



En el siguiente documento se va a desarrollar el informe sobre el caso propuesto en la actividad 2.

Introducción de los métodos de extracción de aceites esenciales

Los egipcios fueron la primera colonización en utilizar sustancias con agradables aromas, ellos clasificaban las hierbas y flores, separándolas en grupos según su aroma para la preparación de extractos de alta calidad. Los extractos eran empleados en ritos religiosos para embalsamar a los muertos, y por las mujeres de la alta sociedad. Para su obtención, utilizaban materiales para macerar las plantas, como la grasa de animales, desarrollando una técnica muy similar a la del *enfleurage* que se conoce en la actualidad.

En la actualidad estos extractos de buen aroma son conocidos como aceites esenciales y son un producto que cada vez toma mayor auge dentro de muchos sectores de la población. A menudo se descubren nuevas propiedades que son aplicadas en las industrias de alimentos, de cosméticos y farmacéutica. Los avances tecnológicos han permitido mejorar los métodos de extracción de la parte volátil, incrementado el rendimiento del producto obtenido y ofreciendo una alta calidad hacia la población.

Desarrollo de actividad

- La empresa Aceites Esenciales S.A.S. se encuentra realizando una auditoría, con la cual quiere identificar en qué procesos de extracción de aceites se encuentran puntos débiles, esto con el fin de optimizar los procesos en cuanto a: metodología de extracción, control de calidad y cumplimiento de la normativa.

Como auditor seleccionado, mi deber es verificar que la empresa cumpla con los objetivos planteados en su sistema de gestión. Para corroborar el cumplimiento de estos, se va a realizar el seguimiento de cada uno de los procesos de extracción que ejecuta la empresa, en función de la normas estandarizadas internacionalmente (ISO).

Tabla 1. Registro de procesos de la empresa Aceites Esenciales S.A.S.

Lista de chequeo: Mejoramiento de procesos						
Producto	Metodología de extracción	Cumple la normativa		Proceso de control de calidad		Observaciones
		SÍ	NO	SÍ	NO	
Mandarina (Citrus reticulata)	El AE es obtenido a través del flavedo por los métodos de expresión, prensado en frío, hidrodestilación, fluidos supercríticos, destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 3528 sobre métodos de extracción. Cumple los parámetros de calidad del producto obtenido, conservando las propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Lavanda (Lavandula)	El AE es obtenido de las flores por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 3515 sobre métodos de extracción. Se encuentra dentro de los parámetros de calidad del producto, conservando las



						propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Rosas (Rosa spp)	El AE es obtenido de los pétalos por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 9842 sobre métodos de extracción. Efectúa los parámetros de calidad del producto obtenido, conservando las propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Hierbabuena (Mentha spicata)	El AE es obtenido de las hojas por el método de extracción por solventes		X		X	El proceso de extracción por solventes no cumple con los criterios de norma ISO 3033:2005 en términos de color, propiedades organolépticas y calidad por HPLC.
Menta verde (Mentha Piperita)	El AE es obtenido de sus hojas frescas por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 3033 sobre métodos de extracción. Cumple los parámetros de calidad del producto obtenido, conservando las propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Eucalipto (Eucalyptus citriodora)	El AE es obtenido de sus hojas y ramas por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 3044 sobre métodos de extracción. Cumple los parámetros de calidad del producto obtenido, conservando las propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Hojas de clavo (Syzygium aromaticum)	El AE es obtenido de sus hojas por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Practica con los criterios según la norma ISO 3141 sobre métodos de extracción. Cumple los parámetros de calidad del producto obtenido, conservando las propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Limoncillo (Cymbopogon citratus)	El AE es obtenido de las hojas por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 3217 sobre métodos de extracción. Satisface los parámetros de calidad del producto obtenido, conservando las propiedades organolépticas, físicas y químicas.
Sándalo (Santalum álbum)	El AE es obtenido de las raíces y hojas por el método de destilación por arrastre de vapor	X		X		Cumple con los criterios según la norma ISO 3217 sobre métodos de extracción. Conserva los parámetros de calidad del producto obtenido, guardando las



						propiedades organolépticas, físicas y químicas.
--	--	--	--	--	--	---

Resultados de la verificación de los métodos de extracción de la empresa Aceites Esenciales S.A.S

Durante la auditoria a la empresa Aceites Esenciales S.A.S se estable que operan varios métodos para la extracción de aceites esenciales, entre ellos se encuentran expresión, prensado en frío, hidrodestilación, fluidos supercríticos, destilación por arrastre de vapor y extracción por solventes volátiles.

Todos los métodos son implementados bajo la gestión en higiene y seguridad industrial, gestión ambiental y ensayos de calidad. Sin embargo, se determinó que el método de extracción por solventes con recirculación del producto nombrado como aceite esencial de hierbabuena (*Mentha spicata*) no cumple los requerimientos necesarios para la producción y distribución.

Esto se hace constar a través un análisis químico y físico realizado al producto, donde sus propiedades organolépticas, color, índice de refracción y densidad no se encuentran dentro de los parámetros de la norma ISO 3033:2005. Los resultados arrojaron que la recirculación del solvente implementado contiene trazas de una polimerización haciendo que durante el proceso de extracción deteriore los componentes fundamentales de la planta. Por este motivo, reconociendo que el método mencionado tiene rendimientos óptimos sobre tiempo de operación, se recomienda plantear un nuevo proceso de extracción para el aceite esencial de hierbabuena, el método de destilación por arrastre de vapor es aplicable y tiene altos rendimientos sobre el sustrato cumpliendo con las normas que se mencionan a continuación.

Propiedades correspondientes al proceso de extracción del aceite esencial de hierbabuena.

- Contenido de carbono del 60% como mínimo.
- Líquido móvil claro
- De incolora a amarilla pálida
- Olor característico de carvona con una nota herbácea
- Densidad relativa a 20° C min: 0,9210 - Máx: 0,9380
- Índice de refracción a 20°C min: 1,484 - Máx: 1,491

Cuestionario

- ¿Cuál podría ser el parámetro técnico más importante, para escoger el disolvente apropiado para extraer aceites esenciales?

El parámetro más importante a la hora de escoger el disolvente apropiado para la extracción de aceites esenciales es la temperatura. Cuando se va a realizar un proceso con disolventes es importante tener determinado las condiciones en que se va a operar; para los procesos de extracción los disolventes la temperatura es el factor fundamental con el cual se hace la separación de los componentes de la planta que son apetecidos.

- ¿De qué manera la selección equivocada del disolvente podría afectar la calidad de un aceite esencial?

Una selección equivocada del disolvente podría afectar la calidad de un aceite esencial porque a condiciones óptimas el disolvente puede tener solubilidad con los reactivos formando nuevos productos y subproductos que no son los deseados.

Metodología de extracción de aceite esencial de mandarina

Introducción

Los países agroindustriales diariamente desechan toneladas de basura orgánica que no son aprovechadas como subproductos y su única finalidad es degradarse. Sin embargo, gracias a los avances tecnológicos se crean nuevos procesos de aprovechamiento para estos compuestos orgánicos. Actualmente se está empleando el flavedo de la mandarina desechado de las grandes industrias para la implementación de materia prima para la elaboración de productos comerciales con alto valor agregado como aceites esenciales, aceites fijos y fibras entre otros. El auge de estos productos permitió la expansión de técnicas para la obtención de aceites esenciales de diferentes partes de las plantas (hojas, raíces, tallo, flores, frutas). A través de diversos métodos para la extracción y aislamiento de estas sustancias, se tiene como principal objetivo la pureza del producto, buscando un aceite esencial 100 % puro, es decir, que no haya sido diluido, alterado o mezclado con otras sustancias.

En particular, el epicarpio de los cítricos es una fuente importante de extracción de aceites esenciales, los cuales están constituidos por compuestos volátiles (generalmente destilables por arrastre con vapor) que son responsables de los olores y sabores característicos de algunas plantas

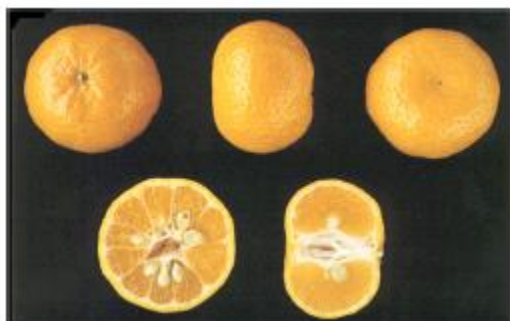


Figura 1: Vista de transversal de mandarina

Los aceites esenciales de los cítricos pueden ser extraídos mediante los procesos de prensado en frío, hidrodestilación, fluidos supercríticos, hidrodifusión con microondas, destilación por arrastre de vapor, entre otros. Tradicionalmente en algunos países, entre ellos Colombia, los AE son extraídos industrialmente mediante técnicas económicas viables como el prensado en frío o la destilación por arrastre de vapor.

Los aceites presentes en los sacos o glándulas, localizadas en el epicarpio del fruto, pueden ser removidos mecánicamente por prensado, obteniéndose una emulsión la cual es centrifugada hasta separar el aceite de la fase acuosa. El aceite esencial puede ser obtenido mediante arrastre con vapor, durante este proceso las cortezas de los cítricos son expuestas a una corriente de vapor de agua con una temperatura cercana a los 100 °C que libera y evapora el aceite esencial. Luego, la mezcla de vapor de agua y el aceite esencial es condensada y separada por medio de un vaso florentino.

Método de extracción

El aceite esencial de mandarina es obtenido a través del flavedo por los métodos de expresión, prensado en frío, hidrodestilación, fluidos supercríticos, destilación por arrastre de vapor. La técnica de destilación por arrastre de vapor es ampliamente aplicada debido a la facilidad de operación, condiciones sencillas, bajo costo y alto grado de pureza, pero bajo rendimiento de extracción. Cada una de estas técnicas son utilizadas dependiendo finalidad de su aplicación, como la disponibilidad de equipos. Sin embargo, en esta oportunidad se va a hacer una breve descripción del proceso de extracción con fluidos supercríticos aplicando el CO₂ como solvente para la elaboración de aceite esencial de mandarina donde se obtiene resultado de rendimiento sobre base seca de 4,29%.

El método de extracción con fluidos supercríticos implica el tratamiento de la sustancia bruta con un disolvente apropiado, en el caso ideal, que disuelva sólo el constituyente deseado permaneciendo sin disolver las demás sustancias.

Para la aplicación se deben considerar las características generales del compuesto de interés antes de comenzar con el proceso de extracción, las características del solvente, así como también analizar el proceso a emplear en función de obtener el compuesto de interés sin riesgos y con un alto rendimiento. Aunque la tendencia es aplicar una técnica estándar para obtener el extracto altamente concentrado, es conveniente tener presente que un gran número de compuestos de origen natural no permite que un sólo proceso de extracción se adecue a la obtención de todos ellos, sino que existen procesos individuales de acuerdo con el tipo de compuesto.

La extracción supercrítica y los gases densos es necesario tener en cuenta que ésta se fundamenta en la diferencia de solubilidad del agente de extracción respecto a los componentes a ser separados y en la influencia de las presiones de vapor de los componentes, especialmente en el contexto de la separación y refinación de los aceites esenciales. Así mismo, depende de la volatilidad de los componentes a ser separados, cuando se trata de extracción supercrítica es una función de la presión y la temperatura y son estas las que determinan el grado de transferencia de los compuestos de interés al solvente.

La trayectoria resaltada en el siguiente diagrama de temperatura vs entropía ($T - S$) corresponde a la región en la que el dióxido de carbono presenta una capacidad extractiva y cubre el rango de temperatura de 20 a 100 °C y un rango de presión que va de 73 a 100 bar.

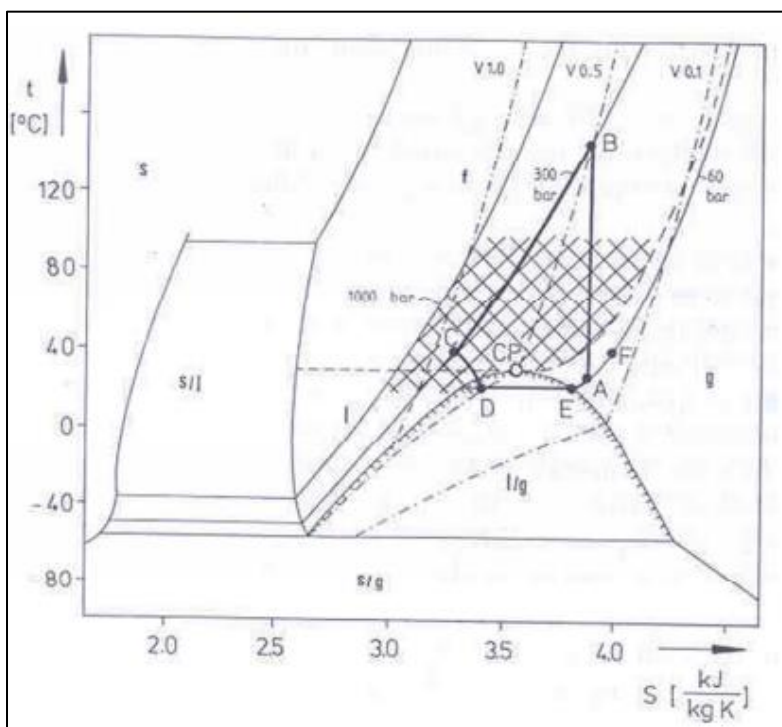


Figura 2: Diagrama $T - S$ del dióxido de carbono (CO_2). Circuito de extracción usando un compresor. Isobaras con densidad en g/ml (V). Compresión isentrópica ($A - B$). Enfriamiento isobárico ($B - C$). Extracción (C) a 300 bar y 40°C. Expansión adiabática ($C - D$). Evaporación isobárica e isotérmica ($D - E$). Calentamiento isobárico ($E - F$). Separación (F) a 60 bar y 40°C.

En comparación con solventes líquidos, los gases utilizados para la extracción con fluidos supercríticos tienen una alta difusividad, baja densidad y viscosidad permitiendo esto una rápida extracción y separación de fases, el solvente puede ejercer su función sobre un amplio rango mediante la manipulación de la presión y la temperatura, es fácilmente removido del extracto y del residuo de extracción debido a su alta volatilidad y en muchos casos la energía requerida en la operación del proceso de extracción con este tipo de condiciones es menor que las requeridas en procesos de extracción con solventes orgánicos.

La elección del dióxido de carbono (CO_2) como solvente empleado en condiciones supercríticas obedece a las razones siguientes: Bajo nivel de toxicidad; presenta condiciones críticas bajas en comparación con otros solventes supercríticos, su costo no es elevado y se dispone de esta materia prima en abundancia.

Estructura de la extracción supercrítica con CO_2

El proceso de extracción con fluidos supercríticos puede resumirse en cuatro pasos primarios: Extracción, Expansión, Separación y Compresión del solvente. Los cuatro equipos críticos del proceso son: un extractor de alta presión, una válvula de reducción, un separador de baja presión y una bomba para elevar la presión del solvente reciclado.

El proceso se inicia de la siguiente manera: La alimentación, se acondiciona la cascara de naranja mediante un lavado, secado y como final un proceso molienda. Segundo paso es cargar el extractor con CO_2 que es alimentado al extractor a través de una bomba de alta presión (100 a 400 bar). El CO_2 comprimido es calentado en un intercambiador de calor hasta la temperatura de extracción (30 a 60 °C) para luego ingresar al extractor y procede a extraer la esencia de la matriz herbácea cargada. La mezcla CO_2 -extracto es enviada a un separador (150 a 50 bar) con un paso previo a través de una válvula de reducción. A la temperatura y presión reducidas, el extracto precipita espontáneamente en el separador, mientras el CO_2 , libre de cualquier extracto, es reciclado al proceso, con pasos previos de enfriamiento y compresión.

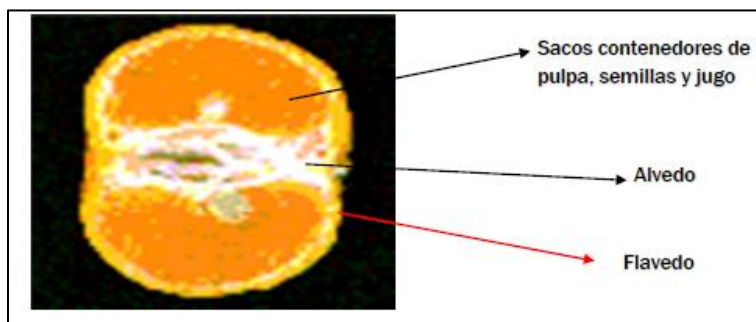


Figura 3: Partes de la fruta mandarina (*Citrus reticulata*)

La extracción con fluido supercrítico para una alimentación sólida es un proceso semi - continuo, donde el CO_2 fluye en modo continuo, mientras la alimentación sólida es cargada en una canasta del extractor por etapas. Un cosolvente es frecuentemente bombeado y mezclado con el CO_2 de alta presión para aumentar el poder de solvencia o la selectividad de la separación para componentes específicos.

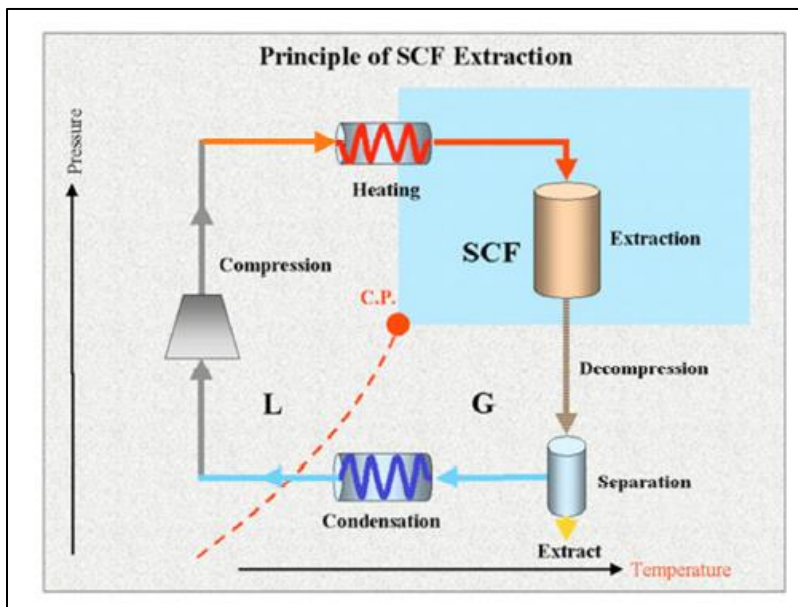


Figura 4: Diagrama básico del proceso de extracción con fluido supercrítico

El esquema anterior corresponde a una extracción supercrítica con solvente puro, en el cual el fluido es sometido a compresión y calentamiento con la finalidad de alcanzar las condiciones supercríticas, posteriormente es puesto en contacto con la matriz celular para realizar la extracción del aceite esencial, una vez realizada ésta se somete la mezcla producto - solvente a una descompresión, con la finalidad de facilitar el proceso de separación del solvente y el producto, una vez realizada la separación, el solvente es sometido a un proceso de condensación para ser reutilizado en circuito de extracción y el producto es recolectado en la etapa de separación.

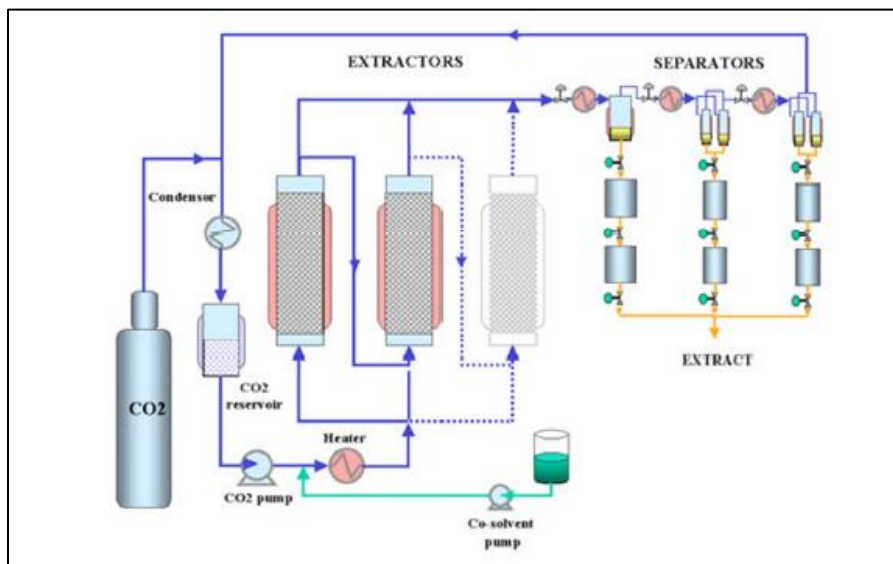


Figura 5: Proceso de extracción propuesto y aplicado por SEPAREX

La figura 5, corresponde a una extracción supercrítica con mezcla de solvente, y a diferencia del proceso anterior se tienen baterías de extractores y separadores, siendo el principio del funcionamiento análogo al diagrama anterior en términos de las etapas a las cuales se someterá a la mezcla de solvente (compresión, calentamiento, extracción y separación) durante el proceso de extracción del aceite esencial.

Tabla 2: Aceites esenciales obtenidos por extracción supercrítica de materias celulares de plantas aromáticas

Nombre común	Nombre botánico	Matriz herbácea	Agentes activos	R (%)
Orégano	Origanum vulgare	Hojas, flores	Carvacrol e isómeros	5
Anís	Pimpinella anisum	Frutos	Anetol	7
Menta	Mentha piperita	Hojas	Mentol	2.5
Limón	Citrus limonum	Cáscara del fruto	Linalol, limoneno	0.9
Naranja	Citrus aurantium	Cáscara del fruto	Limoneno, citral	5
Comino	Cominum cyminum	Semilla	Aldehído cumínico	14
Páprika	Capsicum annum	Fruto	-	13

Métodos fundamentales de análisis de aceites esenciales

Quando ya se dispone del producto final, hay técnicas y procedimientos estipulados por organizaciones internacionales (ISO) en los cuales se cualifican y cuantifican las propiedades que deben tener estos aceites esenciales para ser usados, de estos se pueden mencionar: Aroma, peso específico, índice de refracción, desviación óptica (poder rotatorio), cromatografía, espectrales, tales como infrarrojo y ultravioleta, espectrometría de masa.

Tratamientos posteriores a la extracción del aceite esencial

Posterior al proceso de extracción y en especial en la producción de aceites esenciales a escala industrial puede ser necesario realizar uno o más de los tratamientos que se enumeran:

- Purificación.
- Eliminación de colorantes.
- Desterpenación.
- Destilación fraccionada con vacío.
- Extracción con solventes selectivos.
- Separación por adsorción cromatográfica.
- Deserrado.

Propiedades terapéuticas del aceite esencial de mandarina (Citrus reticulata)

Entre sus propiedades generales se encuentra su capacidad antiviral, calmante, diurético estimulante y revitalizador Entre las propiedades terapéuticas que se le atribuyen se pueden mencionar:

- Circulatorias: Hipertensión, palpitaciones. –
- De la Cabeza: Gingivitis.
- De la Piel: Cicatrices, astringente, estrías, piel grasosa, regenera la piel.
- Digestivas: Cólico, congestión del hígado, diarrea, estreñimiento, flatulencia, náusea, tónico estomacal, tónico hepático.
- Musculares: Calambres.
- Respiratorias: Hipo.



- Mentales: produce balance emocional, sensación de felicidad y frescura.

Descripción del equipo

A continuación, se hace una descripción del conjunto de equipos instalados para la realización de las pruebas experimentales para la extracción del aceite esencial de mandarina con dióxido de carbono, CO₂, en condiciones supercríticas. Los componentes son los siguientes:

- Bombona de CO₂
- Recipiente de Alimentación
- Recipiente de Extracción
- Válvulas de aguja
- Válvula micrométrica
- Válvula de tres vías
- Válvulas Check
- Válvula de seguridad
- Resistencias para calentamiento
- Indicadores de temperatura
- Indicadores de presión
- Indicadores de nivel
- Recipiente para presurizado
- Recipiente para recolecta muestras



Conclusiones

- Se determinó que no todos los métodos de extracción funcionan para la aplicación de una determinada planta, cada especie de planta tiene un proceso en específico que permite sacar el máximo rendimiento de producto de aceite esencial.
- Se verificó que las condiciones de extracción son relevantes para la evaluación de un proceso, un ejemplo claro se presentó en la auditoria a la empresa Aceites Esenciales S.A.S donde los resultados arrojaron que el método de extracción con solventes para la planta de hierbabuena era ineficiente y no cumplía las condiciones de producción.
- Para el proceso de extracción de aceite esencial de mandarina por el método de fluidos supercríticos con CO₂, se determinó, que la influencia de la presión y la temperatura tienen un efecto positivo en el rendimiento del procedimiento favorecido a altas presiones porque se requiere menos energía.
- Se consultó los beneficios de la extracción de aceite de mandarina obtenido información favorable y novedosa sobre uso y aplicaciones en medicina, fisioterapia, psicológica, entre otras.



Bibliografía

- SENA, Métodos de extracción, análisis y control de calidad
- Montoya, G. (2010). Aceites esenciales. Una alternativa de diversificación para el Eje Cafetero. Recuperado de <http://bdigital.unal.edu.co/50956/7/9588280264.pdf>
- Lerayne de los Ángeles Márquez (2003), EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE MANDARINA (Citrus Reticulata) UTILIZANDO DIÓXIDO DE CARBONO EN CONDICIÓN SUPERCRÍTICA COMO SOLVENTE
- Carolina Navarrete (2010), EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE MANADARINA OBTENIDO DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES
- Freepik. (2019a). Aceites esenciales de uso medicinal. Recuperado de https://www.freepik.es/foto-gratis/rama-algodon-diferentes-tipos-botellas-aceites-esenciales-sobre-fondo-texturado-beige_4173833.htm
- Revistas Bolivianas. (2016). Equipo Experimental para la Destilación por Arrastre de Vapor (DAV) de Aceites Esenciales, Caso: Cáscara de Naranja Dulce (Citrus Sinesis). Recuperado de http://www.revistasbolivianas.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1729-75322016000100003&lng=es&nrm=iso
- Chidell, L. Aromaterapia Una guía definitiva de los aceites esenciales. Primera edición. Editorial Diana. México 1992.
- Franco, N. Evaluación de las técnicas de extracción con fluidos supercríticos, SFE, y acelerada con solvente (ASE) en rocas madres y yacimientos de Venezuela para su aplicación en el análisis geoquímico. Facultad de Ciencias. Universidad Central de Venezuela. Caracas. 1999.