



CONACYT

Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

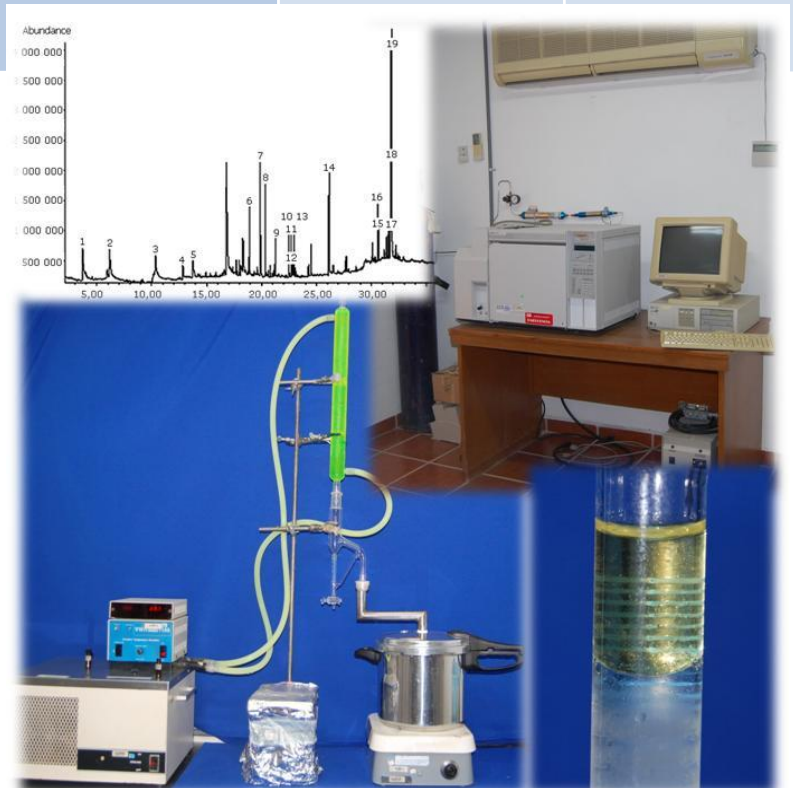


SAGARPA



SECRETARÍA DE AGRICULTURA,
GANADERÍA, DESARROLLO RURAL,
PESCA Y ALIMENTACIÓN

PROCEDIMIENTOS PARA LA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES EN PLANTAS AROMÁTICAS



Margarito Rodríguez Álvarez

Lilia Alcaraz Meléndez

Sergio Manuel Real Cosío



Derechos Reservados ©

Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. Instituto Politécnico Nacional 195, Col. Playa Palo de Santa Rita Sur; La Paz, B.C.S. México.

Primera edición en español 2012.

Créditos de la edición: Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. Instituto Politécnico Nacional No. 195 Col. Playa Palo de Santa Rita Sur. La Paz, Baja California Sur, México. Editor.

A efectos bibliográficos la obra debe citarse como sigue: Rodríguez-Álvarez, M., Alcaráz-Meléndez, L., Real-Cosío, S. 2012. Procedimientos para la extracción de aceites esenciales en plantas aromáticas. Edit. Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. La Paz, Baja California Sur, México. 38 p.

Las opiniones que se expresan en esta obra son responsabilidad de los autores y no necesariamente de los editores y/o editorial.

Ninguna parte de esta publicación puede reproducirse, almacenarse en un sistema de recuperación o transmitirse en ninguna forma ni por ningún medio, sin la autorización previa y por escrito del Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. Las consultas relativas a la reproducción deben enviarse al Departamento de Permisos y Derechos al domicilio que se señala al inicio de esta página.



"Publicación de divulgación del Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. Su contenido es responsabilidad exclusiva del autor"

Diseño de portada: M.C. Margarito Rodríguez Álvarez

Impreso y hecho en México

Printed and made in México

Directorio

Dr. Sergio Hernández Vázquez

Director General del CIBNOR

shernan04@cibnor.mx

Dr. Daniel Bernardo Lluch Cota

Director de Gestión Institucional

dblluch@cibnor.mx

M. en A. María Elena Castro Núñez

Directora de Administración

mcastro@cibnor.mx

Dr. Ramón Jaime Holguín Peña

Coordinador del Programa de
Agricultura en Zonas Áridas

jholquin04@cibnor.mx

Dr. Bernardo Murillo-Amador

bmurillo04@cibnor.mx

Responsable Técnico del Proyecto

SAGARPA-CONACYT

Clave 126183

Información relacionada en la página
electrónica

<http://www.cibnor.mx>

INDICE DE CONTENIDO

INDICE DE CONTENIDO	I
ÍNDICE DE FIGURAS	III
ÍNDICE DE TABLAS	V
PRESENTACIÓN	1
AGRADECIMIENTOS	3
INTRODUCCION	4
ANTECEDENTES	5
CLASIFICACIÓN DE ACEITES ESENCIALES	7
CLASIFICACIÓN POR CONSISTENCIA	7
CLASIFICACIÓN POR SU ORIGEN	8
PROCESOS DE EXTRACCIÓN	8
EQUIPOS PARA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES A DIFERENTES ESCALAS	14
ESCALA DE LABORATORIO	15
ESCALA INTERMEDIA O BANCO (BENCH)	18
ESCALA INDUSTRIAL	21
PROCEDIMIENTOS PARA LA OBTENCIÓN DE MATERIAL VEGETAL Y EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES	23
CORTE DEL MATERIAL VEGETAL	23
RECEPCIÓN DEL MATERIAL	24
SECADO EN HORNO	25
SECADO BAJO SOMBRA	25
TRITURACIÓN Y MOLIENDA DE HOJAS, TALLOS Y FLORES	26
PROCESO DE HIDRODESTILACIÓN O ARRASTRE DE VAPOR	26
ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO Y CROMATOGRÁFICO	30
CONTENIDO DE ACEITES ESENCIALES EN DIFERENTES ESPECIES	32

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS 35

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Equipo Clevenger en vidrio Pyrex (Günther, 1948).	16
Figura 2. Equipo para destilación modificado con trampa Clevenger.	17
Figura 3. Equipo a escala intermedia.	19
Figura 4. Equipo a escala piloto.....	21
Figura 5. Poda de plantas de albahaca para extracción de aceites esenciales.	24
Figura 6. Secado del material en estufa de secado (Yamato, DX-600).	25
Figura 7. Molino tipo copa acondicionado con doble polea activado por un motor eléctrico de ½ HP, 1740 RPM.	26
Figura 8. Hidrodestilador acondicionado con una parrilla-malla que sostiene el material pulverizado y una conexión hermetica entre la tapa y el condensador.	27
Figura 9. Equipo con modificación en el hidrodestilador, utilizado en análisis de aceites esenciales a nivel laboratorio en plantas de albahaca.....	29
Figura 10. Muestra de aceites esenciales y agua floral de albahaca en la bureta de la trampa de Cleverger.	29
Figura 11. Recuperación de aceites esenciales libre de agua floral, etiquetado y cuantificación gravimétrica de la muestra.....	30

Figura 12. Cromatógrafo de gases acoplado a espectrofotómetro de masas. 32

Figura 13. Ejemplo de un cromatograma de geranio, para identificar los aceites esenciales por medio del cromatógrafo de gases acoplado a masas (Supelco, 2007-2008)..... 33

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Ejemplo de las plantas que se utilizan comercialmente y contienen compuestos volátiles.....	34
--	----

PRESENTACIÓN

Durante la etapa de desarrollo del proyecto “Innovación Tecnológica de Sistemas de Producción y Comercialización de Especies Aromáticas y Cultivos Elite en Agricultura Orgánica Protegida con Energías Alternativas de Bajo Costo”, se ha constituido un grupo de trabajo multidisciplinario e interinstitucional el cual tiene como fin principal el desarrollo de tecnologías capaces de optimizar los recursos, detectar regiones aptas para el desarrollo de la agricultura protegida de especies de plantas aromáticas y algunas hortalizas de interés para regiones áridas y semiáridas, lo cual permita la generación de nuevos empleos y mejores ingresos para productores y trabajadores del campo, mejorando su ingreso económico y elevando su nivel de vida. Se tiene el compromiso de generar estudios de mercado con las tendencias y oportunidades del mercado nacional enfatizando en cultivos de plantas aromáticas y estudiando procesos de las plantas desde la germinación de semillas, desarrollo, crecimiento y producción de manera paralela la respuesta de las plantas aromáticas de interés ante factores bióticos y abióticos, buscando el aumento en cantidad y calidad de los productos y subproductos a aprovechar y comercializar.

Las plantas de albahaca, romero, tomillo, orégano, salvia, menta, estragón y cebollino conservan su atractivo en el mercado mediante su presentación en fresco, principalmente la biomasa

(hojas y tallos suculentos) demandados para la industria alimenticia; motivo por el cual se debe cuidar la calidad, frescura, apariencia de la cosecha, procurando la mejor etapa fenológica de la planta realizando la cosecha en el momento oportuno. Los aceites esenciales son compuestos que han tomado relevancia en la industria de productos cosmetológicos, terapéuticos, medicinales, aromatizantes etc., siendo una estrategia, el aprovechamiento del recurso permitiendo procesarlo y conservarlo por largo tiempo sin que pierda sus propiedades para ser comercializado cuando las ventanas de mercado sean las mejores.

En esta obra se presentan diferentes equipos y técnicas para la extracción de aceites esenciales con procesos a diferentes escalas, métodos para evaluar la cantidad y calidad de los compuestos, mediante cromatografía de gases, para caracterizar las especies, evaluando las diferentes condiciones de cultivo ya sea bajo los sistemas de agricultura tradicional o bajo condiciones de agricultura protegida.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el financiamiento y apoyo al Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. (CIBNOR), Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y la Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (SAGARPA) quienes a través del proyecto “Innovación Tecnológica de Sistemas de Producción y Comercialización de Especies Aromáticas y Cultivos Elite en Agricultura Orgánica Protegida con Energías Alternativas de Bajo Costo” han permitido y facilitado las condiciones para que este documento llegue a ser editado, impreso y de fácil adquisición por productores, técnicos, estudiantes e investigadores y personas interesadas en el aprovechamiento de los productos y subproductos de las plantas aromáticas.

Al Dr. Bernardo Murillo Amador, responsable del megaproyecto, por su apoyo incondicional en todo momento; al estudiante Julio Guarello Zacarías por proporcionar información relevante y de interés.

INTRODUCCION

Los aceites esenciales son fracciones líquidas volátiles, generalmente son mezclas homogéneas de hasta 100 compuestos químicos orgánicos, provenientes de la familia química de los terpenoides. Generan diversos aromas agradables y perceptibles al ser humano. Bajo condiciones de temperatura ambiental, son líquidos poco densos pero con mayor viscosidad que el agua. Los aceites esenciales son metabolitos secundarios sintetizados por las plantas, producidos al momento de activarse mecanismos de defensa como respuesta a factores ambientales y ecológicos, estos presentan roles de defensa, atracción de polinizadores, entre otros. Son inflamables, no son tóxicos, aunque pueden provocar alergias en personas sensibles a determinados terpenoides (Cadby *et al.*, 2002). Son inocuos, mientras la dosis suministrada no supere los límites de toxicidad. Sufren degradación química en presencia de la luz solar, del aire, del calor, de ácidos y álcalis fuertes, generando oligómeros de naturaleza indeterminada. Son solubles en los disolventes orgánicos comunes. Casi inmiscibles en disolventes polares asociados (agua, amoníaco). Tienen propiedades de solvencia para los polímeros con anillos aromáticos presentes en su cadena. Son aceptados como sustancias seguras (GRAS) por la Agencia de Drogas y Alimentos de E.E.U.U. (FDA) (Code of Federal Regulations, 2003). Los aceites esenciales presentan diferentes

tonalidades, en genotipos de albahaca presentan diferentes tonalidades en la gama del amarillo, hasta incoloros en algunos casos.

ANTECEDENTES

De acuerdo a la historia documentada con respecto a los aceites esenciales se considera que empezó en el Lejano Oriente, siendo las bases tecnológicas del proceso inicialmente en Egipto, Persia y la India. Sin embargo, fue en Occidente donde surgieron los primeros alcances de su completo desarrollo.

Los datos experimentales de los métodos empleados en los tiempos antiguos, son escasos y vagos. Aparentemente, solo el aceite esencial de trementina fue obtenido por los métodos conocidos actualmente, aunque se desconoce con exactitud con cual método se extrajo.

Hasta la Edad Media, el arte de la hidrodestilación fue usado para la preparación de aguas florales. Cuando se obtenían los aceites esenciales en la superficie del agua floral, era desechado comúnmente, por considerarlo un sub-producto indeseado. La primera descripción auténtica de la hidrodestilación de aceites esenciales reales ha sido realizada por Arnold de Villanova (1235-1311), quien introdujo “el arte de este proceso” en la terapia europea. Bombastus Paracelsus (1493-1541) estableció el

concepto de la *Quinta Essentia*, es decir, la fracción extraíble más sublime y posible técnicamente de obtener de una planta y constituye la droga requerida para el uso farmacológico. La definición actual de aceite “esencial” recae en el concepto desarrollado por Paracelsus (Günther, 1948).

Existen evidencias de que la producción y el uso de los aceites esenciales no llegaron a ser generales hasta la mitad del siglo XVI. El físico Brunschwig (1450-1534) menciona sólo cuatro aceites esenciales conocidos durante esa época: el de trementina, el del enebro, el del romero y el del espliego (Günther, 1948).

Con la llegada de la máquina de vapor y el uso de calderas de vapor para las industrias manufactureras (s. XIX), la hidrodestilación se convirtió en un proceso industrial a gran escala. Surgieron dos tipos de generadores: los de calor vivo, donde la caldera forma parte del mismo recipiente donde se procesa el material vegetal y trabaja a la temperatura de ebullición atmosférica; y las calderas de vapor, las cuales no forman parte del equipo y trabajan en un amplio rango de flujos y temperaturas para el vapor saturado. Se afirma que la hidrodestilación industrial nació en el s. XIX y durante el s. XX, se buscó mejorar los diseños mecánicos de los alambiques, minimizar el alto consumo energético requerido y controlar adecuadamente el proceso (Günther, 1948; Al Di Cara, 1983; Heath and Reineccius, 1986).

CLASIFICACIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales se encuentran ampliamente distribuidos en diferentes partes de las plantas: en las hojas (albahaca, eucalipto, hierbabuena, mejorana, menta, romero, salvia, etc.), en las raíces (jengibre, sándalo, safrán, etc.), en el pericarpio del fruto (cítricos como limón, mandarina, naranja, etc.), en las semillas (anís, comino, etc.), en el tallo (canela, etc.), en las flores (lavanda, manzanilla, tomillo, rosa, etc.) o en los frutos (perejil, pimienta, etc.). Se clasifican basándose en criterios como consistencia y origen.

Clasificación por consistencia

- Las esencias fluidas son líquidos volátiles a temperatura ambiente.
- Los bálsamos son de consistencia más espesa, poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización, son ejemplos, el bálsamo de copaiba, el bálsamo del Perú, bálsamo de Tolú, Estoraque, etc.
- Las oleorresinas tienen el aroma de las plantas en forma concentrada y son típicamente líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas (caucho, gutapercha, chicle, oleorresina de paprika, de pimienta negra, de clavo, etc.).

Clasificación por su origen

- Los naturales se obtienen directamente de la planta y no sufren modificaciones físicas ni químicas posteriores, debido a su rendimiento tan bajo son muy costosos.
- Los artificiales se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de la misma esencia con uno o varios de sus componentes, por ejemplo, la mezcla de esencias de rosa, geranio y jazmín enriquecida con linalol.
- Los sintéticos como su nombre lo indica son los producidos por procesos de síntesis química. Estos son más económicos y por lo tanto son mucho más utilizados como aromatizantes y saborizantes.

PROCESOS DE EXTRACCIÓN

Los aceites esenciales se pueden extraer mediante diferentes métodos como: prensado, destilación con vapor de agua, extracción con solventes volátiles, enfleurage y con fluidos supercríticos.

En el prensado, el material vegetal es exprimido mecánicamente para liberar el aceite y este es recolectado y filtrado. Este método es utilizado para la extracción de esencias cítricas.

En el método de extracción con solventes volátiles, la muestra seca y molida se pone en contacto con solventes como alcohol o

cloroformo. Estos compuestos solubilizan el aceite esencial, pero también extraen otras sustancias como grasas y ceras, obteniéndose al final una esencia impura. Se utiliza a escala de laboratorio, pues a nivel industrial resulta costoso por el alto valor comercial de los solventes y porque se obtienen esencias mezcladas con otras sustancias.

En el método de enflorado o enfleurage, el material vegetal (generalmente flores) se pone en contacto con una grasa. La esencia es solubilizada en la grasa que actúa como vehículo extractor. Se obtiene inicialmente una mezcla (el concreto) de aceite esencial y grasa la cual es separada posteriormente por otros medios físico-químicos. En general se recurre al agregado de alcohol caliente a la mezcla y su posterior enfriamiento para separar la grasa (insoluble) y el extracto aromático (absoluto). Esta técnica es empleada para la obtención de esencias florales (rosa, jazmín, azahar, etc.), pero su bajo rendimiento y la difícil separación del aceite extractor la hacen costosa.

El método de extracción con fluidos supercríticos, es de desarrollo más reciente. El material vegetal cortado en trozos pequeños, licuado o molido, se empaca en una cámara de acero inoxidable y se hace circular a través de la muestra un fluido en estado supercrítico (por ejemplo CO₂). Las esencias son así solubilizadas y arrastradas mientras que el fluido supercrítico, que actúa como solvente extractor, se elimina por descompresión

progresiva hasta alcanzar la presión y temperatura ambiente. Finalmente se obtiene una esencia cuyo grado de pureza depende de las condiciones de extracción. Este procedimiento presenta varias ventajas: alto rendimiento, fácil eliminación del solvente (que además se puede reciclar), no se alteran las propiedades químicas de la esencia por las bajas temperaturas utilizadas para su extracción. Sin embargo el equipo requerido es relativamente costoso, ya que se requieren bombas de alta presión y sistemas de extracción también resistentes a las altas presiones.

Destilación por arrastre con vapor de agua o extracción por arrastre, hidrodestilación, hidrodifusión o hidroextracción.

Generalmente es llamado destilación por arrastre de vapor, sin embargo, no existe un nombre claro y conciso para definirlo, debido a que se desconoce exactamente lo que sucede en el interior del equipo principal y porque se usan diferentes condiciones del vapor de agua para el proceso. Es así que, cuando se usa vapor saturado o sobrecalentado, fuera del equipo principal, es llamado “destilación por arrastre de vapor” (Günther, 1948).

Cuando se usa vapor saturado, pero la materia prima está en contacto íntimo con el agua generadora del vapor, se le llama “hidrodestilación” (Günther, 1948). Cuando se usa vapor saturado, pero la materia no está en contacto con el agua generadora, sino con un reflujo del condensado formado en el interior del destilador

y se asumía que el agua era un agente extractor, se le denominó “hidroextracción” (Palomino y Cerpa, 1999).

El término hidrodestilación, lo definimos como el proceso para obtener el aceite esencial de una planta aromática, mediante el uso del vapor saturado a presión atmosférica. El generador de vapor no forma parte del recipiente donde se almacena la materia prima, es externo y suministra un flujo constante de vapor. Su presión es superior a la atmosférica, pero el vapor efluente, que extrae al aceite esencial está a la presión atmosférica. La materia prima forma un lecho compacto y se desprecia el reflujo interno de agua debido a la condensación del vapor circundante.

Para describir el proceso de hidrodestilación se deben tomar en cuenta las siguientes consideraciones: la materia prima vegetal es cargada en un *hidrodestilador*, de manera que forme un lecho fijo compactado. Su estado puede ser molido, cortado, entero o la combinación de éstos. El vapor de agua es inyectado mediante un distribuidor interno, próximo a su base y con la presión suficiente para vencer la resistencia hidráulica del lecho. La generación del vapor puede ser local (hervidor), remota (caldera) o interna (base del recipiente).

Conforme el vapor entra en contacto con el lecho, la materia prima se calienta y va liberando el aceite esencial contenido y éste, a su vez, debido a su alta volatilidad se va evaporando. Al ser soluble

en el vapor circundante, es “arrastrado” corriente arriba hacia el tope del hidroddestilador. La mezcla, vapor saturado y aceite esencial, fluye hacia un *condensador*, mediante un “cuello de cisne” o prolongación curvada del conducto de salida del *hidroddestilador*. En el *condensador*, la mezcla es condensada y enfriada, hasta la temperatura ambiental. A la salida del *condensador*, se obtiene una emulsión líquida inestable, la cual, es separada en un decantador dinámico o florentino.

Este equipo está lleno de agua fría al inicio de la operación y el aceite esencial se va acumulando, debido a su casi inmiscibilidad (baja capacidad para disolverse) en el agua y a la diferencia de densidad y viscosidad con el agua. Posee un ramal lateral, por el cual, el agua es desplazada para favorecer la acumulación del aceite. El vapor condensado acompañante del aceite esencial y que también se obtiene en el *florentino*, es llamado “*agua floral*”. Posee una pequeña concentración de los compuestos químicos solubles del aceite esencial, lo cual le otorga un ligero aroma, semejante al aceite obtenido. Si un hervidor es usado para suministrar el vapor saturado, el agua floral puede ser reciclada continuamente, por lo que es almacenada como un sub-producto. El proceso termina cuando el volumen del aceite esencial acumulado en el florentino no varíe con el tiempo de extracción. A continuación, el aceite es retirado del florentino y almacenado en un recipiente y en lugar apropiado. El *hidroddestilador* es evacuado

y llenado con la siguiente carga de materia prima vegetal, para iniciar una nueva operación (Günther, 1948; Al Di Cara, 1983; Parry, 1921; Essential Oils, 1993; Heath and Reineccius, 1986).

Se presenta un esquema básico del proceso, donde el hidrodestilador es cargado por lotes y trabaja en modo semi-continuo. El condensador, comúnmente funciona en modo continuo, con el flujo del agua de refrigeración a contracorriente. Un generador del vapor de agua es alimentado con agua fresca y además de agua floral, cuando hay reciclo. Los usos de los aceites esenciales obtenidos por hidrodestilación son muy amplios, aunque básicamente están orientados a la perfumería; la cosmética; la industria farmacéutica, como aditivo e insumo para sintetizar compuestos; la alimentaria, como aditivo y como insumo para la fabricación de productos de higiene personal y de limpieza doméstica. La industria farmacéutica requiere de aceites esenciales libres de terpenos, porque se busca sólo los principios activos farmacológicos de la planta, comúnmente los terpenos y sesquiterpenos oxigenados, para complementar un medicamento.

En los últimos años, la aromaterapia ha tenido un gran crecimiento y aceptación en el mercado mundial. La comercialización de los aceites esenciales puros, como ingredientes de los productos aromaterápicos, ha creado una mayor demanda y ha motivado la búsqueda de nuevos aromas, más exóticos y con propiedades

seudo-farmacológicas. Otras aplicaciones nuevas surgidas últimamente y con un gran potencial futuro son de ingredientes para la formulación de biocidas para uso veterinario o agrícola (Teuscher *et al.*, 2005; Ziegler and Ziegler, 1998; Regnault-Roger *et al.*, 2004; Muñoz, 2002; Peter, 2004; Burillo, 2003; Baratta *et al.*, 1998; Lahlou, 2004; Moretti *et al.*, 2002; Isman, 2000). El rendimiento obtenido de una planta varía de unas cuantas milésimas por ciento del peso vegetal hasta de 1 a 3 %. La composición de una esencia puede cambiar con la época del año de la recolección, el lugar geográfico o cambios genéticos (Domínguez, 1985)

EQUIPOS PARA EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES A DIFERENTES ESCALAS

No se han realizado modificaciones significativas al proceso original y básico, por lo cual, las mayores modificaciones en los diseños han sido de carácter mecánico, buscando ese mayor contacto y que la materia prima sea calentada lo más rápidamente posible. El mayor inconveniente de este proceso es su condición de semi-continuo, las modificaciones industriales recientes han sido enfocadas a establecer un proceso continuo. En el desarrollo de los procesos de extracción de aceites esenciales el CIBNOR ha

realizado modificaciones y acondicionamiento a los equipos utilizados a nivel laboratorio.

Escala de laboratorio

El más conocido es el equipo Clevenger (Günther, 1948) usado en muchos laboratorios y considerado en varios estándares internacionales como el más adecuado para la determinación del contenido total del aceite esencial de una planta aromática. Está compuesto de un matraz redondo, donde se deposita la materia prima molida y una cantidad conocida de agua pura. Se le calienta constantemente, el aceite esencial con el agua presente se evaporan continuamente. Un condensador va acoplado al matraz y una conexión en forma de D, permite acumular y separar el aceite esencial de la mezcla condensada. El agua floral condensada regresa al matraz por el rebose de la conexión. En la figura 1, se aprecian los dos tipos de conexiones, cuando el aceite esencial es más denso que el agua y cuando es menos denso. Las ventajas de este equipo son su simplicidad y flexibilidad para trabajar con aceites de diferente densidad y naturaleza. Las desventajas radican en la incapacidad de usar los resultados obtenidos para un escalado, porque el material vegetal no forma un lecho fijo, sino está en contacto permanente con el agua; lo cual, no responde al tipo de hidrodestilación industrial empleado comúnmente. Además, el hecho de estar molido, genera que el

aceite se encuentre disponible para su vaporización y “arrastre”, lo cual no ocurre a mayores escalas. El tiempo de extracción es muy largo comparado con el usado industrialmente, porque se busca agotar todo el aceite contenido en la planta y no sirve para establecer el tiempo óptimo de operación.

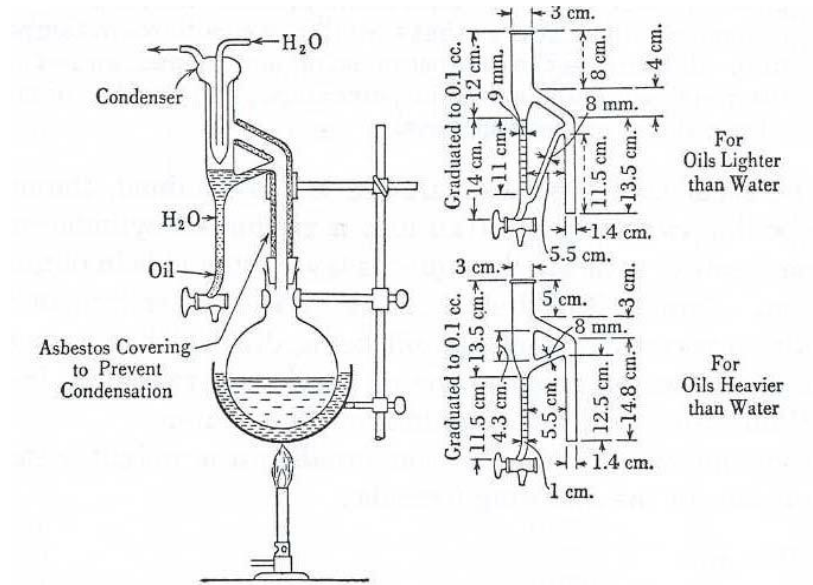


Figura 1. Equipo Clevenger en vidrio Pyrex (Günther, 1948).

Existen otros equipos a esta escala, basados en una miniaturización de los equipos piloto, donde el material vegetal forma un lecho fijo, en una columna de vidrio y el vapor de agua es alimentado continuamente desde un matraz redondo inferior calentado constantemente, que funciona como un generador (Fig. 2). Estos equipos son simples y flexibles y poseen la ventaja

adicional de trabajar en un modo más similar al de los equipos mayores. Sus limitaciones son el uso de materia prima molida; el flujo del vapor condensado a contracorriente en la columna, que lleva consigo compuestos hidrosolubles y que generan una recirculación indeseable, ya que se pueden degradar estos compuestos y afectar la calidad del aceite obtenido; y la dependencia del flujo de vapor generado con la potencia de la fuente de energía, lo que le resta flexibilidad en el control de este parámetro.



Figura 2. Equipo para destilación modificado con trampa Clevenger.

Escala intermedia o banco (bench)

La figura 3 muestra el equipo de escala intermedia. Existen numerosos y variados modelos de este tipo. La mayoría de ellos poseen capacidades entre 5 a 50 litros. Son construidos en vidrio Pyrex, acero inoxidable o cobre. Están conformados de un hidrodestilador-generador, es decir el vapor de agua se genera en el mismo recipiente donde se almacena la materia vegetal, separados por medio de una rejilla o cesta. Se carga el hidrodestilador con el material vegetal, cuando el agua alcanza una temperatura cercana a la de ebullición. El vapor generado calienta la planta aromática y arrastra el aceite vaporizado. La tapa suele ser del tipo “cuello de cisne” o plana. Aunque se prefiere el primero, para favorecer el tiro del vapor. Los condensadores son de doble tubo o de serpentín sumergido en un tanque o con alimentación constante, a contracorriente, de agua fría. El aceite esencial es obtenido en un florentino, a la salida del condensador. El agua floral puede ser reciclada, si el florentino es adaptable para que su brazo lateral se conecte con la sección de generación del vapor del hidrodestilador. Las ventajas son su movilidad; maniobrabilidad; la posibilidad de ser aislados fácilmente; su capacidad de ser instrumentado, para seguir el proceso internamente; la implementación de un control automático; y la confiabilidad y reproducibilidad de los datos experimentales generados, para ajustarlos a modelados fenomenológicos. Las desventajas residen en requerir de material

vegetal seleccionado, debido a que el rendimiento y la velocidad de obtención son sensibles de las características físicas de material (molido, entero, trozado, etc.); de una limpieza periódica y exhaustiva, para evitar la contaminación de los productos y de la imposibilidad de trabajar con vapor saturado con mayor presión, lo cual, es una limitante importante con respecto a los equipos piloto o industriales. Una alternativa optimizada es un equipo de este tipo, pero sin que el vapor sea generado en el mismo recipiente; sino que sea inyectado mediante un distribuidor interno y el vapor provenga de un generador externo disponible.



Figura 3. Equipo a escala intermedia.

Escala piloto

La figura 4 muestra los equipos a escala piloto, los cuales poseen una capacidad entre 30 a 500 litros. Son construidos en acero comercial, inoxidable o cobre. Pueden ser de dos tipos: con

generador externo o acoplado al hidroddestilador. Están conformados de un hidroddestilador cilíndrico simétrico o de una altura ligeramente mayor al diámetro. El vapor de agua es inyectado por los fondos del equipo o generado en esa sección. La materia prima suele estar compactada y almacenada en una cesta para su mejor carga y descarga. Los condensadores son de coraza y de varios tubos internos o de un doble serpentín sumergido en un tanque de agua. Los florentinos son diferentes a los de la escala intermedia y del laboratorio. Son decantadores en acero inoxidable, con un cuerpo cónico o cilíndrico y un fondo cónico. El aceite esencial es recogido del florentino y almacenado en otro decantador. Se realiza esta segunda separación dinámica porque el flujo de vapor es alto y el tiempo necesario para que la emulsión aceite-agua se rompa suele ser mayor a la medida en la escala intermedia.

Las ventajas son la mayor confianza en los datos experimentales generados, con respecto a los obtenidos a menores escalas, y que se esperan conseguir en una planta industrial; la evaluación económica aplicada a estos equipos, permite conocer con una mayor confianza el costo final del producto; permiten trabajar con materia prima molida, triturada parcialmente, entera o la combinación de ellas, en cualquier proporción; permiten operar con vapor saturado de mayor presión, con lo cual, se puede acelerar el proceso u obtener aceites de calidades diferentes. Las desventajas residen en que necesitan de un generador externo de

vapor; no son móviles; la reproducibilidad de los datos experimentales es menor que los equipo banco y de laboratorio; no son flexibles; ni están aislados térmicamente; y requieren de una inversión económica mayor a los de banco. Los equipos piloto no suelen usarse con propósitos de investigación científica, sino de producción semi-industrial o de confirmación de los resultados a nivel banco (investigación tecnológica) y como centro de ensayos de una planta industrial. Por ello, son equipos comerciales y existen diversos proveedores internacionales.



Figura 4. Equipo a escala piloto.

Escala industrial

Poseen una capacidad mayor a 500 Litros. Están contruidos en acero comercial; aunque si se usan diferentes materias primas,

son construidos en acero inoxidable para realizar una fácil limpieza y evitar la contaminación del producto con los aceites esenciales remanentes (Bezdolny y Kostylev, 1994; Cogat, 1995). Pueden ser de dos tipos: móviles o estáticos. Los remolques-alambiques pertenecen al primer tipo y son los más usados en EE.UU. y Europa (COCOPE S. Coop., España; Côté d'Aguzon, Francia; etc.). Los hidrodestiladores verticales son del segundo tipo y suelen encontrarse en Asia, África y Latinoamérica. El uso de remolques responde a la mecanización de la agricultura en estos países y a la gran producción de algunos aceites, así como la búsqueda de minimizar costos de operación y aumentar la eficiencia de la obtención, al disponer de una mayor flexibilidad en el retiro y acoplamiento de los remolques. El uso de equipos verticales responde a otras necesidades, cosecha atomizada en varias regiones cercanas, mayor mano de obra disponible, menores niveles de producción, interés en agotar completamente el aceite contenido en la planta.

Los remolques son recipientes prismáticos donde se acumula la planta fresca recién cosechada y cegada por una máquina agrícola. Estos remolques son cerrados con una tapa conectada a un condensador. En el interior de los remolques existe un conjunto de tubos paralelos por donde se inyecta vapor saturado y con el cual se logrará calentar la carga y arrastrar el aceite contenido. Los condensadores pueden ser verticales, de tubos y coraza, o de serpentín, sumergidos en un tanque de agua. El rendimiento

depende de numerosos factores y comúnmente es menor al conseguido en las escalas inferiores. En el diseño de estos remolques, priva el arte mecánico a los principios de ingeniería química.

El aceite esencial acumulado en los florentinos es removido periódicamente a los cilindros de almacenamiento. Esta planta industrial es un claro ejemplo de las nuevas tendencias tecnológicas para el ahorro energético y de costos de operación. Permite trabajar con cargas grandes de material vegetal fresco, recién cosechado; con un rango versátil de temperaturas para el vapor saturado; la descarga de la materia prima agotada es rápida, lo que permite realizar varias operaciones al día, si es que los campos de cultivo, se encuentran próximos. Las limitaciones conocidas son que al usar remolques de acero comercial, necesita de una flota de ellos para cada tipo de planta procesada. El control simultáneo de varias variables del proceso es complicado, pero necesario para conocer el tiempo óptimo de obtención y minimizar el consumo de vapor saturado.

PROCEDIMIENTOS PARA LA OBTENCIÓN DE MATERIAL VEGETAL Y EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Corte del material vegetal

El corte o poda del material vegetal se recomienda realizarlo por la mañana evitando contaminantes, residuos de otras especies de

plantas, polvo, tierra etc. por lo que se evitará procesar plantas con raíz, etiquetar y trasladar el material al lugar de procesamiento de las muestras. Es importante tomar en cuenta la época de la recolección, el estado fisiológico de la planta y el lugar geográfico de la recolección (Fig. 5).



Figura 5. Poda de plantas de albahaca para extracción de aceites esenciales.

Recepción del material

El material se transporta cuidando el etiquetado, se evitará mantenerlo por más de 24 horas, acumulado en grandes volúmenes por lo que es recomendable extender sobre hojas de papel absorbente para evitar la contaminación por hongos. Si el secado se lleva a cabo en hornos, es recomendable hacerlo inmediatamente o en el menor tiempo posible después del corte.

Secado en horno

Se registra el peso fresco de la muestra, se introduce al horno de secado a 50° C 72 horas (Fig. 6), corroborando que el peso del material seco sea constante.



Figura 6. Secado del material en estufa de secado (Yamato, DX-600).

Secado bajo sombra

Se extiende el material en papel absorbente procurando que haya intercambio de aire para evitar incremento de humedad y contaminación por hongos. Se coloca en un lugar con sombra a temperatura ambiente.

Trituración y molienda de hojas, tallos y flores

Para la trituración y molienda es preciso tener el material completamente seco, para este proceso se requiere de un molino convencional. En el laboratorio de biotecnología vegetal se ha empleado un molino de copa el cual tiene acondicionado una manivela movida por poleas que son activadas mediante un motor eléctrico de $\frac{1}{2}$ HP, 1740 RPM (Fig. 7).



Figura 7. Molino tipo copa acondicionado con doble polea activado por un motor eléctrico de $\frac{1}{2}$ HP, 1740 RPM.

Proceso de hidrodestilación o arrastre de vapor

Se utiliza un equipo D-18 Clevenger para extracción de aceite esencial por hidrodestilación o arrastre de vapor, con modificaciones en el recipiente que contiene la muestra, se emplea una olla de presión comercial, a la cual se le perforó la tapa, acondicionándole un tubo de acero inoxidable mismo que une herméticamente a la olla de presión y una conexión en forma de D (Fig. 8) por donde el vapor generado por la ebullición del

agua que pasa por el material vegetal seco arrastrando compuestos volátiles llegando hasta el condensador recuperando el destilado que permite acumular y separar el aceite esencial de la mezcla condensada. El agua floral condensada regresa a la olla de presión por el rebose de la conexión y se recicla nuevamente siguiendo el proceso, reciclando del agua floral y permitiendo una mayor recuperación de aceites esenciales.



Figura 8. Hidrodestilador acondicionado con una parrilla-malla que sostiene el material pulverizado y una conexión hermetica entre la tapa y el condensador.

Para llevar a cabo el proceso se vierte 1.5 litros de agua destilada en olla de presión de 8 litros, después se deposita la muestra (0.5 kg) en una malla separada a 10 cm de la base de la olla de presión quedando a 5 cm de separado del agua; se coloca la olla en una parrilla de calentamiento alcanzando la temperatura al punto de ebullición, permitiendo que el vapor entre en contacto

con el material vegetal pulverizada donde inicia la liberación del aceite esencial contenido y éste, a su vez, debido a su alta volatilidad se va evaporando (Fig. 9). Al ser soluble en el vapor circundante, es “arrastrado” corriente arriba hacia el tope del hidroddestilador. La mezcla, vapor saturado y aceite esencial, fluye hacia un *condensador*, mediante un “cuello de cisne” o prolongación curvada del conducto de salida del *hidroddestilador*. En el *condensador*, la mezcla es condensada y enfriada. A la salida del *condensador*, se coloca una trampa Clevenger (Fig. 10), se obtiene una emulsión, la cual, se va separando en la bureta de la trampa. Se suspende el reflujó cuando se considera que se ha extraído la mayor parte de los aceites esenciales. Se deja enfriar, se recoge el aceite en viales ámbar de 3 mL con tapón de rosca y se pesa el contenido de aceites esenciales (Fig. 11). Posteriormente se guarda en refrigeración a 5° C, evitando la exposición prolongada de luz.



Figura 9. Equipo con modificación en el hidroddestilador, utilizado en análisis de aceites esenciales a nivel laboratorio en plantas de albahaca.

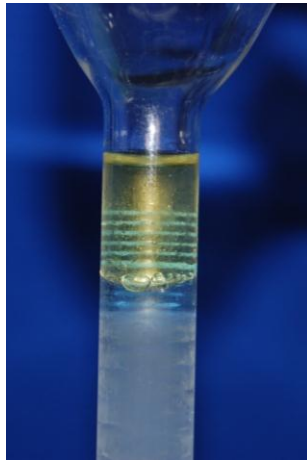


Figura 10. Muestra de aceites esenciales y agua floral de albahaca en la bureta de la trampa de Clevenger.



Figura 11. Recuperación de aceites esenciales libre de agua floral, etiquetado y cuantificación gravimétrica de la muestra.

ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO Y CROMATOGRÁFICO

En general el rendimiento de la extracción es muy variado entre 0.01% y el 2%. Los aceites esenciales se caracterizan por ser una mezcla compleja de varios compuestos de aromas volátiles como hidrocarburos (compuestos terpenicos), alcoholes, aldehídos, cetonas, esterres, éteres y fenoles. Obteniéndose de la canela (cinamaldehido), clavo (eugenol, orégano (carvacrol y timol), eucalipto (cineol) y tomillo (timol) entre otros.

Son muchos los factores que influyen en la composición de un aceite, denominada quimiotipo, entre ellos, los más importantes son el origen, la especie y el órgano de la planta, las condiciones climáticas, de crecimiento, temperatura, fertilizantes, tierra de cultivo, etc., así como la destilación y la forma de almacenamiento del aceite.

El análisis que se lleva a cabo para identificar los compuestos de los aceites esenciales y para determinar los porcentajes relativos de los mismos en la fracción volátil, se realiza mediante técnicas de cromatografía de gases e identificación de los compuestos por espectrofotómetro de masas acoplado al cromatógrafo (Figs. 12 y 13).



Figura 12. Cromatógrafo de gases acoplado a espectrofotómetro de masas.

CONTENIDO DE ACEITES ESENCIALES EN DIFERENTES ESPECIES

La importancia económica de los aceites esenciales radica en que existe una gran variedad de plantas que se usan en la alimentación, farmacología y como fragancias, ya sea en cosmetología o para aromatizar el ambiente. Los ejemplos de estas plantas y el contenido de los aceites esenciales que

contienen en mayor cantidad se muestran en la tabla 1 (Leung y Foster, 1996).

column SUPELCOWAX™ 10, 30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 μm (24079)
oven 50 °C (2 min.), 2 °C/min. to 230 °C (1 min.)
det. FID
carrier gas helium, 20 cm/sec @ 155 °C
injection 0.2 μL, 100:1 split
sample neat oil

- | | |
|---------------------|-------------------------|
| 1. α-Pinene | 9. Guaia-6,9-diene |
| 2. β-Pinene | 10. Citronellyl formate |
| 3. Limonene | 11. α-Terpineol |
| 4. cis-Rose oxide | 12. Geranyl formate |
| 5. trans-Rose oxide | 13. Citronellol |
| 6. Menthone | 14. Geraniol |
| 7. Isomenthone | 15. Geranyl butyrate |
| 8. Linalool | 16. Geranyl tiglate |

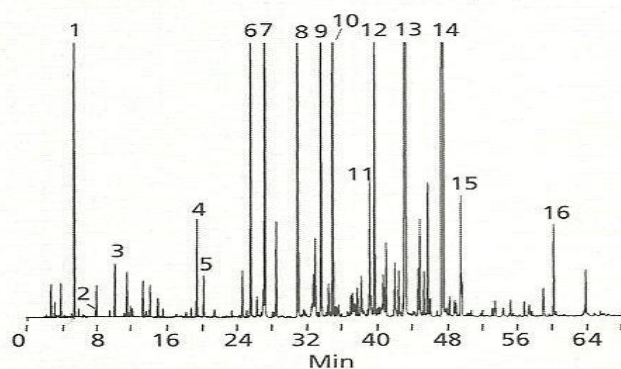


Figura 13. Ejemplo de un cromatograma de geranio, para identificar los aceites esenciales por medio del cromatógrafo de gases acoplado a masas (Supelco, 2007-2008).

Tabla 1. Ejemplo de las plantas que se utilizan comercialmente y contienen compuestos volátiles.

Nombre común	Nombre científico	Compuestos volátiles (%)	Parte de la planta
Ajo	<i>Allum sativum</i>	0.1-0.36	raíces
Albahaca	<i>Ocimum basilicum</i>	0.08-2.6	hojas
Árnica	<i>Arnica montana</i>	0.3-1	toda la planta
Anís	<i>Pimpinella anisum</i>	1-4	frutos
Canela	<i>Cinnamon zeylanicum</i>	1-4	corteza
Cilantro	<i>Coriandrum sativum</i>	0.2-2.6	frutos
Comino	<i>Cuminum cyminum</i>	2-5	frutos
Damiana	<i>Turnera diffusa</i>	0.5-1	hojas
Estragón	<i>Artemisia dracunculus</i>	0.25-1	hojas
Galbano	<i>Ferula gummosa</i>	5-23	exudado del tallo
Jengibre	<i>Zingiber officinale</i>	0.25-3.3	raíces
Manzanilla	<i>Matricaria recutita</i>	0.24-1.6	flores
Orégano	<i>Origanum vulgare</i>	0.1-1	hojas
Perejil	<i>Petroselinum crispum</i>	2-7	semillas
Romero	<i>Rosmarinus officinalis</i>	0.5	toda la planta
Tomillo	<i>Thymus vulgaris</i>	0.8-2.6	hojas

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Al Di Cara, Jr. 1983. Essential Oils. In Encyclopedia of Chemical Processing and Design. McKetta, J.J. (Ed.) Marcel Dekker, Inc., USA. Vol. 19, 352-381.
2. Apuntes del curso de aromaterapia y material suministrado por Homeopatía Tintura de Sol. 2005. 18-20 pp.
3. Ayala-Zavala, J., Villegas-Ochoa, M., Cuamea-Navarro, F., González-Aguilar, G. 2005. Compuestos volátiles de origen natural. Nueva alternativa para la conservación. 315-330 pp.
4. Baratta, M.T.; Dorman, H.J.D.; Deans, S.G.; Figueiredo, A.C.; Barroso, J.G.; Ruberto, G. 1998. Antimicrobial and antioxidant properties of some commercial essential oils. Flavour Fragr. J. 13, 235-244.
5. Bezdolny, N.I., Kostylev, V.P. 1994. Plant for Processing Vegetal Stock. U.S. Patent 5,372,680, Dec. 13.
6. Burillo, J. (Ed.) Investigación y experimentación de plantas aromáticas y medicinales en Aragón: Cultivo, transformación y analítica. 2003. Gobierno de Aragón, Depto. de Agricultura, Dirección General de Tecnología Agraria, Zaragoza, España.
7. Burt, S. 2004. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods a review. International Journal Food Microbiology, 94: 223-253.
8. Cadby, P.A., W.R. Troy, M.G.H. Vey. 2002. Consumer exposure to fragrance ingredients: Providing estimates for safety evaluation. Regul. Toxicol. Pharmacol., 36:246-252.
9. Cerpa, M. 2007. Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización. Tesis doctoral, Universidad de Valladolid, Valladolid, España. 8-19 pp.

10. Cogat, P.O. 1995. Apparatus for Separating Biochemical Compounds from Biological Substances. U.S. Patent 5,478,443, Dec. 26.
11. Domínguez, X.A. 1985. Métodos de investigación fitoquímica. Ed. Limusa, México. 229-239 pp.
12. Essential Oils. 1993. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 4Th Ed.; Wiley & Sons. New York, USA, Vol. 17, pp 1-60.
13. García, M. 2008. Guía de aromaterapia. La salud a través de los aceites esenciales. Segunda edición. España: el mundo del bienestar, 20-25 pp.
14. Günther, E. 1948. The Essential Oils. Vol. 1: History and origin in Plants Production Analysis. Krieger Publishing: New York, USA.
15. Heath, H.B. and Reineccius, G. 1986. Flavor Chemistry and Technology. AVI. Publishers, USA.
16. Heath, H.B., Reineccius, G. 1986. Flavor Chemistry and Technology. AVI Publishers, USA.
17. Huerta, C. 1997. Orégano mexicano: oro vegetal. Biodiversitas. Bol. CONABIO, 8-13 pp.
18. Isman, M.B. 2000. Plant essential oils for pest and disease management. Crop Protection, 19, 603-608.
19. Lahlou, M. 2004. Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils. Phytother. Res., 18,435-448.
20. Leng, A., Foster, S. 1996. Encyclopedia of common natural ingredients used in food, drugs and cosmetics. Ed. A Willey-Interscience Publ. 2nd Ed. 649 p.
21. Lillo, P. 2001. El aceite en el mediterráneo antiguo. Revista Murciana de Antropología, No 7:57-75.

22. Moretti, M.D.L. Sanna-Passino, G. Demontis, S. Bazzoni, E. 2002. Essential oil formulations useful as a new tool for insect pest control. *AAPS PharmSciTech*, 3(2), 13.
23. Muñoz, F. 2003. *Plantas medicinales y aromáticas: Estudio, cultivo y procesado*. 4ª Reimpresión. Ediciones Mundi-Prensa: Madrid, España.
24. Ortega-Nieblas, M. M., Robles-Burgueño, M. R., Acedo-Feliz, E., González-León, A., Morales-Trejo, A., Vázquez-Moreno, L. 2011. Composición química y actividad antimicrobiana del aceite esencial de orégano (*Lippia palmeri* S. WATS). *Revista Fitotecnia Mexicana*. Vol. 34(1):11-17.
25. Ortuño, M. F. 2006. *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes*. España: Aiyana.
26. Palomino, A. y Cerpa, M. 1999. Hidroextracción de los aceites esenciales. *Memorias de la IV Reunión de Fenómenos de Transporte*. Callao, Perú.
27. Parry, E. J. 1921. *The Chemistry of Essential Oils and Artificial Perfumes*. 4th Edition. Van Nostrand Co., NY, USA.
28. Peter, K.V. 2004. *Handbook of Herbs and Spices*. Woodhead Publishing Limited: London, England.
29. Regnault-Roger, C. Philogéne, B.J.R., Vincent, C. 2004. *Biopesticidas de origen vegetal*. 1ª Edición en español. Ediciones Mundi-Prensa: Madrid, España.
30. Rolando, A., Díaz, R., Puerta, A. 2007. Aceite esencial de orégano: tratamiento por digestión anaeróbica de los residuos generados en su obtención. *Rev. Bras. Agroecología*, 966-969 pp.

31. SEMARNAT. 2008. Manual que establece los criterios técnicos para el aprovechamiento sustentable de recursos forestales no maderables de clima árido y semiárido. Subsecretaría de Fomento y Normatividad Ambiental, Dirección General del Sector Primario y Recursos Naturales Renovables. México. 24-28 p.
32. Supelco Catálogo. 2007-2008. Productos para cromatografía, análisis y purificación, Sigma-Aldrich. 334. p.
33. Teuscher, E. Anton, R. Lobstein, A. 2005. Plantes Aromatiques. Épices, aromates, condiments et huiles essentielles. Editions Tec & Doc, Paris, France.
34. Ziegler, E., Ziegler, H. Flavourings.1998. Wiley-VCH Verlag GmbH: Berlín, Germany.

LA OBRA DE DIVULGACIÓN

Procedimientos para la extracción de aceites esenciales en plantas aromáticas

Es una edición del Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. Se terminó de imprimir en La Paz, B.C.S., en el mes de agosto de 2012. En su composición se usó tipografías Cambria y Arial de tamaños diferentes. El cuidado electrónico y la edición final estuvieron a cargo del Dr. Bernardo Murillo Amador. Su tiraje fue de 500 ejemplares. La obra corresponde a los productos esperados y comprometidos del megaproyecto SAGARPA-CONACYT (2009-II, clave 126183) intitulado “INNOVACIÓN TECNOLÓGICA DE SISTEMAS DE PRODUCCIÓN Y COMERCIALIZACIÓN DE ESPECIES AROMÁTICAS Y CULTIVOS ÉLITE EN AGRICULTURA ORGÁNICA PROTEGIDA CON ENERGÍAS ALTERNATIVAS DE BAJO COSTO”.