

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA JUAN MISAEL SARACHO
FACULTAD DE CIENCIAS Y TECNOLOGÍA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**EXTRACCIÓN EXPERIMENTAL DE ACEITE
ESENCIAL DE RUDA (*Ruta graveolens L.*)
POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA**

Por: EDWIN HUARACHI DUCHEN

**Proyecto de Grado Modalidad Investigación Aplicada presentado a
consideración de la “UNIVERSIDAD AUTÓNOMA JUAN MISAEL
SARACHO”, como requisito para optar el Grado Académico de Licenciatura en
Ingeniería Química.**

ABRIL 2018

TARIJA-BOLIVIA

V°B°

MSc. Ing. Ernesto Álvarez Gozávez

DECANO FACULTAD DE
CIENCIAS Y TECNOLOGÍA

MSc. Lic. Elizabeth Castro Figueroa

VICEDECANO FACULTAD DE
CIENCIAS Y TECNOLOGÍA

APROBADO POR

TRIBUNAL:

Ing. Gustavo Moreno López

Ing. Jimena Durán Durán

Ing. Mirtha Segovia Tórriz

ADVERTENCIA

El tribunal calificador del presente trabajo, no se solidariza con la forma, términos, modos y expresiones vertidas en el mismo, siendo éstas responsabilidad del autor.

DEDICATORIA

Dedicado a mi padre y a mi madre por apoyarme y motivarme para lograr mis metas. Y a mis hermanos por el apoyo incondicional que me dieron. A los docentes por el apoyo y tiempo dedicado para el desarrollo de mi trabajo y por la sabiduría transmitida en el desarrollo de mi formación profesional.

A Dios por su guía y bendición

AGRADECIMIENTOS

A Dios por darme la vida, por fortalecer e iluminar mi mente y alcanzar una de las metas de mi vida.

A mis padres por el sacrificio y por el ánimo para seguir adelante.

A mis hermanos por el aliento y confianza para alcanzar mis objetivos.

A mis tribunales por la ayuda, asesoría y guía en la elaboración de mi trabajo de Investigación.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación se realiza con la finalidad de extraer el aceite esencial de la Ruda común (*Ruta graveolens L.*) por el método de arrastre con vapor de agua; la materia prima proviene de la zona del Valle Central de Tarija, la que crece en lugares húmedos y con abundante luz solar.

El proceso de obtención de aceite esencial de Ruda se realiza a nivel EXPERIMENTAL en los ambientes del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Ciencias y Tecnología de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho.

En el proceso la Ruda se esparce sobre placas de plastofomo para el secado al ambiente y luego realizar el acondicionamiento de la materia prima con la finalidad de eliminar impurezas (tierra, insectos y partículas extrañas) que pueda presentar y proceder al despalillado del mismo. La Ruda despalillada se somete a un análisis granulométrico para determinar el tamaño de partícula con la que se trabajará en la investigación. Dicho análisis se trabajará con partículas de 1 mm y 2 mm debido al mayor contacto que tendrá con el vapor de agua en el proceso de extracción.

En el proceso de extracción se genera vapor de agua a una temperatura de 94 °C mediante un calentador de potencia térmica 922,5668 kcal para arrastrar el aceite esencial de la Ruda, que luego pasa por la etapa de condensado y finalmente se separa el aceite esencial de la fase acuosa por la diferencia de densidades.

Para las pruebas experimentales se plantea un diseño de 2^3 el mismo que tiene la finalidad de evaluar la influencia en la variable respuesta (volumen de aceite esencial obtenido) a través de tres variables y dos niveles, las mismas que son la masa de la ruda (150 g y 250 g), el tiempo de extracción (90 min y 120 min) y el tamaño de partícula (1 mm y 2 mm) ensayos realizados con dos repeticiones.

El análisis estadístico de las experiencias se realiza utilizando el programa estadístico SPSS que determina las variables de mayor incidencia en el proceso: la masa (g), tiempo de extracción (min) y tamaño de partícula (mm).

De los ensayos realizados, la formulación con la cual se obtiene mayor volumen de aceite esencial es la siguiente:

$$\text{Masa de ruda} = 250 \text{ g}$$

$$\text{Tiempo de extracción} = 120 \text{ min}$$

$$\text{Tamaño de partícula} = 1 \text{ mm}$$

Con esa cantidad de masa, tiempo de extracción y tamaño de partícula el rendimiento de aceite esencial que se obtiene es de 0,34 %.

El aceite esencial de la Ruda obtenido en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) es sometido a análisis fisicoquímico y cromatográfico en el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID).

En el análisis fisicoquímico se tiene una densidad de 0,8309 g/ml y un índice de refracción de 1,4325.

Dentro del análisis cromatográfico se tienen los componentes de mayor abundancia característicos del aceite esencial de la Ruda que son el 2-nonanona con 16,807 % y el 2-undecanona con un 64,030 % lo cual cumple con la bibliografía de otros autores los cuales estipulan que los componentes de mayor abundancia son el 2-nonanona y el 2-undecanona.

ABREVIATURAS Y SIMBOLOGÍA

| | |
|-----------|-------------------------------------|
| kg | Kilogramo |
| ha | Hectáreas |
| UPA | Unidades de producción agropecuaria |
| UCV | Unidad de color verdadero |
| g | Gramos |
| mg | Miligramos |
| nD | Índice de refracción |
| °C | Grados centígrados |
| ml | Mililitros |
| mm | Milímetros |
| min | Minutos |
| p.e. | Punto de ebullición |
| r.p.m. | Revoluciones por minuto |
| GLP | Gas licuado de petróleo |
| m | Masa |
| V | Volumen |
| ρ | Densidad |
| %H | Porcentaje de humedad |
| R | Rendimiento |
| φ | Caudal de agua |
| Q | Flujo calorífico |

| | |
|---------------------------------|---|
| Q_{total} | Calor total requerido para la extracción (kcal) |
| Q_{sensible} | Calor requerido para llegar al punto de ebullición (kcal) |
| Q_{latente} | Calor requerido para evaporar el agua (kcal) |
| $\lambda_{\text{vaporización}}$ | Calor latente de vaporización (kcal/kg) |
| F_{vapor} | Flujo másico de vapor (kg/s) |
| ΔT | Diferencia de temperaturas |
| C_p | Calor específico |
| $T_{\text{partícula}}$ | Tamaño de partícula |
| $t_{\text{extracción}}$ | Tiempo de extracción |
| $t_{\text{calentamiento}}$ | Tiempo de calentamiento |
| $t_{\text{extracción}}$ | Tiempo de extracción |
| V_{comb} | Volumen de combustible |
| h | Hora |
| Kcal | Kilocaloría |
| g/ml | Gramos/mililitros |

ÍNDICE

| | Página |
|--------------------------------|---------------|
| Advertencia..... | i |
| Dedicatoria..... | ii |
| Agradecimiento..... | iii |
| Resumen..... | iv |
| Abreviaturas y simbología..... | vi |

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

| | |
|---|----|
| 1.1 Antecedentes..... | 1 |
| 1.1.1 Perspectivas del mercado de los aceites esenciales..... | 3 |
| 1.1.2 Evolución de la industria de aceites esenciales en Bolivia..... | 5 |
| 1.1.3 Producción agrícola de la Ruda en Bolivia..... | 6 |
| 1.2 Objetivos..... | 9 |
| 1.2.1 Objetivo General..... | 9 |
| 1.2.2 Objetivos Específicos..... | 9 |
| 1.3 Justificación..... | 10 |

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

| | |
|--|----|
| 2.1 Generalidades..... | 11 |
| 2.2 La Ruda (<i>Ruta graveolens L.</i>)..... | 11 |
| 2.2.1 Principios activos..... | 12 |
| 2.2.2 Clasificación Botánica..... | 13 |
| 2.2.3 Clasificación Taxonómica..... | 13 |

| | | |
|---------|---|----|
| 2.2.4 | Composición química de la Ruda..... | 13 |
| 2.3 | Los aceites esenciales..... | 14 |
| 2.3.1 | Clasificación de los aceites esenciales..... | 15 |
| 2.3.1.1 | Consistencia de los aceites esenciales..... | 15 |
| 2.3.1.2 | Origen de los aceites esenciales..... | 16 |
| 2.3.1.3 | Naturaleza química de los aceites esenciales..... | 17 |
| 2.3.2 | Características sensoriales y físicas de los aceites esenciales..... | 18 |
| 2.3.3 | Características químicas de los aceites esenciales..... | 19 |
| 2.3.4 | Toxicidad de los aceites esenciales..... | 26 |
| 2.3.5 | Aplicaciones industriales de los aceites esenciales..... | 27 |
| 2.4 | Aceite esencial de la Ruda..... | 29 |
| 2.4.1 | Usos y propiedades del aceite esencial de la Ruda..... | 29 |
| 2.4.2 | Característica sensorial y propiedades físicas del aceite esencial de Ruda..... | 30 |
| 2.4.3 | Componentes principales del aceite esencial de Ruda..... | 31 |
| 2.5 | Métodos tecnológicos en el proceso de extracción de aceites esenciales..... | 32 |
| 2.5.1 | Destilación por arrastre de vapor de agua..... | 33 |
| 2.5.2 | Disolución en grasa (enfleurage)..... | 35 |
| 2.5.3 | Extracción con disolventes orgánicos..... | 37 |
| 2.5.4 | Extracción con gases en condiciones supercríticas..... | 39 |
| 2.6 | Selección del proceso tecnológico experimental de extracción de aceite esencial de Ruda..... | 42 |
| 2.7 | Descripción del proceso a elaborar el producto a escala industrial..... | 44 |
| 2.8 | Factores que influyen y determinan la calidad del producto..... | 46 |
| 2.8.1 | Condiciones geobotánicas del medio..... | 46 |

| | | |
|-------|---|----|
| 2.8.2 | Método de cultivo..... | 46 |
| 2.8.3 | Época de recolección y parte de la planta..... | 47 |
| 2.8.4 | Modo de manejo y almacenamiento del material vegetal..... | 47 |
| 2.8.5 | Método de obtención del aceite..... | 47 |
| 2.8.6 | Edad de la planta y estado fenológico..... | 47 |

CAPÍTULO III

PARTE EXPERIMENTAL

| | | |
|---------|--|----|
| 3.1 | Descripción y análisis de la materia prima..... | 48 |
| 3.1.1 | Descripción de la materia prima..... | 48 |
| 3.1.2 | Esparcido de la Ruda para secado al ambiente..... | 49 |
| 3.1.3 | Acondicionamiento de la materia prima..... | 49 |
| 3.1.4 | Determinación de humedad en la materia prima..... | 50 |
| 3.1.5 | Análisis granulométrico de la materia prima..... | 50 |
| 3.1.6 | Pruebas preliminares..... | 51 |
| 3.2 | Descripción del proceso tecnológico experimental de extracción de aceite esencial de Ruda..... | 52 |
| 3.2.1 | Análisis y definición de las variables de diseño operación y control de proceso de extracción de aceite esencial de Ruda..... | 61 |
| 3.2.2 | Análisis y selección de las variables y los parámetros de diseño de operación y control del proceso de extracción de aceite esencial de Ruda..... | 62 |
| 3.3 | Diseño factorial o experimental..... | 62 |
| 3.3.1 | Procedimientos y técnicas del diseño factorial..... | 63 |
| 3.3.1.1 | Diseño factorial a dos niveles 2^K | 63 |
| 3.3.1.2 | Análisis del diseño factorial 2^3 | 63 |

| | | |
|---------|--|----|
| 3.3.2 | Variables o parámetros de estudio..... | 66 |
| 3.4 | Caracterización del tipo y calidad del producto obtenido: aceite esencial de Ruda (<i>Ruta graveolens L.</i>)..... | 68 |
| 3.4.1 | Características organolépticas del aceite esencial de Ruda..... | 68 |
| 3.4.2 | Propiedades fisicoquímicas del aceite esencial de Ruda..... | 68 |
| 3.4.2.1 | Determinación de la densidad..... | 68 |
| 3.4.2.2 | Determinación del índice de refracción..... | 69 |
| 3.4.2.3 | Análisis cromatográfico..... | 69 |

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

| | | |
|---------|---|----|
| 4.1 | Resultados de la materia prima..... | 70 |
| 4.1.1 | Determinación de humedad de la materia prima..... | 70 |
| 4.1.1.1 | Determinación de humedad de la Ruda en estado fresco..... | 70 |
| 4.1.1.2 | Determinación de humedad de la Ruda en estado seco..... | 71 |
| 4.2 | Análisis granulométrico..... | 73 |
| 4.3 | Resultados obtenidos en la fase experimental..... | 75 |
| 4.3.1 | Cálculo de análisis de varianza (anova)..... | 76 |
| 4.4 | Volúmenes obtenidos en el diseño experimental..... | 80 |
| 4.4.1 | Tamaño vs volumen obtenido..... | 80 |
| 4.4.2 | Masa vs volumen obtenido..... | 81 |
| 4.4.3 | Cálculo del rendimiento de obtención del aceite esencial de Ruda..... | 83 |
| 4.5 | Relación del tiempo de extracción con respecto al volumen del aceite esencial obtenido..... | 84 |

| | | |
|---------|--|----|
| 4.6 | Resultados analíticos del producto obtenido..... | 86 |
| 4.6.1 | Análisis organoléptico..... | 86 |
| 4.6.2 | Análisis fisicoquímico..... | 86 |
| 4.6.3 | Análisis cromatográfico..... | 87 |
| 4.7 | Balance de materia y energía..... | 88 |
| 4.7.1 | Balance de materia en la obtención de aceite esencial de Ruda..... | 89 |
| 4.7.1.1 | Balance de materia en la torre de destilación..... | 89 |
| 4.7.1.2 | Balance de materia en la condensación..... | 91 |
| 4.7.1.3 | Balance de materia en la decantación..... | 91 |
| 4.7.2 | Balance de energía en la obtención de aceite esencial de Ruda..... | 94 |
| 4.7.2.1 | Balance de energía en la torre de destilación..... | 94 |
| 4.7.2.2 | Balance de energía en el condensador..... | 95 |

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

| | | |
|--------------------------|----------------------|------------|
| 5.1 | Conclusiones..... | 99 |
| 5.2 | Recomendaciones..... | 101 |
| BIBLIOGRAFÍA..... | | 102 |

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

| | Página |
|--|---------------|
| Tabla II-1 Nombre científico, nombre común y rendimiento de aceite esencial...15 | |
| Tabla II-2 Grupos funcionales de cada compuesto.....20 | |
| Tabla II-3 Característica sensorial y propiedad física de aceite esencial de Ruda.30 | |
| Tabla II-4 Principales componentes del aceite esencial de la Ruda.....31 | |
| Tabla II-5 Selección del método de extracción de aceite esencial de la Ruda.....42 | |
| Tabla III-1 Descripción de la Ruda (<i>Ruta graveolens L.</i>).....48 | |
| Tabla III-2 Matriz de diseño.....64 | |
| Tabla III-3 Matriz de algoritmo de yates.....64 | |
| Tabla III-4 Análisis de la varianza (anova).....65 | |
| Tabla III-5 Variables o parámetros de estudio.....66 | |
| Tabla III-6 Diseño factorial para el proceso de extracción de aceite esencial.....67 | |
| Tabla III-7 Datos del diseño factorial.....67 | |
| Tabla IV-1 % de humedad evaporada respecto al tiempo de secado.....70 | |
| Tabla IV-2 % de humedad evaporada respecto al tiempo de secado.....71 | |
| Tabla IV-3 Datos del análisis granulométrico.....73 | |
| Tabla IV-4 Datos experimentales del diseño factorial.....75 | |
| Tabla IV-5 Datos para el cálculo de análisis de varianza.....77 | |
| Tabla IV-6 Factores inter-sujetos.....77 | |
| Tabla IV-7 Análisis de varianza para el proceso de extracción (anova).....78 | |
| Tabla IV-8 Variables introducidas/eliminadas.....79 | |
| Tabla IV-9 Coeficientes del modelo.....79 | |
| Tabla IV-10 Datos de volumen obtenido a los dos tamaños de muestra.....80 | |

| | |
|---|----|
| Tabla IV-11 Datos de volumen obtenido con relación a las masas..... | 82 |
| Tabla IV-12 Datos para el cálculo de rendimiento..... | 83 |
| Tabla IV-13 Comparación de resultados de rendimiento por otros autores..... | 84 |
| Tabla IV-14 Relación de los tiempos con respecto a volúmenes obtenidos..... | 84 |
| Tabla IV-15 Análisis organoléptico..... | 86 |
| Tabla IV-16 Análisis fisicoquímico..... | 86 |
| Tabla IV-17 Análisis fisicoquímico-CEANID..... | 87 |
| Tabla IV-18 Resultados del análisis cromatográfico..... | 87 |
| Tabla IV-19 Datos para el balance de materia y energía..... | 88 |
| Tabla IV-20 Resultados del balance de energía..... | 98 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | Página |
|--|---------------|
| Figura 2-1 Ruda (<i>Ruta graveolens L.</i>)..... | 12 |
| Figura 2-2 Fórmula estructural del Limoneno..... | 21 |
| Figura 2-3 Fórmula estructural del Linalol..... | 22 |
| Figura 2-4 Fórmula estructural del Citral a y Citral b..... | 22 |
| Figura 2-5 Fórmula estructural del Eugenol..... | 23 |
| Figura 2-6 Fórmula estructural del Saffrol..... | 23 |
| Figura 2-7 Fórmula estructural de la Carvona..... | 24 |
| Figura 2-8 Fórmula estructural del Cineol..... | 25 |
| Figura 2-9 Fórmula estructural del Acetato de Linalilo..... | 25 |
| Figura 2-10 Estructura química de los principales componentes del aceite esencial de la Ruda..... | 32 |

| | |
|---|----|
| Figura 2-11 Esquema del método de destilación por arrastre de vapor..... | 35 |
| Figura 2-12 Método de disolución en grasa (enfleurage)..... | 37 |
| Figura 2-13 Método de extracción con disolventes orgánicos (soxhlet)..... | 39 |
| Figura 2-14 Esquema del método de extracción con gases en condiciones supercríticas..... | 41 |
| Figura 2-15 Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite esencial..... | 46 |
| Figura 3-1 Esparcido y secado de la Ruda..... | 49 |
| Figura 3-2 Ruda despalillada..... | 49 |
| Figura 3-3 Diagrama de bloques en el proceso de extracción..... | 52 |
| Figura 3-4 Materia vegetal limpia y tratada..... | 53 |
| Figura 3-5 Materia vegetal deshidratada..... | 54 |
| Figura 3-6 Molienda de la materia vegetal..... | 54 |
| Figura 3-7 Cargado al tamiz vibratorio..... | 55 |
| Figura 3-8 Cocinilla a gas natural..... | 56 |
| Figura 3-9 Equipo de destilación por arrastre de vapor de agua..... | 57 |
| Figura 3-10 Condensador tipo serpentín..... | 58 |
| Figura 3-11 Decantación en una ampolla de separación..... | 59 |
| Figura 3-12 Envasado del aceite esencial de Ruda..... | 60 |
| Figura 3-13 Esquema de un cromatógrafo de gases..... | 69 |
| Figura 4-1 Balance de materia en la etapa de destilación..... | 89 |
| Figura 4-2 Balance de materia en la etapa de condensación..... | 91 |
| Figura 4-3 Balance de materia en la etapa de decantación..... | 92 |
| Figura 4-4 Resumen del balance de materia..... | 92 |
| Figura 4-5 Flujo de calor a través de las paredes de la torre de destilación..... | 97 |

ÍNDICE DE CUADROS

| | Página |
|---|---------------|
| Cuadro I-1 Países exportadores de aceites esenciales..... | 3 |
| Cuadro I-2 Países importadores de aceites esenciales..... | 4 |
| Cuadro I-3 Demanda mundial de aceites esenciales..... | 4 |
| Cuadro I-4 Países exportadores de aceites esenciales de Sudamérica..... | 6 |
| Cuadro I-5 Superficie y producción de plantas estimulantes, especias y plantas aromáticas..... | 7 |
| Cuadro I-6 Número de unidades de producción agropecuaria (UPA) de plantas medicinales por departamento..... | 8 |
| Cuadro II-1 Clasificación botánica de la Ruda (<i>Ruta graveolens L.</i>)..... | 13 |
| Cuadro II-2 Clasificación taxonómica de la Ruda (<i>Ruta graveolens L.</i>)..... | 13 |
| Cuadro II-3 Ventajas y desventajas de los métodos de extracción..... | 41 |

ÍNDICE DE GRÁFICOS

| | Página |
|---|---------------|
| Gráfico 4-1 % Humedad evaporada vs tiempo de secado..... | 71 |
| Gráfico 4-2 % Humedad evaporada vs tiempo de secado..... | 72 |
| Gráfico 4-3 N° de malla vs % retenido..... | 74 |
| Gráfico 4-4 Volumen (ml) vs n° experimentos..... | 76 |
| Gráfico 4-5 Tamaño de muestra vs volumen obtenido..... | 81 |
| Gráfico 4-6 Masa vs volumen obtenido..... | 82 |
| Gráfica 4-7 Volumen de aceite extraído vs tiempo de extracción..... | 85 |

RESUMEN

El presente trabajo de investigación se realiza con la finalidad de extraer el aceite esencial de la Ruda común (*Ruta graveolens L.*) por el método de arrastre con vapor de agua; la materia prima proviene de la zona del Valle Central de Tarija, la que crece en lugares húmedos y con abundante luz solar.

El proceso de obtención de aceite esencial de Ruda se realiza a nivel EXPERIMENTAL en los ambientes del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Ciencias y Tecnología de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho.

En el proceso la Ruda se esparce sobre placas de plastofomo para el secado al ambiente y luego realizar el acondicionamiento de la materia prima con la finalidad de eliminar impurezas (tierra, insectos y partículas extrañas) que pueda presentar y proceder al despalillado del mismo. La Ruda despalillada se somete a un análisis granulométrico para determinar el tamaño de partícula con la que se trabajará en la investigación. Dicho análisis se trabajará con partículas de 1 mm y 2 mm debido al mayor contacto que tendrá con el vapor de agua en el proceso de extracción.

En el proceso de extracción se genera vapor de agua a una temperatura de 94 °C mediante un calentador de potencia térmica 922,5668 kcal para arrastrar el aceite esencial de la Ruda, que luego pasa por la etapa de condensado y finalmente se separa el aceite esencial de la fase acuosa por la diferencia de densidades.

Para las pruebas experimentales se plantea un diseño de 2^3 el mismo que tiene la finalidad de evaluar la influencia en la variable respuesta (volumen de aceite esencial obtenido) a través de tres variables y dos niveles, las mismas que son la masa de la ruda (150 g y 250 g), el tiempo de extracción (90 min y 120 min) y el tamaño de partícula (1 mm y 2 mm) ensayos realizados con dos repeticiones.

El análisis estadístico de las experiencias se realiza utilizando el programa estadístico SPSS que determina las variables de mayor incidencia en el proceso: la masa (g), tiempo de extracción (min) y tamaño de partícula (mm).

De los ensayos realizados, la formulación con la cual se obtiene mayor volumen de aceite esencial es la siguiente:

$$\text{Masa de ruda} = 250 \text{ g}$$

$$\text{Tiempo de extracción} = 120 \text{ min}$$

$$\text{Tamaño de partícula} = 1 \text{ mm}$$

Con esa cantidad de masa, tiempo de extracción y tamaño de partícula el rendimiento de aceite esencial que se obtiene es de 0,34 %.

El aceite esencial de la Ruda obtenido en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) es sometido a análisis fisicoquímico y cromatográfico en el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID).

En el análisis fisicoquímico se tiene una densidad de 0,8309 g/ml y un índice de refracción de 1,4325.

Dentro del análisis cromatográfico se tienen los componentes de mayor abundancia característicos del aceite esencial de la Ruda que son el 2-nonanona con 16,807 % y el 2-undecanona con un 64,030 % lo cual cumple con la bibliografía de otros autores los cuales estipulan que los componentes de mayor abundancia son el 2-nonanona y el 2-undecanona.

CAPÍTULO I
INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES

Los aceites esenciales son compuestos formados por varias sustancias orgánicas volátiles, que pueden ser alcoholes acetonas, cetonas éteres, aldehídos, y que se producen y almacenan en los canales secretores de las plantas. (*Delgado V.M., 2016*)

Normalmente son líquidos a temperaturas ambiente, y por su volatilidad, son extraíbles por destilación en corriente de vapor de agua, aunque existen otros métodos. En general son los responsables del olor de las plantas. (*Delgado V.M., 2016*)

Se definen, según AFNOR (1998), como: Productos obtenidos a partir de una materia prima vegetal, bien por arrastre con vapor, bien por procedimientos mecánicos a partir del epicarpio de los Citrus, o bien por destilación seca. El aceite esencial se separa posteriormente de la fase acuosa por procedimientos físicos en los dos primeros modos de obtención; puede sufrir tratamientos físicos que no originen cambios significativos en su composición. (*Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*)

Están ampliamente distribuidas en coníferas (pino, abeto), mirtáceas (eucaliptus), rutáceas (citrus spp), compuestas (manzanilla); si bien las plantas con aceites esenciales se ubican principalmente en las familias de las labiadas (menta, lavanda, tomillo, espliego, romero) y las umbelíferas (anís, hinojo). (*Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*)

Pueden estar en diferentes órganos: raíz, rizoma (jengibre), leño (alcanfor), hoja (eucaliptus), fruto (anís) sumidas floridas (F. Labiatae). (*Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*)

La composición varía con el lugar de origen. También varía con el hábitat en que se desarrolle, (por lo general climas cálidos tienen mayor contenido de aceites esenciales), el momento de la recolección, el método de extracción, etc.

Entre las principales propiedades terapéuticas debido a la presencia de aceites esenciales; cabe destacar la antiséptica (durante muchísimos años estas especies

vegetales se han empleado como especias, no solo para dar sabor sino también para conservar los alimentos); antiespasmódica; expectorante; carminativa y eupéptica; etc.

Se debe tener en cuenta que algunos aceites esenciales, sobre todo a dosis elevadas, son tóxicos, principalmente a nivel del sistema nervioso central. Otros, como el de Ruda o enebro, se considera que poseen propiedades abortivas. Algunas también pueden ocasionar problemas tópicos, irritación o alergias. (*Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*)

Además de sus propiedades terapéuticas, los aceites esenciales tienen un gran interés industrial en la industria farmacéutica, en alimentación y sobre todo en la perfumería. Por lo que el estudio de los aceites esenciales ha llamado la atención de la ciencia, convirtiéndose así en un área de investigación y desarrollo. (*Gonzales V.A., 2004*)

Los aceites esenciales se caracterizan por sus propiedades físicas, tales como densidad, viscosidad, índice de refracción y actividad óptica. La mayoría de los aceites esenciales tiene una densidad menor a la del agua excepto los aceites de almendras amargas, mostaza, canela, perejil o clavo. El índice de refracción es una propiedad característica de cada aceite esencial y cambia cuando éste se diluye o mezcla con otras sustancias (*Peredo H.A. y Col., 2009*)

Las fragancias de las plantas se extraen normalmente mediante distintos procesos de extracción para obtener el aceite esencial puro, que es un concentrado de esta sustancia. Se emplean diversos procedimientos físicos y químicos de extracción, donde su correcta aplicación será lo que determine la calidad del producto final. Entre los principales métodos tecnológicos para la extracción de aceite esencial tenemos: la destilación por arrastre de vapor de agua, disolución en grasa, extracción con disolventes orgánicos y la extracción en condiciones supercríticas. (*Peredo H.A. y Col., 2009*)

Los aceites esenciales suelen tener aplicaciones en diferentes rubros de la industria y la ciencia, tales como la perfumería, la alimenticia, medicina y aromaterapia. Por lo que el mercado para los aceites esenciales va creciendo a medida que pasan los años.

1.1.1 PERSPECTIVAS DEL MERCADO DE LOS ACEITES ESENCIALES

Las perspectivas del mercado de los aceites esenciales están dirigidas al potencial crecimiento del consumo de los mismos. Estudios realizados según datos del TRADE MAP (Estadísticas del comercio para el desarrollo internacional de las empresas. Datos comerciales mensuales, trimestrales y anuales. Valores de importación y exportación, volúmenes, tasas de crecimiento, cuotas de mercado, etc.) las exportaciones mundiales de aceites esenciales para el 2015 fueron de 4.453.767 U\$. El principal exportador es la India 13,6% del mercado mundial, seguido por China 13,4%, EE.UU. 12,7%, Francia 8,2%, Reino Unido 6%, Brasil 5,1%

En relación a las importaciones mundiales, para el 2015 acumularon un total de 4.078.483 U\$, de los cuales el principal importador es EE.UU. con el 20,7% de participación mundial, seguido por Francia 9,2%, Alemania 7,6%, Reino Unido 7,5%, China 5,4% y Japón 4,2%. (*TRADE MAP-Lista de los exportadores e importadores para el producto seleccionado: 3301 Aceites esenciales, incluidos los concretos o abs., 2016*)

En el cuadro I-1 se presenta a los principales países exportadores de aceites esenciales.

Cuadro I-1: Países exportadores de aceites esenciales

| EXPORTADORES | 2012 | | 2013 | | 2014 | |
|--------------|--------------|-----------|--------------|-----------|--------------|-----------|
| | Ton métricas | Miles U\$ | Ton métricas | Miles U\$ | Ton métricas | Miles U\$ |
| India | 25.403 | 724.321 | 31.233 | 725.826 | 28.183 | 606.221 |
| China | 14.942 | 222.094 | 23.899 | 336.234 | 39.979 | 594.871 |
| EE.UU. | 32.695 | 492.636 | 36.045 | 503.184 | 32.519 | 566.551 |
| Francia | 4.830 | 273.697 | 5.042 | 301.035 | 5.601 | 366.053 |
| Reino Unido | 7.354 | 194.997 | 9.203 | 227.866 | 8.932 | 267.655 |
| Brasil | 66.829 | 244.879 | 68.915 | 202.937 | 56.348 | 228.609 |
| Alemania | 7.883 | 149.522 | 7.916 | 156.554 | 7.800 | 173.876 |

Fuente: TRADEMAP-Lista de los exportadores e importadores para el producto seleccionado: 3301 Aceites esenciales, incluidos los concretos o abs., 2016

En el cuadro I-2 se presenta a los principales países importadores de aceites esenciales.

Cuadro I-2: Países importadores de aceites esenciales

| IMPORTADORES | 2012 | | 2013 | | 2014 | |
|--------------|--------------|-----------|--------------|-----------|--------------|-----------|
| | Ton métricas | Miles U\$ | Ton métricas | Miles U\$ | Ton métricas | Miles U\$ |
| EE.UU. | 37.839 | 665.355 | 45.964 | 738.159 | 45.610 | 845.175 |
| Francia | 7.929 | 297.470 | 8.596 | 318.684 | 9.191 | 376.506 |
| Alemania | 20.139 | 284.902 | 19.350 | 284.876 | 21.319 | 308.413 |
| Reino Unido | 13.340 | 251.487 | 14.775 | 273.732 | 15.859 | 306.498 |
| China | 9.290 | 210.299 | 14.109 | 263.384 | 12.073 | 221.045 |
| Japón | 19.481 | 235.630 | 12.520 | 175.883 | 8.314 | 171.466 |
| India | 5.984 | 120.740 | 7.259 | 135.683 | 6.133 | 159.914 |

Fuente: TRADEMAP-Lista de los exportadores e importadores para el producto seleccionado: 3301 Aceites esenciales, incluidos los concretos o abs, 2016

La demanda mundial de los aceites esenciales es considerable ya que para la gestión 2015 se tiene una demanda de total de 96.107.656,51 ton. métricas.

En el cuadro I-3 se presenta la demanda mundial de aceites esenciales.

Cuadro I-3: Demanda mundial de aceites esenciales

| PAÍS | GESTIÓN 2015 (kg) |
|----------------|----------------------|
| Reino Unido | 5.782.651,508 |
| Malta | 2.796.312,192 |
| Japón | 2.796.052,179 |
| Italia | 2.646.024,824 |
| Francia | 5.000.812,178 |
| Estados Unidos | 12.097.910,784 |
| España | 3.065.227,932 |
| Canadá | 3.281.175,075 |
| Alemania | 5.760.804,834 |
| Otros | 50.333.239,517 |
| TOTAL | 96.107.656,51 |

Fuente: Importaciones, Exportaciones (EXI), 2016

1.1.2 EVOLUCIÓN DE LA INDUSTRIA DE ACEITES ESENCIALES EN BOLIVA

La evolución de la industria de aceites esenciales en Bolivia arranca con el programa Agroquímico en el año 1983 con investigaciones relacionadas del aprovechamiento de los recursos vegetales existentes localmente con el fin de obtener aceites esenciales. Se detecta que la producción, en comparación a otro tipo de productos agroindustriales, ofrece algunas ventajas (*Echart R.K., 2014*):

- Posibilidad de incorporar a los agricultores a las etapas primarias de los procesos, permaneciendo de esta manera parte del valor agregado generado en áreas rurales.
- Oferta de productos no perecibles con alto valor por unidad de peso, que tengan por este motivo posibilidades de acceder a mercados alejados.
- Perspectivas favorables por la demanda mundial por lo general ascendente de productos naturales.

En la localidad de Pairumani a 30 Km de la ciudad de Cochabamba se instala una unidad de extracción de aceite esencial de eucalipto en el año 1985, la primera unidad rural de este aceite, aprovechando la existencia de bosques en esta zona.

Los factores principales que condicionan el desarrollo de una industria nacional de aceites esenciales son:

- Desarrollo agrícola
- Capacidad tecnológica local
- Existencia de mercados

Bolivia el año 2014 genera 3.544 mil U\$ según datos del TRADE MAP, exportando aceites esenciales. El principal mercado es EE.UU. con un 77,9% de la producción de aceites esenciales, le sigue los Países Bajos con 20,6% y Francia 1,4%.

En el cuadro I-4 se presenta a los países exportadores de aceites esenciales de Sudamérica.

Cuadro I-4: Países exportadores de aceites esenciales de Sudamérica

| PAÍS | 2011 | 2012 | 2013 | 2014 |
|----------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | Valor en U\$ | Valor en U\$ | Valor en U\$ | Valor en U\$ |
| Perú | 11.118 | 9.419 | 10.880 | 15.507 |
| Bolivia | 1.487 | 1.045 | 2.787 | 3.544 |
| Ecuador | 663 | 274 | 326 | 1.846 |
| Colombia | 365 | 436 | 317 | 306 |

Fuente: TRADE MAP- *Lista de los exportadores e importadores para el producto seleccionado: 3301 Aceites esenciales, incluidos los concretos o abs*, 2016

1.1.3 PRODUCCIÓN AGRÍCOLA DE LA RUDA EN BOLIVIA

Según el censo agropecuario de 2013 la producción agrícola total en Bolivia, durante la campaña 2012-2013 alcanza a 15.639.089,4 ton métricas.

Respecto a los volúmenes de producción, los más importantes son la caña de azúcar que llega a 8.088.316 ton métricas y el maíz a 845.981,6 ton métricas.

Dentro la producción agrícola; la Ruda (*objeto de estudio*) se encuentra clasificada como cultivo de plantas con las que se preparan bebidas estimulantes, especias y plantas aromáticas.

En el cuadro I-5 se presenta la superficie y producción de cultivos de plantas con las que se preparan bebidas estimulantes, especias y plantas aromáticas, comprendidos entre los años 2012 y 2013.

Cuadro I-5: Superficie y producción de plantas estimulantes, especias y plantas aromáticas

| CULTIVO | SUPERFICIE (ha) | PRODUCCIÓN (Ton métrica) |
|-----------------------------------|----------------------------|-------------------------------------|
| Café | 22.685,9 | 13.298,0 |
| Cacao | 10.125,8 | 1.954,7 |
| Achiote | 2.799,3 | 1.267,5 |
| Ají | 2.504,7 | 1.587,3 |
| Anís | 510,3 | 393,7 |
| Orégano | 305,8 | 153,4 |
| Té | 274,1 | 434,4 |
| Estevia | 117,2 | 39,0 |
| Manzanilla | 93,8 | 76,8 |
| Hierbabuena | 54,6 | 801,5 |
| Comino | 34,3 | 11,4 |
| Vainilla | 23,2 | 64,4 |
| Pimienta | 8,9 | 10,7 |
| Canela | 6,6 | 4,5 |
| Ruda (<i>Objeto de estudio</i>) | 2,7 | 1,1 |

Fuente: Instituto Nacional de Estadísticas (INE), 2013

La Ruda es también clasificada como planta medicinal, por lo que el censo agropecuario identificó 183.064 UPA (Unidades de Producción Agropecuaria) de plantas medicinales en todo el territorio de Bolivia.

En relación con las principales especies de plantas medicinales, 40.011 UPA tiene cedrón, 34.506 UPA de manzanilla y 18.674 UPA de Ruda.

En el cuadro I-6 se presenta el número de unidades de producción agropecuaria de plantas medicinales por departamento según especie, datos del año 2013.

Cuadro I-6: Número de unidades de producción agropecuaria (UPA) de plantas medicinales por departamento

| ESPECIE | Chuquisaca | La Paz | Cochabamba | Oruro | Potosí | Tarija | Santa Cruz | Beni | Pando |
|--------------------|-------------------|---------------|-------------------|---------------|---------------|---------------|-------------------|---------------|--------------|
| Cedrón | 1.606 | 5.157 | 15.160 | 194 | 1.584 | 2.262 | 10.305 | 2.851 | 892 |
| Manzanilla | 5.127 | 6.986 | 11.435 | 804 | 4.910 | 3.176 | 2.051 | 13 | 4 |
| Ruda | 2.330 | 2.898 | 6.739 | 363 | 2.080 | 2.863 | 1.385 | 15 | 1 |
| Sábila | 899 | 3.070 | 906 | 48 | 395 | 1.503 | 8.850 | 1.067 | 138 |
| Paico | 907 | 1.439 | 6.372 | 2.718 | 1.669 | 621 | 2.501 | 41 | 26 |
| Wira-wira | 269 | 1.200 | 625 | 7.692 | 937 | 15 | 864 | 85 | 3 |
| Muña | 391 | 394 | 1.659 | 6.473 | 2.338 | 117 | 53 | 1 | - |
| Hierbabuena | 1.332 | 2.701 | 2.847 | 224 | 1.557 | 571 | 1.476 | 129 | 38 |
| Coca | 3 | 4.258 | 5.712 | 1 | 7 | 1 | 549 | 231 | 82 |
| Toronjil | 1.874 | 3.225 | 1.565 | 2 | 990 | 651 | 952 | 859 | 304 |
| Otras | 12.054 | 50.603 | 26.224 | 35.224 | 21.952 | 10.814 | 32.974 | 14.035 | 5.151 |
| TOTAL | 26.792 | 81.931 | 79.244 | 53.743 | 38.419 | 22.594 | 61.960 | 19.327 | 6.639 |

Fuente: Instituto Nacional de Estadísticas (INE), 2013

El hecho de procesar y extraer los aceites esenciales presentes en las plantas o vegetales producidos en el departamento de Tarija, brinda una apertura a nuevos mercados, ya que se cuenta con la tecnología necesaria para la extracción de aceite esencial de Ruda con la información necesaria sobre el método y la extracción, como también con el equipo, el cual se encuentra en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho. Por lo que productos elaborados son una alternativa para aprovechar la producción de algunas plantas o vegetales existentes.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 OBJETIVO GENERAL

- Realizar la extracción experimental de aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens* L.) por arrastre con vapor de agua.

1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterización de la materia prima: la Ruda (*Ruta graveolens* L.)
- Seleccionar y diseñar la parte experimental del proceso para la extracción de aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens* L.)
- Determinar las variables de operación del proceso de extracción de aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens* L.)
- Caracterizar el tipo y calidad del producto obtenido: aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens* L.)
- Presentar, analizar y valorar los resultados del proceso de extracción de aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens* L.)

1.3 JUSTIFICACIÓN

La Ruda (*Ruta graveolens L.*) es una planta aromática de interés de la población no solo por su aroma y de sus múltiples aplicaciones, sino también porque se le atribuyen una serie de propiedades medicinales.

La Ruda de Tarija es recolectada por la población para uso en medicina tradicional, infusiones de bebidas, aperitivos y otros, es por esto que se busca darle un valor agregado a una materia prima local a través de la extracción de su aceite esencial. Una vez que se realice la extracción y se vea los beneficios de ésta, se verá el interés de elevar el estudio de la obtención de aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens L.*) experimental a Planta Piloto. Dentro del proceso de extracción se aplica tecnología ambientalmente sostenible, ya que los residuos que se generan son usados para la elaboración de abonos orgánicos, y con esto los beneficiados serán los agricultores, ya que se convertirá en una fuente más de trabajo

A continuación se mencionan las razones por las cuales el proyecto debe realizarse:

Aspecto socio-económico: Este trabajo de investigación plantea la obtención de aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens L.*) con la finalidad de obtener un producto de calidad, el cual generará más desarrollo económico para los agricultores que cultivan esta planta medicinal. Una vez que este trabajo de investigación experimental se aplique a escala industrial generará diversas fuentes de trabajo.

Aspecto tecnológico-industrial: Proporciona los parámetros necesarios para la implementación de una futura Planta Piloto en la ciudad de Tarija, con el asesoramiento de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho para la obtención de aceites esenciales de Ruda para aplicar en campos industriales como la farmacéutica, cosmética, perfumería, medicina y otros.

Aspecto ambiental: En el aspecto ambiental el proyecto no genera contaminación ya que se aplica tecnología ambientalmente sostenible. Más al contrario el residuo vegetal que se obtiene del proceso de extracción se puede utilizar como abono orgánico para la agricultura.

CAPÍTULO II
MARCO TEÓRICO

2.1 GENERALIDADES

Los aceites esenciales son el producto final del metabolismo secundario de las plantas aromáticas. Están constituidos por terpenos con actividad y composición variada; después de la extracción generalmente son líquidos y rara vez sólidos o pastosos. Diversas investigaciones han permitido establecer su actividad antibacteriana, antimicótica, antiparasitaria, antiviral e insecticida. (*Gonzales V.A., 2004*)

Los aceites esenciales son líquidos volátiles, solubles en alcohol, éter y aceites vegetales y minerales. Se agrupan en cinco clases, dependiendo de su estructura química: alcoholes, ésteres, aldehídos, cetonas, lactonas y óxidos.

Los aceites esenciales se utilizan para dar sabor y aroma a las bebidas no alcohólicas y alcohólicas. Son los ingredientes básicos en la industria de los perfumes y se usan en jabones, desinfectantes y productos similares. También tienen importancia en medicina, tanto por su sabor como por su efecto calmante del dolor y su valor fisiológico. (*Gonzales V.A., 2004*)

2.2 LA RUDA (*Ruta graveolens L.*)

Originaria de Europa, la Ruda se encuentra principalmente en Francia, España y el norte de África, así como en gran parte de América; se desarrolla en tierra seca, en climas templados a templados fríos, y se cultiva como planta de jardín.

La especie más conocida es la Ruda común (*Ruta Graveolens l*) planta perenne que no requiere condiciones especiales de cosecha, se renueva con bastante rapidez, se mantiene siempre verde aun en los inviernos más rigurosos, se cultiva por semilla. Durante la primera cosecha se debe realizar un solo corte, y en las siguientes dos: uno en primavera y otro en otoño. Es un arbusto que mide entre 50 y 100 centímetros de altura, de tallo leñoso, ramoso y redondo, hojas carnosas verde azulado y grisáceas o blanquecinas, alternas, pecioladas, provistas de glándulas que despiden un fuerte olor acre y amargo cuando son frotadas. Sus flores forman vistosos ramilletes de color amarillo limón; el fruto en forma de ciruela es una cápsula con múltiples semillas

uniformes de color negro. Su esencia es incolora o ligeramente amarillenta, de olor intenso característico. (*Medicina alternativa, 2016*)

Se le atribuyen efectos medicinales como: antiséptico, estimulante, antiespasmódico y sedante. En la medicina tradicional se utiliza para dolores reumáticos, menorragia, flatulencia y como abortivo. En la destilación de sus esencias se utilizan los tallos, las hojas y las flores. (*Medicina alternativa, 2016*)

2.2.1 PRINCIPIOS ACTIVOS

La Ruda posee diferentes principios activos, pero el glucósido flavonoide rutina ($C_{27}H_{30}O_{16}$) es su principal componente, localizado en las hojas. Los demás componentes son: aceite esencial constituido por ácidos (anísico, caprílico y salicílico), cetonas (metilnonilcetona ($C_{11}H_{22}O$) y metilheptilcetona (CH_3COC_7H)), terpenos (limoneno, pineno, metilnonil-carbinol y cineol), alcaloides (arborinina, graveolina, graveolinina, etc.) taninos, furanocumarinas, bergapteno, psolareno, vitamina C, quinolonas y furoquinolonas, gomas y resinas, ésteres y los flavonoides quercetina y luteolina. (*Naveda G.F., 2010*)

En la figura 2-1 se presenta la imagen de la planta Ruda (*Ruta graveolens L.*)

Figura 2-1: Ruta graveolens L



Fuente: Elaboración propia, 2017

2.2.2 CLASIFICACIÓN BOTÁNICA

La clasificación botánica de la Ruda se presenta en el siguiente cuadro (cuadro II-1).

Cuadro II-1: Clasificación botánica de la Ruda (*Ruta graveolens L.*)

| | |
|-----------------|-------------------|
| División | Angiosperma |
| Clase | Dicotiledónea |
| Subclase | Arquiclamídeas |
| Orden | Rutales |
| Género | Ruta |
| Especie | Ruta graveolens L |

Fuente: Castro, 2014

2.2.3 CLASIFICACIÓN TAXONÓMICA

En el cuadro II-2 se presenta la clasificación taxonómica de la Ruda.

Cuadro II-2: Clasificación taxonómica de la Ruda (*Ruta graveolens L.*)

| | |
|-------------------|-------------------|
| Reino | Plantae |
| División | Magnoliophyta |
| Clase | Magnoliopsida |
| Orden | Sapindales |
| Familia | Rutaceae |
| Subfamilia | Rutoideae |
| Género | Ruta |
| Especie | Ruta graveolens L |

Fuente: Castro, 2014

2.2.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA RUDA

Los principales componentes químicos que se encuentra en la Ruda (*Ruta graveolens L.*) son los siguientes:

Aceite esencial (0.1-0.6%)

Compuesto por ésteres (acetatos de 2-nonilo y 2-undeiclo, etc.); metil-nonil, metil-heptil-cetona, monoterpenos (α y β -pineno, limoneno), cetonas alifáticas (metil-nonil-cetona en una proporción de 90%), alcoholes (2-undecanol), cumarinas y

furanocumarinas (0.15-0.70%) destacando bergapteno, psoraleno, dafnoretina, isoimperatorina, escopoletina, umbilferona, pangenlina, etc. (*Espinoza J.T., 2007*)

Alcaloidea furoquinólicos

Arborinina, arborotina, rutamina, graveolina, graveolinina, 6 metoxi-dictamina, furo quinolina, τ -fagarina, γ -fagarina, kokusaginina, skimianina, rutacridona, metil-acridona, dictamnina, furanocridona. (*Espinoza J.T., 2007*)

Flavonoides

Rutina (1-2%), quercetina. (*Espinoza J.T., 2007*)

Otros

Resina, goma ácido ascórbico, ácido málico, taninos, lignanos (raíz, sustancias amargas, glucósidos solubles en agua (-sinapoil-6-feruloilsucrosa, metil-nidiósido, metil-picraquasiósido A, 3', 6'-disinapoilsucrosa, picraquasiósido A, etc.), naftoherniarina, isorutarina, xantoxina, rutamarina. (*Espinoza J.T., 2007*)

2.3 LOS ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales son compuestos de metabolismo vegetal; la mayoría de ellos son volátiles y son responsables del olor de las plantas. Dependiendo de la especie, se calcula que un aceite esencial puede contener entre 50 a 300 compuestos químicos, los cuales pertenecen a los grupos de hidrocarburos terpénicos, alcoholes, aldehídos, cetonas, éteres, esterres, compuestos fenólicos, fenil-propanoides, entre otros. Las características químicas específicas de los aceites esenciales varían en función de la zona de cultivo y condiciones ambientales.

Los aceites esenciales cumplen un rol ecológico como atrayentes de polinizadores y dispersores de frutos y semillas; además pueden actuar como repelentes de insectos y forman parte de la defensa química de las plantas. Tienen importancia comercial en la industria de alimentos, farmacéutica, de sabores/fragancias, cosméticas y de productos de aseo. Asimismo, el empleo de aceites esenciales es una opción importante para el

control de insectos, hongos y nematodos, como una alternativa al uso de plaguicidas sintéticas. (Ruiz C. y Col., 2015)

En la tabla II-1 se detalla el nombre científico, nombre común y porcentaje de rendimiento de aceite esencial de cada una de las seis plantas; y se observa que la especie de mayor rendimiento es la *Cariophyllus aromaticus* (clavo de olor), mientras que la esencia de la *Wacataya saiko* (*Wakataya*) es la menos abundante. Es importante hacer notar que el aceite esencial del clavo de olor es más pesado que el agua, y requiere de una trampa especial para recuperarlo.

Tabla II-1: Nombre científico, nombre común y rendimiento de aceite esencial

| NOMBRE CIENTÍFICO | NOMBRE COMÚN | RENDIMIENTO |
|-------------------------|---------------|-------------|
| Wakatay saiko | Wacataya | 0,13% |
| Ruta graveolens l | Ruda | 0,30% |
| Juniperus communis | Pino | 0,20% |
| Piper sp. | Maco | 0,27% |
| Eucaliptus globulus | Eucalipto | 0,40% |
| Cariophyllus aromaticus | Clavo de olor | 1,42% |

Fuente: Flores, 2012

2.3.1 CLASIFICACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales se clasifican en base a diferentes criterios; las cuales son la consistencia, origen y naturaleza química de los componentes mayoritarios.

2.3.1.1 CONSISTENCIA DE LOS ACEITES ESENCIALES

De acuerdo a su consistencia los aceites esenciales se clasifican en:

- Esencias
- Bálsamos
- Resinas

Las esencias son líquidos a temperatura ambiente.

Los bálsamos son extractos naturales obtenidos de un arbusto o un árbol. Se caracterizan por tener un alto contenido de ácido benzoico y cinámico, así como sus

correspondientes ésteres. Son de consistencia más espesa, son poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización. (*Guillermo E. Arias M., 2014*)

Dentro de las resinas se presentan una serie de combinaciones y mezclas las cuales son:

Resinas; son productos amorfos sólidos o semisólidos de naturaleza química compleja de origen fisiológico o fisiopatológico. Por ejemplo, la colofonia, obtenida por separación de la oleorresina trementina conteniendo ácidos abióticos y derivados.

Oleorresinas; son mezclas homogéneas de resinas y aceites esenciales. Por ejemplo, la trementina, obtenida por incisión en los troncos de diversas especies de Pinos, contiene resina (colofonia) y aceite esencial (esencia de trementina) que se separa por destilación por arrastre de vapor. También se utiliza el término oleorresina para nombrar extractos vegetales obtenidos mediante el uso de solventes. Se usan para la sustitución de especias de uso alimenticio y farmacéutico por sus ventajas (estabilidad y uniformidad química y microbiológica, facilidad de incorporar al producto terminado). Éstos tienen el aroma de las plantas en forma concentrada y son líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas (oleorresina de pimentón, pimienta negra, clavo, etc.). (*Guillermo E. Arias M., 2014*)

Gomorresinas; son extractos naturales obtenidos de un árbol o planta, compuesta por mezclas de gomas y resinas.

2.3.1.2 ORIGEN DE LOS ACEITES ESENCIALES

De acuerdo a su origen los aceites esenciales se clasifican como:

- Naturales
- Artificiales
- Sintéticos

Los naturales; se obtienen directamente de la planta y no sufren modificaciones físicas ni químicas, debido al rendimiento bajo son de costos muy altos.

Los artificiales; se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de la misma esencia con uno o varios de sus componentes, por ejemplo, la mezcla de esencias de

rosa, geranio y jazmín enriquecida con linalol o la esencia de anís enriquecida con anetol. (*Guillermo E. Arias M., 2014*)

Los sintéticos; son mezclas de diversos productos obtenidos por procesos químicos. Son más económicos y por lo tanto se utilizan mucho en la preparación de sustancias aromatizantes y saborizantes, como esencias de vainilla, limón, fresa, etc.

2.3.1.3 NATURALEZA QUÍMICA DE LOS ACEITES ESENCIALES

El contenido total en aceites esenciales de una planta es en general bajo (<1%). Por extracción se obtiene en una forma concentrada que se emplea en diversos usos industriales. La mayoría de ellos, son mezclas muy complejas de sustancias químicas; la proporción de estas sustancias varía de un aceite a otro y durante las estaciones y bajo las condiciones de cultivo y origen genético.

El término quimiotipo alude a la variación en la composición del aceite esencial, incluso dentro de la misma especie, es una entidad químicamente distinta que se diferencia en los metabolitos secundarios. Existen pequeñas variaciones (ambientales, geográficas, genéticas, etc.) que producen poco o ningún efecto a nivel morfológico que sin embargo producen grandes cambios a nivel de fenotipo químico. (*Guillermo E. Arias M., 2014*)

Un caso típico es del tomillo, *Thymus vulgaris*, que tiene 6 quimiotipos distintos según cuál sea el componente mayoritario de su esencia (timol, carvacrol, linalol, geraniol, tujanol-4 o terpineol). Cuando esto ocurre, se nombra del quimiotipo, por ejemplo, *Thymus vulgaris linalol* o *Thymus vulgaris timol*. (*Guillermo E. Arias M., 2014*)

2.3.2 CARACTERÍSTICAS SENSORIALES Y FÍSICAS DE LOS ACEITES ESENCIALES

Los aceites presentan las siguientes propiedades físicas, que se detallan a continuación (Moreno R.C., 2016):

-Aspecto

Es oleoso, líquido a temperatura ambiente.

-Olor

Es fuerte y penetrante.

-Sabor

De sabor picante, cáustico, irritante, algunos son aromáticos, dulces y delicados.

-Volatilidad

Son altamente volátiles a temperatura ambiente.

-Estabilidad en la luz

Son fácilmente alterables en cuanto a su olor y a su sabor, debido a la presencia de los terpenos.

-Temperatura de ebullición

Los mono-terpenos hierven en el rango de 170 °C a 200 °C, mientras que los sesquiterpenos en un rango de 250 °C a 280 °C.

-Densidad

Los mono-terpenos tienen menos de 0.9 g/ml, mientras que los sesquiterpenos más de 0.9 g/ml

2.3.3 CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DE LOS ACEITES ESENCIALES

Los componentes de los aceites se clasifican en terpenoides y no terpenoides.

No terpenoides. En este grupo tenemos sustancias alifáticas de cadena corta, sustancias aromáticas, sustancias con azufre y sustancias nitrogenadas. No son tan importantes como los terpenoides en cuanto a sus usos y aplicaciones.

Terpenoides. Son las más importantes en cuanto a propiedades y comercialmente.

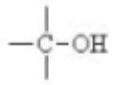
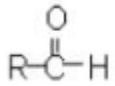
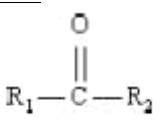
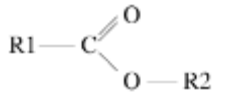
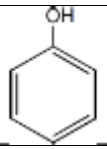
Los terpenos derivan de unidades de isopreno (C_5) unidas en cadena. Los terpenos son una clase de sustancia química que se halla en los aceites esenciales, resinas y otras sustancias aromáticas de muchas plantas, como los pinos y muchos cítricos. Principalmente encontramos en los aceites mono-terpenos (C_{10}), aunque también son comunes los sesquiterpenos (C_{15}) y los di-terpenos (C_{20}). Pueden ser alifáticos, cíclicos o aromáticos. (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*)

Según los grupos funcionales que tengan pueden ser:

- Alcoholes (mentol, bisabolol) y fenoles (timol, carvacrol)
- Aldehídos (geranial, citral) y cetonas (alcanfor, thuyona)
- Ésteres (acetato de bornilo, acetato de linalilo, salicilato de metilo, compuesto antiinflamatorio parecido a la aspirina)
- Éteres (1,8-cineol) y peróxidos (ascaridol)
- Hidrocarburos (limoneno, α y β pineno)

En la tabla II-2 se presenta los grupos funcionales de cada compuesto de los aceites esenciales con sus ejemplos y propiedades.

Tabla II-2: Grupos funcionales de cada compuesto de los aceites esenciales

| COMPUESTO | GRUPO FUNCIONAL | EJEMPLO | PROPIEDADES |
|---------------|---|-----------------------------|---|
| Alcohol |  | Mentol, geraniol | Antimicrobiano, antiséptico, tonificante, espasmolítico |
| Aldehído |  | Citral, citronelal | Espasmolítico, sedante, antiviral |
| Cetona |  | Alcanfor, tuyona | Mucolítico, regenerador celular, neurotóxico |
| Éster |  | Metil salicilato | Espasmolítico, sedativo, antifúngico |
| Éteres | -C-O-C- | Cineol, ascaridol | Expectorante, estimulante |
| Éter fenólico | Anillo-O-C- | Safrol, anetol, miristicina | Diurético, carminativo, estomacal, expextorante |
| Fenol |  | Timol, eugenol, carvacrol | Antimicrobiano, estimulante inmunológico |
| Hidrocarburo | Solo contiene C y H | Pineno, limoneno | Estimulante, descongestionante, antivírico, antitumoral |

Fuente: Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015

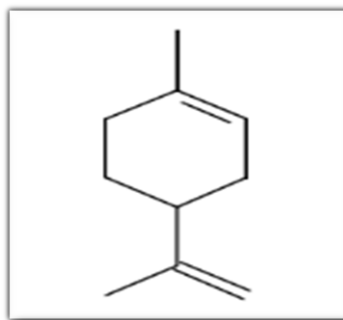
Hidrocarburos Monoterpénicos

Son los compuestos más abundantes en los aceites esenciales, y precursores de los más complejos, que son los terpenos oxidados. Se denominan terminado en -eno.

Por ejemplo, el limoneno es el precursor de los principales componentes de la esencia de las mentas (*Mentha spp.*, F. *Lamiaceae*), como carvona y mentol. El limoneno se encuentra también en cítricos y en el eneldo, *Anethum graveolens* (F. *Apiaceae*).

También los compuestos α y β -pineno se encuentran muy ampliamente distribuidos en la naturaleza, especialmente en la esencia de trementina, del género *Pinus* (F. Pinaceae) (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*)

Figura 2-2: Fórmula estructural del Limoneno



Fuente: Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015

Alcoholes

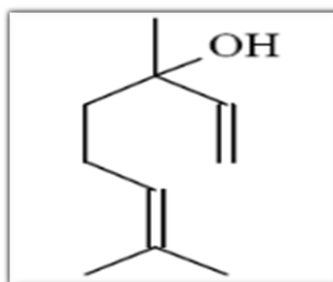
Los alcoholes llevan el grupo hidroxilo (-OH) unido al esqueleto C₁₀. Se denominan terminados en (-ol). Son muy apreciados por su aroma.

Por ejemplo, el linalol, que tiene dos formas, el R-linalol se encuentra en la rosa y la lavanda y es el componente mayoritario de la *Mentha arvensis*. La forma S-linalol en el aceite de lavanda con un contenido > 5% indica adulteración.

El linalol le da el sabor a las hojas de té, el tomillo y el cardamomo. Otro compuesto de este grupo, el mentol, es uno de los responsables del sabor y el olor de la menta, cuya esencia puede tener hasta un 50% de este componente.

También el geraniol, del geranio de olor (*Pelargonium spp*), el citronelol de la rosa (*Rosa gallica*), en borneol del romero, y el santalol del sándalo (*Santalum álbum*, F. Santalaceae). (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*)

Figura 2-3: Fórmula estructural del Linalol

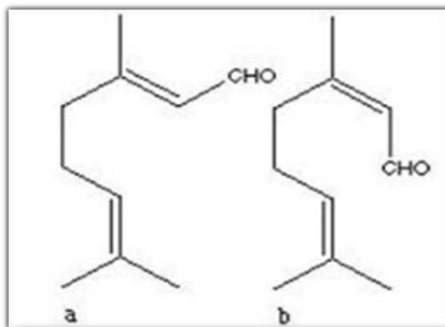


Fuente: Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015

Aldehídos

Los aldehídos son compuestos muy reactivos. Se nombran acabados en (-al). Muchos de ellos, por ejemplo los encontrados en los cítricos, se corresponden con su respectivo alcohol, como el geraniol-geranial o citronelol-citronelal. Son abundantes en los cítricos, responsables del olor característico, principalmente los isómeros geranial (α citral) y neral (β citral) juntos conocidos como citral. Este compuesto, además de su aroma característico, tiene propiedades antivirales, antimicrobianas y sedantes. Pero mucho de ellos, incluido el citral, son irritantes para la piel por lo que no se puede hacer uso tópico de ellos. Otro grupo importante son los aldehídos aromáticos, como el benzaldehído, componente principal del aceite de almendras amargas y responsable de su aroma característico.

Figura 2-4: Fórmula estructural del Citral a y Citral b

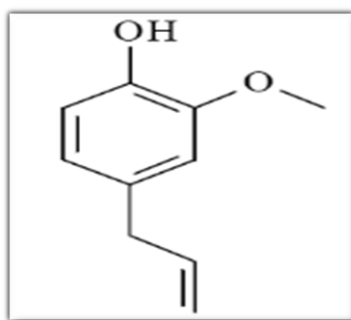


Fuente: Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015

Fenoles

Los más importantes son el timol y el carvacrol, que se encuentran en los tomillos (g. *Thymus*) y oréganos (g. *Origanum*) son muy potentes e irritantes. Otro fenol muy importante es el eugenol, que se encuentra en muchas especies, por ejemplo en la esencia de clavo. Es un potente bactericida, así como anestésico, y se emplea en odontología (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*).

Figura 2-5: Fórmula estructural del Eugenol

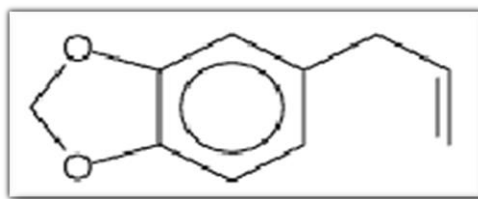


Fuente: *Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*

Éteres fenólicos

Son los componentes principales de especias como el apio y el perejil (apiol), anís (anetol), albahaca (metilchavicol) y estragón (estragol). El safrol es un componente muy empleado en perfumería que se encuentra en la corteza del árbol del sasafrás (*Sassafras albidum*, F. Lauraceae). (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*)

Figura 2-6: Fórmula estructural del Safrol



Fuente: *Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*

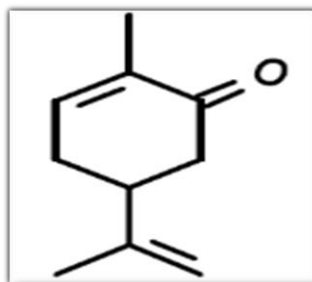
Cetonas

Se producen por la oxidación de los alcoholes y son moléculas bastante estables. Terminan en –ona. La carvona está presente en la *Mentha spicata*.

La tuyona (aislada por primera vez en la Tuya, *Thuja occidentalis*, F. Cupressaceae) y pulegona son bastante tóxicas y nunca deben usarse en el embarazo.

La tuyona se encuentra en plantas como el género *Artemisia* (*Artemisia absinthium*, con la cual se hace el vermouth y la absenta, y en la salvia (*S. officinalis*). (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*)

Figura 2-7: Fórmula estructural de la Carvona



Fuente: *Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015*

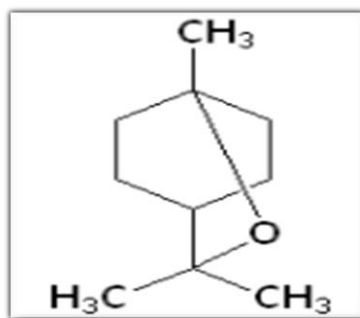
Éteres

Los éteres u óxidos monoterpénicos son reactivos e inestables. Un ejemplo es el óxido de bisabolol presente en la manzanilla (*Matricaria chamomilla*).

Otro muy común es el 1,8-cineol (también llamada eucaliptol), que es el componente principal del aceite de eucalipto. Es expectorante y mucolítico y el componente principal de medicamentos para la tos.

El aceite de eucalipto varía en aroma según el contenido en 1,8-cineol. El aceite rico en este componente (*Eucalyptus globulus*, F. Myrtaceae) se emplea más para uso medicinal, mientras que el de contenido más bajo (*E. radiata*) se emplea para aromaterapia. (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*)

Figura 2-8: Fórmula estructural del Cineol



Fuente: Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015

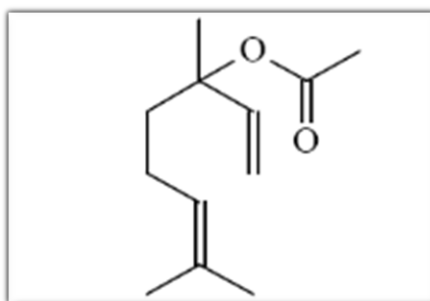
Ésteres

La mayoría de los ésteres se forman por reacción de un alcohol terpénico con ácido acético. Su aroma caracteriza a los aceites en los que se encuentran.

Por ejemplo, el aceite de lavanda contiene linalol y su éster, acetato de linalilo. La abundancia relativa de estos dos compuestos es un indicador de buena calidad.

El salicilato de metilo, derivado del ácido salicílico y metanol, es un compuesto antiinflamatorio parecido a la aspirina que se encuentra en un tipo de brezo (*Gaultheria procumbens*, F. Ericaceae). (*Uso industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales*, 2015)

Figura 2-9: Fórmula estructural del acetato de Linalilo



Fuente: Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales, 2015

2.3.4 TOXICIDAD DE LOS ACEITES ESENCIALES

Si bien su uso alimenticio y terapéutico cada vez es más amplio, no hay que omitir que existen aceites que en usos inadecuados resultan tóxicos para el organismo.

Por ejemplo, existen aceites con poder convulsivante como ocurre con el ajeno, alcaravea, anís, badiana, eneldo, hinojo, hisopo, menta, perejil, pino, romero, ruda, salvia, sazafrán, tanaceto, etc. En estos casos las fracciones responsables de dicho efecto serían de tipo cetónico (alcanfor, carvona, ionona, mentona, pulegona, tuyona) o fenoles aromáticos (anetol, apiol, miristicina, safrol). (*Santos C. M., 2006*)

Respecto al ajeno, el abuso en la concentración de su aceite esencial contenido en licores produjo numerosas intoxicaciones en el siglo XIX. Los cuadros caracterizaban por la presencia de comportamiento agresivo, psicosis pasajera, salivación profusa, respiración estertorosa y convulsiones. Hoy en día los controles sobre los alimentos y bebidas redujeron notoriamente la elaboración de estos productos, aunque en octubre de 2000 fue motivo de debate por parte de las autoridades sanitarias de Brasil, ante la aparición de bebidas con contenido en ajeno. (*Santos C. M., 2006*)

Muchos aceites esenciales pueden proporcionar efectos narcóticos o estupefacientes como ocurre con la albahaca, angélica, anís, badiana, comino, coriandro, enebro, eucalipto, hinojo, lavanda, melisa, nuez moscada, serpol y tomillo. En este caso los compuestos responsables son compuestos terpénicos de tipo carburo (borneol, linalol, mentol, terpineol) o fenólico (anetol, apiol, miristicina, safrol y timol). La miristicina presente en la nuez moscada ocasiona alteraciones visuales, distorsión de colores y despersonalización. A nivel hepático puede generar toxicidad al igual que el sazafrán (safrol). Ingeridos por vía oral en dosis altas los aceites esenciales de eucalipto, clavo de olor, canela y nuez moscada pueden ocasionar cuadros de depresión generalizada en el sistema nervioso y circulatorio. (*Santos C. M., 2006*)

En el caso de aceites virtualmente atóxicos, se destaca el caso del aceite esencial de menta, cuyo componente mentol ha ocasionado algunos casos de espasmos de glotis y

riesgo de asfixia, por lo que no se recomienda su empleo en la infancia. A nivel renal la eliminación de algunos aceites por dicha vía pueden originar nefritis.

Experimentalmente ciertos aceites esenciales han demostrado carcinogenicidad, como sucede con el aceite de pino, limón, eucalipto o safrás. En este sentido, los derivados del fenil-propano como la asarona, safrol y estragol son hidroxilados al metabolizarse, observándose que los 1-HO-derivados forman enlaces cruzados con moléculas de ADN, siendo así los metabolitos propiamente cancerígenos. En administración crónica la β -asarona del cálamo aromático (*Acorus calamus*) como el safrol y estragol inducen la formación de tumores hepáticos. (*Santos C. M., 2006*)

Otros aceites esenciales como los de la Ruda (*graveolens*), tuya (*Thuja occidentalis*), ajeno (*Artemisia absinthium*), tanaceto (*Tanacetum vulgare*), sabina (*Juniperus sabina*) y enebro (*Juniperus communis*) poseen propiedades abortivas inherentes a los componentes terpénicos de tipo carburo (sabinol) o cetónico (pulegona, tuyona) que poseen.

La toxicidad del aceite esencial está en relación con el ciclo vegetativo de la planta. En el caso de la salvia (*Salvia officinalis*), el contenido en alcanfor o de α y β -tuyona es mayor durante los meses fríos, lo cual habla a las claras del cuidado estacional que hay que tener durante la recolección. Asimismo, existe una gran variabilidad fitoquímica entre distintos ejemplares de una misma especie, como ocurre con los diferentes quimio tipos del tomillo (*Thymus vulgaris*). (*Santos C. M., 2006*)

2.3.5 APLICACIONES INDUSTRIALES DE LOS ACEITES ESENCIALES

Dentro de las aplicaciones industriales que tienen los aceites esenciales tenemos (*Uso Industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales, 2015*):

Industria Alimentaria

Empleados para condimentar carnes preparadas, embutidos, sopas, helados, queso, etc entre los aceites más empleados están el cilantro, naranja y menta. Son usados también en la preparación de las bebidas alcohólicas y no alcohólicas, especialmente en

refrescos entre ellas el naranjo, limón, mentas e hinojo. Estas esencias también se emplean en la producción de caramelos, chocolates y otras golosinas.

Industria Farmacéutica

Se usan en cremas dentales (aceite de menta e hinojo), analgésicos e inhalantes para descongestionar vías respiratorias (eucalipto y ruda).

Industria de cosméticos

Emplea los aceites esenciales en la producción de cosméticos, jabones, colonias, perfumes y maquillaje. En este campo se citan los aceites de geranio, lavanda, rosas y pachouli.

Industria de productos de uso veterinario

Esta industria emplea el aceite esencial de *Chenopodium ambrosoides* muy apreciado por su contenido de ascaridol, vermífugo. También requieren limoneno y mentol como insecticidas.

Industria tabacalera

Demanda mentol para los cigarrillos mentolados.

Biosidas e insecticidas

Existen esencias con propiedades bactericidas, como el tomillo, clavo, salvia, mentas, orégano, pino, etc. Otras son insecticidas:

- Contra hormigas: *Mentha spicata* (spearmint), tanacetum y poleo
- Contra áfidos: ajo, otros *Allium*, coriandro, anís, albahaca
- Contra pulgas: lavanda, mentas, lemongrass, etc.
- Contra moscas: Ruda, citronela, menta, etc.
- Contra piojos: *Mentha spicata*, albahaca, Ruda, etc.
- Contra coleópteros: Tanacetum, comino, ajeno y tomillo, etc.
- Contra cucarachas: menta, ajeno, eucalipto, laurel, etc.

2.4 ACEITE ESENCIAL DE LA RUDA

De la Ruda (*Graveolens*) se obtiene un aceite esencial muy rico en Metil nonil cetona. La planta entera es antiespasmódica, pero al contrario favorece las contracciones uterinas. (*Aromiun, 2015*)

La Ruda, y sobre todo su aceite esencial es antihelmíntico (veneno neurológico para los parásitos).

El aceite esencial de la Ruda es usado en fricción sobre zonas dolorosas en articulaciones y músculos, aunque no es muy utilizada en Europa; en cambio, es muy apreciada en Ecuador, Perú, Bolivia, Chile y Argentina. En estos países la utilizan en combinación con otros aceites esenciales (salvia, eucalipto, pimienta, romero, manzanilla) como antiespasmódico digestivo, regulador de la menstruación e, incluso en niños muy nerviosos. (*Aromiun, 2015*)

Los furanocumarinas, compuestos químicos presentes en el aceite esencial de Ruda pueden provocar graves trastornos. Las furanocumarinas son foto tóxicas. Inducen, por contacto con las hojas machacadas seguido de una exposición al sol, esta reacción foto tóxica se acentúa con la humedad. (*Aromiun, 2015*)

En caso de ingestión elevada, las cumarinas son tóxicas para el riñón y el hígado e incluso cancerígenas, ya que alteran los ácidos nucleicos y pueden así causar daños en las moléculas del ADN. (*Aromiun, 2015*)

2.4.1 USOS Y PROPIEDADES DEL ACEITE ESENCIAL DE LA RUDA

El aceite esencial de la Ruda activa el metabolismo de la epidermis por lo que calma, tonifica, revitaliza y descongiona las pieles inflamadas. Es antiséptico, antibacteriano y rubefaciente por lo cual mejora las manifestaciones de eczemas, psoriasis, erupciones, rojeces en las membranas mucosas y otros tipos de dermatitis. (*Aromalis, 2016*)

Es conocida por su acción antiinflamatoria especialmente en el sistema reproductor femenino. Es emenagogo, antiespasmódico, vasodilatador y contiene estrógenos por lo

cual actúa frente a la amenorrea, la menstruación dolorosa y sus irregularidades. (Aromalis, 2016)

Fortalece los vasos sanguíneos aliviando insuficiencias venosas como sangrados nasales, varices y hemorroides. Su propiedad antiespasmódica lo convierte en estimulante estomacal y diurético indicado en trastornos digestivos, renales y hepáticos. También tiene acción aperitiva eficaz en casos de inapetencia. (Aromalis, 2016)

Es un eficaz antiinflamatorio frente a reumatismos, luxaciones, contracturas y espasmos musculares. En el tracto respiratorio actúa como expectorante y balsámico aliviando la tos, el asma o la insuficiencia respiratoria. (Aromalis, 2016)

Propiedades anímicas y sensitivas

El aceite esencial de ruda actúa sobre el sistema nervioso como tranquilizante y sedante usado en aromaterapia por su capacidad para mitigar el miedo, la ansiedad y la tristeza.

Estabiliza emociones aportando calma, voluntad y la confianza necesaria para afrontar los sentimientos positivamente y desechar las influencias negativas. Aumenta el control mental activando la energía hacia una visión más positiva de la vida y un mayor bienestar. (Aromalis, 2016)

2.4.2 CARACTERÍSTICA SENSORIAL Y PROPIEDADES FÍSICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE RUDA

En la tabla II-3 se presenta el carácter sensorial y físico del aceite esencial de la ruda.

Tabla II-3: Característica sensorial y propiedad física del aceite esencial de ruda

| CARACTERÍSTICA SENSORIAL | | |
|---------------------------------|---------------|--------------------------------------|
| PARÁMETRO | UNIDAD | EVALUACIÓN |
| Color | UCV | Amarillo transparente |
| Olor | -- | Característico de la planta |
| Textura | -- | Líquido transparente, suave y fluido |
| PROPIEDADES FÍSICAS | | |

| PARÁMETRO | UNIDAD | RESULTADO |
|----------------------|--------|---------------|
| Densidad | g/ml | 0,850-0,890 |
| Índice de refracción | -- | 1,4323-1,4650 |

Fuente: Rojas J. K.Y., 2016 y Aceites esenciales Krautera, 2017

2.4.3 COMPONENTES PRINCIPALES DEL ACEITE ESENCIAL DE RUDA

Los componentes principales y de mayor abundancia del aceite esencial de la Ruda (*Ruta graveolens L.*) son el 2-undecanona y 2-nonanona según los autores Meccia y Col., 2008, Rojas J. K. Y., 2016 y Ruiz C. y Col., 2015.

En la tabla II-4 se presenta los principales componentes del aceite esencial de la ruda.

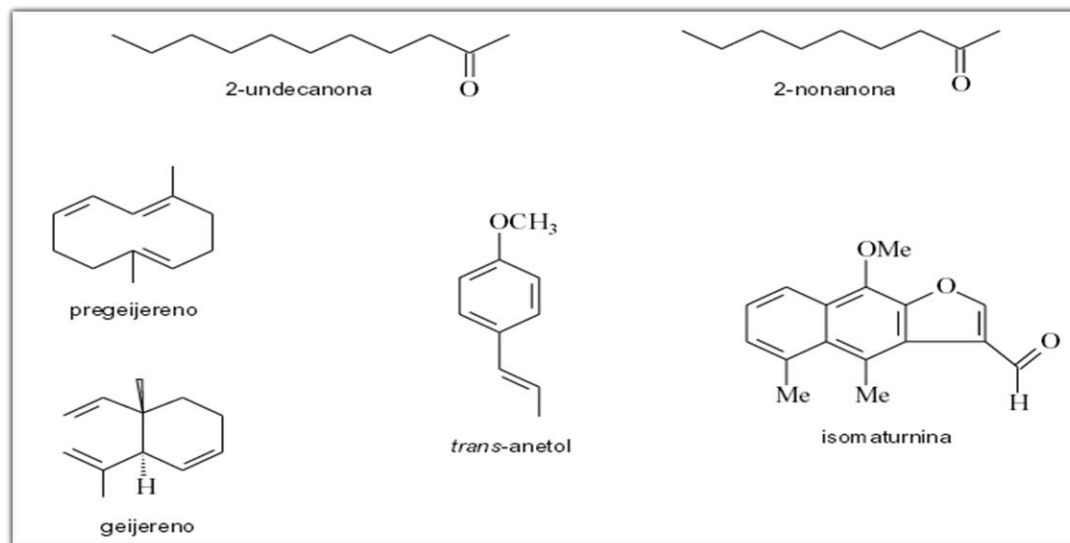
Tabla II-4: Principales componentes del aceite esencial de la ruda

| COMPUESTO | ABUNDANCIA RELATIVA (%) | | |
|-----------------------------|------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|
| | Meccia y Col., 2008 (Venezuela) | Ruiz C. y Col., 2015 (Perú) | Rojas J. K. Y., 2016 (Ecuador) |
| 2-Octanona | 0,2 | -- | -- |
| 2-Nonanona | 33,50 | 28,96 | 47,94 |
| 2-Nonanol | 0,6 | -- | -- |
| Nonanal | 0,3 | -- | -- |
| Geijereno | 0,2 | -- | -- |
| 2-Decanona | 3,3 | 1,19 | 2,19 |
| Acetato de <i>n</i> -octilo | 0,2 | 0,39 | -- |
| <i>Trans</i> -Anetol | 3,5 | -- | -- |
| Pregueijereno | 6,0 | -- | 1,29 |
| 2-Undecanona | 43,00 | 40,88 | 41,18 |
| Acetato de <i>n</i> -nonilo | 0,3 | -- | -- |
| 2-Dodecanona | 1,2 | 0,49 | -- |
| 2-Tridecanona | 0,8 | 0,57 | -- |
| Isomaturina | 1,3 | -- | -- |

Fuente: Meccia y Col., 2008, Ruiz C. y Col., 2015 y Rojas J. K. Y., 2016

A continuación en la figura 2-10 se presenta las estructuras químicas de los principales componentes identificados en el aceite esencial de la Ruda (*Ruta graveolens l.*)

Figura 2-10: Estructura química de los principales componentes del aceite esencial de la ruda



Fuente: Meccia y Col., 2008

Los componentes mayoritarios del aceite esencial de Ruda están presentes en varios aceites esenciales de especies de Ruda de otros países; sin embargo, la composición química en general de dichos aceites muestra importantes diferencias, de acuerdo a las condiciones climáticas y de cultivo de cada zona en particular. (Meccia y Col., 2008)

2.5 MÉTODOS TECNOLÓGICOS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Según la variedad del material vegetal, parte de la planta a emplear y estabilidad del aceite esencial que se pretenda obtener, se emplean diversos procedimientos físicos y químicos de extracción, donde su correcta aplicación será lo que determine la calidad del producto final.

Sin embargo, en materia de rendimiento es importante establecer que ninguna cantidad de mejoras en los aspectos tecnológicos compensará la mala calidad del material vegetal.

Los aceites esenciales se extraen de las muestras vegetales mediante varios métodos tecnológicos existentes, los cuales son:

- Destilación por arrastre de vapor de agua.
- Disolución en grasa (Enfleurage).
- Extracción con disolventes orgánicos.
- Extracción con gases en condiciones supercríticas.

2.5.1 DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR DE AGUA

En la destilación por arrastre de vapor de agua se lleva a cabo la vaporización selectiva del componente volátil de una mezcla formada por éste y otros no volátiles. Lo anterior se logra por medio de la inyección de vapor de agua directamente en el seno de la mezcla, denominándose este vapor de arrastre, pero en realidad su función no es la de arrastrar el componente volátil, sino condensarse formando otra fase inmiscible que cederá su calor latente a la mezcla a destilar para lograr su evaporación. En este caso se tendrá la presencia de dos fases inmiscibles a lo largo de la destilación (orgánica y acuosa), por lo tanto, cada líquido se comportará como si el otro no estuviera presente. Es decir, cada uno de ellos ejercerá su propia presión de vapor y corresponderá a la del líquido puro a una temperatura de referencia. (*Peredo L. H. A. y Col., 2009*)

La condición más importante para que este tipo de destilación pueda ser aplicado es que tanto el componente volátil como una impureza sean insolubles en agua, ya que el producto destilado (volátil) formará dos fases al condensarse, lo cual permitirá la separación del producto y del agua fácilmente. La ley de Dalton establece que la presión de una mezcla de gases, que no reaccionan químicamente, es igual a la suma de las presiones parciales que ejercería cada uno de ellos si solo uno ocupase todo el volumen de la mezcla, sin variar la temperatura. Sin embargo, si la mezcla a destilar es un hidrocarburo con algún aceite, la presión de vapor del aceite al ser muy pequeña se considera despreciable.

En la destilación por arrastre es posible utilizar un gas inerte para el arrastre. Sin embargo, el empleo de vapores o gases diferentes del agua implica problemas

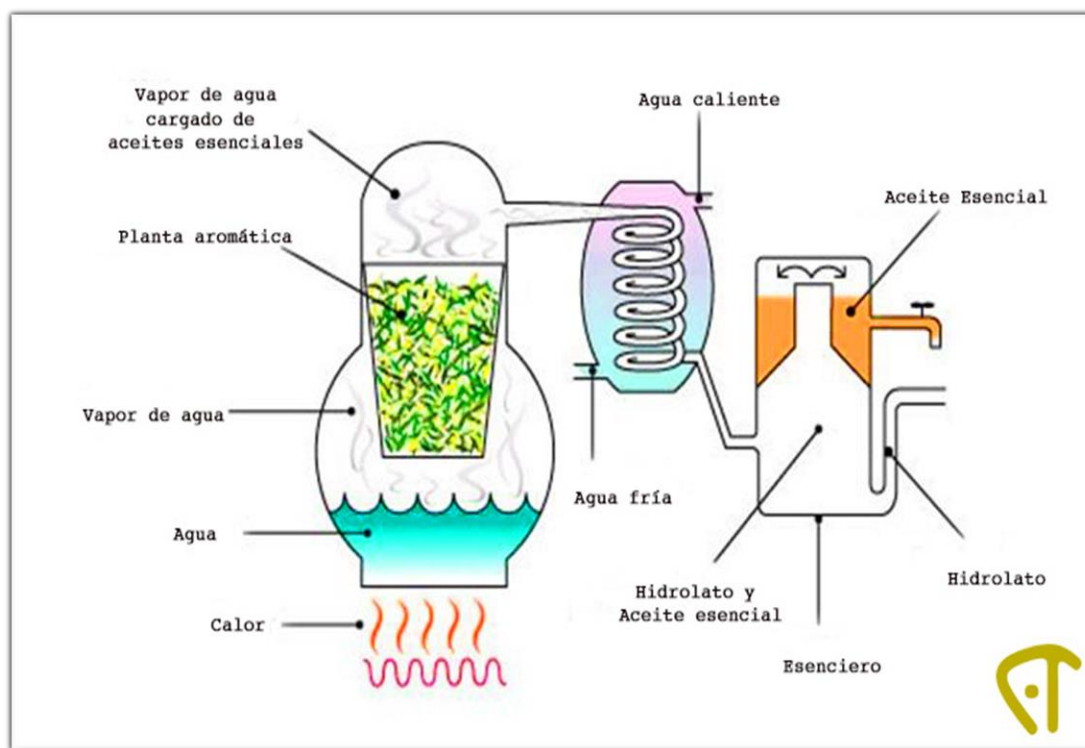
adicionales en la condensación y recuperación del destilado o gas. El comportamiento que tendrá la temperatura a lo largo de la destilación será constante, ya que no existen cambios en la presión de vapor o en la composición de los vapores de la mezcla, es decir, el punto de ebullición permanecerá constante mientras ambos líquidos estén presentes en la fase líquida. En el momento que uno de los líquidos se elimine por la propia ebullición de la mezcla, la temperatura ascenderá bruscamente. (*Peredo L. H.A. y Col., 2009*)

Existe una gran diferencia entre una destilación por arrastre y una simple, ya que en la primera no se presenta un equilibrio de fases líquido-vapor entre los dos componentes a destilar como se da en la destilación simple. Por lo tanto, no es posible realizar diagramas de equilibrio, ya que en el vapor nunca estará presente el componente no volátil mientras esté destilando el volátil. Además, en la destilación por arrastre de vapor el destilado obtenido será puro en relación al componente no volátil (aunque requiera de una decantación para ser separado del agua), algo que no sucede en la destilación simple, en la cual el destilado sigue presentando ambos componentes aunque más enriquecido en alguno de ellos.

Por otra parte, si este tipo de mezclas con aceites de alto peso molecular fueran destiladas sin la adición del vapor se requerirá de gran cantidad de energía para calentarlas y se empleará mayor tiempo, pudiéndose descomponer si se trata de aceites esenciales. (*Peredo L. H.A. y Col., 2009*)

En la figura 2-11 se presenta el esquema del método de destilación por arrastre de vapor.

Figura 2-11: Esquema del método de destilación por arrastre de vapor



Fuente: Carreras G.I., 2005

2.5.2 DISOLUCIÓN EN GRASA (ENFLEURAGE)

La extracción enfleurage o en floración es la extracción con grasa en frío, un método antiguo de obtención de aceites esenciales que ha sido muy empleado sobre todo en la región de Grasse, al sur de Francia.

Se basa en el hecho de que las grasas absorben sustancias aromáticas con facilidad. Este procedimiento se utiliza para flores cuyo contenido en aceite esencial es tan bajo que se queda en el agua de destilación, o bien que tienen un aceite esencial sensible al calor y también para otras como el nardo o el jazmín que siguen produciendo aceite esencial después de la recolección. (*Floriansaromaterapia, 2015*)

Se efectúa sobre placas de vidrio que van montadas en el centro de un marco de unos 5 cm de altura. La grasa para la extracción es una mezcla de una parte de sebo

purificado y dos partes de manteca de cerdo. A esto se le añade alrededor de un 0.6% de benjuí como estabilizante y entre el 0.15 y el 0.30% de alumbre para impedir el enranciamiento y ayudar a que coagulen la impurezas de la mezcla al prepararla. Se realiza un trazado con un peine de madera y las flores se extienden a mano, formando una delgada capa, sobre una de las caras de cada placa de vidrio. Las placas se aplican unas sobre otras en un sótano. A las 24 horas o 48 horas, cuando las flores empiezan a marchitarse, se retiran, golpeando los bastidores sobre una tabla y se cargan de nuevo los bastidores. Esta operación se repite hasta terminar la cosecha. Para un kilogramo de grasa hace falta tres kilogramos de flores. (*Floriansaromaterapia, 2015*)

Posteriormente, se introduce en unas batidoras en las que se mezcla con alcohol etílico y se bate de cada carga durante varios días. Cada carga de pomada se extrae con alcohol varias veces hasta agotarla. Este extracto es un producto destinado a la venta. Si es concentrado a vacío se elimina el alcohol y se obtiene el absoluto de enfleurage, en forma de mezcla semisólida de color oscuro. Otro producto que se puede obtener es el absoluto de bastidor. Para ello, las flores marchitas que se retiran de los bastidores se extraen con un disolvente derivado del petróleo. (*Floriansaromaterapia, 2015*)

El extracto se concentra a vacío, se diluye en alcohol, se filtra y se evapora el disolvente, obteniendo absoluto del bastidor.

En la figura 2-12 se presenta el método de disolución en grasa (enfleurage).

Figura 2-12: Método de disolución en grasa (enfleurage)



Fuente: Página web: www.floriansaromaterapia.com, 2015

2.5.3 EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES ORGÁNICOS

En el método de extracción con disolventes volátiles, la muestra seca y molida se pone en contacto con disolventes orgánicos tales como alcohol y cloroformo, entre otros.

Estos disolventes solubilizan la esencia pero también solubilizan y extraen otras sustancias tales como grasas y ceras, obteniendo al final una oleoresina o un extracto impuro. Se utiliza a escala de laboratorio porque a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los disolventes, porque se obtienen esencias contaminadas con otras sustancias, y además por el riesgo de explosión e incendio característicos de muchos disolventes orgánicos volátiles. (Peredo L. H.A. y Col., 2009)

Algunos disolventes utilizados en este método de extracción tienen restricciones en cuanto a los residuos máximos que pueden dejarse cuando los aceites esenciales son la materia prima en las industrias de los perfumes o alimentos. Estos límites varían de acuerdo a las diferentes legislaciones. Los disolventes derivados del petróleo, como

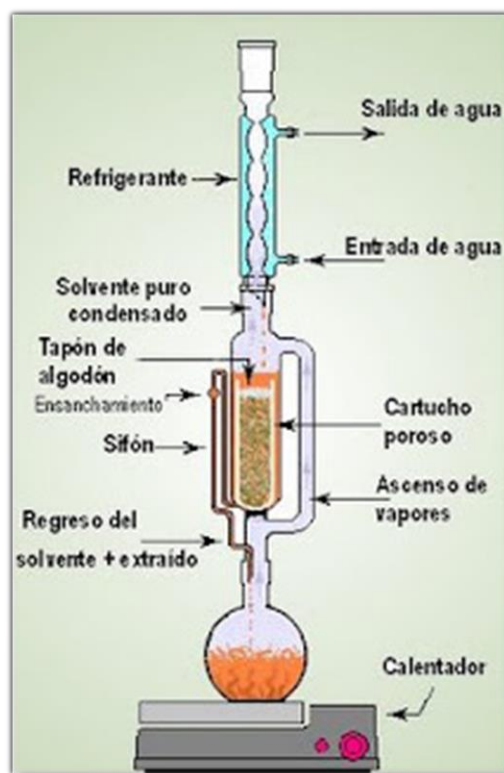
éter di etílico, ciclo hexano, hexano, acetato de metilo, propanol, etc., son tóxicos al inhalarlos y al contacto con la piel, y dependiendo del tiempo de exposición será la gravedad de los efectos. Los extractos obtenidos con este tipo de disolventes suelen ser más oscuros, ya que llegan a arrastrar algunos pigmentos, su solubilidad en alcohol diluido es menor y se recuperan muchos compuestos de tipo aromático. El disolvente con el aceite esencial se filtra y se evapora a presión atmosférica y/o vacío. Los restos de disolvente deben separarse a temperatura baja. (*Peredo L. H.A. y Col., 2009*)

En este tipo de procedimientos se obtienen masas viscosas, según la materia prima, que contienen el aceite esencial, grandes cantidades de ceras, resinas y pigmentos, que se eliminan realizando extracciones con alcohol, enfriando a -13°C , filtrando y evaporando el alcohol. Los métodos más usados a nivel laboratorio son extracción por reflujo y mediante equipo Soxhlet. Otro tipo de extracción por disolventes mayormente usada a nivel laboratorio, es la maceración o extracción alcohólica, en la cual la materia orgánica reposa en soluciones de alcohol por periodos de tiempo definidos. Los aceites esenciales son recuperados evaporando el alcohol, generalmente en rota-vapores.

La extracción con disolventes tiene importantes desventajas. Además de que requiere de periodos de tiempo relativamente largos, los aceites esenciales obtenidos contienen trazas de los disolventes utilizados; limitando su uso en la industria de los alimentos, la industria cosmética o farmacéutica. (*Peredo L. H.A. y Col., 2009*)

En la figura 2-13 se presenta el esquema del método de extracción con disolventes orgánicos (Soxhlet).

Figura 2-13: Método de extracción con disolventes orgánicos (soxhlet)



Fuente: Página web: procesosbio.wikispaces.com, 2017

2.5.4 EXTRACCIÓN CON GASES EN CONDICIONES SUPERCRÍTICAS

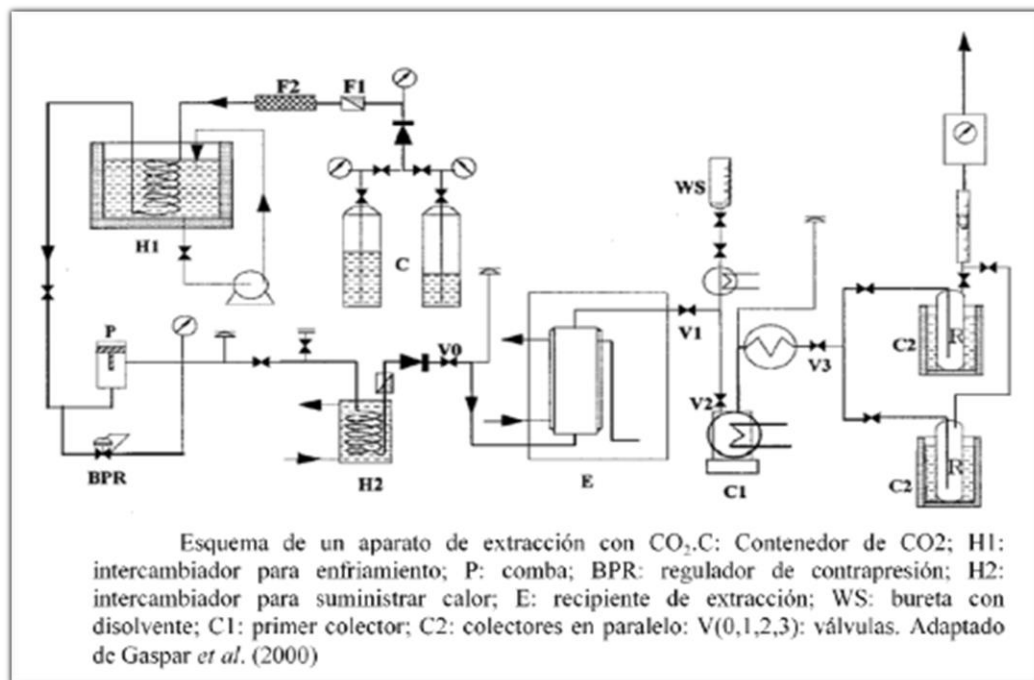
La extracción con fluidos supercríticos es una operación unitaria que explota el poder disolvente de fluidos supercríticos en condiciones encima de su temperatura y presión críticas. Es posible obtener extractos libres de disolvente usando fluidos supercríticos y la extracción es más rápida que con la utilización de disolventes orgánicos convencionales. Estas ventajas son debido a la alta volatilidad de los fluidos supercríticos (gases en condiciones ambientales normales) y a las propiedades de transporte mejoradas (alta difusividad y baja viscosidad). Usando dióxido de carbono, en particular, el tratamiento es a temperatura moderada y es posible lograr una alta selectividad de micro-componente valioso en productos naturales. La selectividad del CO₂ también es apropiada para la extracción de aceites esenciales, pigmentos, carotenoides antioxidantes, antimicrobianos y sustancias relacionadas, que son usadas

como ingredientes para alimentos, medicinas y productos de perfumería y que son obtenidas de especias, hierbas y otros materiales biológicos. (*Peredo L. H.A. y Col., 2009*)

La extracción de compuestos fenólicos y pigmentos se ve favorecida con el uso de disolventes, como etanol, junto al CO₂. La eficiencia de la extracción se mejora de forma importante cuando la muestra se pre-trata con CO₂ comprimido, disminuyendo la cantidad de ceras en el extracto. La figura I-4 esquematiza un proceso de extracción con CO₂. El gas es enfriado y después presurizado con una bomba. La presión y temperatura de extracción son controladas por un regulador de contrapresión y un calentador. A la salida del recipiente de extracción el gas es expandido en una válvula antes de entrar al primer colector, que se encuentra a temperatura ambiente. La corriente de salida es llevada a una temperatura de 40°C a 45°C y expandida a presión atmosférica en otra válvula, después pasa a dos colectores fríos en paralelo. La velocidad de flujo en la última parte del proceso es monitoreado con un rotámetro y un fluxómetro de gas, antes de descargar el CO₂. El extracto es colectado a intervalos cerrando la válvula que está a la salida del recipiente de extracción para lavar la tubería al primer colector con disolvente caliente, de la bureta, que se encuentra en la parte superior. El extracto obtenido del primer colector es mezclado con el del segundo para un volumen dado de disolvente y retenido para analizar los aceites esenciales y ceras cuticulares contenidas. (*Peredo L. H. A. y Col., 2009*)

En la figura 2-14 se presenta el esquema del método de extracción con gases en condiciones supercríticas.

Figura 2-14: Esquema del método de extracción con gases en condiciones supercríticas



Fuente: Peredo L. H. A. y Col., 2009

En el cuadro II-3 se presenta las ventajas y desventajas de los métodos de extracción de los aceites esenciales.

Cuadro II-3: Ventajas y desventajas de los métodos de extracción

| Métodos de Extracción | Ventajas del Proceso | Desventajas del Proceso |
|---|---|--|
| Destilación por arrastre de vapor de agua | Se utilizan a nivel industrial, se tiene alto rendimiento de aceite, pureza en el aceite y se requiere de baja tecnología | Puede haber daño de algunos sustancias por las altas temperaturas |
| Disolución en grasa (enfleurage) | Es útil para extraer esencias de flores | Bajo rendimiento y difícil de separación del aceite esencial |
| Extracción con disolventes orgánicos | Solubilizan la esencia | Poca pureza del aceite, se pueden extraer grasas y ceras durante el proceso. |

| | | |
|---|--|---|
| | | Se utiliza a escala laboratorio. A nivel industrial es costoso el proceso. Mayor riesgo inflamable durante el proceso |
| Extracción con gases en condiciones supercríticas | Se obtiene un aceite esencial puro, alto rendimiento, el solvente se elimina fácilmente, las bajas temperaturas utilizadas para la extracción no dañan las sustancias del aceite | El equipo es costoso, se requiere de bombas de alta presión y sistemas de extracción resistentes a las altas presiones |

Fuente: Elaboración propia, 2017

2.6 SELECCIÓN DEL MÉTODO A UTILIZAR EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE RUDA

En vista al número de técnicas aplicables y las más utilizadas en la extracción de aceites esenciales, para la selección del mejor método se elabora la siguiente matriz de decisión:

En la tabla II-5 se presenta la selección del método de extracción de aceite esencial de la ruda.

Tabla II-5: Selección del método de extracción de aceite esencial de la ruda

| Factores/Criterios esenciales | | MÉTODOS DE EXTRACCIÓN | | | | | | | |
|---|------|---|---|----------------------------------|--|--------------------------------------|---|---|---|
| | | Destilación por arrastre de vapor de agua | | Disolución en grasa (enfleurage) | | Extracción con disolventes orgánicos | | Extracción con gases en condiciones supercríticas | |
| Aplicabilidad a la materia vegetal (Ruda) | | Sí | | No | | Sí | | Sí | |
| Costo de operación | 40 % | Bajo | 6 | | | Medio | 4 | Muy alto | 0 |
| Calidad del aceite obtenido | 30 % | Muy Buena | 8 | | | Buena | 6 | Muy buena | 8 |

| | | | | | | | | |
|----------------------------|--------------|----|------------|--|----|------------|----|------------|
| Rangos de P y T accesibles | 30 % | Si | 10 | | Si | 10 | No | 0 |
| TOTAL | 100 % | | 780 | | | 640 | | 240 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Los rangos de valores empleados en la matriz de decisión de la tabla I-5 son los siguientes:

Costo de operación: Muy alto = 0; Alto = 2; Medio = 4; Bajo = 6; Muy bajo = 8; sin costo = 10.

Calidad del aceite obtenido: Pésima = 0; Mala = 2; Regular = 4; Buena = 6; Muy buena = 8; Excelente = 10.

Rangos de presión y temperaturas accesibles: Sí = 10; No = 0

El cálculo de la puntuación para cada método en la matriz de decisión se calcula multiplicando el valor que se da a cada necesidad por el porcentaje de importancia que tiene cada necesidad y posteriormente se suman los resultados de la multiplicación; por ejemplo:

Multiplicando para costo se tiene $40 \times 6 = 240$

Multiplicando para calidad de aceite obtenido $30 \times 8 = 240$

Multiplicando para rangos de temperatura y presión $30 \times 10 = 300$

Sumando: $240 + 240 + 300 = 780$

En base a los parámetros y los resultados de la matriz de decisión, el método seleccionado para el proceso de extracción es por destilación por arrastre de vapor, con una puntuación de 780, debido a las grandes ventajas que presenta, más que todo por el alto rendimiento de obtención de aceite esencial y por el mayor grado de pureza que se obtiene de la misma y además este método es utilizado a nivel industrial y es de bajos costos. Las temperaturas de operación y presión son moderados y accesibles.

2.7 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO A ELABORAR EL PRODUCTO A ESCALA INDUSTRIAL

El método de destilación por arrastre de vapor de agua es uno de los principales métodos utilizados en la industria de extracción de aceites. El proceso básico que se aplica a la ruda, es la obtención de aceite esencial del mismo, para lograr conservarlo y usarlo como materia prima para las industrias de alimentos, farmacéutica y cosmética.

Seguidamente se presenta la descripción detallada de este proceso a escala industrial (*Sena, 2001*).

- **Recepción de la materia prima**

Se realiza la recepción de la materia vegetal en la Planta de Procesamiento, verificando que la materia prima no presente alteraciones ni daños físico-químicos con el fin de obtener un producto de buena calidad.

- **Pre tratamiento de la materia prima**

La limpieza de las especias vegetales consiste en separar materiales extraños como polvo, raíces y otros componentes no deseados.

- **Deshidratación de la materia vegetal**

En el caso del material fresco, es necesario realizar un tratamiento de deshidratación previo hasta alcanzar un porcentaje de humedad óptimo.

- **Molienda o reducción de tamaño**

Como el agua penetra en los tejidos del material vegetal y vaporiza la mayoría de las sustancias volátiles, para asegurar una mayor superficie de contacto y exposición de las glándulas de aceite, se requiere picar y/o moler los vegetales según su consistencia.

- **Extracción por arrastre de vapor de agua**

Se carga el material vegetal a procesar. De esta etapa se obtiene como subproducto del proceso, un residuo vegetal agotado que contiene un mayor porcentaje de humedad que al inicio de la fase de extracción, controlando la temperatura, presión y tiempo de operación.

- **Condensación**

El vapor generado en la cámara de extracción, el cual contiene vapor de agua y aceite esencial, se le acondiciona mediante el cambio de fase para iniciar así un proceso de separación.

- **Separación del aceite**

La mayor parte de los componentes de los aceites esenciales son volátiles y relativamente inmiscibles en el agua, característica ésta que permite su separación de la mezcla de destilado por decantación.

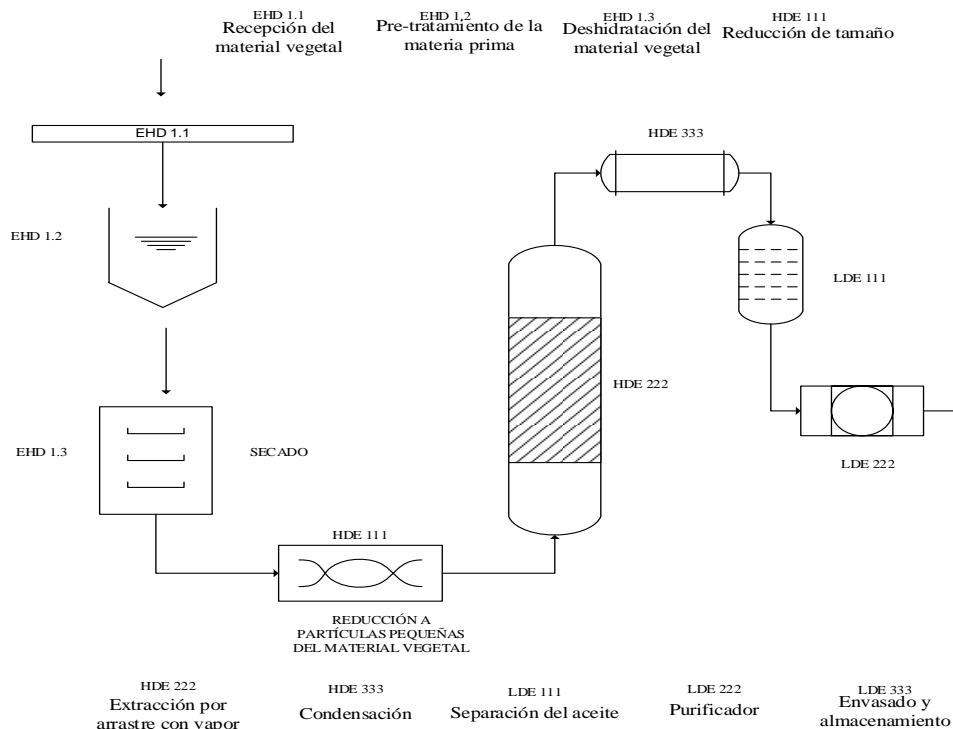
En esta etapa del proceso se obtiene el Aceite Esencial como producto principal y un hidrolato al que se le considera un subproducto.

- **Envasado y almacenamiento**

El aceite esencial obtenido es muy volátil, sensible a la luz, al aire y el calor, por lo que para su envasado se utiliza un frasco de vidrio oscuro color ámbar, y una tapa hermética a rosca, y etiquetado con su nombre. Almacenando en un lugar fresco y oscuro.

En la figura 2-15 se presenta el diagrama de flujo del proceso de extracción de aceites esenciales por el método de destilación por arrastre de vapor de agua a escala industrial.

Figura 2-15: Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite esencial



Fuente: Elaboración propia, 2017

2.8 FACTORES QUE INFLUYEN Y DETERMINAN LA CALIDAD DEL PRODUCTO

Muchos factores influyen sobre la composición del aceite esencial, entre ellos figuran (Sáez V. A. y Col., 2012):

2.8.1 CONDICIONES GEOBOTÁNICAS DEL MEDIO

Se refiere al tipo de clima, a la altitud que se encuentran las plantas, el tipo de suelo y la cantidad de precipitaciones pluviales que pueden tener en el lugar donde se encuentran ubicadas las plantas o vegetales.

2.8.2 MÉTODO DE CULTIVO

Hace énfasis al uso de fertilizantes, tipos de abonos, pesticidas u otros químicos los cuales pueden alterar las características fisicoquímicas de los vegetales o plantas en cuanto a sus hojas, tallos, flores, raíces, etc. (Sáez V. A. y Col., 2012)

2.8.3 ÉPOCA DE RECOLECCIÓN Y PARTE DE LA PLANTA

En el momento de la recolección de la planta o vegetales ya sean tallos, flores, raíces u hojas se debe tomar en cuenta que la cosecha se debe realizar en épocas donde se observa mayores precipitaciones pluviales y donde el clima sea favorable a las mismas para su posterior desarrollo vegetativo ya que de esa manera se podrá obtener buenos rendimientos en el procesado de estas plantas o vegetales. (Sáez V. A. y Col., 2012)

2.8.4 MODO DE MANEJO Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL VEGETAL

Se refiere al manejo y almacenado del material vegetal en seco, fresco, fermentado teniendo en cuenta los parámetros de almacenado, evitando alteraciones y daños fisicoquímicos, conservando sus propiedades al proceso de elaboración que serán sometidas. (Sáez V. A. y Col., 2012)

2.8.5 MÉTODO DE OBTENCIÓN DEL ACEITE

Consiste en realizar un análisis detallado de los métodos (destilación, maceración, prensado, extracción con solventes, extracción con fluidos supercríticos) al que será sometido el material vegetal para su posterior procesamiento de extracción priorizando en la obtención un producto con una pureza de alta calidad y rendimiento de la misma.

2.8.6 EDAD DE LA PLANTA Y ESTADO FENOLÓGICO

Consiste en cómo afectan las variables meteorológicas a las manifestaciones periódicas o estacionales de las plantas o vegetales (floración, aparición de frutos y su maduración, caída de hojas) con el fin de que hay que tener en cuenta la edad de la planta para no tener problemas en el proceso de extracción u otros tipos de procesamientos ya que el objetivo final es de obtener productos de buena calidad y con un alto rendimiento de pureza. (Sáez V. A. y Col., 2012)

CAPÍTULO III
PARTE EXPERIMENTAL

3.1 DESCRIPCIÓN Y ANÁLISIS DE LA MATERIA PRIMA

En el presente trabajo de investigación se utiliza como materia prima la Ruda común (*Ruta graveolens L.*) recolectada de la zona del Valle Central de Tarija, la que crece en lugares húmedos y con abundante luz solar, en el inicio de la estación puesto que en esta etapa contiene la mayor cantidad de principios activos. Luego de su recolección es trasladada al Laboratorio de Operaciones Unitarias (Cercado-Tarija), donde se realiza la extracción de su aceite esencial.

3.1.1 DESCRIPCIÓN DE LA MATERIA PRIMA

La Ruda (*Ruta graveolens L.*), la cual posee una infinidad de glándulas semitransparentes ricas en aceites esenciales en sus ramas, flores y hojas, contenido que varía en forma notable, no solo en sus componentes sino en su rendimiento.

En la tabla III-1 se presenta la descripción de la Ruda (*Ruta Graveolens L.*)

Tabla III-1: Descripción de la Ruda (*Ruta graveolens L.*)

| HOJAS | |
|------------------|---|
| PARÁMETRO | DESCRIPCIÓN |
| Forma | Pecioladas, ovaladas |
| Color | Verde azulado, grisáceas o blanquecinas |
| Aroma | Olor acre |
| Sabor | Amargo |
| Textura | Blanda y lisa |
| TALLO | |
| PARÁMETRO | DESCRIPCIÓN |
| Forma | Tallo leñoso |
| Textura | Ramoso y redondo |
| FLORES | |
| PARÁMETRO | DESCRIPCIÓN |
| Forma | Vistosos ramilletes |
| Color | Amarillo limón |
| FRUTOS | |
| PARÁMETRO | DESCRIPCIÓN |
| Forma | Cápsula (forma de ciruela) |
| Color | Negro |

Fuente: Elaboración propia, 2017

3.1.2 ESPARCIDO DE LA RUDA PARA SECADO AL AMBIENTE

La Ruda recolectada se esparce sobre placas de plastoforno dejando secar al ambiente (temperatura promedio 18 °C-22 °C) por 12 días en sombra (con una humedad relativa de 48%-50 %) al cabo de los cuales se acondiciona para ser sometido al proceso de extracción para conseguir mejor rendimiento en la obtención de aceite esencial.

Figura 3-1: Esparcido y secado de la Ruda



Fuente: Elaboración propia, 2017

3.1.3 ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA

Para el acondicionamiento de la Ruda se procede a despalillar la misma y retirar impurezas que pudiesen existir (tierra, insectos, y partículas extrañas, etc.).

Figura 3-2: Ruda despalillada



Fuente: Elaboración propia, 2017

3.1.4 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN LA MATERIA PRIMA

La determinación de humedad de la Ruda se realiza en el equipo GIBERTINI; el cual se programa a una temperatura de 105 °C (temperatura referente a la norma boliviana NB 074) para realizar el correspondiente secado hasta peso constante, y por diferencia de peso se calcula el porcentaje de humedad de la Ruda. La temperatura programada no afectará el componente principal (Metilnonilcetona) ya que su p.e. es de 224 °C.

El procedimiento de secado se detalla a continuación:

- Encendido del equipo de secado.
- Colocado del plato de aluminio y tarar.
- Pesar 5 gramos.
- Iniciar el proceso de secado.

3.1.5 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LA MATERIA PRIMA

Para determinar el tamaño de las muestras de Ruda empleadas en el diseño experimental se realiza el análisis granulométrico. Para tal efecto se realiza el uso de un tamiz vibratorio, que consta de un juego de tamices de 5; 4; 2; 1; 0.5; 0.25 mm norma española (UNE) y una bandeja recolectora; un equipo de gran estabilidad que no requiere ser sujetado a la mesa de trabajo y de fácil manejo.

Para pesar la serie de tamices en el análisis granulométrico de las muestra de Ruda se hace uso de una balanza analítica, la cual tiene una capacidad máxima de 1000 gr.

Procedimiento

- Se pesan los tamices de la serie empleada (norma UNE)
- Se pesa 50 gramos de Ruda
- Se coloca la muestra sobre el tamiz de mayor tamaño de abertura de malla se tapa la serie y se trata la muestra en la zaranda durante 10 minutos a 30 rpm.
- Al término de dicho tiempo se pesan los rechazos de cada tamiz y se registran los datos obtenidos en la balanza

- Se realiza los cálculos necesarios para determinar el porcentaje de rechazo de materia prima en cada uno de los tamices.

3.1.6 PRUEBAS PRELIMINARES

Se realizan pruebas preliminares para determinar los parámetros del mejor rendimiento de obtención del aceite esencial de Ruda.

Prueba 1: Se realiza pruebas con la materia prima en estado natural y seco. En estado natural se obtiene un volumen de aceite de 0,3 ml aproximadamente; en estado seco se obtiene un volumen considerado de aceite de 0,6-0,7 ml. Ambas se trabajan con una masa de 250 gramos y un tiempo de destilación de 120 minutos con un volumen de agua de 4,5 litros.

Para las posteriores pruebas se determina el tamaño de partícula y el tiempo de extracción con una masa de 250 gramos para obtener un mejor rendimiento en la extracción de aceite esencial.

Prueba 2: En esta prueba se trabaja con un tiempo de extracción de 60 minutos y con un tamaño de partícula de 4 mm y una masa de 250 g; los resultados fueron que no se obtiene una cantidad considerable de aceite esencial motivo por el que la materia prima a extraer estaba compuesta mayoritariamente de tallos y ramas.

Prueba 3: Se trabaja con un tiempo de extracción de 90 minutos y con un tamaño de partícula de 2 mm y el resultado fue que se obtuvo 0,4-0,6 ml de aceite esencial y esta vez la materia prima a extraer estaba compuesta mayoritariamente de hojas.

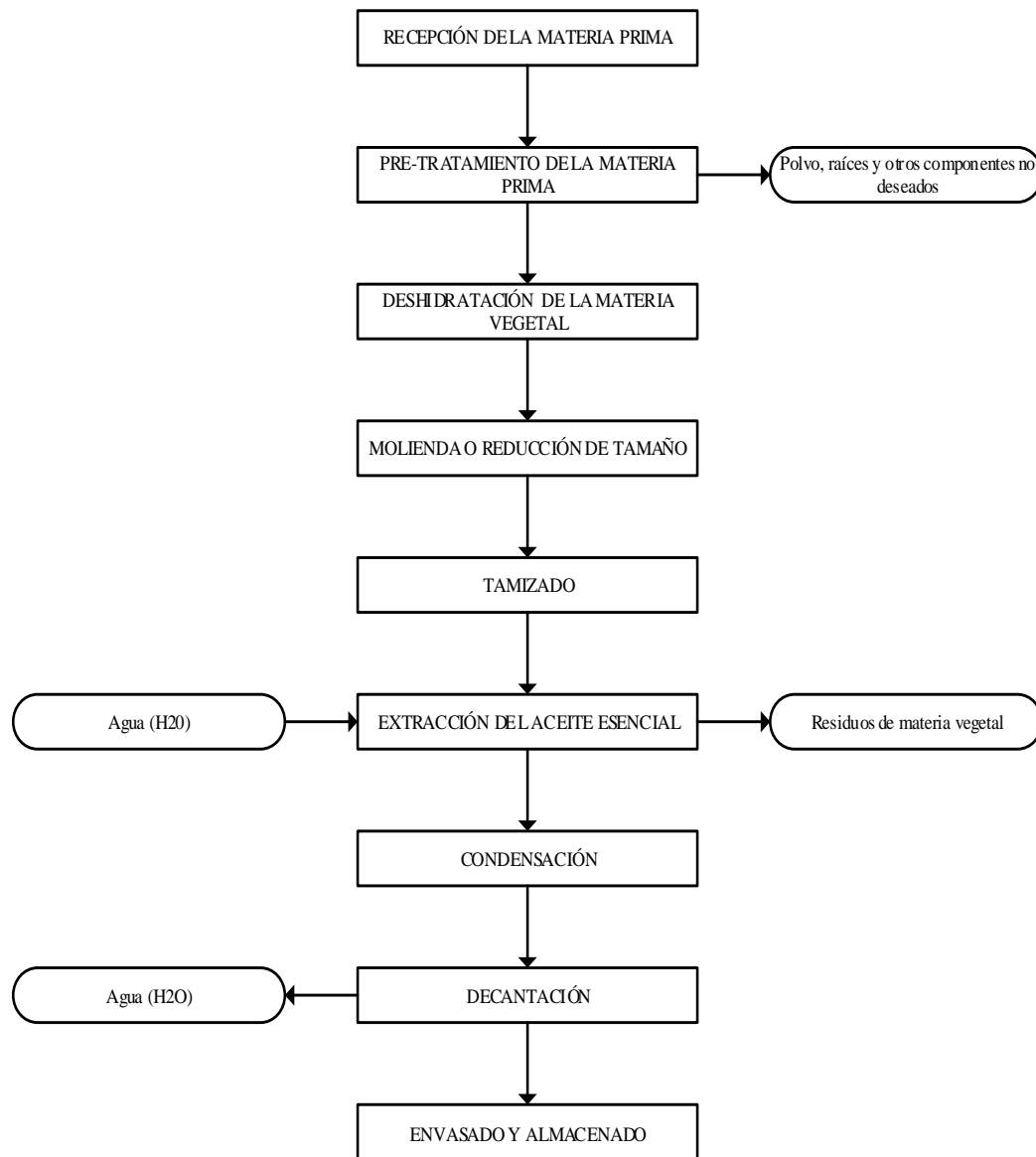
Prueba 4: En dicha prueba se trabaja con un tiempo de extracción de 120 minutos y con un tamaño de partícula de 1 mm y el resultado obtenido fue que se obtuvo 0,8-0,9 ml; la materia prima también estaba compuesta mayoritariamente de hojas.

Por lo que como conclusión se decide trabajar con los tamaños de partículas de 1mm y 2 mm y un tiempo de 90 minutos y 120 minutos para la extracción de aceite esencial de Ruda.

3.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO TECNOLÓGICO EXPERIMENTAL DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE RUDA

El proceso de extracción de aceite esencial de Ruda empleado para el presente trabajo se representa en el diagrama de bloques de la figura 3-3.

Figura 3-3
DIAGRAMA DE BLOQUES EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ **RECEPCIÓN DE LA MATERIA PRIMA**

Se realiza la recepción de la materia prima, verificando el buen estado, que sea fresca y no presente alteraciones ni daños físicos con el fin de obtener un producto de buena calidad.

➤ **PRE-TRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA**

La limpieza de las especias vegetales consiste en separar materiales extraños como polvo, raíces y otros componentes no deseados.

En la figura 3-4 se presenta la materia vegetal limpia y tratada.

Figura 3-4: Materia vegetal limpia y tratada



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ **DESHIDRATACIÓN DE LA MATERIA VEGETAL**

En caso de material fresco, es necesario realizar el deshidratado de la materia prima a temperatura ambiente previo hasta alcanzar un porcentaje de humedad óptimo; 8,12%-12,5% según bibliografía, con el objeto de obtener un mayor rendimiento en la extracción.

En la figura 3-5 se presenta la materia vegetal seca para su respectiva extracción.

Figura 3-5: Materia vegetal deshidratada



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ **MOLIENDA O REDUCCIÓN DE TAMAÑO**

Para asegurar una mayor superficie de contacto y exposición de las glándulas de aceite, se procede a picar y/o moler la materia prima.

En la figura 3-6 se presenta la molienda de la materia vegetal

Figura 3-6: Molienda de la materia vegetal



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ TAMIZADO

Una vez realizada la molienda se procede al tamizado con el objetivo de separar el tamaño de partícula a usar en el experimento de las demás partículas que no son requeridas y están presentes en el material molido.

El proceso se realiza de la siguiente manera:

- Pesar 50 gramos de materia prima.
- Cargar la materia prima pesada en el tamiz superior y asegurar el tamiz.
- Encender el tamiz vibratorio colocando la perilla de velocidad a 30 rpm y un tiempo de 10 minutos.
- Pasado el tiempo indicado se retira el seguro y se selecciona el tamiz que contenga la partícula del tamaño requerido de 1 mm y 2 mm.
- Pesar en una bandeja la materia prima del tamaño requerido.
- Realizar el tamizado hasta completar la cantidad requerida de materia prima.

En la figura 3-7 se presenta el cargado de la materia prima al tamiz vibratorio.

Figura 3-7: Cargado al tamiz vibratorio



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL

La extracción del aceite esencial de la materia vegetal se realiza en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Carrera de Ingeniería Química. El método que se utiliza es del arrastre por vapor de agua o también llamado agua-vapor (torre de destilación).

Para la extracción del aceite esencial se realiza varias pruebas donde se presenta el volumen obtenido de aceite como factor respuesta, dependiendo de la masa, tiempo de extracción y tamaño de partícula en el proceso.

En la etapa de la extracción del aceite esencial se hace uso de los siguientes equipos:

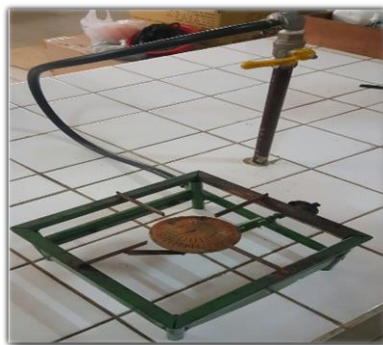
- Cocinilla
- Equipo de destilación

Cocinilla

Se emplea una cocinilla de una sola hornalla que es conectada a gas natural; también puede ser usada con GLP, que pertenece al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química, este equipo suministra el calor requerido para que el agua alcance su punto de ebullición (p.e.).

En la figura 3-8 se presenta el equipo la cocinilla a gas natural.

Figura 3-8: Cocinilla a gas natural



Fuente: Elaboración propia, 2017

Equipo de destilación

Es el recipiente donde se carga el material vegetal que se destila por arrastre de vapor de agua, también es denominado extractor, torre de destilación o alambique, generalmente es de forma cilíndrica y es instalado de forma vertical. El equipo es utilizado en la presente investigación, perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Carrera de Ingeniería Química (figura 3-9). El equipo es construido de acero inoxidable recubierto de un aislante (fibra de vidrio), con tres canastillos internos de acero inoxidable para el acopio de la materia prima.

La temperatura de operación es de 94 °C (temperatura de ebullición del agua en Tarija), que es la temperatura a la cual empieza la extracción del aceite esencial de Ruda siendo la temperatura constante. Esta es la temperatura en el interior de la cámara de extracción.

La presión de trabajo durante el proceso de extracción es de 0,94 atm que es la presión atmosférica de Tarija.

En la figura 3-9 se presenta el equipo de destilación por arrastre de vapor de agua.

Figura 3-9: Equipo de destilación por arrastre de vapor de agua



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ **CONDENSACIÓN**

Una vez que comienza la ebullición del agua dentro de la torre comienza la etapa de extracción, la mezcla de vapores de agua y el aceite esencial salen de la torre a temperaturas de 93°C-95°C. Para la condensación se hace uso del refrigerante de formato serpentín, sujetado por dos pinzas de doble nuez a dos soportes universales.

El fluido del refrigerante es agua por lo que se conecta el refrigerante por medio de mangueras de plástico a la pileta de agua.

La mezcla de vapor de agua y aceite esencial hace un intercambio de calor con la corriente fría cambiando a la fase líquida.

En la figura 3-10 se presenta el equipo de condensación tipo serpentín.

Figura 3-10: Condensador tipo serpentín



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ DECANTACIÓN

La mezcla condensada que sale del sistema de condensación se recolecta en una ampolla de separación debido a la diferencia de densidades ya que el aceite esencial es inmisible con el agua, la mezcla se va separando en dos fases, el aceite forma la capa superior y el agua la inferior.

El aceite esencial obtenido se extrae de la ampolla de separación, midiendo su volumen para calcular el rendimiento.

En la figura 3-11 se presenta la etapa de decantación en una ampolla de separación.

Figura 3-11: Decantación en una ampolla de separación



Fuente: Elaboración propia, 2017

➤ ENVASADO Y ALMACENADO

El aceite esencial obtenido es muy volátil, sensible a la luz, al aire y al calor, al igual que los demás aceites esenciales, por lo que para su envasado se usa un frasco de vidrio oscuro color ámbar y una tapa hermética a rosca, almacenándola en lugar fresco y oscuro.

En la figura 3-12 se presenta el envasado del aceite esencial de ruda obtenido.

Figura 3-12: Envasado del aceite esencial de ruda



Fuente: Elaboración propia, 2017

3.2.1 ANÁLISIS Y DEFINICIÓN DE LAS VARIABLES DE DISEÑO OPERACIÓN Y CONTROL DE PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE RUDA

Las variables o factores que influyen en el proceso de extracción de aceite esencial de Ruda por el método de arrastre con vapor de agua son los siguientes:

- **Tiempo de secado del material**

La materia prima vegetal en su estado natural genera hongos que transfieren un olor terroso mohoso al aceite, debido a la formación de ácidos grasos, por esto si el material no se procesa pronto se dispone del mismo en literas para su oreo o secado.

- **Tiempo de extracción**

En un tiempo determinado ya no sale más aceite y el vapor posterior causa el arrastre por solubilidad o emulsión del aceite, presentando una disminución en el rendimiento.

- **Factor de empaquetamiento**

Si el material queda muy suelto, el proceso termina muy pronto, presentando un alto consumo energético; si queda muy apretado, el vapor se encanala disminuyendo el rendimiento del aceite, debe de estar entre el 0,15 a 0,25% distribución en el interior del vapor.

- **Eficiencia del condensador**

Se evita realizando una purga previa a los 30 minutos de iniciado el proceso y además, manteniendo el tanque bien aislado, esto para la condensación interna.

- **Tiempo de residencia en el florentino**

Sobre todo si el diámetro es muy pequeño se produce arrastre del aceite. (Benítez D., 2016)

3.2.2 ANÁLISIS Y SELECCIÓN DE LAS VARIABLES Y LOS PARÁMETROS DE DISEÑO DE OPERACIÓN Y CONTROL DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE RUDA

De acuerdo a los factores o variables que influyen en el proceso de extracción de aceite esencial, las variables con los cuales se trabaja en la Investigación a escala laboratorio haciendo uso del equipo de destilación por arrastre de vapor de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho del Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) son:

- **Masa (g):** La cantidad de masa influye en la transferencia de calor del vapor hacia la materia vegetal; por lo tanto el desprendimiento de los aceites esenciales.
- **Tiempo de Extracción (min):** El tiempo de extracción es importante en el proceso con el objeto de obtener un mayor rendimiento del producto; la cual dependerá de la cantidad de masa.
- **Tamaño de partícula (mm):** El vapor ejerce su acción extractora en el mayor número posible de partículas. Por ello se toma en cuenta el tamaño de partícula, por cuanto más pequeño es su tamaño, mayor es la superficie expuesta y habrá más contacto vapor-líquido aumentando la extracción del aceite.

3.3 DISEÑO FACTORIAL O EXPERIMENTAL

El diseño experimental define el arreglo de los tratamientos sobre las unidades experimentales, de tal modo que se obtengan estimaciones de las opciones de interés para el investigador, con la mayor precisión posible.

Cuando se desea examinar el efecto simultáneo de varios factores, sobre una característica de estudio, se presenta el problema del diseño de tratamientos, o la experimentación factorial. Se experimentan dos tipos fundamentales de experimentos factoriales:

- **Factorial Completo**

Ensaya todas las combinaciones posibles de tratamientos que se generan con los distintos niveles de los factores de estudio

Dentro de estas factoriales, se distinguen las factoriales simétricas y las asimétricas; las primeras corresponden al mismo número de niveles de cada factor, las restantes ensayan números distintos de niveles de los factores de estudio.

- **Factorial Incompleto**

Ensayan algunas de las posibles combinaciones de tratamientos que pueden generarse

Para el desarrollo del presente Trabajo de Investigación se plantea un diseño factorial de 2 niveles y 3 factores o variables (2^3) con sus respectivas réplicas.

3.3.1 PROCEDIMIENTOS Y TÉCNICAS DEL DISEÑO FACTORIAL

3.3.1.1 DISEÑO FACTORIAL A DOS NIVELES 2^k

Estudia el efecto de la respuesta de “k” factores, cada uno en dos niveles, es por ello que se conocen como factoriales a dos niveles o 2^k , con frecuencia se califican a los niveles superior (+) e inferior (-).

El diseño factorial completo requiere que cada uno de los niveles de cada factor se dé en todos los niveles de todos los otros factores, lo que da un total de 2^k combinaciones de tratamientos.

3.3.1.2 ANÁLISIS DEL DISEÑO FACTORIAL 2^3

Planteamiento de hipótesis

H_p: No hay diferencia entre los factores

H_a: Al menos una variable es diferente de las demás

Construcción de la matriz de diseño

La matriz de diseño para $2^3 = 8$ corridas o tratamientos se presenta en la siguiente tabla III-2:

Tabla III-2: Matriz de diseño

| CORRIDA O TRATAMIENTO | COMBINACIONES | FACTORES O VARIABLES | | | RESPUESTA (Y _i) |
|-----------------------|---------------|----------------------|---|---|-----------------------------|
| | | A | B | C | |
| 1 | I | - | - | - | Y ₁₁₁ |
| 2 | A | + | - | - | Y ₂₁₁ |
| 3 | B | - | + | - | Y ₁₂₁ |
| 4 | AB | + | + | - | Y ₂₂₁ |
| 5 | C | - | - | + | Y ₁₁₂ |
| 6 | AC | + | - | + | Y ₂₁₂ |
| 7 | BC | - | + | + | Y ₁₂₂ |
| 8 | ABC | + | + | + | Y ₂₂₂ |

Fuente: Diseño y Análisis de Experimentos, 2002

Construcción de algoritmos de Yates

El método más rápido para calcular los efectos e interacciones, y proporciona seguridad el análisis de varianza posterior

Para afirmar el algoritmo de Yates de un diseño de 2^3 debe cumplir lo siguiente, lo cual se presenta en la tabla III-3:

Tabla III-3: Matriz de algoritmo de yates

| COMB. | RESPUESTA | | COLUMNA 1 | | COLUMNA 2 | | COLUMNA 3 |
|-------|---------------|--------------------------------|----------------|--------------------------------|-----------------|----------------------------------|------------------|
| 1 | $\sum Y_1$ | Y ₁ +Y ₂ | I ₁ | I ₁ +I ₂ | II ₁ | II ₁ +II ₂ | III ₁ |
| A | $\sum Y_2$ | Y ₃ +Y ₄ | I ₂ | I ₃ +I ₄ | II ₂ | II ₃ +II ₄ | III ₂ |
| B | $\sum Y_3$ | Y ₅ +Y ₆ | I ₃ | I ₅ +I ₆ | II ₃ | II ₅ +II ₆ | III ₃ |
| AB | $\sum Y_4$ | Y ₇ +Y ₈ | I ₄ | I ₇ +I ₈ | II ₄ | II ₇ +II ₈ | III ₄ |
| C | $\sum Y_5$ | Y ₂ -Y ₁ | I ₅ | I ₂ -I ₁ | II ₅ | II ₂ -II ₁ | III ₅ |
| AC | $\sum Y_6$ | Y ₄ -Y ₃ | I ₆ | I ₄ -I ₃ | II ₆ | II ₄ -II ₃ | III ₆ |
| BC | $\sum Y_7$ | Y ₆ -Y ₅ | I ₇ | I ₆ -I ₅ | II ₇ | II ₆ -II ₅ | III ₇ |
| ABC | $\sum Y_8$ | Y ₈ -Y ₇ | I ₈ | I ₈ -I ₇ | II ₈ | II ₈ -II ₇ | III ₈ |
| | $\sum Y_{ij}$ | | | | | | |

Fuente: Diseño y Análisis de Experimentos, 2002

La suma de la columna respuesta (R) $\sum Y_{ij}$ de los factores de diseño debe ser igual al primer término de la columna 3.

Análisis de la Varianza

El análisis de la varianza para los diseños 2^k se calcula a base de las siguientes fórmulas:

$n = N^\circ$ de réplicas

Suma total de cuadrados

$$SCT = \sum_{i=1} Y_{ij}^2 - \frac{(\sum Y_{ij})^2}{2^k * n} \quad (1)$$

Suma de los tratamientos o efectos

$$SS = \frac{(efecto)^2}{2^k * n} \quad (2)$$

Suma total del error

$$SSE = SCT - SS(a) - SS(b) - SS(ab) - SS(c) - SS(ac) - SS(bc) - SS(abc)$$

(3)

En la tabla III-4 se presenta el análisis de la varianza (ANOVA)

Tabla III-4: Análisis de la varianza (anova)

| FUENTE DE VARIACIÓN | SUMA DE CUADRADOS (SC) | GRADOS DE LIBERTAD (GL) | CUADRADO MEDIO (CM) | F _{cal} |
|---------------------|------------------------|-------------------------|---------------------|------------------|
| 1 | SC(T) | $2^k n - 1$ | | |
| A | SS(a) | n-1 | CM(a) | F=CM(a)/SS(E) |
| B | SS(b) | n-1 | CM(b) | F=CM(b)/SS(E) |
| AB | SS(ab) | n-1 | CM(ab) | F=CM(ab)/SS(E) |
| C | SS(c) | n-1 | CM(c) | F=CM(c)/SS(E) |
| AC | SS(ac) | n-1 | CM(ac) | F=CM(ac)/SS(E) |
| BC | SS(bc) | n-1 | CM(bc) | F=CM(bc)/SS(E) |
| ABC | SS(abc) | n-1 | CM(abc) | F=CM(abc)/SS(E) |
| | SS(E) | $2^{k-1} n$ | | |

Fuente: Diseño y Análisis de Experimentos, 2002

3.3.2 VARIABLES O PARÁMETROS DE ESTUDIO

En base al proceso seleccionado para realizar la experimentación se eligen los siguientes parámetros o variables para la misma que se muestran en la tabla III-5.

Tabla III-5: Variables o parámetros de estudio

| NIVEL | PARÁMETROS | | |
|--------------|------------|--------------------------------|--------------------------|
| | Masa (g) | Tiempo de Extracción (minutos) | Tamaño de Partícula (mm) |
| Superior (+) | 250 | 120 | 2 |
| Inferior (-) | 150 | 90 | 1 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Tomando estos datos como punto de partida se realiza un diseño factorial de 2^3 (dos niveles, tres variables)

$$N^{\circ} \text{ de variables} = 3$$

$$\text{Niveles} = 2$$

$$N^{\circ} \text{ de Experimentos} = 2^3 = 8$$

$$N^{\circ} \text{ de Experimentos} = 8$$

Como se realizaran 2 repeticiones entonces:

$$N^{\circ} \text{ de Experimentos} = 8 * 2 = 16$$

Considerando las combinaciones de estas variables se determinará cuál de ellas es la más significativa cuando se toma el volumen obtenido como variable o factor respuesta.

En las tablas III-6 y III-7 se presentan el diseño factorial y los datos del mismo.

Tabla III-6: Diseño factorial para el proceso de extracción de aceite esencial

| PRUEBA | Masa (g) | Tiempo de Extracción (minutos) | Tamaño de Partícula (mm) | VARIABLE RESPUESTA |
|--------|----------|--------------------------------|--------------------------|--------------------|
| | | | | VOLUMEN (ml) |
| 1 | -1 | -1 | -1 | |
| 2 | +1 | -1 | -1 | |
| 3 | -1 | +1 | -1 | |
| 4 | +1 | +1 | -1 | |
| 5 | -1 | -1 | +1 | |
| 6 | +1 | -1 | +1 | |
| 7 | -1 | +1 | +1 | |
| 8 | +1 | +1 | +1 | |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Tabla III-7: Datos del diseño factorial

| PRUEBA | Masa (g) | Tiempo de Extracción (minutos) | Tamaño de Partícula (mm) | VARIABLE RESPUESTA |
|--------|----------|--------------------------------|--------------------------|--------------------|
| | | | | VOLUMEN (ml) |
| 1 | 150 | 90 | 1 | |
| 2 | 250 | 90 | 1 | |
| 3 | 150 | 120 | 1 | |
| 4 | 250 | 120 | 1 | |
| 5 | 150 | 90 | 2 | |
| 6 | 250 | 90 | 2 | |
| 7 | 150 | 120 | 2 | |
| 8 | 250 | 120 | 2 | |

Fuente: Elaboración propia, 2017

3.4 CARACTERIZACIÓN DEL TIPO Y CALIDAD DEL PRODUCTO OBTENIDO: ACEITE ESENCIAL DE RUDA (*Ruta graveolens L.*)

Los análisis de caracterización y controles de calidad que se realiza al producto obtenido son el organoléptico, las propiedades físicas y el cromatográfico las cuales se detallan en el Capítulo IV del presente trabajo. A continuación se detalla la metodología para la obtención de los resultados.

3.4.1 CARACTERÍSTICAS ORGANOLÉPTICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE RUDA

Entre las características organolépticas a evaluar el producto obtenido son:

- Color
- Olor
- Aspecto

3.4.2 PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE RUDA

Las propiedades fisicoquímicas a determinar al aceite esencial de Ruda son la densidad, el índice de refracción y el análisis cromatográfico.

3.4.2.1 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD

La densidad del aceite esencial de Ruda se determina en el Laboratorio de Operaciones Unitarias perteneciente a la Carrera de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho, para lo cual se detalla el procedimiento:

- Pesar la probeta vacía de 5 ml en una balanza analítica
- Medir el volumen de aceite esencial (5 ml)
- Pesar la probeta más el aceite esencial
- Calcular la densidad del aceite esencial usando la siguiente relación de masa y volumen:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

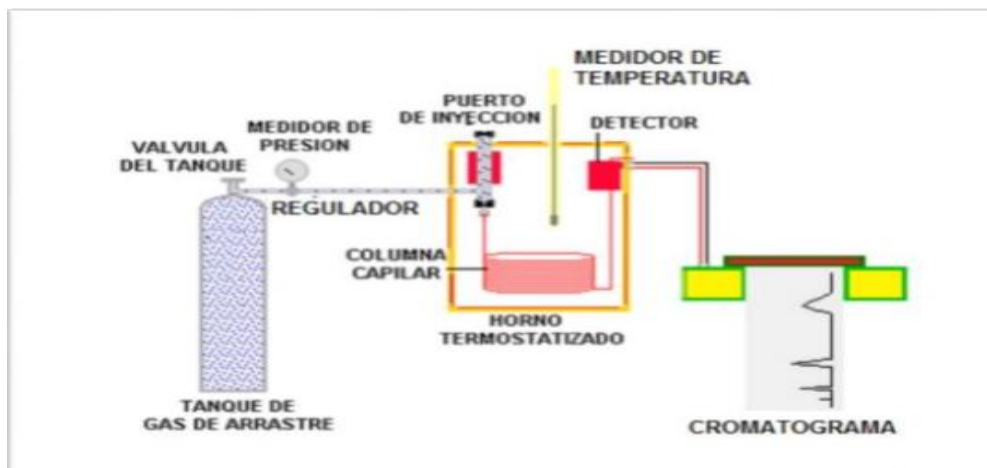
3.4.2.2 DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN

El índice de refracción es la relación de los senos de los ángulos de incidencia y refracción, al cual se la expresa con un valor numérico. Para la determinación de esta propiedad física se utiliza un refractómetro tipo ABBE perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

3.4.2.3 ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO

La cromatografía de gases es una técnica de separación de exigencia farmacopéica que puede lograr la más alta resolución de la composición química de los aceites esenciales; esta se basa principalmente en los fenómenos de partición entre una fase móvil gaseosa (helio, argón, hidrógeno, nitrógeno) y una fase estacionaria, la cual está constituida por un líquido muy viscoso que será retenido en el interior de una columna de cromatografía. Al llevar a cabo una separación cromatográfica de gases, la muestra se deberá inyectar en la cabeza de una columna para ser vaporizada. La elución se realiza mediante el flujo de una fase móvil de gas inerte, indiferentemente de la mayoría de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interactúa con las moléculas presentes en el analito, ya que su única función es transportar este último a través de la columna. En la figura 3-13 se presenta un cromatógrafo de gases. (Rojas J.K.Y., 2016)

Figura 3-13: Esquema de un cromatógrafo de gases



Fuente: Cromatografía de Gases (Rojas J.K.Y., 2016)

CAPÍTULO IV
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 RESULTADOS DE LA MATERIA PRIMA

4.1.1 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD DE LA MATERIA PRIMA

Se determina la humedad de la materia prima en estado fresco (recién recolectada) y la misma en estado seco (secado al ambiente). Para el cálculo del porcentaje de humedad se utiliza la siguiente ecuación:

$$\%H = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) * 100$$

Donde:

m_i = masa inicial de la muestra

m_f = masa final de la muestra

4.1.1.1 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD DE LA RUDA EN ESTADO FRESCO

En la tabla IV-1 se presenta el porcentaje de humedad evaporada de la materia prima en estado fresco (recién recolectada).

Tabla IV-1: % de humedad evaporada con respecto al tiempo de secado

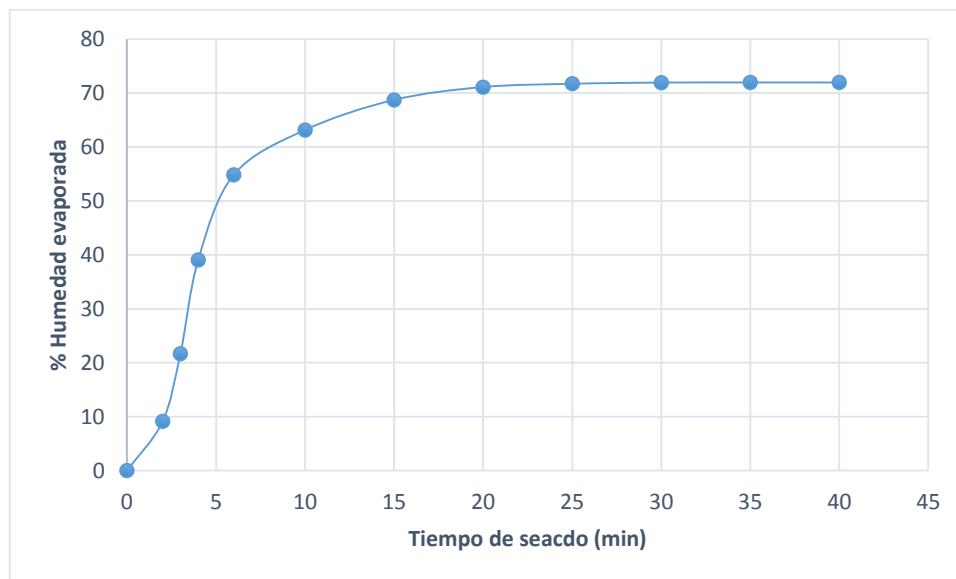
| Tiempo de secado (min) | Humedad evaporada (%) |
|------------------------|-----------------------|
| 0 | 0 |
| 2 | 9,13 |
| 3 | 21,69 |
| 4 | 39,08 |
| 6 | 54,86 |
| 10 | 63,16 |
| 15 | 68,73 |
| 20 | 71,11 |
| 25 | 71,72 |
| 30 | 71,94 |
| 35 | 71,96 |
| 40 | 71,96 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

De la tabla IV-1 el porcentaje de humedad evaporada de la Ruda ya no se incrementa a partir de los 35 minutos en adelante y permanece constante en un valor de 71,96 %.

En el gráfico 4-1 se presenta la curva del porcentaje de humedad evaporada con respecto al tiempo de secado con los datos de la tabla IV-1.

Gráfico 4-1: % Humedad evaporada vs tiempo de secado



Fuente: Elaboración propia, 2017

Por tanto, la humedad de la Ruda (*Ruta graveolens L.*) en estado fresco es de 71,96 %.

4.1.1.2 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD DE LA RUDA EN ESTADO SECO

La humedad de la Ruda (*Ruta graveolens L.*) seca que se deshidrata naturalmente a temperatura ambiente, se presenta en la tabla IV-2.

Tabla IV-2: % de humedad evaporada respecto al tiempo de secado

| Tiempo de secado (min) | Humedad evaporada (%) |
|------------------------|-----------------------|
| 0 | 0 |
| 2 | 4,32 |
| 5 | 6,95 |
| 10 | 8,65 |
| 15 | 8,91 |
| 20 | 9,05 |

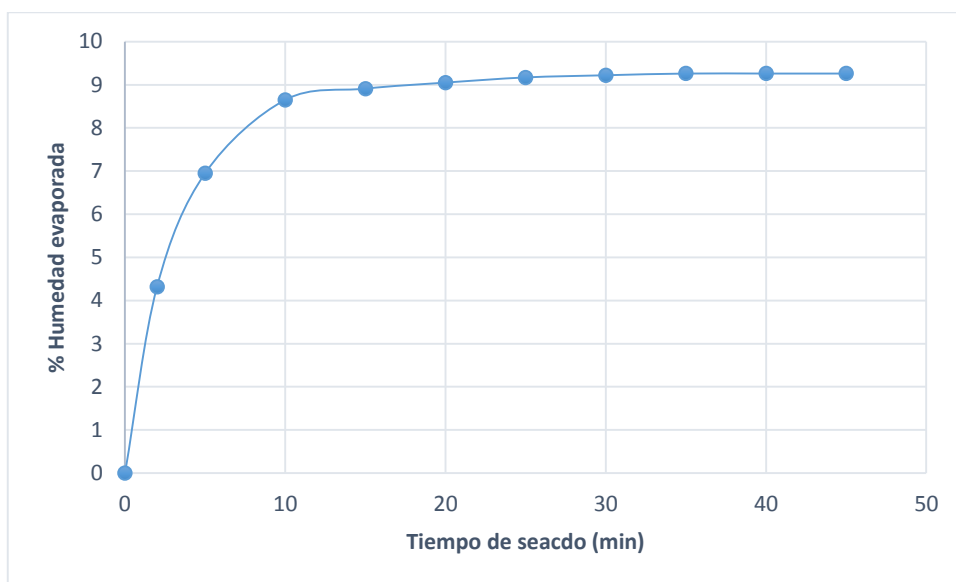
| | |
|----|------|
| 25 | 9,17 |
| 30 | 9,22 |
| 35 | 9,26 |
| 40 | 9,26 |
| 45 | 9,26 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

De la tabla IV-2 el porcentaje de humedad evaporada de la Ruda seca ya no incrementa a partir de los 35 minutos y permanece constante a partir de los 35 minutos, con un valor de 9,26 %.

En el gráfico 4-2 se presenta la curva del porcentaje de humedad evaporada con respecto al tiempo de secado con los datos de la tabla IV-2.

Gráfico 4-2: % Humedad evaporada vs tiempo de secado



Fuente: Elaboración propia, 2017

Por lo tanto la humedad remanente de la Ruda (*Ruta graveolens L.*) seca (secado al ambiente) es de 9,26 %.

4.2 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

El análisis granulométrico se realiza en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Se sometió a análisis una muestra de 50 gramos de Ruda; el análisis se realizó según el procedimiento descrito en la sección 2.1.3.

Los datos obtenidos se presentan en la tabla IV-3, la cual muestra los resultados finales del análisis.

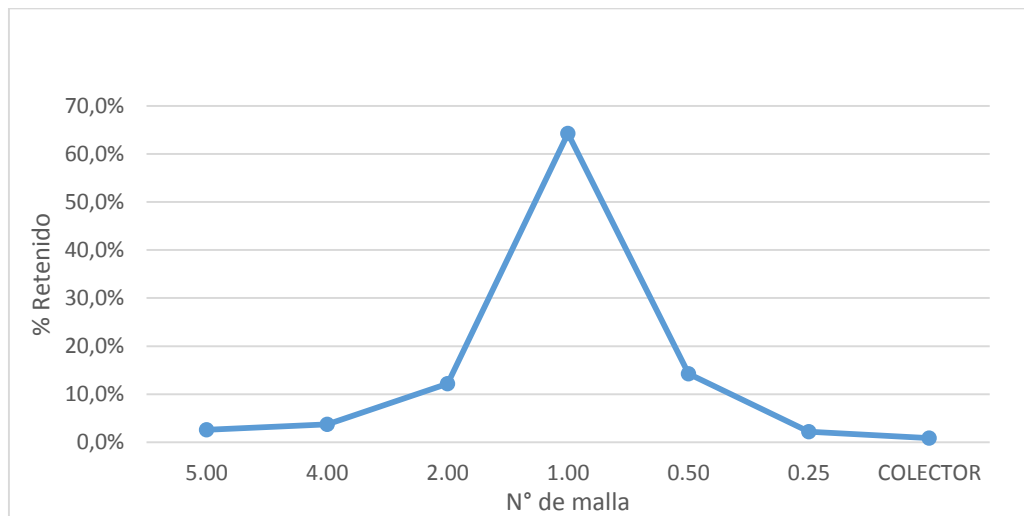
Finalmente, la gráfica 4-3 muestra la relación número de malla y el porcentaje retenido.

Tabla IV-3: Datos del análisis granulométrico

| Abertura malla (mm) | Peso Malla (g) | Peso Malla con Muestra (g) | Peso Retenido (g) | % de Retenido |
|----------------------------------|-----------------------|-----------------------------------|--------------------------|----------------------|
| 5,00 | 494,43 | 495,72 | 1,29 | 2,58 |
| 4,00 | 456,34 | 458,20 | 1,86 | 3,72 |
| 2,00 | 435,49 | 441,59 | 6,10 | 12,20 |
| 1,00 | 434,55 | 466,67 | 32,12 | 64,24 |
| 0,50 | 444,76 | 451,87 | 7,11 | 14,22 |
| 0,25 | 416,94 | 418,04 | 1,10 | 2,20 |
| Colector | 464,94 | 465,36 | 0,42 | 0,84 |
| Masa cargada al tamiz vibratorio | | | 50,00 g | |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Gráfico 4-3: N° de malla vs % retenido



Fuente: Elaboración propia, 2017

En el gráfico se observa que el mayor porcentaje de partículas rechazadas es de 1 mm (64,24 %), es decir, partículas de 2 mm de diámetro; el segundo porcentaje más alto es en el tamiz de 0,5 mm (14,22 %) que corresponde a partículas de 1 mm de diámetro y el tercer porcentaje más alto es en el tamiz de 2 mm (12,20 %) que corresponde a partículas de 4 mm de diámetro.

Los niveles que se emplean en el diseño factorial son las partículas de tamaño de 1 mm y 2 mm que son objeto de estudio en el presente trabajo, ya que, como se señala en el Capítulo III, las pruebas preliminares realizadas muestran que en ese rango de tamaño de partículas se obtiene un mayor volumen de aceite esencial y que con estos tamaños de partícula se tendrá un buen contacto entre la materia prima y el vapor generado en la torre de destilación y así obtener un buen rendimiento en el proceso de extracción de aceite esencial.

4.3 RESULTADOS OBTENIDOS EN LA FASE EXPERIMENTAL

El diseño factorial realizado ayuda a encontrar las variables más significativas para llevar a cabo el proceso de extracción y el tratamiento que da mejores resultados.

Para el diseño realizado se toma como rendimiento el volumen obtenido como variable respuesta de cada combinación (m , $t_{\text{extracción}}$, $T_{\text{partícula}}$).

En la tabla IV-4 se presenta los resultados de las variables del proceso de extracción, tomando en cuenta como variable respuesta el volumen obtenido.

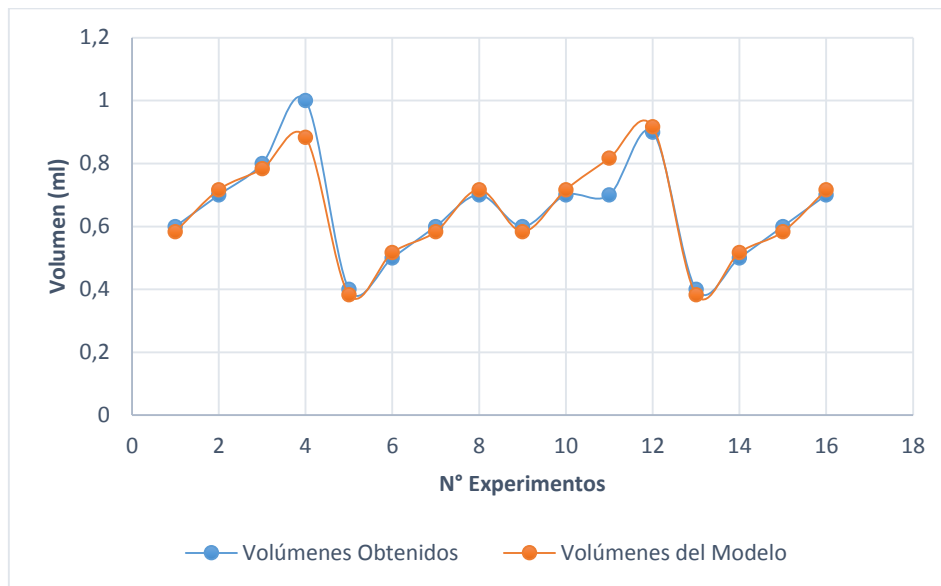
Tabla IV-4: Datos experimentales del diseño factorial

| PRUEBA | m (g) | $t_{\text{extracción}}$ (min) | $T_{\text{partícula}}$ (mm) | VARIABLE RESPUESTA |
|----------------|-------|----------------------------------|--------------------------------|-----------------------|
| | | | | Volumen (ml) |
| 1 | 150 | 90 | 1 | 0,6 |
| 2 | 250 | 90 | 1 | 0,7 |
| 3 | 150 | 120 | 1 | 0,8 |
| 4 | 250 | 120 | 1 | 1,0 |
| 5 | 150 | 90 | 2 | 0,4 |
| 6 | 250 | 90 | 2 | 0,5 |
| 7 | 150 | 120 | 2 | 0,6 |
| 8 | 250 | 120 | 2 | 0,7 |
| RÉPLICA | | | | |
| 9 | 150 | 90 | 1 | 0,6 |
| 10 | 250 | 90 | 1 | 0,7 |
| 11 | 150 | 120 | 1 | 0,7 |
| 12 | 250 | 120 | 1 | 0,9 |
| 13 | 150 | 90 | 2 | 0,4 |
| 14 | 250 | 90 | 2 | 0,5 |
| 15 | 150 | 120 | 2 | 0,6 |
| 16 | 250 | 120 | 2 | 0,7 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

A continuación, en el gráfico 4-4, se presenta las oscilaciones que se obtienen en el proceso de extracción para las distintas variables del diseño factorial con respecto al factor o variable respuesta Volumen (ml).

Gráfico 4-4: Volumen (ml) vs n° experimentos



Fuente: Elaboración propia, 2017

4.3.1 CÁLCULO DEL ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)

El análisis de varianza muestra las variables principales que influyen en el proceso de extracción, en función de la variable respuesta (volumen). Asimismo se observa la influencia de todas las posibles interacciones en el rendimiento y la significancia de los mismos.

En la tabla IV-5 se presenta los datos con los cuales se realiza el cálculo del análisis de varianza (ANOVA) de un diseño 2^3 .

Tabla IV-5: Datos para el cálculo de análisis de varianza

| m (g) | t _{extracción} (min) | T _{partícula} (mm) | VARIABLE RESPUESTA |
|-------|-------------------------------|-----------------------------|--------------------|
| | | | Volumen (ml) |
| -1 | -1 | -1 | 0,6 |
| +1 | -1 | -1 | 0,7 |
| -1 | +1 | -1 | 0,8 |
| +1 | +1 | -1 | 1,0 |
| -1 | -1 | +2 | 0,4 |
| +1 | -1 | +2 | 0,5 |
| -1 | +1 | +2 | 0,6 |
| +1 | +1 | +2 | 0,7 |
| -1 | -1 | -1 | 0,6 |
| +1 | -1 | -1 | 0,7 |
| -1 | +1 | -1 | 0,7 |
| +1 | +1 | -1 | 0,9 |
| -1 | -1 | +2 | 0,4 |
| +1 | -1 | +2 | 0,5 |
| -1 | +1 | +2 | 0,6 |
| +1 | +1 | +2 | 0,7 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

En la tabla IV-6 se muestra las variables del diseño experimental y el número de experiencias para cada variable que registra el programa y que fueron las que se realiza a lo largo de la parte experimental de la presente investigación para un diseño de 2^3 con dos repeticiones un total de 16 experiencias.

Tabla IV-6: Factores inter-sujetos

| | | N |
|----------------------|----|---|
| Masa | -1 | 8 |
| | 1 | 8 |
| Tiempo de extracción | -1 | 8 |
| | 1 | 8 |
| Tamaño de partícula | -1 | 8 |
| | 1 | 8 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

La tabla IV-7 detalla el análisis de varianza aplicado al diseño experimental del presente trabajo de investigación.

Tabla IV-7: Análisis de varianza para el proceso de extracción (anova)

| Origen | Suma de Cuadrados tipo III | gl | Media Cuadrática | F | Significancia |
|--------------------------------------|----------------------------|----|------------------|----------|---------------|
| Modelo | 0,387 ^a | 6 | 0,065 | 46,500 | 0,000 |
| Intersección | 6,760 | 1 | 6,760 | 4867,200 | 0,000 |
| m | 0,062 | 1 | 0,062 | 45,000 | 0,000* |
| t _{extr} | 0,160 | 1 | 0,160 | 115,200 | 0,000* |
| T _{part} | 0,160 | 1 | 0,160 | 115,200 | 0,000* |
| m-t _{extr} | 0,002 | 1 | 0,002 | 1,800 | 0,213 |
| m-T _{part} | 0,003 | 1 | 0,003 | 1,800 | 0,213 |
| t _{extr} -T _{part} | 0,000 | 1 | 0,000 | 0,000 | 1,000 |
| Error | 0,013 | 9 | 0,001 | | |
| Total | 7,160 | 16 | | | |
| Total corregida | 0,400 | 15 | | | |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Nota: (a) R cuadrado = 0,969 (R cuadrado corregida = 0,948) (*) Significativos

Análisis de la tabla ANOVA

- Para la variable “*masa*”, los valores de significancia son menores a 0,05; por lo tanto, se acepta la hipótesis planteada ya que se comprueba estadísticamente la variación en el factor para un límite de confianza del 95%.
- Para la variable “*tiempo de extracción*”, los valores de significancia son menores a 0,05; por lo tanto, se acepta la hipótesis planteada ya que se comprueba estadísticamente la variación en el factor para un límite de confianza de 95%.
- Para la variable “*tamaño de partícula*”, los valores de significancia son menores a 0,05; por lo que se acepta la hipótesis planteada ya que se comprueba estadísticamente la variación en el factor para un límite de confianza de 95%.
- Para las intersecciones “*m-t_{extr}*”, “*m-T_{part}*”, “*t_{extr}-T_{part}*” se tiene que los valores de significancia son mayores a 0,05; por lo tanto, se rechaza la hipótesis planteada para el límite de confianza del 95%.

Por lo tanto, las variables *masa*, *tiempo de extracción* y *tamaño de partícula* influyen de manera significativa en el modelo experimental y serán las variables utilizadas para realizar el cálculo del modelo matemático que posee el diseño factorial. Para la determinación del modelo matemático no se descarta ninguna variable por lo que en la tabla IV-8 se observa los valores introducidos.

Tabla IV-8: Variables introducidas/eliminadas

| Modelo | Variables introducidas | Variables eliminadas | Método |
|--------|------------------------|----------------------|------------|
| 1 | T _{part} | -- | Introducir |
| | T _{extr} | -- | |
| | m ^a | -- | |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Nota: (a) = Todas las variables solicitadas introducidas

En consecuencia, la tabla IV-9 muestra los coeficientes del modelo matemático que genera el programa SPSS 17.0 con el diseño experimental realizado.

Tabla IV-9: Coeficientes del modelo

| Modelo | Coeficientes no estandarizados | | Coeficientes tipificados | t | Sig. | Intervalo de confianza de 95.0% para B | |
|-------------------|--------------------------------|------------|--------------------------|---------|-------|--|-----------------|
| | B | Error tip. | Beta | | | Límite inferior | Límite superior |
| 1 (Constante) | 0,650 | 0,010 | | 68,084 | 0,000 | 0,629 | 0,671 |
| m | 0,062 | 0,010 | 0,395 | 6,547 | 0,000 | 0,042 | 0,083 |
| t _{extr} | 0,100 | 0,010 | 0,632 | 10,474 | 0,000 | 0,079 | 0,121 |
| T _{part} | -0,100 | 0,010 | -0,632 | -10,474 | 0,000 | -0,121 | -0,079 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Nota: (a) = Variable dependiente: Rend

$$Rend = 0,650 + 0,062m + 0,100t_{extr} - 0,100T_{part}$$

Del análisis estadístico se concluye que las variables *masa*, *tiempo de extracción* y *tamaño de partícula* son significativas en el proceso de extracción de aceite.

4.4 VOLÚMENES OBTENIDOS EN EL DISEÑO EXPERIMENTAL

Se realiza un análisis de los volúmenes obtenidos en el diseño experimental en relación al tamaño de la partícula y de la masa de las muestras utilizadas en el proceso.

4.4.1 TAMAÑO vs VOLUMEN OBTENIDO

En desarrollo de la parte experimental se trabaja con dos tamaños de muestra de 1 mm y 2 mm

A continuación, en la tabla IV-10, se presenta los datos de volumen obtenido y el tiempo de extracción del aceite esencial de Ruda tomando en cuenta los dos tamaños de muestra, usando los datos de la primera repetición con 250 gr.

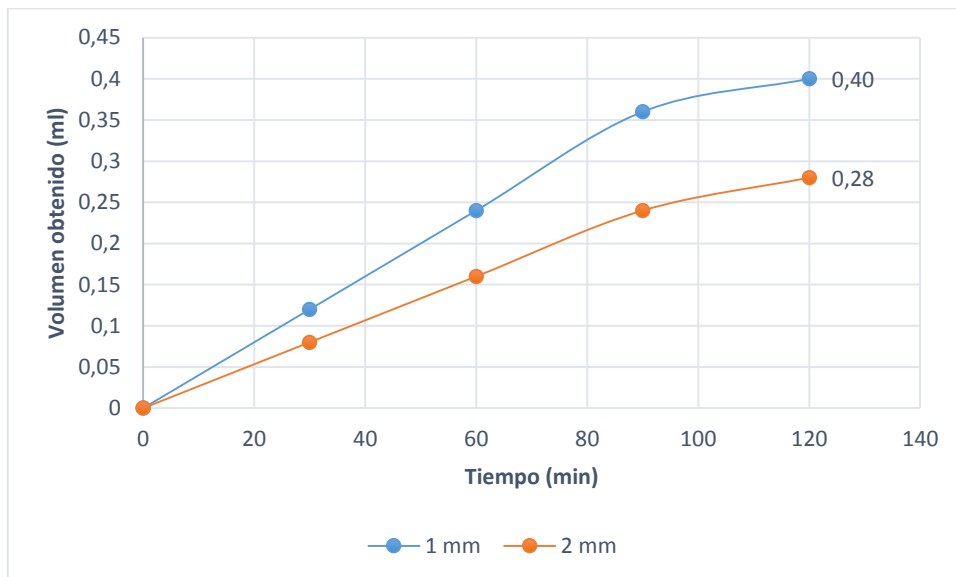
Tabla IV-10: Datos de rendimiento a los dos tamaños de muestra

| Tamaño (mm) | Tiempo (min) | Volumen obtenido (ml) (por 250 g de muestra) | Volumen obtenido(ml) (por 100 g de muestra) |
|-------------|--------------|--|---|
| 1 | 0 | 0 | 0 |
| | 30 | 0,3 | 0,12 |
| | 60 | 0,6 | 0,24 |
| | 90 | 0,9 | 0,36 |
| | 120 | 1,0 | 0,40 |
| 2 | 0 | 0 | 0 |
| | 30 | 0,2 | 0,08 |
| | 60 | 0,4 | 0,16 |
| | 90 | 0,6 | 0,24 |
| | 120 | 0,7 | 0,28 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Posteriormente se presenta la gráfica 4-5 realizando una comparación del volumen obtenido con los tamaños de muestra respecto al tiempo.

Gráfica 4-5: Tamaño de muestra vs volumen obtenido



Fuente: Elaboración propia, 2017

A un tamaño de 2 mm el volumen obtenido es menor en cualquiera de los intervalos de tiempo por lo cual es recomendable trabajar con un tamaño de muestra de 1 mm ya que se obtiene mayores volúmenes, siendo el volumen de 0,35 ml a un tamaño de 2 mm y de 0,50 ml a un tamaño de 1 mm

4.4.2 MASA vs VOLUMEN OBTENIDO

Esta variable presenta dos niveles que son 150 g y 250 g y con las cuales se realiza el proceso de extracción.

Tomando los datos de la primera repetición de 1 mm de tamaño de muestra se construye la tabla IV-11.

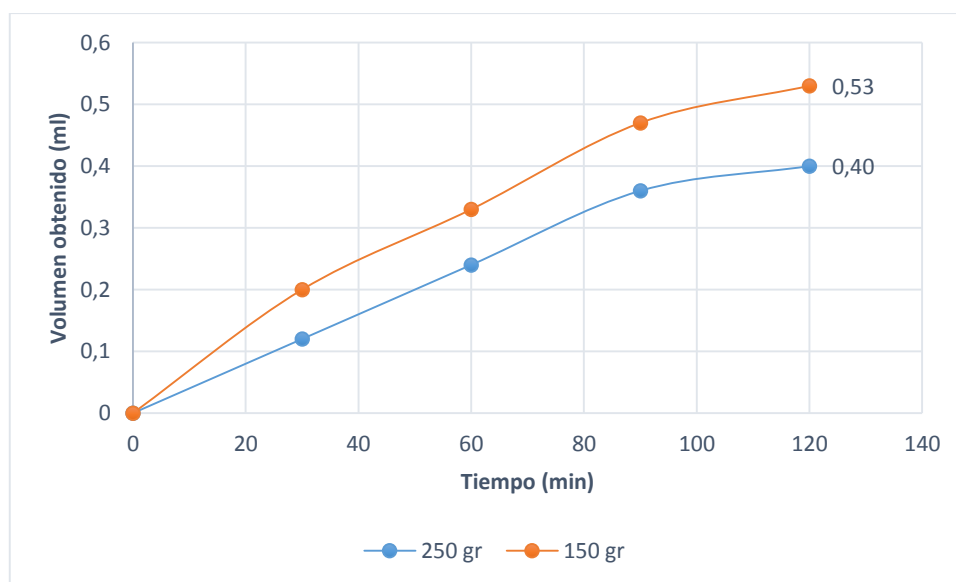
Tabla IV-11: Datos de volumen obtenido con relación a las masas

| Masa (g) | Tiempo (min) | Volumen obtenido (ml) (a 1 mm de tamaño) | Volumen obtenido (ml) (por 100 g de muestra) |
|----------|--------------|---|---|
| 150 | 0 | 0 | 0 |
| | 30 | 0,30 | 0,20 |
| | 60 | 0,50 | 0,33 |
| | 90 | 0,70 | 0,47 |
| | 120 | 0,80 | 0,53 |
| 250 | 0 | 0 | 0 |
| | 30 | 0,3 | 0,12 |
| | 60 | 0,6 | 0,24 |
| | 90 | 0,9 | 0,36 |
| | 120 | 1,0 | 0,40 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

En la gráfica 4-6 se presenta el volumen obtenido vs tiempo en relación con la masa

Gráfica 4-6: Masa vs volumen obtenido



Fuente: Elaboración propia, 2017

En la gráfica se observa que hay mayores volúmenes con una masa de 150 g en cualquiera de los intervalos de tiempo. Con 150 g el volumen es de 0,53 ml y con 250 g el volumen es de 0,40 ml, volúmenes obtenidos por cada 100 g de muestra.

4.4.3 CÁLCULO DEL RENDIMIENTO DE OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE RUDA

Para el cálculo del rendimiento del aceite esencial de Ruda se aplica la siguiente expresión:

$$R = \frac{\text{masa}_{\text{aceite esencial}}}{\text{masa}_{\text{ruda}}} * 100$$

Para el cálculo del rendimiento se toma en cuenta la mejor extracción de aceite esencial de Ruda obtenida la cual se presenta en la tabla IV-12.

Tabla IV-12: Datos para el cálculo de rendimiento

| Masa (g) | Densidad del aceite (g/ml) | Volumen de aceite obtenido (ml) |
|----------|----------------------------|---------------------------------|
| 250 | 0,8655 | 1,0 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Con estos datos se obtiene la masa del aceite esencial obtenida con la siguiente relación:

$$m = \rho * V = (0,8655 \text{ g/ml}) * 1 \text{ ml} = 0,8655 \text{ g}$$

Con este dato de masa de aceite se procede al cálculo del rendimiento.

$$R = \frac{0,8655 \text{ g}}{250 \text{ g}} * 100 = 0,34 \% \quad (\text{Rendimiento } \text{masa}/\text{masa})$$

A continuación, en la tabla IV-13, se presenta los rendimientos obtenidos por otros trabajos del aceite esencial de Ruda comparados con el obtenido en la ciudad de Tarija.

Tabla IV-13: Comparación de resultados de rendimiento por otros autores

| | | | | |
|------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|
| AUTORES | Huarachi D.E., 2017 (Tarija-Bolivia) | Castro A. y Col., 2011 (Tarma-Perú) | Pino O. y Col., 2014 (Habana-Cuba) | Ruiz C. y Col., 2015 (Lima-Perú) |
| RENDIMIENTO (%) | 0,34 | 0,30 | 0,30 | 0,27 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

En la tabla se observa que el rendimiento obtenido en la presente investigación es 0,34 % que es mayor que de otros autores o trabajos elaborados.

Esto se debe a varios factores, como ser, la procedencia de la planta (país y su posición sobre el nivel del mar), la abundancia, el hábitat, época de la cosecha, edad de la planta y el tipo de suelo en donde fueron cultivados. (Naveda G.F., 2010)

En el presente trabajo, la Ruda ha sido recolectada y cosechada en la estación primaveral entre los meses de septiembre y octubre del año 2017 en el inicio de la floración de la planta.

4.5 RELACIÓN DEL TIEMPO DE EXTRACCIÓN CON RESPECTO AL VOLUMEN DE ACEITE ESENCIAL OBTENIDO

Dentro del proceso de extracción se observa que el tiempo influye en la cantidad de volumen obtenido, razón por la cual se hace un análisis del tiempo de extracción con respecto al volumen de aceite esencial extraído.

En la tabla IV-14 se presenta los datos del tiempo con relación al volumen obtenido.

Tabla IV-14: Relación de los tiempos con respecto a volúmenes obtenidos

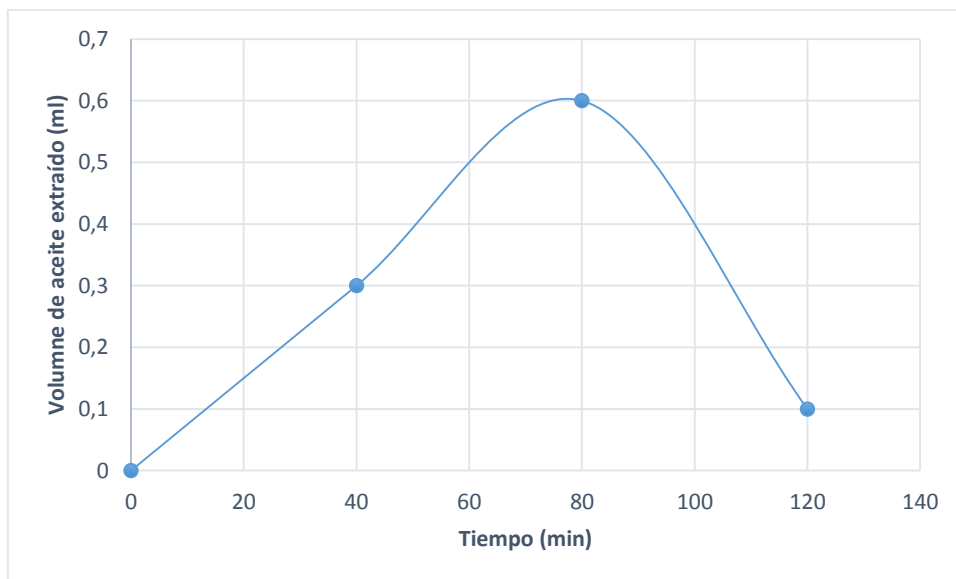
| Tiempo (min) | Volumen de aceite (ml) | Volumen acumulado (ml) |
|---------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 40 | 0,30 | 0,30 |
| 80 | 0,60 | 0,90 |
| 120 | 0,10 | 1,00 |

Fuente: Elaboración propia, 2017

En el minuto 80 se obtiene un volumen mayor de aceite esencial, pero al minuto 120 la cantidad de extracción disminuye, lo que significa que la materia prima presenta un agotamiento a las dos horas de iniciado el proceso.

A continuación se presenta la gráfica 4-7 con los datos de la tabla IV-14.

Gráfica 4-7: Volumen de aceite extraído vs tiempo de extracción



Fuente: Elaboración propia, 2017

De la curva de volumen de aceite extraído se concluye que hasta el minuto 40 se extrae 0,3 ml de aceite esencial lo que representa un 30 % del total extraído. Del minuto 40 hasta el minuto 80 se extrae 0,6 ml el cual representa un 60 %; obteniéndose un mayor volumen desde el minuto cero hasta ese momento: 90 % del total extraído, hasta alcanzar un volumen de extracción total de 1,0 ml al minuto 120, lo que indica que el mayor volumen de aceite obtenido es a los 80 minutos.

4.6 RESULTADOS ANALÍTICOS DEL PRODUCTO OBTENIDO

4.6.1 ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

En la tabla IV-15 se presenta los resultados organolépticos del aceite esencial de Ruda obtenidos en el proceso de extracción.

Tabla IV-15: Análisis organoléptico

| PARÁMETRO | TÉCNICA y/o MÉTODO DE ENSAYO | RESULTADO |
|-----------|------------------------------|----------------|
| Color | Sensorial | Amarillento |
| Olor | Sensorial | Característico |
| Aspecto | Sensorial | Límpido |

Fuente: Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID), 2017

4.6.2 ANÁLISIS FISICOQUÍMICO

En la tabla IV-16 se presentan los datos del análisis fisicoquímico del aceite esencial.

Tabla IV-16: Análisis fisicoquímico

| DENSIDAD | | | |
|------------------------------|--------|---------------------|-----------|
| PARÁMETRO | UNIDAD | RELACIÓN DE CÁLCULO | RESULTADO |
| Densidad | g/ml | $\rho = m/V$ | 0,8655 |
| ÍNDICE DE REFRACCIÓN | | | |
| PARÁMETRO | UNIDAD | LECTURAS | RESULTADO |
| Índice de refracción a 23 °C | -- | 1,4274 | 1,4280 |
| | | 1,4276 | |
| | | 1,4291 | |

Fuente: Elaboración propia, 2017

Para la veracidad de los datos obtenidos se realiza un análisis en el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID), el cual presenta los siguientes resultados en la tabla IV-17.

Tabla IV-17: Análisis fisicoquímico-CEANID

| PARÁMETRO | TÉCNICA y/o MÉTODO DE ENSAYO | UNIDAD | RESULTADO |
|-----------------------------|------------------------------|--------|-----------|
| Densidad (20°C) | NB 230:1999 | g/ml | 0,8309 |
| Índice de Refracción (20°C) | NB 34003:06 | -- | 1,4325 |

NB: Norma Boliviana

Fuente: Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID), 2017

4.6.3 ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO

El análisis cromatográfico para el aceite esencial de Ruda obtenido, se realiza en el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID) perteneciente a la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho (U.A.J.M.S.), a objeto de determinar la composición química del aceite esencial.

En la tabla IV-18 se presenta los resultados de la composición química del aceite esencial de la ruda.

Tabla IV-18: Resultados del análisis cromatográfico

| ITEM | COMPUESTO | TIEMPO DE RETENCIÓN (min) | ABUNDANCIA (%) |
|--------------|----------------------|---------------------------|----------------|
| 1 | 2-Nonanona | 11,672 | 16,807 |
| 2 | 2-Decanona | 13,633 | 2,618 |
| 3 | 2-Octanol acetato | 14,409 | 12,741 |
| 4 | 2-Undecanona | 15,454 | 64,030 |
| 5 | 2-Dodecanona | 16,666 | 1,970 |
| 6 | 2-Acetoxytridecanona | 17,738 | 1,830 |
| TOTAL | | | 100 |

Fuente: Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID), 2017

En la tabla IV-18 se observa que los mayores componentes son el 2-Nonanona con 16,807 % y el 2-Undecanona con 64,030 %, los cuales comparándolos con los datos de los autores como Meccia y Col., 2008 (2-Nonanona 33,5 %, 2-Undecanona 43 %), Ruiz C. y Col., 2015 (2-Nonanona 28,96 %, 2-Undecanona 40,88 %) y Rojas J.K.Y., 2016 (2-Nonanona 47,94 %, 2-Undecanona 41,18 %) son distintos a los obtenidos; esto se debe a las diferencias intrínsecas del material vegetal y a las condiciones

agroclimáticas, como por ejemplo, la época de cosecha, la edad de la planta, la variedad y el tipo de cultivo.

Del análisis realizado se concluye que los componentes de mayor abundancia obtenidos coinciden con los autores mencionados quienes señalan que los componentes de mayor abundancia son el 2-Nonanona y el 2-Undecanona.

4.7 BALANCE DE MATERIA Y ENERGÍA

Los balances de materia y energía son una contabilidad de entradas y salidas de materia y energía de un proceso. Los balances, se basan en las leyes de la conservación de la masa y energía.

Los cálculos a realizar a continuación son estimados con los mejores resultados obtenidos en la prueba experimental, las cuales se presentan en la tabla IV-19.

Tabla IV-19: Datos para el balance de materia y energía

| DATOS | VALOR | UNIDAD |
|--|----------|------------|
| Densidad del H ₂ O (22 °C) | 0,9966 | g/ml |
| Densidad del aceite (22 °C) | 0,865543 | g/ml |
| Volumen de H ₂ O inicial | 4500 | ml |
| Temperatura de H ₂ O inicial | 23 | °C |
| Tiempo de calentamiento | 21 | min |
| Tiempo de extracción | 120 | min |
| Masa de la materia vegetal inicial | 250 | g |
| Masa de la materia vegetal (después del destilado) | 298,8 | g |
| Tamaño de partícula (mayor rendimiento) | 1 | mm |
| Temperatura Inicial del H ₂ O | 22 | °C |
| Temperatura en la entrada del condensador | 21 | °C |
| Temperatura en la salida del condensador | 23 | °C |
| Temperatura de vapor | 94 | °C |
| Temperatura de condensados | 25 | °C |
| Volumen de condensados | 2001 | ml |
| Volumen de H ₂ O condensado | 2000 | ml |
| Volumen de aceite condensado | 1,0 | ml |
| Caudal de H ₂ O refrigeración | 114,93 | ml/s |
| Calor específico del H ₂ O | 1 | kcal/kg °C |

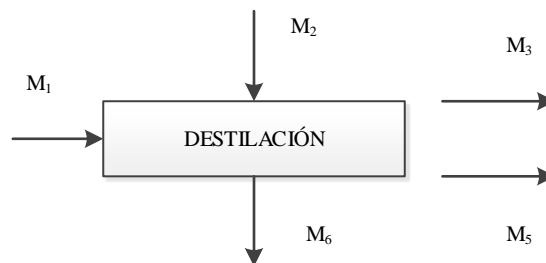
Fuente: Elaboración propia, 2017

4.7.1 BALANCE DE MATERIA EN LA OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE RUDA

4.7.1.1 BALANCE DE MATERIA EN LA TORRE DE DESTILACIÓN

En la figura 4-1 se presenta el diagrama de bloque en la etapa de destilación.

Figura 4-1: Balance de materia en la etapa de destilación



Donde:

M_1 = Masa de agua inicial cargado a la torre (kg)

M_2 = Masa de materia vegetal cargada a la torre (kg)

M_3 = Masa residual vegetal (kg)

M_4 = Masa de agua retenida en el residuo (kg)

M_5 = Masa de agua residual en la torre (kg)

M_6 = Masa de vapor y aceite (kg)

M_7 = Masa del condensado (agua + aceite esencial) (kg)

M_8 = Masa de agua condensada (kg)

M_9 = Masa de aceite esencial condensado (kg)

Balance Global:

$$M_1 + M_2 = M_3 + M_5 + M_6 \quad \text{Ec. (4.1)}$$

Masa de agua inicial cargado a la torre de destilación

$$m_{\text{agua cargado a la torre}} = V_{\text{agua cargado a la torre}} * \rho_{\text{agua}} = 4500 \text{ ml} * 0,9966 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua cargado a la torre}} = 4500 \text{ ml} * 0,9966 \frac{\text{gr}}{\text{ml}} = 4484,70 \text{ g}$$

Masa de agua condensada

$$m_{\text{agua condensada}} = V_{\text{agua condensada}} * \rho_{\text{agua}} = 2000 \text{ ml} * 0,9966 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{agua condensada}} = 2000 \text{ ml} * 0,9966 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 1993,20 \text{ g}$$

Masa de aceite esencial condensado

$$m_{\text{aceite condensado}} = V_{\text{aceite condensado}} * \rho_{\text{aceite}} = 1 \text{ ml} * 0,865543 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

$$m_{\text{aceite condensado}} = 1 \text{ ml} * 0,865543 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 0,865543 \text{ g}$$

Teniendo la masa de agua que se condensa, el agua retenida en el residuo (MR), la masa de agua que se carga en la torre de destilación y la masa de aceite esencial obtenida se procede a calcular la masa de agua que queda en la torre después del proceso de destilación.

$$M_1 = M_5 + M_8 + M_9 + MR \quad \text{Ec. (4.2)}$$

Donde MR es la masa de agua retenida en el residuo después del proceso de destilación; y su valor es 48,8 g (0,0488 kg)

$$M_5 = M_1 - M_8 - M_9 - MR$$

$$M_5 = 4484,70 \text{ g} - 1993,20 \text{ g} - 0,86554 \text{ g} - 48,80 \text{ g}$$

Masa de agua residual que queda en la torre de destilación:

$$M_5 = 2441,83 \text{ g}$$

Teniendo el dato M_5 se calcula el M_6 (masa de vapor y aceite) de la ecuación Ec. (4.1), la masa residual vegetal después del destilado es de 298,8 g (0,2488 kg).

$$M_6 = M_1 + M_2 - M_3 - M_5$$

$$M_6 = 4484,70 \text{ g} + 250 \text{ g} - 298,8 \text{ g} - 2441,83 \text{ g}$$

Masa de vapor y aceite esencial a la salida de la torre de destilación:

$$M_6 = 1994,07 \text{ g}$$

4.7.1.2 BALANCE DE MATERIA EN LA CONDENSACIÓN

En la figura 4-2 se presenta el diagrama de bloque en la etapa de condensación.

Figura 4-2: Balance de materia en la etapa de condensación



En esta etapa no se gana ni se pierde masa; por lo que la cantidad de M_6 es igual a la de M_7 .

Por tanto:

$$M_6 = M_7$$

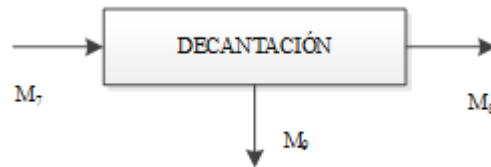
Masa de condensados después de la condensación:

$$M_7 = 1994,07 \text{ g}$$

4.7.1.3 BALANCE DE MATERIA EN LA DECANTACIÓN

En la decantación se realiza una separación de fases; en la figura 4-3 se presenta el diagrama de bloques en la etapa de decantación.

Figura 4-3: Balance de materia en la etapa decantación



Balance Global:

$$M_7 = M_8 + M_9 \quad \text{Ec. (4.3)}$$

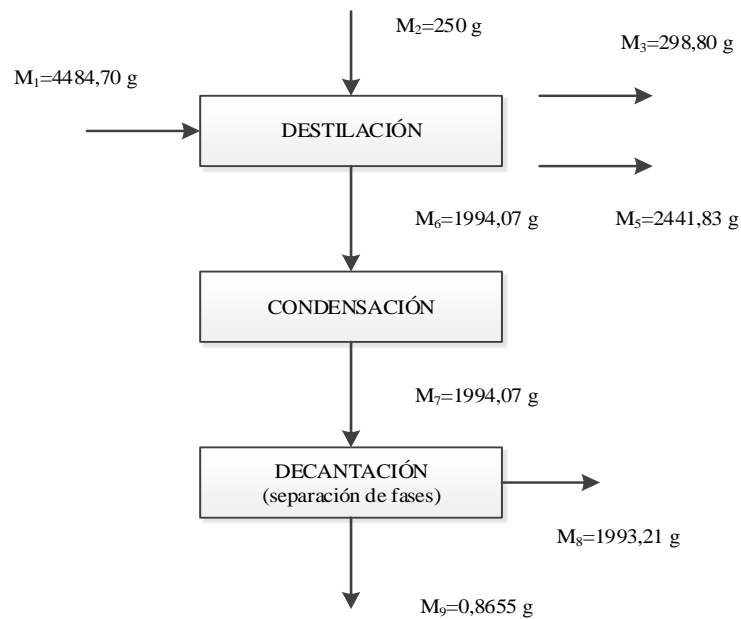
Masa de agua condensada:

$$M_8 = M_7 - M_9 = 1994,07 \text{ g} - 0,8655 \text{ g}$$

$$M_8 = 1993,21 \text{ g}$$

En la figura 4-4 se presenta el resumen del balance de materia de la obtención de aceite esencial de la Ruda.

Figura 4-4: Resumen del balance de materia



Fuente: Elaboración propia, 2017

La masa de vapor generado en la torre de destilación es el siguiente:

$$V_{vapor} = V_{agua\ inicial\ cargado\ a\ la\ torre} - V_{agua\ residual\ en\ la\ torre} \quad Ec. (4.4)$$

$$V_{agua\ residual\ en\ la\ torre} = \frac{m_{agua\ residual\ en\ la\ torre}}{\rho_{agua}} = \frac{2441,83\ g}{0,9966\ g/ml}$$

$$V_{agua\ residual\ en\ la\ torre} = \frac{2441,83\ g}{0,9966\ g/ml} = 2450,16\ ml$$

$$V_{vapor} = 4500\ ml - 2450,16\ ml = 2049,84\ ml$$

$$m_{vapor} = V_{vapor} * \rho_{agua} = 2049,84\ ml * 0,9966\ \frac{g}{ml} = 2042,87\ g$$

$$m_{vapor} = 2,0429\ kg$$

El flujo de vapor en la torre de destilación es el siguiente:

$$F_{vapor} = \frac{m_{vapor}}{t} \quad Ec. (4.5)$$

$$F_{vapor} = \frac{2,0429\ kg}{120\ min * \frac{60\ s}{1\ min}} = \frac{2,0429\ kg}{7200\ s}$$

$$F_{vapor} = 2,84 * 10^{-4}\ kg/s$$

4.7.2 BALANCE DE ENERGÍA EN LA OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE RUDA

En el proceso de extracción de aceite esencial de Ruda existen tres etapas: la de calentamiento, la de generación de vapor y la condensación, a las cuales se realiza un balance de energía.

4.7.2.1 BALANCE DE ENERGÍA EN LA TORRE DE DESTILACIÓN

Etapas de calentamiento

En esta etapa existe un cambio de temperatura pero no de fase; por tanto se trata de un calor sensible.

$$Q_{sensible} = m_{agua\ cargada\ torre} * Cp * (T_{vapor} - T_{inicial}) \quad Ec. (4.6)$$

$$Q_{sensible} = 4,4847\ kg * 1 \frac{kcal}{kg^{\circ}C} * (94\ ^{\circ}C - 22\ ^{\circ}C)$$

$$Q_{sensible} = 322,8984\ kcal$$

Etapas para la generación de vapor

Se realiza un cálculo de la potencia térmica de la hornalla a gas natural.

Potencia térmica (Echart, K.R., 2014):

$$P_{térmica} = \frac{Q_{sensible}}{t_{acondicionamiento}} \quad Ec. (4.7)$$

$$P_{térmica} = \frac{322,8984\ kcal}{21\ min * \frac{1\ h}{60\ min}}$$

$$P_{térmica} = 922,5668\ kcal/h$$

Calor latente para la generación de vapor:

$$Q_{latente} = P_{térmica} * t_{extracción} \quad Ec. (4.8)$$

$$Q_{latente} = 922,5668 \frac{kcal}{h} * 2 h$$

$$Q_{latente} = 1845,1337 kcal$$

Calor total requerido en la destilación para la extracción:

$$Q_{total} = Q_{sensible} + Q_{latente} \quad Ec. (4.9)$$

$$Q_{total} = 322,8984 kcal + 1845,1337 kcal$$

$$Q_{total} = 2168,0321 kcal$$

Calor latente de vaporización del agua a 94 °C:

$$\lambda_{vaporización} = \frac{Q_{latente}}{m_{vapor}} \quad Ec. (4.10)$$

$$\lambda_{vaporización} = \frac{1845,1337 kcal}{2,0429 kg}$$

$$\lambda_{vaporización} = 903,1933 kcal/kg$$

4.7.2.2 BALANCE DE ENERGÍA EN EL CONDENSADOR

Volumen de agua refrigerante

$$V_{agua refrigerante} = \varphi_{agua refrigerante} * t_{extracción}$$

$$V_{agua refrigerante} = 114,93 \frac{ml}{s} * 120 min * \left(\frac{60 s}{1 min} \right) = 827496 ml$$

Masa de agua refrigerante

$$m_{agua refrigerante} = V_{agua refrigerante} * \rho_{agua} = 827496 ml * 0,9966 \frac{g}{ml}$$

$$m_{agua refrigerante} = 827496 ml * 0,9966 \frac{g}{ml} = 830319,085 g = 830,3191 kg$$

Calor cedido

Es el calor que cede la mezcla de vapores de agua y aceite esencial al agua de refrigeración en la etapa de condensación, esto es, la suma del calor latente y sensible.

$$Q_{cedido} = Q_{latente} + Q_{sensible} \quad Ec. (4.11)$$

$$Q_{cedido} = m_{vapor} * \lambda_{vaporización} + m_{vapor} * Cp * (T_{condensado} - T_{vapor})$$

$$Q_{cedido} = 2,0429 \text{ kg} * 903,1933 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} + 2,0429 \text{ kg} * 1 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}} (25 - 94)^{\circ}\text{C}$$

$$Q_{cedido} = 1704,174 \text{ kcal}$$

Calor ganado

El calor ganado por el agua de refrigeración, es el calor sensible debido a que no existe cambio de fase, solo de temperatura.

$$Q_{ganado} = m_{agua \text{ refrigeración}} * Cp * (T_{salida} - T_{entrada}) \quad Ec. (4.12)$$

$$Q_{ganado} = 830,319 \text{ kg} * 1 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}} * (23 - 21)^{\circ}\text{C}$$

$$Q_{ganado} = 1660,638 \text{ kcal}$$

% de transferencia de calor:

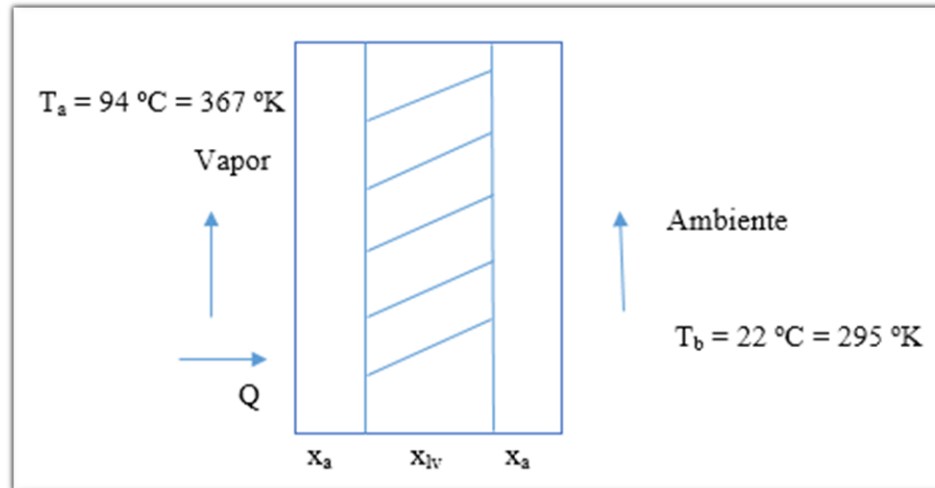
$$\% \text{ de transferencia de calor} = \frac{Q_{ganado}}{Q_{cedido}} * 100 \quad Ec. (4.13)$$

$$\% \text{ de transferencia de calor} = \frac{1660,638 \text{ kcal}}{1704,174 \text{ kcal}} * 100 = 97,445 \%$$

$$\% \text{ de transferencia de calor} = 97,445 \%$$

Pérdida de calor en la torre de destilación:

Figura 4-5: Flujo de calor a través de las paredes de la torre de destilación



Fuente: Elaboración propia, 2017

Datos:

Diámetro del cilindro = 10 cm = 0,1 m

Altura del cilindro = 65 cm = 0,65 m

Área del cilindro = 0,4712 m²

x_a = espesor del acero inoxidable = 1 mm = $1 \cdot 10^{-3}$ m

x_{lv} = espesor de fibra de vidrio = 2,5 cm = 0,025 m

k_a = conductividad térmica del acero inoxidable = 16,3 W/m^{°K}

k_{lv} = conductividad térmica de la fibra de vidrio = 0,04 W/m^{°K}

Aplicando la ley de Fourier de la ecuación 4.14; se calcula la pérdida de calor:

$$Q = \frac{T_a - T_b}{\frac{x_a}{k_a * A} + \frac{x_{lv}}{k_{lv} * A} + \frac{x_a}{k_a * A}} \quad \text{Ec. (4.14)}$$

$$Q = \frac{(367 - 295)^{\circ}K}{\frac{0,001 \text{ m}}{16,3 \frac{W}{m^{\circ}K} * 0,4712 \text{ m}^2} + \frac{0,025 \text{ m}}{0,04 \frac{W}{m^{\circ}K} * 0,4712 \text{ m}^2} + \frac{0,001 \text{ m}}{16,3 \frac{W}{m^{\circ}K} * 0,4712 \text{ m}^2}}$$

$$Q = 54,271 \text{ W/h} = 46,663 \text{ kcal/h}$$

Volumen de combustible consumido:

Poder calorífico del gas natural = 9300 kcal/m³

$$t_{total} = t_{calentamiento} + t_{extracción} \quad \text{Ec. (4.15)}$$

$$t_{total} = 0,35 \text{ h} + 2 \text{ h} = 2,35 \text{ h}$$

$$V_{comb} = \frac{P_{térmica} * t_{total}}{\text{Poder calorífico}} \quad \text{Ec. (4.16)}$$

$$V_{comb} = \frac{922,5668 \text{ kcal/h} * 2,35 \text{ h}}{9300 \text{ kcal/m}^3} = 0,2331 \text{ m}^3$$

En la tabla IV-20 se presenta los resultados del balance de energía.

Tabla IV-20: Resultados del balance de energía

| DATOS | VALOR | UNIDAD |
|---|----------|----------------|
| Calor sensible | 322,898 | kcal |
| Calor latente | 1845,134 | kcal |
| Calor total | 2168,032 | kcal |
| Calor latente de vaporización del agua a 94 °C | 903,193 | kcal/kg |
| Calor cedido | 1704,174 | kcal |
| Calor ganado | 1660,638 | kcal |
| % de transferencia de calor | 97,445 | % |
| Pérdida de calor en la torre de destilación | 46,663 | kcal/h |
| Potencia térmica | 922,567 | kcal/h |
| Volumen de combustible consumido para la extracción | 0,2331 | m ³ |

Fuente: Elaboración propia, 2017

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

En base a los resultados obtenidos del presente trabajo de investigación, se concluye lo siguiente:

- La materia prima utilizada en el proceso es la Ruda común (*Ruta graveolens L.*), disponible en el departamento de Tarija de la zona del Valle Central de Tarija. Para su proceso se usó las partes aéreas de la Ruda (hojas).
- Se determinó la humedad de la Ruda tanto en estado fresco como seco, se tienen los siguientes resultados: en estado fresco la Ruda contiene una humedad de 71,96 % y en estado seco (secado al ambiente) presenta una humedad de 9,26 %.
- Las variables de operación para la extracción del aceite esencial de Ruda por el método de arrastre por vapor de agua son: la masa (g), el tiempo de extracción (min) y el tamaño de partícula (mm). Dentro del análisis granulométrico, se selecciona la partícula de los tamaños 1 mm y 2 mm. La cantidad de masa a utilizar es 150 g y 250 g, y el tiempo de extracción es de 90 min y 120 min.
- De las pruebas realizadas con el diseño, el mayor volumen obtenido es de 1 ml con una masa de 250 g, tiempo de extracción de 120 min y un tamaño de partícula de 1mm.
- El rendimiento de aceite esencial de Ruda obtenido es de 0,34 %. Comparando el rendimiento obtenido con otros autores o trabajos realizados los cuales presentan 0,27%-0,30% es mayor; y esto se debe a que los componentes de la materia prima difieren de las distintas zonas cultivadas y de las condiciones agroclimáticas.
- La extracción de aceite esencial de Ruda a un tamaño de partícula de 1 mm se obtiene un volumen de 0,40 ml de aceite esencial/100 g de muestra y a un tamaño de partícula de 2 mm se tiene 0,28 ml de aceite esencial/100 g de muestra. Con lo que se concluye que a un tamaño de partícula de 1 mm mayor es el volumen obtenido, ya que mayor será el área de contacto entre la materia prima y el vapor de agua.
- Empleando una masa de 250 g de muestra se obtiene un rendimiento 0,40 ml de aceite esencial/100 g de muestra y con una masa de 150 g se obtiene un volumen

de 0,53 ml de aceite esencial/100 g de muestra; es decir; a menor masa mayor es el volumen obtenido.

- El aceite esencial de Ruda (*Ruta graveolens L.*) obtenido presenta un color amarillo, un olor característico a la planta y un aspecto límpido.
- La densidad del aceite esencial es 0,8309 g/ml y el índice de refracción es de 1,4325 datos del Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID).
- Dentro del análisis de cromatografía de gases, se determina la composición química del aceite esencial el cual presenta los siguientes componentes: 2-Nonanona 16,807 %, 2-Decanona 2,618 %, 2-Octanol acetato 12,741 %, 2-Undecanona 64,030 %, 2-Dodecanona 1,970 % y 2-Acetoxytridecanona 1,830 %.

5.2 RECOMENDACIONES

- Durante el proceso de extracción de aceite esencial en la etapa de condensación el agua de refrigeración debe trabajar con temperaturas inferiores a la del ambiente con el fin de tener una condensación óptima de la mezcla vapor-aceite ya que los aceites son muy volátiles.
- Durante la extracción de aceite esencial en la torre de destilación se debe verificar que no presente fugas de vapor ya que afectaría el rendimiento en el proceso.
- En la etapa de condensación se presenta un consumo excesivo de agua por lo que se recomienda el uso de una bomba y un contenedor de agua para hacer recircular el agua de refrigeración que sale del condensador.
- El flujo de caudal de condensación debe presentar una mayor presión de salida ya que al ser menor su presión de salida esto afecta al rendimiento en el proceso de extracción de aceite esencial.
- Realizar estudios de costos y factibilidad para la implementación de una Planta Piloto de extracción de aceites esenciales en la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho.

BIBLIOGRAFÍA

1. **Arias M. G. E. (2014).** “*Reseña Histórica y Generalidades de los Aceites Esenciales*”. Fecha de consulta 10 de julio de 2017, disponible y revisada en: <https://es.slideshare.net/geam9871/reseña-historica-y-aplicaciones-aceites-esenciales>
2. **AROMIUN.** “*Aceite Esencial de Ruda*”. Fecha de consulta 10 de julio de 2017, disponible y revisada en: www.aromiun.es/blog/aceite-esencial-de-ruda/
3. **AROMALIS.** “*Aceite Esencial de Ruda*”. Fecha de consulta 10 de julio de 2017, disponible y revisada en: <https://aromalis.es/aceites-esenciales-puros/16-aceite-esencial-de-ruda.html>
4. **Benítez V.D.G., (2016).** “*Extracción de aceite esencial de la cáscara de naranja*”. Investigación aplicada (Licenciado en Ing. Química). Universidad Autónoma Juan Misael Saracho. Facultad de Ciencias y Tecnología. Tarija-Bolivia
5. **Carrera G. I. (2005).** “*Esquema Destilación Arrastre de Vapor*”. Fecha de consulta 29 de agosto de 2017, disponible y revisada en: www.correodelmaestro.com/pruebas/anteriores/2005/mayo/2anteaula108.htm
6. **Castro A. J., (2011).** “*Elucidación Estructural del Aceite Esencial de Ruta Graveolens L. Ruda, Actividad Antioxidante y Bioensayo de Citotoxicidad*”. Fecha de consulta 29 de agosto de 2017, disponible y revisada en: https://sisbib.unmsm.edu.pe/BURvistas/ciencia/v_14nl/pdf./a05u14n1.pdf
7. **Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID-2017).** “*Análisis organoléptico, fisicoquímico y cromatográfico del aceite esencial de ruda*”. Dirección: Campus Universitario Facultad de Ciencias y Tecnología-Zona “El Tejar”. Telf. (591) (4) 66 45648. Fax: (591) (4) 66 43403. Email: ceanid@uajms.edu.bo. Casilla 51. Tarija-Bolivia.
8. **Delgado V.M.E., (2016).** “*Extracción a escala de laboratorio de aceite esencial de hierbabuena a través del método de arrastre con vapor*”. Investigación aplicada (Licenciado en Ing. Química). Universidad Autónoma Juan Misael Saracho. Facultad de Ciencias y Tecnología. Tarija-Bolivia.

9. Espinoza J.T., (2007). “*Ruta graveolens L.*”. Monografías del Instituto de Salud Pública de Chile. Fecha de consulta 15 de diciembre de 2017, disponible y revisada en: <http://cybertesis.uach.cl./tesis/uach/2007/fce.77s.pdf>

10. Echart K.R., (2014). “*Extracción y caracterización de aceite esencial de semillas de molle en Tarija*”. Investigación aplicada (Licenciado en Ing. Química). Universidad Autónoma Juan Misael Saracho. Facultad de Ciencias y Tecnología. Tarija –Bolivia.

11. Floriansaromaterapia. “*Enfleurage (Disolución en Grasa)*”. Fecha de consulta 29 de agosto de 2017, disponible y revisada en: www.floriansaromaterapia.com/content/30-metodos-de-obtencion-de-los-aceites-esenciales

12. Gonzáles A. (2004). “*Obtención de Aceites Esenciales y Extractos Etanólicos de Plantas del Amazonas*”. Universidad nacional de Colombia sede Manizales departamento de Ing. Química. Fecha de consulta 15 diciembre de 2017, disponible y revisada en: www.bdigital.unal.edu.co/1173/angelaandreagonzalesvilla.2004.pdf

13. Meccia y Col. (2008). “*Estudio del Aceite Esencial de Ruta graveolens L. que crece en el Estado de Mérida, Venezuela*”. Fecha de consulta 29 de agosto de 2017, disponible y revisada en: www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/1/artículo2.pdf

14. Medicina Alternativa. “*La Ruda y sus Propiedades*”. Fecha de consulta 11 de julio de 2017, disponible y revisada en: www.intomistico.com/portal/plantas-magicas-ruda

15. Naveda G. G. F., (2010). “*Establecimiento de un Proceso de Obtención de Extracto de Ruda (Ruta Graveolens), con Alto Contenido de Polifenoles*”. Fecha de consulta 15 de noviembre de 2017, disponible y revisada en: <http://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/2295/1/CD-3036.pdf>

16. Peredo L. H. A. y Col. (2009). “*Aceites Esenciales: métodos de extracción*”. Fecha de consulta 29 de agosto de 2017, disponible y revisada en: [www.udlap.mx./WP/tsia/files/No3_Vol-1/TSIA-3\(1\)-Peredo-Luna-et-al-2009.pdf](http://www.udlap.mx./WP/tsia/files/No3_Vol-1/TSIA-3(1)-Peredo-Luna-et-al-2009.pdf)

17. Pino O. y Col., (2014). “*Composición Química y Actividad Antibacteriana del Aceite Esencial de Ruta Chalepensis L.*”. Fecha de consulta 29 de octubre de 2017, disponible y revisada en: <http://scielo.sld.cu/pdf/rpv/v29n3/rpv11314.pdf>

18. Rojas J. K. Y., (2016). “*Caracterización Física y Química de Aceites Esenciales de Especies Aromáticas de la Región Sur de Ecuador*”. Fecha de consulta 05 de noviembre de 2017, disponible y revisada en: <http://dispace.utpl.edu.ec/bitstream/123456789/15274/1/RojasJaramilloKattyJasmín.pdf>

19. Ruiz C. y Col. (2015). “*Composición Química de Aceites Esenciales de 10 Plantas Aromáticas Peruanas*”. Fecha de consulta 28 de agosto de 2017, disponible y revisada en: www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v81n2/a02v81n2.pdf

20. Santos C. M. A. (2006). “*Evaluación del Rendimiento de Aceite Esencial de Hinojo procedente de dos Niveles Altitudinales de Guatemala*”. Fecha de consulta 28 de agosto de 2017, disponible y revisada en: https://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08_1009_Q.pdf

21. Sáez V. A. y Col., (2012). “*Evaluación a Escala Piloto del Proceso Industrial para la Obtención de Aceite Esencial de Cardamomo*”. Fecha de consulta 30 de agosto de 2017, disponible y revisada en: www.researchgate.net/publication/277116357_Evaluacion_a_escala_de_planta_piloto_del_proceso_industrial_para_la_obtencion_de_aceite_esencial_de_cardamomo_bajo_la_filosofia_cero_emisiones

22. SENA, (2001). “*Introducción a la Industria de los Aceites Esenciales de las Plantas Medicinales y Aromáticas*”. Fecha de consulta 13 de julio de 2017, disponible y revisada en: <http://biblioteca.sena.edu.co/coleccion/1.html>

23. Uso Industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales. (2015). “*Aceites Esenciales*”. Fecha de consulta 28 de agosto de 2017, disponible y revisada en: <https://ocw.upm.es/ingeniería-agroforestal/uso-industrial-de-plantas-aromaticas-y-medicinales/contenidos/material-de-clase/tema7.pdf>

24. TRADE MAP. (2015). “*Lista de los exportadores e importadores para el producto seleccionado: 3301 Aceites esenciales (desterpenados o no), incluidos los concretos o abs.*”. Fecha de consulta 12 de septiembre de 2017, disponible y revisada en: http://www.trademap.org/Country_SelProduct_TS.aspx

25. WIKISPACES. “*Esquema del Método de Soxhlet*”. Fecha de consulta 29 de agosto de 2017, disponible y revisada en: <https://procesosbio.wikispaces.com/Extracción+sólido-líquido>

ANEXO A

TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE

LABORATORIO

DETERMINACIÓN DE HUMEDAD

El método usado es el gravimétrico (estufa a 105 °C), según norma boliviana NB 074

1. OBJETO

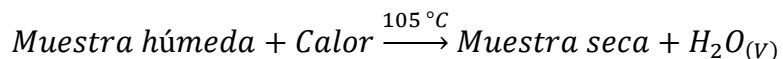
Esta norma tiene por objeto establecer el método de referencia para determinar el contenido de humedad.

2. DEFINICIONES

Contenido de Humedad: Se entiende por contenido de humedad a la pérdida de masa expresada como porcentaje, que experimenta el producto cuando es elevado el equilibrio con una atmósfera que tiene una presión de vapor de agua nula y en condiciones totales que no ocurran reacciones interferentes.

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

Consiste en determinar el contenido de humedad calentando la muestra a temperatura de 105 °C, y por diferencia de peso se calcula el porcentaje de materia prima seca y posteriormente el porcentaje de humedad.



4. MÉTODO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 BALANZA DE PRECISIÓN

Balanza analítica de precisión, con sensibilidad a 1 mg.

4.1.2 ESTUFA

Estufa, con regulador de temperatura capaz de mantener una temperatura de 105 °C +/- 3 °C.

4.1.3 DESECADOR

Desecador, provisto de placa metálica o de porcelana perforada, conteniendo un agente deshidratante adecuado.

4.2 PROCEDIMIENTO

1. Tarar la cápsula durante 30 min a 105 °C (130 °C para harina de trigo)
2. Llevar al desecador y dejar enfriar por 45 min, luego pesar la cápsula
3. Pesar 5 gramos de muestra, y llevar a estufa a 105 °C (130 °C para harina de trigo) por espacio de 5 a 6 horas
4. Dejar enfriar en desecador por espacio de 45 minutos
5. Pesar la cápsula con la muestra seca hasta peso constante

4.3 CÁLCULO Y EXPRESIÓN DEL RESULTADO

El resultado se expresa en porcentaje de humedad con la siguiente fórmula:

$$\%H = 1 - \left(\frac{C_F - C_O}{C_m - C_O} \right) * 100$$

Donde:

C_O=Masa de la cápsula vacía en gramos

C_m=Masa de la cápsula con muestra húmeda en gramos

C_F=Masa final de la cápsula con muestra seca en gramos

4.4 DISPERSIÓN DE RESULTADOS

La diferencia resultante entre determinaciones duplicadas de la misma muestra no debe ser mayor de 0,5% en valor absoluto. En caso contrario, se repetirá la determinación por duplicado.

DETERMINACIÓN DE DENSIDAD RELATIVA A 20 °C (Norma Boliviana NB 34021)

1. OBJETO

Esta norma establece el método de determinación de la densidad relativa de los aceites y grasas que son líquidos y no depositan estearina a la temperatura a que se realiza la determinación.

2. DEFINICIÓN

Densidad relativa: La densidad relativa a 20 °C de un aceite, es el cociente de dividir la masa al aire de un volumen determinado del aceite a T °C entre la masa del mismo volumen de agua a 20 °C, haciéndose las pesadas con pesas ajustadas para equilibrar las pesas del latón al aire.

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método consiste en pesar el picnómetro vacío, luego se llena completamente con el líquido cuya densidad se desea determinar y finalmente se pesa; con estos se puede calcular la densidad del líquido. Un picnómetro es un pequeño frasco de vidrio de volumen exacto y conocido.

4. MÉTODO DEL ENSAYO

4.1 MATERIAL

Picnómetro o frasco

4.2 APARATOS

Baño maría con refrigerador de temperatura

4.3 PROCEDIMIENTO

1. Se lleva el picnómetro destapado a la estufa
2. Una vez seco se lleva al desecador hasta que esté frío y se pesa
3. Se llena el picnómetro con agua destilada y se lo lleva a un calorímetro que esta con agua a 20 °C, durante 30 minutos
4. Se seca el picnómetro y se pesa
5. El picnómetro se enjuaga varias veces con la muestra a ensayar, luego se llena con la misma y se procede exactamente del mismo modo que con el agua

5. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\rho_{relativa} = \frac{M_3 - M_1}{M_2 - M_1}$$

Donde:

M_1 =Masa del picnómetro

M_2 =Masa del picnómetro con agua

M_3 =Masa del picnómetro con muestra

DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN

Para la medición del índice de refracción se hace uso del refractómetro tipo ABBE el cual se encuentra en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, perteneciente a la Carrera de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho.

El procedimiento para la medición del índice de refracción del aceite esencial es el siguiente:

- Se limpia el equipo con agua destilada, donde se coloca la muestra a ser analizada
- Se calibra el equipo con agua destilada
- Se limpia el agua y se coloca unas gotas del aceite esencial de ruda en el prisma para realizar la medición

Se repite este mismo procedimiento tres veces y se toma como resultado final el promedio de estas tres mediciones o lecturas.

ANEXO B

DETALLE DE EQUIPOS E INSTRUMENTOS

TAMIZ VIBRATORIO

Equipo para el trabajo en laboratorios de investigación y control de calidad en todo tipo de industrias para el análisis del proceso de producción. Permite definir propiedades mecánicas de las partículas, aglomeración por fuerzas adherentes, miscibilidad, comportamiento frente al esfuerzo, propiedades organolépticas.

Descripción del equipo

| | |
|-------------------|--------------------|
| Modelo del equipo | Orto-Alresa |
| Accesorios | 1 juego de tamices |
| Tensión | 220 V y 110 V |
| Frecuencia | 50-60 Hz |
| Velocidad | 2500 r.p.m. |
| Consumo | 100 W |



BALANZA ANALÍTICA

Balanza con calibración automática del fondo de escala, con salida de datos RS-232 I/O, con barra gráfica indicadora de posición y escala utilizada con un tiempo de respuesta de 2-3 segundos.

Descripción del equipo

| | |
|----------------------|------------|
| Modelo del equipo | EUROPE |
| Rango de temperatura | +15/+30 °C |
| Precisión | 0.001 gr |
| Potencia | 220 W |
| Capacidad máxima | 510 gr |
| Capacidad mínima | 1 gr |



SECADOR Y ANALIZADOR DE HUMEDAD MODELO GIBERTINI

Puede pesar muestras hasta alcanzar el máximo de la capacidad pesada, no se necesita especificar el peso exacto de la muestra. Pantalla digital de gran nitidez y programación de todos los parámetros mediante teclado.

Descripción del equipo

| | |
|---------------------------|----------------------------------|
| Modelo del equipo | Eurotherm GIBERTINI |
| Selección de temperaturas | 50-180 °C |
| Selección de tiempo | 1-999 minutos |
| Indicación en la pantalla | % residuo seco, % residuo húmedo |
| Peso máximo de la muestra | 140 mg, máximo 200 gramos |
| Salida de datos | RS-232 |
| Exactitud de humedad | 0,01% |



REFRACTÓMETRO TIPO ABBE

Equipo empleado para medir los índices de refracción (nD) de sólidos y líquidos, tanto transparentes como translúcidos. El equipo cuenta con compensación automática de temperatura.

Su pantalla permite obtener una lectura directa y precisa de la muestra en unidades seleccionadas por el usuario.

Descripción del equipo

| | |
|------------------------|---|
| Modelo del equipo | Tipo ABBE |
| Escala | 1,3000-1,7000 nD índice de refracción 0-95 % °Brix |
| Precisión | +/- 0.0002 nD índice de refracción +/- 0,10 °Brix |
| Medidas | 330*180*380 mm |
| Corrección temperatura | 15/45 °C |
| Peso | 10 kg |



TORRE DE DESTILACIÓN

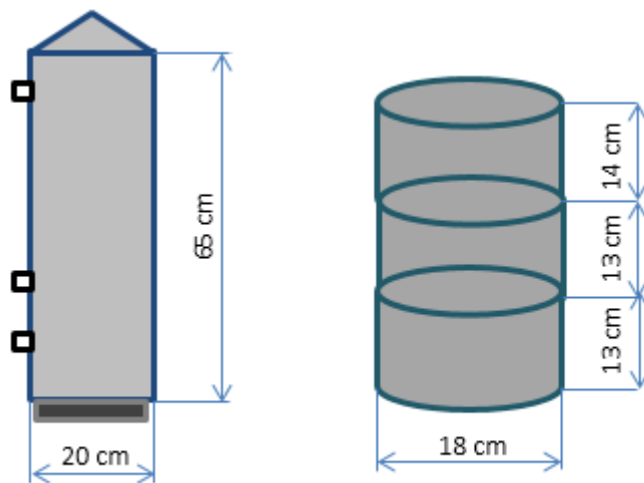
Equipo empleado para la obtención de aceites esenciales de materia vegetal, trabaja a condiciones de presión y temperatura normales. Emplea el agua para la generación de vapor mediante el cual la materia vegetal tiene contacto íntimo con el vapor generado.

El material del equipo es de acero inoxidable de 1 mm de espesor, consta de dos medidores de temperatura perpetradas en la parte inferior y superior de la torre, dispone de un medidor de nivel de agua para la generación de vapor. El equipo es recubierto o aislado con una camisa de vidrio de lana con el fin de evitar pérdidas de calor en el equipo.

Consta de tres cestos o platillos de acero inoxidable que van al interior de la torre de destilación en la cual se le adhiere la materia vegetal para su respectiva extracción de aceite esencial con el vapor generado en el fondo de la torre.

Las dimensiones del equipo son de diámetro 20 cm y una altura de 65 cm.

Los canastillos o cestos tienen un diámetro de 18 cm y dos de los platos tienen una altura de 13 cm y el otro platillo con una altura de 14 cm.



INSTRUMENTOS Y MATERIAL DE VIDRIO DE LABORATORIO

Entre los instrumentos y material de vidrio utilizados en la extracción de aceite esencial de ruda por el método de arrastre de vapor, se detallan a continuación:

| Material | Especificación | Cantidad |
|------------------------|-----------------------|-----------------|
| Refrigerante | - | 1 |
| Mangueras | - | 2 |
| Soporte universal | - | 2 |
| Pinza doble nuez | - | 2 |
| Hornilla | Metálica a gas | 1 |
| Malla de amianto | - | 1 |
| Termómetro de mercurio | - | 2 |
| Vaso de precipitación | 600 ml | 1 |
| Vaso de precipitación | 250 ml | 1 |
| Tubos de ensayo | - | 10 |
| Ampolla de separación | 100 ml | 1 |
| Matraces aforados | 250 ml | 2 |
| Pipeta volumétrica | 10 ml | 1 |
| Probetas | 10 ml - 5 ml | 2 |
| Jeringas | 5 ml - 1 ml | 2 |

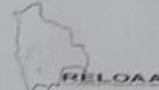
ANEXO C

INFORME ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO Y FISICOQUÍMICO DEL ACEITE ESENCIAL DE LA RUDA (CEANID)



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA "JUAN MISAEL SARACHO"
 FACULTAD DE "CIENCIAS Y TECNOLOGÍA"
 CENTRO DE ANÁLISIS, INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO "CEANID"
 Laboratorio Oficial del Ministerio de Salud y Deportes
 Red de Laboratorios Oficiales de Análisis de Alimentos
 Red Nacional de Laboratorios de Micronutrientes
 Laboratorio Oficial del "SENASAG"

CEANID-FOR-08
 Versión: 01
 Fecha de emisión: 2016-10-01



INFORME DE ENSAYO

I. INFORMACIÓN DEL SOLICITANTE

| | | | | | |
|---------------|-----------------------|----------|------|--------|-----------|
| Cliente: | Edwin Huarachi Duchén | | | | |
| Solicitante: | Edwin Huarachi Duchén | | | | |
| Dirección: | Barrio Palmarcito | | | | |
| Teléfono/Fax: | 79251613 | Correo-e | **** | Código | MO 013/17 |

II. INFORMACIÓN DE LA MUESTRA

| | | | | | |
|------------------------------------|---|-----------------------------------|-----------------------------|-------|------|
| Descripción de la muestra: | Obtención de aceite esencial de Ruda. | | | | |
| Código de muestreo: | **** | Fecha de vencimiento: | **** | Elab: | **** |
| Fecha y hora de muestreo: | 2016-10-15 | | | | |
| Procedencia (Localidad/Prov/Dpto): | Tarija - Cercado - Tarija Bolivia | | | | |
| Lugar de muestreo: | Laboratorio de Operaciones Unitarias U.A.J.M.S. | | | | |
| Responsable de muestreo: | Edwin Huarachi Duchén | | | | |
| Código de la muestra: | 1965 FQ 1495 | Fecha de recepción de la muestra: | 2017-11-06 | | |
| Cantidad recibida: | 10 ml | Fecha de ejecución de ensayo: | De 2017-11-06 al 2017-11-20 | | |

III. RESULTADOS

| PARÁMETRO | TECNICA y/o MÉTODO DE ENSAYO | UNIDAD | RESULTADO | LÍMITES PERMISIBLES | | REFERENCIA DE LOS LÍMITES |
|-----------------------------|------------------------------|--------|----------------|---------------------|------|---------------------------|
| | | | | Min. | Max. | |
| Aspecto | Sensorial | | Límpido | Sin referencia | | Sin referencia |
| Color | Sensorial | | Amarillento | Sin referencia | | Sin referencia |
| Olor | Sensorial | | Característico | Sin referencia | | Sin referencia |
| Densidad (20 °C) | NB 230:1999 | g/ml | 0,8309 | Sin referencia | | Sin referencia |
| Índice de refracción (20°C) | NB 34003:06 | | 1,4325 | Sin referencia | | Sin referencia |

NB: Norma Boliviana
 N: Porcentaje

- 1) Los resultados reportados se remiten a la muestra ensayada en el Laboratorio
- 2) El presente informe solo puede ser reproducido en forma parcial y/o total, con la autorización del CEANID
- 3) Los datos de la muestra y el muestreo, fueron suministrados por el cliente

Tarija, 20 de noviembre de 2017

Ing. Abalid Aceituno Cáceres
 JEFE DEL CEANID



Original: 08/06
 Copia: 12/06/17

ANEXO D

INFORME DE ANÁLISIS DE GC/MS COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACEITE ESENCIAL DE LA RUDA

Muestra: Aceite Esencial de Ruda

Código: MO 013/17

Condiciones Cromatográficas

Equipo: Cromatógrafo Gaseoso Agilent 6890N acoplado a Detector de Masas 5975

Columna: HP-5MS (30m*0.250mm*0.25um)

Gas carrier: Helio

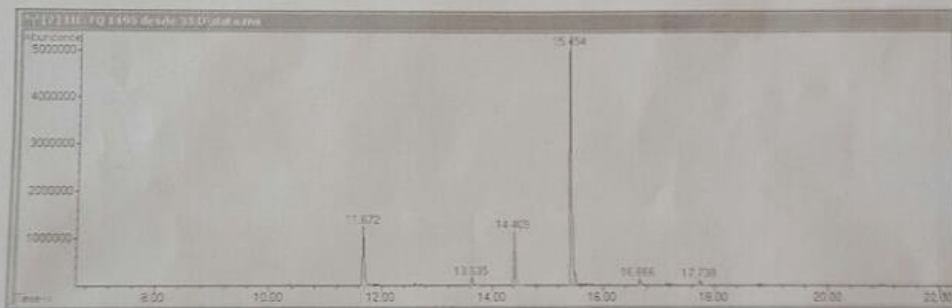
Volumen de inyección: 1ul de 0,1% de solución de muestra en acetato de etilo

Modo de inyección: Split ratio 10:1

Temperatura de Inyector: 250°C

Programación de temperaturas: 40°C 3min, 8°C/min 250°C

Perfil Cromatográfico Aceite Esencial de Ruda



Aceite Esencial de Ruda

| Item | Compuesto | Tiempo de retención (minutos) | Abundancia % |
|--------------|--------------------|-------------------------------|--------------|
| 1 | 2-Nonanone | 11.672 | 16.807 |
| 2 | 2-Decanone | 13.633 | 2.618 |
| 3 | 2-Octanol acetate | 14.409 | 12.741 |
| 4 | 2-Undecanone | 15.454 | 64.030 |
| 5 | 2-Dodecanone | 16.666 | 1.970 |
| 6 | 2-Acetoxytridecane | 17.738 | 1.830 |
| TOTAL | | | 100 |