

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO.

ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS.

**Obtención del aceite esencial
de Linaloe**

14.86

Tesis profesional que para obtener el título de Químico
presenta el pasante Joerg Doelker Seiferling.



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*A MIS PADRES,
con profundo cariño y agradecimiento.*

*A MI HERMANO,
cariñosamente.*

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento al Prof. Ing. Pablo Hope por su desinteresada ayuda y valiosos consejos; a la Dirección de la E.N.C.Q. por haberme permitido efectuar este trabajo en el Laboratorio de Materias Primas Industriales; al Prof. Maximino Martínez del Instituto de Biología, U.N.A.M., por su ayuda en la parte botánica; al Sr. Ignacio Parra por haberme suministrado el material necesario para esta tesis; a mis maestros y compañeros.

INDICE

1.—Introducción	9
2.—Materiales y Métodos	15
3.—Parte Experimental	19
4.—Resultados	21
5.—Discusión	27
6.—Resumen y Conclusiones	31
7.—Bibliografía	33

I. INTRODUCCION

El aceite esencial de Linaloe se obtiene en México de distintas especies de Burseráceas, principalmente de *Bursera aloexylon* Schiede, *B. glabrifolia* (H.B.K.) Engl.; *B. odorata* T.S. Brandeg, *B. fagaroides* (H.B.K.), *B. delpechiana* Poisson. Estas especies crecen principalmente en los estados de Puebla, Oaxaca, Morelos, Guerrero, Michoacán, Jalisco y Colima. En los últimos tiempos se han cultivado también en la India y actualmente se produce aceite esencial de linaloe en ese país. En Cayena se obtiene una esencia semejante a la producida en México a la que también se le da el nombre de Linaloe; pero esta esencia proviene de una especie completamente distinta (*Ocotea caudata* Mez.) y su composición difiere algo de la esencia mexicana.

El objeto de esta tesis consistió en estudiar muestras de madera de linaloe procedente del estado de Colima, obtener su aceite esencial, determinar sus propiedades e investigar métodos para obtener mayores rendimientos. La esencia que se obtuvo se estudió al mismo tiempo que una muestra del comercio, para determinar las cualidades y constantes de ambas y poder hacer una comparación. *Descripción y Localización de las Principales Especies de Burseráceas.*

Bursera aloexylon Schiede: Esta especie se considera como la más importante para la obtención del aceite esencial. Es (8) un árbol pequeño o arbusto cuyo aspecto recuerda el del ciruelo, mide 5 a 6 m., y el tronco alcanza unos 20 a 50 cm. de diámetro, estando protegido por una corteza de la que sale un líquido grasoso y aromático. Las hojas son alternas, generalmente agrupadas hacia la extremidad de las ramas; compuestas, unparipinadas, formadas de 5 a 7 hojuelas de 1 a 2 cm. de largo, elípticas con la base arredondeada u obtusa, el borde gruesamente aserrado en sus dos tercios superiores;

de limbo subcoriáceo y superficie ligeramente vellosa. Las flores son pequeñas y los frutos drupáceos, globosos y de 1 cm. de diámetro.

Se reproduce por estacas y semillas. Vive en climas calientes, en alturas comprendidas entre 500 y 700 m. Su área de vegetación abarca desde Puebla y Morelos a Oaxaca, Guerrero y Michoacán, sobre todo en la cuenca del Balsas. Existe también en el estado de Chiapas.

Bursera glabrifolia (H.B.K.) Engl.: Es (10) probablemente la misma especie que *B. aloexylon* debido a su gran semejanza con esta especie y a la esencia que produce. Crece (5) en los estados de Oaxaca, Puebla, Guerrero y Michoacán.

Bursera odorata T.S. Brandeg: Crece en Sonora, Baja California, hasta Morelos y Puebla.

Bursera fagaroides (H.B.K.): Crece desde Durango hasta Puebla.

Los indígenas (8) reconocen tres especies que se llaman respectivamente linaloe fino, corriente y linaloe comino, distinguiéndolos por el aspecto del árbol y por el olor muy marcado a cominos en el caso último; se ignora si en botánica corresponden a especies o variedades similares o distintas.

Propiedades del aceite esencial de Linaloe: El aceite esencial de linaloe (3, 7, 9, 12) producido en México es un líquido de olor agradable, transparente, incoloro o de un color ligeramente amarillento. Sus constantes son: D_{15}° : 0.875 a 0.891; rotación angular (α) $_{D}^{20}$: -14 a $+8.25^{\circ}$; n^{20} : 1.460 a 1.466; índice de saponificación: 1 a 42; soluble en 1.5 a 2 volúmenes de alcohol 70%. Sus componentes principales son: Linalool (60 a 70%), d- α -terpineol, geraniol, metilheptenona, óxido de linalilo, sesquiterpeno, octileno, nonileno, etc.

De los componentes aquí citados los dos últimos se consideran dudosos, pues se cree (3) que sean adulteraciones o que su presencia se deba a que el aceite esencial es envasado en botes de lámina, comúnmente usados para el petróleo.

Métodos de Obtención: En la práctica se obtienen los aceites esenciales en general por la destilación con arrastre de vapor o por la destilación con agua. En casos especiales se usan también (12) la enfloración, la maceración con grasas, la extracción con disolventes orgánicos y la obtención de la esencia por expresión.

Obtención de aceites esenciales por destilación: (12) Se necesita para esta destilación un alambique, que consta de un reci-

piente en el cual se encuentra la muestra que se va a destilar, un refrigerante y un recipiente para recibir el destilado, que en el caso de los aceites esenciales debe tener la forma de frasco florentino, para que el agua se pueda separar fácilmente de la esencia. Como parte de la esencia es soluble en el agua es conveniente regresar el agua destilada al recipiente de destilación evitándose así las pérdidas por esta causa. Si la destilación se hace con arrastre de vapor, se necesita además del equipo citado una fuente de vapor, que puede ser una caldera.

Destilación con agua: (12) El material se coloca en el recipiente de destilación sumergido en agua, la cual es calentada a ebullición directa o indirectamente. Los vapores son condensados en un refrigerante. En el destilado se separa la esencia del agua. Anteriormente se obtenían todos los aceites en esa forma, pero ahora este método solo se usa para muestras que están en forma de polvo muy fino o si se trata de partes con alto contenido en humedad.

Un método mejor es el siguiente: Se hace uso de un recipiente de destilación con doble fondo. En la parte inferior se coloca el agua y en la superior la muestra que se va a extraer.

La pared que divide al agua de la muestra tiene una gran cantidad de pequeñas perforaciones de tal manera que el vapor que se produce al hervir el agua pueda pasar por ella y por la muestra arrastrando todas las sustancias volátiles. Este método tiene la ventaja de que la esencia no se descompone por un exceso de calor, por no estar la muestra en contacto directo con la fuente de calor.

Destilación por arrastre de vapor: Consiste este método en el paso de vapor de agua generado en una caldera a través de la muestra. El vapor entra al recipiente de destilación en la parte inferior y al salir es condensado en un refrigerante; se separa posteriormente la esencia del agua. Al empezar el proceso la muestra está seca, pero se humedece ligeramente por el vapor que se condensa sobre ella. Este método es el más usado para la obtención de aceites esenciales.

Extracción con disolventes orgánicos: (12) Consiste este método en poner en contacto la muestra por extraer con algún disolvente orgánico(éter etílico, éter de petróleo, tetracloruro de carbono, etc.), durante algunas horas en un recipiente cerrado. La mezcla que se obtiene con esta extracción, se separa por una des-

tilación fraccionada del disolvente, quedando la esencia con algunas impurezas como resinas, colorantes, grasas, etc.

Los métodos citados aquí son los más apropiados para la obtención del aceite esencial de linaloe, pues las otras (enfloración, maceración, expresión, etc.), solo se usan para partes de plantas que no sean madera.

Métodos Usados para la Obtención del Aceite Esencial de Linaloe: Para la obtención del aceite esencial de linaloe se emplean árboles (12) de una edad de 40 a 60 años o también árboles jóvenes a los que se les ha hecho un tratamiento especial, la cala, antes de ser cortados. La cala (8) consiste en hacer incisiones a lo largo del tronco de 40 cm. de longitud, 20 cm. de ancho y 5 cm. de profundidad, hasta descubrir la madera; el borde superior se corta perpendicularmente a la superficie del tronco con el objeto de que el agua no escurra mucho sobre la herida; el inferior se corta a bisel, a fin de que el agua que caiga pueda salir fácilmente. Si al descubrir la madera se encuentra que tiene una coloración amarilla y es de olor muy aromático se derriba el árbol y se lleva al alambique para que sea destilado; si no, lo abandonan por algún tiempo hasta que adquiera estas cualidades, lo cual sucede al cabo de 2 o 3 meses.

Se ha notado que si no se hace la cala, la madera es muy pobre en esencia, a no ser que accidentalmente, o por heridas hechas por insectos deteriore o descubra la madera. Se ha notado que la madera comienza a ponerse amarilla a partir de los lugares en que se le ha hecho la cala. Fundado en estos hechos y en varias consideraciones razonadas Altamirano (8) estima que la esencia es un producto patológico.

La madera una vez seca se divide en pequeñas fracciones, llamadas "astillas" con ayuda de machetes. Luego se destila en unos alambiques cilíndricos (11) de una altura de 1.20 a 3 m. y de un diámetro de 0.50 a 1.30 m. en los cuales caben alrededor de 70 kg. de madera. Se cubre la muestra perfectamente con agua y se comienza a calentar con fuego directo (destilación con agua). En la destilación de la esencia hay una gran cantidad de fugas, lo cual hace que los rendimientos bajen considerablemente. La duración de la destilación es de 24 horas aproximadamente. Los rendimientos que se obtienen de esta madera son de 2.5 a 3%, mientras que madera destilada en Europa ha dado de 7 a 9%. Se obtiene también

una esencia de los frutos de las distintas clases de Burseras, que es *dextrógira al igual que la esencia de madera obtenida en Europa*. La esencia de linaloe de madera que hay en el comercio es levógira.

Producción e Importancia del Linaloe en México: El aceite esencial de linaloe ha sido siempre un artículo de exportación de suma importancia. También ha sido exportada la madera de linaloe. Por ejemplo en 1921: (1).

Se exportaron de maderas aromáticas (linaloe, sándalo y otras) a los E. U. 13,085 kg., con un valor de \$ 750. En 1922 del mismo artículo se exportó a E. U. 138,648 kg., con un valor de \$ 32,072 y a Francia 25,205 kg. con un valor de \$ 3750.

La exportación del aceite esencial de linaloe desde 1945 hasta la fecha ha sido la siguiente: (2).

Año	Kilogramos	Valor en \$ M. N.
<i>1945</i>		
a Estados Unidos	39,810	1,146,114
<i>1946</i>		
a Estados Unidos	37,914	1,113,851
a El Salvador	16	430
<i>1947</i>		
a Estados Unidos	9,497	237,308
<i>1948</i>		
a Estados Unidos	4,818	83,283
a Bélgica	2,545	87,919
a Suiza	2,743	71,208
Total:	10,106	247,410
<i>1949 hasta mayo inclusive</i>		
a Estados Unidos	7,445	138,360
a Alemania	1,021	21,914
Total:	8,466	160,274

Como se ve la exportación bajó considerablemente en los años 1947 y 1948 para subir nuevamente en el año actual.

La explotación de los árboles de linaloe se hace en una forma indebida y exagerada, pues nadie (7, 8) se preocupa por plantar árboles nuevos, y en la destilación solo se ocupan las mejores partes de la madera. Esta mala explotación está acabando con los árboles, como ya ha sucedido prácticamente en el estado de Puebla. Es de suma importancia tomar medidas drásticas para evitar que esto suceda.

El aceite esencial de linaloe se usa principalmente en perfumería y en la fabricación de jabones.

II. MATERIALES Y METODOS

Se obtuvo el aceite esencial de linaloe de la especie *Bursera glabrifolia* (H.B.K.) Engl., que crece en el estado de Colima. La usada en este caso es original del Municipio de Tepames, Col.

Descripción de la Madera: La madera de *B. glabrifolia* está secada al aire y contiene 20% de humedad. La parte exterior de la madera es de color blanco amarillento. Esta capa es de un grosor de 0.5 cm. y está completamente destruida por insectos (termitas). La parte interior del tronco es de un color café rojizo y su diámetro de 10 a 25 cm. aproximadamente. Esta parte de la madera es la que contiene principalmente el aceite esencial, lo cual puede determinarse simplemente con el olfato.

Preparación de la Muestra: Para la destilación por arrastre de vapor de agua la madera tiene que estar en forma tal que haya un gran superficie de contacto. Si se le reduce a la forma de aserrín hay el inconveniente de que el vapor forma caminos al pasar por la muestra y los siga durante todo el proceso, no tocando gran cantidad de la madera. Hay que procurar por lo tanto que la madera esté en forma no muy compacta. La forma ideal es la de virutas que se obtienen fácilmente pasando la madera por un cepillo eléctrico.

La muestra de madera que se utiliza para la extracción con disolventes orgánicos sí puede estar en forma más dividida. Se puede usar aserrín o virutas de un tamaño menor que las usadas en el método de destilación con arrastre de vapor.

Métodos analíticos de control:

HUMEDAD DE LA MADERA: Método del Xilol. (4) Se usó el método por destilación a causa de que la madera tiene subs-

tancias volátiles, que pueden desprenderse si la muestra se calentara en la estufa a 100 — 110°C. Para la destilación se usó tolueno de P. E. de 111C. Para ello se colocó la muestra en un matraz erlenmeyer cubriéndola con tolueno. Se calentó el contenido a ebullición, condensándose los vapores en un refrigerante conectado a reflujo. Los vapores condensados caen en una trampa en la cual se puede medir la cantidad de agua destilada. La esencia arrastrada en la destilación se disuelve en el tolueno.

DENSIDAD: (9) Para determinar la densidad se siguió el método del picnómetro. Se utilizó un picnómetro de 25 ml.

INDICE DE REFRACCION: (9) Se hizo uso del Refractómetro de Abbé.

ROTACION ANGULAR ESPECIFICA: Para la determinación de la rotación angular (9) de la esencia se hicieron diluciones con alcohol etílico en una proporción de 1 : 5. Para calcular la rotación angular específica se hizo uso de la siguiente ecuación:

$$\frac{20^{\circ}}{D} = \frac{\alpha \cdot V}{l \cdot g}$$

siendo α la lectura angular directa del polarímetro.

V el volumen de la solución.

l la longitud del tubo en dm.

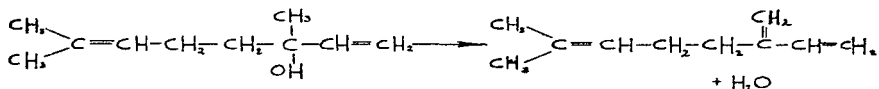
g los gramos de esencia.

INDICE DE SAPONIFICACION: (9) Son los mg de hidróxido de potasio combinados con un gramo de esencia. Con esta determinación se pueden calcular los ésteres totales, los alcoholes combinados y los ácidos combinados de la esencia.

DETERMINACION DE ALCOHOLES TOTALES: (3, 7, 9). Este método consiste en tratar la esencia con anhídrido acético, para formar el éster acético de todos los alcoholes libres. Posteriormente se saponifican estos ésteres con solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5 N y se titula el exceso de hidróxido de potasio con ácido clorhídrico para calcular la cantidad de ácido acético que se combinó con los alcoholes.

Para la determinación de alcoholes totales hay que seguir un método especial en el aceite esencial de linaloe, ya que su constitu-

yente principal es el linalool, y este se transforma en presencia del anhídrido acético en mirceno, por la pérdida de una molécula de agua: (6).



Por esta deshidratación desaparecen los agrupamientos alcohólicos y se llegaría a resultados falsos. Por esta causa hay que diluir la esencia de linaloe 1 : 3 con esencia de trementina, aún así los resultados no son correctos, pues en una acetilación de 5 horas solo se llega a resultados de un 65.41% (este resultado fué obtenido siguiendo este método con una muestra de linalool puro).

Se hace la dilución de la esencia de linaloe con esencia de trementina y a 10 g. aproximadamente de esta mezcla se agregan 2 g. de acetato de sodio anhidro y 10 ml. de anhídrido acético en un matraz erlenmeyer de 300 ml. Se calienta la mezcla a reflujo durante 5 horas. Se deja enfriar y se le agrega agua destilada, calentando luego en baño maría a reflujo durante 15 minutos para descomponer el resto del anhídrido acético libre. Se pasa el contenido del matraz a un embudo de separación y se lava la esencia con agua que tenga una ligera cantidad de cloruro de sodio hasta que el agua de lavado tenga reacción neutra al naranja de metilo. Se pesa una cantidad del aceite acetilado seco con toda exactitud y se saponifica siguiendo el método citado para la determinación del índice de saponificación. Hay que hacer una prueba testigo con esencia de trementina sola. Para determinar los alcoholes totales hay que tomar en consideración la prueba testigo y el resultado de la determinación del índice de saponificación. Para calcular la cantidad de alcoholes totales se usa la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de alcoholes totales} = \frac{(A - B) \times me \times 65.41}{P}$$

siendo *A* los ml de KOH 1 N usados en la determinación.
B los ml de KOH 1 N usados para una cantidad de trementina igual a la existente en la mezcla.
me el miliequivalente del alcohol (linalool).
 65.41 el % de linalool que se acetila en 5 horas.
P el peso original de la esencia de linaloe.

Los alcoholes libres se obtienen restando el resultado de alcoholes combinados del de alcoholes totales.

SOLUBILIDAD EN ALCOHOL 70°: Se colocan 5 ml de esencia en un tubo de ensaye seco y se le agrega alcohol 70° hasta que desaparezca la turbidez, midiendo el volumen del alcohol en una bureta.

SOLUBILIDAD EN AGUA: Se colocan 500 ml de agua en un matraz de 1000 ml y se le agrega esencia agitando constantemente hasta que el agua se ponga turbia.

III. PARTE EXPERIMENTAL.

METODOS USADOS PARA LA OBTENCION DE LA ESENCIA

Arrastre con vapor de agua: Como primer método para la obtención del aceite esencial de linaloe en el laboratorio se ensayó la destilación con arrastre de vapor de la madera. Para ello se utilizó como fuente de vapor de agua un recipiente metálico y cilíndrico de 5 litros de capacidad provisto de un tubo de seguridad para regular la presión del vapor. El vapor se hace llegar por un tubo de vidrio hasta fondo de un matraz de 3 litros en el que se coloca la muestra. La madera se puso sin agua al comenzar el proceso, pero se humedeció por el vapor de agua que se condensó a su paso por el matraz. Los vapores se recogieron y condensaron en un refrigerante de rosario de 25 cm. El líquido se colectó en un vaso de precipitados, separándose posteriormente la esencia del agua con ayuda de un embudo de separación.

Se notó que al dejar en reposo la muestra ya dividida en pequeñas partículas (virutas) en un recipiente cerrado durante algunas horas antes de destilar, aumentaba el rendimiento. En este período de reposo no se sometía la muestra a ningún tratamiento; la muestra se encontraba seca durante todo el período de reposo. Para ver como cambiaba el rendimiento con el tiempo de reposo se hizo una serie de destilaciones variando el tiempo que se dejaba reposar la muestra antes de destilarla.

En la segunda serie de destilaciones se dejó reposar la muestra durante períodos variables también sin tratamiento. Posteriormente se dejó entrar vapor al matraz, pero el refrigerante se colocó en posición vertical con el objeto de que los vapores se condensaran y cayeran nuevamente dentro del matraz. A este tratamiento a reflujo

se le dió una duración de 15 minutos. Se dejó reposar entonces la madera durante algún tiempo variable con el objeto de que se enfriara el contenido del matraz y el agua actuara sobre la madera; a continuación se hizo la destilación con arrastre de vapor.

Las dos últimas destilaciones se hicieron con el objeto de construir una gráfica para comprobar la velocidad de arrastre del aceite esencial durante cada destilación. Para ello se recogieron las fracciones de destilado de 50 en 50 ml midiendo cada vez la cantidad de esencia.

Extracción con Disolventes Orgánicos: Se hizo la extracción de la madera con los dos disolventes más indicados para estas extracciones que son el éter de petróleo y el éter etílico. Se empleó el extractor de Soxhlet en el cual se extrajo cada muestra de madera durante 7 horas. Se separó el disolvente de la esencia y resina por destilación y la esencia de la resina por destilación al vacío.

IV. RESULTADOS.

En la Tabla I aparecen los resultados de las destilaciones en las que se dejó reposar la muestra durante algún tiempo antes de destilarla.

TABLA I

RENDIMIENTO DE LAS DESTILACIONES CON ARRAS-
TRE DE VAPOR VARIANDO EL TIEMPO DE REPOSO
DE LA MADERA DIVIDIDA

Destilación N°	Reposo (hs.)	Muestra (g)	Ac. Esencial (g)	Rendimiento (%)
1	0	170	4	2.35
2	3	120	4.5	3.75
3	8	315	17.5	5.56
4	16	245	13.6	5.55
5	20	165	15.0	9.10
6	24	330	15.1	4.75
7	72	230	15.0	6.52

En la Tabla II está el resultado de la destilación que se hizo al mismo tiempo que la destilación N° 4 (con reposo de 16 horas), dejándose reposar las mismas 16 horas, pero calentando las tres primeras de este tiempo la muestra seca en baño maría a ebullición y a reflujo. Esta destilación se hizo con el objeto de verse en el tiempo de reposo era una enzima la que actuaba para producir una cantidad mayor de esencia.

TABLA II.

DESTILACION CON REPOSO DE 16 HORAS. CALENTAN-
DO LA MUESTRA LAS TRES PRIMERAS HORAS A TEM-
PERATURA DE EBULLICION DEL AGUA

Destilación N°	Reposo (hs.)	Muestra (g)	Ac. Esencial (g)	Rendimiento (%)
8	16	195	15.0	7.7

Los resultados de las siguientes destilaciones, que aparecen en la Tabla III, se obtuvieron sometiendo la madera a la acción de vapor de agua durante un período de 15 minutos, dejando reposar la muestra después de este tratamiento durante un tiempo de 6 o 24 horas. También se hizo variar el tiempo de reposo antes del tratamiento con vapor.

TABLA III.

RENDIMIENTO DE LAS DESTILACIONES DE VAPOR,
PREVIO TRATAMIENTO CON VAPOR DURANTE 15 MI-
NUTOS Y VARIANDO EL TIEMPO DE REPOSO.

Destilación N°	Reposo (hs.)		Muestra(g)	Ac. Esencial (g)	Rendimiento %
	Antes	Después			
9	9	6	175	15.0	8.57
10	24	6	180	15.0	8.33
11	36	6	175	12.2	6.97
12	0	24	170	18.5	10.88
13	24	24	170	17.5	10.30
14	72	24	170	13.6	8.00

Para determinar la cantidad de destilado que tiene que ser recogido hasta que la muestra esté agotada y ya no contenga esencia, se hicieron las siguientes destilaciones, cuyos resultados aparecen en la Tabla IV, se hicieron en la misma forma que la destilación N° 12, recogiendo fracciones de 50 ml, en una probeta y midiendo la canti-

dad de aceite esencial en cada fracción. Con los datos obtenidos se construyó la gráfica adjunta. En ambas pruebas la muestra fué de 170 gr.

TABLA IV.
**VELOCIDAD DE DESTILACION DEL ACEITE ESENCIAL
CON ARRASTRE DE VAPOR**

N°	Fracción	N° 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
I	ml. esencia	4	3.9	3	2.7	2.4	2.1	1.8	1.5	1.1	1	0.8	0.6	0.4	0.1
II	ml. esencia	2.5	3.1	2.7	2.2	1.9	1.7	1.5	1.3	1.1	1	0.9	0.7	0.5	0.2

EXTRACCION CON DISOLVENTES ORGANICOS.

Se usaron los disolvente más indicados para el caso, que son: éter de petróleo (fracción 40 - 60°C) y éter etílico. Se obtuvieron en estas extracciones los siguientes resultados:

TABLA V.
EXTRACCION CON DISOLVENTES ORGANICOS.

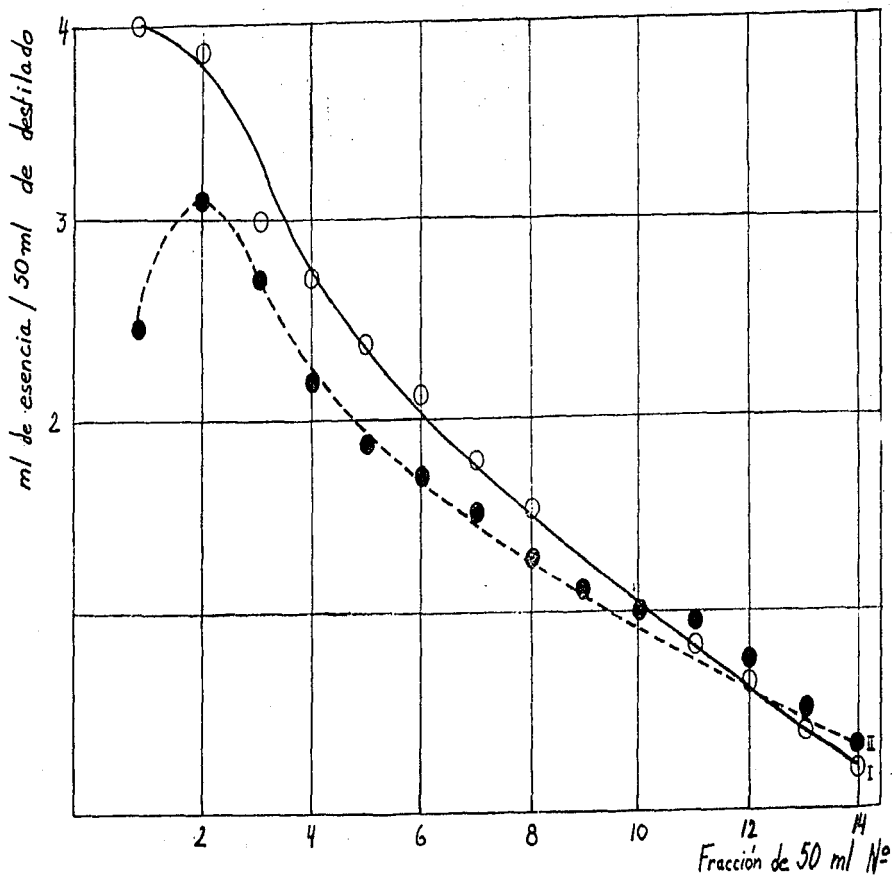
Disolvente	Eter etílico	Eter de Petróleo (40-60°)
Muestra	54.2 g	52.7 g
Extracto	6.59 g	5.49 g
Resina	3.0 g (P.F. 75°C).	1.9 g (P.F. 60°C).
Aceite esencial	3.59 g (6.6%)	3.55 g (6.7%)

La esencia obtenida con éter etílico tiene un olor semejante a la que se obtuvo con arrastre de vapor. La que se extrajo con éter de petróleo conserva cierto olor de gasolina, pues los restos del disolvente no se pudieron eliminar en ninguna forma. La duración de ambas extracciones fué de 7 horas al cabo de las cuales la muestra ya no conservaba el olor característico de la madera de linaloe. Las resinas extraídas eran de un aspecto muy distinto, siendo la del éter etílico mucho más dura y de un color más oscuro.

RESULTADOS DEL ANALISIS.

Para comparar las propiedades de la esencia obtenida por el método del arrastre de vapor con la esencia que hay en el comer-

Destilaciones - de 170g. de Madera de *B. glabrifolia*.



cio, se adquirió aceite esencial de linaloe de la Casa "Beick Felix y Co." Esta esencia es del estado de Morelos y se obtiene probablemente de la especie más común, que es *Bursera aloexylon*. En la Tabla VI está indicado un análisis comparativo de las dos esencias.

TABLA VI.

ANALISIS DE ACEITE ESENCIAL DE LINALOE

	ESENCIA OBT. EN EL LABORATORIO	ESENCIA DEL COMERCIO
COLOR	Transparente, ligeramente verdoso	Transparente, bastante amarillo
OLOR	Agradable	Más penetrante que el anterior
DENSIDAD A 15°C	0.8804	0.8906
INDICE DE REFRACCION	1.4618	1.4598
ROTACION ANGULAR (α) _D ²⁰	+12.6°	-12.59°
SOLUBILIDAD EN ALCOHOL 70° (en volúmenes)	1.63	1.55
SOLUBILIDAD EN AGUA (en volúmenes)	1000	1000
IND. DE SAPONIFICACION (mg. KOH/g de esencia)	8.61	47.66
ESTERES TOTALES (como acetato de linalilo)	3.01%	16.67%
ALCOHOLES LIBRES (como linalool)	86.30%	75.97%
ALCOHOLES TOTALES (como linalool)	88.67%	89.07%
ACIDOS COMBINADOS (como ácido acético)	0.92%	13.10%

En las Tablas VII y VIII están los resultados de las destilaciones fraccionadas de las dos esencias hechas a la presión de 585 mm. de la Ciudad de México.

TABLA VII.

DESTILACION FRACCIONADA DE LA ESENCIA OBTENIDA EN EL LABORATORIO

Temperatura	Por ciento	Rotación angular esp. de la Fracción.
182 a 188°C	6.4%	+ 7.42°
170 a 182°C	40 %	+ 15.4°
hasta 170°C	38.8%	+ 15.1°
Resto	14.8	+ 5.82°

TABLA VIII.

DESTILACION FRACCIONADA DE LA ESENCIA DEL COMERCIO.

Temperatura	Por ciento	Rotación angular esp. de la Fracción
hasta 170°C	6.4%	— 11.47°
170 a 181°C	25.8%	— 15.31°
181 a 190°C	42 %	— 14.51°
Resto	20.2%	— 5.58°

V. DISCUSION

Al comenzar la primera serie de destilaciones con arrastre de vapor se hizo la observación de que la muestra ya dividida en virutas y destilada inmediatamente después de su fraccionamiento daba rendimientos menores a una muestra idéntica, que se dejaba reposar durante algún tiempo en un recipiente cerrado. Durante el reposo la muestra se encontraba a la temperatura ambiente; la que se dejó reposar 20 horas dió el máximo rendimiento (9.1%; destilación N° 5) obteniéndose un rendimiento menor en las de tiempo más o menos largo.

Se quiso ver si este aumento en la cantidad de esencia se debía a la acción de enzimas, para lo cual se hizo una destilación con un reposo previo de 16 horas, pero durante las 3 primeras horas se calentó la muestra seca en un matraz a reflujo en baño maría a la temperatura de ebullición del agua. Este tratamiento se hizo con el objeto de destruir las supuestas enzimas, ya que son termolábiles. El rendimiento de esta destilación fué mayor que la del testigo que se hizo sin este tratamiento. Por lo tanto no puede haber una enzima que produzca una cantidad mayor de esencia. Es de creerse que se trata simplemente de una exudación de la esencia durante el período de reposo.

Ya que en la destilación citada anteriormente se habían obtenido resultados halagadores con un tratamiento con calor antes de la destilación, se combinó el reposo con un tratamiento térmico previo, dejando reposar la muestra durante algún tiempo, para luego pasarle vapor de agua con el refrigerante puesto en posición de reflujo. Este tratamiento con vapor fué siempre de una duración de 15 minutos, pues si hubiera sido mayor, la cantidad de agua acumulada en el matraz hubiera sido muy grande. El tiempo de reposo posterior al tratamiento con vapor fué de 6 horas en las primeras:

destilaciones de esta serie y de 24 horas en las posteriores. El mejor resultado se obtuvo al tratar inmediatamente la muestra con vapor durante 15 minutos y dejando reposar luego durante 24 horas. El rendimiento máximo obtenido fué de 10.88% (destilación N° 12).

Se pudo observar también que los resultados más satisfactorios se obtenían con muestras de un peso de 170 a 180g. Como el matraz en el que se hizo la destilación era de 3 litros se llega a la conclusión de que por cada litro de recipiente es conveniente poner alrededor de 60 g. de muestra. En la destilación N° 6 la cantidad de madera fué muy alta, 110 g. por litro de recipiente, y por tal motivo disminuyó el rendimiento.

En lo que se refiere a la rapidez con que se agota el contenido de esencia de la madera se puede observar en la gráfica I, que para cada kilogramo de madera es conveniente recoger una cantidad de destilado de 4 litros. En ese volumen está comprendida la esencia y el agua. Se pudo observar que si al destilar la madera el vapor entra con gran fuerza desde un principio y el matraz se calienta rápidamente, la primera fracción es la más rica en esencia; si el calentamiento es lento al principio, la fracción más rica será la segunda.

Para la obtención del aceite esencial de linaloe pueden aplicarse tres métodos. El primero es el que se usa actualmente en la práctica, la destilación con agua. Tiene la desventaja que muchas veces la esencia se descompone parcialmente con un exceso de calor, ya que el calentamiento del alambique es directo; los rendimientos son bajos como se demuestra en la práctica, ya que rara vez son mayores de 3%.

El método de extracción por destilación con arrastre de vapor ofrece a primera vista como ventaja, que no produce un exceso de calor, que pueda descomponer la esencia. Como ya se ha visto el rendimiento no sube del 3% si la muestra no se deja reposar durante algún tiempo o se somete a algún otro tratamiento previo. Pero si la extracción se efectúa en las condiciones dadas para la destilación N° 12 se puede obtener hasta un 11% de esencia.

La extracción con disolventes orgánicos tiene grandes desventajas. El costo del proceso es mucho más elevado a causa de que la pérdida de los disolventes es considerable, aun si se toman muchas precauciones. La instalación de la planta sería más costosa, por lo complicado del método. Pero la desventaja más grande es que el rendimiento no es tan alto como sería de desearse a causa de que

al destilar el disolvente arrastra gran cantidad de esencia. Además la esencia no resulta muy pura pues tiene una gran cantidad de resinas y colorantes. Si se emplea como disolvente el éter etílico la esencia obtenida es de un olor agradable, pero si se usa el éter de petróleo el olor del producto es francamente desagradable. El éter etílico arrastra una cantidad de resinas mayor que el éter de petróleo. Las dos resinas, que se separan de la esencia por destilación al vacío de ésta, funden a una temperatura distinta.

Los resultados de estas pruebas de obtención del aceite esencial de linaloe se refieren a la explotación de la madera *Bursera glabrifolia* y no es posible generalizarlas a todas las especies de linaloe que crecen en el país, pero sí pueden servir de base para el estudio de otras especies.

Al hacer una comparación de la esencia que hay en el comercio, tomando como tipo una muestra de esencia del estado de Morelos, con la que se obtuvo en el laboratorio, se nota que hay una diferencia considerable entre una y otra. La esencia adquirida en el comercio tiene una cantidad mayor de ésteres y ácidos combinados, menor cantidad de alcoholes libres y un índice de saponificación más alto, pero en la bibliografía (3, 7, 9 y 12) el índice de saponificación del aceite esencial de linaloe está entre los límites 1 a 42; igualmente otros componentes tienen amplios límites de variabilidad.

Generalmente el aceite esencial de linaloe obtenido de la madera es levógiro, y el de los frutos dextrógiro. Sin embargo en unas pruebas que se hicieron en Europa (3, 12), destilando madera llevada de México, se obtuvo un rendimiento de 7 a 9% y la esencia fué dextrógiro. Es por ello que se citan (3) como límites para la actividad óptica de -14 a $+8.25^\circ$. La esencia que se obtuvo en Europa tenía una actividad de $+8.25^\circ$; su destilación fraccionada dió los siguientes resultados (3):

Destilación a presión de 4 mm. Hg:

hasta 68°C	7%	+	8.08°	de rotación.
68-69°C	11%	+	10.57°	de rotación.
69-71°C	52%	+	11.13°	de rotación.
71-72°C	16%	+	10.28°	de rotación.
72-80°C	4%	+	6.57°	de rotación.
Resto	10%	—	6.67°	de rotación.

Esta esencia tiene como constituyente principal (3) linalool dextrógiro. Se ha sugerido la hipótesis (3) que los árboles de linaloe que crecen cerca de la costa o en otros lugares húmedos dan al ser destilados una esencia de rotación positiva, (la madera destilada en Europa fué de la Costa Occidental de México) mientras que los de clima seco dan una esencia de rotación negativa.

La muestra que se destiló en el laboratorio haciendo este trabajo es original de Colima, de una región muy cercana a la costa. La esencia que se obtuvo es dextrógira; por lo tanto esta teoría puede ser acertada. Lo cierto es también que las regiones en que crece linaloe en los estados de Puebla, Morelos y Guerrero son bastante secas y que la esencia que se obtiene de esas plantas es levógira.

VI. RESUMEN Y CONCLUSIONES

1.—Se hace un resumen bibliográfico de las características especiales del aceite esencial de linaloc y de los métodos que se emplean para obtenerlo. Como de la especie *Bursera glabrifolia* (H.B.K.) Engl. que crece en el estado de Colima no se encontraron datos, se estudiaron unas muestras de madera obtenidas del Municipio de Tepames, estado de Colima, para determinar las características del aceite esencial e investigar si era posible mejorar los rendimientos en su obtención.

2.—Se estudiaron dos métodos para obtener la esencia. Por extracción con disolvente, utilizando éter de petróleo y éter sulfúrico; los rendimientos fueron de 6.7 y 6.6% respectivamente. El solvente extrajo junto con el aceite esencial, resinas y sustancias colorantes que obligan a destilar la muestra para purificarla. Es muy difícil eliminar restos de los disolventes usados que permanecen en la esencia impartiéndole mal olor, especialmente en el caso del éter de petróleo.

3.—De los métodos propuestos para la obtención del aceite esencial por destilación se escogió el método de arrastre de vapor. La muestra fué colocada en forma de virutas en el alambique y por destilación se obtuvo un rendimiento de 2.35%. Se encontró que si después de haber muestreada la madera, se dejaba transcurrir cierto tiempo antes de la destilación, se mejoró el rendimiento a 9.10% cuando se dejó reposar la muestra 20 horas.

4.—Se pensó que este aumento de rendimiento podría deberse a enzimas del vegetal. Para comprobarlo se calentó previamente la muestra en baño maría a ebullición durante 3 horas, dejando después reposar la muestra 13 horas más. Se obtuvo un rendimiento de 7.7% lo cual demuestra, que ese aumento no se debe a acción de enzimas, que son termolábiles.

5.—El máximo rendimiento se encontró sometiendo la muestra durante 15 minutos a la acción del vapor y dejando luego reposar durante 24 horas antes de destilar. El rendimiento en esta destilación fué de 10.88%.

6.—Se determinó la velocidad de destilación del aceite esencial y se encontró que el mayor porcentaje destilaba en las primeras fracciones. El espacio de alambique por peso de muestra fué de 16.7 litros por kg. de madera. La cantidad de aceite esencial por volumen de agua condensada fué de 27 g de esencia por litro de agua.

7.—Se analizó el aceite esencial obtenido y se encontró que tiene las siguientes propiedades: Color transparente y ligeramente verdoso; olor agradable; D_{15}° : 0.8804; n_{20}° : 1.4618; $(\alpha)_D^{20}$: +12.6°; soluble en 1.63 volúmenes de alcohol 70° y en 1000 volúmenes de agua; índice de saponificación 8.61; alcoholes totales 88.67% y ésteres totales 3.01%.

Comparando esta esencia con la que hay en el comercio se encontró que esta es generalmente levógira y que tiene una cantidad mayor de ésteres, menor cantidad de alcoholes libres y un índice de saponificación más alto. Estos y otros componentes tienen amplios límites de variabilidad. Se puede atribuir la distinta rotación angular a que sea una diferente especie, o a que la zona donde se cultiva esté cercana al mar (3) y la humedad ambiente sea grande.

VII. BIBLIOGRAFIA.

- (1) Dirección General de Estadística. Anuario de Exportación. Secretaría de Economía. México. (1947)
- (2) Dirección General de Estadística. Revista de Estadística. Secretaría de Economía. Boletines de los años 1945-1949.
- (3) Gildemeister, E. "Die Aetherischen Oele". Verlag Schimmel & Co. A. G. Miltitz bei Leipzig. 3. 162-77. (1931).
- (4) Griffin, R. C. "Technical Methods of Analysis." Mc-Graw-Hill Book Co. New York. 358. (1940).
- (5) Herbario del Instituto de Biología. U.N.A.M. México.
- (6) Karrer, P. "Organic Chemistry". Elsevier Publishing Co. Inc. New York. 60. (1946)
- (7) López Cárdenas, C. "Estudio del Aceite Esencial de Linaloe" Tesis Profesional. Escuela Nacional de Ciencias Químicas. U.N.A.M. México. (1937).
- (8) Martínez, M. "Las Plantas más Útiles que Existen en la República Mexicana." Talleres Linotipogr. H. Barrales. 155-57. (1928).
- (9) Parry, E. "The Chemistry of Essential Oils and Artificial Perfumes." Scott, Greenwood & Son. London. 2. 299-311. (1922).
- (10) Standley, . C. "Trees and Shrubs of Mexico." (Contributions from the U. S. National Herbarium) Government Printing Office. Washington. 23 (parte 3). (1923).
- (11) Torres Torrija, M. "Esencia de Linaloe". Tesis Profesional. Escuela Nacional de Ciencias Químicas U.N.A.M. México. (1921).
- (12) Wiesner, J. "Die Rohstoffe des Pflanzenreiches." Verlag von W. Engelman. Leipzig. 1. 60-89. (1928).