



UNIVERSIDAD DE JAÉN

Escuela Politécnica Superior de Linares

Trabajo Fin de Grado

**EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDOS
DE COMPUESTOS DE VALOR AÑADIDO**

Alumno: Rafael Soler Gallardo

Tutor: Antonio J. Ortiz Hernández

Depto.: Química Inorgánica y Orgánica

Julio, 2021

UNIVERSIDAD DE JAÉN

Escuela Politécnica Superior de Linares

TRABAJO FIN DE GRADO

Grado en Ingeniería Química Industrial

**EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDOS DE
COMPUESTOS DE VALOR AÑADIDO**

Alumno: Rafael Soler Gallardo

Tutor: Antonio José Ortiz Hernández

Departamento: Química Inorgánica y Orgánica

Firma Alumno:

Firma Tutor:



Fdo: Rafael Soler Gallardo
DNI: 26253202-J

ÍNDICE

1.	Resumen	7
2.	Abstract	7
3.	Introducción	8
3.1.	Uso de los aceites esenciales	8
3.2.	Técnicas de extracción	9
3.3.	Fundamento del Ultrasonidos	14
3.4.	Extracción de aceite esencial asistida por Ultrasonidos	16
4.	Objetivos	17
5.	Materiales y métodos	18
5.1.	Materiales y reactivos	18
5.1.1.	Reactivos	18
5.1.2.	Material vegetal	18
5.1.3.	Materiales	18
5.2.	Aparatos e Instrumentación	19
5.2.1.	Aparatos	19
5.2.2.	Instrumentación	22
5.3.	Procedimiento experimental	26
5.3.1.	Extracción de aceite esencial mediante Hidrodestilación	26
5.3.2.	Extracción de aceite esencial mediante Baño Ultrasonidos	27
5.3.3.	Extracción de aceite esencial mediante Sonda Ultrasonidos	29
6.	Resultados y discusión	30
6.1.	Rendimientos de extracción	31
6.1.1.	Rendimientos de extracción en Hidrodestilación	31
6.1.2.	Rendimientos de extracción en Baño Ultrasonidos	32
6.1.3.	Rendimientos de extracción en Sonda Ultrasonidos	33
6.2.	Composición de las muestras estudiadas	35
6.3.	Estructuras moleculares	47
7.	Conclusiones	51
8.	Bibliografía	52

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1: <i>Muestra sin tratar y tratada con ultrasonido</i>	15
Figura 2: <i>Reactivos empleados</i>	18
Figura 3: <i>Balanza analítica</i>	19
Figura 4: <i>Equipo rota vapor empleado en la eliminación de disolventes</i>	20
Figura 5: <i>Picadora empleada para triturar muestra</i>	20
Figura 6: <i>Baño Ultrasonidos</i>	21
Figura 7: <i>Marcador Baño Ultrasonidos</i>	21
Figura 8: <i>Sonda Ultrasonidos</i>	22
Figura 9: <i>Cromatógrafo de gases(GC) Agilent 7820A</i>	24
Figura 10: <i>Focus GC-DSQ II GC-MS Thermo Scientific</i>	24
Figura 11: <i>Muestra molida</i>	27
Figura 12: <i>Separación de fases mediante vacío</i>	28
Figura 13: <i>Embudo de decantación durante la fase de separación</i>	29
Figura 14,15,16,17: <i>Estructuras moleculares</i>	47

ÍNDICE TABLAS

Tabla 1: <i>Rango de temperaturas por etapas (Cromatógrafo de gases)</i>	23
Tabla 2: <i>Programa empleado por el Espectrómetro de masas</i>	25
Tabla 3: <i>Rendimientos de extracción de aceite esencial lavanda obtenidos mediante hidrodestilación</i>	31
Tabla 4: <i>Rendimientos de extracción de aceite esencial lavanda obtenidos mediante Baño Ultrasonidos</i>	33
Tabla 5: <i>Rendimientos de extracción de aceite esencial lavanda obtenidos mediante Sonda Ultrasonidos</i>	34
Tabla 6: <i>Comparación diferentes rendimientos de extracción en funcion del tiempo</i>	35
Tabla 7: <i>Componentes muestra Baño Ultrasonidos 22'5 minutos</i>	36
Tabla 8: <i>Componentes muestra Baño Ultrasonidos 25 minutos</i>	37
Tabla 9: <i>Componentes muestra Baño Ultrasonidos 27'5 minutos</i>	38
Tabla 10: <i>Componentes muestra Hidrodestilación 30 minutos</i>	39
Tabla 11: <i>Componentes muestra Hidrodestilación 60 minutos</i>	40
Tabla 12: <i>Componentes muestra Hidrodestilación 90 minutos</i>	41
Tabla 13: <i>Componentes muestra Hidrodestilación 120 minutos</i>	42
Tabla 14: <i>Componentes muestra Sonda Ultrasonidos 15% potencia</i>	43
Tabla 15: <i>Componentes muestra Sonda Ultrasonidos 20% potencia</i>	44
Tabla 16: <i>Componentes muestra Sonda Ultrasonidos 30% potencia</i>	45
Tabla 17: <i>Componentes muestra Sonda Ultrasonidos 40% potencia</i>	46
Tabla 18: <i>Comparación de los componentes presentes en las diferentes muestras</i>	48

ÍNDICE GRÁFICAS

Gráfica 1: *Variación del rendimiento de extracción de aceite esencial de lavanda mediante hidrodestilación en función del tiempo.....*32

Gráfica 2: *Variación del rendimiento de extracción de aceite esencial de lavanda mediante Baño Ultrasonidos en función del tiempo.....*33

Gráfica 3: *Variación del rendimiento de extracción de aceite esencial de lavanda mediante Sonda Ultrasonidos en función de la potencia.....*34

1. RESUMEN

El uso de la radiación ultrasónica en las nuevas tecnologías, abre un amplio espectro en disciplinas tales como la sonoquímica, la síntesis de nuevos materiales o en la extracción de compuestos orgánicos. Este trabajo fin de grado trata sobre el uso de la técnica de ultrasonidos para la extracción de aceites esenciales.

En primer lugar, el objetivo principal del trabajo es comprobar la viabilidad de la obtención de aceites esenciales mediante el uso de ultrasonidos. Además, se procede a estudiar varios puntos: rendimientos de extracción para diferentes métodos, composición de cada una de las muestras y finalmente una comparación de dicha composición.

Una vez se han realizado los diferentes ensayos, se llega a la conclusión de que la extracción mediante el uso de ultrasonidos no es viable debido a la extracción de un mayor número de componentes, los cuáles, han de ser separados posteriormente de nuestro objetivo (aceite esencial) produciéndose un gran incremento en el coste de la operación de obtención del aceite.

2. ABSTRACT

Advances in ultrasound (US) radiation techniques are making the technology appear more useful in disciplines such as sonochemistry, the synthesis of new materials or the extraction of organic compounds. During this study, we implemented the use of the US technique for the extraction of essential oils.

First of all, the main target of this study is to verify the viability of getting essential oils with the ultrasound. Also, we are going to study different points: extraction yields for different methods, the composition of each one of the samples and finally a cross- check of this composition.

Once the different tests have been carried out, it is concluded that the extraction through the use of ultrasound is not successful mainly due to the extraction of a greater number of components, which, have to be separated, afterward, from our objective producing a great increase in the cost of the operation to obtain the oil.

3. INTRODUCCIÓN

Como aceite esencial se entiende a la fracción líquida volátil, generalmente obtenida por destilación por arrastre con vapor de agua, que contiene las sustancias responsables del aroma de las plantas, y que actualmente tienen tanta importancia a nivel cosmético, alimenticio y farmacéutico. Se trata de un líquido aromático, fluido o espeso, de color variable en función de las plantas de las que haya sido extraído, formados por mezclas complejas de hasta 100 componentes, como pueden ser:

- Compuestos alifáticos de bajo peso molecular como alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres y ácidos.
- Monoterpenos y sesquiterpenos, derivados del ácido mevaloénico.
- Compuestos fenil-propanoides.

Dichos aceites cumplen un papel significativo en la naturaleza ya que ayudan a la reproducción y dispersión de las especies vegetales debido a la atracción que crean sobre insectos polinizadores. Además, poseen numerosas propiedades medicinales como las que se citan a continuación:

- Poder antiséptico ante bacterias y hongos debido a componentes como el linalol, geraniol o citral.
- Propiedades irritantes.
- Acción espasmolítico y sedante, ayudan a reducir los espasmos gastrointestinales ya que intensifican la secreción gástrica.
- Efecto colagogo y colerético ya que facilitan la expulsión de la bilis retenida en la vesícula biliar. Sin embargo, no todos los aceites esenciales poseen dicha propiedad.

3.1 Usos de los aceites esenciales

Al tratarse de sustancias con una concentración muy elevada, deben ser diluidas en aceites vegetales, agua o arcilla para su uso. Su uso puede llevarse a cabo de tres maneras diferentes [1]:

- a) **Inhalación:** mediante el uso de un difusor o añadiendo el aceite en agua caliente para inhalar el vapor, siendo ésta una de las formas más seguras de utilizar. Este método es el empleado para la aromaterapia.

- b) **En la piel:** la gran mayoría de los aceites no pueden emplearse directamente sobre la piel ya que resultan perjudiciales al contacto directo con la misma, existen algunas excepciones como los aceites esenciales de lavanda, manzanilla y árbol de té. La aplicación de aceites esenciales en la piel permite hidratarla y nutrirla a la vez que se estimula la circulación, favorece a la desaparición de la celulitis y mejora la elasticidad y firmeza de la piel.
- c) **Ingerido:** pueden ser ingeridos en forma de píldora, pero debe ser bajo la supervisión de un médico.

3.2 Técnicas de extracción

Para la extracción de aceites esenciales se han ido desarrollando diferentes tipos de técnicas, desde la hidrodestilación convencional hasta la hidrodestilación asistida con ultra sonidos o microondas. A continuación, se detallan las técnicas más empleadas para dicho fin:

- 1) **Hidrodestilación:** el principal objetivo de la hidrodestilación es extraer los componentes más volátiles de la muestra. Para ello la muestra y el agua, la cual actúa como agente extractor, se encuentran en el mismo recipiente. El procedimiento llevado a cabo consiste en lo siguiente: llenamos el recipiente con la muestra a la que queremos extraer el aceite esencial. Una vez añadida, esta es cubierta con agua, nos cercioramos de que el recipiente quede bien sellado para evitar la pérdida de muestra porque se nos escape el vapor. El recipiente es calentado mediante una placa calefactora hasta que el agua llega a ebullición, en ese instante, el conjunto de vapores es recogido y posteriormente separado, obteniendo así el aceite esencial.

Las ventajas e inconvenientes de dicha técnica son:

- **Ventajas:** el tamaño de partícula de la muestra nos es irrelevante, ya que no nos afecta y el montaje para llevarla a cabo es sencillo.
- **Inconvenientes:** Los aceites esenciales contienen ciertos componentes que pueden dificultar su extracción mediante esta técnica, como por ejemplo los

ésteres, los cuales se pueden hidrolizar; o como los fenoles, que al ser solubles en agua no pueden recuperarse con facilidad provocando que sea una operación lenta.

- 2) **Destilación por arrastre de vapor:** Es uno de los métodos más comunes en la obtención de aceites esenciales. Su objetivo principal es la obtención de los componentes más volátiles de la muestra haciendo pasar una corriente de vapor a través de ella. Una vez el vapor se ha enfriado y condensado, se obtiene un líquido con dos fases inmiscibles que son la fase acuosa y la fase orgánica (aceite esencial) y las cuales se separan mediante decantación.
- 3) **Extracción con CO₂ supercrítico:** Esta técnica consiste en hacer pasar una corriente gaseosa de CO₂ sobre la muestra, de forma que las glándulas que contiene el aceite se rompen obteniéndose así una gran cantidad de esencia. El principal inconveniente de este método es su coste.
- 4) **Extracción con líquidos iónicos:** Un estudio referente a la extracción de aceite esencial, se realizó comparando la extracción con diferentes disolventes, comparando disolventes convencionales con el uso de líquidos iónicos como: Cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio, Cloruro de 1-alil-3-etilimidazolio y Bromuro de 1-butil-3-metilimidazolio. Los resultados que se obtuvieron en este estudio fueron los siguientes: con los disolventes convencionales como hexano, diclorometano y etanol, se obtuvieron unos rendimientos de 3'34%, 3'6% y 3'81% en un tiempo de 90 minutos, mientras que con los líquidos iónicos se obtuvo un rendimiento mayor, de aproximadamente un 9'5% en un tiempo de 30 min. En contra a las dos ventajas obtenidas (disminución del tiempo de extracción y aumento del rendimiento), cabe destacar el incremento económico que supondría el uso de los líquidos iónicos como disolventes. [2]
- 5) **Maceración:** Se trata de un procedimiento muy sencillo, el cual consiste en introducir la planta triturada o machacada para así romper las glándulas del aceite, una vez machacada o triturada, se introduce en un aceite base donde se mantiene entre 4-6 semanas para completar la extracción.

6) **Hidrodestilación asistida con ultrasonidos:** Se trata de una técnica convencional, ya que fue en el año 1950 cuando se usó por primera vez para la elaboración de cerveza a partir de lúpulo. Como resultado se obtuvo una reducción del 40% en el uso de lúpulo manteniendo las calidades de la cerveza.

También ha sido empleada para la extracción de aceite de cacahuete con hexano como disolvente, donde el resultado obtenido fue una extracción 2'76 veces más eficiente, controlada y en un tiempo mucho más reducido.

En relación con la sonicación de componentes vegetales, debe de tenerse en cuenta que, si se lleva a cabo la sonicación durante un tiempo prolongado, puede provocar la degradación del extracto. A su vez si se usa un gas inerte como Argón o Nitrógeno para burbujear la muestra, el límite de cavitación y la energía de colapso se reduce, al igual que la oxidación de especies. Uno de los parámetros importantes en la medida de la afinidad de las muestras vegetales con el disolvente es el índice de hinchazón, el cual mide el crecimiento de las partículas cuando se ha introducido la muestra en el disolvente y este se introduce en su interior para reponer la pérdida de agua, tras un tiempo el material ha sufrido un incremento de su tamaño.

Hoy en día los estudios para la investigación de experimentos con ultrasonidos pueden ser realizados en laboratorio, ya que hasta ahora se ha intentado producir reactores de extracción asistida con ultrasonidos, pero no es asequible económicamente.

La extracción asistida con ultrasonidos tiene una serie de ventajas frente a procesos de extracción convencional:

- Mejora de la transferencia de masa.
- Mejora de la penetración en las células y disrupción celular.
- Mejora del rendimiento de extracción.
- Incremento de extracción de polisacáridos.
- Mejor selectividad en el proceso de extracción.
- Reducción del tiempo de extracción cuando la muestra es pretratada con ultrasonidos. [3]

7) **Hidrodestilación asistida con microondas:** Se trata de una técnica más actual que la hidrodestilación asistida por ultrasonidos. Fue en el año 1968 cuando Gedye y Guiguere hicieron uso de la energía de microondas para la síntesis orgánica; Ganzler, por otro lado, hizo uso de dicha energía para llevar a cabo la extracción de matrices biológicas en la preparación de muestras analíticas. La interacción de las microondas depende del tipo de material con el que se pongan en contacto. De esta forma, los materiales se pueden clasificar en:

- **Material opaco:** Se trata de un material que refleja las ondas electromagnéticas. Es decir, no las deja pasar. Son materiales conductores con electrones libres, al igual que los materiales metálicos.
- **Material transparente:** Este tipo de material refleja y absorbe las ondas electromagnéticas, permitiendo el paso de las ondas de la región de las microondas.
- **Material absorbente:** materiales con propiedades en el rango desde conductores hasta aislantes, absorben la radiación electromagnética y la convierten en energía en forma de calor, este es el material utilizado en la extracción asistida con microondas.

La eficiencia del calentamiento por microondas depende de una serie de factores como la frecuencia, la temperatura y de la habilidad de la muestra por absorber la energía electromagnética. La energía del fotón de microondas trabaja en el intervalo de energía entre $3,78 \cdot 10^{-6}$ hasta $1,01 \cdot 10^{-5}$ eV, la cual no afecta a la estructura molecular, ya que es una energía menor que la energía de ionización de enlaces químicos la cual se encuentra entre 3 y 8 eV.

En el caso de llevar a cabo una extracción de aceites esenciales asistida con microondas, la muestra debe contener agua, en caso de tratarse de una muestra seca, ésta debe ser rehidratada. Una de las principales ventajas de la extracción asistida con microondas es el bajo consumo energético y el poco tiempo de extracción. En adición, el rendimiento y composición de los aceites se mantienen cercanos a los obtenidos con la hidrodestilación clásica.

Teniendo en cuenta todo lo citado anteriormente, los principales parámetros que afectan a la extracción de aceite esencial asistida por microondas son:

- Contenido de agua en la muestra usada para la extracción.
- Potencia del microondas.
- Tiempo de extracción.

Las principales ventajas que ofrece trabajar con la extracción asistida con microondas frente a procesos convencionales son:

- Mejora la seguridad y condiciones de trabajo de los operadores.
- Permite el uso de combustibles renovables no fósiles.
- Es una operación totalmente automatizada.
- Calentamiento más efectivo y selectivo.
- Proceso libre de disolvente puede ser fácilmente llevado a cabo haciendo uso del microondas.
- Disminuye el gradiente térmico, tamaño de partícula y operaciones unitarias.
- El calor selectivo de la materia frente al disolvente mejora el mecanismo de extracción y determina el incremento del rendimiento de extracción y la disminución del tiempo de extracción.

De igual manera, el uso de la radiación microondas, también tiene una serie de desventajas en la extracción de componentes volátiles como:

- Al calentar toda la materia al mismo tiempo, aunque la temperatura del material no supere los cien grados centígrados, cuando el agua cambia de líquido a vapor de manera tan violenta, tiene dos efectos: efecto deshidratante y provoca la rotura de las paredes celulares.
- Al dañarse y romperse las paredes celulares, se obtiene un mayor número de componentes volátiles respecto a técnicas de extracción convencional.
- La muestra debe estar hidratada antes del proceso de extracción.
- Se debe tener en cuenta que la potencia del microondas está relacionada con el tamaño y peso de la muestra.

- Un exceso de energía provoca la pérdida de compuestos volátiles y degradación de compuestos bioactivos.

[3]

3.3 Fundamento del Ultrasonidos

El ultrasonido, es una técnica cuyo objetivo es conseguir un efecto significativo en diferentes procesos químicos.

El uso de dicha técnica permite realizar procesos de larga duración, en minutos. A su vez, permite reducir el consumo de disolvente, reducción del consumo energético y de la manipulación y trabajo, todo esto frente a procesos convencionales como son la maceración, arrastre de vapor o hidrodestilación. [4]

La sonda de ultrasonidos genera ondas mecánicas con una frecuencia superior a 20 KHz, superando el umbral correspondiente al oído humano. A la hora de desarrollar este trabajo, se ha empleado tanto un baño como una sonda de ultrasonidos. Tanto sonda como baño, trabajan basándose en el fenómeno de cavitación, el cual consiste en procesos de expansión y colapso en la muestra, provocados por las ondas del ultrasonido.

A continuación, se enumeran algunas de las múltiples aplicaciones que presenta la sonicación:

- Proporcionar la energía necesaria para que tengan lugar ciertas reacciones químicas.
- Aplicaciones biológicas, como por ejemplo romper membranas celulares y así provocar la liberación del contenido celular situado en su interior.
- Aplicaciones médicas.
- Disolución de sólidos y eliminación de gases disueltos en líquidos.
- Otras aplicaciones como: nanotecnología, procesos de cristalización, paleontología.

Todo proceso donde se emplee el ultrasonido, tiene unos efectos físicos como:

- Fragmentación

Se produce principalmente por las colisiones entre las partículas de materia y las ondas de choque producidas por el colapso de burbujas de cavitación en el líquido.

Cuando el ultrasonido es aplicado en un medio líquido con la materia prima, se puede observar que se produce una fragmentación de dicha materia, que, comparado con otros métodos convencionales como la maceración, no aparece.

Esto se debe a que, al aplicar el ultrasonido, se produce una reducción del tamaño de partícula.

- Erosión

De igual manera que en el apartado 3.3.1, el uso del ultrasonido, provoca una erosión en la materia permitiendo un mejor acceso del agua (disolvente) en ella y mejorando así los rendimientos de extracción y solubilización.

- Efecto sonocapilar

Se define por efecto sonocapilar, al aumento de la profundidad y velocidad de penetración del líquido en la materia cuando ésta es sonicada.

- Sonoporación

Mayormente es aplicado en el ámbito de la biología y se emplea para la absorción celular en moléculas o para la destrucción celular. Principalmente, la sonoporación ayudaría a liberar el contenido celular.

A continuación se observa una comparación entre una molécula tratada con un método convencional (A) y otra molécula de la misma materia tratada con ultrasonido (B).

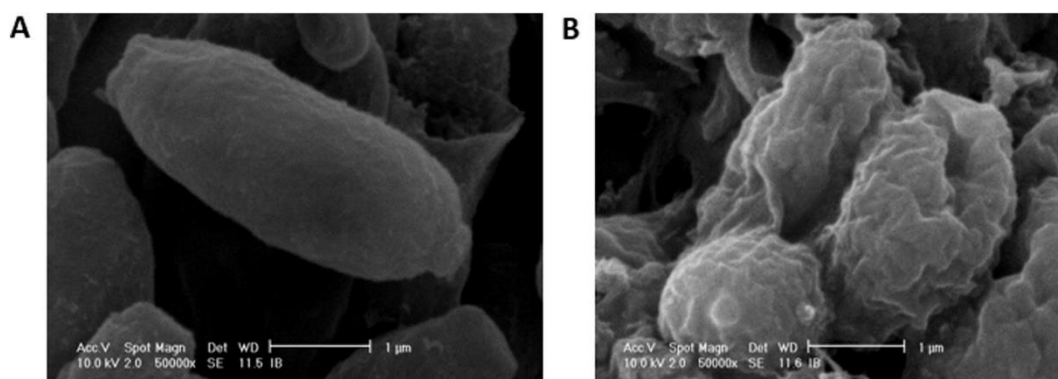


Figura 1. Comparativa de moléculas sin tratar (A) y tratada (B) con US

- Destexturación

Al aplicar el ultrasonido, se observa una destrucción en la estructura de la materia. Esto no afecta prácticamente a los rendimientos de extracción, pero si se ve afectada una mayor selectividad de terpenos y modificaciones físicas en las semillas tratadas. [4]

3.4 Extracción de aceite esencial asistida con ultrasonidos

Hoy en día existe una gran cantidad de estudios sobre la extracción de aceite esencial mediante la hidrodestilación asistida con ultrasonidos.

El empleo del ultrasonido afecta principalmente a la cavitación acústica, que consiste en la formación y crecimiento de burbujas hasta la implosión ocurrida durante la propagación de una onda ultrasonido en medio líquido. Cuando se trabaja a altas intensidades, se generan las burbujas de cavitación al superar las fuerzas de atracción entre moléculas. De igual manera, cuando dichas burbujas alcanzan un tamaño crítico, colapsan dando lugar un punto caliente transitorio y a su vez, generando chorros de alta velocidad de líquidos que producen daños en la superficie material. [4]

Un ejemplo es el estudio de la extracción de aceite esencial de la piel de naranja comparando una extracción convencional con una extracción asistida con ultrasonido. Los resultados fueron concluyentes en el sentido de que el tiempo para la obtención del aceite esencial mediante el método convencional, se veía reducido a un cuarto cuando se aplicaba el ultrasonido. A su vez, se observó que los rendimientos de extracción finales no mostraban diferencias significativas. [5]

4. OBJETIVO

El principal objetivo a lograr es comprobar la viabilidad de la extracción de aceite esencial de Lavanda (*Lavandula angustifolia*) mediante el empleo de ultrasonidos.

Para el desarrollo de este Trabajo Fin de Grado, se plantean los siguientes objetivos secundarios:

- Realizar un estudio sobre las diferentes formas de extracción de aceite esencial como serían: Hidrodestilación, Sonda ultrasonidos y Baño ultrasonidos.
- Estudiar la variación de los rendimientos de extracción con la variación de diferentes parámetros como son el tiempo de extracción en la hidrodestilación y baño ultrasonidos y la variación de la potencia en el caso de la sonda ultrasonidos.
- Llevar a cabo un análisis químico de los componentes de los aceites esenciales obtenidos en las diferentes extracciones.
- Establecer un estudio comparativo de los rendimientos de extracción y perfiles químicos obtenidos a través de los tres métodos de extracción de aceite esencial aplicados.

5. MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 Reactivos y materiales

➤ 5.1.1 Reactivos

Los reactivos empleados para el desarrollo de este trabajo fin de grado fueron los siguientes:

- Agua desionizada.
- Cloruro Sódico, Panreac, Barcelona, España
- n-Hexano (95%), Panreac, Barcelona, España
- Dietil-éter. VWR International.
- Sulfato de Magnesio deshidratado, Panreac, Barcelona, España

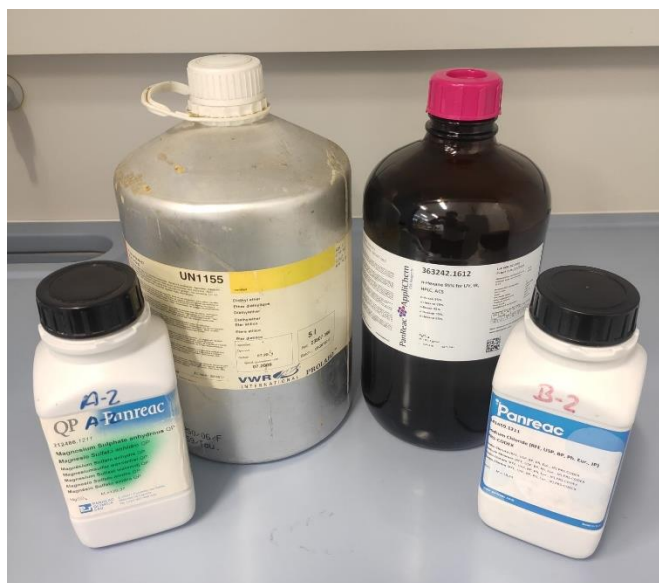


Figura 2 - Reactivos empleados.

➤ 5.1.2 Material vegetal

Aproximadamente 3kg de *Lavandúla angustifolia* recién cortada y procedente de las zonas ajardinadas de la Escuela Politécnica Superior de Linares, se extendieron sobre papel de filtro para un secado previo al proceso de extracción.

➤ 5.1.3 Materiales

A continuación, se enuncian los materiales empleados durante los procesos de extracción.

- Vasos de precipitado.
- Pipetas Pasteur.

- Embudos de decantación.
- Embudo Büchner.
- Kitasato.
- Pipeta 1ml.
- Matraz de fondo redondo.
- Bureta 100ml.

5.2 Aparatos e instrumentación

➤ 5.2.1 Aparatos

Los aparatos empleados, fueron los siguientes:

- **Balanza analítica.** Modelo EW-N/EG-N. Nos permite medir el peso de la muestra a tratar, la cantidad en gramos de aceite esencial obtenido. Esta balanza trabaja únicamente con dos decimales.



Figura 3 – Balanza analítica.

- **Rotavapor.** Se utiliza principalmente para la evaporación de disolventes. Permite trabajar bajo condiciones de presión de vacío y una velocidad de rotación baja. A la hora de usar el rotavapor para la eliminación de disolventes, se debe realizar vacío, para ello, se hace uso de la bomba (situada a la izquierda en la imagen, que

se adjunta a continuación) y a su vez se usa un circuito cerrado con líquido refrigerante, para evitar alcanzar altas temperaturas.

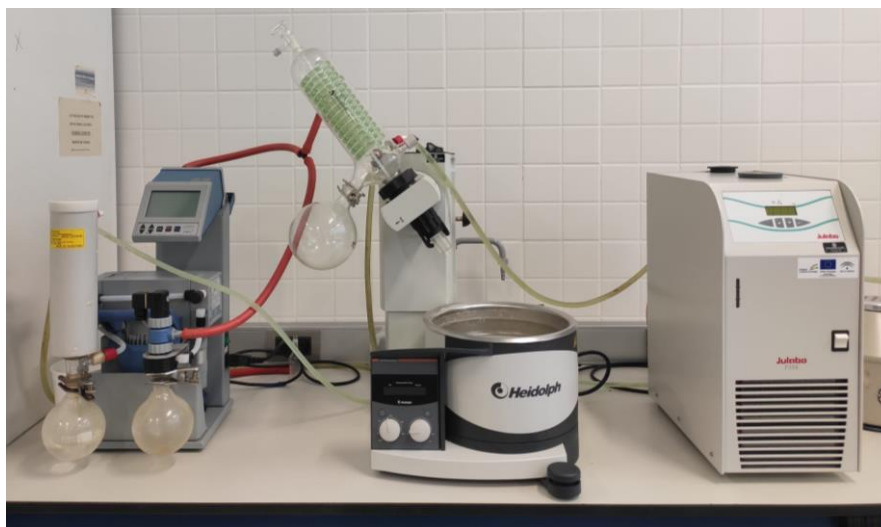


Figura 4 – Bomba de vacío, rotavapor y sistema de refrigeración.

- **Picadora de muestra.** Moulinex, España: Se caracteriza por tener una potencia 800W, una cuchilla doble de acero inoxidable y una única velocidad de giro. En nuestro caso, la picadora ha sido utilizada para triturar la muestra necesaria para el baño ultrasonidos y la sonda ultrasonidos.



Figura 5 – Picadora.

- **Baño ultrasonidos.** Modelo Hei-VAP Value Digital. Heidolph Instruments GmbH & CO. KG Walpersdorfer, Schwabach, Alemania: Este baño presenta las siguientes características: intervalo de temperatura de entre 20 y 210 °C con una exactitud de ± 1 °C, velocidad desde 20 a 280 revoluciones por minuto, capacidad

calorífica 1300W, temporizador, frecuencia 50/60 Hz, tensión 230V, voltaje de 1400W.

Su funcionamiento se basa principalmente en introducir el recipiente con la muestra a sonicar en su interior. El aparato se encuentra lleno de agua, propagando así las ondas, trabajando a frecuencias entre 30 KHz y 50 KHz. La sonicación mediante el baño se realiza a partir de un transductor, siendo éste el encargado de generar las ondas para provocar el fenómeno de cavitación y así extraer los componentes de la muestra.



Figura 6 - Baño Ultrasonidos.



Figura 7 - Marcador del baño Ultrasonidos.

- **Sonda ultrasonidos.** Modelo Sonoplus HD 3200, Bandelin, Berlín, Alemania: El aparato tiene las siguientes características: potencia máxima de 200W, frecuencia de 20 KHz, rango de ajuste de potencia entre 25 y 150 W regulable mediante un potenciómetro (1 a 60%).

La sonda (Length: ~130 mm; Tip diameter 25 mm) trabaja de manera diferente al baño ultrasónicos, ya que los parámetros que varían en la sonda es la potencia (%) y el tiempo, mientras que el baño ultrasónicos trabaja a una frecuencia de 20kHz. El procedimiento consiste en introducir la sonda en el interior del recipiente que contiene la muestra a tratar y el disolvente, lo que permite realizar de manera directa la sonicación en ella.

Las sondas tienen un precio más elevado que los baños ultrasónicos, ya que requiere materiales especiales. Se produce erosión de la punta de la sonda como consecuencia de la cavitación y esto puede llevar a dos problemas: contaminación de la muestra y pérdida de eficiencia.

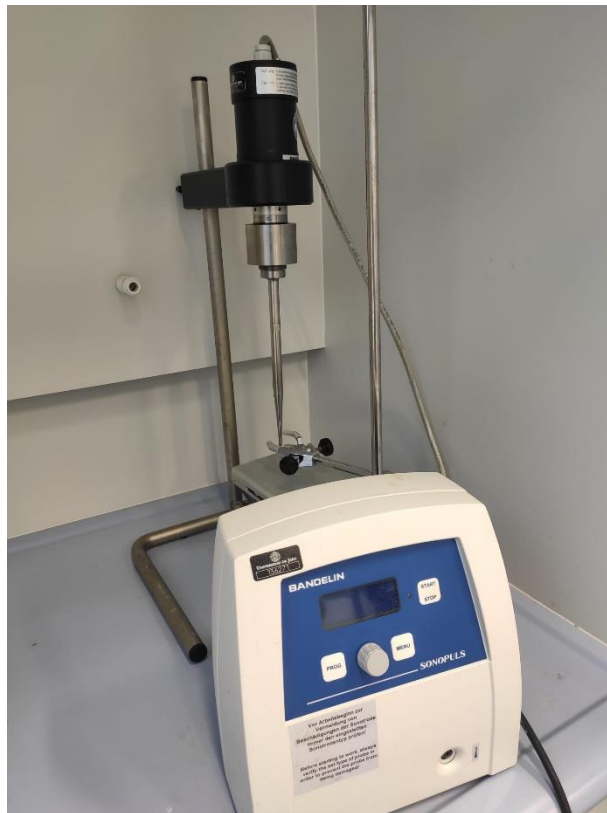


Figura 8 - Sonda ultrasónicos.

➤ **5.2.2 Instrumentación**

En el desarrollo de este trabajo, se han empleado los siguientes instrumentos:

- **Cromatógrafo de gases:** Se utilizó un cromatógrafo de gases (GC) Agilent 7820A con una columna HP-5 (Agilent, USA) de dimensiones 30mx0,25mmx0,2μm con

detector de llama(FID). La temperatura del inyector fue 250 °C, la del detector 300°C.

El programa de la columna fue:

Programa Cromatógrado de gases	
Temperatura inicial (°C)	50
Incremento de temperatura primer intervalo (°C /min)	5
Temperatura final primer intervalo (°C)	120
Incremento de temperatura segundo intervalo (°C /min)	30
Temperatura final (°C)	250
Temperatura máxima de trabajo (°C)	350
Tiempo de trabajo (min)	50

Tabla 1- Rango de temperaturas por etapas (Cromatógrafo de gases)



Figura 9. Cromatógrafo de gases(GC) Agilent 7820A.

- **Cromatógrafo gases/masas.**

El equipo utilizado fue un Focus GC-DSQ II GC-MS Thermo Scientific. El equipo consta de un cromatógrafo Focus II (Thermo Scientific) acoplado a un espectrómetro de masas DSQ II de cuadrupolo simple (Thermo Scientific). El cromatógrafo está equipado con un inyector split-splitless y una columna capilar DB-5 (30 m x 0.25mm, 0.25 μ m film).



Figura 10 - Focus GC-DSQ II GC-MS Thermo Scientific.

La principal función de dicho equipo, es la obtención de información cuantitativa sobre los componentes de la muestra, permitiendo así conocer la identidad y cantidad de los mismos. Para llevar el proceso a cabo se hace uso de un método llamado ``ExtractHD``, cuya forma de trabajo se especifica en la tabla de características del espectrómetro de masas.

En cuanto a la parte del ``gases``, tiene un tiempo de escaneo de 0,64 segundos. El radio de escaneo es 500 uma/s con una velocidad de 1,5649 escaneos por segundo. Desde que se pincha la muestra hasta que comienza a funcionar el equipo transcurren tres minutos y medio, trabaja en modo escaneo completo con un rango de masa molecular de entre 42 y 350. La fuente de iones se encuentra a 200 °C, siendo iones positivos con los que se trabaja. La identificación se hizo mediante su coincidencia con las bases de datos NIST y Wiley 275L.

Programa Espectrómetro de masas	
Tiempo de escaneo (s)	0,64
Radio de escaneo (uma/s)	500
Velocidad de escaneo (escaneo/s)	1,5649
Tipo de escaneo	Escaneo completo
Rango de masa molecular	42-350
Temperatura de la fuente de iones (°C)	200
Tipo de iones	+

Tabla 2- Programa empleado por el Espectrómetro de masas.

Por el otro lado, la parte del ``masas`` trabaja de la siguiente manera: comienza con una temperatura de 50 °C durante 1 minuto, a partir de ese minuto, se produce un ascenso de 5 °C por minuto hasta alcanzar una temperatura de 120 °C. Una vez alcanzada dicha

temperatura, aumentamos el ascenso de la temperatura a un radio de 30 °C por minuto hasta alcanzar los 250 °C y ahí se mantiene durante 20 minutos más. La temperatura máxima de trabajo se sitúa en 350 °C, necesita un tiempo de equilibrado del sistema de medio minuto y un tiempo anterior a comenzar el estudio de 10 minutos (prep-run)

5.3 Procedimiento experimental

En este punto se va a desarrollar los diferentes métodos de trabajo empleados en la obtención de aceite esencial de Lavanda, extracción de aceite esencial mediante hidrodestilación, extracción de aceite esencial con baño ultrasonidos y por último extracción de aceite esencial mediante sonda ultrasonidos.

➤ 5.3.1 Extracción de aceite esencial mediante hidrodestilación.

Para comenzar con dicho procedimiento, se pesa 130g de muestra, la cual ha permanecido entre 24 y 72 horas secando a temperatura ambiente. Una vez obtenida la cantidad de muestra deseada, el proceso de hidrodestilación se ha llevado a cabo en el laboratorio haciendo uso de una olla exprés con una salida donde se coloca el Clevenger empleado para recoger vapores condensados procedentes de la muestra y donde se hallan los componentes más volátiles (aceite esencial entre ellos).

En la olla, se añade agua desionizada suficiente para cubrir el fondo sin llegar a poner en contacto el agua con la muestra, de forma que, para conseguirlo, se ha hecho uso de una rejilla. Una vez introducida la muestra, se sella bien la olla para evitar que se pierda vapor por cualquier zona y se aumenta la temperatura para comenzar la extracción.

Se realizan extracciones a diferentes tiempos para comparar los rendimientos que se obtienen. Los tiempos de trabajo han sido de 30, 60, 90 y 120 minutos.

Transcurrido el tiempo de extracción, se recoge el vapor que ha condensado en el Clevenger, junto a una pequeña cantidad de dietil-éter.

En este momento, se coge un matraz de fondo redondo, se pesa sin añadir la muestra (aceite esencial + dietil-éter). Una vez obtenido peso del matraz, se tara la balanza para ponerla a cero. Se añade la muestra (aceite esencial + dietil-éter) en el matraz de fondo redondo y se lleva al rotavapor para eliminar el disolvente (dietil-éter). Cuando se ha conseguido eliminar todo el disolvente, se pesa de nuevo el matraz de fondo redondo, y el peso que obtenido, es la cantidad en gramos de aceite esencial obtenido mediante hidrodestilación.

Posteriormente, para el cálculo de los rendimientos de extracción, se ha hecho uso de la siguiente fórmula:

$$\text{Rendimiento (\%)} = \frac{\text{Cantidad de aceite esencial obtenido (g)}}{\text{Cantidad de muestra analizada (g)}} \cdot 100$$

Cuando se tienen calculados los diferentes rendimientos para los cuatro tiempos de extracción empleados, se representan en una gráfica la variación del rendimiento con la variación de tiempo.

➤ 5.3.2 Extracción de aceite esencial mediante baño ultrasonidos

Para llevar a cabo este método, la cantidad de muestra a estudiar, es aproximadamente 100g. La muestra ha estado secando entre 24 y 72 horas y tras esto, es molida. Cuando se obtienen los 100 gramos aproximadamente de muestra seca molida, ésta es introducida en un recipiente junto a 800mL de agua desionizada y llevada al baño ultrasonidos.



Figura 11 – Muestra molida.

En este proceso, se ha variado el tiempo de sonicación en el baño, al igual que en la hidrodestilación se produjo una variación en el tiempo de extracción para ver cómo afectaba a los rendimientos de extracción. Los diferentes tiempos de sonicación que se han empleado han sido de: 20, 22'5, 25 y 27'5 minutos.

Una vez se ha llevado a cabo la sonicación, se tiene que separar la fase sólida de la líquida, que es donde se encuentran los componentes deseados como el aceite esencial. Dicha separación se lleva a cabo haciendo uso de un embudo Buchner en condiciones de vacío.



Figura 12 – Separación de fases mediante vacío.

Una vez separadas las dos fases (líquida y sólida), el trabajo se centra en la fase líquida ya que es en ésta donde se encuentra el aceite esencial. El proceso llevado a cabo posteriormente, es una decantación donde es separada la fase etérea de la fase orgánica. Para ello, se introduce la muestra en el embudo de decantación, se añaden 60mL de dietil-éter y cloruro sódico (NaCl).

La muestra permanece durante 24 horas en el embudo de decantación. Transcurrido dicho tiempo, se procede a la separación de las fases, donde se trabaja con la etérea, ya que contiene el aceite esencial.

Una vez separada la fase etérea en un vaso de precipitado, se le añade Sulfato de Magnesio anhidro para eliminar los posibles restos de agua que ésta pueda contener.

Seguidamente, al igual que en la hidrodestilación, se coge un matraz de fondo redondo y se pesa antes de añadir la muestra. Una vez pesado, se tara la balanza para que quede a cero. La muestra es filtrada mediante un filtro de pliegues para pasar la muestra del vaso de precipitado al matraz de fondo redondo limpia de Sulfato de Magnesio o algún otro sólido. Tras pasar la muestra al matraz de fondo redondo, éste se lleva al rotavapor para la eliminación de todo el disolvente presente.

Terminado el proceso de eliminación del disolvente, el líquido restante en el matraz es el aceite esencial extraído mediante el baño ultrasónicos.

De nuevo se pesa el matraz con la muestra en su interior y el valor obtenido es la cantidad de aceite esencial en gramos que se ha extraído de los 100g de muestra molida.

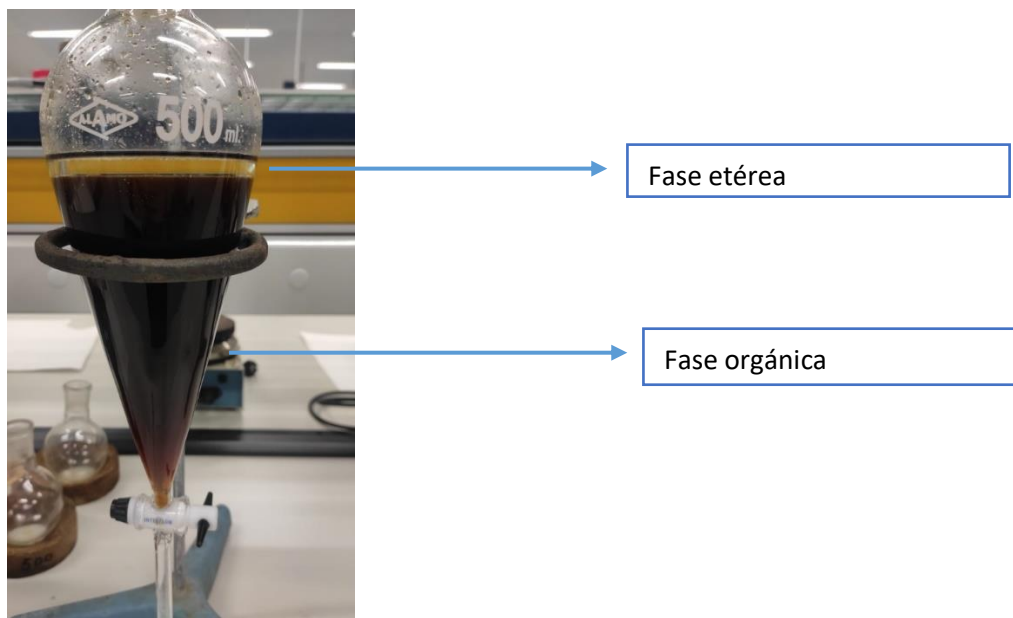


Figura 13 – Embudo de decantación durante el proceso de separación.

Al igual que en el proceso de extracción de aceite esencial mediante hidrodestilación, el rendimiento de extracción se calcula con la cantidad de aceite esencial obtenido y la cantidad de muestra total que se ha tratado. Aplicando la misma ecuación mencionada en el punto anterior.

➤ 5.3.3 Extracción de aceite esencial mediante Sonda ultrasónicos

Este proceso es prácticamente idéntico al realizado con el baño ultrasónicos. El tratamiento de la muestra es el mismo, se pesan aproximadamente 100g de muestra molida, la cual anteriormente ha permanecido entre 24 y 48 horas secando.

Una vez se pesan los 100g, estos son vertidos en un vaso de precipitado, donde se añaden 800mL de agua desionizada.

En el caso de la sonda ultrasónicos, se trabaja variando la potencia ya que la frecuencia de trabajo es constante. En nuestro caso, para un tiempo de cinco minutos de sonicación,

se ha variado la potencia de la sonda, trabajando así a potencias de 15%, 20%, 30% y 40%, estudiando así cómo afecta al rendimiento de extracción la variación de la potencia.

Una vez sonicada la muestra, al igual que en el baño, se tiene que separar la fase sólida de la fase líquida, lo cual se realiza mediante extracción a vacío con un Embudo Büchner. La fase líquida es llevada a un embudo de decantación, donde se mezcla con 60mL de dietil-éter y con una pequeña cantidad de Cloruro Sódico (NaCl). Se agita el embudo de decantación, se abre la llave con el embudo al revés, para evitar que se caiga la muestra y hacer que salgan los gases creados con la agitación. Posteriormente se deja reposar durante 24 horas.

Transcurrido este tiempo, la fase etérea (fase interesante ya que obtiene el aceite esencial) es separada de la fase orgánica. La fase etérea, que se encuentra en un vaso de precipitado, es mezclada con Sulfato de Magnesio deshidratado para eliminar posibles restos de agua presentes en la muestra.

En este momento, se coge un matraz de fondo redondo, se pesa y se tara la balanza. Haciendo uso de un filtro de pliegues, la fase etérea es introducida en el matraz de fondo redondo y llevada rotavapor para eliminar el disolvente presente. Una vez eliminado todo el disolvente, se pesa nuevamente el matraz y la cantidad en gramos obtenida, es la cantidad de aceite esencial extraída mediante el proceso de extracción con sonda ultrasonidos.

De la misma manera que en anteriores procedimientos, se estudia el rendimiento de extracción de aceite esencial para las diferentes muestras. Para su cálculo, al igual que en casos anteriores, se necesita la cantidad en gramos de aceite esencial obtenida y la cantidad en gramos de muestra tratada.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este punto del proyecto se trabaja con los resultados experimentales obtenidos en los diferentes métodos de extracción de aceite esencial. Los principales puntos a tratar son:

- Porcentaje del rendimiento de extracción.
- Composición y porcentaje correspondiente a cada componente en las diferentes muestras analizadas.
- Comparación de los componentes presentes en cada una de las muestras.

6.1 Rendimientos de extracción

A continuación, se exponen los resultados obtenidos para las diferentes muestras analizadas.

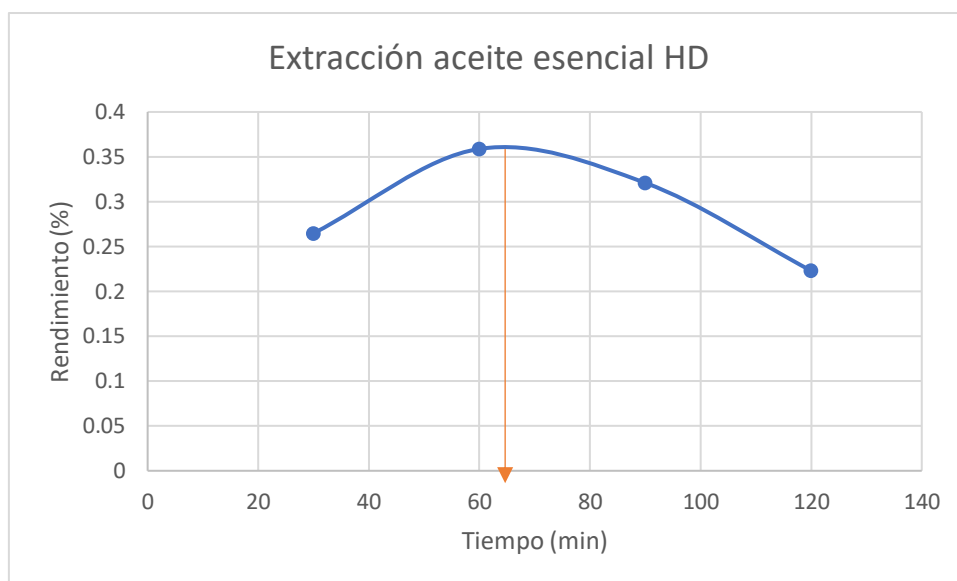
En primer lugar, se observa una tabla donde se encuentra la cantidad de muestra analizada, la cantidad de aceite esencial obtenido y el porcentaje del rendimiento de extracción. Cada tabla va acompañada de su correspondiente gráfica para comparar cómo se ve afectado el rendimiento de extracción en función del parámetro de estudio en cada caso.

➤ 6.1.1 Rendimientos de extracción para hidrodestilación.

El estudio comienza con la extracción de aceite esencial de lavanda mediante un método tradicional como es la hidrodestilación. La cantidad de muestra en los cuatro casos estudiados ha sido aproximadamente de 130 gramos y se ha analizado el rendimiento de extracción obtenido variando el tiempo de extracción.

Muestra	(g) Muestra	(g) Aceite esencial	(%) Rendimiento	(min) Tiempo	(%) Potencia
HD 30'	132,18	0,35	0,264	30	-
HD 60'	130,99	0,47	0,358	60	-
HD 90'	130,87	0,42	0,321	90	-
HD 120'	130,04	0,29	0,223	120	-

Tabla 3. Rendimientos de extracción de aceite esencial lavanda obtenidos mediante hidrodestilación.



Gráfica 1. Variación del rendimiento de extracción de aceite esencial de lavanda mediante hidrodestilación en función del tiempo.

En la gráfica correspondiente a dicho método de extracción, se puede observar que el rendimiento más elevado se obtiene a los sesenta minutos de extracción con un valor de: 0,3588%.

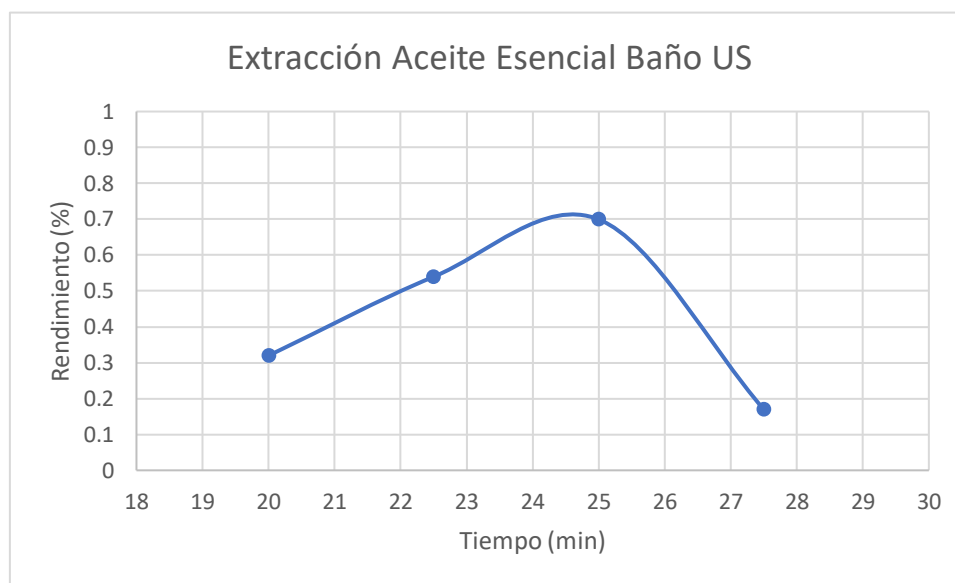
De igual manera podemos ver que hasta aproximadamente los sesenta y dos, sesenta y tres minutos de extracción la curva del rendimiento sigue creciendo y a partir de ahí el rendimiento de extracción comienza a descender.

➤ 6.1.2 Rendimiento de extracción de aceite esencial mediante Baño Ultrasonidos.

Al igual que en la hidrodestilación, se procede a estudiar la variación del rendimiento en función del tiempo de extracción. En este caso, la potencia del baño y la temperatura ha permanecido constante durante el tiempo que ha durado el estudio. Para las muestras del baño ultrasonidos, se cogen aproximadamente unos 100 gramos de muestra para cada caso.

Muestra	(g) Muestra	(g) Aceite esencial	(%) Rendimiento	(min) Tiempo	(%) Potencia
Baño US 20 min	100,12	0,32	0,319	20	-
Baño US 22'5 min	100,1	0,54	0,539	22,5	-
Baño US 25 min	100,1	0,7	0,699	25	-
Baño US 27'5 min	100,07	0,17	0,169	27,5	-

Tabla 4. Rendimientos de extracción aceite esencial lavanda mediante baño ultrasonidos.



Gráfica 2. Variación del rendimiento de extracción de aceite esencial de lavanda mediante baño ultrasonidos en función del tiempo.

En este tipo de extracción, se observa cómo hasta los veinticinco minutos de extracción aproximadamente la tendencia del rendimiento de extracción es ascendente y a partir de ahí, se produce un descenso elevado en el rendimiento.

En estas muestras, el rendimiento de extracción más elevado se obtiene a los veinticinco minutos de extracción mediante baño, con un valor de: 0,6993%. También se puede observar que, según la gráfica, el punto más elevado del rendimiento de extracción se encuentra justamente antes de los veinticinco minutos.

➤ 6.1.3 Rendimientos de extracción de aceite esencial mediante Sonda Ultrasonidos.

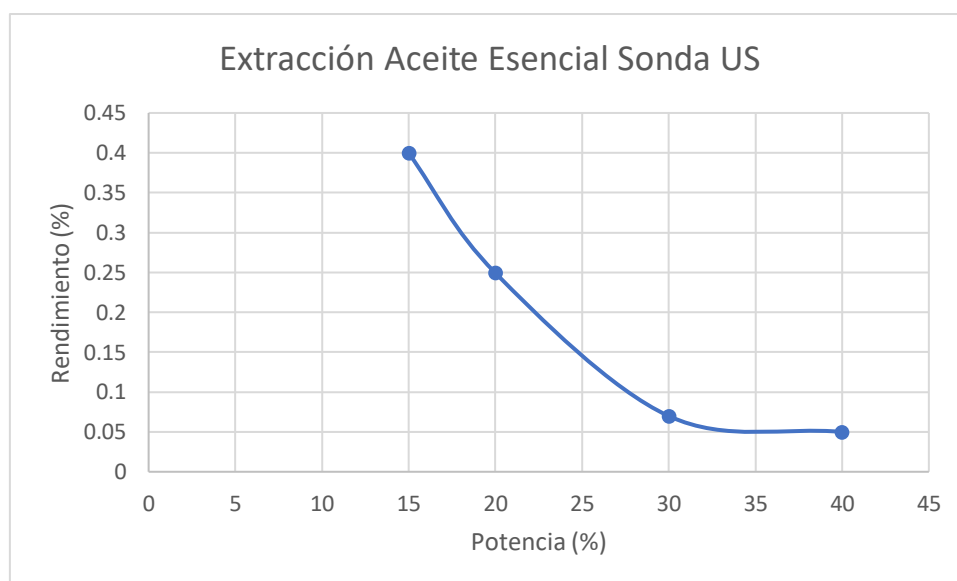
Por último, se procede a estudiar cómo se ve afectado el rendimiento de extracción de aceite con la variación de la potencia de la sonda ultrasonidos a un tiempo de extracción

constante. Al igual que el método anterior de extracción de aceite con baño ultrasonidos, la cantidad de muestra estudiada es aproximadamente de 100 gramos para cada caso.

En este caso, se decidió trabajar en función de la potencia ya que, al trabajar con la sonda, trabajamos a una frecuencia constante y únicamente podemos variar la potencia y el tiempo de extracción.

Muestra	(g) Muestra	(g) Aceite esencial	(%) Rendimiento	(min) Tiempo	(%) Potencia
Sonda 5' 15%	100,1	0,4	0,399	5	15
Sonda 5' 20%	100,29	0,25	0,249	5	20
Sonda 5' 30%	100,13	0,07	0,070	5	30
Sonda 5' 40%	100,09	0,05	0,050	5	40

Tabla 5. Rendimientos de extracción aceite esencial lavanda mediante sonda ultrasonidos.



Gráfica 3. Variación del rendimiento de extracción de aceite esencial de lavanda mediante baño ultrasonidos en función de la potencia.

En la extracción de aceite esencial de lavanda al contrario que en los casos anteriores que se ve una progresión ascendente en función del tiempo, en este caso se puede observar una progresión descendente conforme aumentamos la potencia de la sonda, hasta prácticamente estabilizarse el rendimiento de extracción a partir aproximadamente de los treinta y tres minutos de extracción.

En estos cuatro casos, el máximo rendimiento de extracción lo encontramos a los cinco minutos con una potencia del 15%, y un valor de: 0,3996%.

Muestra	(%) Rendimiento	(min) Tiempo
Baño US 20 min	0,319	20
Baño US 22'5 min	0,539	22,5
Baño US 25 min	0,699	25
Baño US 27'5 min	0,169	27,5
Sonda 5' 15%	0,399	5
Sonda 5' 20%	0,249	5
Sonda 5' 30%	0,070	5
Sonda 5' 40%	0,050	5
HD 30'	0,264	30
HD 60'	0,358	60
HD 90'	0,321	90
HD 120'	0,223	120

Tabla 6. Comparativa sobre diferentes rendimientos de extracción en función del tiempo.

6.2 Composición y porcentaje de componentes de las muestras analizadas

En este punto se analiza mediante el uso del GC-MS, la composición de todas y cada una de las muestras con las que se ha trabajado.

Comenzando por analizar los componentes de las muestras de aceite obtenidas en el baño ultrasonidos a diferentes tiempos de sonicación.

Baño US 22'30"			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
9,91	Cineol	91211041	0,388
11,89	Linalol	1213463869	5,161
13,26	Alcanfor	380604504	1,619
13,76	Ácido cinámico, o-hidroxi	831707605	3,538
14,29	p-Menth-1-en-4-ol	990002893	4,210
14,72	2,6-Dimetil-3,7-Octadieno-2,6-diol	1248516288	5,310
16,6	2,6-Dimetil-1,7-Octadieno-3,6-diol	1222065646	5,198
17,84	Hidrocumarina	5209085184	22,157
18,38	Cumarina	9463514085	40,253
19,87	7-Metoxi Cumarina	2859993417	12,165
Área total	23510164532		

Tabla 7. Componentes muestra Baño Ultrasonidos 22'5 minutos.

Baño US 25'			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
9,85	Cineol	21288500	0,776
11,78	Linalol	381010711	13,891
13,16	Alcanfor	284062519	10,356
14,17	p-Menth-1-en-4-ol	326848323	11,916
14,48	2,6-Dimetil-3,7-Octadieno-2,6-diol	546591303	19,927
15,38	2,6-Dimetil-1,7-Octadieno-3-ol	198485410	7,236
16,46	D43	221475492	8,074
17,66	Hidrocumarina	182691268	6,660
18,15	Cumarina	398779341	14,538
19,75	7-Metoxi Cumarina	181695240	6,624
Área total		2742928107	

Tabla 8. Componentes muestra Baño Ultrasonidos 25 minutos.

Baño US 27'30"			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
9,7	Cineol	554737654	7,812
11,78	Linalol	2939857824	41,402
13,1	Alcanfor	1271964688	17,913
14,09	p-Menth-1-en-4-ol	1146538246	16,146
14,32	2,6-Dimetil,1,6-Octadieno	280706345	3,953
16,97	2,6-Dimetil-2,7-Octadieno-1,6-diol	85695202	1,207
17,22	Eugenol	61644202	0,868
17,54	Hidrocumarina	177807952	2,504
18,03	Cumarina	411914014	5,801
18,37	Hidroxitolueno Butilado	55509789	0,782
19,63	7-Metoxi Cumarina	114448537	1,612
Área total		7100824453	

Tabla 9. Componentes muestra Baño Ultrasonidos 27'5 minutos.

Como se puede observar en las tablas siete, ocho y nueve, los principales componentes de dichas muestras son: Linalol, Alcanfor, Cumarina y P-Menth-1-en-4-ol.

Seguidamente, se estudian los componentes de las muestras obtenidas para la hidrodestilación a diferentes tiempos.

HD 30'			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
9,75	Cineol	1176863753	4,351
11,99	Linalol	12919301807	47,762
13,24	Alcanfor	4374663435	16,173
13,96	Borneol	737067026	2,725
14,2	p-Menth-1-en-4-ol	3344022033	12,363
14,31	Hexil éster, Ácido isobutírico	908227171	3,358
15,48	2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	240045672	0,887
15,8	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	1102967698	4,078
16,33	Acetato de Nerol	346474613	1,281
16,91	Tiglató de Isobutilo	132748306	0,491
17,46	n-Hexil hexanoato	523221687	1,934
18,01	Farneseno	762813265	2,820
18,31	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	295706670	1,093
18,9	Oxido de cariofileno	185235656	0,685
Área Total		27049358792	

Tabla 10. Componentes muestra Hidrodestilación durante 30 minutos.

HD 60'			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
10,1	Cineola	45744327546	6,611
13,28	Linalol	3,57483E+11	51,663
14,15	Alcanfor	93275481641	13,480
15,13	p-Menth-1-en-4-ol	1,10121E+11	15,914
16	2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	6611525786	0,956
16,51	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	27913084382	4,034
17,29	Acetato de Nerol	10285177525	1,486
16,91	Tiglató de Isobutilo	132748306	0,019
19,9	n-Hexil hexanoato	9017452541	1,303
20,91	Cariofileno	4634583814	0,670
21,74	Farneseno	19839861616	2,867
22,82	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	6129347282	0,886
24,09	Oxido de Cariofileno	762917603	0,110
Área Total		6,9195E+11	

Tabla 11. Componentes muestra Hidrodestilación durante 60 minutos.

HD 90'			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
10,66	Cineol	1073199162	1,393
13,15	Linalol	29231013559	37,937
14,28	Alcanfor	8212667280	10,659
	Borneol		0
15,26	p-Menth-1-en-4-ol	12652845755	16,421
16,51	2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	1848800234	2,399
16,99	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	5392883899	6,999
17,85	Acetato de Nerol	2262932108	2,937
19,06	Tiglató de Isobutilo	1079136705	1,400
20,56	n-Hexil hexanoato	3129327473	4,061
22,39	Farneseno	6530278812	8,475
23,51	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	2566472384	3,331
25,65	Oxido de Cariofileno	3071467787	3,986
Área Total		77051025158	

Tabla 12. Componentes muestra Hidrodestilación durante 90 minutos.

HD 120'			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
9,7	Cineola	13352726	0,325
11,71	Linalol	1331979669	32,449
13,05	Alcanfor	288690814	7,033
14,05	p-Menth-1-en-4-ol	314573882	7,663
14,25	Hexil éster, Ácido isobutírico	334550543	8,150
15,48	2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	118051904	2,876
15,89	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	359036802	8,746
16,81	Acetato de Nerol	146560250	3,570
18,06	Tiglatol de Isobutilo	67721448	1,650
19,54	n-Hexil hexanoato	218785419	5,330
21,32	Farneseno	471492807	11,486
22,5	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	201212619	4,901
24,6	Oxido de Cariofileno	238945402	5,821
Área Total		4104954285	

Tabla 13. Componentes muestra Hidrodestilación durante 120 minutos.

En las muestras estudiadas correspondientes a las tablas diez, once, doce y trece, los principales componentes que se observan son: Linalol, Alcanfor y P-Menth-1-en-4-ol.

Se observa que, en la hidrodestilación de ciento veinte minutos, componentes como Alcanfor y P-Menth-1-en-4-ol, pierden presencia y otros como el Farneseno, Óxido de Cariofileno o el Ácido Isobutírico, la aumentan.

Finalmente, procedemos a observar los componentes obtenidos en las muestras trabajadas mediante sonda ultrasonidos.

Sonda US 15%			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
11,85	Linalol	379399645	9,896
13,22	Alcanfor	250103554	6,523
14,22	p-Menth-1-en-4-ol	98736828	2,575
14,45	2,6-Dimetil-1,7-Octadieno-3,6-diol	78166365	2,039
15,6	Ácido cinámico, o-hidroxi	101157157	2,638
18,97	Eugenol	139648701	3,642
21,39	Cumarina	2179908009	56,857
22,75	Hidroxitolueno Butilado	56979798	1,486
28,09	7-Metoxi Cumarina	549911066	14,343
Área Total		3834011123	

Tabla 14. Componentes muestra Sonda Ultrasonidos al 15% de potencia.

Sonda US 20%			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
9,74	Cineola	1169934829	2,552
11,95	Linalol	25934800174	56,573
13,18	Alcanfor	5668846304	12,366
15,91	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	2064606284	4,504
14,72	2,6-Dimetil-3,7-Octadieno-2,6-diol	1248516288	2,723
16,82	Acetato de Nerol	699059750	1,525
17,84	Hidrocumarina	5209085184	11,363
19,54	n-Hexil hexanoato	813746538	1,775
21,33	Farneseno	2090572437	4,560
22,49	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	608835807	1,328
24,59	Óxido de Cariofileno	334694030	0,730
Área total		45842697625	

Tabla 15. Componentes muestra Sonda Ultrasonidos al 20% de potencia.

Sonda US 30%			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
10,31	Cineola	71087146	0,563
12,42	Linalol	4819724250	38,173
13,68	Alcanfor	1159091182	9,180
14,51	Borneol	246061178	1,949
14,86	Hexil éster, Ácido isobutírico	1103791380	8,742
16,07	2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	437734364	3,467
16,51	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	120673030	0,956
17,4	Acetato de Nerol	575298591	4,556
18,66	Tiglato de Isobutilo	237272634	1,879
20,14	n-Hexil hexanoato	749540113	5,936
21,17	Cariofileno	368952919	2,922
21,94	Farneseno	1908618981	15,117
23,09	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	666733578	5,281
24,42	Óxido de Cariofileno	161386838	1,278
Área total		12625966184	

Tabla 16. Componentes muestra Sonda Ultrasonidos al 30% de potencia.

Sonda US 40%			
Tiempo de retención	Componente	Área	%
11,83	Linalol	2137254454	31,341
13,15	Alcanfor	473419862	6,942
14,86	Borneol	3375380	0,049
14,16	p-Menth-1-en-4-ol	484127246	7,099
14,33	Hexil éster, Ácido isobutírico	513783269	7,534
15,54	2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	180474955	2,646
15,85	1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	520072430	7,626
16,4	Acetato de Nerol	219917297	3,224
16,99	Tiglato de Isobutilo	105209011	1,543
17,53	n-Hexil hexanoato	419457825	6,151
-	Cariofileno	368952919	5,410
18,08	Farneseno	701209038	10,282
18,38	3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	296995135	4,355
18,99	Óxido de Cariofileno	394976764	5,792
Área total		6819225585	

Tabla 17. Componentes muestra Sonda Ultrasonidos al 40% de potencia.

Finalmente, tras las tablas catorce, quince, dieciseis y diecisiete, se observa que, en las muestras pertenecientes a la Sonda Ultrasonidos, los principales componentes son: Linalol, Alcanfor, P-Menth-1-en-4-ol y Farneseno.

6.3 Estructuras

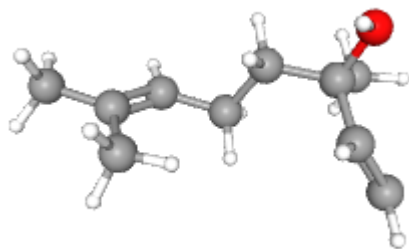


Figura 14- Estructura Linalol.

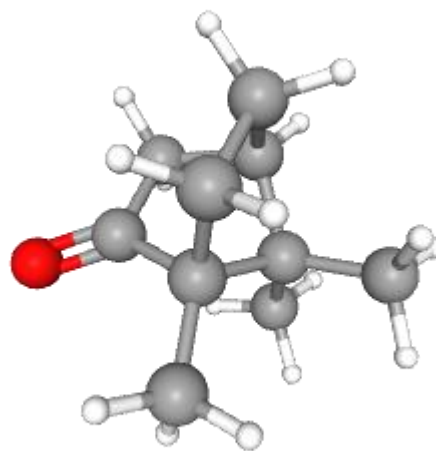


Figura 15- Estructura Alcanfor.

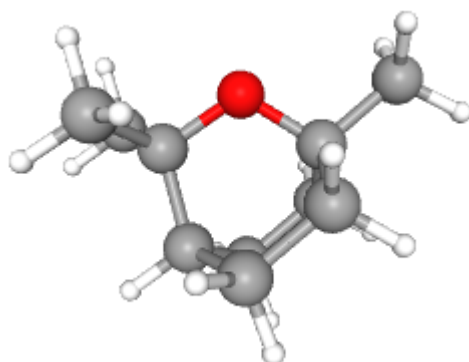


Figura 16- Estructura Cineol.

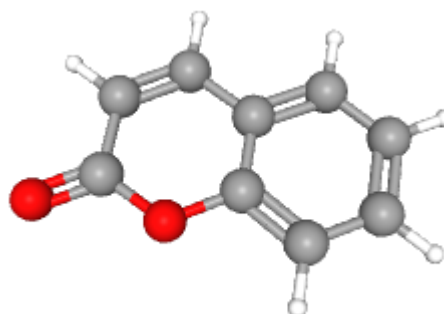


Figura 17- Estructura Cumarina

Ejemplos de estructuras moleculares pertenecientes a componentes principales del aceite esencial de Lavanda.

Componente	Baño 22,5	Baño 25	Baño 27,5	HD 30'	HD 60'	HD 90'	HD 120'	Sonda 15%	Sonda 20%	Sonda 30%	Sonda 40%
Cineol	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	-
Linalol	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
Alcanfor	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
Borneol	-	-	-	Sí	Sí	Sí	-	-	-	Sí	-
p-Menth-1-en-4-ol	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	-	-	Sí
Hexil éster, Ácido isobutírico	-	-	-	Sí	-	-	-	-	-	Sí	Sí
2-Metil-Hexil éster, ácido butírico	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	-	Sí	Sí
1,5-Dimetil-1-vinil-4-hexenil éster, ácido antracílico	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	Sí
Acetato de Nerol	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	Sí
Tiglatol de Isobutilo	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	-	Sí	Sí
n-Hexil hexanoato	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	Sí
Cariofileno	-	-	-	-	Sí	-	-	-	-	Sí	Sí
Farneseno	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	Sí
3,7-Dimetil,2,6-octadien-1-ol, propanoato	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	Sí

Componente	Baño 22,5	Baño 25	Baño 27,5	HD 30'	HD 60'	HD 90'	HD 120'	Sonda 15%	Sonda 20%	Sonda 30%	Sonda 40%
Oxido de Cariofileno	-	-	-	Sí	Sí	Sí	Sí	-	Sí	Sí	Sí
Ácido Cinámico	Sí	-	-	-	-	-	-	-		-	-
Hidrocumarina	Sí	Sí	Sí	-	-	-	-	-	Sí	-	-
Cumarina	Sí	Sí	Sí	-	-	-	-	Sí	-	-	-
7-Metoxi Cumarina	Sí	Sí	Sí	-	-	-	-	Sí	-	-	-
Eugenol	-	-	Sí	-	-	-	-	Sí	-	-	-
2,6-Dimetil-3,7-Octadieno-2,6-diol	Sí	Sí	Sí	-	-	-	-	-	Sí	-	-
2,6-Dimetil-1,7-Octadieno-3,6-diol	Sí	Sí	Sí	-	-	-	-	Sí	-	-	-

Tabla 18. Comparación de componentes presentes en las diferentes muestras estudiadas.

El principal componente del aceite esencial de Lavanda es el Linalol, en estado libre, constituye del 30 al 40% de este. Además de dicho compuesto, el aceite esencial de Lavanda esta compuesto de Linoleno, cariofileno nerolcineol y ésteres en pequeña porción. [12]

Al observar los resultados de todos los métodos en conjunto, tomando como referencia la hidrodestilación, se puede observar que en el momento en el que la muestra es sonicada aparecen compuestos nuevos como: Ácido Cinámico, Hidrocumarina, Cumarina, 7-Metoxi Cumarina, Eugenol, Hidroxitolueno butilado, 2,6-Dimetil-1,7-Octadieno-3,6-diol y 2,6-Dimetil-1,7-Octadieno-2,6-diol.

Si se comparan las muestras realizadas con la sonda y con el baño, también se puede observar que en el caso de la sonda hay ciertos componentes como Cariofileno, Farneseno, Acetato de Nerol, que coinciden con las muestras tratadas mediante hidrodestilación y no con las muestras procedentes del baño.

Si en este caso se observan las muestras del baño US ocurre que aparecen componentes que en las diferentes muestras de hidrodestilación no están presentes, quitando componentes principales como Cineol, Linalol ó Alcanfor.

En la comparativa resultante de diversos artículos y el trabajo realizado, se constata que se han obtenido componentes correspondientes al aceite esencial como: Linalol, Alcanfor, Cariofileno, Óxido de Cariofileno, Eugenol, Borneol ó Eucaliptol. [8],[9]

En dichos casos, la extracción del aceite esencial se realizó mediante técnicas como arrastre de vapor ó hidrodestilación. Quedando a la vista, que en los casos donde se emplea de manera directa el ultrasonido, se obtienen mayor número de componentes, esto se debe a la ruptura de los tricomas glandulares e idioblastos donde se ubican la mayoría de las sustancias de defensa indirecta, resinas, mucílagos. [10], [11]

7. CONCLUSIÓN

Con el presente proyecto y los diferentes resultados que se han obtenido, muestran que la extracción de aceite esencial de lavanda mediante métodos que empleen el ultrasonidos de manera directa tiene aspectos tanto positivos como negativos.

En cuanto a los aspectos positivos podemos destacar los siguientes:

- Mantiene el perfil de componentes volátiles extraídos, tomando como referencia muestras estudiadas con hidrodestilación.
- Permite reducir el tiempo de extracción respecto a técnicas clásicas como la hidrodestilación o arrastre de vapor.
- Al igual que con el tiempo, el empleo del ultrasonidos permite un ahorro energético frente a otras técnicas.
- Las temperaturas requeridas para la extracción son inferiores a las necesarias para el resto de técnicas.

Por otra parte, como aspectos negativos se pueden destacar los siguientes.:

- Extracción de numerosos componentes, no pertenecientes a los principales del aceite esencial, siendo este el principal punto débil.
- Como resultado al punto anterior, después hay que filtrar para separar y mas tarde extraer con un disolvente orgánico. Dicha etapa encarece el proceso.

Finalmente, las conclusiones recogidas son:

- Mediante el empleo del ultrasonido se ha optimizado el tiempo de extracción.
- En cuanto a Sonda Ultrasonidos, se ha observado que conforme se aumenta la potencia se disminuye el rendimiento de extracción hasta hacerse prácticamente constante a partir de una potencia cercana al 33%.
- En la extracción mediante Hidrodestilación, el tiempo óptimo (mayor rendimiento de extracción) se encuentra en setenta minutos. A partir de ese tiempo el rendimiento comienza a descender.
- Al igual que en la Hidrodestilación, cuando se emplea el Baño Ultrasonidos para la extracción de aceite esencial, el punto óptimo se encuentra entre veinticuatro-veinticinco minutos, ya que a partir de dicho instante el rendimiento de extracción disminuye.

8. **BIBLIOGRAFÍA**

Diversas páginas web:

- <https://www.promofarma.com/blog/herbolario-y-fitoterapia/aceites-esenciales-que-son-que-propiedades-tienen-y-como-se-usan/> [1]
- <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

Artículos:

- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A. G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A. S., & Abert-Vian, M. (2017). Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 540–560. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035> [1]
- Habibullah, & Wilfred, C. D. (2016). Ultrasonic-assisted extraction of essential oil from *Botryophora geniculate* using different extracting solvents. *AIP Conference Proceedings*, 1787, 1–6. <https://doi.org/10.1063/1.4968083> [2]
- Vinatoru, M., Mason, T. J., & Calinescu, I. (2017). Ultrasonically assisted extraction (UAE) and microwave assisted extraction (MAE) of functional compounds from plant materials. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 97, 159–178. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.09.002> [3]
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A. G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A. S., & Abert-Vian, M. (2017). Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 540–560. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035> [4]
- Pingret, D., Fabiano-Tixier, A. S., & Chemat, F. (2014). An Improved Ultrasound Clevenger for Extraction of Essential Oils. *Food Analytical Methods*, 7(1), 9–12. <https://doi.org/10.1007/s12161-013-9581-0> [5]

- Preece, K. E., Hooshyar, N., Krijgsman, A. J., Fryer, P. J., & Zuidam, N. J. (2017). Pilot-scale ultrasound-assisted extraction of protein from soybean processing materials shows it is not recommended for industrial usage. *Journal of Food Engineering*, 206, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.02.002> [6]
- Détár, E., Németh, É. Z., Gosztola, B., Demján, I., & Pluhár, Z. (2020). Effects of variety and growth year on the essential oil properties of lavender (*Lavandula angustifolia* Mill.) and lavandin (*Lavandula x intermedia* Emeric ex Loisel.). *Biochemical Systematics and Ecology*, 90(March), 104020. <https://doi.org/10.1016/j.bse.2020.104020> [7]
- Mantovani, A. L. L., Vieira, G. P. G., Cunha, W. R., Groppo, M., Santos, R. A., Rodrigues, V., Magalhães, L. G., & Crotti, A. E. M. (2013). Chemical composition, antischistosomal and cytotoxic effects of the essential oil of *Lavandula angustifolia* grown in Southeastern Brazil. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 23(6), 877–884. <https://doi.org/10.1590/S0102-695X2013000600004> [8]
- Oueslati, M. H., Abutaha, N., Al-Ghamdi, F., Arbi Nehdi, I., Nasr, F. A., Mansour, L., AL-Zharani, M., & Harrath, A. H. (2020). Analysis of the chemical composition and in vitro cytotoxic activities of the essential oil of the aerial parts of *Lavandula atriplicifolia* Benth. *Journal of King Saud University - Science*, 32(2), 1476–1481. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2019.11.045> [9]
- Tamborrino, A., Romaniello, R., Caponio, F., Squeo, G., & Leone, A. (2019). Combined industrial olive oil extraction plant using ultrasounds, microwave, and heat exchange: Impact on olive oil quality and yield. *Journal of Food Engineering*, 245(September 2018), 124–130. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.10.019> [10]
- Chen, X., Zhang, L., Qian, C., Du, Z., Xu, P., & Xiang, Z. (2020). Chemical compositions of essential oil extracted from *Lavandula angustifolia* and its prevention of TPA-induced inflammation. *Microchemical Journal*, 153(November 2019). <https://doi.org/10.1016/j.microc.2019.104458> [11]
- Marqués, M. (2015). Composición química de los aceites esenciales de Lavanda y Tomillo. Determinación de la actividad antifúngica. *Universidad Politècnica De València*, 62. [https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/62057/TFG MANUEL](https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/62057/TFG_MANUEL)

MARQUES CAMARENA_14489064360187381276109123176571.pdf?sequence=1
[12]