# OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES Y EXTRACTOS ETANOLICOS DE PLANTAS DEL AMAZONAS

## ANGELA ANDREA GONZALEZ VILLA

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
SEDE MANIZALES
DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA
ABRIL DE 2004

# OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES Y EXTRACTOS ETANOLICOS DE PLANTAS DEL AMAZONAS

#### ANGELA ANDREA GONZALEZ VILLA

Línea de Profundización: Tecnología en Alimentos

> Modalidad: TRABAJO FINAL

Director: Químico Luis Enrique Cuca S. Profesor Universidad Nacional Sede Bogotá

Asesor: Biólogo Pablo A. Palacios Profesor Universidad Nacional Sede Leticia

Nota de aceptación
Jurado
Jurado

Abril del 2004

A mis padres, hermanos, amigos y a Dios por haberlos puesto en mi camino.

#### **AGRADECIMIENTOS**

Al profesor Químico Luis Enrique Cuca S., por su incalculable colaboración y asesoría en todo momento.

Al profesor Biólogo Pablo A. Palacios y Miryam Sevillanos, por el apoyo durante la estadía en la Sede Leticia.

A la profesora Ingeniera Adela Londoño C., por sus acertados consejos y colaboración en los momentos oportunos.

Al grupo de trabajo en Productos Naturales, por la paciencia y ayuda en la Sede Bogotá.

A mi familia , amigos, compañeros y a todas aquellas personas que de una u otra forma estuvieron ahí brindándome su ayuda y motivándome para sacar adelante la carrera.

A todos ... Siempre ... GRACIAS

V

# **CONTENIDO**

	Pág.
RESUMEN	
INTRODUCCION	
1. OBJETIVOS	4
2. MARCO TEORICO CONCEPTUAL	5
2.1 PROCESOS DE EXTRACCIÓN	5
2.1.1 Extracción Soxhlet	6
2.1.2 Digestión	6
2.1.3 Infusión y decocción	7
2.1.4 Extracción con fluidos supercríticos	7
2.2 SELECCIÓN DE SOLVENTE	7
2.3 EXTRACTOS ETANÓLICOS	8
2.3.1 Definición	8
2.3.2 Obtención	8
2.3.2.1 Maceración	8
2.3.2.2 Percolación	9
2.4 ACEITES ESENCIALES	9
2.4.1 Definición	9
2.4.2 Función de los Aceites Esenciales	10
2.4.3 Localización de los Aceites Esenciales en la planta	10
2.4.4 Propiedades físicas de los Aceites Esenciales	10
2.4.5 Composición Química	11

2.4.6 Clasificación	11
2.4.7 Aplicaciones	12
2.4.8 Obtención	12
2.4.8.1 Arrastre con vapor de agua	12
2.4.8.1.1 Fundamentos de la destilación por arrastre con vapor de agua	14
2.4.8.2 Expresión	16
2.5 CONTROL DE CALIDAD	16
2.6 PREPARADOS ARTESANALES ELABORADOS CON PLANTAS	
MEDICINALES	17
2.6.1 Decocción	17
2.6.2 Infusión	18
2.6.3 Cataplasmas	18
2.6.4 Compresas	18
2.6.5 Linimentos	18
2.6.6 Pomadas	19
2.6.7 Sahumerios	19
3. METODOLOGÍA	20
3.1 Montaje del equipo	20
3.2 Puesta en marcha y condiciones de operación	22
3.3 Selección de las especies a trabajar	23
3.4 Obtención de los Aceites Esenciales	24
3.5 Obtención de los Extractos Etanólicos	26
3.5.1 Maceración	26
3.5.2 Percolación	28
4. RESULTADOS	30
4.1 Puesta en marcha y condiciones de operación del equipo	30
4.2 Selección de las especies	31
4.3 Información Etnobotánica	34
4.4 Aceites Esenciales	38

4.4.1 Análisis de las variables de la operación	40
4.4.2 Balances de Materia y Energía	44
4.4.2.1 Balances de Materia	46
4.4.2.2 Balances de Energía	48
4.4.3 Diseño del Destilador por Arrastre con Vapor a nivel de	
Planta Piloto	51
4.4.4 Diagrama de Bloques – Aceites Esenciales	64
4.5 Extractos Etanólicos	65
4.5.1 Resultados en la obtención de los Extractos Etanólicos	65
4.5.2 Diagrama de Bloques – Extractos Etanólicos	66
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES	67
5.1 Interpretación de los resultados en capa delgada	70
5.2 Pruebas de coloración para los Extractos Etanólicos	75
5.3 Estudios cromatográficos para los Aceites Esenciales	76
6. BIBLIOGRAFÍA	79
Anexo A	81
Anexo B	85

# **LISTA DE FIGURAS**

	Pág.
Fig. 1 Esquema Extractor Soxhlet	6
Fig. 2 Diagrama básico del proceso de Extracción por Fluidos	
Supercríticos	7
Fig. 3 Esquema del alambique para la extracción de aceites	
esenciales por arrastre con vapor de agua	13
Fig. 4 Montaje a nivel de Laboratorio sugerido	21
Fig. 5 Equipo de Extracción por Arrastre de Vapor implementado	
en la Universidad Nacional de Colombia Sede Leticia	23
Fig. 6 Recipiente utilizado para la obtención del extracto de Cedro	
por Maceración	27
Fig. 7 Rotavapor utilizado para la recuperación del Solvente	28
Fig. 8 Percolador	29
Fig. 9 Esquema de la operación	40
Fig. 10 Influencia del tiempo de extracción y el flujo de vapor sobre el	
rendimiento volumétrico del aceite esencial al trabajar con cedro	
y limón	44
Fig. 11 Representación gráfica del condensador	50
Fig. 12 Esquema general del Extractor	52
Fig. 13 Plano del Extractor para Arrastre con Vapor a nivel de planta	
Piloto	54

Fig. 14 Plano del Condensador de la planta piloto para destilación	
por arrastre con vapor	63
Fig. 15 Diagrama de Bloques para la obtención de aceites esenciales	64
Fig. 16 Diagrama de Bloques para la obtención de extractos etanólicos	66
Fig. 17 Representación cualitativa de los resultados	69
Fig. 18 Revelado de los extractos con yodo	73
Fig. 19 Revelado con yodo de los aceites esenciales	74
Fig. 20 Cromatograma del aceite esencial de Cedro	76
Fig. 21 Cromatograma del aceite esencial de Limón	77
Fig. 22 Desarrollo de las placas	83

# LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla #1	Extracción del aceite esencial por arrastre con vapor a	
	una muestra de hojas de Manzanilla	30
Tabla # 2	Listado inicial de algunas de las especies conocidas en el	
	Amazonas	32
Tabla # 3	Especies seleccionadas para la obtención de los aceites	
	esenciales por arrastre con vapor	33
Tabla # 4	Información Etnobotánica de las Especies Seleccionadas	34
Tabla # 5	Resultados del proceso de extracción por arrastre con	
	vapor	38
Tabla # 6	Diseño experimental planteado	41
Tabla # 7	Volumen y rendimiento volumétrico obtenidos al trabajar co	n
	Cedro variando el flujo de vapor y el tiempo de extracción	42
Tabla #8	Volumen y rendimiento volumétrico obtenidos al trabajar co	n
	Limón variando el flujo de vapor y el tiempo de extracción	43
Tabla # 9	Resultados obtenidos para los extractos etanólicos del	
	cedro	65
Tabla # 10	Soluciones eluyentes para el estudio cromatográfico en	
	capa delgada	78
Tabla # 11	Metabolitos que recomienda el estudio fitoquímico	
	preliminar y sus pruebas preliminares de caracterización	
	por coloración	86

# **LISTA DE ANEXOS**

		Pág.
Anexo A.	Cromatografía en Capa Delgada	81
Anexo B.	Metabolitos de las plantas vegetales	85

#### RESUMEN

Este trabajo presenta los resultados experimentales hallados en la búsqueda de aceites esenciales de plantas amazónicas, metodología de trabajo y discusiones, partiendo desde la selección de especies, montaje y adecuación del equipo, tratamiento de las muestras y extracciones como tal, con el fin de establecer las condiciones y tomar los datos necesarios para realizar un diseño a nivel de planta piloto para tal operación.

Su ejecución requirió el montaje de un equipo apropiado en las instalaciones de la Universidad Nacional Sede Leticia, para facilitar el desarrollo de la metodología.

El diseño se realizó con los parámetros y condiciones obtenidas de la especie que presentó mayor rendimiento volumétrico en aceite esencial.

Finalmente, para la obtención de los extractos etanólicos se tomaron como muestra para el desarrollo de este tipo de metodología, dos de las especies que presentaron aceite esencial. El control de calidad preliminar tanto para los extractos como para los aceites esenciales seleccionados, se realizó en la Universidad Nacional Sede Bogotá, por la disposición de material y equipos que requiere la realización de las pruebas.

#### **ABSTRACT**

This work shows the experimental results found out in the research of essential oils of amazonic plants, developtmen in the Universidad Nacional de Colombia Sede Leticia, methodology of work and discussions, begin from select of species, assembly and adapt of equipment, treatment of samples and extraction, aiming to found conditions and take data for to do a designer of destillator to catch up pilot plant.

To obtain the etanolic extracts, it takes 2 species with essential oils. The preliminary quality control for the products, it does in the Universidad Nacional de Colombia Sede Bogotá, for disposition of material and equipment that to require to realize the proofs.

# INTRODUCCIÓN

La falta de desarrollo y fuente de empleo en el Departamento del Amazonas, sumado a la inevitable realidad del cultivo de plantas con fines ilícitos, hace necesaria la búsqueda de alternativas que traten de dar solución a ésta problemática conservando y aprovechando el potencial propio de la región dándoles uso racional con fines específicos.

Implementar nuevos procedimientos como la obtención de aceites esenciales y extractos, que son productos con interés comercial, pueden ser una buena opción para la región.

En los últimos años el estudio de los aceites esenciales ha llamado la atención de la ciencia, convirtiéndose así en un área amplia de investigación y desarrollo, debido a la gran acogida que tienen dentro de la industria farmacéutica, cosmética y de alimentos, entre otras.

Es claro que para que un producto de cualquier clase pueda tener una buena comercialización debe responder entre otros, con un nivel de producción, requiriéndose para ello un equipo apto y con capacidad suficiente para desarrollar tal operación.

Los aceites esenciales por ser líquidos volátiles y encontrarse distribuidos en las plantas, pueden ser retirados por destilación con arrastre de vapor de agua; este procedimiento puede ser implementado en la región del Amazonas, por no

requerir tecnología sofisticada, pues requiere implementar equipos económicos y eficientes utilizando así los conocimientos que ofrece la Ingeniería Química.

Por su parte, el obtener los extractos de las plantas y estudiar sus partes activas permite conocer aún más los recursos naturales con que se cuenta y así darles un mejor aprovechamiento; proporcionándoles un mayor valor agregado al comercializarlas como productos puros o extractos.

Además, se debe aprovechar todos esos conocimientos y métodos tradicionales que se han venido desarrollando a través del tiempo, que por cuestiones culturales poco a poco han ido desapareciendo; recuperándolos y reutilizándolos para encaminar así, a territorios como el Amazonas con alto potencial al avance y al progreso.

#### 1. OBJETIVOS

#### **GENERAL**

Obtener aceites esenciales y extractos etanólicos de 2 plantas cultivadas en el Amazonas a las cuales se les ha comprobado su uso etnobotánico.

## **ESPECÍFICOS**

- ✓ Extraer en base húmeda los aceites esenciales de las especies seleccionadas.
- ✓ Adaptar una infraestructura en la Universidad Nacional Sede Leticia, para el desarrollo de éste tipo de metodología.
- ✓ Obtener los extractos etanólicos del material seco.
- ✓ Diseñar un destilador por arrastre con vapor para la obtención de aceites esenciales a nivel de planta piloto.

#### 2. MARCO TEORICO CONCEPTUAL

Para aprovechar las substancias activas de una planta, se recurre frecuentemente a los extractos. El proceso de extracción consiste en incorporar las substancias activas de una planta a un solvente, que generalmente suele ser agua o alcohol; se puede realizar en frío o en caliente, y el producto resultante puede ser una solución concentrada o espesa en función de la sustancia de origen, o espesarse por propio interés en base a la aplicación que se le vaya a dar.

# 2.1 PROCESOS DE EXTRACCIÓN<sup>[1,2,3]</sup>

Los procesos de extracción más simples empleados se dividen de acuerdo al disolvente utilizado en:

- ✓ Extracción con agua: infusión, destilación por arrastre con vapor de agua (pág. 12) y decocción.
- ✓ Extracción con solventes orgánicos: maceración (pág. 8), lixiviación o percolación (pág. 9), extracción Soxhlet, digestión y por fluido supercrítico.

La selección de uno de ellos dependerá de las necesidades y facilidades tanto técnicas como económicas con que se cuenten.

## 2.1.1 Extracción Soxhlet:

Método en caliente, que se desarrolla empleando solventes con puntos de ebullición bajo, para evitar la degradación de la muestra. Conveniente para obtener los extractos crudos de las plantas.



Fig. 1
Esquema Extractor Soxhlet

# 2.1.2 Digestión:

En este proceso se agrega solvente caliente (con temperaturas no mayores a los 50 °C) al material vegetal molido colocado en un material de vidrio de boca pequeña, la temperatura del solvente permite una mayor extracción de

compuestos ya que la solubilidad de la mayoría de las especies aumenta con la temperatura.

## 2.1.3 Infusión y Decocción:

Tanto la infusión como la decocción son procesos simples de extracción con agua, en el primer caso se agrega agua caliente o fría al material molido y luego se filtra; en el segundo el material se hierve por espacio de 15 minutos con el agua.

## 2.1.4 Extracción con fluidos supercrítico:

Este proceso es una operación que aprovecha el poder disolvente de fluidos a temperaturas y presiones por encima de sus valores críticos.

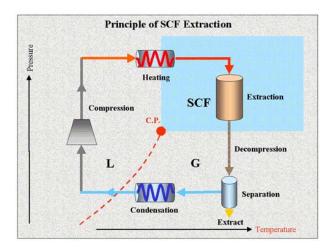


Fig. 2

Diagrama básico del proceso de Extracción con Fluidos Supercríticos<sup>[4]</sup>

# 2.2. SELECCIÓN DEL SOLVENTE<sup>[1]</sup>

La elección del disolvente depende de parámetros técnicos y económicos:

selectividad, estabilidad, inercia química, temperatura de ebullición no demasiado elevada para permitir su eliminación total, no demasiado baja para evitar las pérdidas; seguridad de manipulación (si es posible no tóxico ni inflamable).

Los disolventes más utilizados son los hidrocarburos alifáticos: éter de petróleo, hexano, y también propano o butano líquido (a presión). Aunque el benceno es un buen disolvente, su toxicidad limita cada vez más su utilización. Igualmente, se ha recurrido a disolventes halogenados y al etanol. También se utilizan otros solventes como soluciones ácidas o alcalinas para la extracción selectiva de algunos compuestos, sin embargo se debe tener precaución con el pH de las mezclas para prevenir hidrólisis o reordenamiento de compuestos sensibles.

### 2.3. EXTRACTOS ETANÓLICOS<sup>[1,2,3]</sup>

#### 2.3.1 Definición:

Extracto con olor característico, obtenido a partir de materia prima desecada de origen vegetal, por maceración o percolación en contacto con etanol, seguida de la eliminación de dicho solvente por un procedimiento físico. Estos procesos pueden ser sometidos a determinadas operaciones para eliminar algunos de sus componentes y así mejorar notablemente la calidad del producto deseado.

#### 2.3.2 Obtención:

#### 2.3.2.1 Maceración:

Es una extracción que se realiza a temperatura ambiente. Consiste en remojar el material vegetal, debidamente fragmentado en un solvente (agua o etanol, se prefiere el etanol puesto que a largos tiempos de extracción el agua puede

propiciar la fermentación o la formación de mohos) hasta que éste penetre y disuelva las porciones solubles. Se puede utilizar cualquier recipiente con tapa que no sea atacado con el disolvente; en éste se colocan el material vegetal con el disolvente y tapado se deja en reposo por un período de 2 a 14 días con agitación esporádica. Luego se filtra el líquido, se exprime el residuo, se recupera el solvente en un evaporador rotatorio y se obtiene el extracto.

#### 2.3.2.2 Percolación:

También conocido como lixiviación, es uno de los procesos más difundidos pues se puede realizar con disolventes orgánicos en frío para preservar los compuestos termolábiles que pudiera contener el material. Consiste en colocar el material fragmentado en un embudo o recipiente cónico (fig. 8 pág. 29), y hacer pasar un disolvente adecuado a través del mismo. No es apropiado para resinas o materiales que se hinchen dado que el disolvente no percolará. Se requiere agregar solvente constantemente.

# 2.4. ACEITES ESENCIALES<sup>[5,6,7,8]</sup>

#### 2.4.1 Definición:

Los aceites esenciales (esencias o aceites volátiles) son: "productos de composición generalmente muy compleja que contienen los principios volátiles que se encuentran en los vegetales más o menos modificados durante su preparación. Para extraer estos principios volátiles, existen diversos procedimientos. Únicamente se utilizan dos en la preparación de esencias oficiales: destilación con vapor de agua de las plantas con esencia o de algunos de sus órganos, y por expresión".

Se les llama aceites por su apariencia física y consistencia que es bastante parecida a los aceites grasos, pero se distinguen de ellos, porque al dejar caer unas gotas de esencia sobre el papel, éstas se volatilizan fácilmente sin dejar ninguna huella ni mancha grasosa.

#### 2.4.2 Función de los aceites esenciales:

En general, la función biológica de los aceites esenciales sigue estando poco clara. Es probable que tengan un papel ecológico; como apoyo a ésta hipótesis se han establecido experimentalmente el papel de alguno de ellos como inhibidores de la germinación, protección contra los depredadores y atracción de polinizadores.

#### 2.4.3 Localización de los aceites esenciales en la planta:

Se pueden encontrar localizados en diferentes partes de la planta, por ejemplo: en las hojas (albahaca, menta, romero, etc.), en las raíces (valeriana, cálamo, etc.), en la corteza (canela, sándalo, etc.), en las flores (jazmín, rosa, etc.), en la cáscara del fruto (limón, mandarina, naranja, etc.), en los frutos (anís, cardamomo, hinojo, etc.).

#### 2.4.4 Propiedades físicas de los aceites esenciales:

En general, son líquidos a temperatura ambiente, su densidad es inferior a la del agua. Poseen un índice de refracción elevado y la mayoría desvían la luz polarizada.

Arrastrables en vapor de agua, son muy poco solubles en ella.

2.4.5 Composición química:

Actualmente se han identificado alrededor de cuatrocientos componentes

químicos constituyentes de los aceites esenciales. La mezcla compleja que

integra los aceites esenciales pertenecen de manera casi exclusiva a grupos

característicos distintos: el grupo de los terpenos, el grupo de los compuestos

derivados del fenilpropano, los terpenos originarios del ácido acético, los

terpenos provenientes del ácido chi químico (aromáticos) y otros como los

compuestos procedentes de la degradación de terpenos.

Los monoterpenos y sesquiterpenos son terpenos de 10 y 15 átomos de

carbonos. De acuerdo con su estructura se les clasifica según el número de

ciclos como acíclicos, monocíclicos, bicíclicos, etc. Algunos ejemplos de

monoterpenos y sesquiterpenos son:

Monoterpenos acíclicos: linalol, nerol, geraniol.

Monoterpenos monocíclicos: p-mentano, 1,4- Cineol, 1,8-Cineol, Ascaridol.

Monoterpenoides bicíclicos: carano, cis-carano y trans-carano.

Sesquiterpenos: Farnesol, nerolidol.

2.4.6 Clasificación:

Los aceites esenciales se clasifican con base en diferentes criterios:

consistencia, origen y naturaleza de los compuestos mayoritarios.

Según la consistencia se dividen en:

✓ Esencias fluidas: Líquidos muy volátiles a temperatura ambiente.

√ Bálsamos: Líquidos de consistencia espesa, poco volátiles y propensos a

polimerizarse.

✓ Oleorresinas: Líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas.

11

Según su origen pueden ser:

- ✓ Naturales: Se obtienen directamente de la planta y no se somete a ninguna modificación posterior.
- ✓ Artificiales: Se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de las esencias con uno de sus componentes.
- ✓ Sintéticas: Mezcla de compuestos obtenidos sintéticamente.

Y por la naturaleza de los compuestos mayoritarios:

- ✓ Monoterpenoides.
- ✓ Sesquiterpenoides
- ✓ Compuestos oxigenados.

## 2.4.7 Aplicaciones:

De los más de tres mil aceites esenciales analizados, se ha encontrado que mas de doscientos tienen un alto valor comercial y se utilizan ampliamente en diferentes ramas de la industria: alimentos, jabones, ambientadores, perfumes, cosméticos, licores, insecticidas, fármacos, etc.

Son empleados como aromatizantes y/o saborizantes, como ingredientes de algunos preparados farmacéuticos o son base de perfumes y productos cosméticos finos, desodorantes, lociones, jabones líquidos, pastas dentífricas. Algunos de los aceites esenciales poseen propiedades insecticidas y funguicidas y se utilizan en los preparados especiales.

#### 2.4.8 Obtención:

# 2.4.8.1 Arrastre con vapor de agua:

Para realizar la destilación por arrastre con vapor se usan alambiques de características variables y adaptadas a cada tipo o caso específico. Su disposición general se puede ver a continuación:

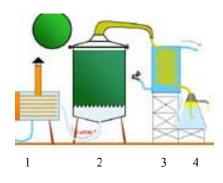


Fig.3

# Esquema del alambique para la extracción de aceites esenciales por arrastre con vapor de agua

#### De donde:

- 1 Caldera
- 2 Tanque extractor
- 3 Condensador
- 4 Separador de agua y aceite esencial o también llamado florentino

La destilación por arrastre con vapor puede realizarse de tres formas distintas y son comúnmente conocidas como:

✓ La hidrodestilación simple o destilación con agua: consiste en sumergir directamente el material vegetal a tratar en agua, que a continuación se somete a ebullición. En éste método es máxima la acción del agua sobre el material, por ello se puede presentar hidrólisis y oxidaciones. Útil para materiales que tienden al apelmazamiento (flores pequeñas). Es aconsejable cargar el agua ya caliente para disminuir la hidrólisis y el tiempo

de operación. Los vapores heterogéneos se condensan y el aceite esencial se separa por diferencia de densidad. Ej.: Trementina

✓ Destilación con vapor saturado o destilación con agua y vapor: el vegetal no está en contacto con el agua; el vapor de agua se inyecta a través de la masa vegetal dispuesta sobre placas perforadas. El material debe tener tamaño uniforme para favorecer el paso del vapor. Trabaja cerca de los 100°C cuando lo hace a 1 atm de presión y el rendimiento es bueno siempre y cuando no se presenten apelmazamientos. Por cargarse el material a una temperatura menor a la de trabajo, se producen condensaciones sobre él y ésta humedad origina cierta dificultad en la operación, especialmente en el paso y distribución del vapor por la muestra.

Por su sencillez, bajo costo y rendimientos, esta técnica es la más usada en la industria de aceites esenciales. Varias Farmacopeas la recomiendan como el método óptimo de obtención de esencias.

✓ La destilación con vapor seco o sobrecalentado: consiste en impulsar el vapor a través de la masa vegetal, colocada sobre columnas o cestones. El vapor tiende a recalentarse por la resistencia opuesta a su paso por el material y esto debe evitarse en lo posible, debido a que seca las membranas celulares e impide la salida del aceite. Las instalaciones son más costosas, pero presentan mayores producciones.

# 2.4.8.1.1 Fundamentos de la destilación por arrastre con vapor de aqua<sup>[9,10]</sup>:

La destilación por arrastre con vapor es utilizada para separar sustancias ligeramente volátiles e insolubles en agua, de otros productos no volátiles mezclados con ellas.

Para la comprensión de ésta operación, se hace la consideración del comportamiento en la destilación de un sistema de 2 fases formado por dos líquidos, x e y, completamente insolubles entre sí (agua y aceite esencial); cada líquido ejerce su propia tensión de vapor, independiente de la otra. Así, la Presión total ( $P_T$ ), se puede calcular de la siguiente forma:

$$P_T=P_X+P_Y$$
 (a T)

Donde:

P<sub>X</sub> = Presión de vapor de X a T

P<sub>Y</sub> = Presión de vapor de Y a T

El punto de ebullición de la mezcla será aquella temperatura en la que la presión total P<sub>T</sub>, sea igual a la atmosférica.

Puesto que la presión ejercida por un gas (a una temperatura dada) es proporcional a la concentración de sus moléculas, la relación de las presiones de vapor de X e Y en el punto de ebullición de la mezcla será igual a la relación entre el número de moléculas de X y de Y que destilan de la mezcla. Así la composición del vapor se puede calcular de la siguiente forma:

$$\frac{N_X}{N_Y} = \frac{P_X}{P_Y}$$
 Ec. 1

Donde:

 $N_X/N_Y$ : Relación molar de X e Y en el vapor

O bien:

$$\frac{W_X}{W_Y} = \frac{P_X * M_X}{P_Y * M_Y}$$
 Ec. 2

Donde:

 $W_X/W_Y$ : Relación de pesos de X e Y en el vapor

 $M_X$ : Peso molecular de X

M<sub>Y</sub>: Peso molecular de Y

De la ec. 2, se puede decir que en la destilación de una mezcla de dos líquidos

no miscibles las cantidades relativas en peso de los dos líquidos que se

recogen son directamente proporcional a las presiones de vapor de los líquidos

a la temperatura de destilación y a sus pesos moleculares. Además, la mezcla

destilará a una temperatura constante en tanto exista por lo menos algo de

cada uno de los componentes.

2.4.8.2 Expresión:

Aplicado generalmente a la familia Citrus. El principio del método es muy

simple: las cáscaras se dilaceran y el contenido de las glándulas secretoras que

se han roto se recupera por un procedimiento físico.

El procedimiento clásico consiste en ejercer bajo una corriente de agua, una

acción abrasiva sobre la superficie del fruto. Después de eliminar los desechos

sólidos, el aceite esencial se separa de la fase acuosa por centrifugación.

2.5 Control de calidad:

Las farmacopeas prevén diferentes ensayos para el análisis de los aceites

esenciales, entre ellos:

✓ Determinaciones físicas

Aroma

Peso específico

Indice de refracción

16

Desviación óptica (poder rotatorio)

Solubilidad en mezclas alcohol-agua (alcoholes rebajados)

## ✓ Determinaciones químicas

Indice de acidez libre

Indices de saponificación y éster

Determinación de aldehídos y cetonas

Formación de fenilhidrazonas

Formación de oximas

Formación de semicarbazonas

Método del bisulfito

Indice de acetilo

Técnicas cromatográficas

Métodos espectroscópicos

Dentro de las técnicas cromatográficas se tiene que aunque mucho menos resolutiva que la Cromatografía de Gases (CG), la Cromatografía de Capa Fina (CCF) se puede utilizar de forma rutinaria para el control de calidad. El uso de la CG como técnica para el control de calidad, requiere estándares certificados que permitan hacer una comparación con el producto obtenido y así establecer la calidad del mismo.

# 2.6 Preparados artesanales elaborados con plantas medicinales<sup>[1,11,12]</sup>:

Las plantas medicinales pueden tratarse o prepararse para su consumo de forma artesanal, así:

#### 2.6.1 Decocción:

Operación que consiste en hervir en agua sustancias con principios medicinales durante unos minutos para extraer los principios solubles que contiene. Es también conocida como tisana.

#### 2.6.2 Infusión:

Operación que consiste en poner a calentar un disolvente (agua, vino, vinagre...); una vez que éste se encuentra caliente, se verte sobre una especie vegetal para obtener sus principios medicinales, o bien, verter la especie vegetal sobre el disolvente, dejando reposar para su posterior uso. Se aplica generalmente a aquellas plantas cuyos principios activos podrían alterarse por ebullición.

#### 2.6.3 Cataplasmas:

Son preparaciones pastosas medicinales que en algunos casos se envuelven en tejidos para ser aplicadas sobre el lugar afectado. Se obtienen mezclando especies vegetales con un liquido. Pueden utilizarse calientes o frías y son de aplicación exclusivamente externa.

### 2.6.4 Compresas:

Es un tejido de algodón o lino, doblado varias veces y embebido en agua o infusión, que luego es aplicada sobre la región enferma. Se pueden aplicar en frío o en caliente según sea el caso. Son de uso externo únicamente.

#### 2.6.5 Linimentos:

Son mezclas de extractos de plantas medicinales con líquido o grasa formando una emulsión, de consistencia blanda que se aplica sobre la piel acompañado de un suave masaje. Usados especialmente para afecciones raumáticas y musculares. Los linimentos o ungüentos se preparan batiendo con energía en un recipiente los jugos frescos exprimidos de las plantas necesarias (planta entera, hojas, frutas, raíces).

#### 2.6.6 Pomadas:

Están destinadas a la aplicación externa sobre la piel; contienen varios tipos de excipientes, como la vaselina, el aceite de vaselina o la lanolina. Las pomadas se preparan batiendo con fuerza en un recipiente adecuado (plato sopero, fuente, etcétera.) los distintos ingredientes indicados en la receta, hasta obtener una emulsión homogénea.

#### 2.6.7 Sahumerios:

Permiten introducir en las vías respiratorias, por aspiración, vapores que se obtienen quemando partes de vegetales o poniendo en el agua caliente unas gotas de aceites esenciales.

#### 3. METODOLOGIA

Una vez seleccionada la destilación por arrastre con vapor como el procedimiento a desarrollar por ser apropiada desde el punto de vista técnico y económico, fácil de implementar y no requerir de tecnologías sofisticadas, debió puntualizarse en una de sus tres categorías: Destilación con agua, destilación con vapor saturado o destilación con vapor seco.

Se escogió la destilación con vapor saturado, puesto que en ésta es mayor la difusión del vapor a través de las membranas vegetales y es menor la desnaturalización del producto por hidrólisis o quemado.

#### **3.1 Montaje del equipo**: Destilador de arrastre con vapor.

Durante el planteamiento inicial del proyecto, se sugirió hacer una replica del montaje diseñado en el trabajo de grado "Estudio y extracción de un aceite esencial a partir de la manzanilla" desarrollado en la Universidad Nacional Sede Manizales (fig. 4), en el que se desarrolló la parte experimental; esto con el fin de ahorrar tiempo y aprovechar los recursos disponibles.

#### Dicho equipo consta de:

- ✓ Generador de vapor: olla a presión modificada
- ✓ Extractor: balón de destilación de 6 litros con llave en la parte inferior para el control de vapor suministrado, con boca superior con esmerilado hembra 45/50.

- ✓ Codo de 90º con machos esmerilados.
- ✓ Condensador de bolas de 1 metro de longitud con dos esmerilados de 24/40.
- ✓ Alargadera con esmerilado hembra 24/40.



Fig. 4

Montaje a nivel de Laboratorio sugerido

Sin embargo, al montar el equipo se presentaron una serie de inconvenientes que motivaron al replanteamiento del montaje, entre ellos se tuvieron:

- ✓ Disposición no apropiada del material vegetal dentro del balón extractor para desarrollar el tipo de extracción seleccionada, llevándose a cabo una hidrodestilación y no destilación con vapor saturado que fue el método seleccionado.
- ✓ Complicaciones para la medida de la temperatura dentro de la cámara de extracción.
- ✓ Baja capacidad del balón extractor, especialmente cuando la muestra se trataba de hojas.

✓ Incrustaciones en los equipos de vidrio a causa de la dureza del agua disponible.

Así, después de analizar el funcionamiento de cada una de las partes, se sustituyó el balón extractor por un nuevo recipiente. Una pipa de dimensiones: altura = 32 cm y diámetro interno = 24.3 cm, construida con una lámina de hierro calibre 16, espesor 1.5 mm y utilizada para la comercialización de freón; se incrustó por la parte superior derecha un tubo metálico (cobre) para la toma de la temperatura durante la extracción y se adaptó en su interior a una altura proporcional al 15% desde el fondo, una malla de acero inoxidable utilizada para la retención del material vegetal.

Aunque también se encontraron problemas en el uso del condensador, como las incrustaciones y sobretodo la retención de producto en las bolas, se decidió trabajar con él, puesto que permitía notar con mayor facilidad la presencia del aceite; teniendo claro que su uso representaba disminución en el rendimiento a obtener.

Finalmente se obtuvo el montaje que se muestra en la figura 5.

# 3.2 Puesta en marcha y condiciones de operación:

Una vez adecuado el montaje, se probó su funcionamiento operándolo con agua solamente, se observó que no tuviera fugas ni pérdidas significativas de calor, que la alimentación fuera adecuada y que la toma de datos no presentara dificultad.

Como prueba de funcionamiento, especialmente operacional, se realizó una extracción utilizando las hojas de la Manzanilla (Tabla # 1, pág. 30), que es un producto muy trabajado en la obtención de aceites esenciales por sus

rendimientos y de allí se tomaron datos generales como temperaturas y caudales, observándose principalmente las características del producto obtenido y facilidad o dificultad en la separación agua - aceite.



Fig 5.

Equipo de Extracción por Arrastre de Vapor implementado en la

Universidad Nacional Sede Leticia

## 3.3 Selección de las especies a trabajar:

Se realizó en primera instancia un listado general de especies conocidas y manejadas por los habitantes como plantas amazónicas (Tabla #2, pág. 32).

A continuación se aplicaron los siguientes criterios para el descarte de especies buscando darle forma a la lista de trabajo:

✓ Especies introducidas: se eliminaron las especies introducidas con ayuda del asesor: Biólogo Pablo A. Palacios, dejando las de origen netamente amazónico.

- ✓ Distancia entre el lugar de trabajo y de cultivo: que no fuera muy grande, con el fin de trabajar el material fresco; puesto que se estaba trabajando en el área urbana de la ciudad y las especies son cultivadas en las comunidades que se encuentran en el área rural.
- ✓ Cantidad de material disponible con respecto al necesario para la extracción, que se consiguiera el necesario y suficiente para el desarrollo de la operación.

Dando como resultado la lista de especies a trabajar presentada en la tabla # 3 (pág. 33).

#### 3.4 Obtención de los aceites esenciales:

Para la obtención de los aceites esenciales, se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

 Recolección del material: Se hicieron desplazamientos a los lugares en los que se encontraban las especies y se recolectaron muestras representativas (calculadas en mínimos a partir de la capacidad del tanque extractor, así: hojas = 500 g, frutos = 1000 g y corteza = 500 g) de cada una, y se sometieron a los tratamientos previos a la extracción.

### 2. Pretratamiento de la materia prima:

- ✓ Limpieza: se separó el material inorgánico y orgánico que no pertenecía a la especie a trabajar como: polvo, raíces, hojas..., requiriéndose en algunos casos, como en las frutas, de un lavado.
- ✓ Separado: se hizo una separación manual en las partes principales de cada especie: corteza, hojas, frutos; según el caso específico.

- Reducción de tamaño: se cortó el material en partes pequeñas (1x1 cm hojas y corteza y de 1x1x1 frutos) para aumentar el área de contacto material - vapor.
- 4. Determinación de la densidad real: se tomó una muestra de la especie, se pesó en una balanza de precisión de 3 cifras y se calculó el volumen por desplazamiento, sumergiendo la muestra en un volumen conocido de agua y determinándolo por diferencia. El procedimiento se realizó por duplicado y se reportó el promedio como la densidad real del material.
- 5. Carga e inicio de la extracción: se pesó el material, se tapó el tanque de extracción y se selló de forma hermética. Paralelamente se llenó el recipiente generador de vapor con agua suficiente para el transcurso de la operación (máxima permitida por la olla) y se sometió a calentamiento con ayuda de una estufa eléctrica.
- 6. Toma de datos: se inició una vez comenzó la generación de vapor (tiempo cero). Los datos recopilados fueron: temperaturas a la entrada y salida del agua de enfriamiento, en la cámara de extracción y al condensado producido; caudal de agua de enfriamiento y de condensado. Tomados cada 10 minutos hasta terminada la operación, tiempo extracción = 90 min. Este tiempo se fijó basado inicialmente en una revisión bibliográfica [8,13,14], y en el hecho que a tiempos mayores el volumen de aceite producido no presentaba variaciones significativas (observado durante los ensayos con la Manzanilla), de allí que se incurrían en costos de operación innecesarios.

Las temperaturas fueron medidas con un termómetro de mercurio de 110°C y los flujos con la técnica del cronómetro – balde, que para este caso fue una probeta plástica de 250 mL, debido al caudal de flujos trabajados.

7. Separado y envasado del producto: transcurrido el tiempo de destilación, se suspendió el calentamiento, se recogió el producto con una jeringa de 3 mL y la mezcla agua – aceite, sobrante en el condensador se envasó y se dejó reposar por un período de 24 horas para luego retirar el aceite allí contenido.

El producto fue envasado en recipientes de vidrio pequeños y refrigerado para su conservación.

#### 8. Control de calidad:

Practicado solo a las especies seleccionadas.

- ✓ Densidad: calculada como la relación entre el peso del aceite y el volumen del mismo.
- ✓ Pruebas de cromatografía de gases y en capa delgada, y otras pruebas de coloración, con el fin de obtener una caracterización preliminar (Resultados).

#### 3.5 Obtención de extractos etanólicos.

Con el fin de establecer la aplicabilidad (proyección industrial) de la obtención de extractos etanólicos, se seleccionaron 2 especies para desarrollar los procedimientos detallados a continuación: la de mayor rendimiento volumétrico en aceite esencial y otra con reconocida trayectoria medicinal.

#### 3.5.1 Maceración:

Para la obtención de los extractos etanólicos por éste método se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

- 1. Recolección de la muestra.
- 2. Pretratamiento: Limpieza y secado de la muestra
- 3. Reducción de tamaño: se tomó la muestra seca y se molió.
- 4. Extracción: se pesó en gramos una cantidad de material y se depositó en los recipientes dispuestos para tal fin (Fig. 6), se adicionó el solvente etanol hasta cubrir completamente el material vegetal, se agitó y tapó.
- 5. Reposo: se dejó reposar por un período de 10 días, agitando esporádicamente el contenido.
- 6. Obtención del extracto: se filtró el producto, se recuperó el solvente con ayuda de un rotavapor (Fig. 7), se envasó, pesó y almacenó el producto.
- Control de calidad preliminar por cromatografía de capa delgada y otras pruebas de coloración (Resultados).



Fig. 6

Recipiente utilizado para la obtención del extracto de Cedro por Maceración

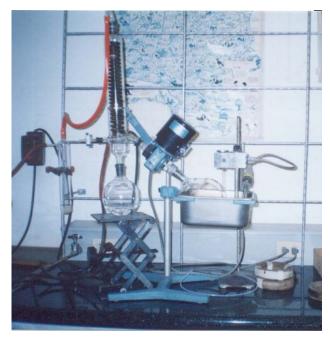


Fig. 7
Rotavapor utilizado para la recuperación del solvente

### 3.5.2 Percolación:

Puesto que los extractos obtenidos por éste método y por Maceración son de composiciones similares, este método solo se desarrolló para la especie con mayor rendimiento volumétrico en aceite esencial, buscando comparar los rendimientos obtenidos por cada uno.

Para la obtención del extracto etanólico por éste método se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

- 1. Recolección de la muestra.
- 2. Pretratamiento: Limpieza y secado de la muestra
- 3. Reducción de tamaño: se tomó la muestra seca y se molió.

- 4. Extracción: se pesó en gramos una cantidad del material y se depositó en el percolador (Fig. 8); se adicionó el solvente etanol hasta cubrir completamente el material vegetal y se tapó.
- 5. Percolación: se dejó reposar (1 día) y luego se recogió una fracción de la mezcla, se recuperó el solvente en el rotavapor (Fig. 7) y se retornó puro al percolador, vertiéndolo lentamente por la parte superior; simultáneamente, se recogió una cantidad proporcional de la mezcla extracto-etanol por la parte inferior. Se realizó repetidamente el proceso de percolación, hasta que el peso del extracto obtenido no variaba significativamente.
- Control de calidad: se pesó y envasó el extracto. Se le realizó control de calidad para caracterización preliminar, por cromatografía de capa delgada y otras pruebas de coloración (Resultados).



Fig. 8 Percolador

### 4. RESULTADOS

Los resultados obtenidos en el desarrollo de la metodología antes planteada, se encuentran resumidos a continuación, así:

# 4.1 Puesta en marcha y condiciones de operación del equipo.

Como prueba de funcionamiento operacional del equipo, se llevó a cabo la extracción con una muestra de hojas de Manzanilla, obteniéndose los siguientes resultados:

Tabla #1

Extracción del aceite esencial por arrastre con vapor a una muestra de hojas de Manzanilla

Peso	Densidad	Flujo	Temp.	Temp.	Temp.	Flujo	Vol.	n*
muestra	<b>(</b> ρ <b>)</b>	agua enf	Ent agua	Sal agua	Extracc	cond	Ac.	
(g)	(g/mL)	(mL/min)	(°C)	(°C)	(°C)	(mL/min)	(mL)	(%)
774.07	0.66	5988	26	27	98	1.0	4.1	0.34
564.31	0.67	5879	26	26	98	0.9	2.8	0.33

(\*) Rendimiento volumétrico, calculado en todas las experiencias para aceites esenciales como:

$$n = \frac{V_{aceite} * \rho_{muestra}}{Pesomuestra} * 100$$

Una vez realizado el ensayo con las hojas de Manzanilla se comprobó que el equipo no presentaba fugas, la operación se desarrollaba satisfactoriamente y que en el producto se definieran claramente las dos fases: aceite – agua, fáciles de separar.

Se observó que el volumen de agua cargada en el generador de vapor, requería un tiempo de calentamiento aproximado de 30 minutos para iniciar la generación de vapor. De igual forma, mientras transcurría la operación se notó que pasados los 90 minutos después de generado el vapor, el volumen de aceite esencial obtenido no presentaba variaciones significativas; hecho que ayudó a fijar el tiempo de extracción para las especies a trabajar (Numeral 3.4, item 6, pág. 25).

De la tabla anterior se puede concluir que como es de esperarse el rendimiento es directamente proporcional a la cantidad de muestra que se utilice para la extracción, siendo preferible trabajar con grandes cantidades puesto que el volumen a obtener es mayor y por consiguiente más fácil de separar.

### 4.2 Selección de especies

Debido a que la variedad de especies vegetales en el Amazonas es tan amplia, se realizó una pequeña clasificación de estas con el fin de facilitar el manejo de la información obtenida:

Tabla # 2
Listado inicial de algunas de las especies conocidas en el Amazonas

Tipo	Nombre Vulgar
Frutales	Pomarrosa, aguaje, asaí, camu – camu, humarí, cocona,
	arazá, marañón, uva, copozaú, limón, piña, carambola,
	canyarana, borojó, chontaduro, papaya, castaña, guama,
	tamarindo, badea, mariramba, canangucho, acerola,
	naranja, banano, ahuyama, anón, cacao, guamilla, caimo,
	pan de árbol, milpesos, bacaba, macambo, chicle.
Ornamentales	Bastón del emperador, victoria regia, flor del muerto,
	jazmín, bella a las once, campana de oro, croto,
	guardaparque, yinyer, oreja de elefante, veranera,
	buganvile, camarón, siete cueros, manta guajira, san
	Joaquín, narciso, árbol de la felicidad.
Medicinales	inchi, orégano, lengua de boa, altamiza, chancapiedra,
	mucura, uvo, uña de gato, cortadera, guaco, limoncillo,
	andiroba, copaiba, hojas de santa maría, sauco,
	chuchuwasa, matarratón, malva, paico, yantén, menta,
	ortiga, basuriña, ruda, sábila, escama de pirarucú, lupuna,
	carguero, huacapurana, canyirú, mucura, algodón,
	algingible, alcentilla, piñón, albahaca, capinurí, rabo de
	mico, capeba, palo de arco.
Maderables	Cedro, palo sangre, aguacatillo, ceiba, corazón, palo
	caspio, ramo caspio, castaño, topa, balso, comino, itawa,
	marupa, quinilla, acapú, achapo, bambú, tabique.
Otras	Palo rosa, Barbasco, Yajé, Coca, chicoria, chachajo, huito,
	guaraná, ají, marihuana, cilantro, azafrán, cebolla, ñame

Realizados los descartes (numeral 3.3., pág. 23), se dejaron las especies más promisorias y de más fácil consecución, llegándose a la lista de trabajo que se resume a continuación en la tabla # 3 en donde se presenta el nombre vulgar, nombre científico, familia a la que pertenece y partes de la planta sometidas al proceso de extracción por arrastre con vapor.

Tabla # 3
Especies seleccionadas para la obtención de los aceites esenciales por arrastre con vapor

No	Nombre	Nombre Científico	Familia	Partes		
	Común					
1	Uña de gato	Uncaria tomentosa	Rubiaceae	Hojas	Corteza	
2	Huito	Genipa americana	Rubiaceae	Hojas	Fruto	
3	Marañon	Anacardium occidentale L.	Anacardiaceae	Hojas	Fruto	
4	Copoazú	Theobroma grandiflorum	Sterculiaceae	Hojas	Fruto	
5	Uva	Pourouma cecropiifolia C.	Cecropiaceae	Hojas	Fruto	
6	Araza	Eugenia stipitata	Myrtaceae	Hojas	Fruto	
7	Cedro	Cederla odorata	Meliaceae	Hojas	Corteza	
8	Coca	Erythroxylon coca	Erythroxylaceae	Hojas	-	
9	Chachajo	Aniba perulitis	Lauraceae	Hojas	-	
10	Chicoria	Eryngium foetidum L.	Apiaceae	Hojas	-	
11	Piña	Ananas comosus	Bromeliaceae	Hojas	Fruto	
12	Cocona	Solanum sessiliflorum	Solanaceae	Hojas	Fruto	
13	Limón	Citrus aurantifolia	Rutaceae	Hojas	Fruto	
14	Andiroba	Carapa guianensis	Meliaceae	Hojas	Corteza	

33

# 4.3 Información Etnobotánica de las especies seleccionadas:

El estudio etnobotánico, consiste en hacer una compilación de toda la información que manejan las personas nativas de una región sobre una planta, conocimientos que han pasado de generación en generación sin ser escritos o recopilados; con el fin de proponer o establecerle usos a dicha especie.

La tabla #4 presenta la información etnobotánica correspondiente a las especies seleccionadas en el numeral anterior.

Tabla # 4
Información Etnobotánica de las Especies Seleccionadas

No	Especie	Usos
1	UÑA DE GATO	Dentro de las enfermedades tratadas con uña de gato se tienen las siguientes:
	Uncaria tomentosa	Procesos inflamatorios de diversa índole; ulcera gástrica; diabetes; irregularidades del ciclo
		menstrual; convalecencia y debilidad general; gonorrea.
		Según el caso, son tomadas en infusión y decocción o aplicadas en emplastos.
2	HUITO	Los frutos maduros se usan para jugos, saborizar las bebidas alcohólicas y cocido en poca
	Genipa americana	agua para la tos.
		Además se puede usar como desmanchador de piel -uso externo-, tomado en infusión para el

		estrés, los nervios y el insomnio.
		Se usa para los cólicos menstruales, flujo vaginal, asma, entre otras.
		Los frutos verdes son rallados y aplicados en el cuerpo de los niños indígenas para fortalecer
		los huesos y la piel, y en los adultos como protección al ataque de los mosquitos.
3	MARAÑON	La fruta madura es usada para jugos o como alimento.
	Anacardium	También se usa para la gripa como expectorante y para las cicatrices en cataplasmas.
	occidentale L.	Las almendras tostadas o saladas son usadas para acompañar alimentos.
		En infusión o cocción se usa para la diarrea. Además se cree que mejora la memoria.
4	COPOAZU	La fruta madura se usa para hacer jugos, compotas, postres.
	Theobroma	La nuez, después de un tratamiento de secado y molienda presenta características similares a
	grandiflorum	las del cacao y puede ser usada para tal fin.
5	UVA	La cáscara es usada para ayudar a curar las heridas en forma de cataplasmas.
	Pourouma	La fruta se consume en su estado natural o es usada para la preparación de vinos.
	cecropiifolia C.	Las cenizas de las hojas se mezcla con hojas de coca y las usan para masticar o mambear.
6	ARAZA	El fruto maduro se usa para jugos y las hojas se usan en decocción para combatir la diarrea.
	Eugenia stipitata	
7	CEDRO	Madera de alta calidad, fácil de trabajar. Resistente al ataque del comegen.
	Cedrela odorata	
8	COCA	Se utiliza como anestésico. En preparado tradicional "mambe", lo usan para evitar las
	Erythroxylon coca	sensaciones de hambre, sed y fatiga.

		Además, es usado por sus propiedades estomacales y circulatorias.					
		Se consume en té para tratar la tensión.					
9	CHACHAJO	Se usa para baños, cuando la persona siente malestar general.					
	Aniba perulitis	Las hojas secas son usadas para sahumerios y según algunas creencias para el mal de ojo					
		creencias de estas clases.					
10	CHICORIA	Se usa como condimento en los alimentos.					
	Eryngium foetidum L.	Previene los calambres. Se cocina con las raíces y se toma para los cálculos renales. También					
		es usada para el tratamiento de la anemia.					
		En cocimiento también se usa para apurar los dolores de parto.					
11	PIÑA	La fruta se usa como alimento y para hacer jugos, mermeladas					
	Ananas comosus	Se consume en caso de infecciones en la garganta o en los riñones, cálculos renales. En					
		ayunas para mejorar la memoria.					
		La cáscara hervida se utiliza para eliminar grasa del abdomen.					
		Medio verde, se raspa y se consume para la amibiasis.					
12	COCONA	La fruta es usada para hacer jugos. Se le atribuyen propiedades al jugo como humectante de					
	Solanum sessiliflorum	piel, mejorador del brillo del cabello, para enfermedades de los riñones, además es muy					
		consumido por las personas que sufren de diabetes y presión alta.					
		Las hojas se soasan y se ponen sobre las quemaduras para ayudar en el restablecimiento del					
		tejido.					
13	LIMON	Para hacer bebidas refrescantes.					

	Citrus aurantifolia	Se aplica sobre el cabello para el control de la caspa y para suavizarlo.					
14	ANDIROBA	En caso de mordidas de serpientes. Cura afecciones de los riñones causadas por la fiebre					
	Carapa guianensis	amarilla. Es comprobada su acción en el tratamiento de la ictericia y afecciones del hígado. El					
		aceite extraído de las semillas se utiliza en el tratamiento del raumatismo.					

### 4.4 Aceites Esenciales:

Realizadas las extracciones de los aceites esenciales por arrastre con vapor a las especies seleccionadas en el numeral 4.2, se obtuvieron los siguientes resultados de las operaciones.

Tabla # 5
Resultados del proceso de extracción por arrastre con vapor (\*)

No.	Especie	Parte	Densidad		tiempo	Flujo	Temp.	Temp.	Temp.	•	Presencia	Vol**	n***
		extraída	real	muestra	extrac.	agua ent	Ent agua	Sal agua	Extracc	cond	Aceite		
			(g/mL)	(g)	(min)	(mL/min)	(°C)	(°C)	(°C)	(mL/min)	Esencial	(mL)	(%)
1	Uña de	Hojas	0,66	777,27	90	6065.8	28	29	98	1.32	Si	$\rightarrow$	N.D.
	gato	Corteza	0,99	850,12	90	3570.5	26	27	98	1.86	No	0	0
2	Huito	Hojas	0,61	824,93	90	5513.5	27	28	98	1.44	Si	$\rightarrow$	N.D.
		Fruto	1,05	1292,27	90	5268.3	26	27	98	1.74	Si	0,1	0,0081
3	Marañon	Hojas	0,68	710,48	90	5391.3	27	28	97	1.14	Si	$\rightarrow$	N.D.
		Fruto	0,89	1170,72	90	4784.9	27	28	97	1.74	Si	$\rightarrow$	N.D.
4	Copoazú	Hojas	0,45	486,29	90	4415.1	26	27	96	1.26	Si	$\rightarrow$	N.D.
		Fruto	0,76	1235,11	90	6097.5	27	28	97	1.86	Si	$\rightarrow$	N.D.
5	Uva	Hojas	0,54	750	90	5842.0	26	27	97	1.20	No	0	0
		Fruto	0,92	1080	90	2576.9	26	27	97	1.56	Si	$\rightarrow$	N.D.
6	Araza	Hojas	0,71	800	90	5913.1	28	29	98	1.38	Si	$\rightarrow$	N.D.
		Fruto	0,96	2200	90	5730.6	26	27	97	1.68	Si	0,1	0,0043
7	Cedro <sup>(****)</sup>	Hojas	0,63	615,95	90	6000.0	27	28	97	1.44	Si	$\rightarrow$	N.D.
		Corteza	0,33	530	90	6096.2	26	27	98	1.02	Si	2,4	0,147
8	Coca	Hojas	0,45	518,59	90	5625.0	26	27	98	1.20	No	0	0

9	Chachajo	Hojas	0,59	502	90	5919.3	27	28	97	1.26	Si	<b>\</b>	N.D.
10	Chicoria	Hojas	0,77	750	90	7428.6	27	28	98	1.08	Si	0,1	0,01
11	Piña	Hojas	1,94	1045	90	7200.0	27	28	97	1.26	No	0	0
		Fruto	0,88	1928,16	90	4931.8	27	28	97	1.80	No	0	0
12	Cocona	Hojas	0,55	503,73	90	5969.6	26	27	97	1.38	Si	<b>\</b>	N.D.
		Fruto	0,94	1002,42	90	4875.4	26	27	98	1.74	Si	<b>\</b>	N.D.
13	Limón	Hojas	0,7	563,14	90	6224.1	26	27	97	1.44	Si	<b>\</b>	N.D.
		Fruto	1,1	1002,31	90	6050.4	27	28	97	1.74	Si	1,3	0,141
14	Andiroba	Hojas	0,57	525	90	4994.7	26	27	97	1.50	Si	0,1	0,007
		Corteza	0,5	2505	90	5407.6	26	27	97	1.80	Si	0,2	0,004

- (\*) Debido a la poca fluctuación de las variables, se reportan los promedios obtenidos durante la operación.
- (\*\*) ↓ Volumen escaso difícilmente medible quedando el aceite diluido en el agua condensada.
- (\*\*\*) N.D.: No determinable

(\*\*\*\*) A diferencia de las demás muestras, la corteza de cedro se trabajó en base seca, puesto que por la calidad de maderable, al dársele éste uso queda gran cantidad de material sin utilizar desechándose en forma de aserrín y viruta pudiendo aprovechar mejor su composición.

Las especies resaltadas: Cedro, Limón y Andiroba; son en las que se centrarán los análisis posteriores.

En el caso del Cedro y el Limón, por ser las dos especies con mayor rendimiento volumétrico en aceite esencial, serán las elegidas para determinar la influencia de las variables en la operación. La Andiroba por su parte, debido a que es un ejemplar muy conocido y manejado no sólo regionalmente, se tomará para la obtención de los extractos etanólicos.

# 4.4.1 Análisis de las variables de la operación:

Como ya se mencionó, por presentar los mayores rendimientos volumétricos en aceite esencial (tabla #5), se seleccionaron para el posterior análisis de variables: el cedro y el limón.

Tomando como base el esquema de la operación (Fig.9) para caracterizar las variables más importantes se tiene:

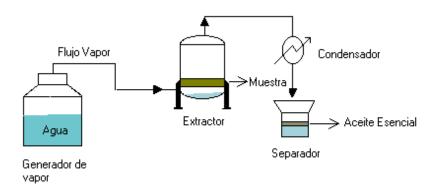


Fig. 9
Esquema de la operación

✓ Variable de respuesta:

Volumen de aceite - Rendimiento volumétrico

√ Variables independientes:

Tipo de operación

Presión de operación

Flujo de vapor

Tiempo de extracción

Volumen inicial del agua para producción de vapor

Especie a trabajar

Masa inicial del material vegetal

### Flujo de agua de enfriamiento

Por el carácter del equipo implementado, el tipo de operación se fija como batch a presión atmosférica (P<sub>atm Leticia</sub> = 1.01 bar), con dos clases de materia prima independiente una de la otra. De igual forma, tanto la cantidad de material vegetal a trabajar como el volumen de agua para la generación de vapor iniciales, quedan determinadas por la capacidad del equipo; trabajando las máximas permitidas para obtener mayores volúmenes de aceite.

De allí, que las variables manipulables del sistema son:

Flujo de vapor.

Tiempo de operación.

Teniendo en cuenta las limitaciones propias del equipo -especialmente de capacidad-, se plantea el siguiente diseño experimental, con dos niveles para cada variable:

Tabla # 6
Diseño experimental planteado

Volumen de aceite (mL)						
Variables Flujo de vapor						
Tiempo (min)	Alto (*)	Medio <sup>(**)</sup>				
90	Ensayo	Ensayo				
60	Ensayo	Ensayo				

- (\*) Q = 13.92 mL/min : Obtenido al graduar la perilla de la estufa en alto durante la práctica.
- (\*\*) Q = 11.27 mL/min : Obtenido al graduar la perilla de la estufa en medio durante la práctica.

En el caso del tiempo, se plantean éstos dos niveles teniendo en cuenta que: primero, como se observó durante las extracciones con Manzanilla el volumen de aceite no variaba significativamente pasados los 90 minutos y segundo que a tiempos mayores la calidad del aceite a obtener podía degradarse por la exposición prolongada del material al vapor.

Desarrollando el modelo por duplicado y reportando el promedio de las experiencias, se tienen los siguientes resultados:

✓ Especie: CEDRO

Peso material = 520 g

Tabla # 7

Volumen y rendimiento volumétrico obtenidos al trabajar con Cedro

variando el flujo de vapor y el tiempo de extracción

Volumen de aceite (mL)						
Variables Flujo de vapor						
Tiempo (min)	Alto	Medio				
90	2.3	0.6				
60	1.6	0.2				

Rendimiento volumétrico (%)							
Variables Flujo de vapor							
Tiempo (min)	Alto	Medio					
90	0.146	0.038					
60	0.101	0.012					

# Apariencia del aceite

De color amarillo claro, viscoso con olor a madera y característico a la muestra trabajada.

 $\rho_{aceite} = 0.646 \text{ g/mL}$ 

# ✓ Especie: LIMON

Peso material = 1321 g

Tabla #8

Volumen y rendimiento volumétrico obtenidos al trabajar con Limón variando el flujo de vapor y el tiempo de extracción

Volumen de aceite (mL)			
	Flujo de vapor		
Tiempo (min)	Alto	Medio	
90	1.7	0.4	
60	1.1	0.1	

Rendimiento volumétrico (%)			
	Flujo de vapor		
Tiempo (min)	Alto	Medio	
90	0.141	0.03	
60	0.09	0.006	

### Apariencia del aceite

De color casi transparente, poco viscoso con olor agradable, característico a los cítricos.

 $\rho_{\text{aceite}} = 0.816 \text{ g/mL}$ 

Graficando los rendimientos para ambas especies en la misma figura (Fig. 10), se puede concluir claramente que la disminución en el flujo de vapor afecta considerablemente el rendimiento de la operación, siendo entonces preferible trabajar a flujos altos.

Por otra parte, se observa que los rendimientos obtenidos por el cedro y el limón a las mismas condiciones de flujo (alto) y tiempo son un poco mayor para el cedro aunque no significativamente.

Pasados los 90 minutos en el caso de flujo alto, los volúmenes aumentan muy poco, incurriéndose en costos de operación innecesarios. Para el flujo medio,

es claro que el volumen debe seguir aumentando pero el proceso es muy lento comparado con el obtenido a flujos altos.

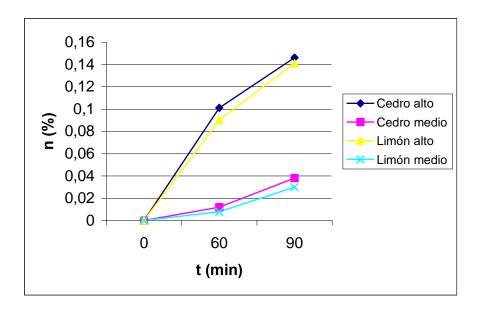


Fig. 10
Influencia del tiempo de extracción y el flujo de vapor sobre el rendimiento volumétrico de aceite esencial al trabajar con cedro y limón

### 4.4.2 Balances de Materia y Energía:

El cálculo de los Balances de Materia y Energía define por medio de sus principios de conservación, los flujos, composiciones y temperaturas de las corrientes presentes en una operación; datos requeridos para el diseño de los equipos necesarios para el desarrollo de la misma.

El Principio de Conservación de la Materia se define como: la cantidad de materia que ingresa en un sistema, más la cantidad de materia que se genera dentro del sistema, menos la cantidad de materia que sale del sistema debe ser igual al incremento en la cantidad de materia almacenada en el sistema.

Análogo al anterior, el Principio de Conservación de Energía se define como: la cantidad de energía que ingresa en un sistema, más la cantidad de energía que se genera dentro del sistema, menos la cantidad de energía que sale del sistema debe ser igual al incremento en la cantidad de energía almacenada en el sistema.

Entendiéndose por sistema a una región de espacio aislada para su estudio por la que puede pasar materia y/o energía.

De esta forma, los Balances de Materia y Energía para la operación estudiada se realizarán con los datos obtenidos para el **cedro** a flujo de vapor alto y tiempo de extracción: 90 minutos, porque presentan rendimientos mayores.

Puesto que los rendimientos reportados para el Cedro en la tabla #5 (pág. 38) y en la tabla # 7 (pág 42) son similares 0.147% y 0.146% respectivamente, se tomaron para los Balances de Materia y Energía los reportados en la tabla # 5; a continuación se resumen y se anexan aquellos que no aparecen reportados en la tabla antes mencionada (volumen de líquido retenido en el extractor y en el condensador) por no afectar directamente el cálculo del rendimiento volumétrico de la operación.

Presión atmosférica = 1.01 bar

Flujo de vapor = 13.92 mL/min

Tiempo de calentamiento = 30 min

Tiempo de evaporación = 90 min

Volumen agua cargado en el generador = 3500 mL

Volumen retenido en el extractor = 173.2 mL

Volumen retenido en el condensador = 332 mL

Masa inicial de muestra = 530 g

Flujo de condensado = 0.017 mL/s = 1.02 mL/min

Flujo de agua enfriamiento = 101.604 mL/s

Volumen de aceite esencial = 2.4 mL

Densidad aceite esencial = 0.646 g/mL

4.4.2.1 Balances de Materia:

Definiendo el sistema como el que se muestra en la fig. 9. (pág. 40) y realizando

balances totales para la operación se obtiene:

Masa entra – Masa sale + Masa generada = Masa acumulada

Considerando la operación como batch se tiene que: no entra masa (se carga

inicialmente), no sale (la corriente de producto queda retenida en el separador)

y no hay generación puesto que lo que se realiza es una separación. Así el

balance queda definido como:

0 = Masa acumulada

Balances por componente:

Agua:

Observando en la fig. 9 la trayectoria del fluido se tiene que: el agua se carga

en el generador y es calentada (30 minutos), iniciada la ebullición sale en forma

de vapor y pasa al tanque extractor en el que a medida que se desarrolla la

extracción, parte de éste condensa debido a la diferencia inicial de

temperaturas entre él y el material vegetal; luego la mezcla vapor – aceite llega

al condensador y pasa al separador agua – aceite en forma líquida.

De ésta forma, el balance se puede definir así:

46

$$0 = V_1 + V_2 + V_3 + V_4$$

De donde:

V<sub>1</sub>: Volumen de agua evaporada en el generador de vapor.

V<sub>2</sub>: Volumen de agua retenido en el fondo del extractor.

V<sub>3</sub>: Volumen de agua retenido por el material.

V<sub>4</sub>: Volumen de agua en la corriente de producto.

Entonces, sí:

$$Q_{vapor} = 13.92 \text{ mL/min}$$
  $t_{extracción} = 90 \text{ min}$ 

$$V_1 = 13.92 \frac{mL}{min} *90min$$
  $V_1 = 1252.8mL$ 

El V<sub>4</sub>, está dado por la suma de el volumen retenido en el condensador y el que va al separador.

Calculando el volumen en el separador:

 $Q_{condensado} = 1.02 \text{ mL/min}$ 

$$VAgua - aceite = 1.02 \frac{mL}{min} * 90min$$
  $VAgua - aceite = 91.8mL$   $VAg - acT = 91.8mL + 332mL$   $VAg - acT = 423.8mL$ 

$$V_4 = V_{ag-ac} - V_{ac}$$

$$V_4 = 423.8mL - 2.3mL$$
  $V_4 = 421.5mL$ 

Reemplanzando:

 $1252.8 \text{ mL} = 173.2 \text{ mL} + V_3 + 332 \text{ mL} + 89.5 \text{ mL}$ 

No se tiene en cuenta las pérdidas puesto que no habían fugas durante la operación.

$$V_3 = 658.1 \text{ mL}$$

#### Muestra:

La muestra se carga al extractor y se retira de ella el aceite, así:

0 = Masa final en el extractor + Masa aceite esencial

Masa aceite esencial = 2.4 mL \* 0.646 g/mL

Masa aceite esencial = 1.55 g

Masa muestra final = masa inicial – masa aceite esencial

Masa muestra final = 530 g - 1.55 g

Masa muestra final = 528.45 g

### 4.4.2.2 Balances de Energía:

Con Balances de Energía Totales por unidad, se tiene:

### ✓ En el generador de vapor

Cargada el agua, se requiere una cantidad de calor para el calentamiento de la misma y otra cantidad de calor adicional para evaporar la fracción que realiza la extracción.

Operaciones:

Calentamiento

Evaporación

### Calentamiento:

No hay cambio de fase, el calor es sensible:

$$Q_c = m * Cp * \Delta T$$

De donde:

m: masa de agua calentada

Cp: capacidad calorífica del agua

ΔT : diferencia de temperatura entre la de ebullición y la inicial.

$$Q_c = 3500mL * 4.18 \frac{J}{g^{\circ}C} * (99 - 26)^{\circ}C * 1 \frac{g}{ml}$$
  $Q_c = 1067990J$ 

### Evaporación:

Cambio de fase, calor latente:

Solamente evapora V<sub>1</sub> (Del Balance de Materia)

$$Q_{e} = m * \lambda$$

De donde:

m : masa de agua evaporada

 $\boldsymbol{\lambda}$  : calor latente de vaporización a temperatura de ebullición

$$Q_e = 1252.8g * 2256.22 \frac{J}{g}$$
  $Q_e = 2826592.42J$ 

49

Así, el calor total consumido en el generador de vapor es:

$$Q_T = Q_c + Q_e$$

$$Q_T = 1067990 J + 2826592.42 J$$

$$Q_T = 3894582.42 J$$

#### ✓ Condensador



Fig.11
Representación gráfica del condensador

De la ecuación de conservación de la energía:

$$Q_{ced} = Q_{gan}$$

$$m_1 * \lambda + (m_1 * Cp * \Delta T_1) = m_2 * Cp * \Delta T_2$$

De donde:

Q<sub>ced</sub>: calor cedido por la corriente vapor – aceite (latente y sensible)

Q<sub>gan</sub>: calor ganado por la corriente de enfriamiento (latente)

m₁: masa condensada

m<sub>2</sub>: masa de agua de enfriamiento

 $\Delta T_1$ : diferencia de temperatura en la corriente de condensado

 $\Delta T_2$ : diferencia de temperatura en la corriente de enfriamiento

 $\lambda$  : calor latente de vaporización a la Temperatura entrada de la corriente agua -aceite

#### Q cedido

Debido a que no se cuenta con las propiedades para el aceite esencial, y a su bajo contenido en comparación al del agua, se asumirá que la corriente a condensar y subenfriar es solo agua, así:

$$Qcond = 423.8mL*1\frac{g}{mL}*2256.22\frac{J}{g}$$
  $Qcond = 956186.036J$ 

$$Qsuben = 423.8mL*1 \frac{g}{mL}*4.18 \frac{J}{g°C}*(98-27)°C \qquad Qsuben = 125775.364J$$

$$Q_{Total} = Q_{cond} + Q_{suben}$$

$$Q_T = 1081961.4 J$$

Que es el calor total retirado en el condensador por la corriente de enfriamiento a la corriente de proceso.

## Agua requerida:

De la ecuación calor ganado despejando m<sub>2</sub>:

$$m_{agua} = \frac{Q_T}{Cp * \Delta T}$$

$$m_{agua} = \frac{1081961.4J}{4.18J/g^{\circ}C * (27-26)^{\circ}C} \qquad m_{agua} = 258842.44g$$

Que es el mínimo de agua para obtener la transferencia de calor deseada.

### 4.4.3 Diseño del Destilador por Arrastre con Vapor a nivel de Planta Piloto

Al igual que los Balances de Materia y Energía, el diseño del destilador a nivel de planta piloto, se hará con base al **CEDRO**, con los mismos datos resumidos en la página 45.

Las unidades a especificar son:

Extractor

Condensador

### **EXTRACTOR:**

Entendido como el tanque o recipiente en el que se deposita el material al cual se le realizará la extracción (fig. 12). Generalmente son de forma cilíndrica y

dentro de él se disponen unos lechos que pueden ser en forma de cestones o discos perforados, con el fin de distribuir mejor la muestra. La tapa debe ser fácil de retirar y ajustar de forma hermética para evitar las pérdidas.

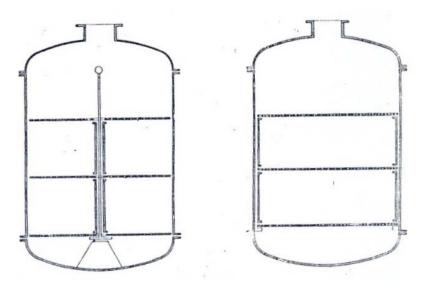


Fig. 12
Esquema general del Extractor

Para destilaciones por arrastre con vapor conocida como con Vapor Saturado (pág. 13), las dimensiones de altura y diámetro aconsejadas suelen ser iguales y no mayores a 2.50 m <sup>[15]</sup>. Que puede tomarse como una relación de diseño (R1).

R1: altura = diámetro

Si se diseña la planta piloto para una capacidad de 40 Kg. de material vegetal a trabajar.

M = 40 kg

Calculando el volumen que ocuparía los 40 kg de Cedro, se tiene:

$$V_{M.P.} = \frac{P_{M.P.}}{\rho_{\textit{aparente}}}$$

$$V_{M.P.} = \frac{40000g}{0.082g/mL}$$

$$V_{M.P.} = 487804.9 mL$$

Si el espacio vacío en el fondo del extractor, dispuesto para la distribución a la entrada del vapor, es del 15% y se utiliza un factor de seguridad del 20% previendo el hinchamiento del material durante la operación.

$$Vreal = (0.488m^3 + 0.488m^3 * 0.15)*1.2$$

$$Vreal = 0.673m^3$$

De R1:

$$h = 2*r$$

Donde:

h : altura

r = radio

Y para un cilindro:

$$V = \pi^* r^{2*} h$$

Reemplazando:

$$0.673m^3 = \pi * r^2 * 2 * r$$

r = 0.48 m

Así, las especificaciones, dimensiones finales del extractor y accesorios son:

Volumen: 673 L

Altura: 1 m

Diámetro: 1 m

Material de construcción: acero inoxidable

Medidor de temperatura

Medidor de presión

Válvula de desagüe en la parte inferior

Número de lechos = 3

Los lechos, se utilizan buscando que el material quede bien distribuido en el interior del extractor y se eviten las aglomeraciones.

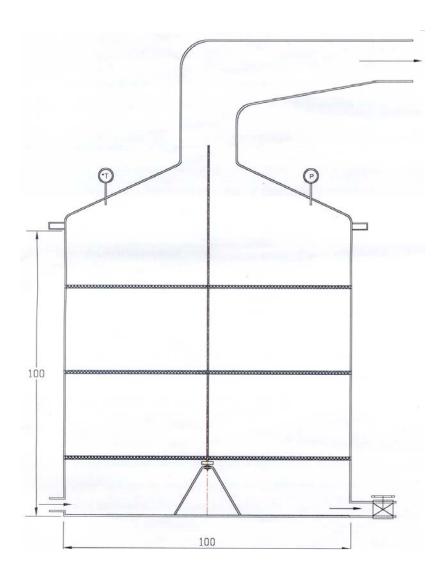


Fig. 13
Plano del Extractor para arrastre con vapor a nivel planta piloto

CONDENSADOR[16]

Equipo en el que se enfría y condensan los vapores provenientes del extractor

por contacto indirecto con una corriente de servicio, que se encarga de

mantener las paredes que los separa a baja temperatura para que se de el

fenómeno de la condensación.

Tipo de condensador a diseñar:

Se seleccionó el intercambiador de calor del tipo coraza y tubos, que es muy

utilizado a nivel industrial para este servicio, debido a la versatilidad en la

operación, fácil construcción y desmonte para limpieza.

Inicialmente se definen los fluidos presentes en la operación, se les da la

ubicación respectiva en el condensador y se listan las variables conocidas. Así:

Fluido de proceso: vapor – aceite

por – aceite Fluido de servicio: aqua

Por coraza

Por tubos

M = 141.1 lb/h

Temp. entrada  $(T_1) = 208.4 \, ^{\circ}F$ 

Temp. entrada  $(t_1) = 78.8$  °F

Temp. salida  $(T_2) = 80.6 \,^{\circ}F$ 

Temp. salida  $(t_2) = 104 \, ^{\circ}F$ 

Temp. Promedio = 144.5 °F

Temp. Promedio = 91.4 °F

Generalmente se trabaja el agua por tubos para disminuir los daños en el

condensador causados por la corrosión e incrustaciones.

**Especificaciones** 

Puesto que es un diseño, requiere que se fijen otra serie de variables

relacionadas al equipo como tal.

55

Tubos Coraza

Tamaño nominal = 3/8 pulg D.I = 3.94 pulg

Nro. de tubos = 14

Arreglo triangular de 20 mm

Número de pasos del fluido por tubos =1

Con ayuda de diseños ya existentes se eligieron las especificaciones anteriores.

Balance de Energía

Definidas las variables y especificaciones de la operación, se realiza el Balance de Energía análogo al Balance de Energía presentado en el numeral 4.3.2.2., página 48.

Suponiendo que los vapores una vez llegan al condensador, primero condensan y luego subenfrían, se tiene:

Condensación:

 $Qc = m * \lambda$ 

Qc = 141.1 lb/h \* 970 BTU/lb Qc = 136867 BTU/h

Subenfriamiento:

Qs = m \* Cp \* (T1 - T2)

 $Qs = 141.1 \text{ lb/h} * 1 \text{ BTU/lb*}^{\circ}F * (208.4 - 80.6)^{\circ}F$  Qs = 18032.58 BTU/h

Total:

 $Q_T = Qc + Qs$   $Q_T = 154899.58 BTU/h$ 

Masa de agua necesaria:

Es la cantidad de agua requerida para retirar el calor total de la corriente de servicio y se cumplan las condiciones de la operación.

$$m = \frac{Q_T}{Cp * (T_2 - T_1)}$$

$$m = \frac{154899.58BTU/h}{1BTU/lb^o F * (104 - 78.8)^o F}$$

$$m = 6146.81lb/h$$

## Temperatura media logarítmica:

Condensación:

Calculo del t'

$$qs = m * Cp * (t'-t1)$$

$$18032.58 \text{ BTU/h} = 6146.81 \text{lb/h} * (t' - 78.8^{\circ}\text{F})$$
  $t' = 81.73 ^{\circ}\text{F}$ 

Subenfriamiento:

#### Fluido caliente Fluido caliente Fluido frío Fluido frío 208.4 81.73 208.4 104 208.4 78.80 80.6 81.73

Entonces:

MLDTc = 128.13 °F

 $MLDTs = 22.82^{\circ}F$ 

$$\Delta Tbalanceada = \frac{Q_{T}}{\sum \frac{q}{MLDT}}$$
 
$$\Delta Tbalanceada = \frac{154899.58BTU/h}{\left(\frac{136867}{128.13} + \frac{18032.58}{22.82}\right)BTU/h^{\circ}F}$$
 
$$\Delta Tbalanceada = 83.35^{a}F$$

## Tubos:

A partir de las especificaciones y de la tabla 11 del Kern<sup>[16]</sup> se obtiene para tubos con tamaño nominal de 3/8 in

Calibre = 40

D. 
$$ext = 0.675$$
 in

D. int = 
$$0.493$$
 in

$$a't = 0.192 in^2$$

Area de flujo por tubo

$$a_t = \frac{N_t * a'_t}{n} = \frac{14 * 0.192 i n^2}{1} * \frac{1 f t^2}{144 i n^2} = 0.0187 f t^2$$

Area total

$$G_t = \frac{m}{a_t} = \frac{6146.81lb/h}{0.0187ft^2} = 328706.42\frac{lb}{hft^2}$$

Vel. Masa por tubos

$$V = \frac{G_t}{\rho} = \frac{328706.42lb/hft^2}{62.5lb/ft^3} * \frac{1h}{3600s} = 1.46\frac{ft}{s}$$

Vel. Agua dentro de tubos

De la figura 25 del Kern<sup>[29]</sup>

 $h_{fig} = 430 BTU/hft^{20}F$ 

Con factor de corrección:

$$hi = 447.2 \frac{BTU}{hft^{2} {}^{\circ} F}$$

Finalmente, corregido al diámetro exterior el Coeficiente de transferencia de calor dentro de tubos es:

$$hio = hi * \frac{di}{de}$$

$$hio = 447.2 \frac{BTU}{hft^{2} {}^{\circ}F} * \frac{0.493in}{1.675in} = 326.62 \frac{BTU}{hft^{2} {}^{\circ}F}$$

### Coraza:

### Condensación:

E cálculo se realizará por tanteo y error, así:

Suponiendo  $h_o = 1200 BTU/hft$ 

$$tw = ta + \frac{ho}{hio + ho}(Tv - ta)$$
 Temperatura de la pared del tubo

De donde:

$$ta = \frac{t1+t'}{2} = 80.27^{\circ}F$$

$$Tv = 208.4 \,^{\circ}F$$

$$tw = 80.27 + \frac{1300}{1300 + 378.27} (208.4 - 80.27) = 179.52^{\circ} F$$

$$tf = \frac{tv + tw}{2} = 193.96^{\circ} F$$
 Temperatura de película

Propiedades a tf

$$K = 0.398 \; BTU \; / \; h \; ft \; °F$$
 
$$\mu = 0.726 \; lb \; / \; h \; ft$$
 
$$\rho = 62.5 \; lb/ft^3$$

Para condensadores verticales se tiene la ec. 12.39 del Kern<sup>[16]</sup>

$$\overline{h} \left( \frac{\mu_f^2}{k_f^3 \rho_f^2 g} \right)^{1/3} = 1.47 \left( \frac{4G''}{\mu_f} \right)^{-1/3}$$

De donde:

$$g = 4.18X10^8 ft/h^2$$

$$G'' = \frac{w}{\pi * Nt * Do} = 66.5 lb / hft$$
 Carga de condensado para tubo vertical

Reemplazando:

$$\overline{h} = 1191.9 \frac{BTU}{hft^{20}F}$$

Coeficiente de transferencia de calor coraza

aproximado al supuesto (h = 1200 BTU/hft)

$$Uc = \frac{hio * ho}{hio + ho} = 287.14 \frac{BTU}{hft^2 \circ F}$$
 Coef. total limpio de trans. para condensación

$$Ac = \frac{Qc}{Uc*MLDTc} = 3.72 ft^2$$
 Superficie limpia para condensación

Subenfriamiento

$$De = \frac{4*\left(\frac{P_T}{2}*0.86P_T - \frac{\pi*de^2}{8}\right)}{\pi\frac{de}{2}}$$
 Ecuación 7.5 del Kern<sup>[16]</sup>

$$De = 0.329in$$

Diámetro equivalente

$$Gs = \frac{w}{a_s}$$

Flujo másico por unidad de área lado coraza

$$a_s = DI * \frac{C'B}{144P_T} = 0.0383 ft^2$$

Claro

$$B = 9.843 \text{ in}$$

Espacio entre deflectores

$$P_T = 0.787 \text{ in}$$

Espaciado

D.I. = 
$$3.94$$
 in

Diámetro interno coraza

$$Gs = 3684.073 \frac{lb}{ft^2h}$$

Re = 
$$\frac{Gs * De}{\mu}$$
 = 91.189

Para el lado de coraza se tiene:

$$\frac{hoDe}{k} = 0.36 \left(\frac{DeG}{\mu}\right)^{0.55} \left(\frac{C\mu}{k}\right)^{1/3} \left(\frac{\mu}{\mu_w}\right)^{0.14}$$

Ahora, propiedades a Ta = 144.5 °F

$$K = 0.383 BTU / h ft °F$$

$$\mu = 1.1 lb / h ft$$

$$\rho = 62.5 \text{ lb/ft}^3$$

# Reemplazando:

$$ho = 85.62BTU/h^{\circ}F$$

$$Us = \frac{hio * hos}{hio + hos} = 79.88BTU / hft^{2} \circ F$$

$$As = \frac{Qs}{Us * MLDTs} = 9.89 ft^2$$

Coef. transf. calor para subenfriamiento

Coef. Total limpio para subenfriamiento

Superficie limpio para subenfriamiento

El área total:

$$A = Ac + As$$

$$A = Ac + As$$
  $A = 13.61 \text{ ft}^2$ 

$$Ubal = \frac{\sum UiAi}{\sum Ai} = 136.53BTU/hft^{2\circ}F$$
 Coeficiente limpio balanceado

Area del equipo

$$A = a''*Nt * L$$

Suponiendo L = 4.92ft

$$a'' = 0.2618 ft^2$$

Area superficie exterior tubos,

tomada de la tabla 10 del Kern<sup>[16]</sup>

 $A=18.032ft^2$ 

$$U_D = \frac{Q_T}{A * \Delta T_{bal}} = 103.06BTU / hft^{20} F$$

Coef. Total de diseño

$$Rd = \frac{U_{cb} - U_D}{U_{cb} * U_D} = 0.0023$$

Coef. De obstrucción

 $Rd_{sugerido} = 0.0005$ 

Rd<sub>sug</sub> < Rd<sub>calc</sub> : El área es suficiente para la operación.

Las características finales del condensador son:

Material de construcción: acero inoxidable

Disposición: vertical

Nro. Tubos = 14

Longitud de tubos = 4.92 ft = 1.5 m

D.I. coraza = 3.94 in = 10 cm

Pasos por tubo = 1

Pasos por coraza = 1

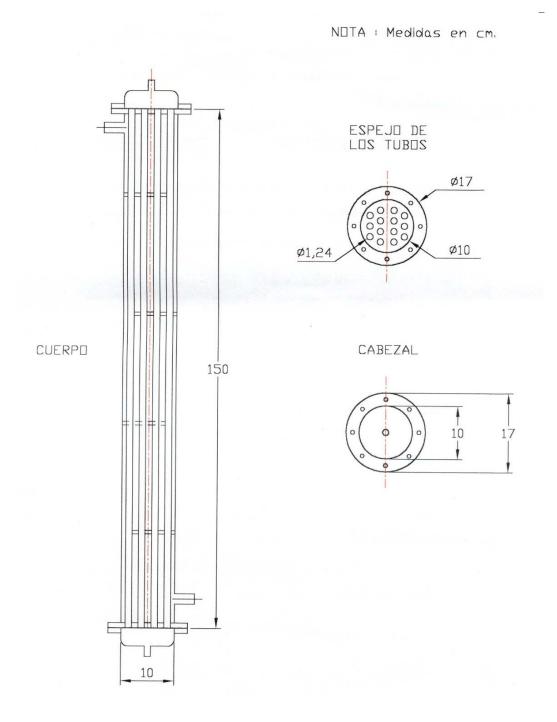


Fig. 14
Plano Condensador de la Planta Piloto para destilación por arrastre con vapor

## 4.4.4 Diagrama de Bloques - Aceites Esenciales

A continuación se presenta resumido el proceso para la extracción de aceites esenciales por arrastre con vapor en un diagrama de bloques para una mejor comprensión del mismo.

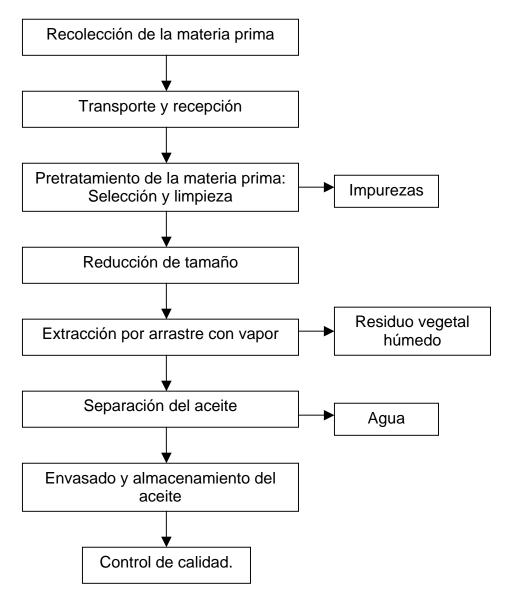


Fig. 15
Diagrama de Bloques para la obtención de Aceites Esenciales

### 4.5 Extractos Etanólicos:

### 4.5.1 Resultados en la obtención de los Extractos Etanólicos.

Como se mencionó en la metodología, para la obtención de los extractos etanólicos se seleccionaron: el **Cedro** por haber sido la de mayor rendimiento en aceite y la de **Andiroba** por contar con un uso medicinal amplio.

Para el caso de los extractos, el rendimiento (n) calculado, es un rendimiento másico determinado así:

$$n = \frac{Pext}{Po} * 100$$

Donde:

P<sub>ext</sub>: peso del extracto

Po: peso de material inicial

### Cedro

Solo para este caso, se desarrollaron los 2 métodos: maceración y percolación, con el fin de establecer diferencias en los rendimientos obtenidos por cada uno.

Tabla # 9

Resultados obtenidos para los extractos etanólicos del cedro

	Maceración	Percolación
Po (g)	677	540
Pextracto (g)	137 g	141
Rendimiento (%)	20.24	26.11

✓ Andiroba: por Maceración

Po = 1000 g

Pext = 61 g

n = 6.1%

## 4.5.2 Diagrama de Bloques - Extractos Etanólicos

Resumiendo el proceso para la obtención de Extractos Etanólicos en un diagrama de bloques.

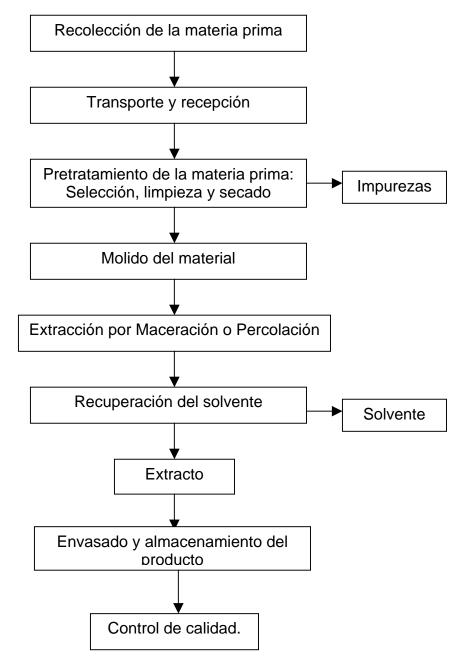


Fig. 16

Diagrama de Bloques para la obtención de Extractos Etanólicos

### 5. ANALISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Sin lugar a dudas, el Amazonas presenta un amplio panorama en la búsqueda de nuevos productos, sin embargo, debe tenerse en cuenta el costo que representa la investigación en el Departamento, sobretodo en procesos como el estudiado en el presente informe, que requiere de equipos y algunos implementos de carácter técnico.

Operaciones tan sencillas como la destilación por arrastre con vapor de agua para la obtención de aceites esenciales, se convierten en dispendiosas cuando se llevan a cabo en lugares como Leticia, que presentan una comunicación limitada con el resto del país y en especial con aquellos lugares proveedores de implementos mínimos para la adecuación de los equipos de trabajo. Es allí, donde se presenta, tal vez uno de los mayores retos y dificultades en el desarrollo de esta clase de trabajos experimentales. Otro sin lugar a dudas es el factor económico, que a causa de un sin número de imprevistos, aumentan los gastos en ocasiones significativamente.

Ya en el caso particular, la adecuación del montaje tomó un poco tiempo buscando obtener mejores resultados; al igual que el muestreo de algunas especies, especialmente porque no se contaba con plantaciones o lugares de cultivo específicos.

Se tuvo el caso, de especies que se encontraban en lugares muy dispersos o alejados; entonces para cuando se lograba juntar la cantidad de muestra requerida, parte de la antes recogida ya presentaba deterioro; de esta forma la recolección tomaba mucho tiempo.

Durante el muestreo se presentó otro factor de importancia que marcó otra limitante especialmente para los frutales, que fue la "Cosecha", factor de tiempo

propio de cada especie, que debía tenerse en cuenta. No se realizaron extracciones a las flores, de ninguna de las especies, debido a que como no se contaba con una plantación fija, recolectar la muestra presentaba un alto grado de complejidad.

Debido a que las especies preseleccionadas, eran especies ya conocidas y manejadas, no fue necesario realizar el asentamiento en el Herbario Nacional Colombiano del Instituto de Ciencias Naturales de la Universidad Nacional Sede Bogotá. Así, se recurrió a la base de datos SIAMAC (Sistema de información para la amazonía colombiana), con que cuenta la Sede Leticia, y de allí se obtuvo el nombre científico y la familia correspondiente para todas las especies (tabla #2, pág. 32).

Las 14 especies preseleccionadas se sometieron bajo las mismas condiciones al proceso de extracción, tratando de fijar un punto de referencia para poder hacer una comparación entre ellas.

Graficando de forma cualitativa (Fig. 17) los resultados obtenidos por cada extracción y el rendimiento; tomado como: *determinado*, para aquellas muestras a las que se les pudo medir la cantidad de aceite producido; *indeterminado*, a aquellas que aunque presentaron aceite su rendimiento fue tal que al intentar separarlo no se pudo y *sin aceite*, a aquellas que después del proceso de extracción no reportaron rendimiento. Se puede notar que después de realizar las 25 extracciones en 20 de ellas, hay presencia de aceite, claro está que de las 20 solamente 7 pudieron ser medidos; mostrando como era de esperarse que hay especies que pueden servir para tal fin, más teniendo en cuenta que la lista fue pequeña (14 especies), comparado con la gran cantidad de especies vegetales que se encuentran en el Amazonas.

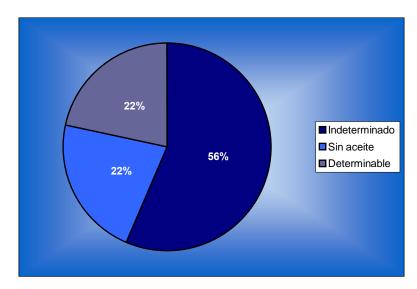


Fig. 17
Representación cualitativa de los resultados

De allí se seleccionaron las 2 especies que mayor **rendimiento volumétrico** de aceite presentaron: cedro (Cedrela Odorata) y el limón (Citrus Aurantifolia), para posteriores pruebas, con el fin de establecer influencias de algunas de las variables del proceso, fijando un pequeño diseño de experimentos que permitiera notar estas influencias y que pudiera ser desarrollado con los elementos con que se contaba (pág. 41).

Al observar y analizar los resultados obtenidos durante este trabajo, debe tenerse en cuenta que, si bien el desarrollo de la metodología se hizo lo más preciso y correcto posible, se presentaron una serie de factores que no se podían evitar como: que aunque se trató de recoger las especies más sanas, homogéneas, de lugares similares o de un solo lugar, tratando de buscar uniformidad, el contenido de aceite se ve muy influenciado por la forma de cultivo de la planta, el cuidado que se le de, abono, poda ...

Que el equipo con que se contaba tenía sus limitaciones especialmente de capacidad.

5.1 Interpretación de los resultados cromatográficos en capa delgada<sup>(\*)</sup> realizados a los extractos etanólicos de cedro y andiroba y a los aceites esenciales de limón, cedro y andiroba, como control de calidad.

El estudio cromatográfico en capa delgada se hizo en placas preparadas utilizando como medio: silica gel para placa con indicador ultravioleta (254 y 360 nm) de la casa MERCK, y con espesor de 3 mm.

Las placas se prepararon ubicando las láminas de vidrio de 20x5 cm en un carro manual de laboratorio elaborado en la Sede Bogotá, y en forma de barrido, se extendió la sílica previamente diluida en agua (32 g de sílica con 64 ml de agua), luego se activaron llevándolas a la estufa por un período de 2 horas a 100 °C.

Los aceites esenciales fueron sembrados directamente en la placa; para el caso de los extractos, se tomaron pequeñas cantidades y se diluyeron con cloroformo. Las siembras sobre las placas se hicieron con capilares, aplicando pequeñas cantidades de la muestra repetidamente y dejando secar entre cada aplicación.

### Las muestras se enumeraron así:

- 1 Extracto de cedro obtenido por maceración
- 2 Extracto de cedro obtenido por precolación
- 3 Extracto de andiroba
- 4 Aceite esencial de cedro
- 5 Aceite esencial de limón
- 6 Aceite esencial de hojas de andiroba
- 7 Aceite esencial de corteza de andiroba
- (\*) Mayor información sobre la técnica en el Anexo A

Puesto que se trataba de separar los metabolitos (ampliación del concepto en el Anexo B) para poderlos cuantificar, se probaron varios solventes de diferente polaridad como lo son: Tolueno, acetato de etilo, eter de petróleo y cloroformo. Se prepararon varias soluciones (tabla # 10) y en cada una de ellas se corrió la placa que luego fue revelada con Yodo para notar el grado de separación.

Realizadas las pruebas, se concluyó que en el caso de los extractos etanólicos, la mejor mezcla es la de Tolueno : acetato de etilo, en relación 8:2 (Placa L, fig. 18); y para los aceites esenciales la mezcla Eter de petróleo : acetato de etilo, en relación 9:1 (Placa P, fig. 19).

Tabla # 10
Soluciones eluyentes para el estudio cromatográfico en capa delgada

Numeración	Mezcla	Relación
С	Tolueno: acetato de etilo	7:3
D	Tolueno: acetato de etilo	6:4
Е	Tolueno: acetato de etilo	5:5
F	Tolueno: acetato de etilo	9:1
G	Eter de Petróleo: Tolueno	8:2
Н	Tolueno	10
I	Eter de petróleo	10
J	Tolueno	10
K	Tolueno: acetato de etilo	9:1
L	Tolueno: acetato de etilo	8:2
M	Tolueno: acetato de etilo	7:3
N	Cloroformo	10
0	Eter de petróleo	10
P,T	Eter de petróleo : acetato de etilo	9:1
Q,R,S	Tolueno: acetato de etilo	8:2

71

Establecidas las mezclas que favorecían la separación, se hicieron otras pruebas de coloración. Así:

#### ✓ Revelado con Yodo.

El revelado consistió en introducir la placa en una cámara previamente saturada con Yodo, se dejó por un periodo aproximado de 1 a 2 horas; pasado este tiempo se observó la cantidad de manchas presentes, coloración y separación entre ellas.

Teniendo en cuenta que el revelado con yodo permite notar la presencia de metabolitos fijos en la muestra analizada, se puede afirmar que los extractos de cedro obtenidos por los métodos de maceración (1) y percolación (2), presentan un alto contenido de metabolitos debido a la intensidad que tienen las manchas al revelar con Yodo; aunque son mayores en el extracto por percolación, lo cual hace pensar que éste extracto puede contener mayor proporción de metabolitos.

El extracto de andiroba obtenido por maceración presenta una cromatografía deficiente en abundancia de manchas, lo que indica que posiblemente la mezcla de eluyentes utilizada o el medio en el que se sembró, no eran las mejores para éste tipo de revelado.

### ✓ Revelado con Vainillina.

El revelado con vainillina es apropiado para la caracterización de compuestos fenólicos, terpenos y terpenoides.

Consiste en asperjar sobre la placa sembrada y seca, la solución de Vainillina dejando secar por unos minutos y sometiéndola a calentamiento suave sobre una estufa.

Observarda la placa revelada con vainillina y comparando los resultados del aceite esencial y los extractos para el cedro, se nota que los compuestos analizados están presentes tanto en el aceite esencial como en los extractos, siendo mayor la proporción en los aceites esenciales por la coloración que presentan.

Por la naturaleza de la coloración (azul, amarillo) se puede suponer que los aceites esenciales de andiroba y limón contienen metabolitos de tipo fenólico.

Este revelado permite determinar muy preliminarmente la riqueza terpénica de los aceites esenciales extraídos, puesto que todos presentan coloraciones de diversas intensidades.

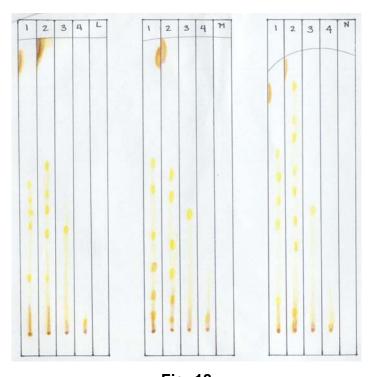


Fig. 18
Revelado de los extractos con Yodo

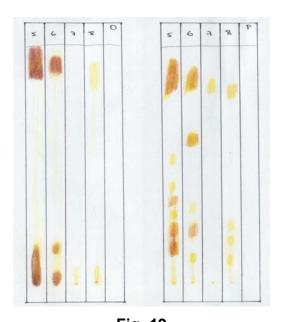


Fig. 19
Revelado con yodo de los aceites esenciales

# ✓ Revelado con Dragendorf.

Utilizada para alcaloides.

Consiste en asperjar sobre la placa sembrada y seca, la solución dejando secar por unos minutos.

La placa revelada con Dragendorf, no dio ninguna mancha relevante, lo que hace suponer que los extractos y aceites esenciales analizados probablemente no tienen presencia de alcaloides.

### ✓ Revelado con Lieberman – Buchard

Util para la caracterización de esteroides y/o triterpenoides.

Consiste en asperjar sobre la placa sembrada y seca, la solución dejando secar por unos minutos y sometiéndola a calentamiento suave sobre una estufa.

La placa revelada con Lieberman – Buchard, indica ampliamente que las muestras (aceites esenciales y extractos) tienen terpenos y núcleos esteroidales. Es muy abundante la presencia de estos metabolitos especialmente en los extractos fijos de cedro, en cuanto al extracto de andiroba presenta solo una mancha azul bien definida.

El aceite esencial de cedro presenta diferentes manchas, estando mejor definida en el de andiroba donde se pueden determinar claramente 5 manchas.

## 5.2 Pruebas de coloración para los Extractos Etanólicos

Además de los estudios cromatográficos en capa delgada, también se le realizaron a los extractos crudos pruebas de coloración en tubo que indican la posible presencia de algunos metabolitos y fueron:

### ✓ Cloruro férrico:

Solución de FeCl<sub>3</sub>/Piridina/CHCl<sub>3</sub> al 70%

Prueba de caracterización para compuestos de tipo fenólico (taninos).

Se adicionó a un tubo de ensayo una pequeña cantidad de muestra diluida y se le adicionaron 2 gotas de la solución de FeCl<sub>3</sub>. Las muestras 1 y 2 (extractos de cedro) tomaron una coloración oscuro, dando resultado positivo a la prueba.

### ✓ Acido sulfúrico:

Se utiliza ácido sulfúrico concentrado.

Prueba de caracterización para compuestos aromáticos con doble y triple enlace y compuestos que dentro de su estructura tengan eteroátomos de fácil protonación.

Se adicionó a un tubo de ensayo una pequeña cantidad de muestra diluida y se le adicionaron 1 gota de HSO<sub>4</sub>. Las 3 muestras 1, 2 y 3 (extractos de cedro y andiroba), tomaron un color oscuro, dando resultado posito a la prueba.

## 5.3 Estudio cromatográfico para los Aceites Esenciales

A los **aceites esenciales** de Cedro y Limón se les realizó otro tipo de valoración cualitativa por medio de la cromatografía de gases. Los cromatogramas correspondientes se muestran en la figura 20 y 21 respectivamente.

Se utilizó un Cromatógrafo Hewlett Packard 5890 con columna capilar DB-WAX de 30 m x 0.25 mm de diámetro interno, con programa de temperatura de 50 hasta 200 °C, velocidad de calentamiento de 4 °C por minuto, gas de arrastre Helio 1 mL/min. Volumen inyectado: 1 microlitro.

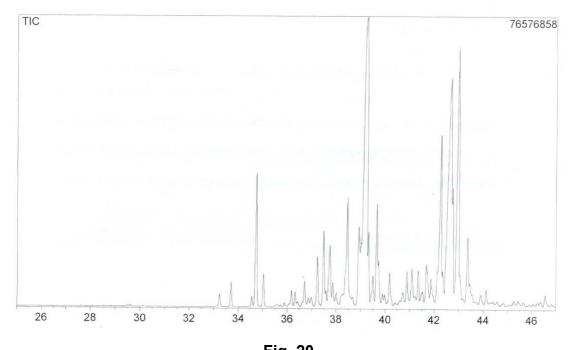


Fig. 20
Cromatograma del Aceite Esencial de Cedro

De allí se concluye para el Cedro (fig. 20) que:

Tiene 44 señales fácilmente contables siendo posiblemente cada uno un constituyente del aceite. De los cuales 4 son mayoritarios, sin embargo, las de 39.5 y 40.5 son muy anchas y presentan picos laterales que son mezclas de compuestos, que para poder resolverlas exactamente sería necesario realizar otro perfiles variando las condiciones.

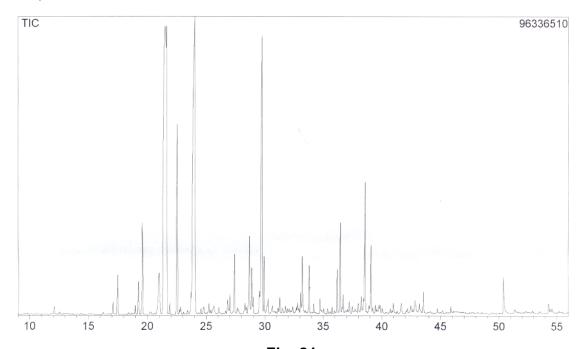


Fig. 21
Cromatograma del Aceite Esencial de Limón

En el caso del Limón (fig. 20):

Análogo al anterior, tiene 42 señales, de las cuales 4 son mayoritarias, 7 intermedios y 31 minoritarios. Presenta menos franjas anchas en comparación al del cedro, lo que indica que las condiciones utilizadas se acomodan más a ésta muestra.

Comparando ambos cromatogramas puede concluirse muy preliminarmente que los compuestos constituyentes del limón son más volátiles puesto que empiezan a salir entre 15 y 20 minutos mientras que en el cedro es entre los 32

y 34 minutos; por ésta misma razón podría decirse que los compuestos constituyentes del cedro son de peso molecular mayor.

En caso tal que se deseara profundizar en la caracterización de los compuestos, podría recurrirse a una cromatografía de gases masas, de la que se obtendrían los pesos moleculares de cada sustancia correspondiente a cada pico y luego hacerse una comparación con los estándares que acompañan al equipo y proponer el nombre de posibles compuestos.

### 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] www.members.tripod.com/aromaticas/Plantas.html
- [2] <a href="http://bilbo.edu.uy/~planta/pdf/FacmacognosiaPE80/PREPARACION">http://bilbo.edu.uy/~planta/pdf/FacmacognosiaPE80/PREPARACION</a>
  <a href="mailto:EXTRACTOS.pdf">EXTRACTOS.pdf</a>
- [3] Documento 404 publicado en www.iespana.es/natureduca/med extracción1.html
- [4] www.geocities.com/CapeCanaveral/Launchpad/2296/Extraccion.html
- [5] BRUNETON Jean. Farmacognosia: fitoquímica plantas medicinales. 2ª edición. Ed. ACRIBIA, S.A. España 2001
- [6] http://bilbo.edu.uy/~planta/pdf/FacmacognosiaPE80/bolilla4.pdf
- [7] STASHENKO Elena E., Combariza Yhajaira. Memorias III Seminario y Exposición Nacional de Plantas Aromáticas y Medicinales. 1998
- [8] GIL P., Edison. Diseño y montaje de un equipo para la extracción de aceites esenciales, a escala piloto. Revista Facultad de Ingeniería. Universidad de Antioquia. 2000
- [9] BREWSTER R. Q, Curso práctico de Química Orgánica. Ed. Alambra S.A. Madrid 1970
- [10] DOMÍNGUEZ Xorge A. Química Orgánica experimental. Limusa. México. 1992
- [11] http://www.medicinanaturista.com.ar/articulos/mednat/compresas.htm
- [12] http://usuarios.lycos.es/fandino/terapias/plantas.htm
- [13] RAMÍREZ R. Jorge E., Largo B. Luz Adriana. Estudio y extracción de un aceite esencial a partir de la manzanilla. Tesis. Universidad Nacional de Colombia. Manizales 1995
- [14] CALLEJAS T., Pablo A. Obtención de extractos de plantas en medios ácidos y/o alcohólicos para aplicaciones medicinales y alimenticia. Tesis. Universidad Nacional de Colombia. Manizales. 2002
- [15] GARCIA A, H. Aguilar S.A. Esencias Naturales. Madrid 1953

- [16] KERN, Donald. Procesos de Transferencia de Calor. CECSA. México. 1999
- [17] TORRES de Young, Stella. Introducción a la cromatografía. eun editorial Universidad Nacional. Colección Universitaria Ciencias. 1994
- [18] SANABRIA G., Antonio. Análisis fitoquímico preliminar. Metodología y su aplicación en la evaluación de 40 plantas de la familia Compositae. Bogotá 1983.
- [19] BARRERO G., María. González H. Esneda P. Extracción y caracterización fisicoquímica del aceite de nuez de macadamia crudo. Tesis. Universidad Nacional de Colombia. Manizales. 1998
- [20] KENNEDY, Jhon. Neville Adam. Estadística para ciencias e Ingeniería . 2ª Edición. Ed. Harla. México.
- [21] <a href="http://sinchi.org.co">http://sinchi.org.co</a>
- [22] www.enjoyperu.com/guiadedestginos/mano/plants/index2.htm
- [23] http://www.uniamazonia.edu.co/uniamazonia/index.htm
- [24] www.ur.mx/cursos/diya/quimica/sescobed/separa.htm
- [25] http://mviscas.udea.edu.co/~ff/esencias2001b.pdf

# ANEXO A<sup>(17)</sup> Cromatografía en Capa Delgada

### **CROMATOGRAFÍA:**

Definido como el método de fraccionamiento y separación de los componentes de una mezcla, basado en la migración diferencial de los componentes transportados en una fase móvil que migra a través de una fase estacionaria.

Dentro de la variedad de cromatografías que se han desarrollado se tienen: Cromatografía analítica (separa y cuantifica los metabolitos), cromatografía preparativa (permite aislar componentes), cromatografía de adsorción bioespecífica (separa compuestos con actividad biológica), cromatografía de capa delgada, cromatografía por filtración en gel o exclusión de tamaño, cromatografía de gases, cromatografía de intercambio iónico, cromatografía de alta eficiencia, entre otras. El uso de una u otra de éstas técnicas ésta sujeto a la tecnología, recursos con los que se cuente y del fin que se pretenda: separar, cuantificar, aislar identificar...

### Cromatografía en capa fina:

Permiten desarrollar el fraccionamiento en un periodo de tiempo mucho menor, comprado con el de la cromatografía sobre papel.

El tamaño tan fino de las partículas que constituyen los medios empleados en cromatografía de capa fina hace que se consigan mejores resoluciones y manchas más compactas.

Además, la gran rapidez y versatilidad de la cromatografía en capa fina la hace ideal para la enseñanza.

## Preparación de las placas:

Los cromatoplacas o placas, son preparadas sobre láminas de vidrio. Aplicando sobre la superficie capas finas de los medios adsorbentes utilizados para el desarrollo de la cromatografía.

## Se usan dos tipos de capas:

- ✓ Capa compacta: Se preparan aplicando una papilla del medio elegido en un disolvente adecuado, sobre las placas de vidrio.
  Luego de preparadas las placas, el paso siguiente es el secado, lo que se consigue calentándolas en una estufa a una temperatura de 100-105 °C durante un par de horas. De esta forma se logra su activación.
- ✓ Capa suelta: Puede prepararse con el medio pulverizado y seco. Hay que tener un gran cuidado al manejar capas sueltas, una vez que éstas se han preparado, tanto al aplicar la muestra como al desarrollarla. El desarrollo se lleva a cabo en posición casi horizontal.

### Elección del sorbente o medio:

Puede utilizarse diferentes medios, dentro de los cuales se tiene: celulosa microgranular o microcristalina, gel de sílice, alúmina, iones, fluorisil...

### Elección del eluyentes:

Depende lógicamente de la naturaleza del compuesto que se va a separar y del material en que la separación va a llevarse a cabo. Una regla general para la elección del eluyente es la comparación de la polaridad del mismo y la de la sustancia que se desea separa, de igual forma la selectividad que tenga sobre las sustancias.

### Aplicación de las muestras sobre las placas.

Las muestras se aplican con un capilar sobre la línea base, dejando evaporar el disolvente. Pueden aplicarse varias gotas sobre la misma mancha, dejando evaporar el disolvente entre cada aplicación.

### Desarrollo de las placas:

El desarrollo se lleva a cabo en cubetas por el método ascendente, tal como se indica en la figura 22. El fondo de la cubeta se cubre de disolvente hasta una altura de 0.5 a 1 cm y, después de un periodo de tiempo apropiado, en el que se consiga el equilibrio, se introduce la placa. Durante el desarrollo no puede moverse la cubeta. Una vez se lleva a cabo la cromatografía, se retira la placa y se marca cuidadosamente el frete del eluyente con un lápiz puntiagudo y se deja evaporar el mismo.

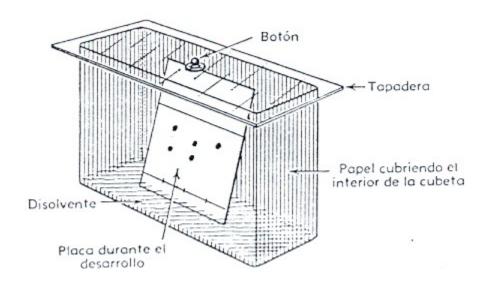


Fig. 22
Desarrollo de las placas

## Revelado de placas:

El Revelador es un agente físico o químico que permite localizar cada compuesto en el cromatograma.

Se pueden emplear vapores de yodo (revelador universal). En una cubeta que contiene en el fondo unos pocos cristalitos de yodo, se introduce el cromatograma y se deja durante unos minutos. El yodo tiende a concentrarse en los sitios donde están los compuestos, por lo que aparece una mancha marrón sobre un fondo amarillo pálido. No permite caracterizar ningún compuesto solo notar su presencia.

Otros métodos que no afectan a los productos en el revelado son la fluorescencia y la radiactividad.

También se pueden utilizar reactivos químicos que caracterizan compuestos específicos.

## **ANEXO B**(1,18)

## Metabolitos de las plantas vegetales

Las plantas tienen distintas propiedades y cada una de ellas puede servir para ayudar a tratar cualquier tipo de enfermedad. Las propiedades medicinales de las plantas se deben a la presencia de sustancias químicas llamadas principios activos, que tienen la capacidad de producir transformaciones fisiológicas, las cuales pueden ser benéficas o tóxicas según el principio activo de que se trate.

Cada planta posee predominio de uno o varios de estos principios activos, y estos compuestos pueden actuar en el organismo en forma complementaria, o bien tener una actividad distinta, de esta forma se amplia el espectro de actividad de una planta.

### **Metabolitos primarios:**

Son todas aquellas sustancias comunes a todas las plantas, producidas por ellas, y son: carbohidratos, proteínas, grasas, ácidos nucléicos, aminoácidos.

### **Metabolitos secundarios:**

Son productos sintetizados por las plantas como: alcaloides, flavonoides, esteroides, cumarinas, taninos, aceites esenciales..., no comunes en todas las especies y a muchos de ellos se les da el valor medicinal de una planta.

### Importancia de los metabolitos secundarios de las plantas.

Dentro de ellos se tienen:

Interés puramente científico de conocer la constitución química de las plantas.

Estudio de la biosíntesis que involucra necesariamente los metabolitos secundarios.

Criterio muy importante para ayudar en la determinación taxonómica de la planta.

Importancia económica de tipo industrial como en el caso de los taninos, ácidos fijos, aceites esenciales y sustancias precursoras para la síntesis de otras sustancias.

Los metabolitos que recomienda el estudio fitoquímico son:

Tabla # 11

Metabolitos que recomienda el estudio fitoquímico preliminar y sus pruebas preliminares de caracterización por coloración

Metabolito	Características	Prueba preliminar de
		caracterización
Alcaloides	Sustancias de caracter básico, obtenidos de	Reactivos de precipitación:
	plantas superiores con actividad fisiológica	React. Bouchardat
	muy marcadas.	React. Dragendorff
	Están en un número elevado de	React. Ecolle
	medicamentos.	Reactivo de cloruro aurico
Flavonoides	Responsables de muchas coloraciones de	Reacción de la cianidina o
	las plantas y con actividad biológica	de Willstater o shinoda
	importante. Facilitan la polinización en las	
	plantas, regulan el crecimiento y protegen	
	las plantas del ataque de microorganismos,	
	actividad estrogénica, anticáncer.	

Naftoquinonas	Actividad antimicrobiana, antitumorales y	Reacción Borntrager-
	antileucémica	Kraus
Esteroides	Hormonas sexuales	Libermann-Burchard
Taninos	Usados para curtir cueros, pueden inhibir	
	algunas enzimas interfiriendo en procesos	
	metabólicos. Son tóxicos, lo cual ooofrece	
	mecanismos de defensa a las plantas.	
Saponinas	Son el punto de partida para la síntesis de	Libermann-Burchard
	hormonas esteroidales, actividad anticancer	
	y antimicrobiana.	
Cumarinas	Agentes fotosensibilzantes de la piel, acción	Reacción del hidroxamato
	anticoagulante, estrogénica, sedante,	férrico
	vasodilantadora, antihelmíntica,	
	antibaacteriana, antifungica	