalmente del metabolismo de los ácidos grasos. Algunos aceites

esenciales están presentes como precursores no volátiles, muchas veces en forma de glucósidos, (Gennari, 1996).

La cantidad y la composición del aceite esencial cambian de una especie a otra, así como dentro de las mismas familias vegetales. Las plantas producen aceites esenciales para protegerse de las enfermedades, alejar a los insectos depredadores o atraer a los insectos benéficos que participan en la polinización. Estos compuestos están presentes en diferentes partes de la planta (Calderín, Juan; Calderín, Emma. 2018).

- En las flores
- En todo el árbol
- En Los tallos y hojas
- En la madera
- En la raíz
- En la resina
- En la cáscara de los frutos
- En las semillas

No es correcto asumir que una planta aromática es solo aquella que produce un sabor u olor específico, independientemente de si este es agradable o no. Una planta puede no tener un olor característico en condiciones naturales, pero si se procesa de manera apropiada, puede producir una esencia de gran valor industrial.

Actualmente y a pesar de los avances tecnológicos aún se emplean flores y plantas, las cuales contienen en su composición aceites esenciales, así mismo, existen en el mercado varios productos que se elaboran a partir del tratamiento o preparación para aplicación y/o consumo, algunos de estos son (Gonzalez, 2004):

Decocción: Consiste en calentar durante unos minutos en agua sustancias con propiedades medicinales para conseguir los principios solubles presentes. También se conoce como tisana.

Infusión: Proceso que implica calentar un disolvente (vinagre, vino, agua, etc.); después de calentar el disolvente, se vacía sobre una planta, fruto o semilla seleccionado para obtener sus principios medicinales o viceversa en el disolvente y se deja reposar para usar más adelante, tratando de extraer los componentes. Se utiliza, por lo general, para las plantas cuyas sustancias activas podrían cambiar debido a la ebullición.

Cataplasmas: Son mezclas espesas y compactas con características medicinales que, en ciertas ocasiones, se envuelven en tela para ser aplicadas sobre la zona afectada. Se logran al mezclar líquidos con especies de plantas. Se pueden usar frías o calientes y solo se aplican externamente.

Compresas: Constituye un tejido de lino o algodón que se pliega varias veces y se empapa en agua o en infusión, para luego ser colocado sobre la zona afectada. Se pueden utilizar fríos o calientes, dependiendo de la situación. Se utilizan solamente de manera externa.

Linimentos: Se trata de emulsiones que consisten en un conjunto de extractos obtenidos de plantas medicinales con líquido o grasa, que tienen una textura blanda y se aplican sobre la piel mediante un ligero masaje. Empleados particularmente para las enfermedades de los músculos y reumáticas. Los ungüentos o linimentos se elaboran mezclando vigorosamente en un recipiente los zumos frescos extraídos de las plantas requeridas (frutas, hojas, raíces o la planta completa).

Pomadas: Se aplican externamente sobre la piel; incluyen diversos excipientes, tales como la lanolina, la emulsión de vaselina o la vaselina. Los ungüentos se hacen batiendo fuertemente en un recipiente apropiado los diferentes componentes que el método específica hasta conseguir una mezcla uniforme.

Sahumerios: Facilitan la introducción de vapores en las vías respiratorias mediante aspiración, los cuales se obtienen al quemar partes de plantas o al agregar unas gotas de aceites esenciales al agua caliente y aspirar.

Gracias al descubrimiento de la destilación, se permitió la separación de estas sustancias o sus combinaciones de la materia botánica; de esta manera, nació el aceite esencial como producto comercial.

En términos generales, se entiende por destilación el proceso de separación de vapor de un líquido y la formación de líquido a partir del mismo vapor. El vapor condensado tiene una composición distinta a la del líquido de partida.

Por muchos siglos, la destilación fue el único método físico para cambiar la concentración de combinaciones de líquidos puros o para separar ciertos líquidos, como los aceites esenciales.

Los aceites esenciales son compuestos que consisten en una variedad de sustancias volátiles de origen orgánico, como éteres, aldehídos, cetonas, acetonas y alcoholes. Se generan y se almacenan en los canales secretores de las plantas (Bruneton, 2001). Por lo general, estos aceites son líquidos a temperatura ambiente y tienen la propiedad de ser volátiles; esta volatilidad permite su extracción por medio de destilación con corriente de vapor de agua (Martínez & Maldonado, 2017). Existen diversos métodos para extraerlos, entre los cuales se incluyen: la extracción mediante disolventes volátiles; la destilación con vapor de agua; el enfleurage o enflorado.

El siglo XX fue la época que dio inicio la aromaterapia; René Maurice Gattefossé, un químico de Francia que es conocido como "el padre de la aromaterapia moderna", la integró a la medicina natural. Cuando trabajaba en su laboratorio sufrió quemaduras graves en una mano y la sumergió en un contenedor con aceite esencial de lavanda. De esta manera, constató los efectos curativos del aceite, que no solo mitigaron el dolor, sino que también previnieron la infección.

El Dr. Paolo Rovesti, en Milán (Italia), utilizaba la aromaterapia contemporánea para aliviar la depresión y la ansiedad de sus pacientes, haciéndoles inhalar trocitos de algodón sumergidos en aceite esencial; con esto lograba estimular su sistema límbico y liberar así situaciones traumáticas.

Jean Valnet, quien era médico y cirujano, fue la persona que más contribuyó a la aromaterapia para que esta sea apreciada y reconocida como una medicina con el potencial de curar. Empleaba aceites esenciales en las quemaduras y heridas de los soldados durante la Segunda Guerra Mundial, lo que permitía mitigar problemas físicos y psicológicos, lo cual confirmaba la rapidez con que los aceites actúan en el cuerpo.

D.Gary Young es otro personaje importante en la historia de los aceites esenciales. En 1989, adquirió una plantación de un cuarto de acre en Spokane, Washington (EE.UU.), lo que luego se transformó en "Young Living Essential Oils". Fue él, en Washington, el creador del primer lote embotellado de aceites esenciales destilados por arrastre de vapor.

1.4.2 QUIMIOTIPOS DE LOS ACEITES ESENCIALES

Conocemos como "quimiotipo" a un grupo de seres de una misma especie que se caracteriza por su composición química y que presenta contrastes significativos con el resto de esta misma,(Morales et al.).

El análisis de los elementos químicos presentes en las plantas ha hecho posible evidenciar que, para algunas especies, individuos que son indistinguibles desde una perspectiva botánica y que se desarrollan bajo condiciones semejantes de atmósfera y suelo tienen una composición química distinta.

Con base en esto, se ha sugerido el término "quimiotipo" para distinguir a un conjunto infraespecífico de individuos que se diferencian de los demás integrantes de su especie por la existencia o concentración de uno o más compuestos. (Morales et al.).

Para determinar el efecto terapéutico de un aceite esencial, es fundamental conocer su quimiotipo. La aromaterapia científica requiere que se tenga un conocimiento perfecto de la clasificación botánica de las especies aromáticas, así como también un entendimiento preciso de sus componentes químicos y una comprensión rigurosa acerca de las precauciones en cuanto a la dosis, el método de empleo y las contraindicaciones ocasionales.

Los aceites esenciales poseen propiedades sensoriales muy parecidas a la materia prima de la que se derivan, aunque con una potencia o intensidad hasta cien veces más elevada. Por esta razón, se emplean con concentraciones entre el 0.01 y el 0.1% para dar aroma a diferentes alimentos, bebidas, perfumes, etcétera.

1.4.3 CLASIFICACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES

Según su consistencia, los aceites esenciales se dividen en (Baque & Tunja, 2013):

- **Esencias:** Los líquidos volátiles a temperatura ambiente son las esencias fluidas.

- **Bálsamos:** Los bálsamos son extracciones naturales que se consiguen de un árbol o un arbusto. Se distinguen por tener un elevado contenido de ácido cinámico y benzoico, además de sus respectivos ésteres. Son más densos, tienen poca volatilidad y tienden a reaccionar por polimerización; como ejemplos de ellos se pueden mencionar el bálsamo de tigre y el bálsamo de árnica

- **Resinas:** En el grupo de las resinas, a su vez, hay una serie de combinaciones o mezclas posibles:
 - a) Resinas - Sustancias sólidas o semisólidas amorfas con una composición química compleja.

 - b) Oleorresinas - Combinaciones homogéneas de aceites esenciales y resinas. Por ejemplo, la trementina se obtiene a través de una incisión en los troncos de distintas especies de pinos. Posee resina (colofonia) y aceite esencial (esencia de trementina), que se separa mediante la destilación por arrastre de vapor. Los extractos vegetales adquiridos a través de solventes, que tienen que estar prácticamente libres de esos mismos solventes, también se conocen como oleorresinas.

Se emplean con frecuencia para reemplazar especias de uso farmacéutico y alimentario debido a sus beneficios (homogeneidad y estabilidad microbiológica y química, facilidad para ser añadidos al producto final). Estas son sustancias semisólidas o líquidos muy densos con el aroma concentrado de las plantas.

- c) Gomorresinas - Productos naturales que se extraen de una planta o árbol. Se conforman de combinaciones de gomas y resinas.

Tabla I. Ejemplificación de los aceites esenciales de acuerdo con su consistencia

Según su procedencia, los aceites esenciales se categorizan como (Baque & Tunja, 2013):

- Naturales: Los naturales se extraen de manera directa de la planta y no experimentan cambios químicos o físicos después; a causa de su escaso rendimiento, son bastante caras.
- Artificiales: Los artificiales se producen mediante procedimientos que enriquecen la esencia original con uno o más de sus elementos. Un ejemplo sería la combinación de esencias de jazmín, rosa y geranio, a la cual se le añade linalol.
- Sintéticos: Los sintéticos, como su nombre lo señala, son los que han sido generados mediante la unión de sus componentes, estos en la mayoría de las ocasiones son creados a través de procesos de síntesis química. Por ser más baratos, estos son usados con mayor frecuencia como saborizantes y aromatizantes (por ejemplo, esencias de limón, vainilla o fresa).

Según los grupos funcionales que posean (Bruneton, J, 2001):

- Alcoholes (mentol) y fenoles (timol)
- Aldehídos (geranial) y cetonas (alcanfor)
- Ésteres (acetato de linalilo).
- Éteres (1,8 – cineol) y peróxidos (ascaridol)

- Hidrocarburos (limoneno, y pineno)

La calidad y la concentración de un aceite esencial específico pueden verse influenciados por diferentes factores. La calidad e intensidad de los aceites esenciales son diferentes por causa de la diversidad de las plantas, el estado del cultivo, el momento en que se cosechan, las partes de la planta, la gestión del material vegetal, los procedimientos para extraerlos y otros factores.

Dichos elementos tienen un papel importante en el resultado final. Es relevante saber de dónde provienen los aceites, ya que cuando se usa un aceite esencial de calidad muy alta, se necesita una escasa cantidad para conseguir el efecto que se desea.

1.4.4 ¿DE QUÉ MANERA FUNCIONAN LOS ACEITES ESENCIALES?

Los aceites esenciales ingresan al organismo por medio de dos vías: por la piel y por la nariz.

La más grande conexión directa que el ser humano tiene con su entorno se establece entre la nariz y el cerebro, a través del sistema olfativo. El sentido del olfato es unas 10,000 veces más receptivo que el de cualquier otro aparato sensorial. Hay alrededor de 5 millones de neuronas olfativas que se renuevan cada mes o cada dos meses (Maldonado et al.), y este sentido está directamente relacionado con el cerebro, donde se encuentran la memoria, las emociones y algunas funciones reguladoras.

La piel, el órgano de mayor extensión del cuerpo humano y que se regenera de manera continua, es la segunda vía por la cual los aceites esenciales ingresan al organismo. Contribuye a mantener la temperatura corporal en equilibrio, enfriándolo mediante el sudor y calentándolo a través de los temblores.

Constituye una estructura de vía doble que, mediante los poros, facilita el flujo libre de elementos esenciales hacia el interior y de residuos hacia el exterior.

Los aceites esenciales, al tener un bajo peso molecular, son absorbidos por los folículos y los poros de la piel capilar, los cuáles a diferencia de las sustancias sintéticas o los productos

químicos, no se almacenan en el organismo; son eliminados por la orina, la excreción, el sistema respiratorio y el sudor. Estas esencias requieren entre 15 minutos y 12 horas para ser totalmente asimiladas y entre 3 y 6 horas para ser expulsadas o metabolizadas en un organismo sano y saludable. En un organismo con problemas o con exceso de peso, este proceso puede tardar hasta de 12 a 14 horas. (Montoya, 2010).

El estado de la epidermis es un elemento que altera este factor. Por ejemplo, si la piel está rígida o tiene celulitis y deficiencia de circulación, el ritmo de absorción podría reducirse. En cambio, al aumentar el calor, la actividad aeróbica y el agua, la velocidad de absorción se incrementa. Además, ésta puede verse influenciada por el aceite portador, ya que ciertos aceites vegetales resultan más densos que otros.

1.4.5 PRINCIPALES APLICACIONES DE LOS ACEITES ESENCIALES

Industria dental

Los aceites esenciales se emplean para la fabricación de artículos de tocador, cremas dentales y otros productos, gracias a su extensa actividad biológica (componentes activos).

Industria farmacéutica y aromaterapia

Los aceites esenciales se utilizan en aromaterapia y contra afecciones.

Se considera aromaterapia al empleo especializado y regulado de aceites esenciales para el bienestar físico y psicológico, así como en favor de la salud. La ciencia corrobora lo que se ha conocido durante siglos: "los aceites esenciales tienen propiedades sanadoras a nivel fisiológico y mental". Hay aceites que calman, relajan, reequilibran, revitalizan, vigorizan e incluso fortalecen la memoria cognitiva. Poseen numerosas cualidades beneficiosas para la salud, como las de ser antimicrobianos, antiespasmódicos, antiinflamatorios y calmantes, entre otras. Algunos casos son: Menta, caléndula, romero, salvia, manzanilla, hibisco, etc.

Asimismo, se emplean en la elaboración de neutralizantes para el mal sabor de muchos fármacos (por ejemplo, naranja y fresa); como extractos, para la elaboración de artículos para el cabello; así como en una amplia variedad de artículos de origen natural.

Los aceites esenciales se utilizan con frecuencia para afecciones de las vías respiratorias (como el mentol, el eucalipto o el anís), para infecciones urinarias o cutáneas, y en antisépticos bucales y dentífricos (por ejemplo, eucalipto o menta). Este efecto antiséptico también se utiliza en la cosmética, en la que incluso se han fabricado desodorantes únicamente con aceites esenciales naturales.

Los compuestos acuosos de aceites esenciales, especialmente de la familia de las labiadas, no solo propician los mecanismos de recuperación del tejido, sino que también promueven la regeneración de heridas y lesiones en la piel y evitan infecciones bacterianas.

Numerosas esencias tienen propiedades antineurálgicas y antirreumáticas, que son efectivas para el tratamiento de trastornos dolorosos de las articulaciones. Estas tienen efecto incluso si se emplean de manera local, a través de emplastos o masajes, debido a su alta capacidad para extenderse de la piel hacia los tejidos más internos.

Industria alimentaria y de licores

El sector alimentario es uno de los sectores que más demanda aceites esenciales. Se hallan en productos como encurtidos, embutidos, vinagres y aceites, con el fin de proporcionar sabor y aroma a artículos como chocolates y productos enlatados, asimismo, se han utilizado ampliamente para la elaboración de confitería.

Además, son empleados en la elaboración de gaseosas y helados, así como de bebidas embriagantes y sin alcohol. Otra de sus aplicaciones es la de aditivos naturales, como pigmentos, conservantes, antioxidantes o saborizantes.

Industria de productos de belleza y fragancias, jabón y ambientadores

Los aceites esenciales se utilizan con frecuencia en artículos de belleza, ya que sus cualidades aromaterapéuticas (como las del aceite de naranja para tratar la celulitis) se explotan y no solo sirven para dar olor.

Hasta el inicio del siglo XX, los perfumes se elaboraban a partir de aceites esenciales, resinas y almizcles animales. Con el paso del tiempo y el avance de la tecnología, la mayor parte de las fragancias comenzaron a ser sintetizadas gracias a la química contemporánea.

La fragancia de los jabones dentro del sector de jabones finos resulta de una combinación de olores y aceites esenciales que provienen de flores, plantas aromáticas y maderas. En el sector de productos de limpieza, se emplean aceites esenciales de citronela, lavanda y limoneno para la desinfección y el aroma.

Productos de uso veterinario

Numerosos aceites esenciales se emplean en la alimentación de animales porque funcionan como antioxidantes, en tanto que otros impulsan el proceso digestivo, optimizan la gestión del metabolismo digestivo o incrementan la habilidad para absorber sustancias nutritivas y promueven el funcionamiento de las enzimas digestivas tanto en el páncreas como en la membrana intestinal. Los aceites esenciales poseen propiedades que tienen la capacidad de alterar la fermentación ruminal y hacer más rentables los nutrientes de los alimentos, lo cual incrementa la eficacia en la producción cárnica y lechera en ovinos y bovinos, logrando así un aumento de peso y unas conversiones alimenticias superiores. (Moreno et al., 2009; Giannenas et al., 2011; Tager y Krause, 2011).

Igualmente se han empleado los aceites esenciales para disminuir y regular los niveles parasitarios de huevos y larvas de nematodos en el tracto digestivo (Camurca Vasconcelos et al. 2008).

Es importante tener en cuenta que los aceites esenciales deben ser utilizados de manera segura y adecuada, utilizando las dosis correctas para cada especie. Estas dosificaciones pueden cambiar dependiendo de varios elementos, como el tamaño del animal, la especie, la estructura genética y las condiciones fisiológicas, entre otros factores. Si se utilizan de manera incorrecta o en cantidades mayores a las sugeridas, los aceites esenciales pueden tener consecuencias negativas para los animales, llegando incluso a matarlos.

Industria fitosanitaria

Los aceites y los hidrolatos pueden usarse para eliminar plagas, y a partir de ellos se elaboran insecticidas, acaricidas, herbicidas, fungicidas, nematocidas, desinfectantes y desodorizantes. También es posible prepararlos con el fin de gestionar y evitar las plagas (por ejemplo, inhibiendo su proliferación), generando así fungistáticos y nematostáticos de origen vegetal que presentan múltiples beneficios en comparación con los de origen sintético y cada vez son más aceptados (Montoya, 2010). Otros aceites esenciales que se emplean dentro de la agricultura biológica incluyen: ajo, pino, eucalipto, ajeno, ciprés, citronela, enebro e hinojo.

Otros usos

Los aceites esenciales se utilizan también para producir adhesivos, vendajes quirúrgicos, artículos quirúrgicos, guantes, compuestos impermeables, herramientas de cocina, cintas adhesivas y papelería específica. Dentro de la industria de pinturas se utilizan en limpiadores, quemadores y revestimientos; en el sector del petróleo, en las sustancias lubricantes, ceras, solventes de nafta y destilados específicas y en la fabricación de pinturas (diluidas y caseras), se usa como auxiliar en recubrimientos y polímeros.

En el sector del cuero, los materiales para tapicería, las preparaciones de colorantes y pigmentos en la industria textil

1.4.6 ACEITES ESENCIALES EN EL MERCADO

Europa constituye el mercado principal de los aceites esenciales, y se espera que, gracias a la fuerte incorporación de estos productos en dicha región (Chauhan & Deshmukh, 2022), sea la principal fuente de retribuciones mundiales. El incremento de las ganancias se traduce en una mejor calidad de vida; la tendencia creciente hacia los tratamientos de relajación; el interés en artículos naturales y la conciencia más amplia sobre las consecuencias adversas potenciales de los químicos son algunos de los elementos fundamentales que impulsan al sector.

Se prevé que los costos de las materias primas se mantendrán constantes en el futuro cercano, lo cual afecta significativamente al sector de aceites esenciales. El aumento en el empleo de aceites esenciales en los sectores industriales de aromaterapia, spas, fragancias y aromatizantes ha propiciado un aumento de este sector.

El aceite esencial de naranja generó la mayor cantidad de ganancias en el mercado global durante 2015, lo cual equivale aproximadamente al 22% del total de los ingresos. Se prevé que el sector siga siendo el que más aporte para 2022, con un incremento anual estimado de aproximadamente el 11% entre los años 2016 y 2022 (Allied Market Research, 2015-2022).

Existen múltiples figuras en el mercado las cuales cuentan con posiciones sumamente diferentes:

- Los fabricantes de materias primas vegetales, como las flores y las plantas que se utilizan para la elaboración de aceites esenciales.
- Aquellos productores de aceites esenciales que los obtienen a partir de flores y plantas, ya sea por medio de destilación o prensado en frío. Pueden ser de diferentes tamaños, desde el artesanal hasta el industrial.
- Las compañías que utilizan aceites esenciales provenientes de diferentes sectores (alimentaria, farmacéutica y cosmética).
- Las entidades de regulación y las autoridades de monitoreo que verifican la calidad y el daño que los aceites pueden causar, al mismo tiempo que los acreditan.

En la industria de los aceites esenciales hoy en día existen múltiples variables que lo impulsan, y estos se centran en diferentes aspectos como la participación en el mercado, las clases y usos. Algunos de ellos son:

Principales productores en el sector de los aceites esenciales (Fortune Business Insights, 2021):

- Biolandes SAS
- Givaudan International SA
- International Flavours and Fragrances Inc.
- Symrise AG
- Enii Bonchev Production Ltd.
- The Lebermuth Company, Inc.

Tamaño del mercado de aceites esenciales por tipos (Allied Market Research, 2015-2022):

- Naranja
- Eucalipto
- Hierbabuena
- Menta
- Otros

Tamaño del mercado de Aceites esenciales por aplicaciones (Allied Market Research, 2015-2022):

- Comida y bebidas
- Farmacéutico
- Limpieza y hogar
- Spa y productos de salón
- Otros

En Latinoamérica y el Caribe, países como Argentina, Brasil y México son los que más producen y exportan aceites esenciales (Hurtado & Villa, 2016). La elevada rentabilidad en este mercado

se origina en la alta capacidad de producción de materia prima en esas áreas. Por lo tanto, hay un alto potencial de progreso y venta para aceites esenciales de frutas cítricas debido a su relación entre costo y volumen.

En el corto a mediano plazo, el desafío principal no será la escasez de demanda, sino la cantidad del aceite esencial del limoneno que se encuentra limitada. El desarrollo industrial está creciendo aceleradamente en numerosos sectores, como es el caso de México; sin embargo, la demanda podría tener un crecimiento aún más acelerado, lo cual representa una oportunidad para los proveedores, incluidos los exportadores de naciones en vías de desarrollo.

1.4.7 VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LOS ACEITES ESENCIALES

VENTAJAS

Los aceites esenciales puros son higiénicos, no alteran la coloración del producto, poseen un sabor fuerte y de alta calidad acorde la materia prima, están libres de taninos, así como enzimas, y si se almacenan correctamente, permanecen estables.

DESVENTAJAS

Los aceites esenciales pueden sufrir algunos inconvenientes, estos son: pueden sufrir fácilmente alteraciones en su composición, ya que se encuentran muy concentrados y complicados de dosificar; su escasa dispersión, especialmente en productos inertes; y su fácil oxidación, debido a esto, la mejor forma de conservarlos es en contenedores de vidrio oscuro (por ejemplo, ámbar o azul del cobalto), con el fin de resguardarlos contra la luz.

Además, es recomendable mantenerlos en un compartimento fresco y oscuro, apartados de cualquier fuente de calor y de los rayos solares

Para mantener las esencias puras durante un período prolongado, no se pueden usar taparoscas de tipo gotero o tapones de goma plastificados. Esto se debe a que a medida que pasa el tiempo, los aceites esenciales dentro del contenedor degradan las partes de goma.

1.4.8 ACEITES ESENCIALES Y ECOLOGÍA

La destilación de plantas silvestres o cultivadas se utiliza con el fin de producir aceites esenciales. Ambos tipos de plantas tienen beneficios inherentes, pero ningún método está libre de efectos en el entorno natural, ya sea a corto o largo plazo.

El cultivo de una única especie vegetal en grandes extensiones puede provocar que la biodiversidad decaiga. Este problema se presenta en los cultivos clonales, que son producidos mediante la selección y posteriormente por esquejes de una planta. Cada una de las plantas de dichos cultivos son genéticamente iguales a la planta inicial, lo que puede resultar en una resistencia reducida a afecciones y atacantes.

Asimismo, influye de manera importante en la calidad y, en consecuencia, en las características de los aceites esenciales.

En México, la cosecha de hierbas medicinales y fragantes es una actividad lucrativa para quienes recolectan, producen y transforman; no obstante, el aprovechamiento de especies silvestres tiene el potencial de provocar su extinción. A causa de esto, resulta imprescindible que se produzcan a escala comercial con diversos métodos de cultivo.

En la actualidad existen sistemas de producción que optimizan los espacios y evitan el desgaste continuo del suelo como la hidroponía la cual nos ofrece múltiples beneficios como:

- Disminución de el volumen de agua disponible para las plantaciones.
- Ayuda a prevenir el abuso de los recursos naturales y el riesgo de que algunas especies se extingan.
- Aislamiento del cultivo para prevenir plagas y enfermedades
- Disponibilidad de la materia prima vegetal de manera que esta sea uniforme y no esté contaminada.
- Mejorar e incrementar la calidad y número de los principios activos presentes.
- Estandarización de las materias primas para los múltiples fabricantes de cosméticos, medicamentos, aditivos, perfumes, entre otros.

De esta manera es posible obtener aceites esenciales de calidad y a la vez una reducción del impacto ambiental.

1.5 LA NARANJA

La naranja constituye el fruto del naranjo dulce, el cual es un árbol de la familia Rutáceas y del género Citrus. Esta familia incluye más de 1,600 variedades. El género botánico Citrus es el de mayor relevancia dentro de su familia, e incluye alrededor de 20 especies cuyos frutos comestibles son ricos en aceites esenciales, flavonoides y vitamina C (Meñaca et al. 2010). Los frutos, que se denominan hespérides, presentan la característica de contar con una pulpa compuesta por muchas vesículas repletas de jugo, tener una corteza robusta y pegajosa, están divididos en gajos mediante membranas radiales y poseen un número variable de semillas, que son blancas y rugosas (Zambrano, 2014).

El naranjo dulce representa el cítrico más plantado, y es la variedad más relevante del género Citrus. Después de ella, las especies más cercanas son las toronjas, mandarinas, limas y limones. Es importante no equivocarse al comparar o elegir una especie, en este caso la naranja amarga de la naranja dulce (*Citrus aurantium* L.), que se ha estado cultivando desde hace mucho tiempo tanto para lograr aromas de sus frutos, así como por su valor estético (Zambrano, 2014).

La naranja se originó hace aproximadamente 20 millones de años en el sureste asiático, y desde allí se ha difundido por todo el planeta. Es originaria del área tropical y subtropical de Asia. Desde ese momento hasta el presente, han experimentado muchas transformaciones a causa de la selección natural y de hibridaciones, ya sean de origen natural o provocadas por los humanos.

La difusión de los cítricos desde sus lugares natales fue, sobre todo, resultado de las migraciones masivas: el avance del islam, las cruzadas, el descubrimiento del continente americano, las incursiones de Alejandro Magno y cosas así.

1.5.1 LA NARANJA EN MÉXICO

En México, el cultivo de naranja ocupa más de 341 mil hectáreas y se producen múltiples tipos; entre ellas, la que tiene la más alta producción comercial es la Valencia, que madura tarde. Solamente un cinco por ciento de la producción del país pertenece a variedades diversas, como la Hamlin y la Navel, que son variedades de maduración temprana. (SIAP 2009).

Veracruz, Tamaulipas y San Luis Potosí son los estados con la más alta producción de naranjas en México. Veracruz es el más grande productor de dicho cítrico, ya que contribuye superando el 40 % de la totalidad de esta fruta en todo el país. Después le sigue Tamaulipas, con un 14 %, y San Luis Potosí, con solo un 8 %. Además, los estados de Oaxaca, Hidalgo, Tabasco, Sonora, Yucatán, Puebla y Nuevo León también producen naranjas; en 2015 llegaron a producir aproximadamente cuatro millones de toneladas (SIAP, 2009).

Hay dos grandes tipos de naranja:

- De precoz maduración. Acceder a los mercados para la exportación es más fácil gracias a su breve periodo de maduración. Según Sarh y Bancomext (1993), la recolección se lleva a cabo entre septiembre y enero, y de 94 a 98 por ciento del fruto recogido llega a las dimensiones adecuado para ser empacada. Este tipo de naranja se clasifica, además, en diferentes categorías, dependiendo del número de semillas que contenga:
 - a) Hamlin y Marrs, con escasas o ni una semilla.
 - b) Queen, Pearson Brown y Pinneapple, con un número moderado de semillas.
- De maduración lenta. La naranja Valencia, que representa la más frecuente y sumamente adecuada para su procesamiento, forma parte de esta variedad. Se distingue debido a su gran cantidad de jugo junto con su agradable sabor, aunque ligeramente ácido. La recolección se realiza entre febrero y junio; su única desventaja radica en que al término de la temporada suele reverdecer.

Los más importantes derivados de dicho cítrico comprenden:

- a) Aceites esenciales: se utilizan dentro de la industria farmacéutica, de escencias, perfumes, productos alimenticios y confituras.
- b) Jugo: debido a su rica cantidad de componentes nutricionales.

- c) Gelatinas y mermeladas.
- d) Corteza (cáscara) desecada para la alimentación del ganado y para extraer pectinas.

En términos generales, la naranja es una fruta con contenido reducido de grasas, así como moderado nivel de proteínas, además posee una abundante cantidad de agua. Además, se la estima como un excelente suministro de vitamina C y fibra esencial.

Los hidratos de carbono más importantes son los monosacáridos (glucosa y fructosa), los oligosacáridos (sucrosa) y los polisacáridos (pectinas) (Plaza et al., 2013).

La naranja igualmente contiene proporciones reducidas de sustancias bioactivas, como terpenos, ácidos fenólicos y flavonoides. Cada uno de ellos son componentes orgánicos no nutritivos que tienen cualidades beneficiosas para el bienestar humano. La composición de las frutas cítricas cambia según la región o el tipo de tejido vegetal.

La cáscara tiene un albedo que contiene mucha celulosa, lignina, hemicelulosa, sustancias pécticas y compuestos fenólicos. En cuanto al flavedo, sus componentes más significativos comprenden los aceites y los carotenoides (Sandoval & Romero, 2017).

1.6 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA

El aceite esencial de naranja es un calmante y antidepresivo. Según los especialistas en aromaterapia, esta fragancia favorece una comunicación más fluida y resulta altamente efectivo contra la celulitis, ya que contribuye a promover el flujo sanguíneo. Es empleado en el sector farmacéutico y cosmético por su capacidad de limpiar y revitalizar la piel opaca, favoreciendo la expulsión de líquidos y toxinas en exceso. Además, se emplea para la elaboración de medicamentos debido a las características antioxidantes, germicidas y anticancerígenas que posee.

El flavedo o la sección anaranjada de la cáscara alberga el aceite esencial de naranja en su mayoría, y este funciona como una capa protectora tóxica natural contra una gran cantidad de insectos y organismos microscópicos.

Está formado por terpenos, componentes oxigenados y elementos que no son volátiles. El α -pineno y el limoneno son los terpenos más abundantes en el aceite de naranja, mientras que el decanol y el linalol constituyen las sustancias oxigenadas más presentes.

Usualmente, la obtención de aceite se lleva a cabo mediante procedimientos mecánicos "presión en frío de la cáscara". No obstante, igualmente es posible realizar el procedimiento de extracción del aceite utilizando los siguientes procedimientos: destilación con vapor (VD), destilación asistida por microondas (MWHD), extracción con solvente (SE), extracción con fluidos supercríticos (CO₂) o hidrodestilación (HD).

Una buena calidad de aceite se ve afectada por elementos que inciden en su composición, tales como las condiciones geobotánicas del entorno (tipo de terreno, altitud, entorno climático, número de precipitaciones, etcétera), edad del vegetal y condición fenológica, procedimiento para el cultivo (empleo de fertilizantes, nutrientes, pesticidas, otras sustancias químicas, etcétera), tiempo de cosecha, forma de manipulación y conservación de la materia vegetal (fresca, seca, fermentada, etcétera) y técnica para obtener el aceite (destilación, maceración, prensado o extracción con disolventes o fluidos supercríticos). (Cerón & Cardona, 2010)

1.6.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LOS ACEITES ESENCIALES

A temperatura ambiente, los aceites esenciales son líquidos y muy volátiles. Los aceites recién extraídos carecen de coloración o pueden lucir escasamente amarillentos. Su densidad es menor que la del agua, salvo en el caso de la esencia de clavo. Poseen un alto índice de refracción y generalmente están dotados con poder rotatorio. Se pueden diluir en alcoholes y en disolventes orgánicos comunes, tales como cloroformo o éter, al igual que también en alcohol de elevada concentración. Su solubilidad es escasa en agua, pero son solubles en lípidos, no obstante, pueden ser transportados por el vapor de agua. (Pérez, 2014).

1.6.2 CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DE LOS ACEITES ESENCIALES

Como los aceites esenciales forman parte del proceso de metabolismo de las plantas, su composición química cambia constantemente, alterando la proporción de dichos componentes o convirtiéndolos unos en otros. Esto depende de cuál sección de la planta se recoja, cuándo se desarrolle o a qué hora del día.

El porcentaje de los elementos que constituyen la mezcla cambia de un aceite a otro; o sea, cada aceite esencial posee su propia combinación distintiva de componentes con variaciones tanto cualitativas como cuantitativas específicas.

Al momento en que se lleva a cabo una diferenciación entre los compuestos que contiene una esencia, se hace referencia a ellos como compuestos predominantes si su presencia en la esencia supera el 1 o el 0.5% (Bandoni, 2003).

Una esencia se encuentra en continua transformación, no solo durante su participación en el proceso de metabolismo de la planta, sino también luego de ser extraída. Esto implica una estabilidad disminuida y un proceso de transformación continua, que da lugar a tres fases en la existencia de una esencia: la fase de añejamiento o maduración, la fase de período útil o estabilidad y la fase de degradación. Cada esencia tiene diferentes duraciones para cada fase; incluso puede haber casos en los que la fase intermedia, en la que se considera que las transformaciones no afectan notablemente su calidad, tenga un rumbo positivo o negativo.

Los aceites esenciales contienen componentes pertenecientes a la familia de los hidrocarburos, al estilo de los sesquiterpenos, monoterpenos, fenilpropanos, alifáticos y aromáticos. Estos constituyen los que predominan y los podemos encontrar de manera libre. Actualmente se han estudiado también los componentes que están unidos a hidratos de carbono porque se cree que estos son los precedentes directos del aceite mismo (Martínez, 2003).

Los elementos que componen los aceites se dividen en dos grupos: en no terpenoides y terpenoides:

- a. No terpenoides: Esta agrupación contiene compuestos nitrogenados, compuestos aromáticos, compuestos alifáticos de cadena corta y compuestos que contienen azufre. En cuanto a su empleo y usos, no resultan tan significativos como los terpenoides.
- b. Terpenoides: Constituyen los más significativos en términos de propiedades y de comercio.
- c. Terpenos y fenilpropanos: Pueden dar lugar a la formación de cetonas, aldehídos, alcoholes y ésteres, junto con otros. El aroma y las características naturales de los aceites esenciales son causadas por dichos componentes. Es relevante destacar que el 85 % de estos aceites contiene un par de componentes predominantes, mientras que los demás elementos de sus componentes están formados por múltiples compuestos menores.

1.7 LIMONENO

El limoneno es un compuesto natural el cual, al extraerse del aceite de las cortezas de los cítricos, proporciona a estos su distintivo aroma. Forma parte de la familia de los terpenos, específicamente al grupo de los limonoides (fitoquímicos que se encuentran en gran cantidad en las frutas cítricas), los cuales representan una de las clases más extensas de fitonutrientes y alimentos funcionales. Tienen propiedades antioxidantes.

A temperatura ambiente, el limoneno constituye un líquido carente de color. La pureza del d-limoneno que se comercializa es de alrededor del 90-98%. Los monoterpenos constituyen en su mayoría impurezas (Enríquez, Grace, 2013).

El limoneno es el componente principal del tejido dérmico de la cáscara de naranja (Yañez et al., 2007), y es posible que sea obtenido en forma de aceite esencial a través de la destilación de dicha cáscara. La dificultad para obtenerlo radica en que es un fluido con un punto de ebullición elevado, por lo tanto requiere una temperatura elevada para descomponerse.

El extractor Soxhlet es un método eficaz para obtener este aceite.

El limoneno o es incoloro o puede poseer una ligera tonalidad amarillo verdoso y un intenso aroma a naranja, las cuales representan sus características fisicoquímicas.

1.7.1 PROPIEDADES FÍSICAS DEL LIMONENO

El limoneno es un aceite líquido transparente en condiciones de temperatura ambiente que tiene un aroma distintivo; no se disuelve en agua, pero sí lo hace en éter y alcohol. Su punto de ebullición es 74°C.

1.7.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL LIMONENO

Los principales componentes del aceite de limoneno son: sabineno, α -pineno, β -pineno, camfeno, linalol, β -bisaboleno, α -terpeno y trans- α -bergamoteno (Hurtado & Villa, 2016). Forma parte de la familia química del cicloalcaleno, que igualmente se conocen como terpenos. La IUPAC le ha asignado la denominación de 4-isopropil-1-metilciclohexano.

Tabla III. Estudio cualitativo y cuantitativo de la constitución química del aceite esencial de corteza de naranja.

Compuesto	% Composición	Clasificación
Limoneno	96.62	Monoterpeno
β -myrceno	1.72	Monoterpeno
β -pineno	0.53	Monoterpeno
α -pineno	0.47	Monoterpeno
Alcohol isopropílico	0.32	Alcohol
Citral-Z	0.15	Aldehído
Citral-E	0.18	Aldehído

(Fuente: Stashenko et al. 1996.)

1.7.3 CARACTERÍSTICAS TERAPEÚTICAS DEL LIMONENO

El limoneno posee cualidades terapéuticas antisépticas, antimicrobianas, anti-reumáticas, anti-escleróticas y anti-anémicas. Además, actúa como regenerador celular, es depurativo, insecticida, tónico y bactericida.

1.8 EXTRACCIÓN

Se entiende como el proceso de separar con un líquido una parte específica de un compuesto, manteniendo el resto lo más intacto que sea posible.

Tradicionalmente, los aceites esenciales se han obtenido mediante métodos de obtención con disolventes o por destilación. El proceso de destilación con agua es el método más común para extraer los aceites esenciales. Conforme la temperatura del agua se eleva y se evapora, los elementos volátiles también se evaporan. Luego, dichos vapores pasan por un condensador, donde regresan a su condición líquida. El líquido resultante se acumula en un contenedor, donde se lleva a cabo una división utilizando la inmiscibilidad entre el aceite obtenido y el agua.

La presión mecánica es otra metodología que se emplea con el fin de extraer aceites, y se emplea sobre todo para extraer aceites de la cáscara de cítricos como el limón, la mandarina y la naranja. El uso de este método es limitado en el momento en que el aceite esencial se halla en las flores, ya que resulta complicado extraerlo por métodos mecánicos en esa zona de la planta.

Igualmente se utiliza la técnica de extracción con disolventes, cuya mayoría son acetona, etanol y hexano. A partir de dichos solventes podemos obtener combinaciones de ceras, resinas, aceites esenciales y otros elementos orgánicos que son solubles en lípidos; no obstante, hoy en día esta técnica tiende a emplearse rara vez debido a las trazas de solvente que pueden permanecer en el compuesto final.

Primero, resulta esencial acondicionar la materia prima y, en ciertos casos, humedecerla con agua o mantenerla hidratada. El propósito de la hidratación es hacer más fácil el procedimiento de hidrodifusión en el transcurso de la destilación. En ciertas ocasiones, es necesario eliminar el agua de la materia prima y después disminuir el tamaño de las partículas (alrededor de 1 cm)

con el fin de que exista un contacto más efectivo dentro del extractor entre los vapores y el material portador del aceite.

1.9 PROCESOS DE EXTRACCIÓN

1.9.1 DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA

La muestra de planta, que suele estar fresca y dividida en partes pequeñas, se coloca dentro de un entorno inerte. Luego, se le hace pasar vapor de agua sobrecalentado. Después, la esencia que ha sido arrastrada por el vapor es condensada, recolectada y separada del componente acuoso.

El uso de este método es bastante frecuente, sobre todo para esencias líquidas, particularmente las empleadas en perfumería. Su excelente rendimiento, la pureza del aceite que se produce y el hecho de que no necesita tecnología avanzada son las razones por las cuales se emplea dentro de la industria (Martínez, 2003).

Se emplea para separar de otros componentes no volátiles que están mezcladas junto a ellas, aquellas que son poco volátiles e insolubles en agua. Es posible llevarse a cabo de tres maneras diferentes y se conocen generalmente como:

- a. La hidrodestilación simple o destilación con agua:** Implica la inmersión de la materia vegetal a procesar en agua, el cual se hierve inmediatamente después. El impacto del agua sobre la materia es más intenso en esta técnica, por lo que la oxidación y la hidrólisis pueden ocurrir. Eficaz para materiales que suelen apelmazarse (como pasa con las flores pequeñas) (Mendoza, 2020). Para reducir la hidrólisis y la duración de la operación, es recomendable añadir agua previamente calentada. Los vapores heterogéneos se condensan y el aceite esencial se separa debido a la variación de densidad.
- b. Destilación con vapor saturado o destilación con agua y vapor:** El agua no interactúa con el vegetal; se incorpora vapor de agua por medio del material vegetal que

reposa sobre placas perforadas. Por ende, para facilitar la circulación del vapor, la materia debe presentar dimensiones uniformes. Haciéndolo a 1 atm de presión y trabajando alrededor de los 100°C y el desempeño es satisfactorio siempre que no haya apelmazamientos (Flores et al. 2018).

Cuando el material experimenta una temperatura inferior, se generan condensaciones en él y, debido a esta humedad, el proceso presenta algunos inconvenientes, sobre todo en la disposición del vapor por la muestra y la circulación.

Debido a su simplicidad, al costo reducido y a los beneficios que brinda, este método es el más empleado dentro de la industria de aceites esenciales.

- c. La destilación con vapor seco o sobrecalentado:** Se trata de promover el vapor a través del material vegetal, la cual se encuentra situada sobre columnas. Este vapor suele recalentarse por la resistencia que presenta la materia mediante el paso del vapor, lo cual debe prevenirse siempre que sea posible, ya que deshidrata las membranas celulares y obstaculiza la salida del aceite. Las estructuras son más caras, pero cuentan con producciones más grandes.

Ventajas y desventajas de la destilación por arrastre de vapor

Ventajas:

- Instalación y operación simples, costos reducidos gracias a la utilización de agua en vez de disolventes.
- Es sencillo regular el volumen de vapor que se emplea en procesos industriales.
- El nivel de temperatura para la extracción nunca será superior a la temperatura de ebullición del agua en condiciones climáticas normales.
- Mediante la extracción es posible conseguir un par de productos: el hidrosol y el aceite esencial, dicha composición se determinará por la capacidad de solubilidad de los elementos en agua.

Desventajas:

- No es posible obtener todos los extractos a través del arrastre con vapor.
- No es un método de separación particular; se extirpa toda la materia volátil dentro del intervalo de temperatura operativo, lo que podría incluir pesticidas o compuestos no deseados.
- No se puede utilizar para conseguir cualquier clase de producto (como las resinas, por ejemplo).

1.9.2 DESTILACIÓN CON AGUA (HIDRODESTILACIÓN)

Esta técnica se basa en llevar agua a su punto de ebullición y sumergir la materia vegetal en ella antes (lo más recomendable es que se encuentre en polvo, para que el vapor dentro del líquido actúe sobre la cantidad máxima de partículas vegetales). De esta forma, el vapor generado transporta los aceites esenciales encontrados en las plantas por un canal (cuello de cisne) hasta un recipiente diferente en el que se condensa el vapor del agua con el aceite. El aceite, que no se mezcla con el agua, se separa del hidrolato o hidrolado (que es la parte del destilado compuesta por trazas de aceite esencial y agua destilada).

La desventaja de este método de obtención es que la temperatura empleada hace que se degraden y pierdan ciertos componentes encontrados en las plantas. Por esta razón, el material vegetal aromático debe permanecer constantemente en contacto con el agua, ya sea en suspensión o sumergido (dependiendo de la densidad y cantidad), para prevenir su carbonización o exceso de temperatura (SENA, 2021).

Ventajas y desventajas de la hidrodestilación:

Ventajas:

- Bajo costo de producción del equipo.
- En ciertas ocasiones, no necesita suministro de electricidad para funcionar.
- Manejo sencillo de sustancias con partículas pequeñas.

Desventajas:

- La obtención del aceite volátil no es completa.
- Es posible aplicarlo en cargas con reducida cantidad de materia prima.
- Es un procedimiento más lento que el proceso de destilación mediante arrastre de vapor.

1.9.3 MÉTODO DE EXTRACCIÓN CON EQUIPO SOXHLET

El procedimiento implica poner el solvente en un matraz de bola y calentar, el solvente empezará a hervir y evaporarse hasta alcanzar a un condensador de reflujo. El condensado de precipitará dentro de un contenedor que tiene dentro una muestra contenida dentro de un cartucho poroso. Paulatinamente, el solvente subirá impregnando el cartucho con el fin de alcanzar un punto donde se produzca un reflujo, posteriormente el solvente regresa al matraz junto con el material extraído.

Este procedimiento se repite tantas veces como sea necesario hasta que la muestra esté completamente agotada. Lo que se extrae se acumula en el matraz de bola del disolvente.

Para realizar el proceso de extracción mediante el equipo Soxhlet, es necesario considerar los requisitos operativos, la matriz sólida y la elección del disolvente.

Es necesario elegir un disolvente adecuado que proporcione el equilibrio adecuado de diversas propiedades deseadas (Velasco et al. 2007):

- Un elevado grado de saturación y selectividad en relación con el soluto que se va a extraer.
- Capacidad de generar el compuesto obtenido con una calidad inalterada por el solvente.
- Buena estabilidad química bajo las circunstancias del proceso.
- Presión de vapor reducida, viscosidad baja.
- Toxicidad e inflamabilidad bajas.
- Baja densidad.
- Tensión superficial baja.

- Recuperación del flujo de extracto de manera sencilla y bajo costo.
- Costo bajo.

Cada disolvente distinto genera extractos y combinaciones particulares. El etanol es el disolvente más popular para la extracción de extractos vegetales de los productos vegetales (Caldas, 2012).

Usualmente, el disolvente se recupera por evaporación a lo largo del proceso de extracción en Soxhlet. La calidad final obtenida de los productos se ve afectada de manera importante por las temperaturas de evaporación y extracción.

Para recuperar el solvente, las altas temperaturas de ebullición pueden reducirse mediante evaporación flash; no obstante, en nuestra situación utilizamos la técnica de evaporación dentro del propio equipo Soxhlet. Con este fin, es necesario en primer lugar retirar el cartucho de muestra o eliminarlo del dispositivo extractor. Al hacerlo así, se llevará a cabo la condensación del solvente en el extractor y la concentración del extracto en el matraz simultáneamente. Este proceso continuará hasta obtener una consistencia se vuelva espesa.

Ventajas y desventajas de la extracción Soxhlet

Ventajas:

- Potencial de recuperación elevada y una instrumentación sencilla.
- No es necesaria la filtración adicional.
- La muestra y el solvente tienen un contacto cercano y reiterado. Por lo tanto, el proceso de extracción mejora significativamente dado que cada vez se utiliza un disolvente limpio.
- Promueve que el analito sea soluble.

Desventajas:

- Es un procedimiento que no se puede acelerar y resulta lento.
- Es necesaria una abundante cantidad de disolvente.

- No se aplica a los analitos termolábiles, los cuales se descomponen o reaccionan al calor.
- Importancia de la fase final de evaporación.
- La matriz no condiciona el método.

1.9.4 MÉTODO DE EXTRACCIÓN CON FLUIDOS SUPERCRÍTICOS

Propiedades de los Fluidos Supercríticos

Cada una de las sustancias tienen un esquema de fases (ilustración gráfica de las condiciones termodinámicas de equilibrio), que hace posible determinar el estado de agregación en cualquier valor de presión o temperatura.

Una sustancia se encuentra en estado de equilibrio cuando sus propiedades no sufren variaciones con el tiempo, salvo si son modificadas por un cambio en la presión o la temperatura, entre otras.

Los diagramas están determinados por tres líneas: la de vaporización, la de sublimación y la de fusión. Esta última se distingue por perderse en un lugar conocido como punto crítico, donde la presión y la temperatura son denominadas presión y temperatura críticas, respectivamente.

Una sustancia se denomina fluido supercrítico cuando su temperatura y presión están sobre sus niveles críticos.

En esta condición, la sustancia no se licua, aunque aumente la presión ni se vaporiza, aunque suba la temperatura, lo que provoca que las fases líquida y gaseosa sean indistinguibles entre sí dado que no hay interacción entre ellas.

En este momento, el fluido supercrítico no puede ser clasificado como un líquido o como un gas, porque únicamente tiene una fase.

Un fluido supercrítico tiene características de solvente similares a las de un líquido, aunque también muestran cualidades de transporte que son comparables a las de un gas. Por lo tanto, además de tener la capacidad para disolver solutos, se puede mezclar con gases comunes y es capaz de infiltrarse en los poros sólidos. Los fluidos en estado supercrítico poseen una difusión más alta y una viscosidad inferior a los líquidos.

La materia vegetal se recorta en pedacitos pequeños, se licúa o se muele y luego se empaqueta en una cámara fabricada en acero inoxidable. A través de la muestra, se hace circular un fluido supercrítico (tal como el dióxido de carbono líquido), lo que permite solubilizar y arrastrar las esencias. El líquido supercrítico se comporta como disolvente extractor y se extrae mediante descompresión gradual a fin de llegar a la temperatura y presión ambientales, dando como resultado una esencia pura.

Ventajas y desventajas de los fluidos supercríticos

Ventajas:

- Se necesita menor energía.
- Los compuestos de la esencia no se alteran químicamente cuando se emplean temperaturas reducidas en el proceso de extracción.
- La polución de los productos reducidos y la mejora del medio ambiente: esta es una opción a la extracción líquida con solventes como el diclorometano o el hexano. Tanto en el extracto como en la matriz siempre habrá una cierta cantidad de solvente residual, y su utilización siempre genera contaminación del medio ambiente. No obstante, el CO₂ puede eliminarse fácilmente al disminuir la presión.
- Selectividad: La extracción selectiva es posible debido a que la modificación de la presión y la temperatura puede cambiar las características de un fluido supercrítico. Por ejemplo, es posible obtener aceites volátiles de una planta a baja presión, pero la extracción de líquidos también elimina lípidos. Los lípidos tienen la capacidad de ser eliminados por medio de dióxido de carbono puro a presiones más elevadas. Después, el añadido de etanol al solvente permite remover los fosfolípidos. (Velasco, 2007).

- Velocidad: El proceso de extracción es un procedimiento que se fundamenta en la difusión, empleando el solvente preciso para difundir dentro de la matriz y el material extraído fuera de la matriz en el solvente.

Poseen valores de coeficientes de difusión que se sitúan entre los líquidos y los gases. Gracias a esto, y a su reducida viscosidad, pueden penetrar y difundir en una variedad de matrices. Esto les confiere propiedades de transferencia de materia superiores a las de los líquidos; por lo tanto, el método de extracción con estos fluidos es más veloz (Vázquez, 2008). La extracción de fluidos supercríticos puede ser terminada en un lapso de 10 a 60 minutos, en tanto que la extracción con un líquido orgánico puede tardar múltiples horas.

Desventajas:

- El aceite esencial se extrae en conjunto con las ceras y compuestos de gran peso molecular.
- El equipo necesario es caro porque se necesitan bombas de alta presión y sistemas de extracción que igualmente soporten presiones elevadas.

Justificación

2. JUSTIFICACIÓN

Actualmente, existe una gran demanda de aceites esenciales dentro del mercado, la cual año tras año ha ido incrementando debido a su diversidad de aplicaciones dentro de las diversas industrias, que van desde la farmacéutica hasta la alimenticia.

La naranja, es una materia prima la cual es abundante a lo largo del territorio mexicano, ocupando así, el quinto puesto en la clasificación mundial de producción, siendo esta el cítrico que más se consume en México (BPO, 2022), esto hace que la cáscara de naranja se convierta en un subproducto sencillo de obtener.

El aceite que se obtiene de la cáscara de naranja es un aceite de buena calidad con un alto valor en el mercado, su precio comercial es de doscientos pesos mexicanos por la cantidad de 1 ml, entre las principales aplicaciones del aceite esencial de naranja destacan su capacidad antifúngica, antibacteriana, plaguicidas, saborizante, aromatizante y terapéutica.

Para la obtención del aceite de cáscara de naranja, se pueden utilizar dos métodos de obtención, la extracción mediante el equipo Soxhlet, en dónde se utiliza etanol como solvente para extraer el aceite y la extracción por hidrodestilación con ayuda del equipo Dean-Stark, en dónde se utiliza agua como solvente para arrastrar el aceite.

Ambos métodos son fáciles de implementar, utilizan solventes amigables con el medio ambiente y fáciles de conseguir, al mismo tiempo que son económicos, consiguiendo de esta manera un bajo costo de producción a comparación de otros métodos. El extracto obtenido, es de buena calidad la cual se puede comprobar mediante análisis infrarrojo.

Hipótesis

3. HIPÓTESIS

El aceite de limoneno se puede extraer de una manera eficiente y de mayor calidad por medio del equipo de hidrodestilación utilizando la trampa de separación Dean-Stark comparado con un método de extracción convencional como lo es en este caso el equipo de extracción Soxhlet.

Objetivos

4. OBJETIVOS

4.1. OBJETIVO GENERAL

Comparar la calidad del aceite de limoneno extraído mediante el método de Hidrodestilación utilizando la trampa Dean-Stark vs el método de extracción Soxhlet

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Establecer el tamaño de particular (Moler y Tamizar) cáscara de naranja la cual será utilizada como materia prima.
- Extraer aceite esencial de cáscara de naranja por hidrodestilación utilizado la trampa de separación Dean-Stark.
- Extraer aceite esencial de cáscara de naranja por el método Soxhlet utilizando etanol como solvente.
- Analizar los extractos por medio del espectro infrarrojo.

Metodología y Experimentación

5. MÉTODO DE EXTRACCIÓN DEL LIMONENO

5.1. PROCEDIMIENTO

5.1.1 RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA

Se obtuvo la cáscara de naranja pelando naranjas de las que se había utilizado con fines alimenticios en la cafetería institucional ubicada en la Unidad el Cerrillo de la UAEMex.

5.1.2 SELECCIÓN DE LA MUESTRA

Para la selección de una óptima cáscara de naranja se buscaban las muestras que no estuvieran contaminadas con algún otro cuerpo extraño ya sea sólido o líquido, asimismo se buscaban piezas que no estuvieran en condiciones de putrefacción ya que el limoneno se podría ver afectado por la condición misma de la cáscara, del mismo modo se evitaban las muestras en condiciones de inmadurez, es decir, aquellas en donde las cáscaras presentaran un color verde ya que el limoneno se tardaría más en sintetizar y la cantidad obtenida sería menor.

Las muestras consideradas como aceptables fueron aquellas que tenían un aspecto maduro y un color completamente amarillo, así como un olor aceptable, estas muestras mientras más frescas estuvieran mejor era su aprovechamiento.

5.1.3 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Una vez recolectadas las naranjas adecuadas se separaba la parte interior (los gajos) de la cáscara evitando maltratarla ya sea por medio de rasguños o apretando demasiado, esto para conservarla lo más intacta posible para proceder.

La muestra fue preparada mediante de prueba y error de dos maneras:

- a) La piel se dejaba secar en la estufa de aire caliente a 60°C por 24h, hasta alcanzar una humedad de 12%, posteriormente se procedía reducir su tamaño por medio de trituración manual.
- b) La piel de naranja no se ponía a secar, en estado “fresco” se procedía a cortarla en trozos pequeños de 0.5cm² aproximadamente cuidando de no exprimir mucho la superficie para evitar que el aceite que incluía el limoneno se escapara por los poros de la cáscara de la fruta.

Una vez cortadas las cáscaras en piezas pequeñas, ya estaban listas para utilizarse en la extracción de limoneno.

5.1.4 OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE CÁSCARA DE NARANJA

Se utilizaron dos métodos para la extracción del aceite esencial de cáscara de naranja:

- a) Método de extracción por medio del equipo Soxhlet
- b) Método de extracción por medio de hidrodestilación utilizando el equipo Dean-Stark

Para el método de hidrodestilación se propusieron dos experimentos en relación masa/masa, el primero en proporción 5:1 y segundo en proporción 3:1 (cáscara de naranja/solvente), en ambos experimentos se utilizó la muestra seca, así como la muestra fresca, ambos sometiéndose a las mismas condiciones.

Para la extracción por medio del equipo Soxhlet, se propuso inicialmente una relación 5:1 en proporción masa/masa, sin embargo, la cantidad de muestra se ajustó a la capacidad del cartucho de tela utilizado dentro del equipo, no se llevaron a cabo diferentes relaciones de solvente vs muestra debido a que en esta fase el solvente se recircula constantemente sobre la muestra y todo el solvente resultante impregnado de aceite de naranja se almacena para ser procesado por medio de una destilación simple.

Tabla IV. Experimentos realizados

Método	Muestra	Cáscara de naranja (g) / solvente (g)
Extracción Soxhlet	Muestra fresca	40.1 g / 250.2 g
	Muestra fresca	40.0 g / 251.0 g
	Muestra seca	50.0 g / 250.0 g
Hidrodestilación 5:1	Muestra fresca	50.21 g / 250.9 g
	Muestra seca	50.04 g / 250.0 g
Hidrodestilación 3:1	Muestra fresca	80g / 242.2 g
	Muestra seca	80g / 245.9 g

(Fuente: Elaboración propia, 2022.)

5.1.5 MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR MEDIO DEL EQUIPO SOXHLET

Como punto de partida, se procedió a montar el equipo Soxhlet, en la parte de abajo se posicionaba una mantilla de calentamiento conectada con control de temperatura, esto era para tener un mejor control que el que se obtendría utilizando algún tipo de mechero.

Sobre la mantilla de calentamiento y para el arrastre del aceite, se colocó en un matraz de bola 250g (308.6ml) de etanol, en este caso se seleccionó el etanol con una pureza del 96% debido a que es fácilmente adquirible y de bajo costo comparado con otros solventes utilizados para el arrastre de aceites esenciales, en este caso, propiamente hablando del limoneno (ejemplo: éter de petróleo), se sujetó el matraz a una base metálica con la ayuda de pinzas.

Una vez que la cáscara de naranja estuvo cortada en pedazos pequeños, se procedió a colocarla dentro de un cartucho hecho con tela de manta, debido a que la tela de manta es de punto grueso y poroso, permite el paso del líquido sin problema y también ayuda a reutilizar el material para no elevar los costos de producción debido al uso frecuente de cartuchos de papel para llevar a cabo la extracción.

Una vez lleno el cartucho con cáscara de naranja se procedió a introducirlo dentro del equipo Soxhlet, cuidando de que toda la muestra se mantuviera dentro del cartucho.

A continuación, se ensambló el equipo Soxhlet sobre el matraz de bola, el cual contiene etanol en su interior y se sujetó a la base con la ayuda de pinzas.

Posteriormente se terminó de ensamblar el equipo conectando mangueras de hule en los orificios por donde circula el refrigerante Soxhlet para permitir el paso del agua de enfriamiento, esto nos ayuda a que la condensación dentro del equipo Soxhlet sea la adecuada y así disminuir la cantidad de solvente con limoneno que se evapora.

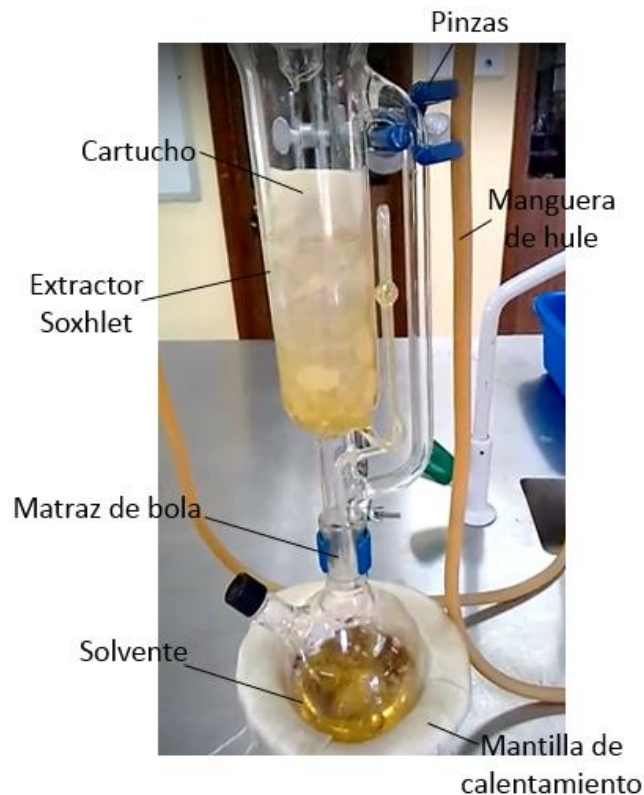


Figura 25. Extracción de limoneno por medio del método Soxhlet (Fuente: Elaboración propia, 2018)

Se llevaron a cabo cuatro etapas de extracción con recirculación del solvente, esto con la finalidad de recuperar la mayor cantidad de limoneno. Cada recirculación tenía una duración

aproximada entre 2.5 a 3.5 horas. Una vez completadas todas las etapas se procedió a almacenar la mezcla etanol-limoneno en un frasco ámbar.

El tiempo de recirculación variaba de dos horas y media a tres horas y media, una vez completadas todas las etapas de extracción se procedía a almacenar el etanol ya con el limoneno en un frasco designado para este fin.

Una vez obtenida una cantidad considerable de la mezcla etanol - limoneno, se realizó una destilación simple, se realizó una destilación simple dado que los puntos de ebullición de ambos componentes son muy diferentes (80°C para el etanol y 176°C para el limoneno).

EL equipo para la destilación simple consistió en colocar la mezcla etanol-limoneno dentro del matraz de bola y se procedía a separar la muestra por diferencia de puntos de ebullición, el etanol obtenido se podía reutilizar para llevar a cabo otra destilación por medio del equipo Soxhlet.

Al final de este proceso se obtiene aproximadamente de 3 a 5 ml de una resina oleosa, la cual contiene limoneno, esta tiene una apariencia moderadamente viscosa y espesa de color ligeramente marrón y con un notable olor a naranja.

Con ayuda de una espátula, ésta resina se almacenaba en un pequeño frasco y se guardaba para analizarlo posteriormente.

5.1.6 MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR MEDIO DE HIDRODESTILACIÓN UTILIZANDO EL EQUIPO DEAN-STARK

Se seleccionó la cáscara de naranja en trozos y se colocó en el interior de un matraz de bola de doble boquilla, dentro del matraz se colocó 250g de agua potable, esto es debido a que como el nombre del método lo indica, al hablar de hidrodestilación se habla de agua, a pesar de saber que el aceite de limoneno no es soluble en agua, el vapor de agua es capaz de arrastrar este compuesto.

Ya con la mezcla dentro del matraz, se colocó una mantilla de calentamiento con control de temperatura (igual que en el método de destilación Soxhlet) debajo del matraz y se sujetó a una base por medio de pinzas, sobre la boquilla de este, se instaló la trampa de destilación Dean-Stark y encima de la trampa se colocó un refrigerante con su respectivo conducto para enfriar el vapor.

Al comenzar a ebulir el agua dentro del matraz, la cáscara de naranja empezó a hincharse, de ahí la importancia de usar pedazos pequeños, posteriormente comenzó el arrastre del aceite esencial. El vapor generado comenzó a recorrer la trampa Dean-Stark hasta llegar al refrigerante, el cuál condensa las gotas de vapor para que caigan en la trampa, la trampa tiene una llave parecida a los embudos de separación, se cuidó que la llave se mantuviera cerrada antes de la caída de las gotas de condensado.

Se esperó a que se llenara la trampa Dean-Stark y se comenzó a vaciar lentamente en un vaso de precipitado. En la parte superior del líquido recuperado se encontró el aceite esencial con el limoneno.

El agua procedente de la trampa Dean-Stark se regresó al matraz por medio de la segunda boquilla ya que la recirculación permite que el líquido vuelva a pasar por la trampa y de esta manera evitar pérdidas de aceite.

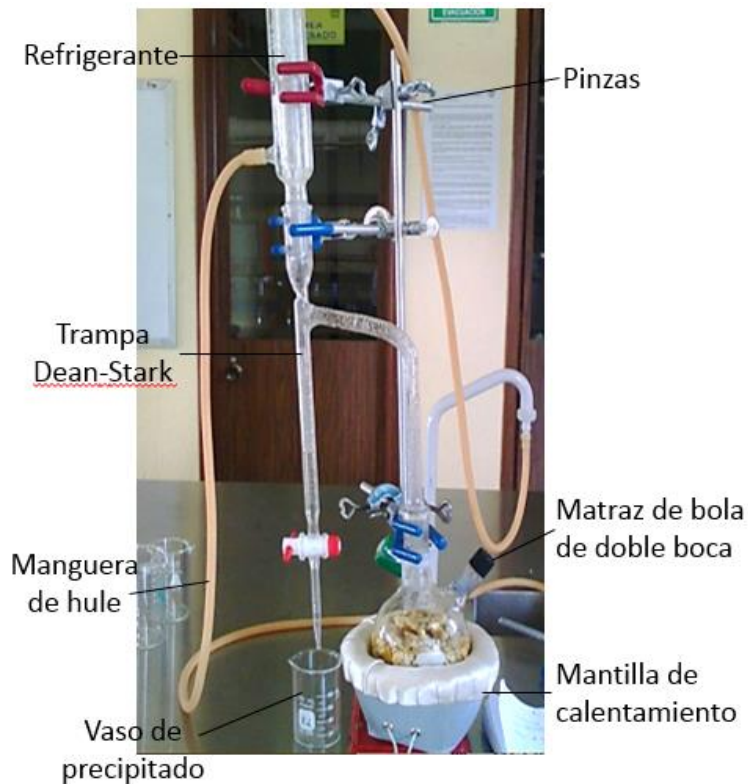


Figura 26. Extracción de limoneno por medio del equipo Dean-Stark (Fuente: Elaboración propia, 2018)

Se logró una mezcla de agua y aceite al término del proceso de destilación, la cual resultó separada a través de decantación. El aceite se almacenó en pequeños contenedores de vidrio ámbar.

6. ANÁLISIS DEL EXTRACTO

Una muestra de Limoneno adquirida de la empresa Sigma-Aldrich, fue el estándar utilizado para caracterizar el aceite obtenido en el presente trabajo.

Este certificado nos muestra datos que se utilizaron como referencia de comparación como el color, apariencia y pureza entre el aceite obtenido contra el aceite encontrado en el mercado.

Tabla V. Análisis del limoneno de Sigma-Aldrich

Prueba	Especificación	Resultado
Apariencia (Color)	Incoloro	Incoloro
Apariencia (Forma)	Líquido	Líquido
Espectro Infrarrojo	Conforme a su estructura	Conforme
Rotación Óptica	96.0 – 105.0 grados	104.1 grados
Exceso Enantiomérico	≥ 97.5 %	98.7 %
Pureza (GC)	≥ 96.5 %	99.6 %
Test de Color	≤ 50 APHA	< 10 APHA

(Fuente: https://www.sigmaaldrich.com/specification-sheets/679/463/183164-BULK_SIGMA.pdf, 2021)

El extracto obtenido mediante la destilación Dean-Stark posee las mismas condiciones de aspecto como lo son el color transparente y el estado líquido, el extracto obtenido mediante destilación Soxhlet posee un color marrón y un estado líquido espeso.

Para evaluar la pureza del aceite recuperado, se utilizó espectroscopía infrarroja en un Equipo de Espectroscopía de Infrarrojo Bruker, modelo TENSOR 27, los espectros se obtuvieron en el intervalo de número de onda de 600 a 4000 cm^{-1} , en este equipo se producen interacciones entre la materia (muestra de limoneno) y la radiación infrarroja, el resultado se lee en un espectro de infrarrojo.

A continuación, se presentan tres espectros infrarrojos que fueron resultado de los dos métodos de destilación los cuáles serán comparados contra el espectro infrarrojo de la una muestra de limoneno estándar (Sigma-Aldrich).

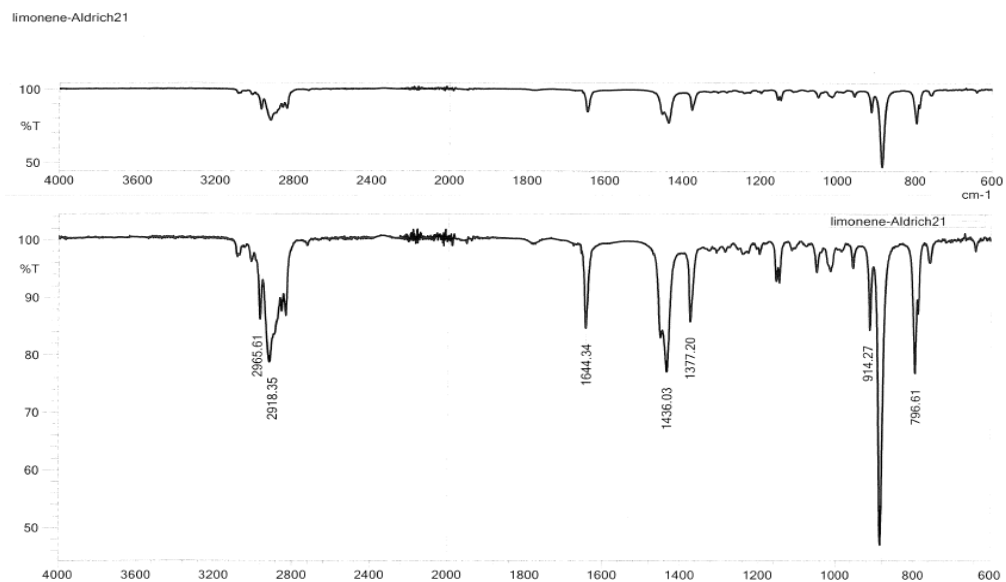


Figura 27. Espectro IR de limoneno Sigma-Aldrich (Fuente: Elaboración propia, 2018)

El espectro infrarrojo del aceite obtenido por hidrodestilación usando la trampa Dean-Stark, es muy parecido al espectro infrarrojo del estándar. Ver figura 27 y 28.

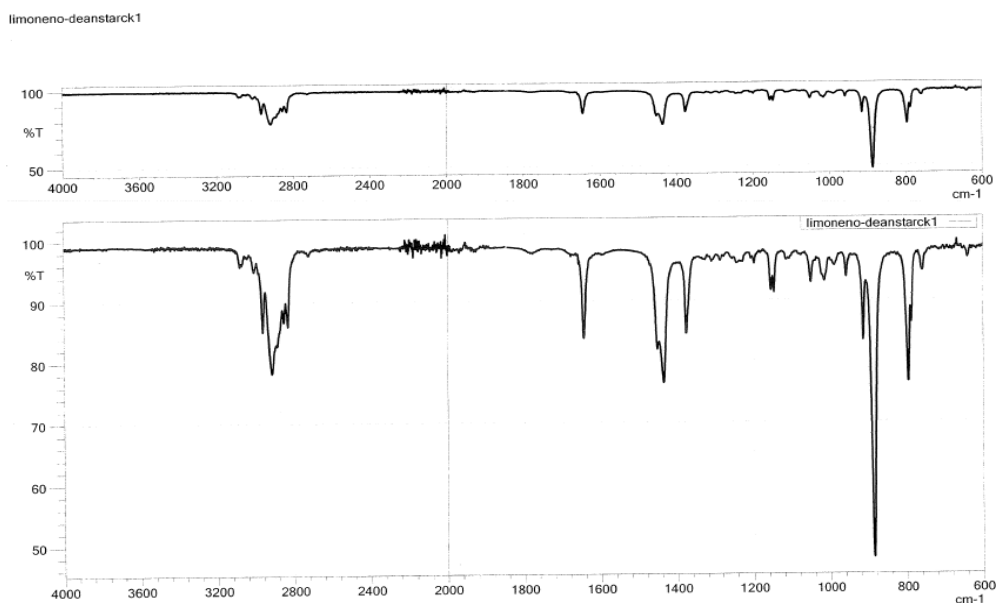


Figura 28. Espectro IR de limoneno Dean-Stark (Fuente: Elaboración propia, 2018)
 Antes de mostrar el espectro infrarrojo del aceite obtenido por el método Soxhlet, se muestra el espectro infrarrojo de etanol, el cual fue el disolvente utilizado en el proceso de extracción.

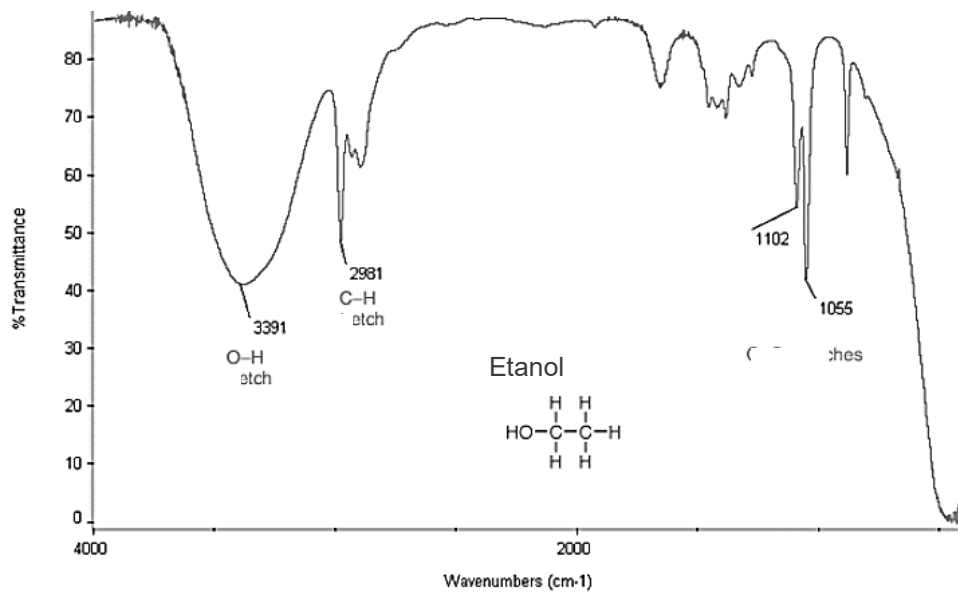


Figura 29. Espectro IR del Etanol (Fuente: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/P3_IR_28289.pdf, 2021)

El espectro infrarrojo del primer aceite obtenido por extracción Soxhlet, sin separar del disolvente, muestra bandas de estiramiento óxigeno-hidrógeno, carbono-hidrógeno y carbono-oxígeno, características del etanol.

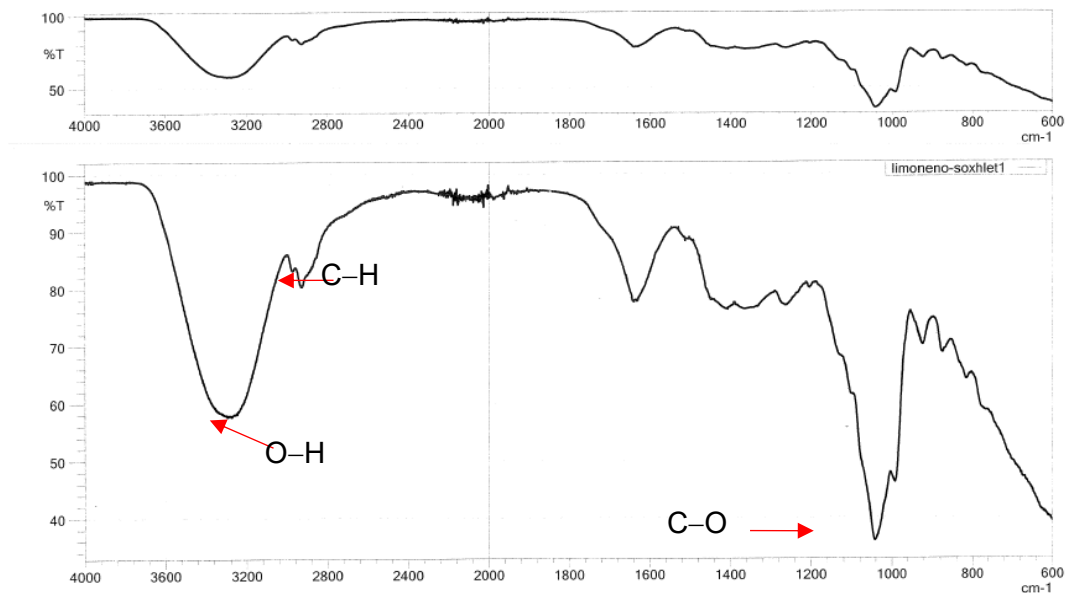


Figura 30. Espectro IR por destilación Soxhlet (Fuente: Elaboración propia, 2018)

Al llevar a cabo la destilación simple del etanol y el aceite obtenido por el método Soxhlet, este último fue caracterizado por espectroscopía infrarroja proporcionando el espectro que se muestra en la Figura 31, el cual se asemeja al aceite obtenido por hidrodestilación usando la trampa Dean-Stark.

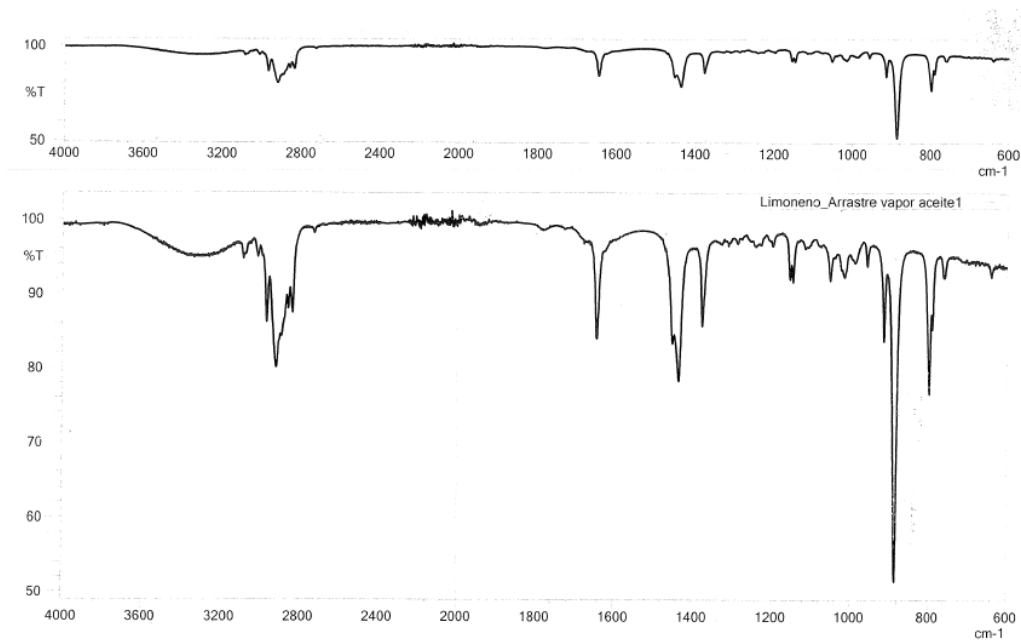


Figura 31. Espectro IR de limoneno por medio de extracción Soxhlet y separado con destilación simple (Fuente: Elaboración propia, 2018)

En el espectro de la figura 31, ya se observa una semejanza a los dos espectros anteriores (el estándar y el Dean-Stark).

Así mismo, se obtuvieron los espectros de absorción de energía correspondientes a los datos arrojados por un espectrofotómetro de luz UV-Visible Thermo Scientific Serie GENESYS 10S fijando la longitud de onda en un rango de 200-700 nm, se usó agua destilada en la celda de referencia (blanco) para calibrar el instrumento de manera que se pudieran comparar las sustancias obtenidas.

Después de ajustar el instrumento, se colocó la primera muestra en una celda de cuarzo, esta muestra fue la sustancia pura proveniente de Sigma-Aldrich, obteniendo el siguiente espectro.

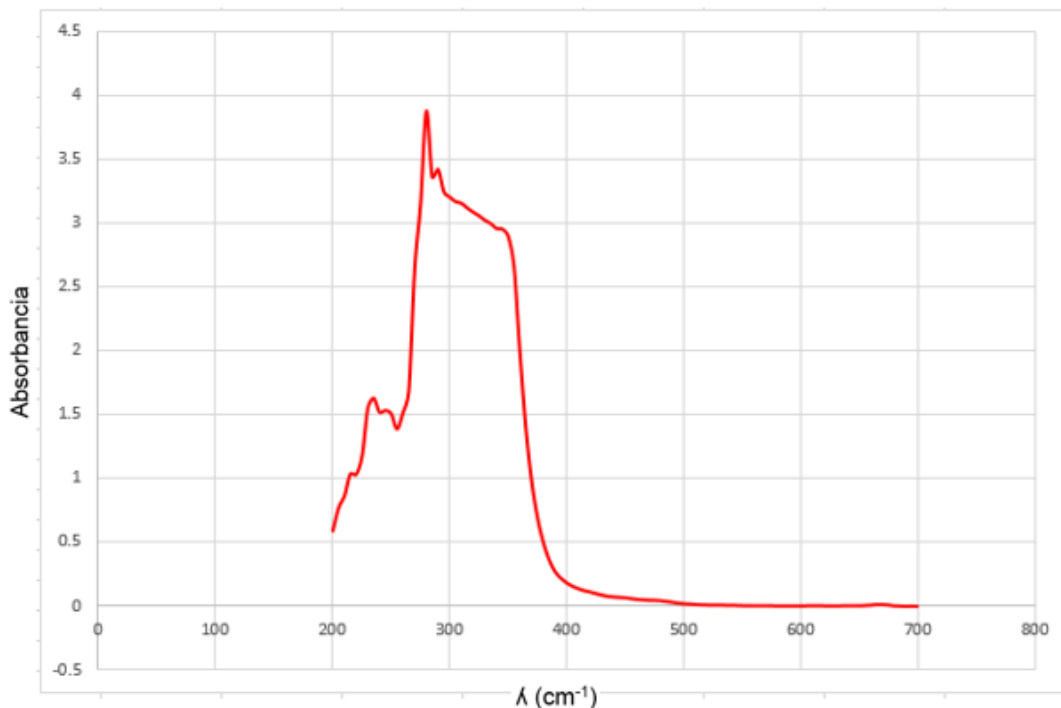


Figura 32. Espectro de Absorbancia vs longitud de onda para el aceite estándar de Sigma-Aldrich (Fuente: Elaboración propia, 2018)

Tabla VI. Picos de absorción para el limoneno estándar.

Longitud de onda	Absorbancia
200	0.586
225	1.171
255	1.383
280	3.876
290	3.42
350	2.895
700	-0.007

(Fuente: Elaboración propia, 2022)

Posteriormente se prosiguió a obtener un espectro del aceite esencial obtenido mediante el método de hidrodestilación Dean-Stark, el cual se puede observar en la figura 33.

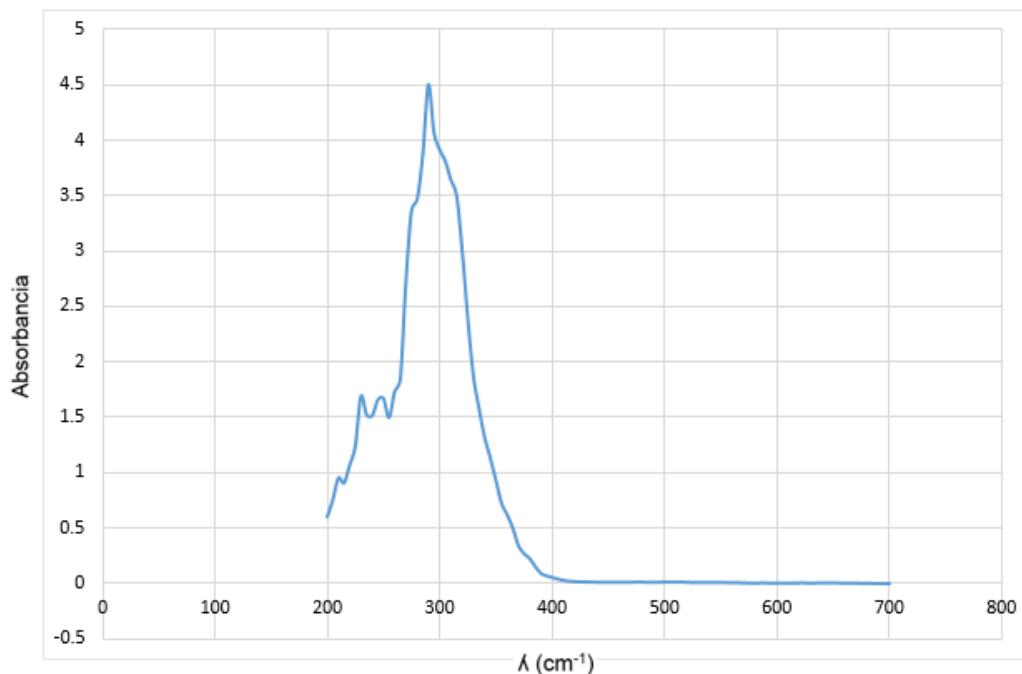


Figura 33. Espectro de Absorbancia vs longitud de onda para el aceite obtenido mediante hidrodestilación Dean-Stark (Fuente: Elaboración propia, 2018)

Tabla VII. Picos de absorción para el limoneno obtenido por hidrodestilación Dean-Stark.

Longitud de onda	Absorbancia
200	0.591
210	0.943
230	1.68
255	1.487
290	4.492
700	-0.01

(Fuente: Elaboración propia, 2022)

No fue posible obtener un espectro propio de la muestra extraída mediante el método Soxhlet debido a que su consistencia era espesa, turbia y resinosa lo que no permitía el paso del haz de luz a través de ella.

7. RESULTADOS Y DISCUSIONES

La tabla VIII muestra el rendimiento de cada uno de los métodos de obtención en relación al aceite de limoneno con respecto a la cantidad de la muestra empleada para obtenerle, al finalizar la extracción Soxhlet el producto resultante de la muestra seca y la muestra fresca se almacenó en un solo frasco ámbar para posteriormente ser sometido a una destilación simple, de esta manera se obtuvo un único producto.

Tabla VIII. Rendimiento extracción Soxhlet e Hidrodestilación

Método	Muestra	Cáscara de naranja (g) /Solvente (g)	Aceite esencial obtenido (ml)	Rendimiento (%)
Extracción Soxhlet	Muestra fresca	40.1 g / 250.2 g	Después de la extracción Soxhlet, se sometió a una destilación simple, obteniéndose una resina de 3g	7.48
		40.0 g / 251.0 g		7.5
	Muestra seca	50.0 g / 250.0 g		6.0
Hidrodestilación 5:1	Muestra fresca	50.21 g / 250.9 g	3ml	5.97
	Muestra seca	50.04 g / 250.0 g	2ml	4.0
Hidrodestilación 3:1	Muestra fresca	80g / 242.2 g	2ml	2.5
	Muestra seca	80g / 245.9 g	2ml	2.5

(Fuente: Elaboración propia, 2022)

Aparentemente, se puede decir que el producto obtenido de la extracción Soxhlet es el producto de mayor rendimiento, sin embargo, considerando que este se basa en el volumen general obtenido, se realizó el mismo procedimiento con la muestra obtenida mediante el proceso de hidrodestilación con el equipo Dean-Stark a 5:1 y 3:1 (cáscara de naranja/solvente), tanto con la muestra fresca como con la muestra seca.

Tabla IX. Rendimiento de la hidrodestilación en proporción 5:1 vs 3:1

Método	Muestra	Cáscara de naranja (g) /Solvente (g)	Aceite esencial obtenido (ml)	Rendimiento (%)
Hidrodestilación 5:1	Muestra fresca	50.21 g / 250.9 g	5ml	10.0
	Muestra seca	50.04 g / 250.0 g		

Hidrodestilación n 3:1	Muestra fresca	80g / 242.2 g	4ml	5.0
	Muestra seca	80g / 245.9 g		

(Fuente: Elaboración propia, 2022)

Se compararon los espectros de absorbancia contra longitud de onda de la muestra obtenida por medio de la destilación Dean-Stark vs el espectro de la muestra estándar y se pudo observar que la longitud de onda máxima del limoneno obtenido mediante hidrodestilación es de 4.492 cm^{-1} a una λ de 290 , mientras que la longitud de onda máxima de limoneno de la muestra estándar es de 3.876 cm^{-1} a una λ de 280, por lo tanto, la radiación absorbida en el espectro obtenido por hidrodestilación Dean-Stark es similar al espectro correspondiente de la muestra estándar.

Por otro lado, si se comparan los espectros infrarrojos del estándar con los espectros obtenidos por hidrodestilación Dean-Stark, se puede observar que el espectro infrarrojo obtenido mediante el método Dean-Stark es muy similar al espectro de la muestra estándar, al superponer ambas imágenes, es evidente la similitud de ambas muestras.

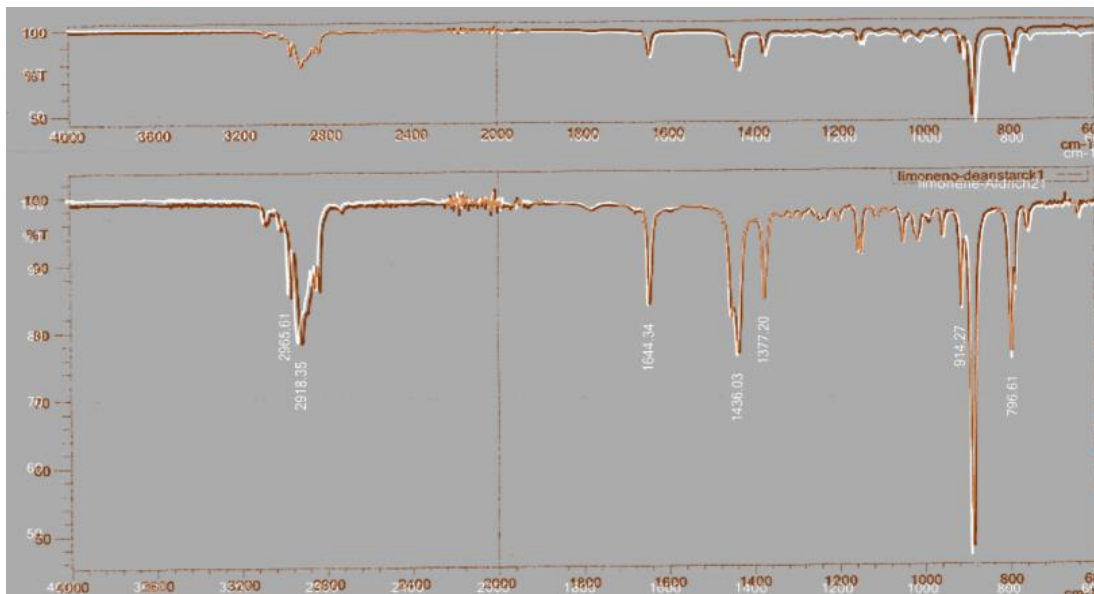


Figura 34. Espectro IR muestra estándar vs hidrodestilación Dean-Stark

(Fuente: Elaboración propia, 2018)

Las líneas blancas corresponden a la muestra estándar mientras que las líneas superpuestas en color rojo pertenecen al destilado obtenido mediante el método de hidrodestilación, de igual manera se procedió a superponer las gráficas de espectro infrarrojo de la muestra pura contra la muestra obtenida mediante la extracción Soxhlet, obteniendo una gráfica parecida pero no tan similar como la anterior.

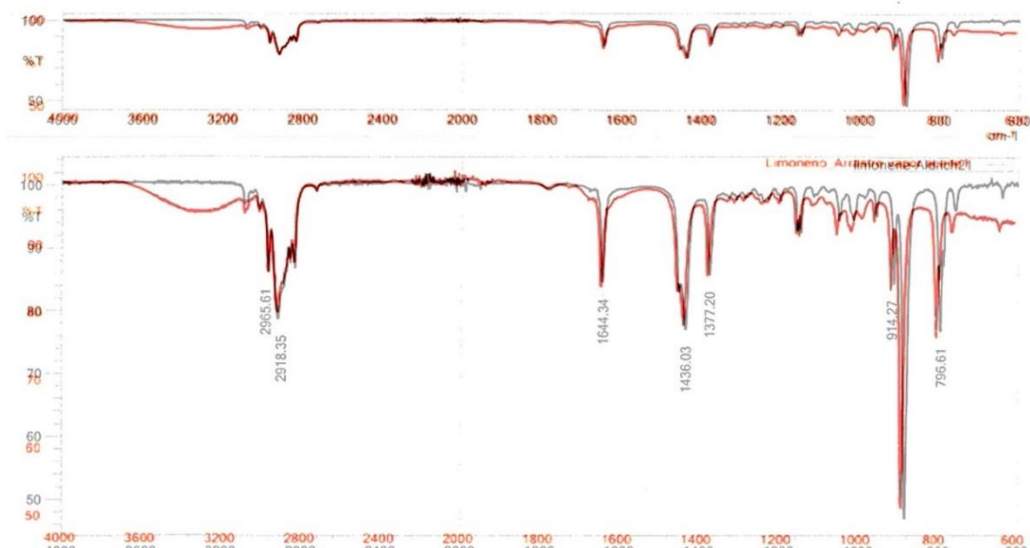


Figura 35. Espectro IR muestra estándar vs extracción Soxhlet
(Fuente: Elaboración propia, 2018)

8. Conclusiones

Se hicieron distintas pruebas con la cáscara de naranja, la primera fue con la cáscara seca y molida, la cual nos dio el mismo resultado que la cáscara seca sin moler, esta cáscara se hinchaba en el agua en el transcurso del experimento, la segunda prueba se llevó a cabo con la cáscara fresca cortada en trozos, esta dio un resultado más satisfactorio que con la cáscara seca, ya que de esta manera no se volatilizaba una pequeña parte del aceite de la cáscara, una vez comprobando esto, se procedió a realizar la hidrodestilación con la cáscara fresca, el diseño de la trampa Dean-Stark la cual permitía visualizar el aceite esencial y llevar a cabo su rápida separación. El aceite obtenido de la muestra seca, así como de la muestra fresca, se mezcló en un mismo producto, puesto que el objetivo era poder comparar el resultado de la extracción por hidrodestilación Dean-Stark obteniendo de esta manera un total de 9ml de limoneno.

Para la destilación con el equipo Soxhlet, se llenó el cartucho a su máxima capacidad utilizando la muestra fresca, ya que la muestra seca se hinchaba y ya se había comprobado que utilizar la muestra fresca era más eficiente. Todo el líquido obtenido se almacenó en un recipiente oscuro y alejado de la luz, el producto final era aceite de naranja inmerso en alcohol, por lo que se procedió a utilizar un método de destilación simple para su separación, obteniendo de esta manera un producto oleoso y resinoso con el olor característico del limoneno, una vez sometido a espectroscopia infrarroja se observó que los picos obtenidos en el espectro corresponden a los del limoneno.

Ambos métodos son útiles para la obtención de limoneno, el aceite obtenido de cada uno de los métodos utilizados fue sometidos a espectroscopia infrarroja y a espectrofotometría UV-Vis, los espectros obtenidos se compararon con los espectros pertenecientes a la muestra estándar, se observó que ambos aceites contienen limoneno, sin embargo la extracción por hidrodestilación con el equipo Dean-Stark destaca notablemente frente a la extracción Soxhlet.

Si bien ambos métodos requieren de una constante recirculación del producto intermedio, el producto resultante de la extracción Soxhlet requiere de un reproceso para lograr obtener el

producto final incrementando de esta manera el tiempo de producción, asimismo, el manejo del producto es complicado debido a su aspecto resinoso. Al comparar los picos obtenidos por espectroscopía infrarroja del aceite obtenido contra el espectro de la muestra estándar podemos notar que en el producto final aún quedan restos de etanol, por lo que el producto final obtenido mediante la extracción Soxhlet posee trazas de impureza. No fue posible obtener un espectro UV ya que la viscosidad y opacidad de la muestra no permitió el paso del haz de luz.

Por otra parte, el equipo Dean-Stark incluye un embudo de separación, lo que hace que sea sencillo recuperar el aceite sin necesidad de llevar a cabo otro proceso para su extracción. Se obtuvo un aceite líquido de aspecto amarillo pálido, el espectro UV del limoneno procedente de la hidrodestilación presenta un ligero desplazamiento en las bandas de absorción con respecto al espectro UV de la muestra estándar, pudiendo ser indicador de la formación de óxido de limoneno debido a un largo tiempo de almacenamiento y a la falta de antioxidantes suficientes, en este caso, a una concentración menor de flavonas a comparación de otras especies de naranjas (Carmona, 2015), asimismo, se observó que el espectro infrarrojo de la muestra obtenida por hidrodestilación se traspone fácilmente con el espectro infrarrojo de la muestra estándar, mostrando así una pureza superior y cercana a la pureza del limoneno comercial, siendo este el mejor método para la extracción del limoneno.

Bibliografía

- (1) - Rodríguez, Roberto. ELABORACIÓN ARTESANA DE AGUARDIENTE DE SIDRA: SISTEMAS DE DESTILACIÓN. Revista Tecnología Agroalimentaria, Área de Tecnología de los Alimentos, 2008.
- (2) - Valiente, Antonio. HISTORIA DE LA DESTILACIÓN. Revista de Educación Química, Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química, México, D.F., 1995.
- (3) - Baque, Wilder; Tunja, Paulo. DETERMINACION DE ANTIOXIDANTES PARA ELABORAR HELADOS Y YOGURT A PARTIR DE LOS PÉTALOS DE LAS ROSAS. Universidad Estatal Guayaquil, Facultad de Ingeniería Química, Guayaquil, Ecuador, 2013.
- (4) - Rodríguez, Ana. GENETIC ENGINEERING OF PLANT VOLATILES IN FLESHY FRUITS: PEST REPELLENCY AND DISEASE RESISTANCE THROUGH D-LIMONENE DOWN REGULATION IN TRANSGENIC ORANGE PLANTS. Universidad Politécnica de València: departamento de Biotecnología, 2013.
- (5) - Gennari, Valerie. AROMA THERAPY: A LIFETIME GUIDE TO HEALING WITH ESSENTIAL OILS. Prentice Hall, Inc. United States of America, 1996.
- (6) - Calderín, Juan; Calderín, Emma. DE MATERIA VERDE: FITOTERAPIA Y APITERAPIA. Editoria Científico-Técnica, La Habana, 2018.
- (7) - Gonzalez, Angela. OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES Y EXTRACTOS ETANOLICOS DE PLANTAS DEL AMAZONAS. Universidad Nacional de Colombia: Departamento de Ingeniería Química, 2004.
- (8) - Bruneton, Jean. Farmacognosia. FITOQUÍMICA: PLANTAS MEDICINALES, Zaragoza: Acribia, 2001.
- (9) - Martinez, Eduardo; Maldonado Milthon. ESTUDIO DE FACTIBILIDAD PARA LA INSTALACION DE UNA PLANTA PROCESADORA DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO (Eucalyptus globulus) EN LA REGION DE AYACUCHO. Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga: Facultad de Ingeniería Química Y Metalurgia, Perú, 2017.

(10) - Morales et al. VALIDACIÓN ESTADÍSTICA DE LA PRESENCIA EN PLANTAS DE QUIMIOTIPOS CARACTERIZADOS POR LA CONCENTRACIÓN DE COMPONENTES VOLÁTILES OBTENIDA MEDIANTE GC-MS. Universidad Complutense de Madrid: Botanica Complutensis, 2008.

(11) - Maldonado et al. EL SISTEMA OLFATORIO: EL SENTIDO DE LOS OLORES. Revista de divulgación científica Y tecnológica de la Universidad Veracruzana: La ciencia y el hombre. Mayo-Agosto, 2012.

(12) - Montoya, Gildardo. ACEITES ESENCIALES: UNA ALTERNATIVA DE DIVERSIFICACIÓN PARA EL EJE CAFETERO. Universidad Nacional de Colombia: Facultad de ciencias exactas y naturales, Manizales, 2010.

(13) - Martinez et al. USO DE ACEITES ESENCIALES EN ANIMALES DE GRANJA. Asociación Interciencia, Caracas, Venezuela, 2015.

(14) - Chauhan, Samriddhi; Deshmukh Roshan. ESSENTIAL OILS MARKET BY APPLICATION (FOOD AND BEVERAGES, MEDICAL, CLEANING AND HOME, SPA AND RELAXATION, OTHERS), BY DISTRIBUTION CHANNEL (DIRECT DISTRIBUTION, MLM DISTRIBUTION, RETAIL DISTRIBUTION), BY TYPE (ORANGE, EUCALYPTUS, CORNMINT, PEPPERMINT, CITRONELLA, LEMON, LIME, CLOVE, SPEARMINT, OTHERS),: GLOBAL OPPORTUNITY ANALYSIS AND INDUSTRY FORECAST, 2020-2030. Allied Market Research, 2022.

(15) - THE GLOBAL ESSENTIAL OILS MARKET IS EXPECTED TO GROW FROM \$9.62 BILLION IN 2021 TO \$18.25 BILLION IN 2028 AT A CAGR OF 9.57% IN FORECAST PERIOD, 2021-2028. Fortune Business Insights, 2021.

(16) - Hurtado, Paola; & Villa, Aída. ESTUDIO DE MERCADO DE ACEITE ESENCIAL DE NARANJA EN COLOMBIA EN EL PERÍODO 2009-2014. Revista Colombiana de Ciencias Hortícolas, Departamento de Ingeniería Química: Facultad de Ingeniería, Medellín, 2016.

(17) - Meñaca et al. EVALUACION DE LA CALIDAD DE LAS PECTINAS CÍTRICAS OBTENIDAS A PARTIR DE LAS CÁSCARAS DE NARANJA, DE LAS VARIEDADES VALENCIA Y COMUN, EN

ESTADO DE MADURACION GRADO CINCO (5). Facultad de Ciencias Básicas e Ingeniería: Ingeniería de Alimentos, Popayán, 2010

(18) - Zambrano, Rosa. CONSERVACIÓN DE ZUMO DE NARANJA (CITRUS SINENSIS) UTILIZANDO DOSIS DE MIEL DE ABEJA Y CANELA COMO CONSERVANTE NATURAL. Facultad de Ciencias Agropecuarias: Especialidad Agroindustrias, Manabí, Ecuador, 2014.

(19) - REPORTE ESPECIAL: NARANJA, Servicio de la Información Agroalimentaria y Pesquera. Anuario Estadístico de la Producción Agrícola. SAGARPA. www.siap.gob.mx, 2009

(20) - Sarh & Bancomext. LA INDUSTRIA DE LA NARANJA EN MÉXICO. Comercio Exterior, 1993.

(21) - Plaza et al. LOS ALIMENTOS COMO FUENTE DE MONO Y DISACÁRIDOS: ASPECTOS BIOQUÍMICOS Y METABÓLICOS. Departamento de Bioquímica y Biología Molecular II: Facultad de Farmacia. Universidad de Granada

(22) - Sandoval, Dominga; Romero, Blanca. EXTRACCIÓN DE COMPUESTOS FENÓLICOS A PARTIR DE CÁSCARAS DE FRUTOS CÍTRICOS DE NICARAGUA PARA LA FORMULACIÓN DE RESINA FENÓLICA. Facultad de Ingeniería Química, Managua, Nicaragua, 2017.

(23) - Cerón, Ivonne; Cardona, Carlos. EVALUACIÓN DEL PROCESO INTEGRAL PARA LA OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL Y PECTINA A PARTIR DE CÁSCARA DE NARANJA. INGENIERÍA Y CIENCIA: VOLUMEN 7. Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia, 2010.

(24) - Pérez, María. PERFIL FITOQUÍMICO DEL ACEITE ESENCIAL DEL FRUTO DE TEJOCOTE MEXICANO (*Crataegus* spp.). Departamento de Fitotecnia: Instituto de horticultura. Chapingo, Estado de México, 2014.

(25) - Bandoni, Arnaldo. LOS RECURSOS VEGETALES AROMÁTICOS EN LATINOAMÉRICA: SU APROVECHAMIENTO INDUSTRIAL PARA LA PRODUCCIÓN DE AROMAS Y SABORES. CYTED: Ciencia y Tecnología Para El Desarrollo, Universidad de Buenos Aires: Facultad de Farmacia y Bioquímica, Argentina, Segunda Edición, 2003.

(26) - Martínez, Alejandro. ACEITES ESENCIALES. Universidad de Antioquia: Facultad Química Farmacéutica, Medellín, 2003.

(27) - Enríquez, Grace. FORMULACIÓN Y EVALUACIÓN DE DISPERSANTES DETERGENTES Y DESENGRASANTES BIODEGRADABLES PARA DERRAMES EN SUELO DE CRUDOS LIVIANOS EN LA INDUSTRIA PETROLERA. Facultad de Ingeniería Química: Carrera de Ingeniería Química. Quito, 2013.

(28) - Yañez et al. ESTUDIO DEL ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE LA NARANJA DULCE (CITRUS SINENSIS, VARIEDAD VALENCIANA) CULTIVADA EN LABATECA (NORTE DE SANTANDER, COLOMBIA). Revista de la Facultad de Ciencias Básicas, Universidad de Pamplona, Pamplona, Colombia, 2007

(29) - Hurtado, Paola; Villa, Aída. ESTUDIO DE MERCADO DE ACEITE ESENCIAL DE NARANJA EN COLOMBIA EN EL PERÍODO 2009-2014. Departamento de Ingeniería Química: Facultad de Ingeniería, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia, 2016.

(30) - Mendoza, Mera. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL ACEITE ESENCIAL DE ORÉGANO COMO AGENTE BIOCONSERVADOR EN ALIMENTOS. Universidad Técnica Estatal de Quevedo, Quevedo, Ecuador, 2020.

(31) - Flores et al. BALANCE DE MATERIA Y ENERGÍA EN LA PRODUCCIÓN DE POMADA A PARTIR DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITE DE EUCALIPTO POR ARRASTRE DE VAPOR. Departamento Académico de Ingeniería Química: E.P. de Ingeniería Química Ambiental. Huancayo, Perú, 2018.

(32) - Sistema de Bibliotecas de Sena. INTRODUCCIÓN A LA INDUSTRIA DE LOS ACEITES ESENCIALES EXTRAÍDOS DE PLANTAS MEDICINALES Y AROMÁTICAS. Bogota: Servicio Nacional de aprendizaje SENA. (Citado 2021)

(33) – Velasco et al. APLICACIONES DE LOS FLUIDOS SUPERCRÍTICOS EN LA AGROINDUSTRIA. Universidad del Cauca, Departamento de Agroindustria, Facultad de Ciencias Agropecuarias, Colombia, 2007.

(34) - Caldas, Adriana. OPTIMIZACIÓN ESCALAMIENTO Y DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO DE EXTRACCIÓN SÓLIDO LÍQUIDO. Facultad de Ciencias Químicas: Ingeniería Química, Cuenca, Ecuador, 2012.

(35) - Vázquez, Luis. EXTRACCIÓN CON FLUIDOS SUPERCRÍTICOS Y SÍNTESIS ENZIMÁTICA PARA LA OBTENCION DE LÍPIDOS FUNCIONALES. Facultad de ciencias: Departamento de química física aplicada, Madrid, 2008.

(36) - Biblioteca de Publicaciones Oficiales del Gobierno de México (BPO). PRODUCCIÓN DE CÍTRICOS EN MÉXICO. Ciudad de México, México, 2022.

(37) – Carmona, Pedro. ANÁLISIS POR MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS Y ESTUDIO DEL PROCESO DE ENVEJECIMIENTO DE ACEITES ESENCIALES DE CÍTRICOS. Universidad De Madrid, Facultad De Ciencias, Madrid, 2015.