



**Informe del Proyecto:
Planta piloto para la obtención de aceites esenciales
mediante destilación por arrastre de vapor**

Convenio Excma. Diputación Provincial de Valladolid – Universidad de Valladolid

María José Cocero y Manuel G. Cerpa
Dpto. de Ing. Química y TMA,
Facultad de Ciencias,
Universidad de Valladolid

Artemio Domínguez y Juan A. Olmedo
Servicio de Medio Ambiente y Agricultura
Excma. Diputación Provincial de Valladolid

Con la participación de:
COCOPE S.Coop.
Escuela de Capacitación Agraria La Santa Espina

Valladolid, Diciembre del 2006

Índice

FASE I: 2004	3
FASE II: primavera-verano del 2004	5
FASE II: otoño-invierno del 2004	9
FASE III: primavera-verano del 2005	26
FASE III: otoño-invierno del 2005	31
FASE IV: primavera-verano-otoño del 2006	42
Conclusiones generales	50
Sugerencias para futuros proyectos	54
Bibliografía	58

FASE I: 2004**1. Objetivos:**

- 1.1. Diseño, construcción, instalación, arranques y operación de la planta piloto.
- 1.2. Recolección, almacenamiento y pre-tratamiento de la materia prima seleccionada.
- 1.3. Preparación de los métodos de análisis físico o químico para caracterizar los aceites obtenidos de acuerdo a normas técnicas españolas o europeas.
- 1.4. Uso de tecnologías alternativas de extracción para comparar o reemplazar a la destilación por arrastre de vapor: extracción Soxhlet.
- 1.5. Adquisición de los equipos auxiliares para extraer y caracterizar la materia prima o el aceite esencial.

2. Plan de actividades:

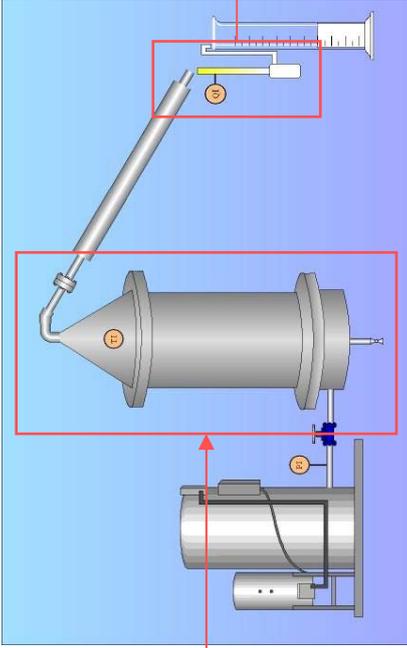
- 2.1. Diseño mecánico de la planta piloto.
- 2.2. Adquisición de los equipos principales y auxiliares. Supervisión de la construcción.
- 2.3. Instalación y pruebas preliminares (arranques).
- 2.4. Operación:
 - 2.4.1. Estudio de las condiciones óptimas de operación.
 - 2.4.2. Obtención de los aceites esenciales.
- 2.5. Caracterización de la materia prima:
 - 2.5.1. Preparación de los métodos de análisis físico para determinar algunas propiedades básicas.
 - 2.5.2. Coordinación interdisciplinaria para la identificación taxonómica.
 - 2.5.3. Preparación de un método histológico especial para determinar la distribución del aceite esencial: microscopía electrónica de barrido (SEM).
- 2.6. Caracterización de los productos:

Adquisición de la normativa UNE o europea, para determinar la calidad de los aceites esenciales, de acuerdo a sus propiedades físicas o químicas.

Apéndices:

- A-I-1: Diagrama e imágenes de la planta piloto.

A-I-1 Diagrama e imágenes de la planta piloto



Hidrodestilador



Florentador



Esquema e imagen de la planta piloto

FASE II: primavera-verano del 2004*Entregado: Octubre 2004***1. Recuento de las acciones de la Fase I**

- 1.1. Diseño, construcción, instalación, arranques y operación de la Planta Piloto (A-I-1).
- 1.2. Recolección, almacenamiento y pre-tratamiento de la materia prima seleccionada.
- 1.3. Posibilidad de usar tecnologías alternativas de extracción para comparar o reemplazar a la hidrodestilación.
- 1.4. Adquisición de los equipos auxiliares para extraer y caracterizar la materia prima o el aceite esencial.

2. Objetivos de la Fase II

- 2.1. Establecer una metodología para determinar la variabilidad de los parámetros operativos en el rendimiento y calidad del aceite esencial para cada planta estudiada.
- 2.2. Sugerir una lista de plantas aromáticas para su sembrado, cultivo y cosecha en el periodo 2005.
- 2.3. Realizar balances de materia y energía en la unidad para cada planta extraída.
- 2.4. Establecer protocolos de pre-tratamiento de la materia prima, operación y seguridad de la Unidad, caracterización de la materia prima y del aceite esencial obtenido.

3. Plantas investigadas.**3.1. Lavandín super (lavandula latifolia x angustifolia)**

Se realizaron 20 pruebas experimentales a partir de dos tamaños de la materia prima, suministrada por COCOPE. Un lote con tallos de tamaño y humedad mayores a los del otro lote. La materia prima fue usada sin tratamiento de secado previo.

3.2. Mejorana (thymus mastichina)

Se realizaron 7 pruebas experimentales, de la materia prima suministrada por la Escuela Agraria del Monasterio de la Santa Espina. Fue usada con un tratamiento previo de secado natural. Se requiere materia prima para 2 pruebas adicionales, dentro de un estudio mínimo.

3.3. Jara-estepa (cistus laurifolius)

Se realizaron 3 pruebas experimentales, de la materia prima suministrada por la Escuela Agraria del Monasterio de la Santa Espina. Fue usada con un tratamiento previo de secado natural.

3.4. Romero (*rosmarinus officinalis*)

Se realizaron 4 pruebas experimentales a partir de dos tamaños de la materia prima, suministrada por COCOPE. Fue usada sin un tratamiento previo de secado. Se requiere materia prima para 6 pruebas adicionales, dentro de un estudio mínimo.

4. Aspectos considerados para establecer la metodología de investigación

4.1. Rendimiento de la hidrodestilación.

Cálculo del rendimiento operativo por carga de cada planta, como una relación de la masa de aceite esencial con respecto a la masa de planta usada.

4.2. Identificación de las variables que influyen en el proceso.

Son: El caudal del vapor de agua saturado y el nivel de compresión de la planta. Se diseñaron los experimentos mediante una matriz de las 2 variables anteriores y 3 x 3 valores: Máximo, medio y mínimo. Estos fueron obtenidos de acuerdo al funcionamiento y capacidad de la Unidad.

4.3. Caracterización de la materia prima.

4.3.1. Contenido del agua presente en la planta (humedad) medido por gravimetría y secado.

4.3.2. Densidad promedio de una partícula por medición indirecta del volumen y la masa.

4.3.3. Densidad máxima del lecho de materia prima por compresión y medición indirecta del volumen y la masa.

4.3.4. Estudios micro-histológicos, mediante la interpretación de fotografías tomadas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Microscopía óptica, usando un estereo-microscopio y un microscopio de visión invertida.

4.3.5. Análisis organoléptico.

4.3.6. Identificación taxonómica.

4.4. Caracterización del aceite esencial.

4.4.1. Determinación de la densidad relativa a 20° C de acuerdo a la Norma UNE 84156:2000.

- 4.4.2. Determinación del índice de refracción de acuerdo a la Norma UNE 84158:2000.
- 4.4.3. Análisis organoléptico.
- 4.4.4. Análisis químico cuantitativo por cromatografía de gases y espectrometría de masas. [En preparación]
- 4.5. Determinación de los rangos de operación de la Unidad.
 - 4.5.1. Flujo del vapor de agua saturado: 8 a 23 cm³/min.
 - 4.5.2. Presión de operación: Atmosférica.
 - 4.5.3. Temperatura de operación: 98 °C.

5. Resultados preliminares:

5.1. Lavandín súper [ACEPTADO]

Los resultados detallados fueron entregados a los representantes de la empresa COCOPE con una copia para el representante de la Diputación de Valladolid. El rendimiento promedio obtenido es similar al industrial, con un tiempo de extracción de 60 minutos. Se ha sugerido realizar más pruebas experimentales para optimizar el rendimiento con un cambio en el diseño del hidroddestilador piloto, el cual podría generar un rediseño del hidroddestilador industrial (A-II-1, A-II-3, A-II-4).

5.2. Romero. [ACEPTADO]

Se trilló esta planta antes de extraer el aceite esencial, ya que la diferencia en el rendimiento entre la planta entera y cuando se encuentra trillada, es del 200%. El rendimiento promedio es del 1,25% en peso, con un tiempo de extracción de 60 minutos. Se requiere ejecutar más pruebas experimentales para completar la matriz de experimentos (A-II-6).

5.3. Mejorana. [ACEPTADO]

Se trilló esta planta antes de extraer el aceite esencial, ya que la diferencia en el rendimiento entre la planta entera y cuando se encuentra trillada, es del 300%. El rendimiento promedio es del 3% en peso, con un tiempo de extracción de 30 minutos. Se requiere ejecutar más pruebas experimentales para completar la matriz de experimentos (A-II-8).

5.4. Jara-estepa. [NO ACEPTADO]

Se realizó dos pruebas con la Unidad, obteniéndose una cantidad insignificante de aceite esencial, solo perceptible en el agua floral. Por tal razón, se sugiere usar extracción por fluidos supercríticos para esta planta. Ya que la extracción por

solventes, usada actualmente, posee restricciones medio-ambientales y de salud que restringen su utilización.

Esta planta posee una esencia rica en oleorresinas de alto peso molecular, sin afinidad con el agua y requiere de un solvente orgánico afín a sus propiedades químicas.

La identificación taxonómica de las plantas fue realizada por los proveedores.

6. Plantas propuestas a investigar

	Rendimiento (% w/w)	Mercado
Mejorana (<i>thymus mastichina</i>)	3	Alimentos, Farmacéutico
Hinojo (<i>foeniculum vulgare</i> Miller)	3 – 4	Farmacéutico, Licorería
Salvia (<i>salvia officinalis</i>)	2 – 2,5	Farmacéutico, Alimentos
Hisopo (<i>hyssopus officinalis</i>)	1,5	Alimentos
Romero (<i>rosmarinus officinalis</i>)	1	Alimentos, Farmacéutico
Espino albear (<i>crateagus monogyna</i>)	0,2	Perfumería
Siempre viva (<i>helichrysum stoechas</i> M.)	Desconocido	Perfumería

7. Metas de las próximas Fases

- 7.1. Establecer una metodología para la selección de plantas aromáticas mediante el uso de la hidrodestilación y de la caracterización de la materia prima y el producto.
- 7.2. Determinar las condiciones óptimas de operación para obtener el aceite esencial, de acuerdo a un análisis de pruebas experimentales controladas a nivel piloto.
- 7.3. Evaluar la calidad de los productos obtenidos de acuerdo a las normas técnicas nacionales y extranjeras disponibles.
- 7.4. Brindar tecnologías alternativas para la extracción del aceite esencial, si la hidrodestilación es ineficiente o incapaz de realizar el proceso.

8. Programación de actividades de la Fase II.

- 8.1. Oct 2004 a Feb 2005: Caracterización de las materias primas y productos. Redacción de protocolos y manuales de operación de la Unidad. Cálculo de los balances de materia y energía en la Unidad.
- 8.2. Feb 2005 a May 2005: Uso de las tecnologías alternativas para las materias primas. Pruebas adicionales de hidrodestilación con las plantas disponibles.
- 8.3. May 2005 a Sep 2005: Hidrodestilación de las plantas propuestas para la Fase III.

FASE II: otoño-invierno del 2004*Entregado: Marzo 2005***1. Recuento de las acciones de la Fase II, periodo veraniego.**

- 1.1. Establecer una metodología para determinar la variabilidad de los parámetros en el rendimiento y la calidad del aceite esencial para cada planta estudiada.
- 1.2. Sugerir una lista de plantas aromáticas para su sembrado, cultivo y cosecha en 2005.
- 1.3. Establecer protocolos de pre-tratamiento de la materia prima, caracterización de la materia prima y del aceite esencial obtenido.

2. Acciones realizadas en la Fase II, periodo invernal:

- 2.1. Caracterización de los aceites esenciales obtenidos en el periodo verano-primavera 2004, mediante un análisis químico estandarizado.
- 2.2. Aplicación de tecnologías alternativas, para la extracción de los principios activos presentes en las plantas analizadas.
- 2.3. Mejoras en la unidad piloto para una cuantificación combinada de masa y energía.

3. Plantas caracterizadas (inventario).**3.1. Lavandín super (lavandula latifolia x angustifolia)**

Se realizaron 21 pruebas experimentales, divididas de la siguiente manera:

Lavandín súper máquina nueva: 9

Lavandín súper máquina vieja: 12

Adicionalmente se caracterizaron las muestras del Lavandín Abrial: 9.

3.2. Mejorana (thymus mastichina)

Se realizaron 7 pruebas experimentales.

3.3. Jara-estepa (cistus laurifolius)

Se realizaron 2 pruebas experimentales.

3.4. Romero (rosmarinus officinalis)

Se realizaron 9 pruebas experimentales.

4. Metodología de la caracterización:

- 4.1. Usando un cromatógrafo de gases combinado con un espectrómetro de masas (GC/MS), se identificaron los compuestos químicos característicos de cada aceite esencial, de acuerdo a los siguientes trabajos precedentes:

- 4.1.1. Prager, M. J. and Miskiewicz, M.A. (1981). Characterization of lavandin abrialis, super and grosso by GC-MS. *Perfumer & Flavorist*, Vol. 6, April/May.
- 4.1.2. Shellie, R. Mondello, L. Marriott, P. Dugo, G. (2002). Characterisation of lavender essential oils by using GC-MS with correlation of linear retention indices and comparison with comprehensive two-dimensional GC. *J. of Chrom. A*, 970, 225-234.
- 4.1.3. AENOR (1997) UNE 84306. Aceites esenciales. Aceite esencial de romero (*rosmarinus officinalis* L.) de España.
- 4.1.4. AENOR (2000) UNE 84308. Aceites esenciales. Aceite esencial de mejorana de España (*Thymus mastichina* L.)
- 4.1.5. AENOR (1992) UNE 84-225-92 Aceites esenciales. Cromatografía en fase gaseosa. Método general para columnas capilares.
- 4.2. Se cuantificaron los compuestos identificados por el método de normalización. Sin uso de patrones ni estándares. Esta decisión fue tomada en base a la observación de los cromatogramas y determinar que se logró una separación adecuada de cada pico. Por lo cual, se puede aplicar este método con una desviación estándar admisible.
- 4.3. Se utilizaron dos columnas para el GC/MS. Una polar y una no polar. Esto es debido a que algunas sustancias, por su naturaleza química, suelen “solapar” sus picos en un cromatograma. Es decir, son indistinguibles por el equipo. El uso de columnas de polaridad contraria, permite que aquellos compuestos solapados en una columna, sean distinguibles, identificables y cuantificables en la otra. Actualmente, varios especialistas y las normas técnicas UNE recomiendan esta metodología comparativa.
- 4.4. Cada muestra fue analizada por triplicado, previamente deshumedecida con un agente hidrofílico (Na_2SO_4 USP, Panreac Química S.A.). Las muestras del lavandín súper máquina nueva no fueron deshumedecidas, para conocer el efecto del agua en la degradación del aceite. Algunas muestras fueron analizadas por duplicado, debido a una duplicidad en su identificación. Se tomó 0,5 mL de aceite esencial desde cada frasco y se llenó un vial para muestras líquidas. Se usó una jeringa de 2 μL con una precisión de 0,02 μL para la inyección en el cromatógrafo. Las tres alícuotas fueron tomadas de cada vial, con una homogeneización repetida de la jeringa antes de cada inyección.
- 4.5. Los extractos fueron analizados por duplicados y diluidos en su respectivo solvente, antes de la inyección al GC/MS.
- 4.6. Descripción del equipo:

El análisis cromatográfico fue realizado con un cromatógrafo de gases combinado con un espectrómetro de masas (GC/MS) HP 6890GC/5973MSD Network (Agilent Technologies, USA). Usando dos columnas capilares de fase estacionaria: HP-5MS (no polar) y la DB-WAX (polar). Las dimensiones de ambas fueron: 30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m. El GC/MS fue operado bajo las siguientes condiciones de temperatura programada: Para el lavandín súper, desde 45 °C (4 min.) hasta 65 °C a 4 °C/min. De 125 °C a 1,5 °C/min para la HP-5MS. Mientras, para la DB-WAX, desde 45 °C (4 min.) hasta 70 °C a 3 °C/min. De 70 °C hasta 125 °C a 2 °C/min. De 125 °C hasta 150 °C a 3 °C/min.

Para el romero español se siguió el procedimiento sugerido por la norma UNE 84306. Con una temperatura superior de 160 °C.

Para la mejorana se siguió el procedimiento sugerido por la norma UNE 84308. Con una temperatura superior de 150 °C.

Para los extractos orgánicos y alcohólicos, se creó un método general: De 70 °C (4 min.) hasta 160 °C (4 min.) a 3 °C/min. Con un volumen de inyección de 1 μ L. Fueron analizados sólo con la columna DB-WAX.

El GC/MS está equipado con un inyector divisor y se usó un volumen de inyección de 0,4 μ L para todas las muestras, con una relación de división de la muestra de 200:1. El gas portador fue helio (Carburos Metálicos S.A., España) con un caudal de 1 mL/min. La presión de operación y la velocidad del gas fueron calculadas automáticamente por el GC/MS. Las temperaturas del inyector y del detector fueron de 230 °C. Los parámetros del detector MS incluyeron un rango de masas de 10 a 550 m/z (HP-5MS) y 35 a 300 m/z (DB-WAX). Una frecuencia de escaneo de 20 Hz, una velocidad de 10000 amu/s y un voltaje del detector de 1,9 kV.

5. Metodología de la extracción alternativa por solventes (Soxhlet):

- 5.1. Se usó un equipo Soxhlet de vidrio pyrex, de 500 mL. (Afora S.A.) Se usaron cartuchos estándar para cada muestra. Los solventes usados fueron: Etanol de 96% (Panreac Química S.A.) y n-hexano GC (Cofarcas S.A.). El tiempo de extracción fue de 3 horas. Luego, se procedió a separar el solvente, mediante un rotavapor Büchi, durante 30 minutos, hasta dejar un pequeño volumen del solvente, que permita su fluidez y llenado del frasco ámbar de almacenaje.

6. Resultados:

6.1. Lavandín súper. [ACEPTADO]

6.1.1. Máquina vieja:

6.1.1.1. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del Lavandín Súper, basándonos en el perfil cromatográfico, los rangos de cada compuesto químico característico y de las sugerencias dadas por Prager & Miskiewicz.

6.1.1.2. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 17 compuestos químicos, como los característicos del aceite, según los estudios realizados previamente (A-II-3).

6.1.1.3. Posee un bajo contenido de terpenos. A su vez, posee un mayor contenido de ésteres y un menor contenido de alcanfor, que el obtenido de COCOPE S.Coop. La razón de este comportamiento es por un mayor contacto del lecho con el vapor, ya sea por un mayor flujo o por una mayor compresibilidad; lo que origina un mayor grado de oxidación del linalol al acetato de linalilo. Este último compuesto se identifica con una incertidumbre media, ya que el GC/MS identifica más una combinación de compuestos similares que lo acompañan. Güenther (1948) indica que esta mezcla de compuestos similares puede originarse en los aceites esenciales de la lavanda y del lavandín. Por tanto, la presencia de los otros compuestos no indica que sea un aceite diferente de la especie, sino que ha sido obtenido con un proceso que lo ha degradado menos.

6.1.2. Máquina nueva:

6.1.2.1. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del Lavandín Súper, basándonos en el perfil cromatográfico, los rangos de cada compuesto químico característico y de las sugerencias dadas por Prager & Miskiewicz.

6.1.2.2. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 17 compuestos químicos, como los característicos del aceite, según los estudios realizados previamente (A-II-2).

6.1.2.3. De los cromatogramas, se establece que posee un bajo contenido de terpenos. A su vez, posee mayor contenido de ésteres que el obtenido por COCOPE S.Coop. La razón de este comportamiento es por un mayor contacto del lecho con el vapor, ya sea por un mayor flujo o por una mayor

compresibilidad; lo que origina un mayor grado de oxidación del linalol al acetato de linalilo.

6.1.2.4. El grado de humedad de la materia prima y la no filtración de las muestras, ayudan a la formación del acetato de linalilo y a su identificación, ya que en las otras muestras, se observa un comportamiento distinto.

6.2. Lavandín Abrial [ACEPTADO]

6.2.1. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del Lavandín Abrial, basándonos en el perfil cromatográfico, los rangos de cada compuesto químico característico y de las sugerencias dadas por Prager & Miskiewicz.

6.2.2. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 17 compuestos químicos, como los característicos del aceite, según los estudios realizados previamente (A-II-5).

6.2.3. Al compararse con las composiciones medias sugeridas en los trabajos de referencia, se deduce que este aceite es más rico en linalol y menos oxidado que el promedio. Lo cual tiene como explicación, menores tiempos de operación, deshidratación de las muestras después de su separación, la edad de la planta y el tipo de suelo donde fue cultivada.

Se realizó adicionalmente, un análisis de rango amplio para determinar si existían compuestos químicos de importancia para otros mercados o aplicaciones. La tabla siguiente presenta lo detectado para cada tipo de lavandín:

Compuestos	Máquina Vieja	Máquina Nueva	Abrial
Germacreno-D	0,92	0,40	0,29
Acetato de nerilo	0,38	0,57	
α -farneseno	0,13	0,12	
Acetato de geranilo	0,91	1,07	
γ -cadineno	0,34	0,85	
Nerol	0,18	0,25	
Geraniol		0,70	
Óxido de cariofileno	0,37	0,24	0,28
Eugenol			0,11
Coumarina	0,36	0,46	0,79
α -bisabolol	0,60	0,41	

6.3. Romero español. [ACEPTADO]

6.3.1. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del romero español, pero su composición difiere de la establecida por la norma UNE 84306.

6.3.2. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 13 compuestos químicos (A-II-7), como los característicos del aceite, según la norma UNE 84306.

6.3.3. El alto contenido de verbenona y del acetato de bornilo, el bajo contenido de β -mirreno, linalol y del α -pineno, nos indica dos posibilidades:

6.3.3.1. Que esta planta es una sub-especie del romero, diferente a la española, o

6.3.3.2. Que las condiciones del suelo o de la edad de la planta, son diferentes a las registradas para el romero español, o

6.3.3.3. Que el proceso a este nivel, piloto, produce un aceite de mayor calidad al que podría obtenerse en una planta industrial y eso serviría como referencia para evaluar el desempeño del proceso.

Se debe anotar que la materia prima fue cosechada en la época de floración del romero (set-oct 2004), lo cual es una práctica comúnmente usada por otros agricultores.

Se realizó adicionalmente, un análisis de rango amplio para determinar si existían compuestos químicos de importancia para otros mercados o aplicaciones. La tabla siguiente presenta lo detectado:

Compuestos	%
β -citronelol	0,29
Coumarina	0,77
γ -selineno	0,34

6.4. Mejorana de España. [ACEPTADO]

6.4.1. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial de la mejorana de España, pero su composición difiere ligeramente de la establecida por la norma UNE 84308.

6.4.2. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 10 compuestos químicos, como los característicos del aceite, según la norma UNE 84308.

6.4.3. Se observa de las tablas anexas (A-II-9), que este aceite posee un alto contenido de terpenos, α -terpineol y β -cariofileno, mientras que una baja proporción de linalol y del acetato de linalilo. Esto es debido al estado silvestre de la planta cosechada, en la zona de los Montes Torozos, y por la conveniente época del año en que se hizo, coincidiendo con la floración de la planta.

Se realizó adicionalmente, un análisis de rango amplio para determinar si existían compuestos químicos de importancia para otros mercados o aplicaciones. La tabla siguiente presenta lo detectado:

Compuestos	% w/w	Compuestos	% w/w
δ -cadineno	0,32	Elemol	0,72
Mirtenol	0,13	γ -selineno	0,51
Nerol	0,11	Espatulenol	0,13
Acetato de nerilo	0,12	β -selinenol	0,25
Geraniol	0,20	Uncineol	0,43

6.5. Jara estepa. [POTENCIAL]

Como se informó anteriormente, no es viable la extracción de la esencia con la tecnología usada en este Proyecto. Sin embargo, como el uso de tecnologías alternativas está dentro del alcance del Proyecto, se procedió a obtener los extractos alcohólicos y orgánicos, mediante Soxhlet. No hubo cuantificación de la extracción, ya que esta acción tiene un carácter cualitativo.

Usando el GC/MS, se detectó dos fracciones importantes en los extractos de la jara estepa. Una fracción de ligeros, compuesta esencialmente de pinenos, canfeno y alcanfor. Y una fracción de pesados, mayoritariamente compuesta de una familia de sustancias, llamadas coumarinas. De los dos solventes usados, el hexano resultó ser el más eficaz y eficiente. Sin embargo, su detección por el GC/MS resultó imprecisa, debido a su alto peso molecular y punto de ebullición. Se sugiere más ensayos.

Actualmente hay muchos investigadores que están estudiando a las coumarinas y su uso como pesticidas naturales. Por lo tanto, se sugiere planificar un futuro proyecto para la obtención y caracterización de estas sustancias a partir de la jara-estepa y de otras plantas aromáticas, usando la extracción por solventes o nuevas tecnologías, ya que la extracción por arrastre de vapor resulta ineficaz.

6.6. Extractos de las plantas:

6.6.1. Lavandín súper:

Se detecta la mayoría de compuestos del aceite esencial, tanto en el extracto orgánico como en el alcohólico. Sin embargo, la proporción de los compuestos mayoritarios es superior al del aceite. Pero este comportamiento, no ayudaría a implementar la extracción por Soxhlet, ya que el mercado requiere de una esencial libre de solventes orgánicos. También se detectó la presencia de coumarinas; confirmando la información de otros autores, al referirse a las lavandas. Se sugiere mejorar el método de detección por GC/MS y realizar más ensayos de extracción

con hexano, para optimizar la obtención de estos compuestos. Así mismo, realizar más análisis y experimentos del reflujo acuoso obtenido durante la destilación por arrastre.

6.6.2. Romero español:

El extracto orgánico (con n-hexano) contiene mayores cantidades de α -pineno, 1,8-cineol y verbenona. En cambio, un menor contenido de los demás compuestos químicos característicos del aceite.

El extracto alcohólico (con etanol) contiene menores cantidades de terpenos, de linalol, de α -terpineol y del terpinen-4-ol. En cambio, un mayor contenido de 1,8-cineol, alcanfor, borneol y verbenona.

6.6.3. Mejorana de España:

El extracto orgánico (con n-hexano) contiene menores cantidades de terpenos y del β -cariofileno. En cambio, un mayor contenido de 1,8-cineol. Los demás compuestos químicos están en proporciones similares.

El extracto alcohólico (con etanol) contiene menores cantidades de terpenos y del 1,8-cineol. En cambio, un mayor contenido de linalol, β -cariofileno, α -terpineol, borneol y del acetato de linalilo. Además, se han obtenido compuestos pesados, como las coumarinas y similares.

7. Programación de actividades de la Fase III.

7.1. May 2005 a Set 2005: Hidrodestilación de las plantas propuestas.

Apéndices:

A-II-1: Tabla de resultados de la DAV para el lavandín súper, máquina nueva y vieja.

A-II-2: Composición de las muestras del aceite esencial del lavandín súper, máquina nueva.

A-II-3: Composición de las muestras del aceite esencial del lavandín súper, máquina vieja.

A-II-4: Tabla de resultados de la DAV para el lavandín abrial.

A-II-5: Composición de las muestras del aceite esencial del lavandín abrial.

A-II-6: Tabla de resultados de la DAV para el romero español.

A-II-7: Composición de las muestras del aceite esencial del romero español.

A-II-8: Tabla de resultados de la DAV para la mejorana de España.

A-II-9: Composición de las muestras del aceite esencial de la mejorana de España.

Tabla de resultados de la DAV para el lavandín súper, máquina nueva y vieja

Matriz de Variables	Flujo del vapor (L/min)												
	Mínima			Media			Máxima						
	P7	P8	P9	P4	P5	P6	P1	P2	P3	P4	P5	P8	
Compresión													
Máquina nueva													
Fecha	30/07/2004	03/08/2004	28/07/2004	13/08/2004	17/08/2004	16/08/2004	18/08/2004						
Lote	1	1	1	1	2	2	2						
Carga (Kg)	4,211	4,5	6,127	4,2	5,214	4,2	3,951						
Rendimiento (% w/w)	0,9655	0,8370	1,076	1,165	1,057	0,8078	1,031						
Flujo de vapor (L/min)	23,26	23,26	23,26	13,57	15,51	8,32	8,72						
Compresión	0,7771	0,7038	0,6813	0,7776	0,7288	0,7776	0,7509						
Densidad relativa 20 C [1]	0,8922	0,8938	0,8967	0,8915	0,8931	0,8877	0,8936						
Índice de refracción 20 C [2]	1,4589	1,4589	1,4592	1,4574	1,4583	1,4588	1,4577						
Humedad (% w/w)	53,2	53,2	53,2	53,2	53,2	53,2	53,2						
Tiempo de operación (min)	72,00	60,00	80,00	93,00	93,00	152,50	136,80						

Existen 2 pruebas adicionales que resultaron fallidas, por lo cual no son consideradas.

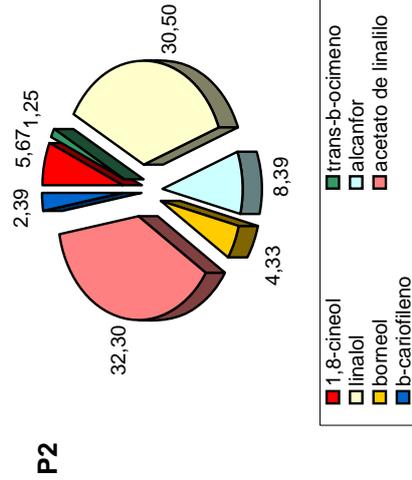
Matriz de Variables	Flujo del vapor (L/min)												
	Mínima			Media			Máxima						
	P7	P8	P9	P4	P5	P6	P1	P2	P3	P4	P5	P8	P9
Compresión													
Máquina vieja													
Fecha	24/08/2004	27/08/2004	20/08/2004	13/09/2004	25/08/2004	30/08/2004	26/08/2004	14/09/2004	23/08/2004				
Lote	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
Carga (Kg)	2,5	2,214	3,88	1,301	2,5	1,185	1,6	1,311	4				
Rendimiento (% w/w)	1,156	1,266	1,273	0,8738	1,207	1,624	1,066	0,700	1,073				
Flujo de vapor (L/min)	23,26	23,26	23,26	14,06	14,78	15,51	7,57	7,91	7,91				
Compresión	0,8823	0,8220	0,7654	0,8759	0,8237	0,7680	0,8720	0,8452	0,7648				
Densidad relativa 20 C [1]	0,8940	0,8937	0,8922	0,8923	0,8927	0,8929	0,8923	0,8923	0,8935				
Índice de refracción 20 C [2]	1,4584	1,4605	1,4597	1,4602	1,4606	1,4584	1,4603	1,4611	1,4583				
Humedad (% w/w)	37,6	37,6	37,6	37,6	37,6	37,6	37,6	37,6	37,6				
Tiempo de operación (min)	88,00	71,00	70,50	83,00	96,40	67,73	122,75	97,50	123,67				

[1] UNE 84156

[2] UNE 84158

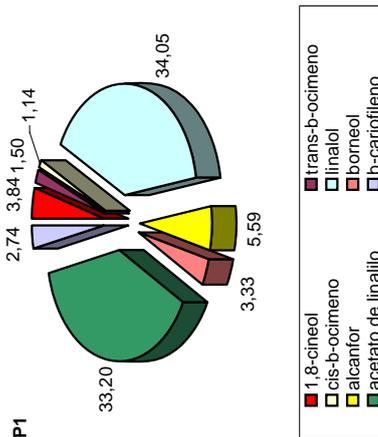
Compuestos	CAS No.	P1			P4			P8			P2			P7			P5		P3	
		C1	C2	Prom.	C1	C2	Prom.	C1	C2	Prom.	C1	C2	Prom.	C1	C2	Prom.	C1	C2	Prom.	
a-pineno	7785-26-4	0,15	0,12	0,13	0,08	0,08	0,08	0,06	0,05	0,05	0,09	0,23	0,08	0,15	0,06	0,17	0,06	0,17	0,06	
canfeno	79-92-5	0,16	0,12	0,14	0,08	0,09	0,08	0,06	0,06	0,06	0,09	0,18	0,09	0,13	0,07	0,16	0,07	0,16	0,07	
b-pineno	127-91-3	0,25	0,16	0,20	0,08	0,07	0,07	0,04	0,04	0,04	0,11	0,41	0,07	0,24	0,05	0,22	0,05	0,22	0,05	
octanona-3	106-68-3	0,37	0,17	0,27	0,28	0,19	0,23	0,18	0,11	0,15	0,09	0,38	0,19	0,29	0,13	0,21	0,13	0,21	0,13	
b-mirceno	123-35-3	0,50	0,47	0,49	0,65	0,63	0,64	0,89	0,81	0,85	0,39	0,45	0,63	0,54	0,84	0,62	0,84	0,62	0,84	
d-limoneno	138-86-3	0,49	0,49	0,49	0,44	0,44	0,44	0,40	0,40	0,40	0,35	0,44	0,44	0,44	0,43	0,64	0,43	0,64	0,43	
1,8-cineol	470-82-6	6,60	5,67	5,67	3,03	2,46	2,46	2,66	1,97	1,97	4,16	4,81	2,46	2,46	2,07	6,69	2,07	6,69	2,07	
trans-b-ocimeno	3779-61-1	1,29	1,21	1,25	1,29	1,29	1,29	0,89	0,85	0,87	0,84	0,76	1,29	1,02	1,08	1,58	1,08	1,58	1,08	
cis-b-ocimeno	3338-55-4	0,76	0,73	0,74	1,20	1,20	1,20	0,98	0,95	0,97	0,55	0,64	1,20	0,92	1,07	1,10	1,07	1,10	1,07	
linalol	78-70-6	30,49	30,52	30,50	36,83	35,45	36,14	37,39	33,42	35,41	30,06	34,24	35,45	34,85	37,50	29,47	37,50	29,47	37,50	
alcanfor	76-22-2	8,84	7,94	8,39	5,41	5,47	5,44	5,36	5,06	5,21	7,79	5,03	5,47	5,25	5,62	7,89	5,62	7,89	5,62	
borneol	507-70-0	4,32	4,35	4,33	2,69	2,86	2,77	2,86	2,75	2,80	4,66	3,71	2,86	3,28	2,76	4,12	2,76	4,12	2,76	
terpineol-4	562-74-3	0,40	0,41	0,40	0,48	0,44	0,46	0,24	0,23	0,23	0,37	0,87	0,44	0,66	0,58	0,37	0,58	0,37	0,58	
butanoato de hexilo	2639-63-6	0,48	0,48	0,48	2,47	0,84	1,65	0,00	0,49	0,24	0,35	2,30	0,84	1,57	0,61	0,59	0,61	0,59	0,61	
acetato de linalilo	115-95-7	32,82	31,78	32,30	34,13	34,09	34,11	34,76	35,97	35,36	33,39	29,27	34,09	31,68	33,36	30,43	33,36	30,43	33,36	
acetato de nerilo	141-12-8	0,83	0,39	0,61	0,74	1,32	1,03	0,58	0,87	0,72	0,59	3,55	1,32	2,43	0,62	1,48	0,62	1,48	0,62	
b-cariofileno	87-44-5	2,22	2,56	2,39	2,01	2,16	2,09	1,93	2,03	1,98	2,62	1,57	2,16	1,87	2,14	2,69	2,14	2,69	2,14	
Total identificado				88,76			90,15			87,32	86,49			87,76	88,94	88,40	88,94	88,40	88,40	

Nota: C1 = HP-5MS, C2 = DB-WAX



Compuestos	CAS No.	P1 20/08/2004		P2 23/08/2004		P3 24/08/2004		P4 25/08/2004		P5 26/08/2004		P6 27/08/2004		P7 30/08/2004		P8 13/09/2004		P9 14/09/2004	
		CI	C2	Prom.	CI	C2	Prom.	CI	C2	Prom.	CI	C2	Prom.	CI	C2	Prom.	CI	C2	Prom.
a-pineno	7785-26-4	0,20	0,21	0,21	0,27	0,26	0,21	0,25	0,23	0,15	0,15	0,15	0,19	0,24	0,22	0,20	0,20	0,23	0,24
canfeno	79-92-5	0,18	0,18	0,18	0,27	0,23	0,20	0,24	0,22	0,15	0,14	0,15	0,16	0,19	0,18	0,17	0,19	0,18	0,19
b-pineno	127-91-3	0,29	0,22	0,26	0,36	0,26	0,28	0,23	0,26	0,19	0,14	0,17	0,29	0,26	0,28	0,32	0,24	0,28	0,33
octanona-3	106-68-3	0,32	0,19	0,25	0,29	0,18	0,28	0,24	0,26	0,30	0,15	0,23	0,30	0,18	0,24	0,30	0,13	0,21	0,35
b-mirceno	123-35-3	0,46	0,41	0,44	0,71	0,67	0,55	0,60	0,58	0,57	0,55	0,56	0,37	0,43	0,40	0,33	0,30	0,42	0,45
d-limoneno	138-86-3	0,46	0,46	0,46	0,65	0,65	0,63	0,63	0,63	0,47	0,47	0,47	0,48	0,48	0,48	0,43	0,43	0,49	0,49
1,8-cineol	470-82-6	4,32	3,84	3,84	4,80	3,80	3,20	3,31	3,25	3,08	2,77	2,92	4,04	4,40	4,22	4,39	4,13	4,26	4,34
trans-b-ocimeno	3779-61-1	1,51	1,50	1,50	1,61	1,86	1,73	1,56	1,75	1,42	1,41	1,41	1,28	1,52	1,40	1,52	1,47	1,50	0,93
cis-b-ocimeno	3338-55-4	1,15	1,14	1,14	1,83	1,74	1,79	1,39	1,55	1,20	1,17	1,19	0,88	1,03	0,96	1,00	0,95	0,97	1,03
linalol	78-70-6	33,78	34,33	34,05	28,10	29,37	28,74	28,39	32,32	30,36	35,89	38,29	37,09	35,31	36,42	36,33	34,14	34,72	34,43
alcanfor	76-22-2	5,46	5,72	5,59	5,15	5,13	5,14	4,43	4,64	4,54	4,98	5,26	5,12	5,56	5,91	5,74	5,44	5,74	5,59
bornicol	507-70-0	2,94	3,72	3,33	2,85	2,71	2,78	2,23	2,68	2,45	2,67	3,07	2,87	3,32	5,54	4,43	3,34	4,14	3,74
terpineol-4	562-74-3	0,52	0,47	0,49	0,35	0,30	0,33	0,27	0,25	0,26	0,40	0,44	0,42	0,54	0,48	0,51	0,56	0,79	0,68
butanoato de hexilo	2639-63-6	1,36	1,36	1,36	1,69	0,79	1,24	1,70	0,88	1,29	0,57	0,57	0,58	0,58	0,58	1,65	0,63	1,14	2,16
acetato de linalilo	115-95-7	34,63	31,76	33,20	34,85	31,83	33,34	39,64	34,90	37,27	30,15	27,22	28,69	34,60	31,76	33,18	31,71	29,38	30,55
acetato de nerilo	141-12-8	0,85	0,50	0,68	2,02	1,26	1,64	0,48	0,58	0,53	0,28	0,83	0,55	0,22	0,52	0,37	0,17	0,50	0,33
b-cariofileno	87-44-5	2,74	2,74	2,74	2,96	2,90	2,93	3,03	2,75	2,89	3,29	2,88	3,09	2,41	2,39	2,40	3,32	3,44	3,38
Total identificado		89,71		85,85	88,14		89,89		88,59	90,16		88,18		87,59		88,21		88,21	

Nota: CI = HP-5MS, C2 = DB-WAX



	Flujo del agua floral (cm ³ /min)		
	Mínima	Media	Máxima
Compresión	P7	P4	P1
	P8	P5	P2
	P9	P6	P3

Matriz de Variables

	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9
Fecha	15/11/2004	10/11/2004	25/10/2004	03/11/2004	04/11/2004	05/11/2004	11/11/2004	09/11/2004	26/10/2004
Lote	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Carga (Kg)	0,7	2,1	1,57	1,00	1,97	1,44	1,67	2	2,1
Rendimiento (% w/w)	0,872	0,830	1,001	1,047	0,930	1,064	1,010	0,853	1,018
Flujo del agua floral (cm ³ /min)	24	24	24	16	16	16	9	9	9
Compresión	0,9103	0,8804	0,8504	0,9104	0,8809	0,8481	0,9132	0,8791	0,8484
Densidad relativa 20 C [1]	0,8901	0,8896	0,8910	0,8901	0,8900	0,8932	0,8826	0,8928	0,8906
Índice de refracción 20 C [2]	27,3	27,3	27,3	27,3	27,3	27,3	27,3	27,3	27,3
Humedad (% w/w)	55,25	59,42	66,40	77,00	112,00	87,50	122,00	104,25	111,75

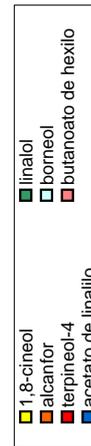
[1] UNE 84156

[2] UNE 84158

Compuestos	CAS No.	P1		P2		P3		P4		P5		P6		P7		P8		P9							
		C1	C2	Prom.																					
a-pineno	7785-26-4	1,02	1,07	1,05	0,62	0,76	0,69	0,99	1,08	1,04	0,69	0,78	0,73	0,54	0,59	0,57	0,49	0,49	0,58	0,43	0,51	0,47	1,04	1,12	1,08
canfeno	79-92-5	0,69	0,68	0,69	0,54	0,62	0,58	0,66	0,69	0,68	0,46	0,45	0,46	0,46	0,46	0,46	0,41	0,42	0,49	0,50	0,57	0,53	0,68	0,70	0,69
b-pineno	127-91-3	0,39	0,24	0,32	0,29	0,22	0,26	0,32	0,22	0,27	0,20	0,16	0,18	0,41	0,29	0,35	0,39	0,47	0,27	0,32	0,27	0,30	0,36	0,25	0,30
octanona-3	106-68-3	0,95	0,48	0,72	1,06	0,97	1,01	0,92	0,60	0,76	0,58	0,35	0,47	0,71	0,53	0,62	0,77	0,55	1,34	1,11	0,89	1,00	0,91	0,52	0,71
b-mirceno	123-35-3	0,52	0,45	0,48	0,41	0,41	0,41	0,47	0,48	0,48	0,29	0,36	0,32	0,53	0,50	0,52	0,49	0,42	0,46	0,57	0,56	0,57	0,49	0,48	0,48
acetato de hexilo	142-92-7	1,15	0,95	1,05	0,45	0,40	0,42	1,11	1,06	1,09	0,75	0,63	0,69	0,49	0,39	0,44	0,33	0,25	0,29	0,22	0,16	0,19	1,06	0,91	0,98
d-limoneno	138-86-3	1,47	1,34	1,40	1,07	1,12	1,09	1,37	1,37	0,98	0,98	0,98	0,88	0,88	0,88	0,80	0,80	1,02	1,10	1,05	1,05	1,38	1,38	1,38	
1,8-cineol	470-82-6	4,64	4,85	4,74	2,57	3,04	2,81	5,73	4,79	5,26	4,16	3,45	3,81	4,84	4,23	4,54	5,90	5,29	5,60	4,44	4,08	4,26	6,06	4,94	5,50
trans-b-ocimeno	3779-61-1	1,07	1,08	1,08	1,21	1,28	1,24	1,18	1,25	1,22	0,95	0,92	0,93	1,47	1,45	1,46	1,39	1,28	1,34	2,54	2,58	2,56	1,12	1,14	1,13
cis-b-ocimeno	3338-55-4	0,30	0,27	0,29	0,97	0,73	0,85	0,29	0,29	0,29	0,26	0,25	0,26	1,22	1,21	1,22	1,24	1,15	1,20	2,08	2,15	2,12	0,29	0,29	0,29
linalol	78-70-6	46,09	44,10	45,09	43,85	45,25	44,55	42,35	41,06	41,70	44,78	44,15	44,47	39,68	41,41	40,54	37,96	39,24	38,60	47,42	49,96	48,69	43,41	42,66	43,04
alcanfor	76-22-2	10,20	10,02	10,11	8,22	8,96	8,59	10,00	10,25	10,12	8,65	9,20	8,93	6,57	6,63	6,60	6,83	7,07	6,95	7,26	7,81	7,54	10,36	10,66	10,51
borneol	507-70-0	3,97	4,84	4,40	3,23	4,17	3,70	4,42	5,34	4,88	3,52	5,16	4,34	4,76	5,26	5,01	5,22	5,94	5,58	1,92	2,41	2,17	4,82	5,96	5,39
terpineol-4	562-74-3	9,23	9,33	9,28	4,67	5,11	4,89	9,97	10,31	10,14	10,51	10,53	10,52	3,93	4,15	4,04	2,64	3,01	2,83	2,01	2,11	2,06	1,76	2,45	2,10
butanoato de hexilo	2639-63-6	3,04	2,71	2,87	2,60	2,60	2,81	2,75	2,48	2,62	3,27	2,89	3,08	3,00	2,27	2,64	2,77	1,47	2,12	3,67	3,16	3,42	2,96	2,51	2,74
acetato de linalilo	115-95-7	4,23	4,03	4,13	14,20	12,51	13,36	3,98	3,66	3,82	5,78	5,23	5,51	19,45	19,31	19,38	21,50	20,94	21,22	15,21	14,06	14,64	22,07	19,75	20,91
acetato de nerilo	141-12-8	0,87	0,75	0,81	0,18	0,50	0,34	0,00	0,69	0,35	0,00	0,96	0,48	0,18	0,45	0,32	0,15	0,44	0,30	0,16	0,18	0,17	0,19	0,53	0,36
b-cariofileno	87-44-5	0,46	0,39	0,42	0,94	0,73	0,84	0,48	0,37	0,42	0,56	0,41	0,49	1,26	1,28	1,27	1,74	1,82	1,78	1,04	0,98	1,01	1,36	1,48	1,42
Total identificado		88,93		88,44	86,50		86,64	90,83		91,08	91,83		90,86		88,31		88,31		88,31						

Nota: C1 = HP-5MS, C2 = DB-WAX

P1



FASE II 2004											
	P1	P2	P3	P1-II	P3-II	P4-II	P5-II	P6-II	P7-II	P9-II	UNE
Fecha	04/08/2004	06/08/2004	11/08/2004	22/11/2004	29/11/2004	30/11/2004	02/12/2004	03/09/2004	25/11/2004	29/11/2004	
Lote	1	1	1	1	1	1	4	1	1	1	
Carga (Kg)	1,792	1,1388	1,684	1,684	1,684	1,684	0,817	3,106	1,3365	1,3804	
Rendimiento (% w/w)	0,542	1,049	1,111	1,4342	1,3359	1,1451	1,1216	1,4817	1,3365	1,3804	
Flujo de vapor (L/min)	20,15	13,43	11,76	38,47	38,47	25,65	10,92	13,43	14,43	7,56	
Porosidad	0,7814	0,6440	0,5643	0,4640	0,6201	0,4669	0,5335	0,6210	0,4640	0,6201	
Densidad relativa 20 C [1]	0,9003	0,903	0,9092	0,9147	0,9088	0,9092	0,9092	0,9119	0,9092	0,9088	
Índice de refracción 20 C [2]	1,46789	1,4669	1,4667	1,47008	1,46968	1,47004	1,47171	0	1,47013	1,46968	
Humedad (% w/w)	9,07	9,07	9,07	8,16	8,16	8,16	8,16	8,16	8,16	8,16	
Tiempo de operación (min)	51,44	44,62	47,29	61,50	55,00	55,00	55,00	113,30	65,00	63,00	

[1] UNE 84156

[2] UNE 84158

Matriz de Experimentos

Compresión	Flujo del vapor (L/min)		
	Mínima	Media	Máxima
Mínima	P9-II y P9-III	P6-II y P6-III	P3-II
Media	P8-II	P5-II y P5-III	P2-II y P2-III
Máxima	P7-II	P4-II	P1-II
			P1-III

Nota: La compresión es la inversa a la Porosidad

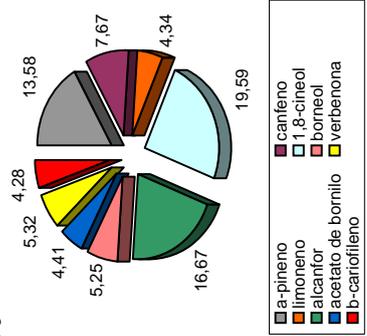
FASE III 2005										
	P1-III	P2-II	P2-III	P3-III	P5-III	P6-III	P8-II	P9-III	UNE	
Fecha	01/06/2005	25/05/2005	15/06/2005	03/06/2005	17/06/2005	21/07/2005	27/05/2005	26/07/2005		
Lote	3	3	3	3	4	5	3	3		
Carga (Kg)	1,324	1,25	1,02	1,262	1,025	1,085	1,33	1,085		
Rendimiento (% w/w)	1,3777	1,0669	1,354	1,262	1,522	1,355	1,278	1,395		
Flujo de vapor (L/min)	51,37	20,15	38,47	13,43	25,65	25,65	14,43	14,43		
Porosidad	0,5379	0,5368	0,5361	0,6248	0,5339	0,6213	0,5358	0,6213		
Densidad relativa 20 C [1]	0,9080	0,9072	0,9090	0,9092	0,9096	0,9094	0,9130	0,9088		
Índice de refracción 20 C [2]	1,4708	1,4705	1,4710	1,47171	1,4711	1,4696	1,4711	1,4697		
Humedad (% w/w)	22,52	22,52	22,52	22,52	8,16	8,16	22	8,16		
Tiempo de operación (min)	55,50	55,00	42,00	45,00	55,00	62,83	72,00	58,00		

[1] UNE 84156

[2] UNE 84158

2004	Compuestos	CAS No.	UNE 84306		P1		P3		P4		P5		P7		P9							
			Mín	Max	Cl	C2	Prom															
	a-pineno	7785-26-4	18	26	13,35	12,39	12,87	13,59	13,05	13,32	14,84	12,57	13,71	12,65	11,84	12,25	13,90	12,49	13,20	14,43	12,73	13,58
	canfeno	79-92-5	8	13	7,27	7,39	7,33	7,59	7,43	7,41	8,02	7,70	7,86	7,19	7,28	7,24	7,65	7,39	7,52	7,79	7,55	7,67
	b-pineno	127-91-3	2	5	2,73	2,72	2,73	2,59	2,58	2,58	2,85	2,81	2,83	1,98	2,05	2,02	2,67	2,64	2,66	2,60	2,65	2,63
	mirceno	123-35-3	2,5	4,5	1,69	1,65	1,67	1,62	1,60	1,61	1,67	1,74	1,71	1,65	1,61	1,63	1,62	1,56	1,59	1,55	1,64	1,60
	limoneno	5989-27-5	2,5	5,5	4,15	4,15	4,15	4,09	4,09	4,09	4,37	4,37	4,37	4,06	4,06	4,06	4,03	4,03	4,03	4,34	4,34	4,34
	1,8-cineol	470-82-6	17	23	20,84	17,85	19,34	20,67	17,50	19,09	21,57	17,71	19,64	20,81	17,69	19,25	21,41	17,66	19,53	21,46	17,71	19,59
	alcanfor	76-22-2	12,5	22	16,29	16,18	16,23	16,49	15,97	16,23	16,35	15,86	16,11	15,76	15,48	15,62	16,98	16,50	16,74	17,30	16,03	16,67
	borneol	507-70-0	2	4,5	5,50	5,03	5,26	5,60	4,99	5,30	5,26	4,84	5,05	6,02	5,43	5,72	5,67	5,23	5,45	5,47	5,02	5,25
	linalol	78-70-6	0,5	2,5	1,57	1,54	1,56	1,16	1,16	1,16	1,07	1,15	1,11	1,15	1,12	1,14	1,14	1,17	1,16	1,10	1,17	1,13
	a-terpineol	1000157-89-9	1	3,5	2,38	0,34	1,36	2,38	0,33	1,35	2,15	0,32	1,24	2,45	0,35	1,40	2,37	0,36	1,37	2,26	0,33	1,30
	terpinen-4-ol	562-74-3	0,4	1,5	1,43	1,34	1,39	1,42	1,33	1,38	1,28	1,29	1,28	1,32	1,24	1,28	1,43	1,41	1,42	1,38	1,34	1,36
	acetato de bornilo	76-49-3	0,5	2,5	4,64	4,43	4,54	4,82	4,63	4,73	4,32	4,58	4,45	5,00	4,82	4,91	4,18	4,43	4,30	4,20	4,63	4,41
	verbenona	80-57-9	0,7	2,5	4,10	6,34	5,22	4,09	6,27	5,18	3,89	6,20	5,05	4,38	6,67	5,53	4,55	7,12	5,84	4,35	6,29	5,32
	b-cariofileno	87-44-5	4,82	4,58	4,70	4,70	4,70	4,96	4,73	4,84	4,02	4,39	4,21	5,86	5,50	5,68	3,82	4,41	4,12	3,92	4,65	4,28
	Total identificado						88,34		88,26		88,60		87,72		88,91							89,12

P9



2005	Compuestos	CAS No.	UNE 84306		P1-III		P3-III		P2-III		P5-III		P6-III		P9-III		P2-II		P8-II									
			Mín	Max	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom						
	a-pineno	7785-26-4	18	26	12,76	13,13	12,95	12,59	13,22	12,91	13,28	12,44	12,86	12,44	13,41	12,93	14,74	14,10	14,42	13,36	13,74	13,43	12,08	14,92	13,50			
	canfeno	79-92-5	8	13	8,06	8,49	8,28	7,80	8,46	8,13	8,14	7,78	7,96	8,03	8,54	8,29	8,25	8,14	8,20	7,33	7,63	8,59	9,13	8,86	7,99	9,12	8,55	
	b-pineno	127-91-3	2	5	3,67	3,87	3,77	3,47	3,57	3,52	3,32	3,28	3,30	3,81	3,88	3,85	2,71	2,70	2,70	2,59	2,65	3,85	4,05	3,95	4,08	4,23	4,15	
	mirceno	123-35-3	2,5	4,5	1,26	1,37	1,31	1,42	1,45	1,44	1,33	1,28	1,31	1,31	1,34	1,33	1,39	1,46	1,43	1,39	1,48	1,28	1,37	1,32	1,30	1,27	1,29	
	limoneno	5989-27-5	2,5	5,5	3,85	3,85	3,85	4,08	4,08	4,08	3,75	3,75	3,75	3,77	3,77	3,77	4,08	4,08	4,08	3,98	3,98	3,97	3,97	3,97	3,73	3,73		
	1,8-cineol	470-82-6	17	23	20,24	18,70	18,70	20,17	19,31	19,31	21,12	18,27	18,27	20,00	19,07	19,07	21,73	19,57	19,57	20,94	19,93	18,64	18,64	19,47	19,28	19,28		
	alcanfor	76-22-2	12,5	22	17,17	17,10	17,14	17,39	17,53	17,46	17,51	18,65	18,08	16,67	16,39	16,53	18,23	17,93	18,08	17,21	16,47	16,84	16,16	16,20	16,18	17,78	17,54	17,66
	borneol	507-70-0	2	4,5	5,77	5,11	5,44	6,14	5,28	5,71	5,81	5,93	5,87	5,77	4,95	5,36	5,03	4,47	4,75	4,90	4,14	4,52	5,86	5,29	5,58	6,04	5,00	5,52
	linalol	78-70-6	0,5	2,5	0,91	0,94	0,93	0,92	0,93	0,93	0,92	0,92	0,92	0,91	0,91	0,91	0,94	0,94	0,93	0,96	1,10	1,03	0,92	0,93	0,87	0,77	0,82	
	a-terpineol	1000157-89-9	1	3,5	2,06	2,06	2,06	2,18	2,18	2,18	1,94	1,94	1,94	2,02	2,02	2,00	2,00	2,00	2,44	2,44	1,93	1,93	1,93	2,05	0,25	1,15		
	terpinen-4-ol	562-74-3	0,4	1,5	1,28	1,15	1,22	1,36	1,17	1,27	1,26	1,29	1,27	1,26	1,10	1,18	1,21	1,17	1,19	1,32	1,22	1,22	1,37	1,22	1,29	1,39	1,12	1,26
	acetato de bornilo	76-49-3	0,5	2,5	5,69	5,44	5,57	4,27	4,05	4,16	5,04	4,08	4,56	6,22	5,93	6,07	5,19	4,96	5,07	4,96	4,71	4,84	5,48	5,28	5,38	5,57	4,88	5,22
	verbenona	80-57-9	0,7	2,5	3,53	5,52	4,52	3,93	5,67	4,80	3,78	6,57	5,18	3,68	5,37	4,53	4,07	6,12	5,09	4,70	6,84	5,77	3,02	4,72	3,87	3,70	4,98	4,34
	b-cariofileno	87-44-5	5,71	4,67	4,67	4,67	4,67	5,30	4,41	4,86	5,46	4,56	5,01	5,83	4,82	5,33	4,85	4,04	4,44	4,75	3,88	5,54	4,60	5,07	5,15	3,88	4,52	
	Total identificado						90,91		90,73		90,28		91,14		91,94						90,40						90,99	

Tabla de resultados de la DAV para la mejorana de España

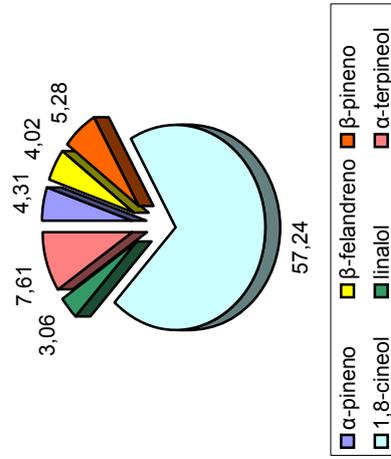
Matriz de Variables	Compresión		Flujo del agua floral (cm3/min)		
	Minima	Maxima	Minima	Maxima	
	P7	P9	P5	P3	
Fecha	P1	P3	P5	P7	P9
Lote	14/12/2004	04/10/2004	15/12/2004	14/10/2004	09/12/2004
Carga (Kg)	1	1	1	1	1
Rendimiento (% w/w)	0,9	0,975	0,76	0,849	0,849
Flujo de agua floral (cm3/min)	2,595	2,897	2,719	2,426	2,490
Compresión	24,00	24,00	16,00	9,00	9,00
Densidad relativa 20 C [1]	0,5833	0,5897	0,5709	0,5596	0,5596
Indice de refracción 20 C [2]	0,9188	0,9151	0,9169	0,9140	0,9180
Humedad (% w/w)	1,4631	1,4630	1,4633	1,4633	1,4611
Tiempo de operación (min)	10,85	10,85	10,85	10,85	10,85
	39,75	34,30	54,30	65,00	67,67

[1] UNE 84156
 [2] UNE 84158

Compuestos	CAS No.	UNE 84308		P1		P3		P5		P7		P9		Min	Max					
		Min	Max	CI	C2	Prom	CI	C2	Prom	CI	C2	Prom	CI			C2	Prom			
α-pineno	7785-26-4	1	4,5	4,12	4,51	4,31	4,19	4,22	4,20	4,04	4,40	4,22	4,10	4,19	4,15	4,33	4,44	4,38	4,15	4,38
β-felandreno	555-10-2			4,01	4,03	4,02	4,13	3,99	4,06	4,00	4,00	4,00	4,04	3,96	4,00	4,05	4,01	4,03	4,00	4,06
β-mirceno	123-35-3			2,12	1,99	2,06	1,99	1,97	1,98	2,13	2,00	2,06	1,97	2,00	1,99	1,97	2,07	2,02	1,98	2,06
β-pineno	127-91-3	2	5	5,21	5,36	5,28	5,41	5,15	5,28	5,19	5,32	5,26	5,34	5,14	5,24	5,54	5,41	5,48	5,24	5,48
d-limoneno	138-86-3	1	6	2,10	2,10	2,10	2,14	2,14	2,14	2,11	2,11	2,11	2,23	2,23	2,23	2,14	2,14	2,10	2,10	2,23
1,8-cineol	470-82-6	30	68	55,57	57,24	57,24	58,77	55,96	55,96	55,09	56,71	56,71	58,84	55,93	55,93	59,29	55,59	55,59	55,59	57,24
linalol	78-70-6	3	48	3,12	2,99	3,06	3,05	3,27	3,16	3,21	3,11	3,16	2,85	3,16	3,01	2,60	3,08	2,84	2,84	3,16
alcanfor	76-22-2	0,1	2	0,25	0,20	0,23	0,22	0,17	0,19	0,24	0,19	0,22	0,24	0,19	0,22	0,27	0,24	0,26	0,19	0,26
α-terpineol	100157-89-9	1	5	7,51	7,72	7,61	7,60	9,22	8,41	7,71	7,86	7,78	7,50	8,65	8,08	7,12	8,07	7,60	7,60	8,41
borneol	507-70-0	0,1	3	1,33	1,22	1,28	1,28		1,28	1,26	1,11	1,18	1,36	1,21	1,29	1,24		1,24	1,18	1,29
acetato de linalilo	115-95-7	0,2	4	0,11		0,11	0,20	0,28	0,24	0,21	0,15	0,18	0,17	0,20	0,19	0,00	0,00	0,00	0,00	0,24
beta-cariofileno	87-44-5	0,5	1,5	1,74	1,51	1,63	1,50	1,70	1,60	1,76	1,50	1,63	1,46	1,52	1,49	1,34	1,53	1,44	1,44	1,63

Nota: C1 = HP-5MS, C2 = DB-WAX

P1



FASE III: primavera-verano del 2005*Entregado: Noviembre 2005***1. Acciones realizadas en la Fase III:**

- 1.1. Obtención de los aceites esenciales del lavandín súper, romero español y del hinojo dulce.
- 1.2. Caracterización de los aceites esenciales obtenidos, mediante un análisis químico estandarizado, consecutivo al proceso de obtención.
- 1.3. Aplicación de tecnologías alternativas, para la extracción de los principios activos presentes en las plantas analizadas.

2. Plantas caracterizadas (inventario).

- 2.1. Lavandín super (lavandula latifolia x angustifolia) [COCOPE]

Se realizaron 15 pruebas experimentales, divididas de la siguiente manera:

Matriz experimental: 12. Con cuatro flujos diferentes y tres tipos de compresión para la materia prima en el hidroddestilador.

Fraccionamiento: 3. Se fijó una compresión media y se trabajó con 3 flujos diferentes.

- 2.2. Hinojo dulce (foeniculum vulgare dulce) [Santa Espina]

Se realizaron 6 pruebas experimentales.

- 2.3. Romero (rosmarinus officinalis) [COCOPE]

Se realizaron 6 pruebas experimentales, para terminar la matriz experimental de la Fase II y conocer la calidad del aceite conforme transcurre el tiempo.

3. Metodología de la obtención:

Se repitió la misma de la Fase II y descrita en el Informe 1, entregado anteriormente.

4. Metodología de la caracterización:

- 4.1. Usando un cromatógrafo de gases combinado con un espectrómetro de masas (GC/MS) HP 6890GC/5973MSD Network (Agilent Technologies, USA), se identificaron los compuestos químicos característicos de cada aceite esencial, de acuerdo a los siguientes trabajos precedentes:

- 4.1.1. Prager, M. J. and Miskiewicz, M.A. (1981). Perfumer & Flavorist, Vol. 6, April/May.

- 4.1.2. Shellie, R. Mondello, L. Marriott, P. Dugo, G. (2002). *J. of Chrom. A*, 970, 225-234.
- 4.1.3. AENOR (1997) UNE 84306. Aceites esenciales. Aceite esencial de romero (*rosmarinus officinalis* L.) de España.
- 4.1.4. AFNOR (2004) NF T 75-257. Huiles essentielles. Huile essentielle de fenouil doux (*Foeniculum vulgare* Miller spp. *vulgare* var. *dulce* (Miller) Thellung)
- 4.1.5. AENOR (1992) UNE 84-225-92 Aceites esenciales. Cromatografía en fase gaseosa. Método general para columnas capilares.
- 4.2. Se cuantificaron los compuestos identificados por el método de normalización. Sin uso de patrones ni estándares.
- 4.3. Se usó sólo una columna no polar para el GC/MS.
- 4.4. Cada muestra fue analizada por triplicado, previamente deshumedecida con un agente hidrofílico (Na_2SO_4 USP, Panreac Química S.A.). Se tomó 0,5 mL de aceite esencial desde cada frasco y se llenó un vial para muestras líquidas. Se usó una jeringa de 2 μL con una precisión de 0,02 μL para la inyección en el cromatógrafo. Las tres alícuotas fueron tomadas de cada vial, con una homogeneización repetida de la jeringa antes de cada inyección.
- 4.5. Los extractos fueron analizados por duplicados y diluidos en su respectivo solvente, antes de la inyección al GC/MS.
- 4.6. Las técnicas usadas para el lavandín súper y el romero español fueron las mismas que en la Fase II. Para el hinojo dulce se siguió el método recomendado por la norma NF T 75-257.
5. Metodología de la extracción alternativa por solventes (Soxhlet):
 - 5.1. Se usó un equipo Soxhlet de vidrio pyrex, de 500 mL. (Afora S.A.) Se usaron cartuchos estándar para cada muestra. Los solventes usados fueron: Etanol de 96% (Panreac Química S.A.). El tiempo de extracción fue de 3 horas. Luego, se procedió a separar el solvente, mediante un rotavapor Heidolph, durante 30 minutos, hasta dejar un pequeño volumen del solvente, que permita su fluidez y llenado del frasco ámbar de almacenaje.

6. Resultados:

6.1. Lavandín súper. [ACEPTADO]

- 6.1.1. El rendimiento promedio fue 1,357% w/w, en base húmeda. Con unos rendimientos mínimos y máximos de: 1,186% y 1,654%. Los tiempos de operación estuvieron en el rango de 47,5 a 140 minutos. Estos resultados son mejores que en la Fase II, aunque la materia prima sufrió las consecuencias de la sequía del 2005. La razón de esta mejora es por un mejor control operacional de la unidad piloto y un corte más homogéneo y severo de la materia prima. Lo cual aunque aumentó su humedad, permitió disponerla más al contacto con el vapor. En la Tabla (A-III-1), se resumen los resultados obtenidos.
- 6.1.2. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del Lavandín Súper, basándonos en el perfil cromatográfico, los rangos de cada compuesto químico característico y de las sugerencias dadas por Prager & Miskiewicz.
- 6.1.3. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 17 compuestos químicos, como los característicos del aceite, según los estudios realizados previamente (A-III-2).
- 6.1.4. Posee un bajo contenido de terpenos. Sólo 2 muestras poseen la composición requerida por la norma AFNOR para este aceite esencial. Al no existir norma UNE para este producto, no podemos afirmar si este aceite sería aceptado por el mercado local. Se necesita comparar estos resultados del análisis con la otra columna del GC/MS, por lo tanto se entregará la composición de las muestras en un posterior informe.
- 6.1.5. Se sugiere un estudio adicional para determinar las variables claves influyentes en el aumento del contenido de acetato de linalilo en el aceite. Sin embargo, este proceso permite lograr ese aumento, pero se desconoce la información necesaria para diseñar u operar un equipo capaz de hacerlo.
- 6.1.6. De los resultados de las muestras obtenidas por hidrodestilación fraccionada, se deduce que el aceite esencial se va enriqueciendo en los compuestos aromáticos, conforme transcurre el tiempo de operación. A su vez, se va empobreciendo en los terpenos, o sea, en los compuestos más volátiles. Con esto confirmamos que no basta con obtener un alto rendimiento de aceite, sino que la composición del mismo debería permanecer dentro de los rangos requeridos por la norma pertinente. Entonces, existe una estrecha relación entre rendimiento y

calidad del aceite, la cual permite saber cuando parar la operación, minimizando el consumo de energía por carga de materia prima.

6.2. Romero español. [ACEPTADO]

- 6.2.1. El rendimiento promedio fue similar al obtenido en la Fase II (A-II-6).
- 6.2.2. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del romero español, pero su composición difiere de la establecida por la norma UNE 84306.
- 6.2.3. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 13 compuestos químicos (A-II-7), como los característicos del aceite, según la norma UNE 84306.
- 6.2.4. Un comportamiento similar al lavandín súper es logrado con el aceite esencial producido. Los compuestos volátiles se obtienen más rápido que los “pesados”. El aceite esencial se enriquece de los oxigenados conforme transcurre el tiempo.

6.3. Hinojo dulce. [ACEPTADO]

- 6.3.1. El rendimiento promedio hasta el momento es: 1,8% w/w, en base húmeda. Con unos rendimientos mínimos y máximos de: 1,305% y 2,291%. Los tiempos de operación estuvieron en el rango de 112 a 200 minutos. En la Tabla (A-III-3), se resumen los resultados obtenidos.
- 6.3.2. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del hinojo dulce de la acuerdo a la norma NF T 75-257.
- 6.3.3. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 9 compuestos químicos (A-III-4), como los característicos del aceite, según la norma mencionada.
- 6.3.4. Se observa que sólo 2 muestras cumplen con la normativa en su totalidad, mientras que 3 sólo la incumplen en el contenido de alfa-felandreno. Lo cual indica la necesidad de procesar únicamente el fruto del hinojo para obtener el aceite esencial. Debido a que la prueba 1 fue realizada con tallos y frutos, observándose un alto contenido de alfa-felandreno, procedente de los tallos de la planta. Se necesita comparar estos resultados del análisis con la otra columna del GC/MS, por lo tanto se entregará la composición de las muestras en un posterior informe.
- 6.3.5. Faltan 6 pruebas experimentales, 3 para completar la matriz y 3 para conocer la composición del aceite esencial, en forma fraccionada con respecto al tiempo.

6.4. Extractos de las plantas:

6.4.1. Lavandín súper:

Se detecta la mayoría de compuestos del aceite esencial, tanto en el extracto orgánico como en el alcohólico. Sin embargo, la proporción de los compuestos mayoritarios es superior al del aceite. Se detectaron nuevamente, coumarinas confirmando los resultados de la Fase II.

6.4.2. Hinojo dulce:

El extracto alcohólico (por Soxhlet) contiene menores cantidades de fenchona, eugenol y de monoterpenos. En cambio, un mayor contenido de anetol y z-ocimeno. Por lo cual este extracto está enriquecido en el compuesto mayoritario del aceite esencial y podría ser usado para separar el anetol por cristalización. Esto se realiza con las dos sub-especies del hinojo, cuando no se dispone de cultivos de anís (*pimpinella anisum*). Queda a un posterior estudio de mercado, si es rentable obtener el anetol desde esta materia prima y con estos procesos combinados.

7. Programación de actividades de la Fase III, periodo invernal.

7.1. Dic 2005 a Ene 2006: DAV del hinojo dulce y del hisopo.

7.2. Ene 2006 a Mar 2006: Caracterización comparativa del lavandín súper, hinojo dulce e hisopo.

8. Programación de las actividades de la Fase IV, periodo primavera-verano.

May 2006 a Set 2006: DAV y caracterización de la salvia española, officinal; hinojo dulce, romero español, mejorana de España, siempre viva y espino albar.

FASE III: otoño-invierno del 2005*Entregado: Febrero 2006***1. Acciones realizadas en la Fase III, periodo invernal:**

- 1.1. Obtención de los aceites esenciales del hinojo dulce y del hisopo español.
- 1.2. Caracterización de los aceites esenciales obtenidos, mediante un análisis químico estandarizado, consecutivo a la destilación.
- 1.3. Aplicación de tecnologías alternativas, para la extracción de los principios activos presentes en las plantas analizadas.

2. Plantas caracterizadas (inventario).

- 2.1. Hinojo dulce (*foeniculum vulgare dulce*) [Santa Espina]
Se realizaron 3 pruebas experimentales.
- 2.2. Hisopo español (*hyssopus officinalis aristatus*) [Santa Espina]
Se realizaron 6 pruebas experimentales.

3. Metodología de la obtención:

Se repitió la misma de la Fase II y descrita en el Informe 1, entregado anteriormente.

4. Metodología de la caracterización:

- 4.1. Usando un cromatógrafo de gases combinado con un espectrómetro de masas (GC/MS) HP 6890GC/5973MSD Network (Agilent Technologies, USA), se identificaron los compuestos químicos característicos de cada aceite esencial, de acuerdo a los siguientes trabajos precedentes:
 - 4.1.1. AFNOR (2004) NF T 75-257. Huiles essentielles. Huile essentielle de fenouil doux (*Foeniculum vulgare* Miller spp. *vulgare* var. *dulce* (Miller) Thellung).
 - 4.1.2. AENOR (1992) UNE 84-225-92 Aceites esenciales. Cromatografía en fase gaseosa. Método general para columnas capilares.
 - 4.1.3. García Vallejo, M.C., Guijarro Herraiz, J., Pérez-Alonso, M.J. and Velasco-Negueruela, A. Volatile Oil of *Hyssopus Officinalis* L. from Spain. *J. Essent. Oil Res.*, 7, 567-568 (Sep/Oct 1995).
- 4.2. Se cuantificaron los compuestos identificados por el método de normalización. Sin uso de patrones ni estándares.
- 4.3. Se usó sólo una columna no polar para el GC/MS.

- 4.4. Cada muestra fue analizada por triplicado, previamente deshumedecida con un agente hidrofílico (Na_2SO_4 USP, Panreac Química S.A.). Se tomó 0,5 mL de aceite esencial desde cada frasco y se llenó un vial para muestras líquidas. Se usó una jeringa de 2 μL con una precisión de 0,02 μL para la inyección en el cromatógrafo. Las tres alícuotas fueron tomadas de cada vial, con una homogeneización repetida de la jeringa antes de cada inyección.
- 4.5. Los extractos fueron analizados por duplicados y diluidos en su respectivo solvente, antes de la inyección al GC/MS.
- 4.6. Para el hinojo dulce se siguió el método recomendado por la norma NF T 75-257.
- 4.7. Para el hisopo español se creó un método debido a la inexistencia de normas UNE o ISO para este aceite esencial. La identificación de los compuestos se confrontó con el trabajo previo de García Vallejo et al.

5. Metodología de la extracción alternativa por solventes (Soxhlet):

- 5.1. Se usó un equipo Soxhlet de vidrio pyrex, de 500 mL. (Afora S.A.) Se usaron cartuchos estándar para cada muestra. Los solventes usados fueron: Etanol de 96% (Panreac Química S.A.). El tiempo de extracción fue de 3 horas. Luego, se procedió a separar el solvente, mediante un rotavapor Heidolph, durante 30 minutos, hasta dejar un pequeño volumen del solvente, que permita su fluidez. Luego, se procedió a separar las ceras por disolución del concreto en etanol de 96% y dejando reposar en frío (6°C) por 24 horas. Se filtro el concreto y se evaporó el solvente hasta dejar un volumen adecuado para su fluidez. Se almacenó el absoluto en un frasco ámbar.

6. Resultados:

6.1. Hisopo español. [ACEPTADO]

- 6.1.1. El rendimiento promedio fue hasta el momento, de 1,5% w/w, en base seca. Con unos rendimientos mínimos y máximos de: 1,19% y 1,85%. Los tiempos de operación estuvieron en el rango de 50 a 70 minutos. En la Tabla (A-III-5), se resumen los resultados obtenidos.
- 6.1.2. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del hisopo español.
- 6.1.3. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 10 compuestos químicos (A-III-6), como los característicos del aceite, según la referencia previa (García-Vallejo et al.).

- 6.1.4. Se realizaron sólo 6 pruebas experimentales. En la próxima campaña se terminará el plan de experimentos.
- 6.1.5. Al no existir normas UNE, ni ISO para este aceite esencial, no se pudo constatar por sus propiedades físicas, si cumple o no algún estándar.
- 6.1.6. La cantidad de aceite obtenida en cada prueba no fue suficiente para medir su densidad relativa. Este problema se espera subsanar en la próxima campaña. Se realizó una medición rápida de la densidad por pesada, la cual es sólo estimativa.
- 6.1.7. El hisopo procesado tenía 9% de contenido de agua. Se le puede considerar como altamente seco e ideal para el procesado.

6.2. Hinojo dulce. [ACEPTADO]

- 6.2.1. El rendimiento promedio fue: 1,833% w/w, en base húmeda. Con unos rendimientos mínimos y máximos de: 1,3% y 2,3%. Los tiempos de operación estuvieron en el rango de 112 a 330 minutos. En la Tabla (A-III-3), se resumen los resultados obtenidos.
 - 6.2.2. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite esencial del hinojo dulce de la acuerdo a la norma NF T 75-257.
 - 6.2.3. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 9 compuestos químicos (A-III-4), como los característicos del aceite, según la norma mencionada.
 - 6.2.4. Se completaron las pruebas faltantes de la anterior etapa. Sin embargo, debido a un problema logístico, el hinojo procesado ahora, estuvo almacenado a la intemperie y generó un hongo que atacó a la materia prima. Al procesar, se esperaba obtener un aceite rancio, pero no fue así, sin embargo, el producto obtenido dista mucho del aceite conocido y del logrado en la etapa anterior. Por lo tanto, se realizaran 3 nuevas pruebas en la siguiente campaña y se trabajará inmediatamente con el fruto cosechado.
 - 6.2.5. El rendimiento y la calidad del aceite varían negativamente cuando se procesa los frutos y los tallos conjuntamente. Las pruebas 7, 8 y 9 reflejan este comportamiento. Por ello, se sugiere operar sólo con los frutos y de ser posible, lo más secos posibles.
- 6.3. Extractos de las plantas:
- 6.3.1. Hinojo dulce:
El extracto alcohólico (por Soxhlet) contiene menores cantidades de fenchona, eugenol y de monoterpenos. En cambio, un mayor contenido de anetol y z-

ocimeno. Por lo cual este extracto está enriquecido en el compuesto mayoritario del aceite esencial y podría ser usado para separar el anetol por cristalización. Esto se realiza con las dos sub-especies del hinojo, cuando no se dispone de cultivos de anís (*pimpinella anisum*). Queda a un posterior estudio de mercado, si es rentable obtener el anetol desde esta materia prima y con estos procesos combinados.

7. Programación de las actividades de la Fase IV, periodo primavera-verano.

7.1. May 2006 a Nov 2006: Hidrodestilación y caracterización de la salvia española, officinal; hinojo dulce, romero español, mejorana de España, siempre viva y espino albar. Presentación de dos informes: Uno en Septiembre y el final, en diciembre.

Apéndices:

A-III-1: Tabla de resultados de la DAV para el lavandín súper 2005.

A-III-2: Composición de las muestras del aceite esencial del lavandín súper 2005.

A-III-3: Tabla de resultados de la DAV para el hinojo dulce.

A-III-4: Composición de las muestras del aceite esencial del hinojo dulce.

A-III-5: Tabla de resultados de la DAV para el hisopo español 2005.

A-III-6: Composición de las muestras del aceite esencial del hisopo español 2005.

	Flujo del vapor (L/min)					
	Mínima	Media	Máxima	Mínima	Media	Máxima
Compresión	P8	P7	P6	P5	P4	P3
	P12	P11	P10	P9	P2	P1
	P4	P3	P2	P1		

Matriz de Variables

	P1	P2	P2R	P3	P4	P5	P6	P7	P7R	P8	P9	P9R	P10	P11	P12
Fecha	03/08/2005	04/08/2005	11/08/2005	09/08/2005	10/08/2005	16/08/2005	17/08/2005	18/08/2005	01/09/2005	23/08/2005	22/08/2005	31/08/2005	24/08/2005	30/08/2005	29/08/2005
Lote	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	4	2	4	2	3
Carga (Kg)	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175	2,175
Rendimiento (% w/w)	1,2648	1,3245	1,448	1,419	1,446	1,410	1,268	1,244	1,186	1,266	1,407	1,654	1,270	1,468	1,205
Flujo de vapor (L/min)	26,35	56,11	40,08	24,05	16,03	56,11	40,08	13,82	24,05	14,43	26,93	56,11	40,08	24,05	16,03
Compresión	0,7212	0,7212	0,7212	0,7212	0,7212	0,8052	0,8052	0,8052	0,8052	0,8052	0,7622	0,7622	0,7622	0,7622	0,7622
Densidad relativa 20 C [1]	0,8911	0,8908	0,8930	0,8873	0,8917	0,8940	0,8934	0,8903	0,8920	0,8922	0,8921	0,8955	0,8947	0,8928	0,8917
Índice de refracción 20 C [2]	1,4600	1,4600	1,4590	1,4603	1,4603	1,4592	1,4586	1,4596	1,4621	1,4603	1,4607	1,4589	1,4607	1,4585	1,4589
Humedad (% w/w)	53,11	53,11	35,38	53,11	53,11	53,11	53,11	19,97	19,97	19,97	19,97	20	35,38	35,38	35,38
Tiempo de operación (min)	47,50	48,00	66,25	78,00	110,25	57,67	85,66	93,90	108,80	139,42	66,92	86,58	72,25	112,95	117,50

Compuestos	CAS No.	P1		P2		P3		P4		P2R		P5		P6								
		C1	C2	CI	C2	Prom.																
a-pineno	7785-26-4	0,14	0,13	0,14	0,15	0,11	0,13	0,14	0,10	0,12	0,13	0,09	0,11	0,18	0,13	0,15	0,21	0,15	0,18			
canfeno	79-92-5	0,09	0,10	0,10	0,08	0,09	0,10	0,08	0,09	0,08	0,08	0,07	0,08	0,08	0,12	0,08	0,10	0,14	0,10	0,12		
b-pineno	127-91-3	0,21	0,15	0,18	0,16	0,14	0,11	0,13	0,14	0,13	0,13	0,10	0,11	0,17	0,13	0,15	0,20	0,15	0,18			
octanona-3	106-68-3	0,13	0,17	0,15	0,17	0,12	0,12	0,12	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,00	0,06	0,03	0,00	0,08	0,04			
β-mirceno	123-35-3	0,36	0,38	0,37	0,33	0,29	0,31	0,41	0,38	0,40	0,38	0,32	0,34	0,38	0,32	0,35	0,52	0,44	0,48			
d-limoneno	138-86-3	0,38	0,38	0,38	0,35	0,35	0,35	0,33	0,32	0,33	0,33	0,26	0,32	0,32	0,28	0,28	0,34	0,34	0,34			
1,8-cineol	470-82-6	3,24	3,65	3,45	4,34	4,19	4,19	2,79	2,66	2,66	2,49	2,49	2,79	2,64	2,57	2,57	3,24	2,87	2,87			
trans-b-ocimeno	3779-61-1	1,78	1,85	1,82	1,84	1,67	1,76	2,00	1,77	1,88	1,16	1,06	1,00	0,85	0,93	1,05	0,89	0,97	1,21	1,09		
cis-b-ocimeno	3338-55-4	1,26	1,29	1,28	1,26	1,13	1,20	1,39	1,20	1,30	1,14	0,94	1,04	0,90	0,78	0,84	0,93	0,75	0,84	1,12	0,90	
linalol	78-70-6	32,48	33,44	32,96	32,18	33,49	32,84	34,87	35,85	35,36	31,80	32,65	32,23	30,69	30,99	30,84	30,12	31,42	30,77	30,37	30,46	30,42
alcanfor	76-22-2	6,47	6,60	6,53	7,05	6,82	6,94	6,24	5,89	6,07	6,13	5,76	5,95	6,22	5,76	5,99	6,30	5,56	5,93	6,26	5,42	5,84
borneol	507-70-0	3,83	3,91	3,87	4,10	3,74	3,92	3,93	3,38	3,66	4,59	3,84	4,22	4,60	3,93	4,26	5,16	4,07	4,62	5,04	3,97	4,50
terpineol-4	562-74-3	1,04	1,05	1,04	1,16	1,03	1,10	0,98	0,85	0,91	1,26	1,08	1,17	1,07	0,94	1,01	1,38	1,15	1,27	1,20	0,99	1,10
α-terpineol	98-55-5	1,18	1,24	1,21	1,14	1,54	1,34	1,31	1,19	1,25	1,85	1,69	1,77	1,40	1,27	1,34	1,37	1,16	1,26	1,48	1,25	1,36
acetato de linalilo	115-95-7	32,20	33,18	32,69	31,60	34,36	32,98	30,52	33,77	32,15	33,39	37,12	35,26	36,13	39,22	37,68	34,74	39,97	37,35	34,17	39,04	36,61
acetato de nerilo	141-12-8	0,74	0,29	0,52	0,63	0,25	0,44	0,84	0,32	0,58	0,43	0,47	0,45	0,87	0,38	0,62	0,76	1,18	0,97	0,94	1,42	1,18
b-cariofileno	87-44-5	2,84	2,34	2,59	2,84	2,13	2,49	2,87	2,30	2,58	2,83	2,21	2,52	2,79	2,20	2,50	3,05	2,23	2,64	3,11	2,43	2,77
cumarina	91-64-5	0,96	0,96	0,96	0,75	1,00	0,88	0,90	0,90	0,90	0,63	0,97	0,63	0,97	1,25	0,97	1,25	1,25	1,25	0,99	0,99	0,99
b-farneseno	18794-84-4	1,81	1,81	1,81	1,95	1,70	1,83	1,85	1,82	1,84	1,85	1,73	1,79	1,84	1,74	1,79	2,03	1,73	1,88	2,11	1,94	2,03
Germacreno-D	23986-74-5	0,85	0,85	0,85	0,93	0,74	0,93	0,74	0,74	0,74	0,90	1,02	0,90	1,02	1,02	1,02	1,05	1,05	1,05	1,03	1,03	1,03
γ-Cadineno	39029-41-9	1,13	1,13	1,13	0,53	1,00	1,00	0,82	0,82	0,82	0,25	0,22	0,25	0,22	0,30	0,22	0,30	0,30	0,30	0,26	0,26	0,26
Total identificado		94,00	94,00	94,00	95,00	95,00	93,87	92,98	93,63	93,63	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74	94,74

P7		P8		P9		P10		P11		P12		P9R		P7R							
C1	C2	Prom.																			
0,14	0,12	0,13	0,17	0,12	0,14	0,14	0,11	0,13	0,16	0,12	0,14	0,16	0,11	0,13	0,15	0,11	0,13	0,22	0,16	0,19	
0,10	0,08	0,09	0,13	0,10	0,11	0,11	0,09	0,10	0,11	0,08	0,10	0,11	0,08	0,10	0,10	0,08	0,09	0,15	0,12	0,14	
0,13	0,10	0,12	0,15	0,11	0,13	0,13	0,11	0,12	0,14	0,11	0,13	0,14	0,11	0,12	0,14	0,11	0,12	0,19	0,15	0,17	
0,13	0,13	0,13	0,14	0,13	0,14	0,12	0,12	0,12	0,12	0,10	0,11	0,06	0,11	0,08	0,05	0,10	0,08	0,10	0,08	0,09	
0,48	0,47	0,48	0,73	0,66	0,69	0,41	0,40	0,40	0,42	0,35	0,38	0,72	0,68	0,70	0,62	0,56	0,59	0,43	0,39	0,41	
0,36	0,36	0,36	0,44	0,44	0,44	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,27	0,27	0,27	0,39	0,39	0,39	
3,15	3,09	3,09	3,89	3,63	3,63	3,36	3,29	3,29	3,69	3,30	3,30	2,53	1,96	1,96	2,02	1,95	1,95	1,97	1,92	1,92	
1,36	1,20	1,28	1,37	1,16	1,27	1,17	1,05	1,11	1,14	0,93	1,04	1,11	0,98	1,04	0,98	0,85	0,92	0,93	0,80	0,87	
1,08	0,94	1,01	1,26	1,05	1,16	0,96	0,86	0,91	0,98	0,78	0,88	1,22	1,04	1,13	1,08	0,89	0,99	0,93	0,78	0,86	
35,30	35,12	35,21	32,66	33,88	33,27	32,34	32,62	32,48	30,96	32,84	31,90	30,71	33,07	31,89	30,42	32,29	31,36	28,86	30,95	29,91	
6,68	6,51	6,60	7,13	6,55	6,84	6,72	6,60	6,66	6,99	6,42	6,71	5,53	5,04	5,29	5,09	4,71	4,90	5,47	5,02	5,24	
4,44	3,75	4,10	5,25	4,19	4,72	5,01	4,40	4,70	5,98	4,99	5,49	4,28	3,11	3,70	5,10	3,97	4,53	4,54	3,51	4,03	
0,99	0,89	0,94	1,13	0,97	1,05	0,95	0,86	0,91	1,36	1,13	1,24	0,91	0,73	0,82	1,03	0,87	0,95	1,02	0,87	0,95	
1,52	1,46	1,49	2,00	1,76	1,88	1,46	1,38	1,42	1,60	1,36	1,48	1,74	1,44	1,59	1,81	1,54	1,68	1,44	1,22	1,33	
31,31	34,61	32,96	29,26	32,83	31,05	32,89	36,10	34,50	31,66	36,60	34,13	35,53	40,75	38,14	34,68	39,92	37,30	36,79	43,02	39,91	
0,91	0,35	0,63	1,40	0,47	0,93	0,92	1,08	1,00	0,94	0,31	0,63	0,46	0,38	0,42	0,44	0,42	0,43	0,68	0,33	0,51	
2,59	2,25	2,42	2,97	2,19	2,58	2,92	2,41	2,67	3,12	3,12	3,12	2,80	1,76	2,28	3,10	2,44	2,77	3,15	2,25	2,70	
1,12	1,12	1,12	1,12	1,12	1,12	1,43	1,43	1,43	1,34	1,34	1,34	1,33	1,33	1,33	1,10	1,10	1,10	1,86	0,89	1,38	
1,56	1,71	1,63	1,41	1,26	1,33	1,57	1,59	1,58	1,49	0,62	1,05	1,79	1,22	1,50	2,08	1,71	1,89	2,09	1,91	2,00	
0,70	0,70	0,70	0,77	0,77	0,77	0,84	0,84	0,84	0,97	0,97	0,97	0,87	0,87	0,87	1,02	1,02	1,02	1,14	1,14	1,14	
0,51	1,27	0,89	0,24	0,24	0,24	0,35	0,24	0,35	0,24	0,24	0,24	0,92	0,92	0,92	1,08	1,08	1,08	0,27	1,07	1,41	
95,38						93,49			95,03			94,73			94,40			94,22			93,56

Tabla de resultados de la DAV para el hinojo dulce 2005

Matriz de Variables	Flujo del vapor (L/min)																				
														Mínima	Máxima						
	Compresión	Mínima	Media	Máxima	P9	P8	P7	P6	P5	P4	P3	P2	P1	P3	P4 *	P5 *	P6 *	P7	P8	P9	NFT175-257
Fecha	04/10/2005	06/10/2005	13/10/2005	17/01/2006	17/01/2006	16/01/2006	18/01/2006	18/01/2006	24/10/2006	24/10/2006	25/10/2005	25/10/2005	26/10/2005	26/10/2005							
Lote	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2							
Carga (Kg)	0,936	0,965	0,965	0,965	0,505	0,505	0,505	0,505	0,965	0,965	0,965	0,965	0,965	0,965							
Rendimiento (% w/w)	2,052	2,175	2,291	2,308	2,308	1,662	1,662	1,662	1,734	1,734	1,586	1,586	1,389	1,305							
Flujo de vapor (L/min)	56,19	40,13	24,08	56,19	56,19	40,13	40,13	40,13	24,08	24,08	56,19	56,19	40,13	24,08							
Compresión	0,7867	0,7800	0,7800	0,8675	0,8675	0,8675	0,8675	0,8675	0,8673	0,8673	0,9050	0,9050	0,9050	0,9050							
Densidad relativa 20 C [1]	0,9560	0,9517	0,9598	0,9759	0,9759	0,9759	0,9759	0,9759	0,9759	0,9759	0,9466	0,9466	0,9429	0,9519	0,950	0,981					
Índice de refracción 20 C [2]	1,5268	1,5242	1,5314	1,54768	1,5481	1,5481	1,5481	1,5481	1,55235	1,55235	1,5255	1,5255	1,5408	1,5278	1,520	1,553					
Humedad (% w/w)	63,73	63,73	63,73	63,73	20,485	20,485	20,485	20,485	20,485	20,485	45,9	45,9	45,9	45,9							
Tiempo de operación (min)	112,08	160,00	200,42	300,00	300,00	258,50	329,00	329,00	329,00	329,00	165,88	165,88	187,00	189,75							

* Pruebas realizadas 3 meses después de las correspondientes al lote 2. Sin estado de preservación y con crecimiento de microflora.

Compuestos	CAS No.	NFT75-257	P1			P2			P3			P4 *			P5 *			P6 *			P7			P8			P9			
			Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	Cl	C2	Prom	
a-pineno	7785-26-4	1	8	9,09	4,66	6,88	6,65	6,55	6,60	4,41	4,62	4,52	1,41	1,39	1,40	0,99	0,95	0,97	1,02	0,99	1,01	7,05	7,63	7,34	7,76	8,10	7,93	5,90	6,32	6,11
b-pineno	127-91-3	tr	1	1,05	0,41	0,73	0,62	0,55	0,59	0,39	0,37	0,38	0,10	0,10	0,10	0,09	0,08	0,08	0,08	0,07	0,08	0,76	0,72	0,74	0,80	0,76	0,78	0,60	0,56	0,58
Mirceno	123-35-3	tr	1,5	1,11	0,72	0,92	0,93	0,82	0,87	0,85	0,81	0,83	0,51	0,47	0,49	0,38	0,35	0,37	0,38	0,35	0,36	1,06	0,99	1,03	1,11	1,04	1,07	0,91	0,85	0,88
alfa-felandreno	99-83-2	0,2	5	8,02	3,61	5,82	4,34	3,92	4,13	2,78	2,69	2,73	0,49	0,48	0,48	0,35	0,32	0,34	0,46	0,44	0,45	6,97	6,82	6,89	6,85	6,52	6,68	5,73	5,36	5,55
d-limoneno	138-86-3	1	8	2,42	1,53	1,97	2,50	1,61	2,06	2,16	1,50	1,83	1,53	1,19	1,36	1,25	0,94	1,10	1,20	0,93	1,06	2,71	1,66	2,19	2,67	1,65	2,16	2,72	1,82	2,27
Fenchona	1195-79-5	8	20	13,13	16,73	14,93	14,26	15,12	14,69	12,04	13,26	12,65	5,74	5,90	5,82	6,42	6,59	6,51	8,81	9,41	9,11	10,06	10,95	10,51	10,59	11,43	11,01	11,25	12,50	11,87
Metil-chavicol	140-67-0	2	6	2,91	3,33	3,12	3,11	2,95	3,03	3,55	3,45	3,50	4,40	4,35	4,38	4,14	4,03	4,09	4,67	4,66	4,67	3,53	3,42	3,48	3,76	3,74	3,75	3,58	3,54	3,56
cis-Anetol	25679-28-1	tr	0,5	0,24	0,16	0,20	0,14	0,15	0,14	0,14	0,16	0,15	0,18	0,18	0,18	0,20	0,19	0,20	0,20	0,19	0,19	0,20	0,19	0,19	0,18	0,19	0,19	0,18	0,20	0,19
trans-Anetol	4180-23-8	60	80	59,91	66,22	63,06	65,36	65,09	65,22	71,79	70,32	71,05	84,63	84,30	84,47	85,45	85,01	85,23	82,30	81,60	81,95	65,56	64,37	64,97	64,20	63,22	63,71	67,33	65,79	66,56
Anisaldehido	123-11-5	tr	2	0,17	0,17	0,17	0,12	0,12	0,12	0,14	0,14	0,14	0,08	0,08	0,08	0,11	0,11	0,11	0,11	0,06	0,06	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,23	0,23	0,23
Total identificado						97,79	97,46	97,46	97,78	97,78	97,78	97,78	98,76	98,76	98,98	98,98	98,98	98,93	98,93	98,93	97,48	97,48	97,48	97,44	97,44	97,44	97,80	97,80	97,80	97,80

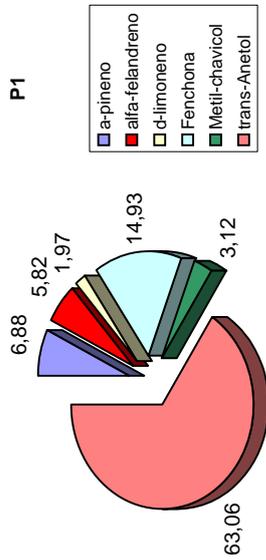
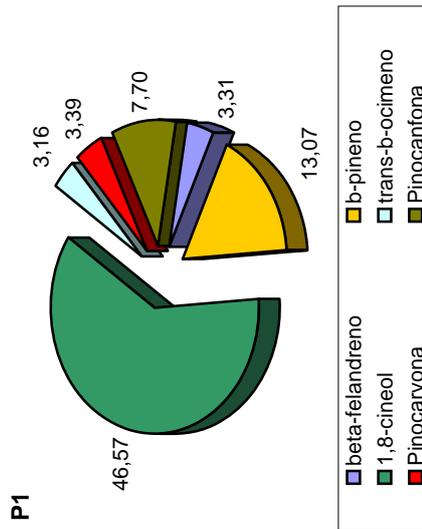


Tabla de resultados de la DAV para el hisopo español 2005

Matriz de Variables	Flujo del vapor (cc/min)										
	Compresión			Media			Máxima				
	Mínima	Media	Máxima	P2	P1	P4	P7	P9	P5	P8	P3
Fecha	P2	P3	P4	P5	P9						
Lote	05/01/2006	09/01/2006	10/01/2006	11/01/2006	26/10/2005						
Carga (Kg)	1	1	1	1	1						
Rendimiento (% w/w)	0,787	0,886	0,873	0,787	0,84						
Flujo de vapor (L/min)	1,852	1,190	1,472	1,513	1,683						
Compresión	33,92	12,11	33,92	12,11	24,23						
Densidad relativa 20 C [1]	0,8920	0,8393	0,8372	0,8920	0,8688						
Índice de refracción 20 C [2]	0,9000	0,8951	0,9028	0,8983	0,0000						
Humedad (% w/w)	1,4702	1,4694	1,4684	0,0000	1,4695						
Tiempo de extracción (min)	9,09	9,09	9,09	9,09	9,09						
	49,78	62,25	53,50	70,00	60,25						

Composición (% en peso) de las muestras del aceite esencial del hisopo español

Compuestos	CAS No.	GV	P1			P2			P3			P4			P5			P9		
			C1	C2	Prom															
a-pineno	7785-26-4	2,54	2,72	2,89	2,81	2,46	2,55	2,50	2,70	3,14	2,92	2,51	2,65	2,58	2,64	2,78	2,71	2,3	2,19	2,24
beta-felandreno	555-10-2	2,97	3,25	3,36	3,31	2,65	2,67	2,66	2,84	3,25	3,04	2,67	2,74	2,71	2,74	2,88	2,81	2,46	2,36	2,41
b-pineno	127-91-3	16,82	13,58	12,55	13,07	11,60	10,75	11,18	13,91	14,42	14,17	12,38	10,91	11,64	14,43	12,60	13,52	11,75	10,16	10,95
d-limoneno				2,83	2,83		6,04	6,04	4,94	4,94	4,94	3,38	3,38	3,38		2,53	2,53		3,68	3,68
1,8-cineol	470-82-6	52,89	47,98	46,57	46,57	48,85	44,80	44,80	49,47	49,55	49,55	54,15	50,56	50,56	52,08	48,49	48,49	51,61	47,92	47,92
trans-b-ocimeno	3779-61-1	1,44	4,09	2,22	3,16	3,25	1,94	2,60	4,37	2,99	3,68	3,37	2,43	2,90	3,94	2,87	3,40	3,39	2,05	2,72
cis-b-ocimeno	3338-55-4	1,35	2,38	1,05	1,72	2,47	1,37	1,92	1,63	0,99	1,31	1,69	1,21	1,45	2,29	1,66	1,98	1,88	1,07	1,48
Pinocarvona	16812-40-1	1,72	3,75	3,03	3,39	2,70	1,98	2,34	4,63	4,09	4,36	3,60	3,02	3,31	3,58	3,13	3,35	3,81	3,14	3,48
Pinocanfona	547-60-4	0,15	7,81	7,59	7,70	6,25	5,51	5,88	5,58	5,35	5,47	6,74	5,77	6,26	7,38	6,34	6,86	6,69	6,32	6,51
Mirtenal	564-94-3	0,5	2,23	1,20	1,71	0,91	0,80	0,86	0,93	0,89	0,91	1,56	1,12	1,34	1,32	1,15	1,24	2,30	1,25	1,78
Carveol	99-48-9	3,12	2,79	2,92	2,86	9,38	8,69	9,03	5,22	5,08	5,15	3,66	3,43	3,54	2,12	1,79	1,95	6,06	6,37	6,22
Total identificado					89,12			89,81			95,49			89,68			88,85			89,38



FASE IV: primavera-verano-otoño del 2006*Entregado: Octubre 2006***1. Acciones realizadas en la Fase IV:**

- 1.1. Obtención de los aceites esenciales del hisopo español, la siempre viva y la mejorana de España.
- 1.2. Caracterización de los aceites esenciales obtenidos, mediante un análisis químico estandarizado, consecutivo a la destilación.

2. Plantas caracterizadas (inventario)

- 2.1. Siempre viva (*helichrysum stoechas*) [Santa Espina]
Se realizó 1 prueba experimental.
- 2.2. Hisopo español (*hyssopus officinalis aristatus*) [Santa Espina]
Se realizaron 11 pruebas experimentales.
- 2.3. Mejorana de España (*thymus mastichina*) [Santa Espina]
Se realizaron 10 pruebas experimentales.

3. Metodología de la obtención:

Se repitió la misma de la Fase II y descrita en el Informe 1, entregado anteriormente.

4. Metodología de la caracterización:

- 4.1. Usando un cromatógrafo de gases combinado con un espectrómetro de masas (GC/MS) HP6890GC/5973MSD Network, se identificaron los compuestos característicos de cada aceite esencial, según los siguientes trabajos precedentes:
 - 4.1.1. García Vallejo, M.C., Guijarro Herraiz, J., Pérez-Alonso, M.J. and Velasco-Negueruela, A. Volatile Oil of *Hyssopus Officinalis* L. from Spain. *J. Essent. Oil Res.*, 7, 567-568 (Sep/Oct 1995).
 - 4.1.2. AENOR (2000). UNE 84308. Aceites esenciales. Aceite esencial de Mejorana de España (*Thymus mastichina* L.).
- 4.2. Se cuantificaron los compuestos identificados por el método de normalización.
- 4.3. Se usó sólo una columna polar (DB-WAX) para el GC/MS.
- 4.4. Cada muestra fue analizada por triplicado. Se usó la misma jeringa de los análisis descritos en los informes previos y se repitió el procedimiento de inyección de las muestras al GC/MS.

4.5. Para el hisopo español y la siempre viva se crearon los métodos de análisis para el GC/MS, debido a la inexistencia de normas UNE o ISO para estos aceites esenciales. La identificación de los compuestos se confrontó con el trabajo previo de García Vallejo et al. (sólo en el caso del hisopo).

5. Resultados:

5.1. Hisopo español. [ACEPTADO]

- 5.1.1. El rendimiento promedio fue: 1,63% w/w, en base seca. Los rendimientos mínimos y máximos fueron: 1,39% y 2,00%. El tiempo de operación estuvo en el rango de 57 a 78 minutos. En los anexos (A-IV-1), se resumen los resultados obtenidos.
- 5.1.2. Se realizaron 3 pruebas con sólo hojas: P9, P10, P11; las cuales sirvieron para determinar cuál el contenido total de aceite esencial del hisopo, sin considerar el material inerte (tallos). El rendimiento promedio fue 3,06%; en el rango de 2,83% a 3,33%. Como se aprecia de las demás pruebas, la presencia de tallos disminuye el rendimiento de la planta a la mitad; por lo cual, se recomienda estudiar la factibilidad de usar un separador mecánico para procesar esta planta.
- 5.1.3. Se identificó positivamente todas las muestras como el aceite del hisopo español.
- 5.1.4. Se cuantificaron todas las muestras mediante el método de normalización, estableciendo 13 compuestos químicos (A-IV-2), como los característicos del aceite, según la referencia previa (García-Vallejo et al.).
- 5.1.5. Al no existir normas UNE, ni ISO para este aceite esencial, no se pudo constatar por sus propiedades físicas, si cumple o no algún estándar.
- 5.1.6. El hisopo procesado tenía 11,3% de contenido de agua. Se le puede considerar como altamente seco e ideal para el procesado.
- 5.1.7. Se observa (A-IV-2) que la presencia de los tallos no modifica la composición del aceite obtenido en las pruebas que sólo se usaron hojas. Esto confirma el conocido empirismo que los tallos no poseen aceite esencial y sólo contribuyen a dar un rendimiento falso del aceite obtenido.
- 5.1.8. Al comparar el aceite obtenido en este año, con el del año pasado, se observa que su rendimiento ha aumentado ligeramente y su calidad es similar también, con la diferencia de 2 compuestos químicos (β -ocimeno y pinocanfona) que uno ha disminuido y el otro aumentado con respecto a la composición del 2005.

5.2. Siempre viva. [RECHAZADO]

- 5.2.1. El rendimiento fue: 0,2% w/w, en base húmeda. El tiempo de operación fue de 1 hora y se utilizó 1 kg. de materia prima.
- 5.2.2. Se analizó el aceite obtenido y su composición química se enlista en los anexos (A-IV-5). Al no haberse encontrado normas ISO ni UNE, no se puede reconocer a este aceite como el correspondiente a la siempre viva.
- 5.2.3. El rendimiento mínimo del aceite obtenido indica un procesado muy costoso y sólo se justifica si es que el precio del aceite cubre los costes de operación.

5.3. Mejorana de España. [ACEPTADO]

- 5.3.1. El rendimiento promedio fue 2,71% w/w, en base seca. Los rendimientos mínimos y máximos fueron: 2,55% y 2,85%. El tiempo de operación estuvo en el rango de 43 a 81 minutos. En los anexos (A-IV-3), se resumen los resultados obtenidos.
- 5.3.2. Se identificó positivamente todas las muestras de aceite como el correspondiente a la mejorana de España (A-IV-4), según la UNE 84308.
- 5.3.3. De acuerdo a los resultados de la picnometría, la refractometría y el análisis cromatográfico, se concluye que el aceite obtenido cumple con la norma UNE 84308. Sin embargo, el mayor contenido de α -pineno, α -terpineol, borneol y β -cariofileno se justifica por ser la 1ª cosecha de esta planta, conforme se realicen más cosechas, el contenido de estos compuestos disminuirá hasta un nivel constante conforme pasen más años. Si se compara el aceite obtenido en esta campaña con el obtenido de la mejorana salvaje cosechada en el 2004, se observa una clara diferencia en su composición, en perjuicio de la mejorana del 2006. La razón de esta deducción reside en que el aceite de este año posee un menor contenido de los compuestos oxigenados, los cuales contribuyen críticamente al aroma del aceite. Este resultado era de esperarse, porque la planta silvestre ha acumulado un mayor contenido de estos compuestos durante su mayor existencia y puede servir de referencia del nivel al que deberá llegar la mejorana cultivada.

Apéndices:

A-IV-1: Tabla de resultados de la DAV para el hisopo español 2006.

A-IV-2: Composición de las muestras del aceite esencial del hisopo español 2006.

A-IV-3: Tabla de resultados de la DAV para la mejorana de España 2006.

A-IV-4: Composición de las muestras del aceite esencial de la mejorana de España 2006.

A-IV-5: Composición de la muestra del aceite esencial de la siempre viva.

Tabla de resultados de la DAV para el hisopo español 2006

	Flujo del agua floral (cc/min)											
	Mínima	Media	Máxima									
Compresión	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	
	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	
	Mínima	Media	Máxima	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10
Fecha	19/09/2006	20/09/2006	22/09/2006	25/09/2006	26/09/2006	03/10/2006	27/09/2006	27/09/2006	05/10/2006	21/09/2006	26/09/2006	
Lote	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Carga (Kg)	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	0,83	1,4	1,4	0,755	1,44	1,4	1,4
Rendimiento (% w/w)	1,587	1,998	1,426	1,779	1,522	1,392	1,658	1,714	2,831	3,025	3,331	3,331
Flujo de vapor (L/min)	56,11	40,08	24,05	56,11	40,08	24,05	56,11	40,08	24,05	24,05	24,05	24,05
Compresión	0,8079	0,8079	0,8079	0,7910	0,7910	0,7940	0,7590	0,7590	0,7596	0,7521	0,7910	0,7910
Densidad relativa 20 C [1]	0,9068	0,9062	0,9054	0,9076	0,9062	0,9071	0,9108	0,9071	0,9088	0,9071	0,9065	0,9065
Índice de refracción 20 C [2]	1,4689	1,4678	1,4686	1,4694	1,4684	1,4686	1,4690	1,4667	1,4672	1,4674	1,4675	1,4675
Humedad (% w/w)	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32	11,32
Tiempo de operación (min)	56,75	72,30	78,20	65,50	67,00	58,40	65,17	68,00	58,10	81,05	99,30	99,30
Tipo de materia prima	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas y tallos	hojas	hojas	hojas	hojas

Matriz de Variables

Flujo del agua floral (cc/min)	
Mínima	Máxima
P1	0,808
P4	0,791
P7	0,759
35	15

Composición (% en peso) de las muestras del aceite esencial de hisopo español 2006

Compuestos	García et al.,	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	Min	Max
1 α -pineno	2,54	2,71	2,52	3,31	2,97	3,03	2,69	2,50	3,13	2,95	2,95	3,06	2,50	3,31
2 β -felandreno	2,97	3,07	2,82	3,46	3,19	3,10	3,05	2,84	3,27	3,08	3,08	3,10	2,82	3,46
3 β -pineno	16,82	10,96	10,10	13,32	12,74	12,71	10,64	10,32	11,91	11,65	11,65	12,14	10,10	13,32
4 d-limoneno	2,25	4,15	5,24	4,59	3,63	4,13	6,09	3,87	4,11	5,09	5,09	4,62	3,63	6,09
5 l,8-cineol	52,89	44,79	47,25	46,29	43,60	45,09	43,84	43,19	49,56	49,93	49,93	46,90	43,19	49,93
6 trans- β -ocimeno	1,44	3,83	3,94	4,15	4,23	4,28	4,31	4,01	4,26	4,11	4,11	4,14	3,83	4,31
7 cis- β -ocimeno	1,35	2,29	2,25	2,50	2,42	2,53	2,79	2,89	3,04	2,38	2,38	2,64	2,25	3,04
8 Pinocarvona	1,72	3,13	2,58	3,09	3,89	1,81	3,34	2,21	1,57	2,01	2,01	1,94	1,57	3,89
9 Pinocanfona	0,15	3,94	3,32	3,86	4,37	4,93	3,64	5,58	4,37	3,36	3,36	4,11	3,32	5,58
10 Mirtenal	0,5	0,48	0,41	0,53	0,71	0,63	0,48	0,64	0,44	0,41	0,41	0,63	0,41	0,71
11 α -terpineol	1	1,83	1,52	1,26	1,57	1,47	1,22	1,62	1,00	1,51	1,51	1,62	1,00	1,83
12 Germacreno D	t	2,03	1,39	1,41	1,81	1,71	1,50	1,53	0,87	1,17	1,17	1,11	0,87	2,03
13 Carveol	3,12	8,30	8,80	3,90	4,69	5,26	8,00	7,21	4,09	5,10	5,10	4,85	3,90	8,80
Total identificado		91,49	92,14	91,67	89,81	90,69	91,60	88,43	91,62	92,75	92,75	90,85		

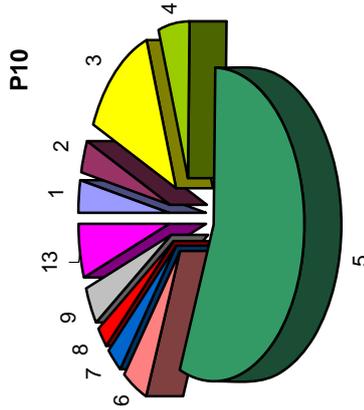
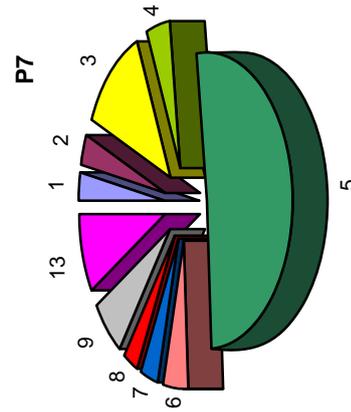


Tabla de resultados de la DAV para la mejorana de España

	Flujo del agua floral (cm3/min)		
	Mínima	Media	Máxima
Compresión	P7	P4	P1
	P8	P5	P2
	P9	P6	P3
	15	25	32,5

Matriz de Variables

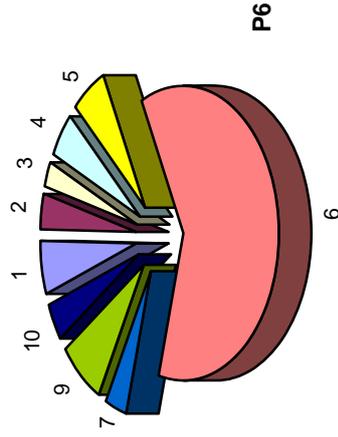
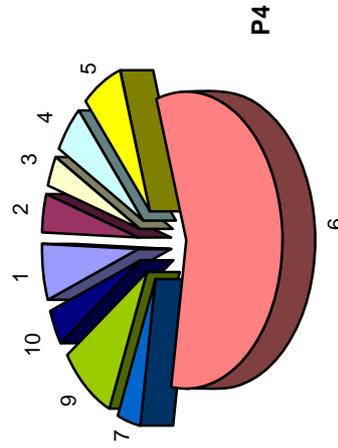
	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	UNE
Fecha	03/07/2006	06/07/2006	05/07/2006	02/08/2006	27/07/2006	31/07/2006	18/07/2006	20/07/2006	21/07/2006	24/07/2006	
Lote	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
Carga (Kg)	1,0	1,046	1,02	1,0	1,02	1,026	1,03	1,05	1,053	1,03	
Rendimiento (% w/w)	2,851	2,809	2,706	2,673	2,846	2,695	2,772	2,546	2,663	2,554	
Flujo de agua floral (cm3/min)	32,50	32,50	32,50	25,00	25,00	25	13,30	15,00	15,00	25	
Compresión	0,7835	0,8103	0,8409	0,7835	0,8150	0,8400	0,7770	0,8096	0,8358	0,7770	
Densidad relativa 20 C [1]	0,9092	0,9086	0,9087	0,9092	0,9113	0,9101	0,9105	0,9091	0,9083	0,9101	0,89
Índice de refracción 20 C [2]	1,4652	1,4654	1,4650	1,4645	1,4649	1,4650	1,4645	1,4650	1,4647	1,4654	1,46
Humedad (% w/w)	10,83	10,83	10,83	10,83	10,83	10,83	11,52	11,52	11,52	10,83	
Tiempo de operación (min)	43,08	46,50	46,00	52,37	60,25	61,10	65,00	67,20	80,50	78,37	

[1] UNE 84156

[2] UNE 84158

Composición (% en peso) de las muestras del aceite esencial de la Mejorana de España

Compuestos	UNE 84308		P1	P2	P3	P10	P5	P6	P7	P8	P9	P4	Min	Max
	Min	Max												
1 α -pineno	1	4,5	5,04	5,30	5,16	5,24	4,92	5,14	4,89	4,91	5,27	5,22	4,89	5,30
2 β -felandreno			3,55	3,46	3,51	3,43	3,22	3,13	3,33	3,23	3,38	3,15	3,13	3,55
3 cis- β -ocimeno			3,02	2,88	3,01	2,79	2,73	2,55	2,77	2,70	2,97	2,64	2,55	3,02
4 β -pineno	2	5	4,45	4,46	4,47	4,54	4,25	4,26	4,30	4,25	4,45	4,28	4,25	4,54
5 d-limoneno	1	6	5,36	5,04	5,06	5,48	5,09	5,10	5,01	5,06	5,12	5,27	5,01	5,48
6 l,8-cineol	30	68	48,40	50,64	48,66	48,33	49,04	52,92	49,20	48,58	48,41	51,49	48,33	52,92
7 linalol	3	48	3,71	3,35	3,45	3,39	3,27	3,13	3,87	3,53	3,47	3,34	3,13	3,87
8 alcanfor	0,1	2	1,58	1,37	1,54	1,40	1,41	1,33	1,53	1,52	1,47	1,45	1,33	1,58
9 alfa-terpineol	1	5	7,57	6,97	7,27	7,58	7,67	6,51	7,20	7,78	6,89	6,61	6,51	7,78
10 borneol	0,1	3	3,36	3,78	3,15	3,33	3,63	3,50	3,47	3,69	3,41	3,65	3,15	3,78
11 acetato de linalilo	0,2	4	t	t	t	t	t	t	t	t	t	t	t	t
12 β -cariofileno	0,5	1,5	1,93	1,58	1,86	1,91	1,74	1,49	1,63	1,77	1,65	1,45	1,45	1,93
Total identificado			87,98	88,83	87,14	87,42	86,97	89,05	87,20	87,01	86,50	88,54		



Composición química del aceite esencial obtenido (% en peso) promedio.

Compuestos	t _r	%
α -pineno	3,05	33,91
α -fencheno	3,40	0,56
β -pineno	4,06	0,70
d-limoneno	5,76	20,20
Terpinoleno	7,74	0,48
Copaeno	14,40	1,58
α -gurjuneno	15,73	0,48
α -trans-bergamoteno	17,82	0,65
β -cariofileno	18,14	10,74
Aromadendreno	18,44	1,32
Alloaromadendreno	19,82	4,30
α -trans-bergamoteno	20,52	0,56
α -cariofileno	20,59	0,55
γ -muuroleno	21,38	0,70
di-epi- α -cedreno	21,52	1,40
viridifloreno	21,60	0,72
β -selineno	22,35	2,21
α -muuroleno	22,67	0,51
β -bisaboleno	22,82	1,05
δ -cadineno	23,84	3,73
γ -selineno	24,46	1,79
trans-anetol	26,16	1,12
ledol	32,82	2,02
γ -selineno	34,65	0,94
kaurene-16	42,97	0,90
Acido laurico	46,92	0,35
Total identificado		93,42

Conclusiones generales

1. Las plantas aromáticas sugeridas para su procesado, mediante la destilación por arrastre de vapor, para obtener sus aceites esenciales son:
 - a. **Mejorana de España (*thymus mastichina L.*)**.
 - b. **Hisopo español (*hyssopus officinalis L. ssp. Aristatus*)**.
 - c. **Hinojo dulce (*foeniculum vulgare L. sspr. dulce*)**.
 - d. **Romero español (*rosmarinus officinalis L.*)**.
2. Las siguientes plantas necesitan **estudios complementarios para conocer el rendimiento y la composición química de sus extractos orgánicos: Jara-estepa (*cistus laurifolius L.*) y Siempre viva (*helichrysum stoechas L.*)**. No son aptas para ser procesadas mediante destilación por arrastre de vapor, a menos que se demuestre económicamente su viabilidad; puesto que técnicamente poseen bajísimos rendimientos por lote.
3. **Los lavandines, súper y abrial (*lavandula hybrida*), poseen un rendimiento aceptable y su procesado mediante destilación por arrastre de vapor es recomendado**. Sin embargo, **la ausencia de una norma técnica española (UNE) dificulta confirmar la calidad del aceite obtenido**; con lo cual, cualquier cliente potencial podría no adquirirlo, debido la conocida adulteración de estos productos.
4. **La mejorana de España es obtenida con un rendimiento promedio de 2,63% en peso para el caso de la planta silvestre (FASE II:2004) y de 2,71% para el caso de la cultivada (FASE IV:2006)**. La variabilidad en el rendimiento es baja aparentemente para ambas plantas, pero esto es falso, porque la planta silvestre fue trillada previamente, usándose sólo sus hojas, mientras la cultivada fue procesada entera (hojas, flores y tallos). Por lo tanto, la planta cultivada tiene un mayor rendimiento real que la otra. **La calidad de los aceites esenciales obtenidos varió significativamente entre la planta silvestre y la cultivada. La calidad del aceite de la segunda fue menor; porque, la silvestre tuvo un mayor contenido de compuestos oxigenados, los cuales son responsables del aroma. Los aceites obtenidos de ambas plantas cumplieron los rangos establecidos por la norma**

UNE 84308; con la excepción del contenido de α -terpineol, el cual fue mayor que el indicado, para ambas plantas, lo cual no merma la calidad de estos aceites. Por lo tanto, se concluye que **la mejorana puede ser procesada entera**, con una corta pérdida en el rendimiento debido a la presencia de los tallos, pero **sin afectar la calidad del aceite obtenido**. La separación previa de los tallos para su procesamiento dependerá de la evaluación económica de un proyecto a mayor escala.

- 5. El hisopo español es obtenido con un rendimiento promedio de 1,5% en peso para el caso de la planta de 1 año (FASE III:2005) y de 1,63% para la que tiene 2 años (FASE IV:2006)**. La variabilidad en el rendimiento es baja sólo para la del 2006. Al usarse sólo hojas de una parte del lote 2006, se obtuvieron rendimientos (2,83%; 3,03%; 3,33%) que duplicaron a los mismos para la planta entera, del mismo lote. Lo cual indica que la presencia de los tallos (leñosos) provoca un volumen vacío en el equipo que resta eficiencia al proceso. **La calidad de los aceites obtenidos varió ligeramente entre los lotes del 2005 y el 2006**. Se observa que existe una acumulación de los compuestos oxigenados, conforme la planta crece, aunque otros factores climatológicos o agrícolas podrían también contribuir a esta diferencia. La presencia de los tallos no modificó la calidad del aceite obtenido desde sólo las hojas del hisopo. Lo cual, confirma la deducción anterior, **la presencia de los tallos sólo afecta a la eficiencia, más no a la eficacia del proceso**. La separación física de los tallos deberá ser estudiada económicamente, si se busca aumentar el rendimiento del proceso.
- 6. El romero español es obtenido con un rendimiento promedio del 1,24% en peso para el caso del lote 1 (FASE II:2004) y de 1,34% para el lote 2 (FASE III:2005)**. La variabilidad en el rendimiento es baja para ambos lotes, por lo cual, estos rendimientos son representativos de cada uno de ellos. **La calidad de los aceites esenciales obtenidos no varió entre los lotes**, debido a que ambos provenían de la misma plantación con sólo las diferencias de la zona de la cosecha y el tiempo transcurrido entre cada lote cosechado. El contenido de algunos compuestos químicos mayoritarios superó los límites de la UNE 84306, sobretodo en el caso de la verbenona. Lo cual no indica que sea una nueva sub-especie del romero, sino que puede ser debido a la edad de la planta procesada. Por lo tanto, se concluye que este romero, al tener un alto contenido de verbenona, necesita de un nuevo nicho en el

mercado de los aceites esenciales, para ser comercializado, ya que al incumplir la norma correspondiente, no podría ser usado en sus aplicaciones comunes. La mayoría de las pruebas fueron realizadas con sólo hojas, aunque **se observó una fuerte disminución (>50%) en el rendimiento cuando se trabajó con hojas y tallos (P1)**. Nuevamente se halló que **la calidad del aceite no se ve alterada por la presencia de los tallos en la carga a procesar**. La separación física de los tallos deberá ser estudiada económicamente, si se busca aumentar el rendimiento del proceso.

7. **El hinojo dulce es obtenido con un rendimiento promedio del 1,83% en peso**. La variabilidad en el rendimiento es alta debido a que se trabajó con frutos y pedúnculos, lo cual generó un alto volumen de espacio muerto dentro del equipo. Lo ideal es trabajar sólo con frutos, pero se hizo de manera combinada para conocer los efectos en el rendimiento y la calidad del aceite. El tiempo de operación sobrepasó holgadamente el usado para las demás plantas aromáticas estudiadas. Esto indica que si el hinojo dulce se procesara industrialmente, se sugiere reciclar el agua floral a la caldera para disminuir el mayor consumo del agua de proceso, en comparación con las otras plantas estudiadas. La mayor presencia de pedúnculos disminuye el rendimiento del aceite (P7, P8 y P9), aunque no altera su calidad en comparación con la del aceite obtenido con un menor contenido de pedúnculos (P1, P2, P3). **Por lo tanto, los aceites obtenidos desde tallos y frutos cumplen con la norma NF T75-257**. Una parte del lote se procesó con varios días de tardanza y con presencia de microflora superficial, dando un rendimiento intermedio entre los otros ya logrados, pero con una gran diferencia en la calidad de los aceites obtenidos (P4, P5, P6), incumpliendo la norma de referencia. Esto hecho indica que la degradación biológica del hinojo debido al crecimiento de microflora afecta fuertemente la calidad del aceite obtenido, desvirtuándolo por completo; por lo cual, el procesado inmediato del hinojo dulce, una vez cosechado, o el secado de los frutos deben ser considerados para evitar la obtención de un aceite de mala calidad.
8. **El lavandín súper es obtenido con un rendimiento promedio de 1,0% en peso para el lote del 2004 y de 1,36% para el lote del 2005**. La variabilidad en el rendimiento es alta debido a la presencia abundante de tallos, puesto que se procesó la materia prima tal como se hace en la planta industrial de COCOPE S.Coop. Además, el uso de una cosechadora con un cortado mayor del lavandín (máquina vieja) también

generó una diferencia en el rendimiento. **La composición química del aceite no varió significativamente entre los lotes del 2004, en cambio si varió en comparación al lote del 2005, sobretodo en el contenido de acetato de linalilo.** Sin embargo, **no se puede establecer si esta variación repercute o no en la calidad del aceite, al no existir una norma UNE.** La identificación del acetato de linalilo fue un problema permanente en el análisis cromatográfico de este aceite, porque se le detectó conjuntamente con otros isómeros, lo cual no se le ha podido determinar con la misma precisión como fue con los demás compuestos.

El lavandín abrial posee un rendimiento similar al súper, pero su composición química difiere claramente del súper, con lo cual la identificación y discernimiento de estos dos híbridos del lavandín mediante un GC/MS es una acción prioritaria e indispensable para determinar la calidad de sus aceites.

9. **La unidad piloto ha demostrado su versatilidad, maniobrabilidad y control para las condiciones de operación impuestas.** Este diseño puede servir como base para nuevas unidades de igual o mayor escala. Sin embargo, se debe precisar **la limitación de trabajar sólo con vapor saturado a presión atmosférica.** Por ello, se sugiere **diseñar y adquirir un condensador de tubos y coraza, que reemplace al actual, para operar con vapor seco y a condiciones similares a las industriales.**

10. **Los protocolos de análisis físico y químico:** picnometría (UNE 84156), refractometría (UNE 84158) y la cromatografía de gases (UNE 84-225-92, UNE 84306, UNE 84308, NF T75-257) **demonstraron su eficiencia, reproducibilidad y precisión** en la determinación de las propiedades físicas y la composición química de los aceites esenciales analizados. Para los casos del **lavandín súper, el abrial, el hisopo español y la siempre viva se hace necesario mejorar el protocolo de análisis por GC/MS** hasta lograr una estabilidad en los resultados, sin importar si los parámetros principales son cambiados; o aplicar directamente la norma técnica pertinente cuando sea publicada.

Sugerencias para los próximos proyectos

1. Se debería **continuar la búsqueda de otras plantas oriundas de la provincia de Valladolid o adaptables a su clima y suelo**, para conocer la viabilidad técnica de su procesado. Desde este trabajo, se sugieren las siguientes: **salvia romana** (salvia sclarea), **salvia española** (salvia lavandulifolia), **salvia común** (salvia officinalis), **melisa** (melissa officinalis), **ajedrea** (satureja montana) y **ruda** (ruta graveolens).
2. Se debería dar el **seguimiento al procesado de las plantas ya cultivadas** (mejorana de España, hinojo dulce, hisopo español, romero español) para **conocer la evolución del rendimiento y la calidad de los aceites obtenidos con respecto al tiempo**. Puesto que, según la bibliografía, en plantas cultivadas, no se logra un rendimiento ni una calidad estables hasta después del 3er año de sembradas. Y al ser plantas perennes, se necesita conocer el periodo de máximo rendimiento y calidad, para planificar las plantaciones a mayor escala.
3. Se debería **estudiar, de entre los nuevos proyectos, las aplicaciones directas o indirectas de los aceites obtenidos para los mercados existentes o potencialmente atractivos**. La necesidad de una coordinación multidisciplinaria es prioritaria, porque las nuevas aplicaciones de los aceites corresponden a temas que no están vinculados con la ingeniería química y que responden más a las áreas de la farmacología, la veterinaria, la entomología, la bioquímica, la micología y la alimentación animal.
4. Se debería **coordinar un plan estratégico para el procesado de las plantas aromáticas con otras instituciones de investigación, empresas, entes gremiales, municipales, provinciales y comunitarios**, con el objetivo de evitar la duplicidad de esfuerzos e inversiones. Este plan debería estar enmarcado en las propuestas de la Agenda Local 21.
5. Se debería realizar **el estudio técnico-económico, a escala semi-industrial, de las plantas elegidas previamente**. Las razones para este nuevo estudio residen en:
 - 5.1. La destilación por arrastre de vapor industrial es un proceso que usa remolques-destiladores o alambiques con una capacidad 200-400 veces mayor que la del equipo de

este proyecto. Por lo cual, un escalado a nivel industrial, a partir de los resultados obtenidos en este informe, daría una subestimación de:

- 5.1.1. *El caudal del vapor requerido*, porque *las pérdidas de calor y el reflujo interno del vapor condensado son mayores*, conforme aumenta la escala y se desconoce un método preciso para predecirlas. Con una escala intermedia, se evaluarían estos factores en condiciones más reales y próximas al nivel mayor.
- 5.1.2. *La relación carga/volumen del lecho (compresión)*, porque al aumentar la carga es más difícil técnicamente comprimir el lecho, debido a la flexibilidad y la humedad del material vegetal, con lo cual no se podría lograr el grado de compresión óptimo obtenido en este informe. Con una escala intermedia, se evaluaría un rango mayor para esta relación o se estudiaría la trituración parcial de la planta.
- 5.1.3. *El tiempo de llenado*, porque es función del caudal de vapor usado y de la compresión del lecho, ocasionando que *el tiempo total del procesado de una carga sería impredecible*; en cambio, con una escala intermedia, al evaluarse las pérdidas energéticas, se formularían relaciones apropiadas.
- 5.1.4. *La temperatura y presión del vapor usado*, porque al aumentar el volumen del lecho, también lo hace la caída de presión del vapor y la resistencia calorífica del material vegetal; por ello aunque el caudal sea calculado, su presión deberá ser tal que atravesase rápidamente el lecho, evitando la acumulación del aceite en el vapor condensado internamente y el calentamiento excesivo del lecho. Estos aspectos influyen en una degradación del aceite, provechosa o no, pero ambos casos, impredecible previamente. Con una escala intermedia, se trabajaría con el vapor a mayor temperatura o presión y se evaluaría la resistencia calorífica del lecho.
- 5.2. El cultivo, la cosecha y el pre-tratamiento de las plantas elegidas para una producción industrial genera nuevos costes, dificultades técnicas o pueden disminuir drásticamente el rendimiento de los aceites procesados. Además, la creación de una plantación piloto serviría para evaluar el rendimiento de las cosechas durante varios años; a su vez, suministraría la materia prima para el proyecto industrial y para las plantaciones a mayor escala.
6. Se debería apoyar **la realización de nuevos proyectos para profundizar los hallazgos científicos obtenidos conjuntamente con este trabajo**. A través de un plan de investigación y desarrollo de mediano plazo, con el propósito de realizar el escalado hasta el nivel industrial, así como de complementar los estudios para controlar y optimizar la

operación de la destilería industrial proyectada, mediante un mejor y mayor control de los parámetros del proceso.

7. Se debería **adquirir o disponer de la infraestructura apropiada para la realización de los nuevos estudios**. La cual debería estar en un área aislada o con un sistema de extracción y alimentación de aire fresco permanentemente, con el objetivo de evitar niveles excesivos de los aceites esenciales en el ambiente, que podrían provocar alergias respiratorias y/o cutáneas al personal de investigación o al resto de personas presentes en el edificio. Aunque no existen evidencias de toxicidad por la inhalación de aceites esenciales en bajas concentraciones, la sensibilidad olfativa humana es fácilmente saturada durante el procesado y puede conllevar malestares del personal presente o conexo. Asimismo, disponer de los aparatos de análisis físico o químico adecuados, con el propósito de caracterizar completamente los aceites esenciales y los sub-productos (agua floral y condensado), de acuerdo a las normas técnicas UNE o internacionales, y en el caso de su inexistencia, tener la capacidad de establecer sus propios requisitos de calidad.
8. Se debería **apoyar la investigación de las nuevas tecnologías para la obtención de aceites esenciales**, mediante la ejecución de proyectos específicos, encaminados a conocer la viabilidad técnica de las mismas y su desempeño frente a la destilación por arrastre de vapor. Estas nuevas investigaciones deben partir desde equipos a nivel laboratorio, para conocer el “know-how” de las tecnologías, establecer protocolos de operación estandarizados; luego pasar a una escala banco, por lotes y finalmente, a una escala piloto en operación continua. Aventurarse a realizar ensayos o construir equipos sin disponer de los datos previos necesarios, ni conocer el “know-how” de las tecnologías elegidas, conllevará a dejar a la buena fortuna, el éxito de estas investigaciones que la agricultura de la provincia de Valladolid necesita rápidamente.
9. Se debería **plantear estudios dedicados a la obtención de extractos naturales, mediante tecnologías convencionales o nuevas**. Puesto que, durante la realización de este trabajo, se comparó el rendimiento y las características de los extractos alcohólicos de las plantas aromáticas analizadas con respecto a los logrados mediante la destilación por arrastre de vapor y se concluyó que son marcadamente diferentes y con aplicaciones distintas. Por lo cual, el apoyo directo o complementario a la obtención de extractos

naturales, podría conseguir nuevos productos u obtener otros, desde plantas aromáticas o medicinales que tengan un mínimo de producción de aceites esenciales.

10. Se debería mantener **la metodología de planeamiento-ejecución-control-difusión** que se aplicó a este proyecto, para lograr mediante un esfuerzo permanente, equilibrado y distribuido, el cumplimiento de las metas que los próximos estudios se planteen.

Bibliografía:

- AENOR. **2000**. UNE 84156. Aceites esenciales. Determinación de la densidad relativa a 20°C. Método de referencia.
- AENOR. **2000**. UNE 84158. Aceites esenciales. Determinación del índice de refracción.
- AENOR. **1992**. UNE 84-225-92. Aceites esenciales. Cromatografía en fase gaseosa. Método general para columnas capilares.
- AENOR. **1997**. UNE 84306. Aceites esenciales. Aceite esencial de Romero (*Rosmarinus officinalis* L.) de España.
- AENOR. **2000**. UNE 84308. Aceites esenciales. Aceite esencial de Mejorana de España (*Thymus mastichina* L.).
- AFNOR. **2004**. NF T75-257. Huiles essentielles. Huile essentielle de fenouil doux.
- Al Di Cara, Jr. Essential Oils. In *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*. **1983**. McKetta, J.J. (Ed.) Marcel Dekker, Inc., USA. Vol. 19, 352-381.
- Ashurst, P.R. Food Flavorings. **1999**. 3rd Edition. Aspen Publishers, Inc. USA.
- Baratta, M.T.; Dorman, H.J.D.; Deans, S.G.; Figueiredo, A.C.; Barroso, J.G.; Ruberto, G. Antimicrobial and antioxidant properties of some commercial essential oils. *Flavour Fragr. J.* **1998**, 13, 235-244.
- Bauer, K. Garbe, D. Surburg, H. *Common Fragrance and Flavor Materials: Preparation and Uses*. **2001**. 4th Edition. Wiley-VCH Verlag GmbH, Germany.
- Bezdolny, N.I. and Kostylev, V.P. Plant for Processing Vegetal Stock. U.S. Patent 5,372,680, Dec. 13, 1994.
- Boucard, G.R. and Serth, R.W. *Practical Design of a Continuous Distillation Plant for the Separation of Essential Oils from Aromatic Raw Materials*. Technical Report; Texarome Inc.: Texas, USA, 2005.
- Boutekedjiret, C. Bentahar, F. Belabbes, R. Bessiére, J.M. Extraction of rosemary essential oil by steam distillation and hydrodistillation. *Flavour Fragr. J.* **2003**, 18:481-484.
- Burillo, J. (Ed.) Investigación y experimentación de plantas aromáticas y medicinales en Aragón: Cultivo, transformación y analítica. **2003**. Gobierno de Aragón, Dpto. De Agricultura, Dirección General de Tecnología Agraria, Zaragoza, España.
- Cadby, P.A.; Troy, W.R.; Middleton, J.D.; Matthias, G.H.V. Fragrances: are they safe? *Flavour Fragr. J.* **2002**, 17, 472-477.
- Code of Federal Regulations. U.S. Government Printing Office. Title 21, Vol. 3, Chapter I, Part 182, Subpart A, 456-460. April 1, 2003.

- Cogat, P.O. Apparatus for Separating Biochemical Compounds from Biological Substances. U.S. Patent 5,478,443, Dec. 26, 1995.
- Coutiere, D. Process for the Continuous Hydro-Distillation of Plants. U.S. Patent 4,935,104, Jun. 19, 1990.
- Díaz-Maroto, M.C. Pérez-Coello, M.S. Esteban, J. Sanz, J. Comparison of the volatile composition of wild fennel samples (*foeniculum vulgare* Mill.) from central Spain. *J. Agric. Food Chem.* **2006**, 54, 6814-6818.
- Essential Oils. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 4th Ed.; Wiley & Sons. New York, USA, 1993; Vol. 17, pp 1-60.
- Flamini, G. Cioni, P.L. Morelli, I. Macchia, M. Ceccarini, L. Main agronomic-productive characteristics of two ecotypes of *Rosmarinus Officinalis* L. and chemical composition of their essential oils. *J. Agric. Food Chem.* **2002**, 50, 3512-3517.
- Fraternale, D. Giamperi, L. Ricci, D. Chemical composition and antifungal activity of essential oil obtained from in vitro plants of *Thymus mastichina* L. *J. Essent. Oil Res.*, 15, 4, 278-281, **2003**.
- García, M.C. García, D. Muñoz, F. Avance de un estudio sobre las esencias de *Thymus mastichina* L. español ("Mejorana de España"). *Anales del Instituto de Investigaciones Agrarias, Serie: Forestal.* 8, 12, 201-218, **1984**.
- García, M.C. Guijarro, J. Pérez-Alonso, M.J. Velasco-Negueruela, A. Volatile oil of *hyssopus officinalis* L. from Spain. *J. Essent. Oil Res.*, 7, 567-568, **1995**.
- García de Quesada, T. Rodríguez, B. Valverde, S. The constituents of *helichrysum stoechas*. *Phytochemistry*, **1972**, 11, 446-449.
- Günther, E. *The Essential Oils*. Vol. 1: History and origin in Plants Production Analysis. Krieger Publishing: New York, USA, 1948.
- Heath, H.B. Reineccius, G. **1986**. *Flavor Chemistry and Technology*. AVI Publishers, USA.
- Jankovsky, M. Landa, T. Genus *hyssopus* L. –recent knowledge. *Hort. Sci. (Prague)*, 29, **2002**(3):119-123.
- Kubeczka, K.-H. and Formáček, V. *Essential Oils Analysis by Capillary Gas Chromatography and Carbon-13 NMR Spectroscopy*. **2002**, 2nd Edition. John Wiley & Sons, Ltd.
- Lahlou, M. Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils. *Phytother. Res.*, **2004**, 18,435-448.
- Lavault, M. and Richomme, P. Constituents of *helichrysum stoechas* variety *olonnense*. *Chemistry of Natural Compounds*. 40, 2, **2004**.

- Masango, P. Cleaner production of essential oils by steam distillation. *Journal of Cleaner Production*. **2005**, 13, 833-839.
- Miguel, M.G. Duarte, F.L. Venancio, F. Tavares, R. Comparison of the main components of the essential oils from flowers and leaves of *Thymus mastichina* (L.) L. ssp. *Mastichina* collected at different regions of Portugal. *J. Essent. Oil Res.*, 16, 4, 323-327, **2004**.
- Miguel, M.G. Simoes, M. Figueiredo, A.C. Barroso, J.G. Pedro, L.G. Carvalho, L. Composition and antioxidant activities of the essential oils of *Thymus caespititius*, *Thymus camphorates* and *Thymus mastichina*. *Food Chemistry*, 86, 183-188, **2004**.
- Miguel, M.G. Guerrero, C. Rodrigues, H. Brito, J.C. Main components of the essential oils from wild Portuguese *Thymus mastichina* (L.) L. ssp. *Mastichina* in different developmental stages or under culture conditions. *J. Essent. Oil Res.*, 16, 2, 111-114, **2004**.
- Mimica-Dukic, N. Kujundzic, S. Sokovic, M. Couladis, M. Essential oil composition and antifungal activity of *foeniculum vulgare* Mill. Obtained by different distillation conditions. *Phytother. Res.*, **2003**, 17:368-371.
- Miraldi, E. Comparison of the essential oils from ten *foeniculum vulgare* Millar simples of fruits of different origin. *Flavour Fragr. J.*, **1999**, 14, 379-382.
- Muckensturm, B. Foechterlen, D. Reduron, J.P. Danton, P. Phytochemical and chemataxonomic studies of *foeniculum vulgare*. *Biochemical Systematics and Ecology*, 25, 4, 353-358, **1997**.
- Peter, K.V. *Handbook of Herbs and Spices*. Woodhead Publishing Ltd. England, 2004.
- Piccaglia, R. and Marotti, M. Characterization of some italian types of wild fennel (*foeniculum vulgare* Mill.) *J. Agric. Food Chem.* **2001**, 49, 239-244.
- Muñoz, F. *Plantas medicinales y aromáticas: Estudio, cultivo y procesado*. 4ª Reimpresión. Ediciones Mundi-Prensa: Madrid, España, 2002.
- Parry, E. J. *The Chemistry of Essential Oils and Artificial Perfumes*. 4th Edition. Van Nostrand Co., NY, USA, **1921**.
- Pintore, G. Usai, M. Bradesi, P. Juliano, C. Boatto, G. Tomi, F. Chessa, M. Cerri, R. Casanova, J. Chemical composition and antimicrobial activity of *Rosmarinus officinalis* L. oils from Sardinia and Corsica. *Flavour Fragr. J.* **2002**; 17:15-19.
- Prager, M. J. and Miskiewicz, M.A. Characterization of *lavandin abrialis*, *super* and *grosso* by GC-MS. *Perfumer & Flavorist*, **1981**, Vol. 6, April/May.

- Regnault-Roger, C. Philogéne, B.J.R. y Vincent, C. Biopesticidas de origen vegetal. 1ª Edición en español por Urbano, P. Ediciones Mundi-Prensa: Madrid, España, **2004**.
- Rios, J.L. Recio, M.C. Villar, A. Isolation and identification of the antibacterial compounds from *helichrysum stoechas*. *Journal of Ethnopharmacology*, 33, **1991**, 51-55.
- Sandra, P. and Bicchi, C. (Eds.) *Capillary Gas Chromatography in Essential Oil Analysis*. **1987**. Huethig. Heidelberg, Germany.
- Seider, J.D. and Henley, E.J. *Separation Process Principles*. 2nd Edition. **2006**. John Wiley & Sons., USA.
- Shellie, R. Mondello, L. Marriott, P. Dugo, G. Characterisation of lavender essential oils by using GC-MS with correlation of linear retention indices and comparison with comprehensive two-dimensional GC. *J. of Chrom. A.*, **2002**, 970, 225-234.
- Teuscher, E. Anton, R. Lobstein, A. *Plantes Aromatiques. Épices, aromates, condiments et huiles essentielles*. Editions Tec & Doc, Paris, France, **2005**.
- Velasco, A. Perez, M.J. Aceites esenciales de tomillos ibéricos. IV. Contribución al estudio quimiotaxonómico (terpenoides) del género *Thymus* L. *Trab. Dep. Botánica*, 13: 115-133 (**1986**).
- Ziegler, E. and Ziegler, H. *Flavourings*. Wiley-VCH Verlag GmbH: Berlín, Germany, **1998**.

ANEXOS

Publicaciones científicas de los autores, relacionadas con este Proyecto:

- *Hidrodextracción del aceite esencial del Lavandín Súper*. XXI Congreso Interamericano de Ing. Química. Abril del 2005, Lima, Perú.
- *Comparación entre los aceites esenciales hidrodestilados y los extractos obtenidos con altas presiones*. 2ª Reunión de Expertos en Tecnologías de Fluidos Comprimidos. Octubre del 2005, Valladolid, España.
- *Hyrodextration of Essential Oil from Lavandin Abrialis*. 36th International Symposium of Essential Oils. Septiembre del 2005, Budapest, Hungría.
- *Hydrodistillation of Essential Oils from Spanish Plants*. 10th Mediterranean Congreso of Chemical Engineering. Noviembre del 2005, Barcelona, España.

HIDROEXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DEL LAVANDIN SUPER

Manuel G. Cerpa y María J. Cocero
Universidad de Valladolid, Facultad de Ciencias,
Dpto. de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente,
Prado de la Magdalena s/n, 47071, Valladolid, España. Tlf: 983-423166
E-mail: cercman@iq.uva.es

Palabras clave: Destilación por arrastre de vapor, aceite esencial, lavandín súper.

INTRODUCCIÓN

La destilación por arrastre de vapor es un proceso antiguo y difundido mundialmente (1,2,3). Sin embargo, existen pocos estudios detallados, acerca de los fenómenos que ocurren en su seno (1,4,5). Así como, del uso de nuevas técnicas analíticas, para determinar la composición del aceite esencial producido (6), e identificar, a priori, la potencialidad de una planta para ser procesada (7,8).

El primer aporte ofrecido en este trabajo, es una definición más amplia y consistente del proceso: *hidroextracción*. Es decir, la extracción de un aceite esencial usando el agua, como agente extractor, en fase vapor o líquida caliente, desde una matriz herbácea. Se usan equipos de contacto sólido-fluido para realizar esta operación; en los cuales acontece, una combinación de fenómenos físicos, complejos y simultáneos, que controlan el rendimiento del proceso. Para lograr entender y predecir estos fenómenos, se inicia su estudio, con la presentación de un conjunto de evidencias y de una nueva metodología operativa; que permitan, posteriormente, modelar, controlar y escalar el proceso, industrialmente.

El lavandín "súper" (*lavandula angustifolia* x *latifolia* L.) es una planta híbrida, originada artificialmente, desde la lavanda y el espliego. Cultivado entre los 700 y 1100 m.s.n.m., soporta bien la sequía y el invierno mediterráneo; aunque prefiere las zonas secas y pedregosas. Se le llama "súper", porque su aceite esencial posee un alto contenido de ésteres, y es menos canforáceo, que él de las demás variedades de lavandín. Por lo cual, es más fino; aunque se obtiene con un menor rendimiento, que el conocido lavandín "Abrial" (2,3).

En este trabajo, se busca determinar el rendimiento y la eficacia, de la hidroextracción del aceite esencial del lavandín súper; en una unidad piloto, construida y operada en la Universidad de Valladolid (UVA). Fijando dos parámetros de control: la porosidad del lecho y el caudal del vapor de agua saturado. Además, caracterizar el producto obtenido, de acuerdo a normas UNE; y a la materia prima vegetal con el uso de la

microscopía electrónica de barrido, antes y después del procesado. Estableciendo una nueva metodología para analizar la materia prima, el producto y los datos experimentales del proceso.

METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Materia prima vegetal

El lavandín súper fue suministrado por COCOPE S.A. (Peñañiel), en agosto del 2004 y transportado en sacos de polipropileno a la UVA. Se almacenó en un local aireado, seco y techado. Estaba húmedo (37,6% en peso), con una distribución heterogénea de tamaños, entre las flores y los tallos. No hubo separación física, ni secado previo al proceso.

Equipos utilizados

La unidad piloto móvil se diseñó, construyó y se opera (Fig. 1) en las instalaciones de la UVA. Se usa vapor, como agente extractor del aceite esencial y puede trabajar con distintas matrices herbáceas. Tiene una presión máxima de operación de 1,5 barg y un caudal máximo de vapor de 50 cm³/min.



Fig. 1: Unidad piloto de hidroextracción

Consta de: un extractor, con una capacidad nominal de 40 L, construido en acero inoxidable AISI 304L; con un distribuidor interno del vapor en

forma de cruceta, junto con una rejilla que soporta la carga, con agujeros espaciados uniformemente. Un condensador de doble tubo, construido con el mismo material del extractor, de 1,2 m de longitud; con un tubo interno de 12 mm de diámetro y uno externo, de 28 mm de diámetro. Un florentador de vidrio (100 cm³), que permite separar eficiente y rápidamente el aceite esencial recogido, del agua floral.

Diseño experimental

Se estableció un conjunto de pruebas, sobre la base de una matriz de experimentos de 3x3, tomando la porosidad del lecho (ϵ) y el caudal del vapor, como los parámetros del proceso. Aunque se midió el caudal del agua floral (Q), en vez del vapor, porque es más preciso y tiene menor distorsión, por la condensación del agua en las conexiones. Se asumió una relación directa entre éste y el vapor afluente al equipo. La presión del vapor se mantuvo controlada (1 barg), para obtener el caudal especificado. La porosidad del lecho fue calculada, por la relación entre la densidad del lecho y la de la matriz herbácea (698,66 Kg/m³); determinada por volumetría, mediante una jeringa (10 cm³), de acuerdo al procedimiento sugerido en la referencia (9).

Durante la experimentación, se midió el aceite esencial por volumetría; conforme el tiempo transcurría, a partir de la primera gota del agua floral que cayó del florentador. También fueron medidos, el tiempo de llenado y el caudal del agua floral. El aceite esencial obtenido se filtró con un agente deshidratante (sulfato de sodio anhidro USP, Panreac Química S.A., España), y se le almacenó en frascos ámbar, dentro de un ambiente de frío constante (6 °C).

Caracterización

La densidad relativa del aceite esencial (d^{20}) fue medida con un picnómetro Gay-Lussac (Afora S.A., España), de acuerdo al procedimiento de la norma UNE 84156 (10). El índice de refracción (IR^{20}) fue medido con un refractómetro ABBE Model 60/ED (Bellingham+Stanley Ltd., England), de acuerdo al procedimiento de la norma UNE 84158 (11). El contenido de agua en la materia prima fue hallado por gravimetría, al someter tres muestras aleatorias, a un secado isotérmico de 24 horas.

Cromatografía de gases e identificación espectrométrica de masas

El análisis cromatográfico y la identificación de los compuestos químicos presentes, fueron realizados simultáneamente, con un cromatógrafo de gases

combinado con un espectrómetro de masas (GC/MS), HP 6890GC/5973MSD Network (Agilent Tech., USA). Usando dos columnas capilares de sílice fundida (fase estacionaria): HP-5MS (Agilent Tech., USA) y DB-WAX (Agilent Tech., USA). Las dimensiones de ambas fueron de 30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m. El GC/MS fue operado bajo condiciones programadas de temperatura. Para la HP-5MS, fue desde 45 °C (4 min.) hasta 65 °C a 4 °C/min; de 65 °C hasta 125 °C a 1,5 °C/min. Por su parte, para la DB-WAX, fue desde 45 °C (4 min.) hasta 70 °C a 3 °C/min; de 70 °C hasta 125 °C a 2 °C/min; de 125 °C hasta 150 °C a 3 °C/min. Se programó el GC/MS para dividir cada volumen de inyección (0,4 μ L) en 200 partes, de una alícuota (0,5 cm³) representativa de un lote de aceite esencial. El gas portador fue helio (Carburos Metálicos S.A., España), con un caudal de 1 mL/min. Se operó a presión constante, calculada automáticamente por el GC/MS. Los parámetros del detector selectivo de masas (MSD), incluyeron un rango de masas de 35 a 300 m/z, una frecuencia de escaneo de 20 Hz, una velocidad de 5,3 scans/s y un voltaje del detector de 1,9 kV. Los compuestos químicos fueron identificados, por comparación de sus espectros de masa, con los compilados por la librería NIST 98. Fueron cuantificados, por el método de normalización (12), al integrar cada pico en el cromatograma total de iones (CTI) obtenido, usando el umbral de 18. Se permitieron las separaciones sugeridas por el GC/MS, cuando se detectaron picos solapados. Cada muestra fue analizada por triplicado para ambas columnas.

Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El análisis micro-histológico se realizó en un microscopio electrónico de barrido JSM-T300 (JEOL Inc., USA), con un voltaje de aceleración de 15 kV. De cada lote, se recogió aleatoriamente varias muestras, las cuales fueron divididas en cuatro partes longitudinalmente. Se eligió la menos dañada, para aplicarle el recubrimiento de oro, necesario por el equipo, para la visualización.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Hidrodextracción

En la Tabla 1, se presentan los resultados de las pruebas experimentales realizadas. Al mantener el caudal del vapor constante (Fig. 2), el rendimiento del aceite esencial (Y) y la velocidad de extracción aumentan, conforme la porosidad del lecho disminuye. Los tiempos de llenado y de residencia del vapor disminuyen conforme la porosidad aumenta. Lo cual indica que, cuanto mayor sea la

compresibilidad del lecho, la obtención del aceite aumentará. Esto se justifica por lograrse un mejor contacto, entre el agente extractor y la materia vegetal, para la formación de una película acuosa, que facilite la transferencia y evaporación de los compuestos volátiles e hidrofílicos, constituyentes del aceite esencial, contenidos en la matriz vegetal.

Tabla 1: Resultados de las pruebas experimentales.

#	Q (cm ³ /min)	ϵ	t _{ex} (min)	Y (%)	d ²⁰	IR ²⁰
P1	24	0,765	60	1,27	0,892	1,4597
P2	9	0,765	96	1,07	0,894	1,4583
P3	24	0,882	70	1,16	0,894	1,4584
P4	16	0,823	73	1,21	0,893	1,4603
P5	9	0,872	100	1,07	0,892	1,4605
P6	24	0,823	60	1,25	0,894	1,4605
P7	16	0,765	50	1,62	0,893	1,4584
P8	16	0,872	66	0,87	0,892	1,4602
P9	9	0,823	80	0,70	0,892	1,4611

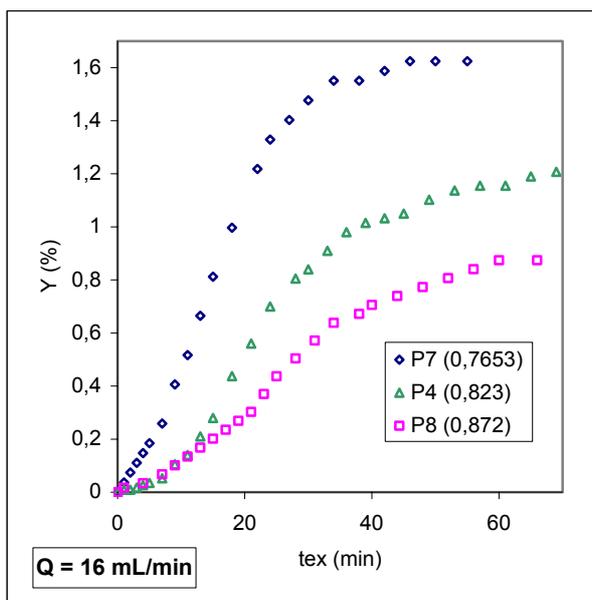


Fig. 2: Curva de rendimiento vs. Tiempo de extracción, para tres pruebas a caudal de vapor constante.

Al mantener la porosidad del lecho constante (Fig. 3), el rendimiento del aceite esencial aumenta directamente, con el caudal del vapor y la velocidad de extracción. Mientras el tiempo de llenado y el de residencia del vapor, disminuyen. Lo cual indica que, el proceso es cinético. La velocidad de extracción del aceite esencial está influenciada directamente con el flujo del vapor, e inversamente con la porosidad del lecho. Esta deducción confirma la elección de estos parámetros, para conocer el comportamiento operativo del proceso, y permiten usarlos para un futuro modelo

fenomenológico. Además, se deduce la existencia de varias resistencias a la transferencia de masa, que son vencidas parcialmente, por el aumento en el flujo del vapor. Sin embargo, existen límites operacionales para este flujo, que dependen de la estructura del lecho y de la carga térmica transmitida en el condensador. Puesto que, a flujos mayores al máximo estipulado, se observó la pérdida de la capacidad de enfriamiento y un tiempo de residencia mínimo del agua floral en el florentador. Lo cual llevaría a perder aceite esencial del mismo, ya que es necesario lograr un tiempo adecuado, para la separación total de las fases.

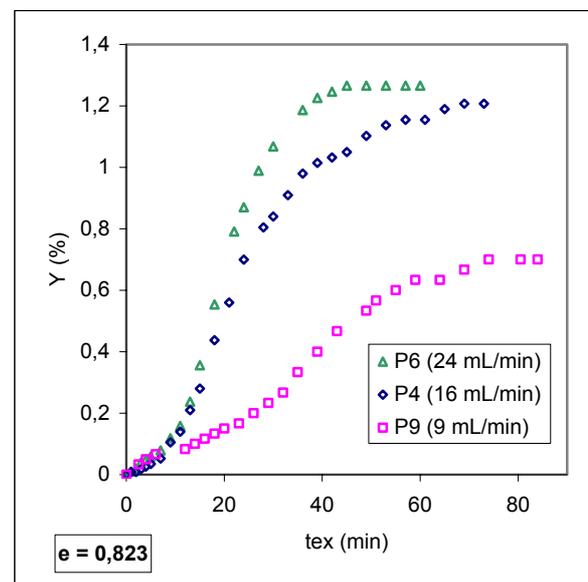


Fig. 3: Curva de rendimiento vs. Tiempo de extracción, para 3 pruebas a porosidad del lecho constante.

Se detectaron desviaciones negativas de las tendencias mencionadas, para ambos parámetros, en algunas pruebas realizadas (P4 en la Fig. 2 y todas en la Fig. 3). La explicación de estos comportamientos, tiene dos hipótesis: a) Los lechos poseían una distribución heterogénea de tamaños y de matrices (flores y tallos). Como se conoce, la mayor proporción de aceite esencial se encuentra en las flores. Por tanto, incluir tallos en el lecho, distorsiona el rendimiento; pero era necesario hacerlo, porque es una práctica común a escala industrial. Por ello, se deduce que algunas experiencias (P5, P6 y P7) tuvieron una mayor proporción de flores que las demás. Mientras otra (P9), tuvo el caso inverso. b) El flujo del vapor fue variable durante el llenado del equipo. Algunas experiencias tuvieron menores (P2, P5 y P9) o mayores (P4 y P6) tiempos de llenado, que los correspondientes a los de otras pruebas similares. Por ello, se observa un retardo en la salida del aceite esencial (P4 en la Fig. 2 y todas las pruebas

en la Fig. 3). Esta variabilidad se produjo, porque se buscó disminuir el tiempo de llenado, usando una presión mayor a la operativa; ya que se deseaba disminuir el uso del vapor, para el proceso. Esta práctica es también común industrialmente, y se justifica por el alto costo operativo de la generación del vapor, por una caldera industrial. Sin embargo, se debe procurar trabajar a una presión constante, durante todo el proceso; cuando se busca obtener datos experimentales consistentes para un modelado.

Se han publicados dos hipótesis, basadas en un análisis fenomenológico (4,5), para explicar los efectos anteriormente discutidos. Sin embargo, ambas fueron establecidas a partir de matrices diferentes a las usadas en este trabajo, limitando la aplicación de sus modelados, a un caso como el presente. Tampoco se detalló el comportamiento de las variables operativas; lo cual impide una comparación con los datos obtenidos en este estudio. Para subsanar estas limitaciones, el modelado fenomenológico, en preparación, tomará en cuenta la geometría de la matriz y la variación del rendimiento, conforme se modifiquen los parámetros de control. Además, se basará en las evidencias micro-histológicas halladas y analizadas en la siguiente sección.

Micro-histología por SEM

La imagen por SEM (Fig. 4) muestra una distribución uniforme de los tricomas glandulares capitales, que contienen el aceite esencial (7,8), en los intersticios de las hileras formadas por los tricomas no glandulares, de la superficie externa, de las flores del lavandín súper. Se estima un diámetro promedio de 50 μm para los tricomas capitales. En la superficie interna de las flores, no se detectó la presencia de los tricomas capitales.

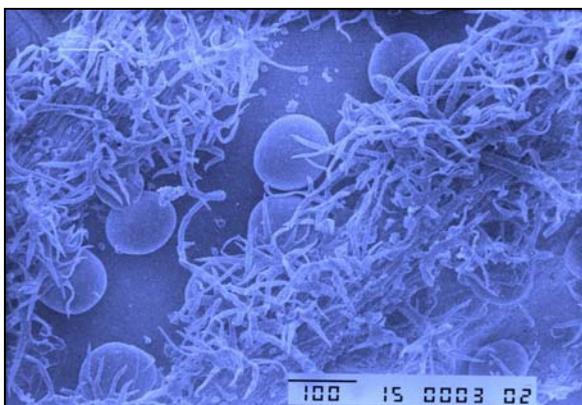


Fig. 4: Imagen por SEM de la superficie de la flor, antes del proceso, con 150X y una escala de 70 μm .

Estas evidencias explican el menor rendimiento del lavandín súper, frente al de otras plantas aromáticas, que contienen tricomas por ambos lados de las flores u hojas (7,8). Además, la ubicación de los tricomas capitales, ocultos por la abundante e intrincada distribución de los tricomas no glandulares, constituye otra explicación del menor rendimiento. Puesto que al agua, le resulta más difícil envolverlos y por ende, se deduce que conforma una resistencia física natural, a la obtención del aceite esencial.

Después de la hidrodextracción, se observa que los tricomas capitales disminuyeron su volumen o implosionaron (Fig. 5). Esto es debido a que liberaron el aceite esencial contenido, conforme fueron envueltos por el agua caliente. En la observación superficial realizada con imágenes adicionales, no se encontraron tricomas capitales intactos.

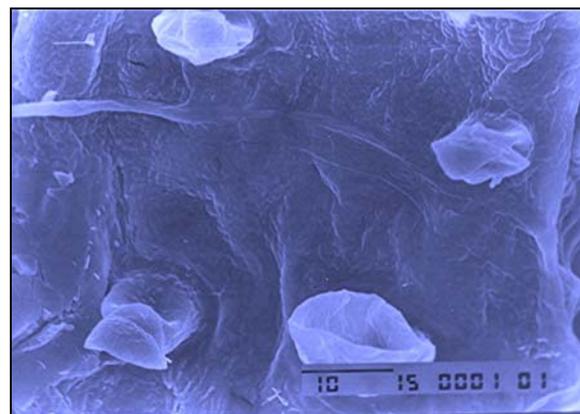


Fig. 5: Imagen por SEM de la superficie de la flor procesada, con 200X y una escala de 5 μm .

Este análisis micro-histológico permite determinar varios factores: la eficiencia del contacto entre el agua y la matriz herbácea; la abundancia de los tricomas glandulares capitales y por ende, el contenido real del aceite esencial; la ausencia de poros en la superficie de la matriz herbácea; y la localización real del aceite esencial. A su vez, constituye una herramienta importante, para formular modelos fenomenológicos microscópicos más próximos a la realidad, que tomen en cuenta la verdadera morfología de la matriz herbácea.

Análisis químico (GC/MS)

En la Tabla 2, se enumeran los compuestos químicos característicos del aceite esencial del lavandín súper, al ser analizados por el GC/MS. Hasta el momento de redactar el presente trabajo, no se ha publicado una norma UNE para determinar la calidad de este aceite esencial. Por

ello, la elección de éstos, se realizó sobre la base de estudios previos del análisis químico, para la misma especie, pero originaria de otras zonas geográficas (13,14). La composición química mostrada es el promedio de los análisis para los 9 lotes. Mediante el número que antecede a cada porcentaje, se ubica el compuesto químico en los respectivos CTIs de la prueba 1 (Figs. 6 y 7), publicados como ejemplo de los demás obtenidos. Se observa claramente que, el acetato de linalilo y el linalol son los mayores componentes del aceite esencial.

Tabla 2: Composición química media del aceite esencial.

Compuestos	CAS N°	HP-5MS		DB-WAX	
		#	(%)	#	(%)
α -pineno	7785-26-4	1	0,21	1	0,23
Canfeno	79-92-5	2	0,19	2	0,19
β -pineno	127-91-3	3	0,32	3	0,25
Octanona-3	106-68-3	4	0,32	9	0,19
β -mirceneno	123-35-3	5	0,48	4	0,47
d-limoneno	138-86-3			5	0,51
1,8-cineol	470-82-6	6	4,18	6	3,99
trans- β -ocimeno	3779-61-1	7	1,34	7	1,41
cis- β -ocimeno	3338-55-4	8	1,12	8	1,12
Linalol	78-70-6	9	33,10	11	35,00
Alcanfor	76-22-2	10	5,18	10	5,43
Borneol	507-70-0	11	3,05	16	4,16
Terpineol-4	562-74-3	12	0,54	14	0,56
Acetato de linalilo	115-95-7	13	33,38	12	30,26
Acetato de nerilo	141-12-8	14	0,61	17	0,73
β -cariofileno	87-44-5	15	3,04	13	2,85
β -farneseno	18794-84-8	16	1,51	15	1,39

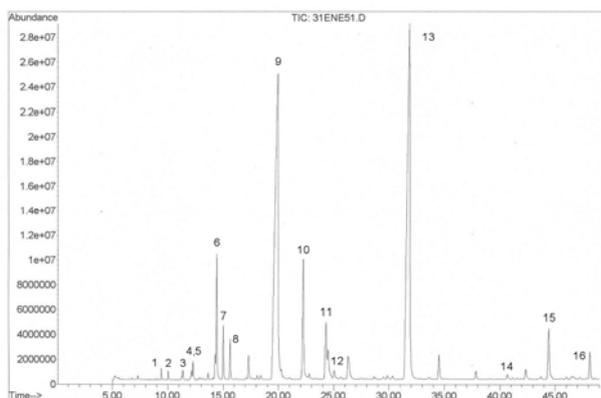


Fig. 6: Cromatograma total de iones de la prueba 1, usando la columna HP-5MS.

El análisis químico usando el GC/MS con dos columnas de distinta polaridad, permite discriminar e identificar con menor incertidumbre, los compuestos característicos de este aceite esencial.

Puesto que, si se usara solamente la HP-5MS, no se distinguirían algunos pares de compuestos: el d-limoneno del 1,8-cineol; la octanona-3 del β -mirceneno y el borneol del terpineol-4. Para la otra columna, sucedería lo mismo, para el linalol y el acetato de linalilo, el α -terpineol y el borneol (solapados), el cis- β -ocimeno y la octanona-3. Por ello, se confirma como adecuada, la metodología realizada en algunos antecedentes (13,14).

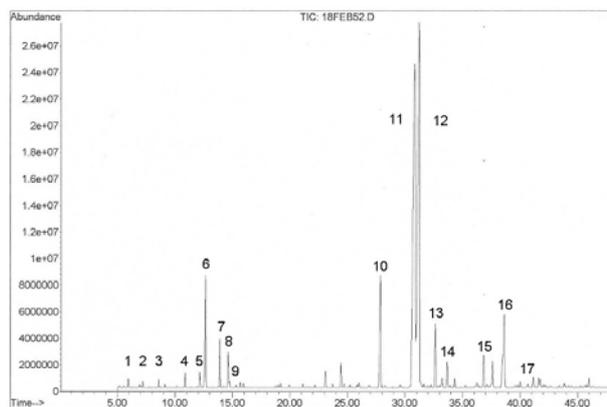


Fig. 7: Cromatograma total de iones de la prueba 1, usando la columna DB-WAX.

Los CTIs y las composiciones químicas de todos los lotes, permiten identificar a este aceite esencial, como el obtenido a partir del lavandín súper, de acuerdo a los criterios sugeridos por Prager y Miskiewicz (13). Así mismo, calificarlo de buena calidad, porque posee un bajo contenido de terpenos y de alcanfor (2). La menor presencia de ésteres en el aceite obtenido, se explica por los menores tiempos de llenado y de residencia del agua en el equipo. Lo cual confirma la necesidad de un mayor tiempo de contacto, para favorecer la oxidación del linalol al acetato de linalilo (1). De este modo, se enriquece el aceite esencial, para satisfacer los requisitos del mercado. Este mayor tiempo de operación es observado en los equipos industriales, generando un aceite esencial más rico en ésteres; pero sin variar drásticamente, el contenido de los demás compuestos químicos presentes.

CONCLUSIONES

Se obtuvo el aceite esencial del lavandín súper, con un rendimiento promedio del 1,13% en peso, en base húmeda; para diferentes caudales del vapor, entre los 9 y 24 cm³/min; y de las porosidades del lecho (0,765 a 0,882) de material vegetal usado.

La caracterización del aceite esencial obtenido fue realizada, de acuerdo a sus propiedades físicas

medidas (densidad relativa e índice de refracción) y del análisis cromatográfico. Se identificó positivamente al aceite esencial obtenido, como el propio de esta planta.

El análisis micro-histológico realizado ha determinado que: el aceite esencial se sitúa en los tricomas glandulares capitales superficiales; en contacto con el vapor, éstos liberan el aceite esencial contenido e implosionan, disminuyendo su volumen y cambiando su forma original. No hay presencia de estos tricomas en el interior de las flores y su abundancia se relaciona directamente, con el contenido real del aceite esencial en la matriz.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación del Servicio de Agricultura, Ganadería y Medio Ambiente de la Exc. Diputación Provincial de Valladolid, para la realización de este estudio. Así mismo, se agradece a la cooperativa agraria COCOPE S.A., por suministrar la materia prima y el asesoramiento brindado.

BIBLIOGRAFIA

- Günther, E. (1948). The essential oils. Vol. 1: History and origin in Plants Production Analysis. Krieger Publishing, NY, USA.
- Muñoz, F. (2002). Plantas medicinales y aromáticas: Estudio, cultivo y procesado. 4ª Reimpresión, Ediciones Mundi-Prensa, Madrid, España.
- Meter, K.V. (2004). Handbook of herbs and spices. Woodhead Publishing Limited, England.
- Palomino, A. y Cerpa, M.G. (1999). Modelamiento de la hidroextracción de aceites esenciales. Memorias de la VI Reunión del Programa Nacional de Fenómenos de Transferencia. Universidad Nacional del Callao.
- Benyoussef, E.H. Hasni, S. Belabbes, R. Bessiere, J.M. (2002). Modelisation du transfer de matiere lors de l'extraction de l'huile essentielle des fruits de coriandre. Chem. Eng. Journal, 85, 1-5.
- Ziegler, E. and Ziegler, H. (1998). Flavourings. Wiley-VCH Verlag GmbH, Germany.
- Serrato Valenti, G. Bisio, A. Cornara, L. Ciarallo, G. (1997). Structural and histochemical investigation of the glandular trichomes of salvia aurea L. Leaves, and chemical analysis of the essential oil. Annals of Botany, 79: 329-336.
- Sharma, S. Sangwan, N.S. and Sangwan, R.S. (2003). Developmental process of essential oil glandular trichome collapsing in menthol mint. Current Science, Vol. 84, 4, 544-550.
- Yépez, B. Rivera, A. y López, S. (2001). Extracción de aceite esencial de limoncillo (*Cymbopogon citratus*) con dióxido de carbono supercrítico. Memorias del XXI Congreso Colombiano de Ingeniería Química. Santa Fé de Bogotá, 15 al 17 de Agosto.
- AENOR. (2000). UNE 84156. Aceites esenciales. Determinación de la densidad relativa a 20 °C. Método de referencia.
- AENOR. (2000). UNE 84158. Aceites esenciales. Determinación del índice de refracción.
- AENOR. (1992). UNE 84-225-92 Aceites esenciales. Cromatografía en fase gaseosa. Método general para columnas capilares.
- Prager, M. J. and Miskiewicz, M.A. (1981). Characterization of lavandin abrialis, super and grosso by GC-MS. Perfumer & Flavorist, Vol. 6, April/May.
- Shellie, R. Mondello, L. Marriott, P. Dugo, G. (2002). Characterisation of lavender essential oils by using GC-MS with correlation of linear retention indices and comparison with comprehensive two-dimensional GC. J. of Chrom. A, 970, 225-234.

COMPARACIÓN ENTRE LOS ACEITES ESENCIALES HIDRODESTILADOS Y LOS EXTRACTOS OBTENIDOS CON ALTAS PRESIONES.

M.G. Cerpa*, R. Argüello y M.J. Cocero

Grupo de Procesos de Alta Presión. Dpto. de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. Universidad de Valladolid.

Prado de la Magdalena s/n., 47071 Valladolid, Tlf: 983 42 31 66 / Fax: 983 42 3013 e-mail: cercman@iq.uva.es



1 INTRODUCCIÓN:

En los últimos años, una abundante investigación se ha desarrollado para la extracción de fracciones volátiles, usando fluidos supercríticos, a partir de plantas aromáticas. Este proceso ha permitido conseguir extractos "más naturales" y con características organolépticas diferentes a las de un aceite esencial. Además, estos extractos son propuestos como productos alternativos o sustitutos de los aceites comercializados.

¿En qué medida, la composición química de estos extractos difiere de los aceites esenciales hidrodestilados?
¿Es factible considerarlos como productos sustitutos?

3 DISCUSIÓN:



Fig. 1: Comparación del contenido de algunos compuestos típicos del aceite esencial y el extracto despresurizado del eucalipto [1].

Se observa que la composición es totalmente distinta entre ambos productos. El mayor contenido de 1,8-cineol y α -pineno del extracto son determinantes en otorgarle un aroma "más natural", pero impiden considerarlo como un sustituto del aceite esencial.

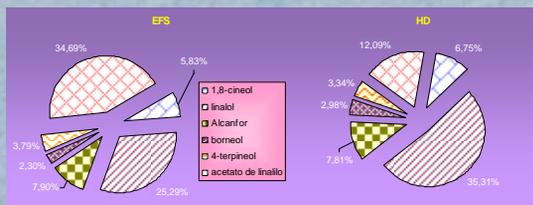


Fig. 3: Comparación del contenido de algunos compuestos típicos del aceite esencial y el extracto despresurizado de la lavanda [2].

Se observa que sólo el contenido de los compuestos principales es distinto. El extracto se asemeja al aceite comercializado y se distancia del aroma natural de la lavanda. Los resultados de este trabajo son contradictorios a los conocidos para esta planta, usando HD.

El análisis de los datos experimentales compilados, revela la fuerte dependencia entre las condiciones de descompresión de los extractos y su similitud en la composición con los aceites esenciales. El mayor tiempo de residencia del material vegetal en un hidrodestilador, genera reacciones químicas indeseables y en muchos casos, perjudiciales para el producto. A mayor escala, estas reacciones son disminuidas por el uso de la destilación por arrastre de vapor (steam distillation). Sin embargo, éstas suelen ocurrir y generan productos con características "menos naturales". Gracias a la flexibilidad operacional de la EFS, se logra un mayor rendimiento del extracto volátil, pero al usarse un solvente no polar, se pierde la capacidad de que ese extracto sea rico en los compuestos polares propios del aroma de un aceite esencial hidrodestilado.

4 CONCLUSIONES:

1. La HD permite identificar los compuestos químicos característicos de un aceite esencial y percibir su sensación organoléptica.
2. La extracción supercrítica permite obtener variados extractos volátiles, dependiendo de las condiciones de operación, con diferentes y múltiples usos intermedios o finales.
3. La similitud en la composición química depende de varios factores operacionales y del control sobre los fenómenos controlantes en cada proceso. Por ello, es difícil llegar a obtener productos similares de manera general.

2 METODOLOGÍA:

Una búsqueda bibliográfica exhaustiva ha sido realizada para elegir diferentes trabajos de investigación de extracción con fluidos supercríticos (EFS), de plantas aromáticas. Aunque existe una gran cantidad de artículos, son pocos los que exhiben una comparación con los resultados obtenidos a través de una hidrodestilación, para el mismo material vegetal. Además, varios de ellos, carecen de los análisis químicos para el extracto o el aceite esencial obtenidos. Debido a estas limitaciones, se ha reducido la compilación a 4 plantas aromáticas conocidas en el mercado local: eucalipto, cilantro, lavanda y orégano (tipo mejorana).

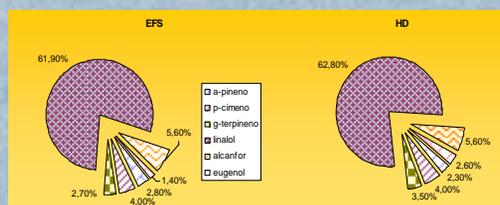


Fig. 2: Comparación del contenido de algunos compuestos típicos del aceite esencial y el extracto despresurizado del cilantro [3].

Se observa que la composición es muy similar entre ambos productos. El contenido de los compuestos principales otorga al extracto un aroma "natural" y comparable al del aceite. Este caso constituye una superación de la EFS frente a la hidrodestilación.

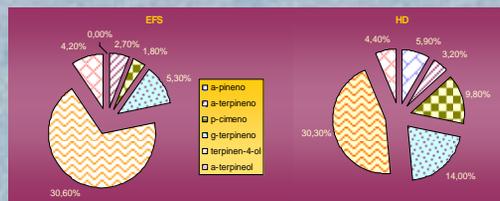


Fig. 4: Comparación del contenido de algunos compuestos típicos del aceite esencial y el extracto despresurizado del orégano (tipo mejorana) [4].

Se observa que la composición es diferente sólo para los compuestos minoritarios. Por ello, la percepción organoléptica del extracto será similar al del AE, pero con una ligera diferencia que ocasiona una confusión en la identificación del material vegetal originario.

5 REFERENCIAS:

1. Della Porta et al., Flavour Fragr. J. 14, 214-218 (1999).
2. Reverchon et al., J. Agric. Food Chem. 1995, 43, 1654-1658.
3. Anitescu et al., Flavour Fragr. J. 12, 173-176 (1997).
4. Vági et al., Food Research International, 38, (2005), 51-57.

AGRADECIMIENTOS:

Exc. Diputación de Valladolid, Servicio de Agricultura, Ganadería y Medio Ambiente



Introduction

The isolation of essential oil from Lavandin Abrialis (*lavandula angustifolia* m. *x* *lavandula latifolia* m.) was performed using saturated steam as extraction agent at pilot scale. The yield and efficiency were determined for different conditions of operation.

Description of experimental facilities:

The pilot unity of hydroextraction has a nominal capacity of 40 L., works until 1,5 barg, with a maximum floral water flow of 50 mL/min. It is formed for: extractor vessel, double tube condensator-heat exchanger and new florentine.

Methods of characterization for the oil and herbaceous matrix:

The chemical composition of oil was determined by GC/MS, using two columns with different polarity (HP-5MS and DB-WAX) in a HP 6890GC/5973MSD Network (Agilent Tech., USA). The micro-histological analysis was performed in SEM JSM-T300 (JEOL Inc., USA) with acceleration voltage of 15 kV.

Experimental facilities

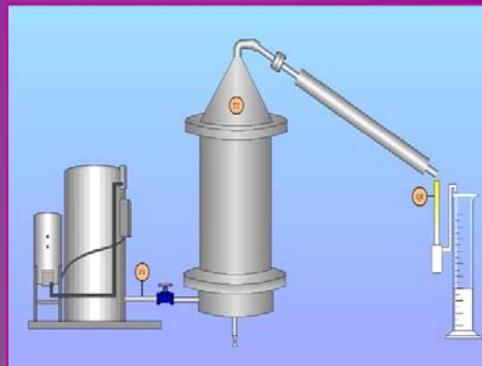


Fig. 1 Scheme of pilot plant

Results and Discussion

Performance of process

A set of nine experiments was established with the next parameters: bed porosity and floral water flow. It was assumed an isothermal system, and a constant steam flow during the operation. Fig. 2a shows that the output rate of essential oil increased agree with the floral water flow, when the bed porosity was constant for 3 runs. The medium flow gave the larger yields of oil for all runs.

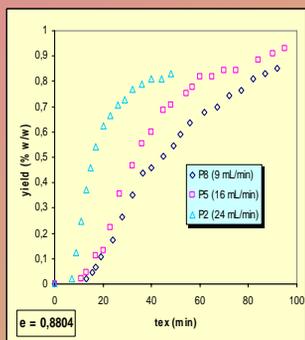


Fig. 2a Curves of yield vs. time of extraction for 3 runs, when the bed porosity is constant.

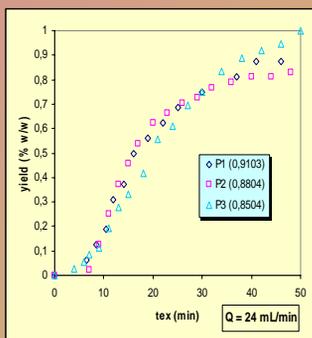


Fig. 2b Curves of yield vs. time of extraction for 3 runs, when the water flow is constant.

Fig. 2b shows that the output rate of essential oil was constant with different bed porosities, when the floral water flow was constant for 3 runs. The minimum bed porosity gave the larger yields of oil for all runs. The efficiency of process was high, because the images by SEM shown (Fig. 3b) than the majority of glandular trichomes were emptied out during the processing with hot steam.

Characterization of plant by SEM

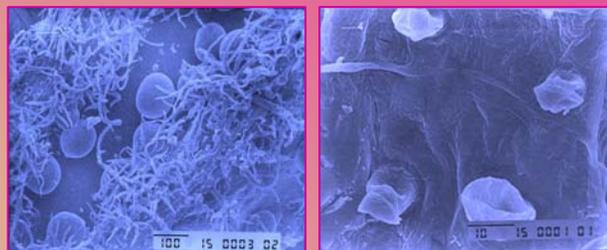


Fig. 3a & b: Photographies by SEM of Lavandin Abrialis flower.

Fig. 3a shows a homogenous distribution of glandular trichomes in the flowers and a geometry of flattened spheres. Before of process, the trichomes were full of oil, with a defined volume. After of the process, the trichomes were empty, amorphous or flat. (Fig. 3b)

Characterization of oil by GC/MS

Table 1: Mean chemical composition of essential oil

Compounds	CAS #	N°	HP-5MS (%)	N°	DB-WAX (%)
Alpha-pinene	7785-26-4	1	0,71	1	0,78
Camphene	79-92-5	2	0,54	2	0,56
β -pinene	127-91-3	3	0,35	3	0,25
Octanone-3	106-68-3	4	0,95	9	0,69
β -myrcene	123-35-3	5	0,49	4	0,47
D-limonene	138-86-3			5	1,1
1,8-cineole	470-82-6	6	4,56	6	4,18
Trans- β -ocymene	3779-61-1	7	1,33	7	1,35
Cis- β -ocymene	3338-55-4	8	0,87	8	0,86
Linalool	78-70-6	9	42,82	11	42,91
Camphor	76-22-2	10	8,38	10	8,74
Borneol	507-70-0	11	4,02	16	4,92
Terpineol-4	562-74-3	12	6,09	14	6,40
Linalyl Acetate	115-95-7	13	12,22	12	11,43
Neryl Acetate	141-12-8	14	0,19		
β -Caryophyllene	87-44-4	15	0,92	13	0,87
β -farnesene	18794-84-8	16		15	

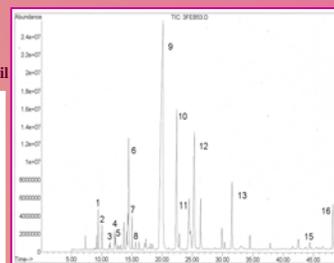


Fig. 4a TIC using a HP-5MS column

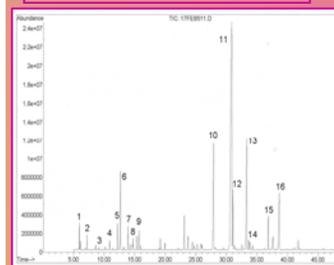


Fig. 4b TIC using a DB-WAX column

Conclusions

The essential oil of Lavandin Abrialis was obtained with an average yield of 0,96% w/w, in wet base. The medium flow of floral water (16 mL/min) and minimum bed porosity (0,85) achieved the larger yields. High amounts of 1,8-cineole (4,4%) and camphor (8,5%) facilitated the identification to this oil by GC/MS.

Future Works: Isolation of essential oils from Lavandin Super, Spanish Sage, Wild Thyme, Spanish Rosemary, Fennel and Hyssop.

HYDRODISTILLATION OF ESSENTIAL OILS FROM SPANISH PLANTS

Manuel G. Cerpa* & M^a José Cocero

Grupo de Procesos de Alta Presión. Dpto. Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. Universidad de Valladolid.

Prado de la Magdalena s/n., 47071 Valladolid, Tlf: 983 42 31 66 / Fax: 983 42 3013 e-mail: cerceman@iq.uva.es

INTRODUCTION:



Spanish Marjoram

Lavandin Super

Spanish Rosemary

The obtaining of high valuable natural products could be a way to develop sustainable process in rural areas. The isolation and characterization of essential oils from spanish plants were performed using saturated steam as separation agent. The studied spanish plants were: *Lavandin Abrialis* (*Lavandula Angustifolia* M. x *Latifolia* M.), *Lavandin Super* (*Lavandula Angustifolia* L. x *Latifolia* L.), *Spanish Marjoram* (*Thymus mastichina* L.) and *Spanish Rosemary* (*Rosmarinus Officinalis*).

**What were the yields of essential oil for the elected plants?
What were their chemical compositions?**

RESULTS AND DISCUSSION:

Table 1: Yields of essential oil for each plant and whole time of operation.

Plants	# Exp.	Yield (% w/w in wet base)			Whole Time (min)	
		Mean	Min	Max	Min	Max
Lavandin Super	12	1,357	1,186	1,654	47,5	140
Lavandin Abrial	9	0,958	0,830	1,064	56,75	122
Spanish Rosemary	9	1,295	1,067	1,482	42	72
Spanish Marjoram	5	2,625	2,426	2,897	34,3	68

Table 1 presents a summary of the obtained yields in wet base for each plant. The whole time is the filling time of hydrodistiller more the operation time (when the first drop of oil falls at the florentador until to measure a constant volume). Fig. 2a shows that the output rate of Lavandin Super's essential oil decreased agree with the bed porosity, when the floral water flow was constant for 3 runs. Fig. 2b shows that the output rate of Lavandin Super's oil increased agree with the floral water flow, when the bed porosity was constant for 3 runs. This same behavior was detected for other analyzed plants.

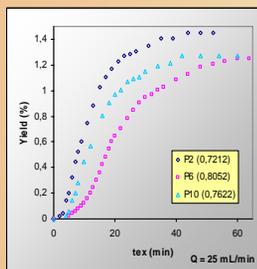


Fig. 2a Curves of yield vs. time of extraction for 3 runs, when the water flow is constant.

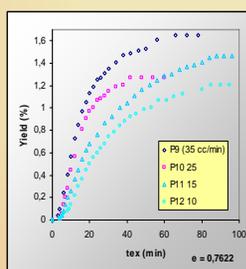
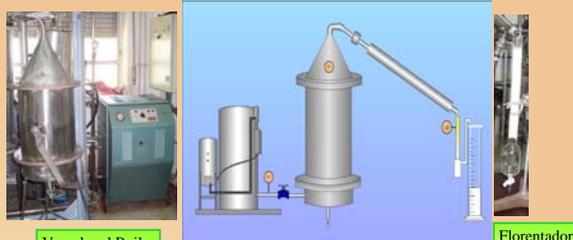


Fig. 2b Curves of yield vs. time of extraction for 3 runs, when the bed porosity is constant.

CONCLUSIONS:

The essential oils of Lavandin Abrialis and Super, Spanish Rosemary and Marjoram were obtained with an average yields of 0,96%; 1,13%; 1,28%; 2,6% w/w, in wet base. The identification of essential oils was positive for all samples agrees to UNE standards and previous papers.

EXPERIMENTAL FACILITIES:



Vessel and Boiler

Florentador

Fig. 1 Scheme of pilot plant

METHODS:

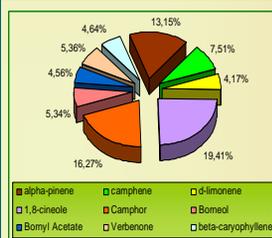
Hydrodistillation

A set of experiments was established for each aromatic plant with the next parameters: bed porosity and floral water flow. It was assumed an isothermal system, and a constant steam flow during the operation.

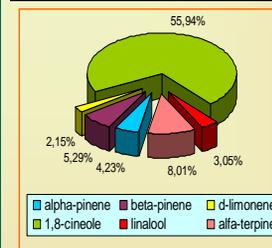
Characterization of essential oil

The chemical composition was determined by GC/MS, using two columns with different polarity: HP-5MS and DB-WAX in a HP 6890GC/5973MSD Network (Agilent Tech., USA). The UNE standards were taken as references. The physical properties of oil was measured by pycnometry and refractometry.

Characterization

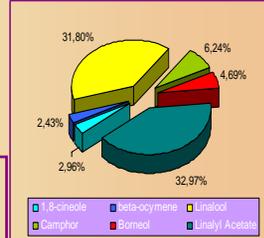


The essential oil from Spanish Rosemary has a homogeneous distribution of different terpenes and sesquiterpenes. There is a high content of verbenone and β -caryophyllene in our samples. It is not common and it had been got to the age of harvested crops.

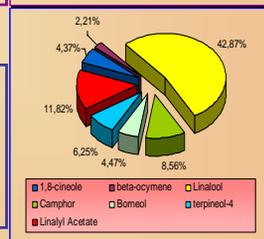


The essential oil from Spanish Marjoram is rich in 1,8-cineole. The terpenes are the second fraction. The oxygenated sesquiterpenes are the third fraction.

The essential oil from Lavandin Super is rich in Linalool and Linalyl Acetate. The fraction of terpenes is low. While, the fraction of oxygenated sesquiterpenes is the second in the composition.



The essential oil from Lavandin Abrialis is rich in Linalool. The fraction of terpenes is low. While, there is a fraction of oxygenated sesquiterpenes same to Linalyl Acetate quantity. The GC/MS is the best way to distinguish between the essential oils of Lavandin Abrial and Super. Because, their physical properties are very close.



FUTURE WORKS:

Hyssop, Sweet Fennel, Spanish Sage and the integrated phenomenological modeling

ACKNOWLEDGEMENTS: