



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

FACULTAD DE QUIMICA

T E S I S

**APLICACION DE LA TECNICA POR
DESTILACION CON ARRASTRE DE VAPOR DE
AGUA A PETALOS DE ROSA**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A
JOSE ALFREDO VIVEROS CORTES



EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUIMICA

MEXICO, D.F.

2002

I

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**





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.

PAGINACIÓN

DISCONTINUA

Jurado asignado:

Presidente **Antonio Valiente Barderas**

Vocal **Jesús Torres Merino**

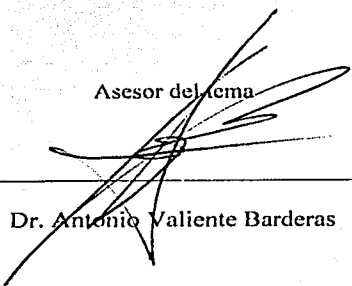
Secretario **Eduardo Marambio Dennett**

1er Suplente **Celestino Montiel Maldonado**

2do. Suplente **Gerardo del Río Castillo**

Sitio donde se desarrollo el tema: Facultad de Química Edificio A, Lab. De Ingeniería química

Asesor del tema



Dr. Antonio Valiente Barderas

Sustentante



José Alfredo Viveros Cortes

AGRADECIMIENTO A

MIS PAPAS; EPIFANIO VIVEROS BRAVO Y ALDEGUNDA CORTÉS SALAZAR:

Quiénes siempre me cargaban en sus hombros cuando era niño y las personas le decían ¡Que niño tan Grande!...y yo me sentía grande.

Crecí y me bajaron de sus hombros, me sentí extraño, pero me enseñaron a ignorar tal sentimiento, logrando que aprendiera a caminar y a caer, a levantarme, trabajar y jamás darme por vencido, en conclusión que la vida es bella y muy fácil de vivirla, simplemente uno mismo se la complica.

No me daba cuenta de sus preocupaciones, desvelos, sacrificios... es decir, de su responsabilidad con que hacen sus tareas y el amor que brindan a sus hijos.

Yo no me di cuenta, pero Ellos si lo notaron, que mi caminar de hoy es al lado de sus hombros, y aunque se que me hace falta crecer mucho, ¡Papás, quiero llegar a ser igual de Grande como Ustedes! Gracias Papá, gracias Mamá, por haberme enseñado a madurar: ¡A ser grande!

MIS HERMANOS JORGE Y ROSA LINDA:

Que sin sus críticas, regaños y cooperación, este trabajo me hubiese resultado más difícil.

MIS AMIGOS que no solo me ofrecieron palabras de apoyo MARÍA TERESA TAGLE, MIGUEL ANGEL PAPAQUI, NEFTALÍ CRUZ Y MARCELO MIRANDA

LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO (UNAM):

Le agradezco inmensamente al Vigor Indomable de su Espíritu, representada por su Honorable y magnífica Planta de Maestros, el cual contagia e inspira a todos sus estudiantes, y que gracias a la Esencia de este Espíritu pudo germinar esta Tesis, terminando de crecer con los pilares del conocimiento de la FACULTAD DE QUÍMICA, la tierra fértil de EDUCACIÓN CONTINUA FACULTAD DE QUÍMICA y la valiosa asesoría del DOCTOR ANTONIO VALIENTE BARDERAS.

INTRODUCCION.

La tesis se enfoca a la utilización de rosas de segunda clase, las cuales incluyen aquellas que fueron cortadas en botón para su venta y no pudieron comercializarse, rosas que florecieron antes o después del tiempo ideal para su venta, o que al ser cosechadas y transportadas se separaron de sus tallos, así como, los pétalos que se desprenden de estas actividades.

Usando la técnica de destilación por arrastre con vapor y los pétalos de rosa de segunda clase como materia prima, se pretende registrar si en condiciones de presión atmosférica de la Ciudad de México, variando el grado de fragmentación de los pétalos y la técnica antes mencionada, se puede obtener el aroma de rosas.

Para lograr este enfoque, este trabajo se divide en dos secciones, la primera sección que es la parte teórica, comprende del capítulo 1 al 4, donde se resume la información consultada, donde esta sección teórica es utilizada en la segunda sección que será la parte experimental, comprende los capítulos 5 y 6.

En el capítulo 1 se incluyen los primeros usos de los aromas por los hombres en épocas pasadas, así como su práctica actual para perfumar distintos productos y de manera muy general, las células y tejidos vegetales que producen los aromas.

Se propone una metodología para la obtención de extractos vegetales en el capítulo 2, y se describen las etapas de esta metodología.

En el capítulo 3 se habla en especial de las rosas, algunos procedimientos de extracción de su aroma, de técnicas analíticas para saber las sustancias que componen este olor y principios de síntesis químicas de algunos compuestos aromáticos.

Las variantes de la destilación por arrastre con vapor, se describen en el capítulo 4.

TESIS FACULTAD DE QUIMICA-UNAM

En el capítulo 5 se registran los datos al aplicar la metodología del capítulo 2, alguna forma de la técnica del capítulo 4, y tomar algunos datos del capítulo 3.

De los datos obtenidos en el capítulo 5, se estima el costo de producción del producto obtenido, y se compara con un producto comercial fabricado de manera distinta, describiéndose esto en el capítulo 6.

Por último en el capítulo 7 se analizan los resultados de los capítulos 5 y 6 para dar finalmente una conclusión.

INDICE

Jurado	II
Agradecimientos	III
Introducción	IV
Indice	VI

Capitulo 1 Aromas florales

1.A Historia	1.1
1.B Utilización de los acordes florales en productos funcionales... ..	1.3
1.C Los aromas en la comunicación.	1.5
1.D Células y tejidos vegetales implicados con los aceites esenciales.	1.7
1.E Las rosas	1.11
1.F Bibliografía	1.13

Capitulo 2 Metodología para la obtención de extractos vegetales

2.A Introducción.	2.1
2.B Descripción de las etapas de la metodología.	2.2
2.B.1 Recolección	2.2
2.B.2 Limpieza y selección del material vegetal	2.3
2.B.3 Deseccación	2.4
2.B.4 Fragmentación	2.5
2.B.5 Técnicas de extracción	2.5
2.B.6 Fraccionamiento de los extractos	2.16
2.B.7 Purificación	2.16
2.B.8 Identificación	2.17
2.B.9 Producto terminado	2.17
2.C Bibliografía	2.18

Capitulo 3 Aceite esencial de rosa

3.A Procedimientos de extracción para algunos tipos de rosa	3.1
3.B La esencia de rosa	3.4
3.C Técnica de Headspace de aromas de rosas	3.5

3.D Técnica de Closed loop stripping de rosas	3.7
3.E Análisis de Headspace de cuatro rosas aromáticas	3.8
3.F Características agrónomas de rosas	3:13
3.F.1 Composición química de aceites destilados de rosa	3:13
3.G Síntesis de productos aromáticos	3.17
3.H Bibliografía	3.21

Capitulo 4 Destilación por arrastre con vapor de agua.

4.A Generalidades	4.1
4.B Expresión teórica del fenómeno	4.3
4.C Descripción de las partes del destilador	4.6
4.D Acciones del vapor sobre el material vegetal	4.7
4.E Tipos de destilación	4.8
4.E.1 Destilación seca	4.8
4.E.2 Destilación húmeda	4.8
4.F Variantes en las destilaciones	4.11
4.G Bibliografía	4.12

Capitulo 5 Procedimiento experimental

5.A Procedimiento	5.1
5.B Primera fase experimental	5.3
5.B.1 Destilación con agua	5.3
Tabla de resultados destilación con agua	5.5
5.B.2 Destilación con vapor	5.5
Tabla de resultados destilación con vapor	5.7
5.C Segunda fase experimental	5.8
5.C.1 Modificaciones	5.8
5.C.2 Tabla de resultados 2ª fase	5.8
5.D Tercera fase experimental	5.9
5.D.1 Tabla de resultados 3ª fase	5.9
5.D.2 Parte B Destilación con vapor alimentado lateralmente	5.10
Tabla de resultados Parte B	5.11
5.D.3 Parte C Extracción con agua fría	5.12
Tabla de resultados Parte C	5.12
5.E Cuarta fase experimental	5.13
5.E.1 Descripción del equipo piloto PIGNAT	5.13
5.E.2 Tabla de resultados equipo PIGNAT	5.17
5.F Conservación del producto	5.17
5.F.1 Conservadores antimicrobianos	5.17
Tabla de resultados con el Germall 115	5.23
5.F.2 Antioxidantes	5.23

5.G Control de calidad en la elaboración del producto	5.25
5.G.1 Material, equipo y reactivos para la prueba de control	5.25
5.G.2 Fundamento	5.26
5.G.3 Posibles interferencia	5.26
5.G.4 Procedimiento	5.27
5.G.5 Tabla de resultados de la prueba de control	5.28
5.F Bibliografía	5.29

Capítulo 6 Costos de producción

6.A Costo de producción	6.1
6.B Punto neutro o de equilibrio contable	6.3
6.B.1 Cálculo del punto neutro	6.4
6.B.2. Desarrollo del punto neutro o de equilibrio contable	6.4
6.B.3 Suposiciones para la técnica del punto neutro	6.5
6.B.4 resumen de gastos fijos y variables anual	6.6
6.C Bibliografía	6.9

Capitulo 7 Análisis de resultados y conclusiones

7.A Análisis de resultados	7.1
7.B Conclusiones	7.4

Anexos

Anexo I Tabla de solubilidad	8.1
Anexo II La técnica olfativa	8.2
Anexo III El aprendizaje y la clasificación de la materia prima	8.3
Anexo IV Temperatura teórica de destilación de compuestos aromáticos a 586 mm Hg.	8.4
Anexo V Temperatura teórica de destilación de compuestos aromáticos a 2710 mm Hg.	8.5
Anexo VI Calculo de la concentración bromato/bromuro	8.6

CAPITULO 1

AROMAS FLORALES

1.A HISTORIA

Originalmente, en la civilización del Antiguo Egipto y la Antigua Grecia, los materiales aromáticos vegetales se maceraban en aceites untuosos utilizados para suavizar la piel, perfumarla y aromatizar los vinos. En la Edad Media los científicos árabes desarrollaron la técnica de la destilación en corriente de vapor de agua mediante la cual era posible preparar los aceites esenciales, haciéndolos pasar a través de materiales vegetales que necesitaban ser posteriormente condensado. Con el paso del tiempo, estos aromas, inicialmente pensados y utilizados para propósitos médicos, se utilizaron también en la perfumería.

Hasta cerca del año 1800 no existió una distinción clara entre medicina y perfumería. Entre los siglos anteriores al XVII, el objetivo principal de los aromas agradables y benéficos había sido prevenir y tratar de curar enfermedades que producían malos olores.

Para la mayoría de la gente, el mundo de las fragancias es un universo misterioso, en

donde personas con un sentido olfativo bien desarrollado hablan un lenguaje incomprensible a todos los demás; de hecho, los perfumistas utilizan un lenguaje particular para descubrir las fragancias, su carácter y sus notas. Los términos utilizados relacionan todo el mundo olfativo, pero son bastante incomprensibles y extraños para el hombre común.

Esencias que evocan flores, frutas, especias, olores de maderas preciosas o animales, la calidad y excelencia de estos elementos son la primera fuente de inspiración del perfumista; que ingeniosamente mezclados con ámbar, almizcle, musgos y millones de matices diferentes, se transforman lentamente en una pieza maestra de armonía y belleza, en perfumes ricos en misterio, sutileza y calidez que subrayan y enfatizan el encanto de una mujer, o la elegancia y frescura natural de su persona. Esencias que acentúan la virilidad del hombre, su imagen de hombre sport o sus sentimientos más íntimos.

Con el fin exclusivo de poder describir mejor el olor de cada esencia natural, hemos procedido a reunirlos en los siguientes grupos, notas o acordes:

Grupos o acordes	Característica
Floral rosal	Rosa: Nota dulce olfativa. El olor de la rosa expresa suavidad, feminidad y sensualidad
Floral violeta	Violeta: Provocan elegancia y distinción
Floral liral	Lirio: Sus atributos clásicos son aromas florales frescos y verdes, a la vez que se crea un ambiente de primavera, rocío matinal, juventud, luminosidad y delicadeza
Frutal	Fresa, sandía, durazno: Provocan una ácida y tierna pero también voluptuosa y glamorosa sombra
Limón	Lima, limón, naranja: Frescura que expresa sol, playa y actividades recreativas, también puede indicar mar, viento y olas.
Amaderada	Sándalo, Patchouli, vetiver: Efectos suaves y cálidos, sensaciones voluptuosas y cautivantes.
Especiadas	Clavo, cilantro, canela: Expresan exotismo, luz, calidez y también arrogancia.

Balsámicas y animalizadas Bálsamo del Perú: Pueden ser calmantes, misteriosas, dulces o sensuales

Aldehídicos Olor químico aromático, sensación fresca.

1.B UTILIZACIÓN DE LOS ACORDES FLORALES EN PRODUCTOS FUNCIONALES

Con la aparición del cromatógrafo de gases, se pudieron identificar decenas de componentes, gran parte de los cuales eran totalmente desconocidos hasta el momento. Con él, se descubrió, que la mayor parte de los extractos, a pesar de ser los materiales más bellos de la perfumería, no consiguen captar la verdadera esencia de la flor natural, a causa de los cambios químicos que se producen durante el proceso de extracción. Ya en un momento más reciente la cromatografía de gases de espacios de cabeza (ver capítulo 111, sección.C), ha hecho posible el análisis directo del aroma mientras la planta lo libera, ampliando así, de forma considerable el conocimiento que tenemos de la composición de las fragancias que existen y percibimos de la naturaleza.

Con algunas modificaciones los acordes florales pueden ser utilizados como notas sueltas en algunos productos funcionales como son los jabones, cosméticos y productos de limpieza para el hogar.

Las fragancias de las flores y su asociación con nuestros sentidos de la belleza estética, siempre han ocupado un lugar destacado en nuestra concepción del sentido del olfato. Capturar fielmente sus esencias mediante destilación, enfleurage o extracción con disolventes ha sido uno de los objetivos básicos y permanentes de la industria de los aromas desde el tiempo de la edad media.

En los perfumes alcohólicos el aroma manda, el sistema de disolución forma parte del aroma; tanto el envasado como el empaquetado del producto son elegidos para sacar el máximo partido posible de la esencia, para preservarla en el mejor estado y durante el mayor tiempo posible. En el resto de los productos, ya sean jabones, detergentes, productos de tocador o de limpieza en el hogar, el protagonismo corresponde a otras consideraciones, distinta de procurar un óptimo comportamiento del aroma. Los jabones, shampoos, limpia hogares y detergentes, son

formulados para limpiar; en las cremas hidratantes y los acondicionadores del cabello, la bondad de las propiedades curativas está por encima de la calidad del perfume. Incluso los productos en los que, indudablemente, el aroma juega un papel principal, como pueden ser los geles de baño y los ambientadores, también han de cumplir ciertos requisitos que pueden entrar en conflicto con el óptimo rendimiento de sus aromas, los geles de baño deben tener una cierta viscosidad y deben producir una gran cantidad de espuma estable. Los ambientadores deben de ser baratos y fáciles de usar. Como resultado de todo esto, la creación de aromas y perfumes para "productos funcionales" traen siempre consigo consideraciones estéticas como técnicas.

En ciertas ocasiones aparecen olores no deseados durante o con posterioridad a la utilización del producto.

Las materias primas de la mayor parte de los productos funcionales producen olores más o menos desagradables. En las cremas, jabones y detergentes suelen tratarse de las notas grasas o cerosas de los ácidos grasos y sus derivados. En las lociones frescas, depilatorias e insecticidas del olor acre (o amargo) de agentes activos; en los limpia cristales y en los que quita esmaltes la nota "química" y el olor dulce de los disolventes orgánicos.

El paso primero y fundamentalmente para eliminar los problemas del olor en los productos funcionales es la utilización de materias primas de la mayor pureza y con el mejor grado de olor que sea posible encontrar y financiar.

Algunos componentes de los productos base causan una sensación de picazón de la nariz, que no es exactamente un olor, sino una irritación de las terminaciones nerviosas del sentido del olfato. Una respuesta de olor, es apenas detectable cuando se trata de alcoholes de baja graduación, pero es más pronunciada en el caso de ácido acético (vinagre) y muy pronunciada en caso de amoníaco y formaldehído, el cual es imposible de enmascarar.

La dificultad es aún mayor, cuando el objetivo del perfume es enmascarar olores que se producen en otro lugar, como en el caso de los desodorantes, detergentes, ambientadores o limpiadores de baño, generalmente, la principal razón por la que se perfuma un producto

funcional es simplemente, conseguir que resulte más agradable para el consumidor.

En el contexto de la estética de los aromas de los productos funcionales, es útil dividir los productos en dos categorías: Uno corresponde a los productos en los que un aroma juega un papel principal desde el punto de vista del consumidor, como son los desodorantes, jabones de tocador, productos para el baño, suavizantes para ropa y ambientadores, en el segundo grupo encontramos productos como shampoos, y acondicionadores para el cabello, cremas hidratantes y de manos, detergentes para la ropa y limpia hogares, en los que el consumidor no considera que el aroma sea factor determinante. Aunque poca gente compra de manera consciente un producto por su olor, sí es frecuente que lo rechace porque este le desagrada.

En los productos funcionales, existen ingredientes que repercuten en la efectividad del producto, estos ingredientes tales como los hipocloritos en los detergentes para lavavajillas automáticos, el perborato de sodio o el percarbonato en detergentes en polvo para los programas de prelavado de ropa, o por la presencia del aire en el caso de talco o polvos desengrasantes, en los que el perfume se distribuye por la amplia superficie de las partículas de polvo, son condiciones en donde los terpenos insaturados que forman parte de los aceites cítricos, de pino y de otras coníferas, son especialmente proclives a sufrir oxidación aérea (la oxidación se trata con más detalle en la sección 5.f.2), produciendo un olor de tipo turpentina. La mayoría de las reacciones que provocan la descomposición de los componentes tienen lugar en la fase acuosa de los productos. Por eso es conveniente utilizar sistemas de envasado que prevengan efectivamente la adsorción de la humedad del aire para evitar la descomposición del perfume. Un mal envasado puede ser un potente agente de descomposición para un perfume.

1.C LOS AROMAS EN LA COMUNICACIÓN

El aroma de un producto connota cualidades específicas del producto ante el consumidor; esto resulta obvio cuando usamos un aroma de limón para un lavavajillas en cuya publicidad se anuncia zumo de limón, o en el caso de un limpiador de baños que contiene ácido cítrico, o cuando se utiliza perfume de hierbas en una espuma de baño herbal.

Los olores constituyen un sistema primario de comunicación en el reino animal y, probablemente, también sea posible decir que los propios seres humanos, sea o no de manera consciente, interpretan también cada olor como procedente de una determinada fuente o portador y como señal de la existencia de características más o menos específicas.

Un determinado tipo de olor a limón puede sugerir una suave frescura y otro puede sugerir una intensa acción gradual antimicrobiana. Un acorde herbáceo puede sugerir que en una espuma de baño mejora la salud, o en una colonia para hombres puede darle el toque masculino. Muchas veces, la comprensión del mensaje depende en la cultura que se emita.

La persistencia o tenacidad de un aroma se refiere a la duración de la fragancia en el producto perfumado, ya sea el de una pastilla de jabón o en la acción prolongada de un ambientador doméstico, o sobre la superficie sobre la que se ha aplicado el producto, por ejemplo, sobre la piel después de haber utilizado un jabón de tocador. En el pasado se pensaba que la tenacidad dependía de los llamados "fijadores" (agentes retardantes de la evaporación de la esencia), utilizados en la composición de un perfume, pero, actualmente prevalece la opinión de que es el resultado simple de la característica propia de cada uno de los odorantes utilizados.

La mayor parte de los materiales de la fragancia se disuelve mucho mejor en grasas y aceites que en agua, hasta el punto en que en algunas formulaciones del producto se proporciona una fase grasa en la que pueden esconderse y protegerse de los ataques de las bases, ácidos, agentes oxidantes y todas las enzimas, que actúan principalmente en la fase acuosa.

La adición de agentes quelantes a la fase acuosa, como el ácido cítrico o el EDTA (ver tabla XVIII sección 5.F.2), que enlazan los iones metálicos, también puede minimizar el problema de oxidación.

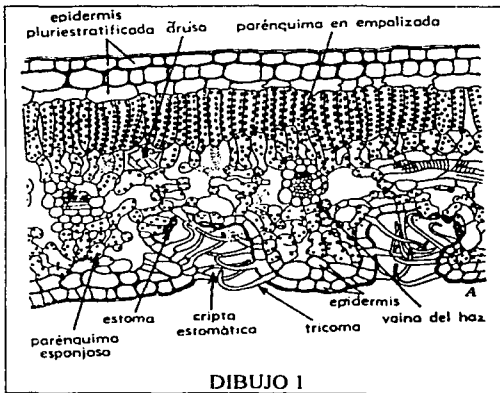
Por su propia naturaleza, la biodegradabilidad de todos los materiales de perfumería pertenecen a la clase de productos químicos orgánicos volátiles (QOV'S). Los aceites esenciales poseen una variedad de propiedades biológicas, de esta manera, los aceites esenciales pueden tener efectos tóxicos ó benéficos dependiendo de la concentración y tiempo de exposición, en general

de los QOV'S. La toxicidad de varios aceites esenciales, es reportada en monografías por la Research Institute for Fragrance Materials (RIFM). En general, la concentración de sabores y fragancias (aceites esenciales) en los productos de consumo, son relativamente bajos, y resultan inocuos para el hombre.

La regulación internacional de los sabores y las fragancias, esta armonizada por la RIFM, por la International Fragrance Association (IFRA), y la International Organization of the Flavour Industry (IOFI).

1.D CÉLULAS Y TEJIDOS IMPLICADOS CON LOS ACEITES ESENCIALES.

Los vegetales son organismos con sistemas muy complejos. Para entender mejor su funcionamiento, el hombre ha clasificado y dado nombres a algunas partes de los componentes de su sistema. A continuación se describen las partes principales de las plantas que se relacionan con los aceites esenciales.

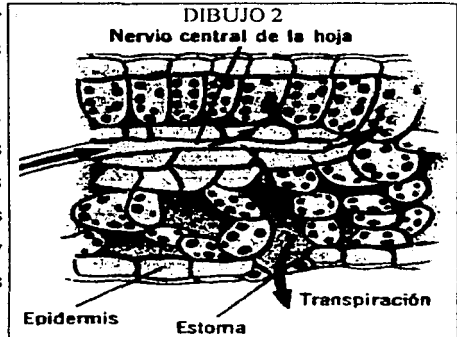


Epidermis: El dibujo 1, muestra las células epidérmicas que forman una capa continua sobre la superficie del cuerpo de la planta (epidermis pluriestratificada), y presentan características especiales relacionadas con su posición superficial. La epidermis puede contener aberturas muy pequeñas en la epidermis conocidas como estomas. Estas aberturas están protegidas por los tricomas.

La epidermis protege mecánicamente y también interviene en el metabolismo de la planta, por medio de las estructuras secretoras que se encuentran en ella.

Estructuras secretoras: Las estructuras secretoras (organización de células que producen una variedad de secreciones) no forman tejidos claramente delimitados, sino que se encuentran dentro de otros tejidos, primarios o secundarios, ya sea como células individuales o como grupos o series de células, y también en formaciones de organización más o menos definida en la superficie de la planta.

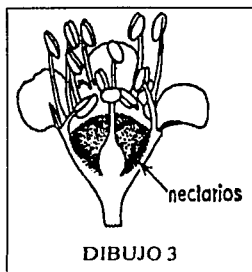
Las glándulas pueden estar diferenciadas por un tejido formado por células secretoras en sus superficies (como las estomas mostradas en el dibujo 2), y por células no secretoras que apoyan funcionalmente a las secretoras (tricomas). Las estructuras secretoras internas son cavidades intercelulares o cavidades tapizadas con células secretoras (generalmente conductos de resina), y depósitos formados para la desintegración de las células secretoras (cavidades de aceite).



En general, los aceites se encuentran ampliamente distribuidos por todo el cuerpo de la planta; probablemente, se presentan en pequeñas cantidades en cada una de las células. El término grasa puede emplearse para designar no solo las grasas propiamente dichas, esto es, los ésteres de ácidos grasos y glicerina, sino también las sustancias afines agrupadas bajo el calificativo de lípidos; los aceites deben considerarse como grasas líquidas. Las grasas y aceites se presentan como corpúsculos sólidos o, más frecuentemente, como gotitas líquidas de diversos tamaños dispersadas en el citoplasma o agrupadas en masas de mayor tamaño. Se supone que las sustancias grasas pueden ser elaboradas directamente por el citoplasma o también en algunos organelos. Los aceites esenciales, sustancias aromáticas volátiles, se encuentran frecuentemente en las plantas como por ejemplo; en las coníferas se hallan en todos los tejidos; en otras pueden desarrollarse sólo en los pétalos (rosal), en los pétalos y piel de los frutos (naranja), en la corteza y las hojas (cinamomo), o en los frutos (nuez moscada).

Las células vegetales producen muchas sustancias que son subproductos no utilizables del

metabolismo y que quedan más o menos aisladas de los protoplasmas vivos, o son eliminadas enteramente del cuerpo de la planta. Ejemplos de estas sustancias son los terpenos y otros compuestos afines, como taninos y diferentes tipos de cristales. Representantes de los terpenos inferiores (hidrocarburos de distintos grados de polimerización) son los aceites esenciales de rosas y los terpenos superiores lo son los carotenoides, las saponinas y el caucho. La secreción activa o pasiva puede ser la responsable de la eliminación de los terpenos y otros subproductos.



DIBUJO 3

Los nectáreos o nectarios se encuentran en las flores (nectarios florales) y en las partes vegetativas (nectáreos extraflorales). Su forma varía desde superficies glandulares a glándulas vasculares especializadas. Los nectáreos florales ocupan en las flores diversas posiciones. Los nectáreos extraflorales se encuentran en tallos, hojas, estípulas y pedúnculos de las flores. En las rosáceas periginas el nectáreo está localizado entre el ovario y los estambres, tapizando el interior del cáliz floral (ver dibujo 3).

El tejido secretor de los nectarios puede quedar reducido en la capa epidérmica. Normalmente, las estructuras secretoras epidérmicas tienen un citoplasma denso pudiendo ser células papilosas o alargadas (parénquima en empalizada, ver dibujo 1). En muchos nectarios las células situadas por debajo de la epidermis también son secretoras, son ricas en citoplasma, muy apretadas y tienen membranas delgadas. El nectario está cubierto por una cutícula.

Fisiología en la planta de los aceites esenciales y resinas: El papel biológico desempeñado por las esencias en las plantas, según Ravenna, supone con una actividad hormonal en la polinización y Frisch piensa que su olor atrae a los insectos poleníferos. Tyndall supone que los aceites podían regular la transpiración, especialmente por alterar la conductividad calorífica del agua y la presión osmótica. Charabot, las consideró útiles en el metabolismo por disminuir su proporción en la planta, mediante una asimilación, cuando ésta es resguardada de la luz, y por ser consumidas en parte durante la fecundación y génesis de la semilla. Sólo en pocos casos constituyen secreciones patológicas (resinas y bálsamos, protectores contra las enfermedades de los órganos dañados).

Sólo aparecen sustancias odoríferas en los órganos jóvenes, los cuales van paulatinamente produciendo y almacenando cada vez menos cantidad de esencia, hasta llegar a la floración, momento en el cual parece que la esencia es difundida por el tallo y hojas hasta la flor; al quedar ésta fecundada, consume parte de dicha esencia y una vez acabada la semilla, el sobrante desciende de nuevo al tallo para difundirse por otros órganos.

La circulación de la esencia a través de la planta se facilita por la formación de ciertos glucósidos que, una vez llegados a la flor, son hidrolizados para consumirse in situ y quedar libre el olor floral.

Las partes no odoríferas del rosal contienen los mismos glucósidos de los pétalos, pero en ellos están ausentes (al menos en la cantidad necesaria) los enzimas hidrolizantes que liberan el aceite; también es posible la presencia de ambos, glucósido y enzima en células distintas, por lo cual se dificulta o impide su interacción. Confirmando este hecho, Langlais y Bollinger han llegado a realizar la hidrólisis artificial de estos glucósidos, aumentando así el rendimiento de las flores en esencia.

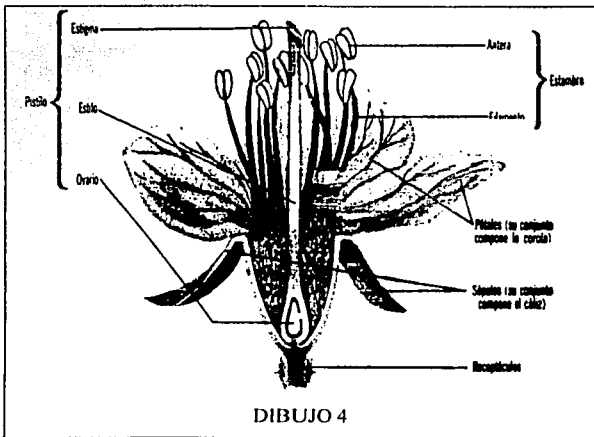
Los aceites esenciales se presentan en forma de minúsculas gotas dentro de la célula. Son escasamente solubles en agua, pero se disuelven en alcohol. Las resinas pueden hallarse asociadas con aceites esenciales o gomas, o también formando masas irregulares, que son insolubles en agua pero solubles en alcohol. Las resinas, oleorresinas y gomorresinas suelen segregarse a cavidades o conductos secretores. Los aceites y grasas son solubles en alcohol-eter, pero con pocas excepciones, como el aceite de ricino son sólo ligeramente solubles en alcohol. Se colorean en pardo o negro con solución de ácido ósmico al 1%, y en rojo con tintura de anaca diluida. Esta tinte lentamente y debe dejarse actuar por lo menos durante 30 minutos. Una mezcla fría a partes iguales de solución de potasa saturada y solución concentrada de amoníaco saponifica lentamente los aceites fijos y las grasas. Al cabo de unas horas pueden observarse cristales característicos de jabones.

Con frecuencia las esencias están asociadas con otras sustancias, como gomas y resinas y tienden a resinificarse por exposición al aire.

1.E LAS ROSAS

La rosa, pertenece a las angiospermas-dicotiledoneas, al orden de los Rosales y a la familia de las Rosáceas. La familia Rosácea (Rosineae) contiene unos 100 géneros y 2.000 especies de plantas herbáceas, arbustivas y arbores. Es considerable la variedad existente en cuanto a flores y frutos. No hay aspectos anatómicos característicos de la familia en conjunto, y las diversas subfamilias muestran con frecuencia diferencias en cuanto a la ordenación de estomas. Entre los componentes de las Rosácea se hallan heterósidos cianogénéticos, taninos, saponinas, grasas de semillas, alcoholes derivados de azúcares, citlloles, terpenoides y mucílagos; son raros los alcaloides y las cumarinas.

Rosáceas (Rosácea): Hierbas, arbustos o árboles, en su mayor parte de climas templados. Tallos y ramas verticales o trepadores, herbáceos o leñosos. Hojas alternas, con estípulas verdes, compuestas que pueden llegar a reducirse apareciendo como simples. Flores regulares pentámeras; 5 sépalos y 5 pétalos; raramente 4. Pétalos generalmente amarillos o blancos, pero también de color rosa y de color carmesí, raramente púrpuras, y caedizos. Indefinido número de estambres (semiepiginos). Pistilo apocárpico con numerosos carpelos.



Las flores son retoños modificados para servir como medio de propagación de los individuos. Las flores están dispuestas en vertículos. Nombrados de abajo hacia arriba (ver dibujo 4), o desde fuera hacia dentro: receptáculo, cáliz, corola, estambre, gineceo o pistilo. La disposición de las flores en el tallo se denomina inflorescencia o antotaxia.

Las flores pueden presentarse solitarias o agrupadas en el tallo. Los miembros individuales del cáliz son los sépalos, que generalmente son verdes y en su mayoría se parecen a las hojas foliares en su carácter general. Los pétalos de la corola son, a menudo, blancos o coloreados de vivos colores y tienen una textura delicada, con finísimas venas y una superficie superior aterciopelada. Los estambres, cada uno de los cuales tiene una parte semejante a un peciolo, o filamento, y una cabeza o antera, dentro de la cual se encuentra el polen. Los miembros del pistilo se llaman carpelos y son hojas muy modificadas que forman una o varias cámaras cerradas, llamadas ovarios. El ovario esta coronado por un estilo, o estilos y un estigma (ver dibujo 4).

En el grupo de las flores como la amapola, la rosa roja y la caléndula solo se utilizan los pétalos para la extracción de su aceite. En la tabla 1, se muestran las partes de las flores que se utilizan para extraer su esencia.

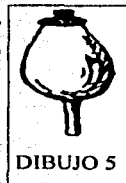
TABLA 1. FLORES Y PARTES FLORALES

NOMBRE	PORTE FLORAL	ORIGEN BOTÁNICO	FAMILIA
Clavo de especia	Capullos sin abrir	Eugenia caryophyllata	Mirtáceas
Rosa	Pétalos	Rosa gallica	Rosáceas
Saúco	Flores	Sambucus canadensis Sambucus nigra	Caprifoliáceas
Gordolobo	Corolas y estambres	Verbascum phlomoides Verbascum thapsiforme	Escrofulariáceas
Azafrán	Estigmas	Crocus sativus	Iridáceas
Maíz	Estilos y estigmas frescos	Zea Mays	Gramíneas
Caléndula	Flósculos ligulados	Calendula officinalis	Compuestas
Couso	Inflorescencias	Hagenia abyssinica	Rosáceas
Tila		Tilia europaea	Tiliáceas
Arnica	Capítulos	Arnica montana	Compuestas
Manzanilla común		Anthemis nobilis	Compuestas
Trébol		Trifolium pratense	Leguminosas
Santónico	Capítulos sin abrir	Alemisia Cina	Compuestas

Fuente: Tomada del libro: Tratado de Farmacognosia, Herber W. Youngken, Edit. Atlante S.A.

Los pétalos: En los pétalos, su epidermis superior o interna es, con frecuencia, papilosa, lo que da al pétalo su aspecto aterciopelado. Las papilas se reconocen fácilmente, tanto si se mira la epidermis por la superficie como en sección, y constituyen un carácter anatómico muy útil de las flores. La epidermis inferior o externa no tiene papilas y, a menudo, hay en ella estomas, pero en pequeño número. El mesófilo es delgado y, frecuentemente, consta de tres o cuatro filas de células con grandes espacios intercelulares; no es diferenciado. Los colores rojo y azul de las flores se deben a la presencia de antocianinas disueltas en el jugo celular y dan color rojo con los ácidos, y azul o verde con los álcalis, como en la flor de espliego y en la rosa roja. Puede haber disueltos en el jugo celular pigmentos amarillos, cuando son derivados del flavonol, o a la presencia de plástidos que contienen carotina y xantófila. Su sistema vascular está muy reducido y las delicadas venas consisten en unos pocos vasos en espiral muy estrechos.

Descripción del fruto: El fruto de las especies de rosa canina (ver dibujo 5), tiene forma de urna y mide alrededor de 2 centímetros de longitud, es de color rojo vivo y lustroso por el exterior, llevando en su cima las cicatrices que dejaron al desprenderse los cinco sépalos. La mayor parte del fruto está constituido por el tálamu hueco, que lleva numerosos aqueninos sobre su superficie interna.



Los aqueninos son velludos, al igual que la epidermis interna del tálamu. Los estilos, unidos a los aqueninos, se prolongan justamente atravesando la abertura en el ápice del fruto, por lo que los estigmas aparecen como un macizo en la superficie.

1.F Bibliografía

William A. Poucher, Volumen II; Perfumes, cosmetics and soaps; Editorial D. Van Nostrand Company, Inc. USA.

Kirk-Othmer Volumen 17 4ª Edición, Encyclopedia of chemical Technology, Editorial Wiley Interscience publication Jhon Wiley and sons. USA.

T.E. Wallis; Manual de Farmacognasia, Compañía editorial continental.

**Robert R. Calkin, J.Stephan Jellinek; La perfumería: práctica y principios; Editorial Acribia, S.A.
España**

Katherine Esau; Anatomía vegetal, Ediciones omega S.A.

CAPITULO 2

METODOLOGIA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

2.A INTRODUCCIÓN

La obtención de principios activos a partir de sus fuentes naturales comprende varias etapas. Estas etapas o actividades generales, permiten promover iniciativas de metodologías, instrumentos o equipos propios, adecuados a un problema específico, después de relacionar y evaluar las actividades entre sí, para el comienzo de un proyecto.

Para reducir la curva de aprendizaje, minimizar la incertidumbre y el riesgo del inicio de un proceso, se propone un formato en el Cuadro 1, es decir, una serie de etapas generales que ayudan a conocer las posibles desviaciones y sus consecuencias, las medidas preventivas y

correctivas que han de ser tomadas para la mejora del el proceso y del producto.

Cada etapa se lleva acabo mediante la aplicación de una o más operaciones siguiendo una metodología general establecida (Diagrama 1).

2.B DESCRIPCIÓN DE LAS ETAPAS DE LA METODOLOGÍA.

2.B.1 Recolección(1): La recolección se hace generalmente a partir de plantas cultivadas, lo cual asegura la obtención de productos de calidad y en buenos rendimientos, de lo contrario, no se lograría en el caso de utilizar materias primas obtenidas de plantas silvestres.

La edad de la planta influye también en el contenido de los principios activos. Las hojas flores y frutos no deben recolectarse cuando están bañados por el rocío o la lluvia, y deben desecharse si están descoloridos o atacados por insectos o babosas. Incluso mediante recolección manual es difícil, y ciertamente caro obtener hojas, flores o frutos totalmente libres de otras partes de la planta. La recolección puede hacerse manualmente o mecánicamente.

La recogida de las flores debe hacerse siempre en tiempo bueno y seco, porque los pétalos que están húmedos cuando se recogen, se manchan mucho durante el secado, el proceso de recolección puede extenderse por varios días, y en algunos casos semanas, de modo que las flores pueden recogerse en el momento en que llegan al estado apropiado en las inflorescencias.

Las flores de clavo, de la rosa roja y las flores de la santonica, se recolectan cuando están en capullo, las de árnica, manzanilla, sauco y pelitre en el momento en que se abren plenamente, mientras las de cusso se recolectan después de politizadas y fecundadas.

Control de calidad(1*): Cada planta requiere de condiciones y normas que garantizan la óptima realización del proceso: la época en que se recolecta cada planta o parte vegetal tiene importancia, puesto que la cantidad y la naturaleza de los principios activos varían a lo largo del año.

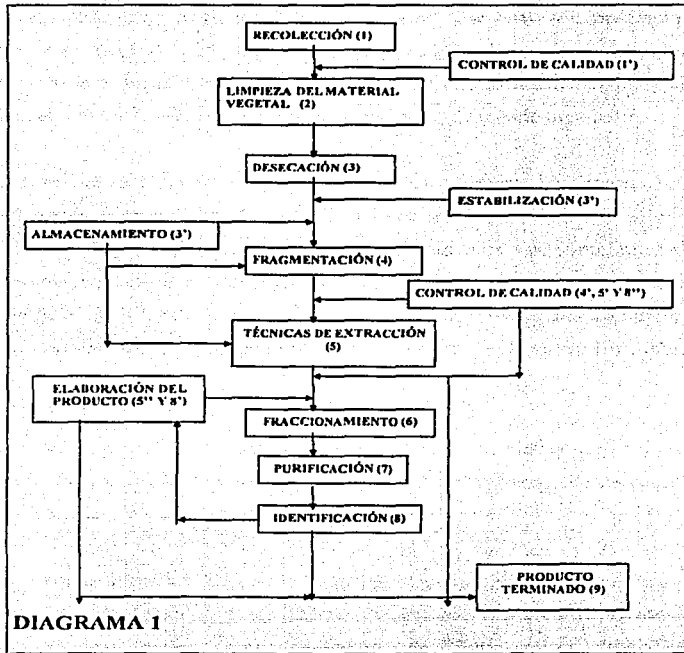
CUADRO 1 ETAPAS DE OBTENCIÓN DE EXTRACTOS Y PRINCIPIOS ÁCTIVOS O PRODUCTOS, A PARTIR DE FUENTES NATURALES.

ETAPAS PARA LA PREPARACIÓN DE PRODUCTOS	ETAPAS PARA LA BUSQUEDA DE NUEVOS PRODUCTOS	
	Método biodirigido	Método clásico
Recolección (Plantas cultivadas) (1)	Preselección y recolección (Plantas silvestres y de acuerdo a los criterios ya estudiados (preselección)) (1)	
Control de calidad (1')	Limpieza e identificación del material vegetal (2)	
	Desecación (3)	
	Fragmentación (4)	
Control de calidad (4')	Técnicas de Extracción (5)	
Control de calidad (5')	Ensayo biológico selección (5')	A veces no se usa el fraccionamiento
	Fraccionamiento (6)	
	Ensayo biol. fracciones (6')	Separación de compuestos (6'')
Separación del producto deseado (6')	Separación de comp. de fracciones activas (6'')	
	Purificación (7)	
	Ensayos biológicos de los compuestos puros (7')	
	Identificación (8)	
Elaboración del producto (8')	Evaluaciones biológicas secundarias y otros estudios (8')	
Control de calidad (8')		

Fuente: Curso teórico de farmacognosia, Dra. Rachel Mata Essayag, M.C. José Fausto Rivero Cruz, UNAM- Fac. De Química

2.B.2 Limpieza y selección del material vegetal (2): En ocasiones la materia prima se encuentra saturada por materia extraña, ya sea por tierra, polvo o lodo. Debido a este inconveniente es necesario tener en cuenta una técnica de limpieza de este material, para evitar la contaminación y destrucción por material extraño en las siguientes etapas.

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES



2.B.3 Desecación (3): Tiene por objeto privar a los materiales recolectados y seleccionados del agua que contienen. De esta forma se garantiza la calidad de la materia prima, evitando el enmohecimiento y ataque por bacterias. Así mismo, se detiene la acción enzimática, no deseada en muchas ocasiones. Por último, el secado fija los constituyentes y facilita el proceso de fragmentación de la materia prima. La desecación rápida contribuye a que las flores y las hojas conserven su color y su aroma. La mayoría de las flores y otros miembros florales contienen aceite volátil, del que depende su valor comercial y, por ello, se secan a la temperatura más baja posible. Con frecuencia se emplean para esto grandes desvanes o graneros bien aireados y las flores se extienden sobre lonas estiradas en bastidores, de modo que el aire tenga acceso a las flores por arriba y por abajo. Las flores o los pétalos se colocan sobre las lonas extendidas en

capa fina y se voltean dos o tres veces al día; el secado se hace a temperatura ordinaria y generalmente en la oscuridad. La habitación de secado no debe tener ventanas porque la luz tiende a blanquear los delicados colores de los pétalos. En climas desfavorables se suele hacer el secado de los pétalos con calor artificial suave en anaqueles de secado especiales.

Estabilización (3'): La estabilización consiste en la destrucción irreversible de enzimas que catalizan las reacciones indeseables, sin que se alteren o extraigan los principios activos presentes en la materia prima. Uno de los métodos más usados de estabilización es el de Perrot y Goris, que consiste en someter el material, generalmente fresco a la acción de vapores de alcohol a una presión de $\frac{1}{4}$ de atmósfera, durante 10 minutos. Posteriormente del esterilizado se seca mediante una corriente de aire. El procedimiento es rápido y el material mantiene todos sus caracteres.

Almacenamiento (3'): Después de las etapas anteriores y si no se va a utilizar en ese instante, la materia prima se puede guardar en recipientes herméticos y conservarse en un lugar fresco, seco y fuera de la acción de la luz.

2.B.4 Fragmentación (4): Consiste en la desintegración y/o división del material vegetal (materia prima), con la finalidad de facilitar la extracción de los constituyentes activos. La desintegración se efectúa mediante molinos mecánicos de diferentes tipos, dependiendo del tipo de material.

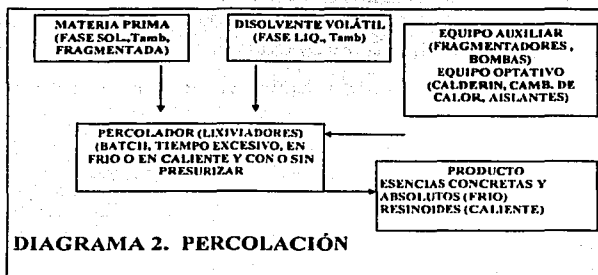
Control de calidad (4'): Es necesario conocer el grado de fragmentación ideal, en función del método de extracción, para evitar apelmazamientos, contaminación, rendimiento y ahorro de energía, entre otros.

2.B.5 Técnicas de Extracción (5)

La extracción es el proceso de separación de los principios solubles de las materias primas de origen natural, mediante la acción de un disolvente, utilizando un método adecuado. La elección del método y disolvente de extracción se realiza con base en las propiedades físicas y

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

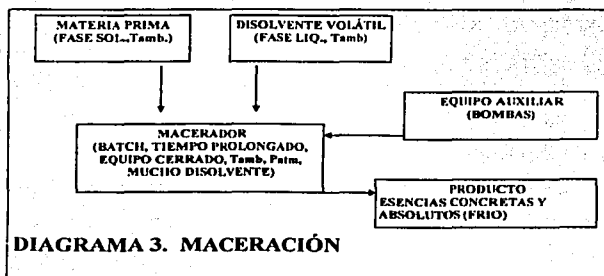
químicas de los constituyentes activos. Entre los métodos más utilizados se encuentran los siguientes: percolación, maceración, enflourage, neumático, métodos de extracción continua, destilación y métodos de extracción mediante fluidos supercríticos. Otros procedimientos de menor uso incluyen: la digestión, la infusión y la decocción. A continuación se describe de manera muy sencilla, el procedimiento de cada método de extracción.



2.B.5.1 Percolación:

Método de extracción por medio del cual un material adecuadamente dividido y empacado propiamente en capas en un recipiente denominado percolador. Los percoladores o

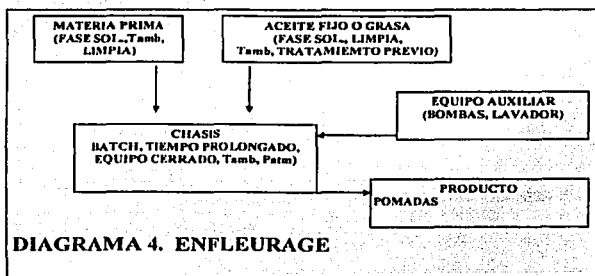
lixiviadores son recipientes de diferentes formas (generalmente cónica) y capacidades, fabricados de vidrio o de acero inoxidable. El procedimiento se puede realizar en frío o caliente. En el último caso, los percoladores están provistos de una chaqueta de calentamiento. Es sometido a la acción de porciones nuevas y sucesivas de un disolvente, de tal modo que dicho líquido atraviesa las capas del material, impelido por su propio peso y separa los principios solubles. También existe la percolación a presión, la cual tiene la ventaja de ser más rápida. La duración del proceso es variable, y se realiza hasta agotar los principios solubles.



2.B.5.2 Maceración: En

el siglo XVIII fue posible disponer de alcohol etílico concentrado por destilación. Esto permitió la elaboración de tinturas mediante maceración de materiales vegetales o animales, en ese

alcohol. Las tinturas jugaron un papel fundamental en la perfumería del siglo XIX. Hoy, por razones prácticas y por causas de los costes que implican, su uso ha quedado exclusivamente restringido a la alta perfumería. Consiste en dejar en contacto por un tiempo determinado, y a la temperatura ambiente, el material vegetal con un disolvente apropiado, para que éste penetre bien la estructura celular y disuelva los principios solubles. La operación debe repetirse hasta agotar los principios solubles y se realiza en recipientes de vidrio de diferentes capacidades. Este procedimiento es muy usado para extraer aquellas materias primas que poseen poca estructura celular. El método tiene la desventaja de ser prolongado en tiempo y de requerir grandes cantidades de disolvente. Es altamente recomendado para materia prima que contiene principios termolábiles.



2.B.5.4 Extracción por enfleurage o enflorado: A finales del siglo XVIII se produjo un importante descubrimiento en el proceso de perfumes florales, con la introducción de la técnica conocida como enfleurage.

Según este método, las flores eran colocadas, muy cerca, o bien directamente sobre una capa de grasa animal que absorbía su fragancia. Las grasas eran lavadas con alcohol, que posteriormente quedaba separado por destilación para conseguir un producto concentrado conocido con el nombre de absoluto de pomada o chasis. Debido a los altos costes de la operación, el método de extracción por enfleurage ha desaparecido casi por completo, siendo no obstante utilizado, en raras ocasiones, para la extracción del aroma de nardo.

En el proceso de enfleurage se esparcen las flores sobre placas de vidrio cubiertas de una capa fina de aceite fijo o grasa en marcos de madera de 50-60 centímetros de lado y 6-7 centímetros de grosor, encajables uno sobre otro, para poder apilarse y dar pequeños espacios cerrados, ya que cada marco lleva un vidrio plano. De esta forma cada cristal forma unas cajas con los cristales de los marcos inmediatos extendiéndose sobre ellos por ambas caras, una capa

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

fina de grasa. La esencia pasa gradualmente a la grasa y las flores agotadas se eliminan y reemplazan por otras frescas. Se obtiene el aceite esencial mediante tres extracciones sucesivas con alcohol.

Basado en la propiedad que tienen algunas flores de seguir emitiendo olor después de arrancadas de la planta. Se realiza, encerrando en un pequeño espacio dichas flores frescas y recién cortadas, en presencia de una grasa especial inodora que disuelve los vapores olorosos emitidos por la flor, a la temperatura ambiente.

Consumiendo mucha mano de obra especializada, su rendimiento por kilo es superior al que podían dar las mismas flores con disolventes volátiles aunque resulten productos a un precio tan elevado que apenas compensa su mejor calidad.

Este método resulta delicado por los peligros de fermentación, enranciamiento y ablandamiento de las pomadas ya obtenidas.

El proceso del enflorado incluye los 3 escalones fundamentales siguientes: 1) preparación y colocación de la grasa, 2) manejo de las flores y 3) tratamiento de la pomada grasa.

1) Preparación y colocación de la grasa: deberá estar libre de olores extraños, produciendo el mejor resultado una mezcla de cebo y grasa de cerdo (generalmente en proporción 1:2), se limpia a mano la grasa bruta, eliminando los restos de piel y de vasos sanguíneos, se trituran y baten con mucha agua fría, y se hierve con agua de rosas o de azahar, y se funde en baño de María para agregar 0.5% de benjuí y 0.15-0.30% de alumbre, que precipita las proteínas (el benjuí hace de estabilizante) realizándose una espumación para luego filtrar y verter en moldes de madera. Así tratada, esta grasa resiste varios años sin ranciarse.

Si la grasa resulta demasiado dura, el contacto con las flores es insuficiente y si es demasiado blanda quedará adheridos a ella restos de flores. La grasa se extiende por ambas caras del vidrio que lleva cada chasis, con la ayuda de una espátula, dejando una capa de unos 3 mm de grosor que luego se marca con rayas para aumentar la superficie.

2) Colocación y eliminación de las flores: Sobre una cara del vidrio previamente untada de grasa, se extiende una ligera capa de flores tamizadas para separar los tallos, hojas, etc. (Unos 40 - 50 gramos por chasis) y se coloca el marco siguiente para cerrar el espacio, se abandona así durante 24 horas (para el nardo se dejan 72 horas) y al cabo de ellas se levantan los chasis, se quitan las flores (que empiezan ya a oler mal) y, poniendo el marco en posición vertical, se le da un ligero golpe sobre la mesa para arrancar las pocas flores que permanecen adheridas.

Una vez descargadas las flores se vuelven a poner más, pero procediendo ahora a la inversa, haciendo de fondo la tapa de antes y soportando así las flores la otra cara del vidrio. Al cabo de otras 24 horas se renuevan las caras, repitiendo este cambio todas las veces necesarias para saturar la grasa. Cada semana se raya de nuevo la grasa y se redistribuye con la espátula.

Se llegan a hacer hasta 72 cambios, con lo cual la grasa ha sido tratada 36 veces; el promedio suele ser de 2,5 kilogramos de flores por cada kilo de grasa, durando este tratamiento de 8 a 10 semanas.

3) Tratamiento de la pomada: La grasa saturada de aceite, se quita con espátula cuidadosamente, se funde a baño de María y se cuele por un paño para eliminar los residuos sólidos, se realiza un lavado en frío con alcohol por varios días. Suele ponerse cantidades iguales de pomada y alcohol, el tratamiento suele hacerse en contracorriente en diferentes aparatos, a fin de que la pomada más agotada, se trate con alcohol nuevo, este lavado de pomadas puede utilizarse como tal siendo una tintura de olor muy similar al de la flor, pero también se puede evaporar el alcohol para usar la esencia extractada de la pomada. Para esto último se comienza por enfriar a 15 °C con lo cual, separa la mayor parte de la grasa disuelta, se filtra y se evapora al vacío. El residuo de esta evaporación son los concretos o absolutos de pomadas en frío, o de enflorados que siempre contienen restos de pomada.

Extracciones con disolventes. A comienzos del siglo XX, se empezaron a utilizar disolventes volátiles de hidrocarburo en grado puro, como el benceno y el hexano, que aparecieron a raíz de las mejoras introducidas en las técnicas de refinamiento del petróleo. Se

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

descubrió que era de gran utilidad para la extracción de plantas aromáticas y materiales vegetales en general. Si el material extraído de la planta es rico en cera (como suele ser el caso cuando se trata de flores, tallos y hojas), ésta también aparecen recogidas en el extracto. Después de haber separado meticulosamente el disolvente volátil mediante destilación, queda una especie de pasta cerosa. Esta es lavada con alcohol para separar las materias aromáticas (que son solubles en alcohol), de las ceras, que no lo son. Es entonces cuando se produce el absoluto por separación del alcohol mediante destilación, generalmente bajo presión reducida. Ciertos materiales de la planta que no contiene agua, como las resinas, hojas y musgos secos, pueden ser extraídos directamente con alcohol. Los extractos obtenidos generalmente pegajosos, viscosos y resinosos se denominan resinoides.

Extracción en caliente con disolventes volátiles. Generalidades: Según las temperaturas a que se realicen, las extracciones se denominan maceraciones (en frío), digestiones (a temperaturas comprendidas entre los 35 y 50 °C) o infusiones (a temperaturas próximas a la ebullición). En el caso concreto del alcohol, disolvente volátil empleado comúnmente en caliente para la obtención de esencias, las disoluciones obtenidas en frío se llaman tinturas, y las obtenidas en caliente, se llaman infusiones alcohólicas.

Por evaporación de estas disoluciones alcohólicas se obtienen los llamados resinoides, generalmente preparados a partir de sustancias secas, gomas balsámicas, etc.

Preparación de las infusiones alcohólicas: Se suelen tratar así los productos animales y sólo ciertos vegetales secos (musgo de encina, vainilla, raíz de trigo y haba tonka), siendo unas veces destinadas a la preparación del resinoide y otras del empleo directo, como tales infusiones alcohólicas. En este último caso se las suele dejar envejecer para que el olor se suavice por reacción del alcohol con algunos principios olorosos.

Extracciones en frío con disolventes volátiles. Generalidades: Elevado rendimiento y buenas propiedades de sus productos. Se ha introducido el butano. Recientemente, debido en parte a la disminución en los niveles de residuos de disolvente permitidos en los productos finales, especialmente en la industria de los sabores, han aparecido sistemas alternativos de

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

disolución para la extracción. Se están consiguiendo resultados interesantes utilizando dióxido de carbono líquido a presión elevada, en sustitución de los disolventes convencionales. Realizado a temperatura ambiente, es en realidad un procedimiento de maceración (inmersión del producto a tratar en el disolvente frío).

Disolventes clásicos (ver Tabla II) tales como, tolueno, alcohol etílico, acetona y éter, han sido usados con este fin, pudiendo obtenerse de ellos una idea de los cuerpos que impurifican las esencias extractadas con cierto disolvente.

La extracción en frío es solo aplicable a productos caros. Sus productos son menos solubles que los aceites esenciales, y oscuros por las impurezas también disueltas, aunque, no obstante, puede mejorarse el color mediante tratamientos complementarios.

Tabla II. Disolventes Clásicos

Sustancias típicas	Benceno o tolueno	Alcohol etílico	Acetona	Éter
Parafinas	XXX	I	I	XXX
Azúcares	I	XA	XA	I
Heterósidos	I	XA	XA	I
Saponinass	I	X	I	I
Ácidos grasos	XXX	X	XXX	XXX
Glicéridos	XXX	X	XXX	XXX
Ceras	XXX	X	I	XXX
Carotenoides	XXX	XXX	XXX	XXX
Clorofilas	XXX	XXX	XXX	XXX
Terpenos oxigenados	XXX	XXX	XXX	XXX
Derivados del benceno	XXX	XXX	XXX	XXX

XXX= Muy fácilmente solubles. XX= solubles en su mayoría, X= solubles en caliente, I= Difícilmente solubles o insolubles. A= solubles cuando el disolvente está diluido con agua.

Esquema del proceso: Las materias a tratar se maceran en frío con el disolvente apropiado, en los extractores, se decantan las disoluciones para separar el agua e impurezas insolubles arrastradas, y se elimina el disolvente por evaporación a vacío, recuperándose para un nuevo tratamiento.

De esta evaporación se pueden obtener dos tipos de productos inmediatos, que son las esencias concretas, o simplemente concretos, obtenidos a partir de flores (esencia impurificada por ceras) o los resinoides en frío, obtenidos a partir de materiales secos, bálsamos, resinas, gomas, etc.(esencia impurificada por resinas de color oscuro). Ambos productos pueden

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

purificarse posteriormente (eliminación de las ceras o resinas) mediante alcohol, produciendo las llamadas esencias absolutas, sin más impurezas que las solubles en alcohol.

CO₂: Recientemente, debido en parte a la disminución en los niveles de residuos de disolvente permitidos en los productos finales, especialmente en la industria de los sabores, han aparecido sistemas alternativos de disolución para la extracción. Se están consiguiendo resultados interesantes utilizando dióxido de carbono líquido a presión elevada, en sustitución de los disolventes convencionales.

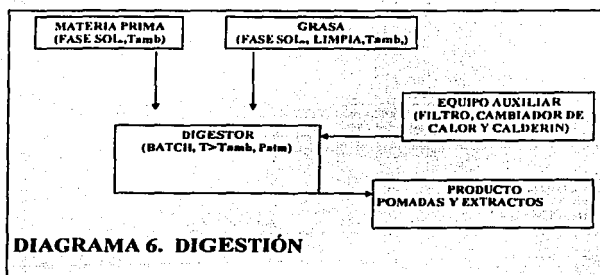
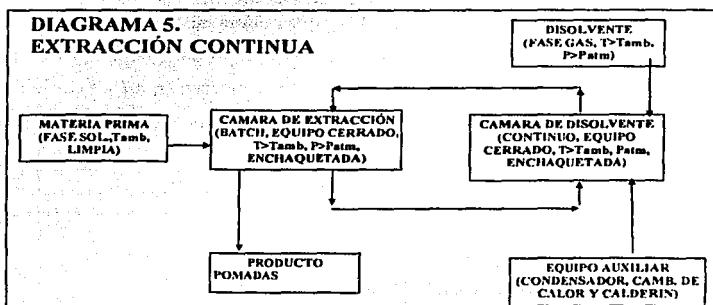
SEGURIDAD EN EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES: Los lugares donde se realizan estos tratamientos deben de tener muchas precauciones, debido a la inflamabilidad de los disolventes. Los edificios son independientes, muy bien aireados (las partes altas de los muros exteriores son caladas a fin de renovar la atmósfera continuamente) y pintadas de claro, colocándose en la techumbre un gran depósito de agua que cumple con la triple finalidad de abastecer de agua fácilmente los condensadores, refrescar el local en verano y asegurar un buen riego en caso de incendio.

Las instalaciones eléctricas (solo de alumbrado generalmente) son de seguridad, y los movimientos de líquidos se realiza a presión o con bombas accionadas por vapor. El peligro de la electricidad estática originada por los tratamientos se elimina haciendo tomas de tierra por conductores cortos y gruesos, de las máquinas al suelo. Los depósitos de disolventes son subterráneos y exteriores al taller.

2.B.5.5 Métodos de extracción continua: Son aquellos en los cuales una misma cantidad de un determinado disolvente actúa continuamente sobre el material objeto a la extracción, gracias a un proceso de evaporación-condensación repetitivo. Para la aplicación de estos métodos se utilizan aparatos extractores líquido-líquido (para líquidos más y menos densos que el agua) o un aparato de reflujo.

En el caso del extractor Soxhlet, el material objeto de la extracción se coloca en la cámara de extracción, directamente o en un dispositivo especial como cartuchos de papel o gasa y en otra

cámara se coloca el disolvente apropiado (cámara de disolvente). Ambas cámaras se encuentran comunicadas entre sí por dos tubos laterales, uno de ellos para formar un sifón. El disolvente se calienta a ebullición mediante una fuente de calor apropiada (manta de calentamiento o recipiente enchaquetado); Cuando sus vapores ascienden por uno de los tubos laterales, se condensan en el refrigerante conectado a la cámara de extracción y cae sobre el material vegetal. Al nivelarse el volumen del extracto en la cámara de extracción con el volumen del mismo en el tubo comunicante (forma de U, a un lado del aparato), sifonea y cae en la cámara de disolvente. Nuevamente el disolvente se evapora, dejando los principios extraídos en la cámara de disolvente, repitiéndose el ciclo tantas veces como sea necesario.



2.B.5.6 Digestión: Las flores se calientan suavemente en grasa fundida, hasta que se agotan; se separan las flores a continuación y se deja enfriar la grasa cargada de perfume. Se obtiene el aceite esencial

mediante tres extracciones sucesivas con alcohol.

2.B.5.7 Infusión en grasa:

Proceso que consiste en verter sobre la materia prima fresca o desecada un disolvente (generalmente agua) a ebullición con el fin de extraer los principios solubles.

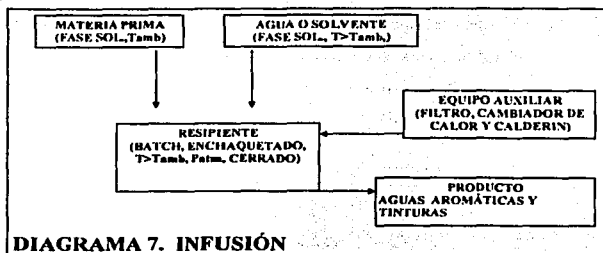


DIAGRAMA 7. INFUSIÓN

Para extracción hecha en caliente con el mismo corp gras utilizado en la enfloración en frío, (la rosa deja de emitir perfume cuando son arrancadas de la planta), se hace lo siguiente; Se funde la grasa y cuando están a 60-70 °C se agregan las flores recién cortadas o el material a tratar. (¼ Parte, en peso de la grasa) y se agita el conjunto lentamente a mano o mecánicamente durante media hora, dejando reposar mientras la grasa se enfría. Se vuelve a fundir esta, se tamizan las flores y se agrega una nueva carga, repitiéndose el tratamiento hasta que cada kilo de grasa haya extraído la esencia de 2,5 kg. de flores (algunas casas llegan a preparar la pomada numero 36, en la cual cada kilo de grasa a sido tratado con 3,6 kg. de flores).

Tratamientos de las pomadas: Sus lavados tienen cierto olor graso difícil de evitar, pero son muy superiores en calidad a las disoluciones alcohólicas de los absolutos obtenidos evaporando dichos lavados. Estos absolutos se caracterizan por su falta de estabilidad y de resistencia al enranciamiento, su alteración depende mucho de la aireación inevitable a que fueron sometidas las pomadas.

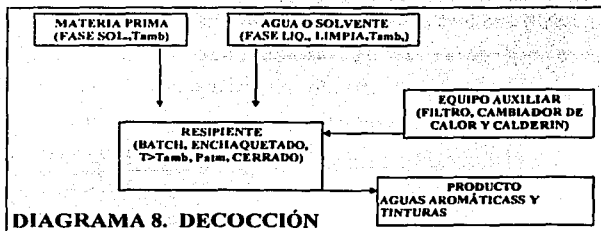


DIAGRAMA 8. DECOCCIÓN

2.B.5.8

Decocción:

Proceso que consiste en verter sobre la materia prima fresca o desecada un disolvente (generalmente agua) a ebullición con el fin de extraer los

principios solubles.

La extracción se logra al hervir simultáneamente el material vegetal, fresco o seco, con el disolvente, también generalmente agua. La concentración de los últimos tres métodos de extracción se realiza generalmente por destilación a presión reducida en equipos denominados rotaevaporadores.

2.B.5.9 Destilación por arrastre con vapor:

Aplicable tanto a flores (rosas, ylang-ylang, flor de naranjo) como a maderas (sándalo, cedro), raíces (vetiver, lirio) hojas (patchulí, Eucalipto) o

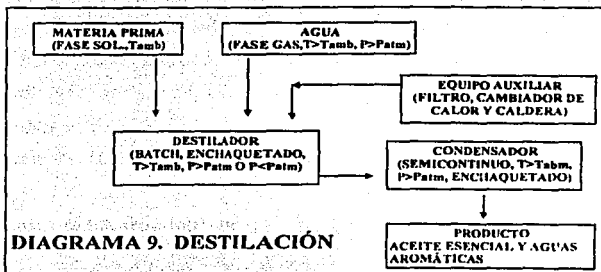


DIAGRAMA 9. DESTILACIÓN

plantas enteras (romero, espliego), la destilación es el método utilizado con más profusión para preparar esencias naturales, y casi el más antiguo, produciendo simultáneamente aceite esencial y las llamadas aguas aromáticas, constituidas por las aguas de condensación saturadas de aceite esencial.

Las modernas plantas industriales poseen muchas ventajas sobre las antiguas destilerías en las que con frecuencia se producía la carbonización y descomposición de la esencia. En las modernas destilerías de aceites esenciales, la materia prima está contenida en cestos o bandejas perforados.

El destilador contiene agua en el fondo, la cual se calienta mediante serpentines por los que circula vapor, o también haciendo pasar a su través vapor de agua a presión. Las flores se pasan al destilador sin tratamiento alguno, lo más pronto posible desde su recolección. El destilado, compuesto de una mezcla de esencia y agua, se condensa por refrigeración y se recoge en un recipiente adecuado (recipiente con un tubo de salida cerca de la base y otro cerca del borde). El destilado se separa en dos capas, eliminándose el aceite esencial por la tubería superior y el agua por la inferior. La capa acuosa, que está saturada de esencia, puede volver al destilador o constituir un producto comercial, como el caso de agua de rosas y el agua de azahar.

Control de calidad (5'): Una vez determinada la técnica de extracción, es necesario experimentar y determinar las variables que más perjudiquen al rendimiento y más beneficien al producto.

2.B.6 Fraccionamiento de los extractos (6)

Consiste en la separación a grosso modo de los constituyentes presentes en un extracto natural, mediante algún procedimiento de extracción, y los diferentes compuestos presentes en este extracto se separan en grupos en función de las diferencias o similitudes en sus propiedades físico-químicas (solubilidad, tamaño, polaridad, reactividad, etc.).

Separación de los constituyentes de las fracciones(6').

Consiste en separar de manera individual los constituyentes de las diferentes fracciones obtenidas durante el proceso de fraccionamiento.

Liberación fraccionada: Separación gradual de los componentes de una mezcla considerando las diferencias de acidez de los constituyentes presentes.

Cristalización fraccionada: Basándose en las diferencias de solubilidad de los componentes de una mezcla en un determinado disolvente o mezcla de disolventes.

Destilación fraccionada: Separación de los constituyentes en virtud de las diferencias de sus puntos de ebullición.

2.B.7 Purificación (7)

Purificación de los principios activos: Se usan las técnicas convencionales de recristalización, cromatografía, destilación, sublimación, entre otros. Los criterios de pureza generalmente empleados son: el punto de fusión (compuestos sólidos), el punto de ebullición (compuestos líquidos) y la homogeneidad cromatográfica. En el caso de utilizar las técnicas de

papel o capa delgada, la homogeneidad debe verificarse utilizando al menos tres sistemas de elución diferentes.

2.B.8 Identificación de los constituyentes activos (8)

Es el proceso de establecer la estructura molecular de los constituyentes aislados de una fuente natural y para ello se emplean métodos físicos, espectroscópicos, espectrométricos, difracción de rayos X y métodos químicos, por solo mencionar los más importantes. En el caso de compuestos conocidos la identificación se puede realizar por comparación de sus constantes físicas y espectroscópicas con aquellas previamente descritas o bien por la comparación directa con muestras auténticas

Elaboración del producto (8'): De acuerdo con la literatura consultada, y basándose en los conocimientos obtenidos de forma experimental, se rediseña la obtención del producto. Para obtener un procedimiento registrado, posteriormente controlarlo y finalmente optimizarlo. Todo este ciclo se realizara continuamente, para mejorar la calidad del producto y la eficiencia del proceso, de tal manera que la combinación de ambas logre la competitividad de la empresa en cualquier nivel.

Control de calidad (8''): Se definen y se comparan los parámetros y características del producto de acuerdo a las normas, reglamentos nacionales e internacionales, en los cuales deben estar sus propiedades físicas y químicas para su comercialización.

2.B.9 PRODUCTO TERMINADO

Se definen las características físicas y químicas del producto, las condiciones de operación del proceso en que fue obtenido el producto, además de los controles de calidad necesarios para ahorro de energía y materia prima y por último, las condiciones de, conservación, almacenamiento y transportación del producto.

CAPITULO 2 METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS VEGETALES

2.C Bibliografía.

Dra. Rachel Mata Essayag, M.C. José Fausto Rivero Cruz; Curso Teórico de Farmacognosia. UNAM Facultad de química. México.

George Edwin Trease; William Charles Evans, Tratado de Farmacognosia. Editorial Iberoamericana.

CAPITULO 3

ACEITE ESENCIAL DE ROSA

Comúnmente, con el uso de la destilación por arrastre con vapor se producen por un lado, las llamadas aguas aromáticas, constituidas por las aguas de condensación saturadas de aroma de la flor y por otro lado el aceite esencial, el cual este último se detalla a continuación.

3.A PROCEDIMIENTOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL PARA ALGUNOS TIPOS DE ROSA

PÉTALOS DE ROSA ROJA: Sinónimos; la rosa roja o rosa Provins, Rosa gallica Linn. Rosa castellana o pétalos de rosa roja. Pertenecer a la familia de las Rosáceas, es probablemente nativa del sur de Europa, pero ha sido cultivada como planta de jardín en numerosas variedades por todas partes.

Procedimiento de extracción: Se colecta de plantas cultivadas con un cuchillo bien

afilado, cerca de la base de la corola, desechando la porción inferior armada de espinas. La masa de pétalos en forma de cono, se separa del cáliz de cada capullo floral antes de que abran (ocurra la eclosión) con normalidad. Se secan los pétalos cuidadosamente sobre una estufa a una temperatura de 35 °C, más o menos, y protegidos de la luz. Si se secan al aire, sin calor de la estufa, se corre el riesgo de que los insectos depositen huevecillos en los pétalos. El producto se almacena y se empaqueta en sacos de harpillería o en cajas para su transporte o en recipientes bien cerrados y fuera de la luz.

Carácter de pureza: No debe contener más de 1% de materia orgánica extraña; no debe dar más de 1% de ceniza insoluble en ácidos.

Descripción de la planta: Arbusto que alcanza una altura de 1,0 a 1,5 metros. Tiene numerosos tallos armados con espinas, hojas imparipinadas, alternas cada una con 3 a 5 folíolos ampliamente elípticos, con ápice obtuso, acorazados en la base y aserrados en el borde. Las flores son grandes, generalmente dobles. Los pétalos son de trasovados-trianguulares a trasovados-codiformes, con una superficie aterciopelada; son de color rojo púrpura intenso y más pálidos hacia la base, en donde el color es amarillento. Tiene un delicado aroma a rosas y un sabor astringente. El color rojo vira a rojo-amarillento intenso por los ácidos, a verde por los álcalis y a azul intenso por las sales de hierro.

Constituyentes: Los pétalos de la rosa roja contienen indicios de aceite volátil, quercitrina, ácido gálico y taninos. El color se debe al diglucósido cianina (polvo pardo oscuro, microcristalino, 2%). Los taninos están ampliamente distribuidos en las plantas y se encuentran disueltos en el jugo celular, con frecuencia en algunas vacuolas. Los taninos son solubles en agua y en alcohol. Los cortes histológicos que contienen taninos adquieren un color negro azulado o verdoso cuando se montan en solución diluida de cloruro férrico.

Sustitutos: Los pétalos de rosa roja han de estar unidos a una porción de la base del pétalo de color más pálido. Los pétalos coloreados artificialmente pueden reconocerse, en cambio, por su color rojizo oscuro uniforme

ROSA PÁLIDA: Sinónimos; rosa común, rosa de cien hojas, rosa aromática, pétalos de rosa, rosa moschata o rosa centifolia Linné.

Procedimiento: Las partes usadas son los pétalos desecados, y las yemas florales casi maduras y las flores frescas. Las yemas florales se recolectan muy próximas a su madurez, antes de que se abran y se secan cuidadosamente.

Descripción: Arbusto ramificado, erecto, que alcanza alturas de 1 a 2 metros, con tallos espinosos que tienen espinas ganchudas; hojas pecioladas, imparipinnadas con 5 a 7 folíolos agudos y aserrados y grandes flores dobles de color rosa con cáliz persistente. El fruto es un escaramujo oblongo, de color rojo anaranjado o escarlata, que contiene numerosos aqueninos. Se presentan como mezcla de yemas florales, en forma cónica y no abiertas, con algunos pétalos sueltos. Los pétalos son ovalados y de color rosa; olor fragante de rosa; sabor dulzón, ligeramente amargo y astringente.

Constituyentes: Aceite volátil, mucílago, ácido tánico, quercitrina, entre otros. Los mucílagos son polisacáridos complejos, constituidos por unidades de azúcar y ácido urónico. Son insolubles en alcohol, pero se disuelven o hinchan en agua. Por lo general se forman a partir de la membrana celular, como el tragacanto, o se depositan sobre ella en capas sucesivas.

Composición de las esencias: Son generalmente mezclas de hidrocarburos y compuestos oxigenados derivados de ellos. El olor y sabor de las esencias están determinados principalmente por estos componentes oxigenados que, por lo general, son apreciablemente solubles en agua (agua de rosas, etc.), pero más solubles en alcohol (tinturas o perfumes). De manera general, los constituyentes de las esencias se clasifican en dos grupos: 1) Terpenoides y 2) compuestos aromáticos. La mayoría de los aceites esenciales son de origen terpenoide; muy pocos son de derivados aromáticos (bencénicos), mezclados con terpenos.

Conviene advertir que los grupos de monoterpenos se forman en la planta con la siguiente secuencia: 1) estructura acíclica o lineal; 2) monocíclica y 3) bicíclica. Se va incrementando la evidencia de que algunos monoterpenos se encuentran en las plantas en forma heterosídica. Así,

geraniol, nerol y citronelol, están presentes como heterósidos en los pétalos de Rosa dilecta.

La tabla III compara las composiciones de algunas esencias importantes. La clasificación es arbitraria, puesto que una esencia puede contener numerosos compuestos, todos de importancia semejante, pero pertenecientes a grupos funcionales químicos distintos. La sustancia empleada para la clasificación no es, necesariamente, la que este presente en mayor cantidad.

TABLA III. COMPOSICIÓN DE LAS ESENCIAS

NOMBRE	DENOMINACIÓN BOTÁNICA	COMPONENTES IMPORTANTES
I Grupo funcional: Terpenos o sesquiterpenos		
Trementina	Pinus spp.	Terpenos (pinenos, canfeno)
Enebro	Juniperus communis	Terpenos (pinenos, canfeno); sesquiterpeno (cadineno); alcoholes
Cade (aceite de cade)	Juniperus communis	Sesquiterpenos (cadineno); fenoles (guayacol, cresol)
II Grupo funcional: Alcoholes		
Cilantro	Coriandrum sativum	Linalol (65-80 % alcoholes); terpenos
Rosa	Rosa spp.	Geraniol; citronelol (70-75 % alcoholes); ésteres
Geranio	Pelargonium spp.	Geraniol, citronelol; ésteres

Para tabla más completa ver: Tratado de Farmacognosia-George Edward Trease and William Charles Evans. Edit. Interamericana.

3.B LA ESENCIA DE ROSA

Esencia de rosa: Sinónimos; aceite volátil de rosa, en Francia - essence de rose, en Inglaterra- rose oil, otto of rose, attar of rose.

La esencia de rosa, es el aceite volátil destilado con vapor de las flores frescas de rosa gallica L., Rosa damasena Miller, Rosa alba L., Rosa centifolia L. Y variedades de dichas especies (familia Rosáceas). La esencia de rosa se destila principalmente a partir de las flores frescas de Rosa damasena (rosa de Alejandría, rosa de Damasco, rosa de las cuatro estaciones),

Rosa de alba (rosa blanca) y Rosa gallica (rosa roja). También se permite obtenerla de la rosa centifolia (rosa pálida). La esencia es un líquido incoloro o amarillento, viscoso a 25 °C, con olor de rosa característico. Si se conserva en lugar fresco, se transforma en una masa cristalina translúcida, que se liquida al calentar. Debe envasarse y conservarse en recipientes bien llenos y herméticamente cerrados.

La esencia de bulgaria, que es la esencia de rosa más estimada internacionalmente, se obtiene sobre todo de rosa damasena, necesitando alrededor de 5 mil kilogramos de pétalos para obtener 1 kilogramo de esencia. El componente principal de la esencia es el geraniol (40 a 60%), con lo cual suele adulterarse con aceite de palmarrosa, acompañado de l-citronelol (20 a 40%), nerol (5 a 10%), eugenol (1%), l-linalol, aldehído nonílico y superiores y alcohol feniletílico (1%) que es uno de los determinantes más característicos del aroma de rosa fino, pero que se pierde en la esencia destilada con vapor por disolverse en el agua.

3.C TÉCNICA DE HEADSPACE DE AROMAS DE ROSAS

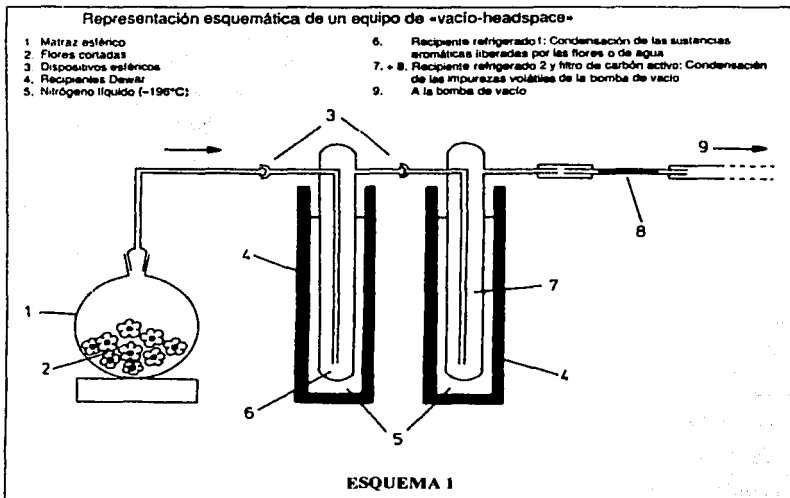
Las características sensoriales de los aromas aislados obtenidos, frecuentemente no corresponden al de las materias primas naturales empleadas. Así, trabajando con flores y utilizando procedimientos clásicos de aislamiento, tales como destilación por arrastre de vapor o extracción con disolventes orgánicos se obtienen frecuentemente productos que, en cuanto al aroma, se diferencian claramente con el de las flores "vivas". Estas diferenciaciones pueden ser negativas desde el punto de vista olfativo, pero también pueden ser positivas. Causas de las variaciones negativas son, entre otras, la pérdida durante el proceso de componentes volátiles, o la descomposición térmica o enzimática de componentes poco estables. Pero se considera positiva la formación de determinados productos olfativamente activos, consecuencia de la destilación por arrastre de vapor, y que forma, por ejemplo, el perfil olfativo de la esencia de espíiego.

Desde hace unos quince años, el procedimiento de la técnica de headspace se ha implantado intensivamente, tanto en los laboratorios de investigación de la industria de los aromas y perfumes, como de también en algunas universidades, para el estudio analítico de los

componentes químicos de las fragancias de flores.

Básicamente pueden distinguirse dos métodos, que en líneas generales consisten en el análisis de las combinaciones volátiles de las flores. Por un lado, se trata de la llamada técnica de "vacuum degassing", o de "vacuum headspace", en la que los componentes volátiles son separados de la matriz biológica a alto vacío, y son congelados en recipientes enfriados a -196°C mediante nitrógeno líquido. Por otra parte, se emplean las llamadas técnicas de "trapping by adsorption", o "closed loop stripping", en la que las sustancias aromáticas liberadas de las flores son transportadas por una corriente de gas portador y finalmente son concentradas en un absorbente adecuado por ejemplo carbón activado o un polímero orgánico.

Como muestra en el esquema 1, el equipo para la técnica de vacío headspace, consta básicamente (siguiendo la numeración del esquema) de (1)-matraz redondo que se llena de flores, que se comunica por medio de un tubo de vidrio provisto de (3)-dispositivo en forma de bola, conectado a (6,7)-dos recipientes refrigerados alineados en serie.



Aplicando vacío, las sustancias aromáticas se evaporan junto con el agua que contienen las flores y se congelan en (6)-recipiente refrigerado 1. Un (7)-segundo recipiente refrigerado en serie, así como (8)-tubito de carbón activado, impiden que impurezas procedentes de la bomba de vacío lleguen al concentrado aromático por retro-difusión. Al finalizar el proceso, las sustancias aromáticas son transferidas a un disolvente orgánico, y tras separación del agua concentrada conjuntamente, la solución puede ser analizada por cromatografía de gases y espectrometría de masas.

Aunque en varios casos mediante la técnica de vacío-headspace se obtengan concentrados de primera calidad, desde el punto de vista sensorial, este método tiene la importancia de que se pueden analizar exclusivamente flores, hojas, frutos, etc; ya separados de la planta.

En algunas ocasiones, sin embargo, sucede que el perfil olfativo de las flores varía de forma importante después de cortarlas.

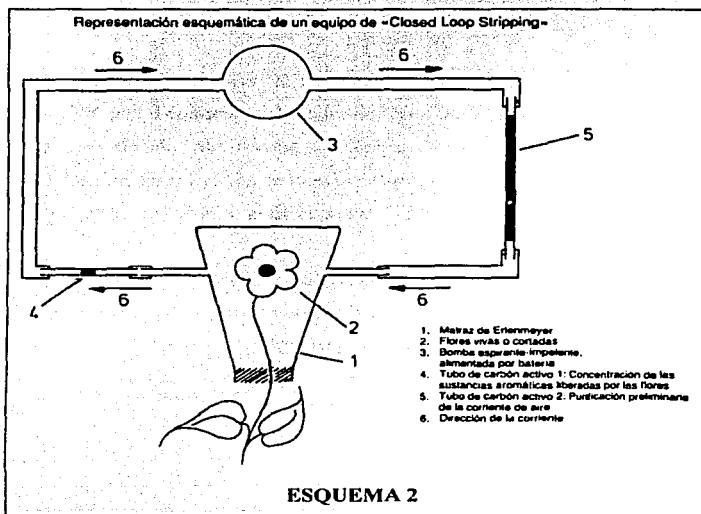
3.D TÉCNICA DE CLOSED LOOP STRIPPING PARA AROMA DE ROSAS

Como se muestra en el esquema 2, el equipo para la técnica de closed loop stripping consta de: (usando la numeración del esquema 2) (3)-bomba aspirante que hace circular una corriente continua de aire, que transporta las sustancias aromáticas cedidas por las flores hasta un (4)-tubo de absorción, que contiene aproximadamente unos 20 mg de carbón activado.

Las sustancias aromáticas liberadas de las flores son retenidas en el (4)-tubo con carbón activado. Mientras que la corriente de aire circula nuevamente a través de la bomba por el recipiente de vidrio. Para evitar que las impurezas de la bomba lleguen a la cámara de vapor que rodea a las flores, se intercala un segundo (5)-tubo con carbón activado, para purificar la corriente de aire.

Recipientes de vidrio dimensionados conforme a la flor analizada, posibilitan tanto el análisis de flores cortadas como el de flores vivas, es decir, flores intactas en condiciones de laboratorio. Cuando se trabaja al aire libre, la bomba es alimentada mediante una batería y en

lugar de los recipientes de vidrio cerrado e impermeable a los gases, se utiliza un (1)-matraz de Erlenmeyer de tamaño adecuado, en el que se introducen cuidadosamente las (2)-flores (ver esquema 2).



Para poder trabajar al aire libre con un sistema casi cerrado, la abertura del matraz de Erlenmeyer se cubre cuidadosamente con papel filtro, algodón, etc, sin dañar los tallos de las flores.

3.E ANÁLISIS DE HEADSPACE DE CUATRO ROSAS AROMÁTICAS

También en las rosas llama la atención que diversas variedades cultivadas se distinguen frecuentemente por las características claramente distintas de su aroma, que puede ir desde el típico de las rosas como un tanto narcótico, hasta el claramente afrutado, pasando por otros más frescos y florales.

Para comprobar si existe una correlación entre la fragancia y las distintas sustancias contenidas por rosas con fragancias diferentes, se han analizado diversas variedades de jardín, cuyas flores se diferencian claramente entre sí tanto en forma como en color, y sobre todo en aroma. Las cuatro variedades de rosa que se presentan brevemente, son la Otelo, Lichtkönign Lucia, la Duchusse de Montebello y la Queen Elizabeth.

A) Otelo: la rosa que lleva el nombre de "Otelo" es un híbrido inglés moderno, desarrollado en 1986 por el conocido cultivador de rosas David Austin, su objetivo era una planta basada en la rosa centifolia, que tuviese una época de florecimiento más larga y fuese más resistente al mildiu. Las flores, de un tono rojo oscuro, desprenden un fuerte aroma a rosa y de carácter narcótico, bastante parecido al de la conocida esencia de rosas.

B) Lichtkönign lucia: esta rosa que crece en forma de arbusto y fue cultivada por W. Kordes en 1966 florece durante todo el verano. Tiene un color amarillo fuerte y procede del cruce de rosas de la variedad "Cleopatra" y "Claire grammerstorf trepadora". En comparación con las variedades Otelo y duchusse de montebello, tenemos aquí un complejo aromático claramente diferenciable, que contiene características florales verdes, de especias y frutales, y apenas recuerda las rosas narcóticas.

C) Duchusse de montebello: La "duchusse de montebello" es una rosa francesa conocida desde hace largo tiempo, basada mucho más en la rosa alba y en la rosa gallica. Se cultivaba ya antes de 1829 por Laffay, sus flores que aparecen en junio, van desde el color blanco a rosa pálido o carne, y se desprende de ellos un olor muy puro, que podía calificarse de floral, típico de las rosas (tipo de olor; rosa de mayo).

D) Queen Elizabeth: Este híbrido, es un color que va del rosa al rojo claro denominado "Queen Elizabeth", fue cultivado en 1954 por Lammerts, mediante cruce de "Chaelote Armstrong" y "floradora". Es un híbrido muy resistente al mildiu y por ello de fácil cultivo. De sus flores se desprende un olor muy especial en el que apenas se aprecia aspectos de rosas con narcóticos, siendo por el contrario claramente afrutados y semejante a la de las frambuesas.

TABLA IV: Componentes Volátiles De Rosas Seleccionadas ("Closed Loop Stripping" De Flores No Cortadas)

Sustancias	-Lichtkönigin Lucia-	% área CG -Duchesse de Montebello-	-Otero-
2 α -Pino	0,06	5,84	0,35
4 Acetato de butilo	0,07	-	0,03
5 Canfeno	-	0,03	0,09
6 Hexanal	-	-	0,05
8 Undecano	-	0,24	0,06
10 β -Pino	0,02	1,27	0,22
11 Acetato isoamilo	0,46	-	-
12 Sabineno	-	2,02	-
13 Butanol	-	-	0,04
15 Mirreno	0,16	7,62	0,03
17 Acetato amílico	0,73	-	0,17
19 Alcohol isoamílico	0,20	-	0,05
21 Limoneno	0,08	0,47	0,18
24 β -Felandreno	-	0,08	-
25 1,8-Cineol	-	0,06	-
26 Alcohol amílico	-	0,07	-
28 Acetato de hexilo	11,40	0,10	0,30
30 p-Cimeno	3,37	0,23	1,81
31 Valerianato de isoamilo	0,06	-	0,10
32 1,3,7-Nonatieno, 4,8-dimetil-	-	-	0,27
34 Acetato de cis-3-hexenilo	9,26	0,98	1,10
36 Acetato de trans-2-hexenilo	2,79	-	-
38 5-Heptenona-(2), 6-metil-	-	0,08	0,06
40 Hexanol	0,80	-	0,23
41 cis-Oxido de rosas	-	0,27	0,20
42 trans-Oxido de rosas	-	0,08	0,07
44 cis-3-Hexenol	0,09	0,06	0,17
45 trans-2-Hexenol	0,32	-	-
46 Perileno	-	0,05	0,72
48 Tolulol, 4-isopropenil-	0,49	0,08	0,12
50 trans-Hidrato de sabineno	-	0,13	-
52 Oxido de nerol	-	0,11	-
53 Acetato de ocilol	-	0,12	0,10
54 Pentadecano	-	0,38	-
56 α -Copaeno	-	-	0,16
57 Benzaldehído	-	0,07	9,137
58 Alcanfor	0,31	-	0,58
59 Linalol	-	0,04	-
60 Hexadecano	-	0,40	-
62 Terpinen-4-ol	-	0,06	-
63 β -Cariofileno	0,92	4,29	1,60
65 Benzoato de metilo	0,93	0,84	0,53
68 cis-Geraniato de metilo	0,10	-	0,07
69 Acetato de citronelilo	-	-	0,29
70 Benzoato de etilo	-	-	0,10
72 Neral	-	0,12	1,16
75 α -Humuleno	-	0,27	0,25

**TABLA IV (Continuación): Componentes Volátiles De Rosas Seleccionadas
("Closed Loop Stripping" De Flores No Cortadas)**

Sustancias	% área CG		
	-Lichtkönigin Lucia-	-Duchesse de Montebello-	-Otelo-
76 trans-Geraniato de metilo	-	-	0,66
78 Heptadecano	-	0,59	0,20
80 Acetato de nerilo	0,25	0,34	0,34
81 Acetato de bencilo	0,07	-	-
82 Germacreno D	-	-	2,02
84 Geraniol	0,14	0,29	2,26
85 α -Murolieno	-	-	0,19
87 Acetato de geraniol	3,10	0,62	0,07
88 Citronelol	-	6,02	11,64
90 Salicilato de metilo	-	0,21	-
91 Nerol	0,47	3,83	21,70
92 β -Acetato de feniletilo	37,32	6,90	-
94 Geraniol	2,56	0,20	29,86
95 Alcohol bencilico	-	0,20	-
97 β -Isobutirato de feniletilo	0,20	0,14	0,12
98 Nonadecano	0,18	0,86	0,28
101 Alcohol β -feniletílico	12,83	30,46	0,20
102 Nonadeceno	1,85	-	1,95
104 Benzaldehído, 4-isopropenil-	-	-	0,16
106 β -Ionona	0,37	-	-
107 Eicosano	-	-	0,08
109 p-Anisalaldehído	0,12	-	-
110 Benzoato de hexilo	-	0,53	-
115 Heneicosano	0,24	1,29	0,44
117 Benzoato de bencilo	-	0,35	-

Tal como demuestran los análisis de closed loop de flores "vivas", a estos tipos de aroma claramente diferenciables corresponden determinados patrones de contenido de sustancias. Otelo, el híbrido de rosas rojas contiene como principales componentes esencias de citronella (88), nerol (91) y geraniol (94), que en conjunto representan más del 60% del concentrado y constituyen también los componentes principales de las esencias de rosas comerciales (ver Tabla IV).

Otras sustancias contenidas típicamente en las rosas son el alcohol feniletílico (101), el acetato de feniletilo (92) así como los indicios de las combinaciones tales como cis- y trans-óxido de rosas (41,42) y perileno (46).

Cualitativamente se ha encontrado en la duchesse de montebello también un cuadro de sustancias semejantes. Llama la atención en esta variedad de rosa, su elevado contenido de aproximadamente un 30%, de beta-alcohol feniletílico (101), y un 7% de beta acetato de fenil etilo (92).

En la lichtkönigin lucia el componente principal con un 37% es el beta acetato de feniletilo (92) (ver tabla IV), y el alcohol beta feniletilo (101) con el 12%. Además destacan aquí las elevadas concentraciones de nota verde, como el cis-3-acetato de exenilo (34), el trans-2-acetato de hexenilo (36) y el trans-2-hexenol (45), que constituyen basicamente al olor fresco-verde de ese híbrido. Es digna de mención también las beta-ionona (106), de fuerte olor de que la que puede identificarse hasta un 0,37% que influye marcadamente en el carácter afrutado de este híbrido.

Examinamos ahora la composición de closed loop stripping de la rosa Queen Elizabeth (Tabla V) en la que, en comparación con las anteriores rosas, presentadas aquí, se han obtenido resultados cualitativamente más discrepantes, ya que compuestos contenidos habitualmente en las rosas tales como la citronela, el nerol y el geraniol, no pudieron ser identificados en la flor de la Queen Elizabeth, e incluso el acetato de feniletilo y el alcohol feniletílico se encuentran en cantidades mínimas, en cuanto al componente principal, que constituye más del 50%, se trata de 3,5-dimetolulol (eter orcindimetílico, 44), cantidades relativamente importantes de eter de orcindimetil fueron halladas por Mookherjee en análisis comparativos de headspace de híbridos americanos de rosas de te "vivas" y cortadas.

Otros componentes principales son la dihidro- beta- ionona (43) y el dihidro-beta- ionol (50) así como también el cis- y el trans-teaspirano (23,26). La dihidro-beta-ionona es la responsable del olor afrutado característico, que recuerda el de las frambuesas. Los derivados de la ionona y el de aspirano son combinaciones que pueden surgir por descomposición enzimática de colorantes vegetales carotinoides, y por ello solo pueden ser hallados en aquellos híbridos de rosas que además de pigmentos flavonoides o antocianos contengan también carotinoides.

**TABLA V: Componentes Volátiles De Rosas Queen Elizabeth
("Closed Loop Stripping" De Flores No Cortadas)**

Sustancias	% Área CG
3 α -Píneo	0,57
4 Hexanal	0,56
6 Limoneno	0,28
7 2-Hexenal	0,54
12 Acetato de hexilo	0,38
17 Acetato cis-3-hexénico	1,17
19 5-Heptenona-(2), 6-metil-	0,35
21 Hexanol	0,39
22 cis-3-Hexenol	0,21
23 cis-Teaspirano	9,38
24 Alcanfor	vestig.
26 trans-Teaspirano	7,41
28 β -Carofileno	0,28
30 Benzoato de metilo	0,36
33 Anisol, 4-vinil-	1,97
40 β -Acetato de feniletilo	0,36
43 Dihidro- β -ionona	17,39
44 Toluol, 3,5-dimetoxi-	50,30
48 Alcohol- β -fenilalílico	2,76
50 Dihidro- β -ionol	3,42

3.F CARACTERÍSTICAS AGRÓNOMAS DE ROSAS

La información que contienen la tabla VI es el resultado de un estudio con la finalidad de determinar el mejor cultivo de rosa para emplearse en los Estados Unidos. Estos estudios fueron hechos por el Departamento de Agricultura y Recursos Naturales y, por el Colegio del Estado de Delaware. Los datos agronómicos fueron recolectados durante 2 y 3 años.

3.F.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE ACEITES DESTILADOS DE ROSAS.

En la tabla VII, se muestran las composiciones del aceite esencial obtenidos por destilación de las especies puras e híbridas de rosas de la tabla VI. Analizando los resultados de la tabla VII, podemos darnos cuenta, que a pesar de que las rosas son de diferentes especies, existen componentes similares en el destilado. Estos componentes se sombream en la tabla VII para distinguirlos de los demás. Concluimos que 6 compuestos son los que están presentes en la

mayoría del aceite destilado de rosas, y que estos constituyen en conjunto el 65% en peso de la composición total del aceite esencial de rosa. Si hacemos este mismo análisis en la tabla IV y V de componentes volátiles de rosas seleccionadas por la técnica de closed loop stripping, tenemos que también son 6 compuestos los que conforman el 62% en peso de la composición del aroma de rosas.

Estas observaciones se anotan en la tabla VIII, en ella se muestran los 8 componentes más abundantes del aceite de rosa. en donde 2 componentes que no aparecen en el aceite destilado, si aparecen en el aroma por closed loop stripping (Acetato fenilético y acetato de hexilo), y también 2 compuestos que no aparecen en el aroma por la técnica de closed loop stripping, si lo están en el aceite destilado (eneicosano y Acetato de geranilo).

Tabla VI Características agrónomas de especies puras e hibridaciones de rosas

No.	Tipo de rosa	Origen putativo	petalos por Flor	g petalos por Flor	g petalos por Arbusto
1	Gallica Officinalis	apothecary's	19	2.6	956.3
2	Damasena York y Lancaster	damask	48	1.4	264.1
3	Damasena Trigintipetala	damask	33	1.9	236.8
4	Damasena Emile Perrot	damask	55	2.6	306.0
5	Damasena Gloire de Guilan	damask	59	3.9	1326.0
6	X Dupontii	apothecary's-musk	5	0.7	464
7	Alba Suaveolens	white rose	14	1.2	524.5
8	Alba Maxima	wuite rose	70	1.7	76.5
9	Centifolia Crested Moss	cabbage	74	5.4	874.8
10	Celsiana	wuite rose-cabbage	40	3.2	832.0
11	Marie Louise	?	67	6.0	336.0
12	Mme. Hardy	cabbage-damask	75	5.1	1698.3
13	Blanchefleur	cabbage-damask	125	6.0	504
14	Duc de Guiche	?	89	3.9	171.6
145	Charles de Mills	?	76	6.2	2356.0
16	Shailer's Provence	white rose-china	80	5.4	926.9
17	Ispahan	cabbage-damask	70	4.1	2853.6
18	Fantín Latour	Bourbon rose-cabbage	64	4.2	1247.4
19	Rose a Parfum de Hay	damask-hybrid	48	5.0	1425.6
		perpetual-ramanas rose			
20	Hansa	ramanas rose-?	49	3.5	756.0
21	Alika	?	9	0.7	259.9

Fuente: Flavors and Fragrances: A world perspective, Brian M. Lawrence, Braja D. Mookhersee, Brian J. Willis. Edit. Elsevier 1980

CAPITULO 3 ACEITE ESENCIAL DE ROSA

TABLA VII COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS ROSAS

Compuesto	1 ^a	2 ^a	3 ^a	4 ^a	5 ^a	6 ^a	7 ^a	8 ^a	9 ^a	10 ^a	11 ^a	12 ^a	13 ^a	14 ^a	15 ^a	16 ^a	17 ^a	18 ^a	19 ^a	20 ^a	21 ^a	
etanol	0.06	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.03	—
pentanal	0.02	0.03	0.03	0.06	0.06	0.02	0.05	0.08	0.03	0.04	0.02	0.07	0.01	0.02	0.04	0.05	0.10	0.07	0.09	0.03	0.05	—
α -pineno	0.02	0.08	—	—	—	—	—	—	—	0.01	0.03	—	—	—	0.02	0.09	0.01	—	—	—	—	—
β -pineno	—	0.02	—	—	—	—	—	—	—	—	0.01	—	—	—	0.01	0.02	—	—	—	—	—	—
mirceeno	0.01	0.05	—	0.02	0.02	—	—	0.02	—	0.02	0.02	—	—	—	0.02	0.02	0.01	0.02	—	0.01	0.01	0.02
heptanal	0.01	0.06	0.03	0.08	0.05	0.02	0.05	0.09	—	0.01	0.02	0.12	0.01	0.01	0.01	0.05	—	0.01	0.01	0.02	0.09	0.06
limoneno	0.02	0.04	—	—	0.02	0.01	0.01	0.02	—	0.02	0.01	—	—	—	0.01	0.01	—	0.01	—	0.01	0.01	0.02
metil heptenano	0.02	—	—	—	0.01	—	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	—	—	—	0.01	0.01	—	0.01	—	0.01	—	—
c-rosa óxido	—	0.2	0.08	0.10	0.05	0.02	0.04	0.04	0.1	0.09	0.03	0.24	0.05	0.02	—	0.01	0.02	0.08	0.13	0.19	0.02	—
t-rosa óxido	0.01	0.1	0.04	0.07	0.03	—	0.03	0.02	0.05	0.05	0.02	0.10	0.04	0.01	—	0.01	0.01	0.05	0.07	0.1	0.01	—
nonanal	0.11	0.01	0.03	0.04	0.02	0.04	0.08	0.05	0.07	0.05	0.02	0.43	0.17	0.08	0.18	0.07	0.04	0.03	—	0.01	0.04	—
decanal	0.10	0.07	0.1	0.11	0.07	0.1	0.04	0.02	0.08	0.04	0.13	0.05	0.06	—	0.18	0.07	0.16	0.15	0.04	0.01	0.07	—
linalol	0.92	0.23	0.17	0.31	1	0.5	0.77	1.05	0.26	0.87	0.54	0.15	0.24	0.38	0.59	0.45	0.8	0.36	1.46	0.52	0.77	—
cinnoilacetato	0.04	0.6	0.23	0.22	0.03	—	0.07	0.07	—	0.15	0.06	—	0.01	0.04	0.34	0.1	0.02	0.35	0.45	1.53	0.09	—
neral	0.51	0.49	0.19	0.25	0.45	0.3	0.30	0.36	0.16	0.84	0.3	0.09	0.19	0.24	0.1	0.14	0.58	0.11	0.34	0.35	0.83	—
geraniol ^a -AB ^b -PC ^c	0.87	0.58	0.36	0.45	0.96	0.5	0.54	0.58	0.25	1.57	0.5	0.05	0.3	0.22	0.4	0.28	0.46	0.43	0.83	0.91	1.47	—
geraniilacetato ^d C	3.06	25.4	15	19	51.7	2.6	8.9	9.33	10.2	8.93	3.01	5.7	2.7	2.2	1.9	1.56	2.66	7.25	23.3	42.4	5.6	—
nerol	12.1	3.8	7.26	9.8	8.73	11.8	17.5	18.2	3.4	23.7	8.44	0.42	4.7	11.8	8.3	2.84	12.8	1.63	14.4	22.4	—	—
geraniol ^e -butirato ^f -BFA	0.12	4.8	0.24	0.31	0.13	0.09	0.11	0.03	—	0.17	0.09	0.23	0.17	—	0.05	1.82	0.2	2.8	2.68	0.33	0.37	—
geraniol	17.0	17.2	13.9	20.7	32.7	21	32	34.3	6.35	43.1	27.8	0.72	6.27	20.2	20.3	11.1	29.8	14.7	4.5	24.4	30.6	—
alcohol benílico	—	0.09	0.14	0.46	—	0.25	0.1	0.05	—	0.07	—	—	—	—	—	—	0.21	0.08	0.2	—	—	—
β -AF ^g -nonadecano	17.4	9.09	19.4	13.2	11.6	18.1	7.65	6.79	11.5	4.9	21.7	17.9	19.8	22.1	17.7	24.9	10.6	16.8	1.03	5.54	6.29	—
β -ionona	0.05	0.17	0.12	0.14	0.18	0.13	0.07	0.27	0.12	0.09	0.3	—	0.12	0.28	0.22	0.33	0.07	0.23	0.01	0.01	0.09	—
ex-cis-nano ^h -mentileugenol	1.48	1.93	2.7	2	1.5	1.28	1.04	0.95	0.05	0.86	1.04	2.59	1.40	1.02	0.97	1.73	0.74	1.48	0.49	0.46	1.27	—
mentofolol	0.43	0.23	5	0.3	3	0.33	0.13	0.44	0.46	0.99	0.3	0.2	0.17	0.2	0.34	0.37	0.1	0.47	0.68	0.34	0.19	—
emeciccano	8.99	11.0	11.4	9	5.3	4.87	5.7	6.63	13.5	3.6	8.41	20	26.8	9.8	7.8	13.8	6.8	14.2	1.72	0.33	6.0	—
eugenol	0.61	0.75	0.3	0.32	0.45	0.6	0.27	0.22	2	0.1	0.6	3	1.39	1.1	0.27	2.5	0.2	0.6	0.81	0.26	0.26	—

El número se refiere a la numeración de la tabla VI y los superíndice a la siguiente clasificación: ^a Rosa Damascena, ^b Híbridos de Rosa Damascena, ^c Híbridos de Rosa Provence, ^d Híbridos de Rosa China, ^e Híbridos de Rosa Ramanas y Afrika

Fuente: Flavors and Fragrances: A world perspective, Brian M. Lawrence, Braja D. Mookherjee, Brian J. Willis Edit. Elsevier 1980

AB = Acetato de Benílico, PC = Propanato de citronelilo, C = Citronelol, BFA = Beta Fenil Acetato, β -AF = Beta Alcohol Fenil Etilico

Los rectángulos sombreados representan los componentes químicos de mayor presencia en el destilado por arrastre con vapor de agua, de flores de rosas cortadas

Los pétalos fueron recogidos de 7.30 a 8.30 am, guardadas en bolsas de polietileno a 22 °C por 4 horas hasta destilar en agua por 30 minutos en 1% con cloruro de sodio. Después fueron capturados cromatográficamente en pentano y cromatografía de gases

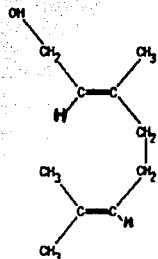
TABLA VIII COMPONENTES PRINCIPALES DEL ACEITE DE ROSA.

Componentes	% peso destilado	% peso flor viva	Peso molecular
1 Geraniol	20.1	11.7	154.24
2 Alcohol Fenilético	13.0	15.5	122.17
3 Nerol	10.4	9.3	154
4 Eneicosano	9.1	—	279
5 Citronelol	6.1	6.2	156.27
6 Acetato de Geraniol	6.1	—	196
7 Acetato Fenilético	—	15.5	164
8 Aceto de Hexilo	—	4.3	144.21
% Total de los componentes	65	62	

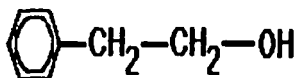
La figura 1, muestra las estructuras de los componentes de la tabla VIII, para darse una idea de los grupos funcionales presentes en el aroma.

FIGURA 1. ESTRUCTURA DE LOS COMPONENTES PRINCIPALES DE ACEITE DE ROSA.

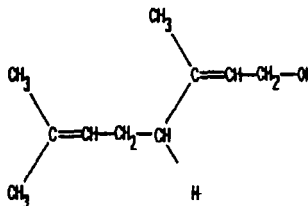
(1) Geraniol



(2) Alcohol β-fenililico



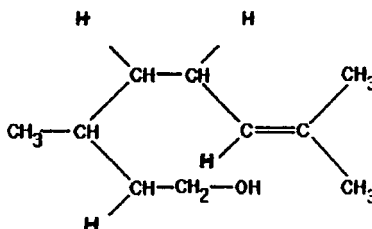
(3) Nerol



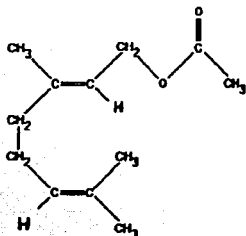
(4) Eneicosano



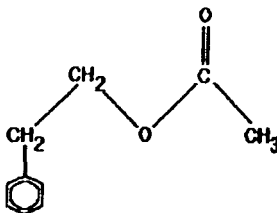
(5) Citronelal



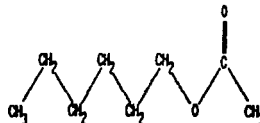
(6) Geraniilacetato



(7) Acetato de Fenililico



(8) Acetato de Hexilo



3.G SÍNTESIS DE PRODUCTOS AROMÁTICOS.

En los tiempos en que la química orgánica sintética era menos versátil y poderosa que hoy día, las técnicas de extracción eran el único método disponible para obtener gran parte de los productos aromáticos. Incluso hoy, para algunos materiales como el cedrol y el citronelal, todavía sigue siendo el método más barato. El olor, la volatilidad, la fuerza y la estabilidad de los materiales empleados en la perfumería están determinados por su estructura química.

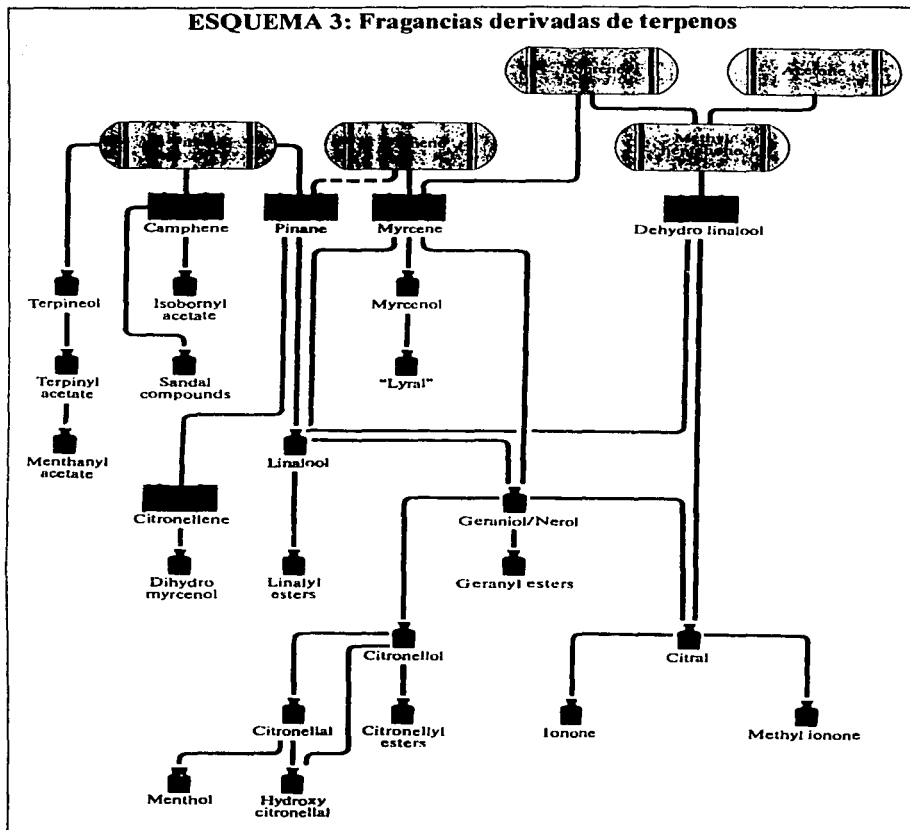
El punto de partida para la síntesis de la mayor parte de los nuevos productos químicos aromáticos eran los hidrocarburos obtenidos de la turpentina.

Para la síntesis de otros materiales como las iononas y muchos de los modernos productos químicos de madera, antes de que su estructura y comportamiento fueran totalmente comprendidos, los terpenos se definían simplemente como los constituyentes insolubles de los aceites esenciales. Se descubrió que la mayoría tenía 10 o 15 átomos de carbono, nombrándose a estos grupos mono-terpenos y sesqui-terpenos. También se conocían la existencia de otros terpenos que contenían múltiplos más elevados de los de 5 carbonos tanto en plantas como en animales. La estructura de estos materiales quedó posteriormente explicada a partir del conocimiento de su biosíntesis.

Todos los terpenos están, de hecho, formados por la unión de más de dos unidades de 5 carbonos que originalmente eran tomados por moléculas de isopreno, o unidades isoprenicas. Esta descripción aún se utiliza, aunque ahora sabemos que las cadenas están basadas en la combinación de dos materiales ligeramente diferentes, el fosfato de isopentenilo y el pirofosfato de metilalilo que se combinan para formar perifosfato de geranilo.

La adición de una nueva molécula de pirofosfato de isopentenilo produce pirofosfato de farnesilo. Estos dos materiales, que están directamente relacionados con el geraniol y el farnesol, son los puntos de partida desde que se derivan todo el resto de los mono y sesqui terpenos. El esquema 3 ilustra la síntesis de las fragancias obtenidas industrialmente, como el geraniol, nerol y el citronelal.

ESQUEMA 3: Fragancias derivadas de terpenos

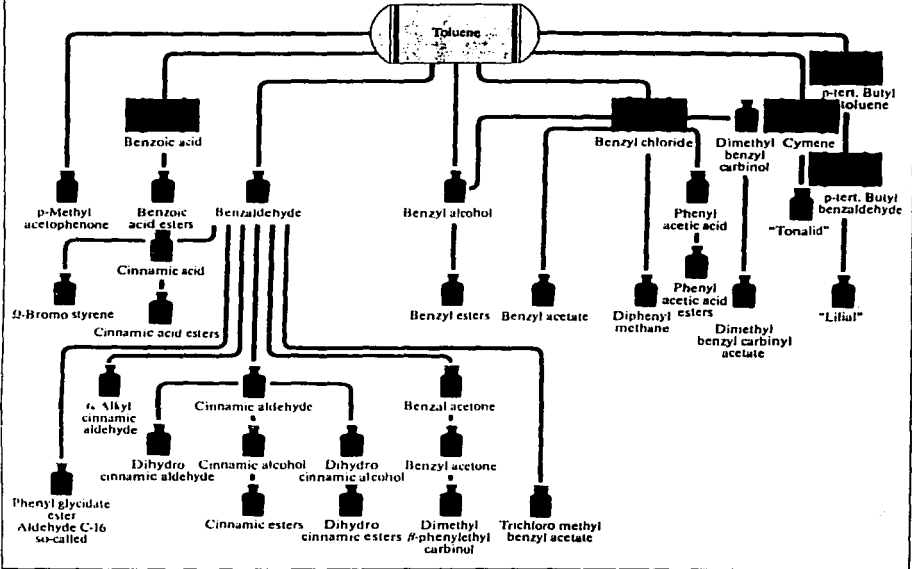


Fuente: Carpeta del curso: Perfumes en cosméticos Educación Continua F. Química-UNAM

Los aldehídos en general tienen un olor más perceptible que sus alcoholes correspondientes, por ejemplo, En el caso del alcohol benzílico y del benzaldehído (en el esquema 4 se muestra su síntesis comercial), el tamaño de la molécula es relativamente pequeño al contener 7 átomos de carbono. Mientras

que el alcohol es un material de olor débil o que carece virtualmente de aroma, en este caso al sustituir el grupo alcohol por el grupo aldehído tiene efectos bastante dramáticos, ya que el olor de este último es fácilmente reconocible. El grado en que estas diferencias se manifiestan varía de un par aldehído-alcohol a otro.

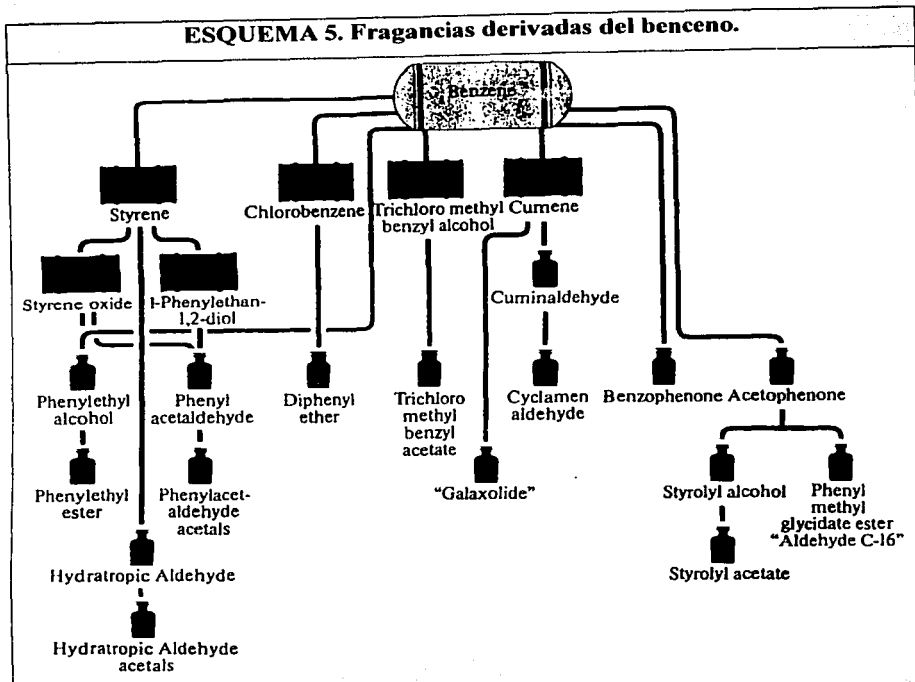
ESQUEMA 4. Fragancias derivadas del tolueno.



Fuente: Carpeta del curso: Perfumes en cosméticos Educación Continua F. Química-UNAM

El alcohol feniletílico se convirtió en el elemento rosáceo indispensable en todo producto de perfumería. Trasladándonos a la serie estructural del alcohol feniletílico, que tiene un átomo de carbono más y un aroma más agradable aunque no muy fuerte, el aldehído correspondiente, el fenilacetaldehído, aunque es mucho más agresivo "verde" en su olor, aun mantiene parte del carácter rosado del alcohol. En el caso del alcohol fenilpropílico (Alcohol hidrocinámico, que tiene 9 átomos de carbono y un olor mucho más potente. La diferencia del aldehído de fenilpropílico es más de intensidad que de tipo de olor.

ESQUEMA 5. Fragancias derivadas del benceno.



Fuente: Carpeta del curso: Perfumes en cosméticos Educación Continua F. Química-UNAM

La influencia característica de los grupos aldehídicos y alcohólicos se refleja claramente en la relación entre citronelol, citronelal e hidroxicitronelal.

La diferencia entre el citronelol y el citronelal es la típica del alcohol en el aldehído. Aunque existe una relación odorífera muy obvia, el aldehído es, como podríamos esperar de una estructura molecular relativamente pequeña, mucho más poderoso y acervo. En el hidroxicitronelal la adición es un OH y un H a través del doble enlace (por adición de una molécula de agua proceso conocido como hidratación), produce un grupo alcohólico próximo al

otro extremo de la molécula, lejos del grupo aldehídico. Este material mantiene parte del carácter aldehídico, pero ahora, además, cuenta con parte de la suavidad y carácter floral asociado al alcohol. La presencia de más de un átomo de oxígeno en la molécula tiene también el efecto de reducir considerablemente su volatilidad.

3.H BIBLIOGRAFÍA

Brian M. Lawrence, Braja D. Mookhersee, Brian J. Willis; Flavors and Fragrances: A world perspective, Editorial Elsevier 1980

Ernst-Joachim Brunke, Franz-Josef Hammerschmidt y Gerhard Schmaus; El análisis de headspace de aromas florales; Dragoco Report; Editor: Dragoco, Gerberding & Co. GmbH. Rep. Fed. Alemana. 1-1992.

Germán Colmenares, Diplomado en Cosmetología Modulo IV, Carpeta del curso: Perfumes en cosméticos Enero 2001, Educación Continua Facultad de Química. UNAM.

CAPITULO 4

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA.

4.A GENERALIDADES

Aplicable tanto a flores (rosas, ylang-ylang, flor de naranjo) como a maderas (sándalo, cedro), raíces (vetiver, lirio), hojas (patchulí, Eucaliptus) o plantas enteras (romero, espliego). La destilación es el método utilizado con más profusión para preparar esencias naturales, y casi el más antiguo, produciendo simultáneamente aceites esenciales y las llamadas aguas aromáticas, constituidas por las aguas de condensación saturadas de aceite esencial.

Se puede definir la destilación como la separación de dos o más sustancias, basada en las diferencias entre sus presiones de vapor. Dichas sustancias pueden ser total, parcialmente miscibles y hasta inmiscibles (Existen líquidos que son miscibles antes de hervir, y otros en que la ebullición ocurre antes de que la miscibilidad sea completa), comportándose sus presiones

CAPITULO 4 DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA

parciales de vapor en uno y otro caso de forma diferente.

Si consideramos un sistema heterogéneo formado por dos líquidos no miscibles, tales como el agua y un aceite esencial, los vapores emitidos por cada uno de ellos no se influyen, al no presentar afinidades mutuas sus moléculas gaseosas y, por tanto, sus presiones de vapor se adicionan totalmente; al ir calentando dicho sistema heterogéneo llegará un momento en el cual las presiones de vapor igualen a la presión ejercida sobre la superficie libre de ambos líquidos y entonces el sistema entra en ebullición. Los vapores saturados de los líquidos inmiscibles siguen la ley de Dalton sobre las presiones parciales ("Cuando dos o más gases o vapores, que no reaccionan entre sí, se mezclan a temperatura constante, cada gas ejerce la misma presión que si estuviera solo y la suma de las presiones de cada uno, es igual a la presión total del sistema"); cuya expresión matemática es la siguiente:

$$(1) \quad P_t = P_a + P_b + \dots + P_n$$

En donde P_t es la presión total y P_a , P_b hasta P_n son las presiones parciales de los componentes.

Como consecuencia de lo expuesto, todo líquido no miscible o miscible en cantidades muy pequeñas con el agua puede ser arrastrado por esta. La temperatura a la cual hierve la mezcla, será inferior al punto de ebullición del componente más volátil, y si uno de los líquidos es agua, trabajando a la presión atmosférica, se podrá separar un componente de mayor punto de ebullición que el del agua a una temperatura inferior a 100 °C. Estos arrastros reciben el nombre de codestilaciones. Por esto, la codestilación acuosa se utiliza para aislar los aceites esenciales.

Cuando la suma de las presiones parciales de vapor de un sistema heterogéneo se iguala a la presión ejercida sobre su superficie libre, el sistema entra en ebullición; permaneciendo constante hasta que uno de los componentes ha desaparecido completamente. La proporción de los componentes del vapor que destila, depende solamente de la temperatura a que el sistema se encuentra, ya que la presión de vapor total es independiente de las cantidades relativas de los dos líquidos, de forma que la ebullición continuará inalteradamente mientras se encuentran presentes

ambos componentes.

Este fenómeno se aplica a la destilación por arrastre de vapor que, permite destilar algunos compuestos orgánicos sensibles al calor a temperaturas inferiores a su punto de ebullición normal, También es útil para separar sustancias volátiles, de otros compuestos indeseables, como resinas, sales inorgánicas, etc. El único problema es que la composición del condensado es proporcional a las presiones de vapor de los componentes y así los aceites de volatilidad baja destilan en pequeña cantidad.

4.B EXPRESIÓN TEÓRICA DEL FENÓMENO

La composición del vapor se puede calcular como sigue; Suponiendo que los vapores siguen la ley de los gases perfectos, vamos a deducir una ecuación aproximada que nos dará idea del comportamiento general en las codestilaciones: tenemos que el número de moléculas de cada componente en el vapor, será proporcional a una presión parcial del vapor, la cual corresponde a la presión de vapor del líquido puro a la temperatura de la destilación. La cantidad de cada componente que, durante una codestilación, se encuentra en el estado de vapor, será:

$$(2) \quad G_i = \frac{M_i \cdot P_i \cdot V}{R \cdot T}$$

Donde

G = Masa del componente (i) en fase vapor (kg).

M = Peso Molecular (kg/kgmol).

P = Presión parcial del vapor (Pa)

V = Volumen total de la mezcla (m³)

R = Constante de los gases perfectos ($\text{Pa m}^3/\text{kmol K}$)

T = Temperatura absoluta del sistema (K)

i = Componente al que se refiere

Como la presión de un gas depende del número de moléculas que tiene, entonces la composición del vapor esta dada por:

$$(3) P_t = P_a + P_e$$

Sustituyendo (6) en (4)

$$(7) P_t = (1-x_e)P_a + x_e P_e$$

$$(4) P_t = x_a P_a + x_e P_e$$

Igualando (7) y (3)

$$(8) (1-x_e)P_a + x_e P_e = P_a + P_e$$

$$(5) 1 = x_a + x_e$$

Agrupando y simplificando términos se tiene:

$$(9) \frac{P_a}{P_e} = \frac{(1-x_e)}{(x_e)}$$

Despejando de (5)

$$(6) x_a = 1 - x_e$$

Despejando de (5) n_e , y sustituyendo en (9):

$$(10) \frac{P_a}{P_e} = \frac{(x_a)}{(x_e)}$$

Donde "x" es la fracción molar del componente y señalando con el subíndice "a" los valores del vapor del agua y con "e" los valores del aceite esencial. Por otro lado tenemos, que la ecuación del gas ideal se define por la ecuación (11):

$$(11) n_i = \frac{P_i \cdot V}{R \cdot T}$$

y sustituyendo (11) en (2) nos da:

$$(12) n_a = G_a/M_a; \text{ y dividiendola entre } n_e \text{ resulta } (13): \frac{n_a}{n_e} = \frac{G_a/M_a}{G_e/M_e}$$

y x_a es equivalente:

$$x_a = \frac{n_a}{n_t} \quad \text{y} \quad x_c = \frac{n_c}{n_t} \quad \text{entonces (14)} \quad \frac{x_a}{x_c} = \frac{n_a}{n_c}$$

y finalmente igualando (10) y (14) y sustituyendo en (13) tendremos:

$$(15) \quad \frac{G_a}{G_c} = \frac{M_a P_a}{M_c P_c}$$

Expresión que da idea de las proporciones del problema. Efectivamente, aunque el peso molecular del agua es inferior al peso molecular medio de los aceites, su presión de vapor es muy superior a los de aquellos (ver anexo IV y V), razón por la cual los vapores originados contienen mucho más vapor de agua que de aceite esencial, siendo también más rico en agua el producto condensado.

Los pesos relativos de los dos componentes (G_a y G_c) de la fase de vapor serán idénticos a los pesos relativos en el destilado o sea que los pesos de los líquidos condensados son directamente proporcionales a sus presiones de vapor y a sus pesos moleculares (M_a y M_c). La ecuación (15) revela la gran utilidad de la destilación por arrastre con vapor, ya que entre más pequeño sea el producto $M_a P_a$, mayor será el valor de G_c ; como el agua tiene un peso molecular muy bajo (18 g/mol) y comparativamente una presión de vapor moderada, el valor de $M_a P_a$ es bajo, lo que permite que sea económico separar sustancias de peso molecular elevado y baja presión de vapor. Igualmente se puede incrementar la porción del componente de mayor punto de ebullición en el destilado, elevando la presión de vapor del agua arrastrando con vapor sobrecalentado (ver anexo V).

El equipo que se utiliza comúnmente para la destilación, se ilustra en el esquema 6, conocido como destilador o alambique. Consta de varias partes, en donde estas partes pueden

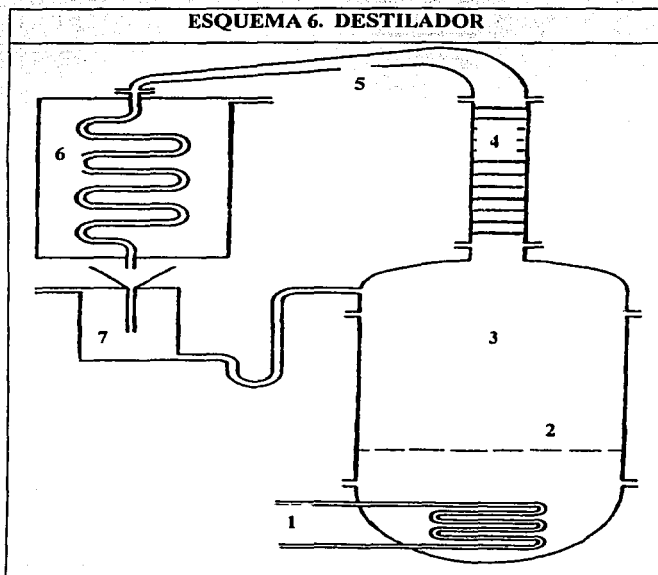
CAPÍTULO 4 DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA

estar constituidas por equipos o dispositivos que realizan la misma función, variando desde luego su eficiencia.

4.C DESCRIPCIÓN DE LAS PARTES DEL DESTILADOR.

Seguidamente se enumeran las partes principales de un destilador, y se describe brevemente su función:

1. Es el suministro de calor para la producción de vapor, puede ser una caldera, una resistencia sumergida en el agua o el alambique enchaquetado con un fluido térmico para la generación del vapor.
2. Se necesita un soporte para que solo entre en contacto el vapor y el material. Puede ser una mampara, platos perforados, una simple tela de malla, divisores o hasta distribuidores.



3. El cuerpo del alambique es más alto que ancho, porque se arrastra con mayor eficiencia el aceite del material.
4. Es el suministro de calor para la producción de vapor, puede ser una caldera o una resistencia sumergida en el agua, para la generación del vapor.
5. Se necesita un soporte para que solo entre en contacto el vapor y el material. Puede ser una mampara, platos perforados, una simple tela de malla, divisores o hasta distribuidores.
6. El cuerpo del alambique es más alto que ancho, porque se arrastra con mayor eficiencia el aceite del material.
7. En algunos casos se utiliza un rectificador para obtener el aceite más puro, porque hay algunos componentes que son hidrosolubles.
8. El capitel ayuda a condensar los vapores y dirigirlos al condensador.
9. El condensador o serpentín, tiene la función de enfriar los vapores y pasarlos a su forma líquida.
10. El vaso florentino separa del destilado, el agua por un lado y el aceite por otro.

4.D ACCIONES DEL VAPOR SOBRE LAS MATERIAS VEGETALES

Los componentes olorosos se hallan situados en las estructuras secretoras existentes dentro o fuera de las células vegetales, el mecanismo de extracción es muy similar en ambos casos. El calor y vapor de agua sobre todo estando húmedo este, hincha las paredes celulares y facilitan el paso de los aceites esenciales al exterior, por ósmosis, influyendo favorablemente la cantidad de agua presente por ser soluble en ella a esta temperatura. Por el contrario la humedad del vapor es perjudicial para gran número de aceites esenciales por su acción hidrolítica sobre los ésteres que generalmente constituyen la parte más noble de la esencia.

Otra acción del vapor en este proceso es la técnica, interesando que la temperatura se mantenga lo más baja posible. Si el arrastre se hace con agua hirviendo, la temperatura de tratamiento dependerá de la presión atmosférica del momento, pero si interviene vapor dependerá solamente de la presión a la que este trabajando.

4.E TIPOS DE DESTILACIÓN

4.E.1 Destilación seca. Solo estaría originado su aislamiento por el calor y descomposición del material vegetal, verificándose la destilación a temperatura muy alta.

4.E.2. Destilación húmeda. Para la destilación de los aceites esenciales se emplean dos tipos de vapor de agua; recalentado y húmedo. El primero no arrastra gotas de agua líquida por haber sido calentado de nuevo después de su obtención a fin de evaporarlas (también se le llama recalentado por esta causa), mientras el segundo se obtiene de forma corriente, arrastrando algo de agua líquida también formada en cierta cantidad por una condensación parcial.

Tipos de destilación húmeda. Se realiza, fundamentalmente, de tres formas; distintas, a) con agua hirviendo b) con vapor seco y c) con una mezcla de los dos. Sus nombres vulgares son a) destilación con agua (hidrodestilación), b) con vapor y c) con agua y vapor, las cuales pueden realizarse también a presión superior o inferiores a la atmosférica.

a) Destilación con agua (Hidrodestilación). El material a tratar se sumerge en agua que se hace hervir calentando a fuego directo o mediante vapor que llegue a una camisa o serpentín cerrado. En este método es máxima la acción química del agua sobre el material (hidrólisis y oxidaciones) y por ello se utiliza cuando la esencia a obtener procede de glucósidos inodoros. También resulta útil si el material tiende a apelmazarse mucho (flores pequeñas).

El material habrá de estar muy dividido y cubierto totalmente de agua siendo lo mejor hacer que ocupe unos 10-15 cm de altura y agregar luego agua hasta que sobrepase el material unos 5 cm. Suele trabajarse a la presión atmosférica debiéndose tener mucho cuidado para que el material no se queme y el agua se agote.

La velocidad de destilación es baja, debiéndose poner el agua ya caliente para evitar retrasos de tiempo y aumento de la hidrólisis.

La calidad del producto obtenido depende mucho del cuidado seguido de la operación,

especialmente si se usa fuego directo. El agua destilada debe condensarse en algunos casos.

b) Destilación con vapor. Se hace pasar vapor seco a través del material vegetal colocado en columnas o cestones, el vapor tiende a recalentarse en virtud de la resistencia opuesta a su paso por el material (aumenta la presión de vapor, aumenta su temperatura), el mayor inconveniente del método se basa en que cuando están secas las membranas celulares no son muy permeables y el aceite esencial no puede salir al exterior.

Solo presenta inconvenientes en este sistema los polvos, por su tendencia al apelmazamiento; va muy bien para semillas, maderas y raíces, cuyos componentes de alto punto de ebullición se arrastran así fácilmente.

Una de sus mayores ventajas es que puede trabajar bajo las condiciones deseadas de presión y de temperatura. El rendimiento puede ser bueno, especialmente si el material ha sufrido previamente una trituración apropiada y la calidad obtenida es francamente buena.

Los vapores son enriquecidos con constituyentes o ingredientes muy fijos del aceite, ya que la presión del aceite esencial incrementa más rápido que la presión de vapor del agua cuando aumenta la temperatura. Esto repercute en la duración de la destilación de una cantidad de materia prima, en el cual el tiempo disminuye. De cualquier modo, como la destilación es efectuada bajo presión, la temperatura de la solución es mayor, y conforme a lo dicho, siempre se logra un resultado próximo en el resultado en el costo de la calidad del producto, desde efectos de polimerización o degradación térmica, que son notificadas cerca de los 100 °C. Además distorsiones ocurrirán en la composición del destilado tales como un relativo enriquecimiento con sesquiterpenos que son compuestos indeseables.

c) Destilación con agua y vapor. No se alcanzan por este sistema grandes temperaturas; corresponde a la destilación con vapor de baja presión y produce muy pocas descomposiciones. Se basa en colocar el material a destilar sobre un falso fondo que lo aísla del agua, haciendo hervir esta con fuego directo, vapor en camisa o serpentín, de esta forma el agua desprende vapores siempre "saturados", y en cambio, la hidrólisis es mínima por no encontrarse el material

CAPITULO 4 DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA

en contacto con los vapores, más tiempo que el justamente necesario.

El material ha de tener tamaño uniforme pero no habrá de molerse demasiado, dando buen resultado la granulación. Trabaja cerca de los 100 °C, cuando lo hace bajo una atmósfera de presión y el rendimiento en aceite esencial es bueno a no ser que ocurra apelmazamientos.

Es posible que refluyan al fondo las disoluciones de producto soluble en agua que, en contacto con la paredes calientes se pueden quemar.

Por cargarse normalmente el material a baja temperatura se produce condensación sobre el con mucha frecuencia, y esta humedad aglomera al material provocando una cierta dificultad: se lucha contra ello intercalando discos perforados.

En general, la operación de hidroestilación, requiere relativamente un largo tiempo, en particular por las siguientes razones:

- La difusión o desorción del aceite esencial, desde las estructuras secretoras hacia el medio acuoso, no es un fenómeno rápido.
- La separación del aceite esencial desde el agua condensada después de que entra, basándose en el principio de decantación continua (en el recipiente llamado florentino), usualmente el empleo del decantador requiere flujo lento a moderado para alcanzar el equilibrio.
- Las pérdidas de la fracción más volátil en el sistema de condensación, podrá ser reducido lo más posible, cuando se pueda realizar la destilación a una velocidad reducida.
- Si el calor suministrado dentro del alambique es también mayor, un sobrecalentamiento puede ocurrir, induciendo al fenómeno de la polimerización, degradación o arrastre de partículas sólidas.
- El aceite esencial experimenta por varias horas la acción química del calor y el agua. Esta acción es mayor en el caso de aromas donde es más difícil de extraer como en el caso de semillas y partes leñosas de plantas. Esta acción es menor en los pétalos y hojas delgadas.
- Con este proceso solo es posible recobrar una fracción liposoluble del aceite esencial, en donde, las sustancias hidrosolubles de el aceite esencial son pérdidas o reprocesadas en el caso

de un destilador con reflujo.

- Los ciclos de operación son largos.

4.F VARIANTES EN LAS DESTILACIONES.

La trituración o molienda es fundamental en las maderas, semillas y ciertas raíces, carecen de importancia la trituración en el caso de las flores, hojas, plantas enteras y frutos pocos secos. La molienda regularmente disminuye el tiempo en la destilación.

También suele aplicarse un surfactante sobre el material (hojas, pétalos, corteza, etc.), para ayudar a la salida de este y más aun, para recuperar la parte hidrosoluble del aceite.

Adición de aditivos, tales como CO₂ en pocas cantidades y presurizado en fase gas, ayuda en el desprendimiento de los aceites de las estructuras secretoras.

Para la destilación se usan alambiques incluyendo tres partes principales, caldera, condensador y el separador de agua y aceite o llamado también vaso florentino. Son indispensables en algunos casos el uso de accesorios, tales como los generadores de vapor, recuperadores de calor, columnas rectificadoras, entre otros.

Las calderas son los sistemas de calefacción e introducción de vapor, es determinante, tanto en el tiempo de carga y descarga, como en el proceso la forma de cierre, ajuste de la tapa y sistema para soportar el material tratado.

A fuego desnudo, se tiene el grave inconveniente de su irregularidad, produciéndose los llamados golpes de fuego (sobrecalentamientos en algunas partes de la caldera con sus respectivos sobresaltos), de los cuales suele proceder una tostación de la esencia con aparición de olores empireumaticos, llamados de alambique.

Los condensadores más usados en la industria, son de dos tipos: verticales y horizontales. La decisión de utilizar un condensador vertical u horizontal, depende primeramente del espacio,

CAPITULO 4 DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPORES DE AGUA

del diseño del destilador y la temperatura de agua de enfriamiento. Los condensadores verticales toman menos espacio de piso, donde el destilador es un poco más compacto, es decir, angosto pero alto. En el caso de que el agua de enfriamiento sea tibia, el condensador horizontal es deseable, porque se tiene considerablemente mayor superficie de enfriamiento.

4.G. BIBLIOGRAFÍA.

H. García Araez; Esencias Naturales; Aguilar S.A. de Ediciones Madrid.

P-W. Atkins, Fisicoquímica; Addison-Wesley Iberoamericana..

CAPITULO 5

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.A PROCEDIMIENTO

Para desarrollar la parte experimental de la aplicación de la técnica por destilación con arrastre de vapor de agua a pétalos de rosa, utilizaremos específicamente la metodología del capítulo 2 sección B, la técnica del capítulo 4 y apoyándose en algunos datos y recomendaciones del capítulo 1 y 3.

Recolección: Emplearemos rosas en botón traídas de la central de abastos de segunda clase, las cuales incluyen aquellas que fueron cortadas en botón para su venta y, no pudieron comercializarse, rosas que florecieron antes o después del tiempo ideal para su venta, o rosas que al ser cosechadas y transportadas se separaron de sus tallos, así como los pétalos que se desprenden en estas actividades o bien, por pérdidas como factores climáticos como granizadas y lluvias. La selección se hará de forma manual para obtener las flores de la rosa, totalmente libres

CAPITULO 5 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

de otras partes de la planta. La variedad de rosa a utilizar es conocida como Mister Lincoln, ya que esta desprende un aroma mas intenso y agradable. Por otro lado, la mayoría de los comerciantes coincide en que esta rosa es muy susceptible de pudrirse y contaminarse rápidamente por microorganismos. Estas flores son cultivadas en el Estado de Morelos, en el poblado de Zapata, y también se cultivan en invernaderos en el sur de la Ciudad de México como en San Andrés Totoltepec y Xochimilco.

Control de calidad en recolección: Se recomienda la recolección de las rosas cuando estén en capullo, y así es como traen las rosas los comerciantes en la central de abastos, en capullo y rollos de seis docenas, envueltas en cortoncillo o papel encerado.

Las flores no serán recolectadas cuando estén bañadas en rocío, y se desecharan si están descoloridos o atacadas por insectos, babosas, mohos u hongos. También se usaran flores marchitas pero en buen estado, se escogieron las flores de mejor fisonomía a simple vista. Al momento de hacer la selección de los pétalos, no se encontró plaga.

Limpieza e identificación del material vegetal: Las flores se encuentran en invernaderos, por tanto, no tienen tierra, lodo, polvo o alguna otra materia extraña. El único contaminante probable es el tipo de fungicida para el cuidado de las plantas, que de acuerdo a su dosificación y recomendaciones de uso por el fabricante, resulta inocuo tocar o inhalar en el área donde se fumigó, al siguiente día después de ser utilizado el producto. También las hay sembradas a cielo abierto, y los campesinos tienen mucha experiencia y cuidado en su cultivo.

Desecación: Las flores no serán secadas porque serán utilizadas lo más pronto posible.

Estabilización y almacenamiento: En caso de no poder usar las flores el mismo día, se atomizara alcohol sobre las flores, colocadas en una o más cajas de cartón, de manera que no se aplasten y almacenadas en un refrigerador doméstico.

Fragmentación: La fragmentación de las flores, para las pruebas de laboratorio se realizara con tijeras de forma manual.

Control de calidad en la fragmentación: Es necesario conocer el grado de fragmentación ideal, en función del método de extracción, para evitar apelmazamientos y contaminación, aumentando el rendimiento y el ahorro de energía en el proceso, para ello, el grado de fragmentación será:

1. Pétalos enteros.
2. Pétalos cortados en tiras de $\frac{1}{2}$ centímetro (se toma la flor del tallo y empezando de la punta a la base se van cortando tiras de $\frac{1}{2}$ cm aproximadamente). Resultando rectángulos de 2 a 3 cm de largo por medio centímetro de ancho.
3. Pétalos picados: Una vez que se han cortado en tiras de $\frac{1}{2}$ centímetro, estas tiras se cortan en cuadros de $\frac{1}{2}$ centímetro de lado aproximadamente.
4. Pétalos licuados: Los pétalos son depositados en una licuadora con un poco de agua y licuados por cinco minutos.

Técnica de extracción: La técnica a utilizar será la destilación por arrastre con vapor. Como se vio en la sección 4.E.2., solo utilizaremos dos tipos de esta técnica: a) Destilación con agua(hidrodestilación), y b) Destilación con vapor.

Control de calidad en la técnica de extracción: Como ya tenemos determinada la técnica de extracción, es necesario determinar las variables que dominan el proceso, apoyándose en la literatura, y experimentando estas variables para llegar a la comprensión del fenómeno. Entonces, de los tipos de destilación que usaremos, determinaremos experimentalmente en cual se obtiene mayor rendimiento de aceite esencial y analizaremos las variables de esa técnica en particular.

5.B PRIMERA FASE EXPERIMENTAL

5.B.1 DESTILACIÓN CON AGUA (HIDRODESTILACIÓN)

- Procedimiento: 1) Fragmentar la flor, 2) Agregar agua al matraz y esperar a que

hierva, 3) Adicionar la flor dividida al agua. 4) Cerrar y ajustar el equipo de destilación con agua (ver esquema 7)

- Condiciones: 1) El material debe estar cubierto totalmente de agua. Se recomienda que el material ocupe entre 10-15 centímetros (cm) de altura y el agua sobrepase 5 cm al material. 2) Se trabaja a presión atmosférica.
- Inconvenientes: 1) Máxima la acción química del agua sobre la flor (hidrólisis y oxidaciones) 2) La velocidad de destilación es baja.

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO.

El material para formar el equipo del esquema 7 consta de lo siguiente: Parrilla eléctrica, matraz Erlenmeyer de 1000 ml con boquilla 24/40, refrigerante recto 24/40, una Te de destilación 24/40, un termómetro, un colector 24/40, vaso florentino graduado, dos soportes universal, tres pinzas de 3 dedos, par de mangueras de hule, una balanza granataria, una probeta de 100 y 50 ml, un cronómetro, un agitador magnético, un portatermómetro.

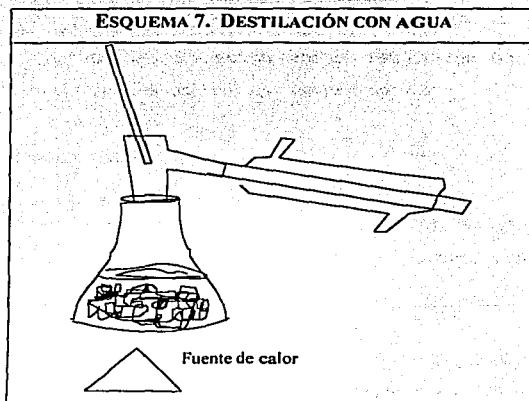


TABLA X. REGISTRO DE DATOS DE LA DESTILACIÓN CON AGUA.

No. corrida	Grado de Fragmentación	Cantidad de agua (g)	Cantidad de flor (g)	Cantidad destilado (ml)	Mililitros de aceite esencial	Tiempo (min)
1	Pétalos enteros	400	100	100	N.D.O.V.	35
2	Pétalos cortados en tiras de ½ cm.	400	100	100	N.D.O.V.	27
3	Pétalos picados	400	100	100	N.D.O.V.	23

N.D.O.V. = no detectable a observación visual

Temperatura del vapor destilado (°C)	Temperatura parrilla eléctrica (°C)	Revoluciones Por Minuto (RPM)
92	280	800

OBSERVACIONES

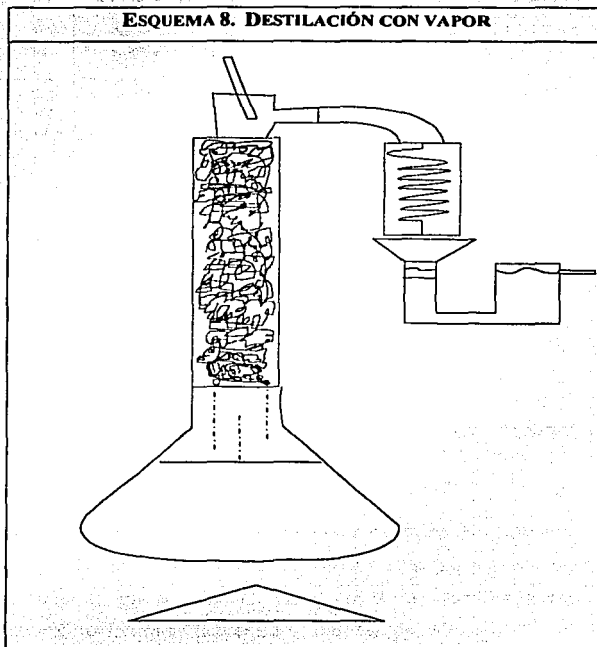
- Al principio de las corridas, el agua no mojaba todos los pétalos, conforme iba transcurriendo este proceso, los pétalos se iban compactando hasta quedar casi sumergidos totalmente.
- En todas las corridas el agua se teñía de color rojo, por tanto existe decoloración de los pétalos y el destilado obtenido es de color transparente.
- En el refrigerante recto se observan vapores en su extremo final, por tanto el destilado recibido en el florentino sale condensado pero no frío.

5.B.2 DESTILACIÓN CON VAPOR.

- Procedimiento: 1) Colocar el material en la columna, 2) Agregar agua al Matraz. 3) Conectar refrigerante al agua de enfriamiento y ajustar el equipo de destilación con vapor (ver esquema 8).
- Condiciones: 1) Puede trabajar a presión y temperatura deseadas con un equipo diseñado para estas especificaciones. 2) La presión del aceite esencial incrementa más

rápido que la presión de vapor del agua cuando aumenta la temperatura.

- Inconvenientes: 1) Si las membranas celulares están secas no son muy permeables y el aceite no puede salir al exterior. 2) Material muy fino tiende al apelmazamiento. 3) Mayor riesgo de efectos de polimerización o degradación térmica.



DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO.

El material para formar el equipo como se ilustra en el esquema 8, se necesita lo siguiente: Parrilla eléctrica, matraz Erlenmeyer de 1000 ml con boquilla 24/40, columna 24/40 de 60 cm de largo con diámetro interno de 3.5 centímetros, refrigerante recto 24/40, una Te de destilación

24/40, un codo 24/40, un termómetro, un colector 24/40, vaso florentino graduado, dos soportes universal, tres pinzas de 3 dedos, par de mangueras de hule, una balanza granataria, una probeta de 100 y 50 ml, un cronómetro, un agitador magnético, un portatermómetro y dos vasos de precipitado de 1000 ml.

TABLA XI. REGISTRO DE DATOS DE LA DESTILACIÓN CON VAPOR.

No. corrida	Grado de Fragmentación	Cantidad de agua (g)	Cantidad de flor (g)	Cantidad destilado (ml)	Mililitros de aceite esencial	Tiempo (min)
4	Pétalos enteros	400	100	100	N.D.O.V.	30
5	Pétalos cortados en tiras de ½ cm.	400	100	100	N.D.O.V.	40
6	Pétalos picados	400	100	100	< 0.1	70

N.D.O.V. = no detectable a observación visual

Temperatura del vapor destilado (°C)	Temperatura parrilla eléctrica (°C)	RPM
92	280	800

OBSERVACIONES.

- Se observa decoloración de pétalos en la columna, pero no hay tinción del agua en el alambique.
- En el refrigerante recto se observa mayor cantidad de vapores a lo largo de este sin condensar, los condensados que se forman en sus paredes tienen muy poco tiempo de contacto en sus paredes para enfriarse, por tanto el destilado recibido en el florentino sale más caliente que en la técnica de destilación anterior.
- Conforme más fragmentada la flor, más tiempo en la destilación.
- En la corrida 6 al principio de la destilación, se observó una diferencia de concentraciones cuando las primeras gotas de condensado caían en el florentino. Posteriormente, como a los 16 minutos o 30 mililitros de destilado se formó una gota

de aceite esencial de rosa menor a 0.1 mililitros. Al concluir los 100 ml de destilado, la gota se había disuelto.

5.C SEGUNDA FASE EXPERIMENTAL.

Utilizaremos la destilación con vapor, por obtenerse mejores resultados. Hasta ahora, nuestra única limitante es el grado de fragmentación de las flores, ya que si se fragmentan mucho los pétalos, se corre el riesgo de apelmazamientos, provocando una sobrepresión y resulte una proyección de alguna parte del equipo o la separación de las uniones del mismo, o que el vapor siga una trayectoria por donde hay más espacios vacíos y, cuando se desmonta la columna y se sacan los pétalos, se encuentran regiones que apenas están húmedas y todavía con color, indicio de que el vapor no estuvo en contacto con esta área, además de que aumenta la caída de presión.

El propósito de la segunda fase experimental, es observar si al ir teniendo una mayor densidad de empaque de pétalos, los vapores se saturarían más con el aceite esencial, y se obtendría un aumento de aceite esencial en el destilado. Entonces se empaco la columna lo más que se pudo sin apelmazar mucho los pétalos fragmentados. El resultado fue casi el mismo que se obtuvo en la corrida seis, en la destilación con vapor, como lo muestra la tabla XII.

5.C.1 MODIFICACIONES.

Se cambio el refrigerante recto por uno de serpiente y el florentino esta en baño de hielo, con la finalidad de enfriar en lo posible los vapores. Se aumento la temperatura de la parrilla (320 °C) para disminuir el tiempo de la destilación. La columna se empaco con 194 gramos de pétalos picados.

TABLA XII. REGISTRO DE DATOS 2ª FASE EXPERIMENTAL

Corrida	Agua (ml)	Flor (g)	Destilado (ml)	Altura empaque (cm)		Aceite (ml)	T (°C)	Tiempo (min)
				inicial	Final			
7	400	194	100	60	38.5	<0.1	92	29

CAPITULO 5 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Temperatura parrilla eléctrica (°C)	RPM
320	800

Fraccionamiento de los extractos: Se pueden separar los constituyentes en virtud de las diferencias de sus puntos de ebullición. Este método es ampliamente utilizado para la separación de los constituyentes de los aceites volátiles.

5.D TERCERA FASE EXPERIMENTAL

5.D.1. PARTE A

Como en el destilado solo se tiene agua de rosas, el objetivo es encontrar la cantidad de destilado que es necesario colectar, sin que se vaya diluyendo; utilizando la destilación con vapor (ver esquema 8)

TABLA XIII. REGISTRO DE DATOS 3ª FASE EXPERIMENTAL (PARTE A)

Corrida	Agua (ml)	Flor (g)	Altura empaque (cm)		Peso columna (g)		Aceite (ml)	T (°C)
			Inicial	Final	Inicial	Final		
8	400	200	60	40	635.5	709.6	< 0.1	92
9	400	200	60	39	637.2	708.3	< 0.1	92

Corrida	Temperatura parrilla eléctrica (°C)	RPM
8 y 9	280	800

OBSERVACIONES

En la corrida 8, destilamos hasta 250 ml en un tiempo aproximado de una hora y 31 minutos, encontrando que entre los 80 y 120 ml de destilado el olor cambiaba, luego de aquí se presentaba otro olor hasta los 180 a 190 ml de destilado, después de esta cantidad el olor se iba haciendo menos perceptible, en las gotas de destilado que caían del refrigerante.

CAPITULO 5 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En la corrida 9, destilamos hasta 240 ml del destilado en un tiempo aproximado de una hora y 26 minutos, encontrando que a los 90 ml de destilado se encontraba una diferencia de olor, y que este olor continuaba hasta los 190 ml de destilado, después de esta cantidad el olor en el destilado se perdía.

Cabe mencionar que los resultados anteriores son el resultado de pruebas organolépticas hechas por una sola persona (siguiendo las recomendaciones del anexo II y III), y se iban tomando muestras cada 10 ml de destilado. Al desmontar la columna se observó que la mayoría de los pétalos estaban descoloridos, y los vapores que salían de entre estos pétalos no tenían el aroma que nos interesa. El agua de los fondos se colorea de rojo con sólidos de color café en el fondo.

5.D.2. PARTE B DESTILACIÓN CON VAPOR ALIMENTADO LATERALMENTE.

Esta prueba se hace con la finalidad de recolectar el agua condensada que escurre en el interior de la columna (fondos) en un recipiente, se utiliza la destilación con vapor y una modificación del esquema 8 (ver esquema 9).

Descripción del equipo.

El material para formar el equipo del esquema 9 consta de lo siguiente: parrilla eléctrica, matraz erlenmeyer de 1000 ml con boquilla 24/40, dos Te de destilación 24/40, dos codos 24/40, un embudo de separación, columna 24/40 de 60 cm de largo con diámetro interno de 3.5 cm, refrigerante recto 24/40, un termómetro tres soportes universales, cuatro pinzas de tres dedos, par de mangueras de hule, una balanza granataria, una probeta de 100 y 50 ml, un cronómetro, un portatermómetro y dos vasos de precipitado de 1000 ml.

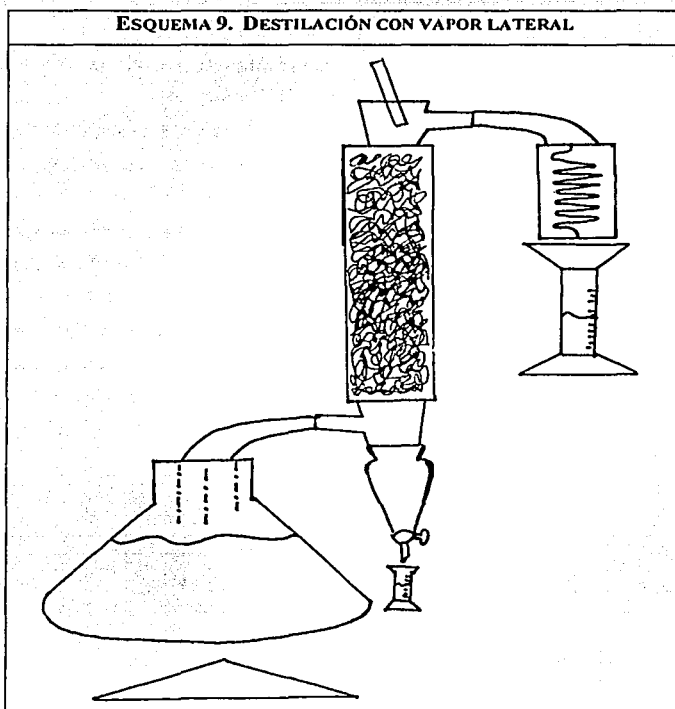


TABLA XIV. REGISTRO DE DATOS 3ª FASE EXPERIMENTAL (PARTE B)

Corrida	Agua (ml)	Flor (g)	Cantidad destilado (ml)	Peso columna (g)		Cantidad de fondos (ml)	Tiempo (min)
				Inicial	Final		
10	250	75.7	92	489.4	515	16	19

OBSERVACIONES

- El olor del agua de fondos es muy similar al del destilado. Inclusive se persirve más intenso.
- El color del agua de fondos es de color rojo oscuro.

5.D.3. PARTE C EXTRACCIÓN CON AGUA FRÍA.

Se hace con la intención de comparar los olores del agua filtrada obtenida por esta técnica, y el agua de rosas obtenida de los corridas 8, 9 y 10.

Procedimiento: 1) Colocar los pétalos en la licuadora, 2) Adicionar agua fría destilada, 3) molerlas y filtrar rápidamente.

Equipo utilizado: Una licuadora doméstica, agua destilada fría, colador, dos vasos de precipitados de 500 ml, soporte universal, pinzas de 3 dedos, matraz kitazato de 500 ml, embudo buchner para vacío, papel filtro, manguera de hule y bomba de vacío. En la tabla XV se registran los datos de la tercera fase parte C.

TABLA XV. REGISTRO DE DATOS 3ª FASE EXPERIMENTAL (PARTE C)

Corrida	Agua (ml)	Flor (g)	Grado de fragmentación	Temperatura agua destilada	Tipo de filtración	Peso del gabazo	Agua filtrada (ml)	Tiempo de filtrado (min)
11	300	100	Licuado	10 °C	Normal	69.6	242	60
12	300	100	Licuado	10 °C	Vacío	72.5	298	5

OBSERVACIONES

- El olor de ambas aguas filtradas es más a hierba que ha rosas.
- El agua de rosas presenta un color rojo pálido, y el papel filtro utilizado (poro medio) no es suficiente para evitar la turbidez.
- Es mayor el rendimiento de agua filtrada por vacío, ya que el papel filtro en la filtración normal es más grande, por lo que retiene más agua.

5.E CUARTA FASE EXPERIMENTAL.

Elaboración del producto: Para comprobar los resultados obtenidos en pequeña escala, utilizaremos un equipo un poco más grande, que se encuentra instalado en el Laboratorio de Ingeniería Química.

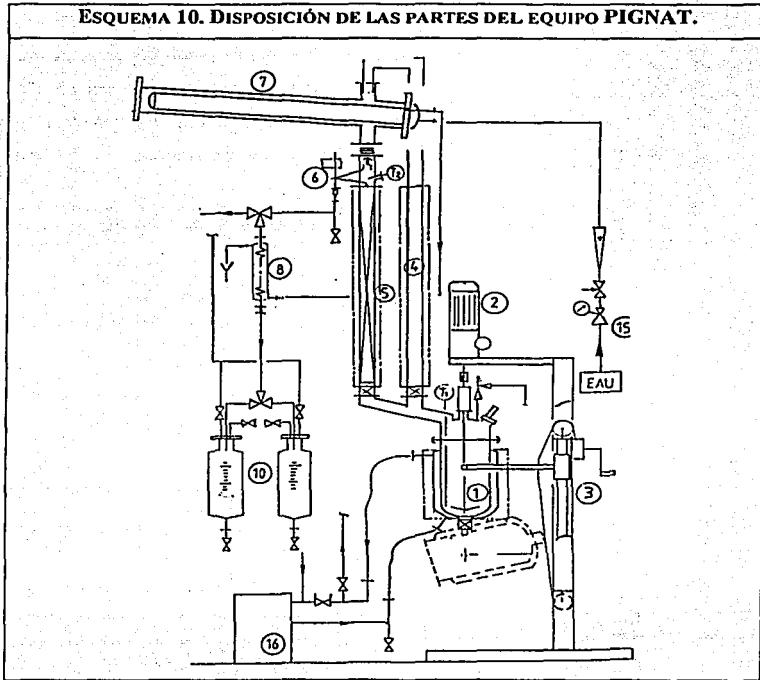
5.E.1 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO PILOTO PIGNAT

El equipo que se utilizará es el de extracción sólido-líquido, marca PIGNAT, ubicado en el laboratorio de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM. A continuación se describen los elementos que integran el equipo. Solo se delinea el esquema de la sección del equipo que se utilizó, ya que este equipo es más completo, y está diseñado para realizar otras operaciones unitarias.

En el esquema 10 se ilustra la disposición del equipo, y se enumeran las partes del mismo.

- ① Reactor cilíndrico en acero inoxidable, con capacidad de 10 litros.
- ② Agitador con velocidad variable de triple hélice.
- ③ Sistema de manutención del reactor para cargar y descargar.
- ④ Columna en acero inoxidable DN50 (diámetro de 50 milímetros) forrada con aislante y sin empacar.
- ⑤ Columna de vidrio DN50, forrada con aislante y empacada con anillo Rashig 10x10.
- ⑥ Te de reflujo con sonda de temperatura en columna empacada.
- ⑦ Condensador intercambiador de calor coraza y tubos. La coraza es de vidrio por donde pasan los vapores y los tubos son de acero inoxidable por donde pasa el agua de enfriamiento.
- ⑧ Refrigerante de vidrio en serpentín para enfriar el condensado proveniente del intercambiador de calor.
- ⑨ Recipientes para los condensados graduados. Cada uno tiene una capacidad de 2 litros.
- ⑩ Calentador del fluido térmico.

ESQUEMA 10. DISPOSICIÓN DE LAS PARTES DEL EQUIPO PIGNAT.

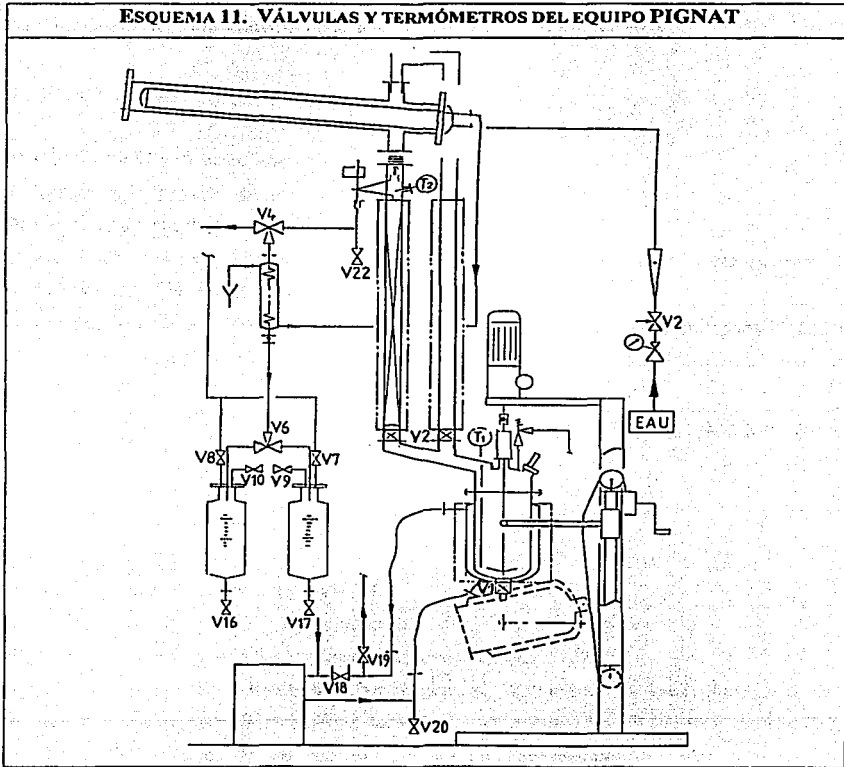


En el esquema 11, se ilustra la distribución de las válvulas y termómetros.

- V1 Válvula de drene total del reactor en el fondo de la cuba.
- V2 Válvula de aislamiento de la columna DN50 de acero inoxidable.
- V3 Válvula de aislamiento de la columna DN50 de vidrio empacada.
- V4 Válvula de 3 vías para la selección del destilado a los recipientes para los condensados o para el extractor.
- V6 Válvula de 3 vías para la selección de los recipientes.
- V9 y V10 Válvulas de liberación de presión en los recipientes para los condensados.
- V16 y V17 Válvulas de drene para los recipientes de los condensados.

- V18 Válvula de alimentación del fluido térmico para el reactor.
- V20 Válvula de drene del circuito de fluido de calentamiento.
- V21 Válvula para regular el flujo del agua de enfriamiento.
- V22 Válvula de muestreo para el destilado.
- T1 Sonda de temperatura del reactor graduado en grados centígrados.
- T2 Sonda de temperatura en la Te de reflujo graduado en grados centígrados.

ESQUEMA 11. VÁLVULAS Y TERMÓMETROS DEL EQUIPO PIGNAT



RECOMENDACIONES.

- Verificar el nivel del fluido térmico.
- Se recomienda que la capacidad máxima de sólidos en el reactor sea de 2 litros.
- De manera general el manual dice que la temperatura del fluido térmico no deberá exceder la temperatura de ebullición del solvente (agua en este caso), a más de 20°C. Pero nosotros la utilizaremos a 130 °C.
- El flujo de agua de enfriamiento deberá ser superior a 150 litros por hora.

MODO DE OPERACIÓN.

- 1) Verificar que ① y ② estén limpios.
- 2) Cerrar las válvulas de purga: V1, V16, V17, V20 y V22.
- 3) Presionar el interruptor general de alimentación eléctrica.
- 4) Presionar el botón de marcha general del equipo (en el display se muestra la temperatura y la presión atmosférica en milibar (mbar)).
- 5) Comprobar que la presión y flujo del agua de enfriamiento sea suficiente para el equipo, abriendo V21 y observando el flujo máximo del agua en el rotámetro colocado en la parte superior de V21.
- 6) Agregar el agua utilizada para la destilación en ①. Colocar las flores en la malla y después en ①.
- 7) Cerrar ① con ③ y encender ④.
- 8) Abrir el agua de enfriamiento con V21.
- 9) Hacer las mediciones.
- 10) Apagar ④, esperar 2 minutos y abrir V1.
- 11) Bajar ① con ③ y retirar la malla. Enjuagar la malla y ① con agua fría.
- 12) Esperar 5 minutos para que los vapores se condensen y cerrar V21.
- 13) Apagar el equipo con el botón de marcha general, desconectar el interruptor general de alimentación eléctrica, y dejar abiertas las válvulas de purga (V1, V16, V17, V20 y V22), para que se drene y quede lo más seco posible para otras experiencias.

De acuerdo a los resultados obtenidos en la tercera fase experimental (sección 5.D), la relación de escalamiento para la prueba en el equipo piloto de agua/flor es de 2:1, de acuerdo con los datos de la 3ª fase, entonces en la malla caben 785 gramos, y el agua para la destilación es: $2 \times 785 = 1570$ ml de agua, y la relación para el primer corte de destilado a recoger es: 90 ml dest./400 ml agua, da una relación de 0.225:1, entonces en la primera parte se necesitan recoger: 1570×0.225 da aproximadamente 353 ml, la relación para el segundo corte del destilado a recoger es: 190 ml dest./400 ml agua, da una relación de 0.475:1, entonces en la segunda parte se necesitan recoger : $1570 \times 0.475 - 353 = 392$ ml aproximadamente.

5.E.2 RESULTADOS

Los resultados obtenidos fueron (ver tabla XVI):

Parámetro	Corrida 13	Corrida 14
Agua alimentada (ml)	1570	1570
Flor alimentada (g)	785	785
Altura empacada de flor final (cm)	20	19
Temperatura de calentamiento (°C)	130	130
Temperatura en reactor (°C)	93.3	93.3
Primer corte destilado (ml)	350	350
Tiempo primer corte (min)	15.9	15.6
Segundo corte destilado (ml)	390	390
Tiempo segundo corte (min)	17	16.5
Agua de fondos (ml)	700	705
Peso final de flor (g)	832.5	831
Altura de flor empacada final (cm)	5	5

5.F PRESERVACIÓN DEL PRODUCTO.

5.F.1 CONSERVADORES ANTIMICROBIANOS

En el agua de rosas analizadas por otros autores, ellos han encontrado la existencia de bastantes compuestos, y de entre ellos sobresalen algunos que son los que forman la mayor proporción del aroma de rosa. La estructura de estos compuestos, se muestra en la figura 1 (sección 3.F.1) en donde podemos observar que tienen tres grupos funcionales: 1) Dobles

enlaces, 2) alcoholes primarios y 3) ester. Para poder adicionar un conservador antimicrobiano es necesario que los conservadores sean inertes con los anteriores grupos funcionales enumerados.

Los conservantes se añaden a los productos por dos razones: 1) evitar su deterioro, para prolongar la vida comercial del producto, y 2) para proteger al consumidor de la posibilidad de infección.

Las grasas, ceras y aceites refinados contienen relativamente pocos microorganismos, mientras que las sustancias naturales, tales como gomas, hierbas y flores están frecuentemente muy contaminadas por una variedad de hongos, levaduras y bacterias.

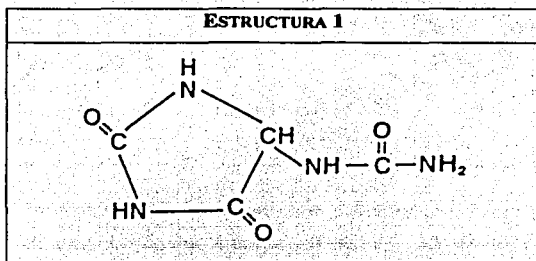
Debido a que las microorganismos dependen del agua para la síntesis de componentes celulares, las características físicas y químicas como el pH, presión osmótica, tensión superficial y oxígeno disuelto en el agua determinan la cantidad de crecimiento microbiano. Comúnmente el agua es sensible al ataque bacteriano.

De las características del agua que más influyen para el crecimiento microbiano es el valor de pH, el cual afecta al grado de ionización de las sustancias disueltas, la carga eléctrica influirá en las paredes celulares de bacterias y hongos, el pH determina la producción y la actividad de las enzimas y, por consiguiente regula la disponibilidad de los nutrientes y la facilidad con que se asimilan por la célula microbiana. Sin embargo, puesto que los límites de tolerancia de crecimiento del pH difieren ampliamente para diversos microorganismos, el pH nunca deberá considerarse por si mismo como un factor posible para contribuir a la auto esterilización de un producto.

En el mercado existen varios productos, el cual su objetivo es precisamente evitar la contaminación microbiana. Estudiaremos a continuación algunos productos para inferir cual será el idóneo para agregarlo al agua de rosas.

Allantoin® (Gloxildiureide): Este compuesto (ver estructura 1), tiene como grupos

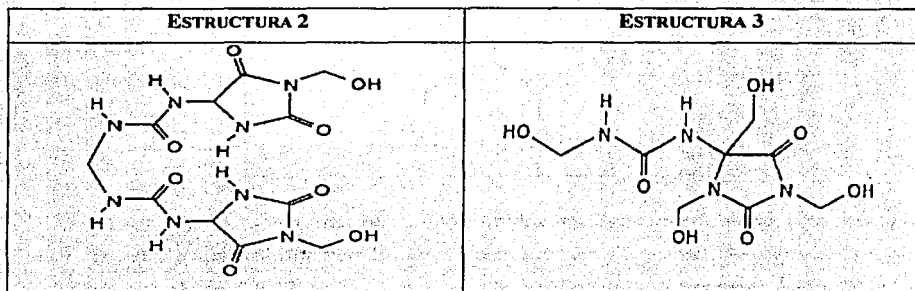
funcionales a las amidas. Para que estas puedan reaccionar, necesita haber halogenuros de alquilo, un solvente altamente polar como la dimetil formamida (DMF) y después ser neutralizada con una base. Otra forma de que reaccionen, sería agregando un poderoso reductor como el hidruro de litio y aluminio (LiAlH_4) en un solvente no polar, y luego hidrolizar. También se puede presentar la transposición de Hofman de amidas, siempre y cuando exista un nucleófilo en medio básico. Como podemos apreciar estas condiciones son muy difíciles que se agrupen en nuestro sistema, ya que tiene un pH ligeramente ácido, además las amidas no interfieren con los grupos funcionales del agua de rosas.



El allantoin es un polvo blanco cristalino sin olor, la FDA de los Estados Unidos Americanos, tiene clasificado a este producto en la categoría I (seguro y efectivo). El allantoin se utiliza como sistema conservador en cremas cosméticas, lociones, shampoos, lápiz labial, cremas de afeitar y geles para cabello. Además de ser usado en varios productos orales, como pasta de dientes.

Germall 115® (Imidazolidinilurea) y Germall II® (Diazolidinilurea): Este producto tiene como grupos funcionales a las amidas y alcoholes primarios. Para las amidas aplica lo mismo que en el allantoin, pero los alcoholes primarios de estos conservadores se oxidan en aldehídos o ácidos carboxílicos. Estos oxidantes pueden ser KMnO_2 , $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$, $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, etc. Los alcoholes primarios del conservador en las condiciones que se encuentran no interfieren con los grupos funcionales del agua de rosas.

El germall 115 y el germall II, son polvo de color blanco, higroscópicos, muy solubles en agua, muy activos contra las bacterias gram positivas y gram negativa, incluyendo pseudomonas aeruginosa. Compatible con todos los ingredientes cosméticos incluyendo surfactantes no iónicos y proteínas.

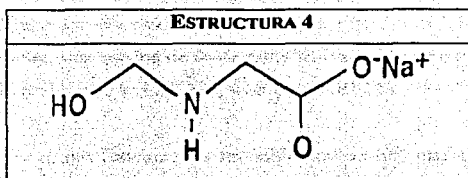


El germall 115 actúa sinérgicamente con otros preservativos, como son los parabenos, ampliando su espectro de actividad contra la bacteria. Este es permitido en la Unión Europea en niveles de hasta 0.6% sin restricción.

El germall II actúa sinérgicamente con otros preservativos, como lo es el iodopropinil butilcarbamato. Este es permitido en la Unión Europea en niveles hasta de 0.5% sin restricción. En el mercado se encuentra el germall II plus, que esta compuesto de germall II en un 99% y de iodopropinil butilcarbamato al 1%.

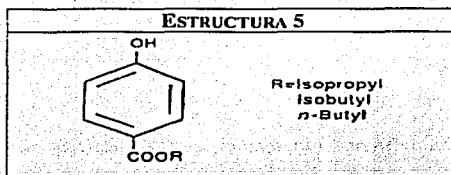
Sutocide® A (Hidroximetilglicinato de sodio): Este compuesto tiene como grupo funcional a un alcohol primario, una amina secundaria y un acetato. Como ya vimos, los alcoholes primarios no interfieren, mientras que la amina secundaria en presencia de: 1) halogenuros de alquilo en medio acuoso ó 2) halogenuro de ácido carboxílico en un medio no polar. El acetato de sodio en medio acuoso ácido se transforma en un ácido carboxílico, el cual solo es reducido por hidruros fuertes (borano = BH_3), para formar alcoholes primarios. (La reacción es difícil con algún otro reductor y con frecuencia se requiere calentamiento en tetrahidrofurano como solvente para que se complete). La reacción de un ácido carboxílico con

borano, ocurre con rapidez a temperatura ambiente. El borano reacciona con ácidos carboxílicos más rápido que con cualquier otro grupo funcional. El ácido carboxílico, también en medio ácido y en presencia de alcohol primario sencillo, es decir, sin ramificaciones, puede reaccionar dando ésteres, aunque esta reacción es reversible.



El suttocide A es una solución al 50% de hidroximetilglicinato de sodio, presentando un ancho espectro antimicrobial contra bacterias gram positivas y negativas. Su mejor actividad se encuentra aun pH de 8 a 12, pero puede ser usado a pH neutro y ligeramente ácido. Se utiliza comúnmente en shampoos, y productos para el cuidado del cabello.

Parabenos: Este compuesto tiene como grupos funcionales un fenol y un ester. Para que existan reacciones con fenoles, es necesario que se encuentren en el sistema, un haluro de ácido carboxílico o un halogenuro de alquilo en un solvente polar y adicionando una base, lo cual es muy probable, dando como resultado un ester o un éter. Con los ésteres, se presentan reacciones de sustitución nucleofílica en el ácido, en este caso, el ester en medio acuoso y con algún ácido o base, se obtiene u ácido carboxílico y un alcohol.



Los parabenos son efectivos contra las bacterias gram positivas aun en bajas concentraciones. Los grupos alquílicos más grandes presentes en el ester de los parabenos, no es

solamente más efectivo, sino además es más estable a la hidrólisis cuando se compara con los parabenos con grupos alquílicos menores.

Estudios indican que muchos aceites esenciales son misibles en parabenos con grupos alquílicos de 3 carbonos o mayores, y estos a su vez son fáciles de incorporar dentro de los productos finales. Los parabenos son usados en acondicionadores, emulsiones, cremas solares y sistemas anhidridos. Son efectivos usados de 0.4% a 0.8%. En la Union Europea la concentración máxima de una mezcla de parabenos es de 0.8%, y en Japón del 1%.

Ácido benzoico: Su grupo funcional es un ácido carboxílico que actúa como se describe en el conservador suttocide A. Su concentración recomendada es de 0.6%.

Germaben II: Este es un líquido claro, formulado de la manera siguiente:

Germall II	30%
Metilparabeno	11%
Propilparabeno	3%
Propilenglicol	56%

Para usarse en niveles de 0.3 hasta 0.5%, ya sea en emulsiones, soluciones acuosas u oleosas.

Germaben II-E: Este es un líquido claro, compuesto de la manera siguiente:

Germall II	20%
Metilparabeno	10%
Propilparabeno	10%
Propilenglicol	60%

Para usarse en concentraciones del 1% en emulsiones o en soluciones acuosas.

Con lo antes expuesto, nosotros podemos decidir que los conservadores que se pueden utilizar sin ningún riesgo son el germall 115, el germall II y el ácido benzoico. Con los demás

conservadores puede existir un mínimo de riesgo, al no poderse disolver tan fácilmente. Para la conservación del agua de rosas utilizaremos el germal 115 a una concentración de 0.5%.

En la tabla XVII, se muestran las mediciones de pH de las muestras obtenidas en el equipo PIGNAT de agua de rosas, y una solución de agua de rosas con el conservador al 0.5% en peso, es decir, 99.5 gramos de agua de rosas y 0.5 gramos de germal 115. Luego de medir el pH antes y después de agregar el conservador, se pusieron las soluciones en recipientes de PET (Polietilentereftalato) expuestos al sol a través del vidrio de una ventana durante 4 días, midiendo seguidamente el pH, y observando su apariencia y su olor.

Muestra	PH (Agua. de rosa)	PH (A. de rosa + Germal 115) 5 min.	PH (agua de rosa + Germal 115) 96 hrs.	Observaciones
1 ^{er} Corte Corrida 13	5.4	6.0	6.4	Sin cambio de olor y color
2 ^o Corte Corrida 13	5.2	5.9	6.3	Sin cambio de olor y color
1 ^{er} Corte Corrida 14	5.3	5.9	6.3	Sin cambio de olor y color
2 ^o Corte Corrida 14	5.0	5.9	6.2	Sin cambio de olor y color

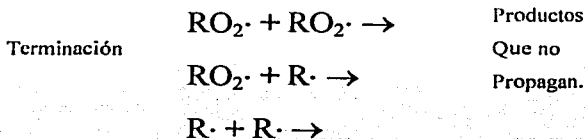
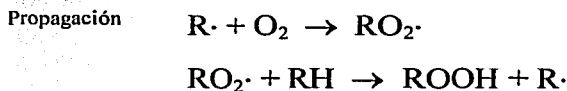
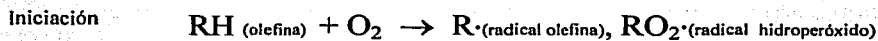
5.F.2 ANTIOXIDANTES

El uso de antioxidantes en este caso es necesario, porque al oler las muestras de las corridas uno a seis, después de 16 semanas de estar almacenadas en frascos de PET color ambar en la oscuridad y a temperatura ambiente, el aroma yo no era a rosas sino a hierbas, y ligeramente a podrido.

El oxígeno atmosférico actúa como agente oxidante en grasas, ácidos grasos y otros compuestos orgánicos, además de que existen un gran número de factores que pueden afectar tanto a la velocidad como al curso de las reacciones, entre estos últimos pueden nombrarse los efectos de la humedad, concentración de oxígeno, temperatura y radiación ultravioleta, entre otros.

La mayor parte del trabajo desarrollado sobre una teoría de la oxidación se relaciona con las reacciones del oxígeno con las sustancias olefinicas (sustancias con dobles enlaces carbono-carbono) Según esta teoría, se basa en una autooxidación, la reacción implica una molécula de

oxígeno a un átomo de carbono en posición "α", respecto al doble enlace y propagada por medio de un mecanismo de radicales libres, implicando la formación de hidroperóxidos. Varios científicos han desarrollado un esquema cinético general para la autooxidación el cual puede representarse como sigue:



Este esquema muestra un mecanismo típico de reacción de radicales libres, donde los radicales libres de origen externo catalizan o inhiben la reacción, y donde puede demostrarse que la velocidad de reacción depende de la raíz cuadrada de la intensidad de la luz.

La anulación de la oxidación podría producirse bien, suprimiendo la formación de los radicales libres o bien introduciendo en el sistema material que pudiera reaccionar con los radicales libres según se forman y, de este modo, prevenir la reacción de la cadena de reacciones. No se puede prevenir totalmente la formación de radicales libres y, por tanto, son importantes las sustancias que se comportan como aceptores de los radicales libres o antioxidantes (ver tabla XVIII).

Otros productos que ayudan a evitar la oxidación de las olefinas son los agentes quelantes (ver tabla XVIII) de metales, los cuales se unen a los iones metálicos prooxidantes y, de este

CAPITULO 5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

modo, evitar su efecto catalítico en la reacción de oxidación normal, de reacción en cadena, retardando la formación del peróxido, mientras que, al mismo tiempo, prolonga el periodo de inducción.

Los prooxidantes metálicos que ya están presentes como parte de las estructuras complejas orgánicas, no son afectadas generalmente por agentes quelantes. La estabilización se alcanza por reacción del metal con ácidos orgánicos del tipo ácido tartárico o cítrico o como sustancias tales como ácido etilendiaminotetraacético (EDTA).

TABLA XVIII ANTIOXIDANTES

SISTEMA ACUOSO	
Antioxidante	Agente quelante
Sulfito sódico	Acido ascórbico
Metabisulfito sódico	Acido isoascórbico
Bisulfito sódico	Tioglicerol
Tiosulfato sódico	Tiosorbitol
Formaldehído sulfoxilato sódico	Acido Tioglicólico
Acetona metabisulfato sódico	Clorhidrato de cisteína
SISTEMA NO ACUOSO	
Antioxidante	Agente quelante
Palmitato de ascorbilo	Lecitina
Hidroquinona	Acido fosfórico
Galato de propilo	
Hidroxitolueno Butilado (BHT)	
Hidroxianisoiato butilado (BHA)	

J.B. Wilkinson, R.J. Moore. Cosmetología de Harry. Ediciones Dias de Santos, S.A. Madrid

5.G CONTROL DE CALIDAD EN LA ELABORACIÓN DEL PRODUCTO.

Determinaremos alguna característica del producto obtenido, y lo compararemos con un producto comercial, similar a éste. El parámetro que nos inclinamos a medir fue la cantidad de enlaces dobles presentes en el agua de rosas. Para cuantificar este parámetro se utilizó como referencia el método de Scott, el cual se describe a continuación:

5.G.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS.

Vasos de precipitados de 1000 y 100 ml

Agitador magnético

Dos vasos de precipitados de 250 ml

Pipetas de 10 y 2 ml

Bureta de 25 ml

Soporte universal

Dos pinzas de tres dedos

Probeta de 50 ml

Dos propipetas

Matraz de 1000 ml aforado

Cinco ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado 12 Molar

Solución de anaranjado de metilo aproximadamente al 0.1%

0.842 gramos de bromato de potasio (KBrO_3) P.M.=167.008g/mol

3.00 gramos de bromuro de potasio (KBr) P.M.=119.011g/mol

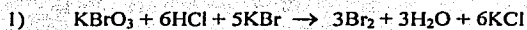
Dos litros de agua destilada

Un litro de alcohol isopropílico

5.G.2 FUNDAMENTO

Los iones en solución de bromuro/bromato (la solución de bromuro/bromato es la disolución titulante) en medio ácido, reaccionan entre sí, para formar al bromo (reacción 1), y este último en un medio no polar reacciona con el doble enlace carbono/carbono (reacción 2). El final de la titulación se observa una vez que los enlaces dobles entre carbonos se terminaron, el anaranjado de metilo empieza a reaccionar con el bromo, al mismo tiempo que la solución se va decolorando de un amarillo tenue hasta ponerse casi incolora.

Reacciones:



5.G.3 POSIBLES INTERFERENCIAS

El agua de rosas es una mezcla de compuestos orgánicos solubles en agua. Estos

compuestos orgánicos presentan mayoritariamente los grupos funcionales de alcoholes, enlaces dobles y menor mente los grupos funcionales de aldehídos y cetonas.

Los alcoholes primarios al ser oxidados forman aldehídos o ácidos carboxílicos, los alcoholes secundarios generan cetonas y los alcoholes terciarios no reaccionan con la mayoría de los agentes oxidantes, excepto en condiciones más vigorosas.

Los aldehídos son rápidamente oxidados para producir ácidos carboxílicos, debido a que los aldehídos tienen un protón que puede ser extraído con facilidad durante la oxidación. Cetonas y aldehídos reaccionan en forma reversible con alcoholes en presencia de un catalizador ácido para producir acetales. Los acetales son compuestos extremadamente útiles, porque pueden actuar como grupos protectores de cetonas y aldehídos.

En base a lo anterior, tenemos que el titulante gastado reaccionará con los dobles enlaces, y tal vez lo haga con algunos alcoholes, aldehídos y cetonas. Por ello se propone en llamar: Índice de Oxidación Global (IOG) al resultado de este método de control.

5.G.4 PROCEDIMIENTO

- Poner aproximadamente 500 ml de agua destilada en un vaso de precipitados de 1000 ml. Agregar 5 ml de HCl concentrado a el agua contenida en el vaso de precipitados con mucho cuidado. Mezclar y vaciar la solución al matraz aforado y aforar a un litro para obtener una solución aproximada de 0.06 Molar de HCl.
- Pesar 0.842 gramos de bromato de potasio y 3.00 gramos de bromuro de potasio y, disolverlos en el matraz aforado aforado con aproximadamente 700 ml de agua destilada, una vez disueltos aforar a un litro.
- Hacer una corrida en blanco, tomando 50 ml de alcohol isopropílico, 4 ml de HCl 0.06 M y anaranjado de metilo. En este caso se agregaron 5 gotas del indicador, las cuales colorearon la solución lo suficiente para el viraje del color visual.
- Poner la solución de bromato/bromuro en la bureta y titular hasta la decoloración de la solución. Registrar el volumen del titulante.

- Para las demas corridas, tomar 50 ml de alcohol isopropilico, 4 ml de HCl 0.06 M, 5 gotas de indicador anaranjado de metilo y 2 ml de muestra.

5.G.5 RESULTADO

TABLA XIX. RESULTADOS DE LA TITULACIÓN

Número de la Corrida	**Almacena- miento (semanas)	Muestra (ml)	Alcohol isopropilico (ml)	HCl 0.06M (ml)	Gotas de indicador	Titulante (ml)	Índice de Oxidación Global (IOG)
Blanco	--	--	50	4	5	0.4	--
7	10	2	50	4	5	0.8	1.00
14 1 ^{ra} corte	6	2	50	4	5	0.8	1.00
14 2 ^a corte	6	2	50	4	5	1.2	2.01
10	1	2	50	4	5	1.5	2.77
*F.P.	--	2	50	4	5	1.7	3.27

*F.P. = Agua de rosas de la farmacia Paris (Desconocemos la fecha de elaboración)
 ** El agua de rosas estuvo almacenada en una gaveta de laboratorio de ingeniería química, a una temperatura aproximada de 20°C, en frascos de PET color ámbar llenados a ¾ de su capacidad, sin ningún antioxidante ni conservador, después de estar este tiempo guardada se determinó la concentración de enlaces dobles

Las pruebas se repitieron dos veces para cada muestra, la primera sirvió para acercarse al punto final de la titulación, y la segunda fue para precisar el punto final de la misma. El cálculo del IOG se trata con más detalle en el anexo VI. Al momento de titular 5 ml de muestra, encontramos que la reacción de titulación se vuelve más lenta, por lo que recomendamos no pasar de 2 ml de muestra en medio acuoso, y no usar más de 2 ml de titulante porque la reacción se vuelve de nuevo lenta. Si la muestra es muy concentrada será mejor diluir la muestra y tomar una alícuota de dos mililitros y volver a titular. Se recomienda el uso de un medio no polar para que se efectúe la reacción rápidamente, pero como la muestra es en medio acuoso, no serían miscibles, así que se usó un medio afín, el cual fue el alcohol isopropílico. También recomendamos no hacer la solución de bromato/bromuro más concentrada porque costará trabajo disolver más que nada al bromato.

5.F. BIBLIOGRAFÍA.

Jhon McMurry; Química Orgánica; Grupo Editorial Iberoamericana.

F. Rossat, H. Gonzenbach and G.H. Pittet; Use of sunscreens and vitamins in the daily-use cosmetic; DCI december 1997, pag 16-30.

ISP-International Speciality Products; Reference Guide, Performance enhancing products for personal care.

Notas de utilización del equipo PIGNAT-Extracción sílido-líquido.

J.B. Wilkinson, R.J. Moore. Cosmetología de Harry. Ediciones Días de Santos, S.A. Madrid

Dan Kimball, Citrus procesing quality control and technology, Editorial AVI Book, New York.

CAPITULO 6

COSTOS DE PRODUCCIÓN.

6.A COSTO DE PRODUCCIÓN

El estudio de los costos de operación es la piedra angular en toda clase de negocios, ya que permite no solo la obtención de resultados satisfactorios, sino evitar que la empresa cometa errores en la fijación de precios y que esto derive en un resultado negativo.

Para las empresas fabriles, por su forma de operar, es decir, la obtención de un artículo manufacturado, es necesaria la formulación de un estado que indique el costo de lo invertido en la fabricación; este documento se conoce con el nombre de estado de costo de producción, y concretamente muestra lo que ha costado producir algo.

Se debe analizar cada uno de los elementos y factores utilizados en la fabricación, pues son parte integral, del costo de producción. Uno de los puntos de partida es la materia prima que se transformará, en producto terminado, y la mano de obra, que esta dada por la suma de sueldos,

salarios y prestaciones de los empleados que hacen posible la fabricación de los productos.

Otro elemento del costo de producción es el costo indirecto o costo general de fabricación, que no se relaciona en forma directa con la elaboración del producto (por ejemplo: renta, agua, energía eléctrica, impuesto predial, mantenimiento de maquinaria, sueldo de personal de oficina, publicidad, papelería, depreciación de mobiliario y equipo, mano de obra indirecto, entre otros).

La disposición de este documento desarrolla una fórmula que no permite modalidades en la ordenación de los elementos que lo integran, pero si es posible que estos se presenten procurando una mayor claridad y empleando términos de mayor accesibilidad para sus lectores. El desarrollo de la fórmula del estado de costo de producción es como sigue:

FÓRMULA DEL ESTADO DE COSTO DE PRODUCCIÓN

Inventario de materias primas
 (+)
 Compras netas: (+) gastos de compras
 (-) Devoluciones y rebajas
 sobre compras
 (-)
 Inventario final de materia prima
 (=)
 Materia prima utilizada
 (+)
 Mano de obra directa
 (=)
 Costo primo
 (+)
 Gasto de producción
 (=)
 Costo de manufactura
 (+)
 Inventario inicial de producción en proceso
 (-)
 Inventario final de producción en proceso
 (=)
COSTO DE PRODUCCION TERMINADA

El estado de costo de producción proporciona elementos de juicio más extensos cuando las cifras contenidas en los estados principales (Estado de situación financiera, estado de resultados de operación), ya que el estado de costo de producción es un estado de secundario, ya que deriva de los estados principales.

Para presentar una inversión por acacer (estados financieros pro forma o a futuro), se basan en los presupuestos y presuponiendo una serie de factores y situaciones con mayor o menor detalle, como base para la realización de operaciones futuras y para el control de las mismas. Si utilizamos la fórmula del costo de producción, tendríamos que hacer un estado principal pro forma, y luego sacar de éste las cifras para tener el estado de costo de producción, entonces para mayor facilidad, y obteniendo casi el mismo resultado, ocupares la técnica del punto neutro o de equilibrio contable.

6.B PUNTO NEUTRO O DE EQUILIBRIO CONTABLE.

Se utiliza como punto de partida para tratar de fijar las ventas a un volumen tal, que se permitan lograr utilidades. El objetivo básico del punto neutro es la determinación del volumen que es necesario vender para que la empresa no obtenga ni pérdidas ni utilidades. A partir de ese volumen de ventas, si se incrementan estas se obtendrán utilidades y si se disminuyen se ocasionarán pérdidas.

El punto neutro es donde las ventas son iguales a los costos y gastos de la empresa, gráficamente es posible mostrarlo localizándolo en la intersección de la línea que muestre las ventas con la que con para los costos y los gastos.

En esta técnica se observa que dos tipos de gastos, los primeros guardan una proporción directa con los ingresos, es decir, a mayores ventas se produce un aumento en esta clase de gastos y a menores ingresos una disminución, y los segundos gastos permanecen estáticos, independientemente de que las ventas aumenten o disminuyan.

Al primer grupo de gastos se le denominan gastos variables, en ellos se encuentran los costos variables, comisiones sobre ventas, sueldos a destajo, materia prima, gastos de entrega de mercancía, etc. Al segundo se le llamo gastos fijos, y son entre otros: la renta, depreciación en línea recta, sueldos fijos, INFONAVIT, IMSS, sueldos administrativos, etc.

6.B.1 CÁLCULO DEL PUNTO NEUTRO

El método más práctico para clasificar los gastos fijos y variables es el llamado de clasificación directa, es decir, se clasifican uno por uno comparándolos con las ventas, si a mayores ventas se produce un aumento en esta clase de gastos, ó a menores ventas una disminución del gasto, es un gasto variable, y si un gasto permanece estático si aumentan o disminuyen las ventas es un gasto fijo. La ecuación que relaciona estas variables es:

$$VE = \frac{CF + RD}{1 - \frac{CVU}{PVU}}; \quad UV = \frac{VE}{PVU}$$

Donde :

VE = Ventas efectuadas

CF = Costo fijo

RD = Rendimientos deseados

CVU = Costo variable por unidad

PVU = Precio de venta por unidad

UV = Unidades vendidas (VE/PVU)

6.B.2 DESARROLLO DEL PUNTO DE NEUTRO O EQUILIBRIO CONTABLE

Se toman en cuenta los resultados obtenidos en la sección 5.E, donde se propone el diagrama 10 como proceso de fabricación, para obtener el costo de producción en la elaboración

de agua de rosas, en la que nosotros la nombramos natural, , y se compara con un agua de rosas sintéticas, elaborada a partir de compuestos aromáticos obtenidos por síntesis.

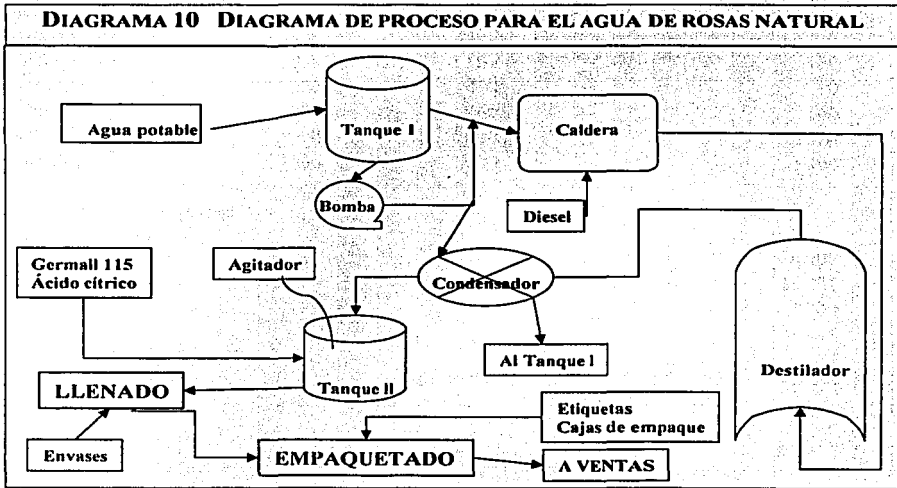
Los costos fijos: Gastos de oficina, gastos administrativos y todos aquellos que no se puedan asociar directamente a la fabricación de cada unidad de producto o prestación de servicios de una empresa.

6.B.3 SUPOSICIONES PARA LA TÉCNICA DEL PUNTO NEUTRO

- Los gastos fijos se toman de una microempresa que se asemeja a la nuestra.
- La maquinaria y equipo se amortiza linealmente de forma anual a cinco años.
- Algunos gastos variables se obtuvieron de páginas de Internet y otros por cotizaciones telefónicas.
- El precio de venta será de 8.00 pesos.
- La solución de productos naturales sintéticos es de 0.05% en peso. (con la siguiente proporción: nerol 30%, geraniol 30%, citronelol 20%, alcohol fenilético 10% y acetato de geraniol 10%).

TABLA XX COSTOS VARIABLES PARA AGUA DE ROSAS NATURAL

MATERIA PRIMA	EQUIPO DE PRODUCCIÓN	MANO DE OBRA
Agua	Tanque I	Operador de planta
Diesel	Caldera	Persona de limpieza
Pétalos de rosa	Destilador	Vendedor
Agua de enfriamiento	Condensador	
Ácido cítrico	Bomba	
Germal 115	Tanque II	
Envases	Agitador	
Etiquetas	Tubería	
Cajas de empaque		



6.B.5 RESUMEN DE GASTOS FIJOS Y VARIABLES ANUAL.

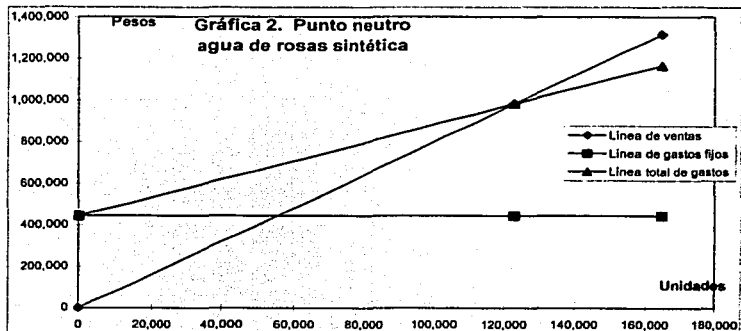
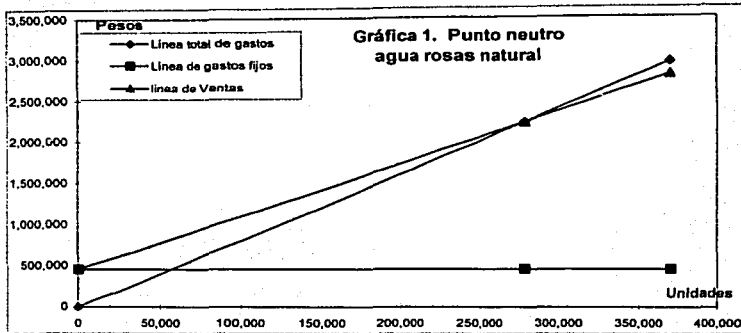
	Agua de rosas natural	Agua de rosas sintéticas
Gastos fijos	Monto \$/anual	Monto \$/anual
Renta de edificio y terreno	10800	10800
Luz	11400	9120
Agua	2880	2880
Teléfono	12000	12000
Sueldos		
Secretaria	57600	57600
Contador	72000	72000
Gerente General	120000	120000
IMSS, INFOAVIT y SAR	124800	124800
Maquinaria y equipo (amortización lineal por 5 años)		
Tanque I	1200	240

CAPITULO 6 COSTO DE PRODUCCIÓN

Caldera	23415	4683	0
Destilador	17800	3560	0
Condensador	5600	1120	0
Bomba de agua	800	160	160
Tanque II	1200	240	0
Agitador	800	160	160
Tubería	5000	1000	3500
Mantenimiento	2500	500	1200
Otros gastos			
Suministros para oficina		4000	4000
Primas de seguro		26955.6	19272
Publicidad		5000	5000
COSTO FIJO TOTAL		459098.6	442732

Gastos variables	Agua de rosas natural	Agua de rosas sintéticas
	Monto \$/pieza	Monto \$/pieza
Materias primas		
Agua	0.015	0.015
Diesel	0.2	0
Petalos de rosa	2	0
Agua de enfriamiento	0.001	0
Acido cítrico	0.00015	0.00015
Germall		
I 15	0.0001	0.0001
Envases	1.5	1.5
Etiquetas	0.01	0.01
Cajas de empaque	1.1	1.1
Nerol	0	0.203
Citronelol	0	0.155
Geraniol	0	0.133
Alcohol fenil etílico	0	0.06
Acetato de geraniol	0	0.179
Sueldos		

Operador de planta	0.02	0.02
Persona de limpieza	0.015	0.015
Vendedor	0.02	0.02
Comisiones	0.01	0.01
Flete de acarreo	0.015	0.015
Otros gastos		
Impuestos	1.447875	0.963675
COSTO VARIABLE POR UNIDAD	6.4	4.4



Si observamos la gráfica 1, está nos muestra que se necesitan vender 278 939 unidades anuales de agua de rosa natural, a un precio de 8.00 pesos, después de este número de unidades se tienen utilidades. Mientras que la gráfica 2, indica que se necesitan vender 122 945 unidades anuales de agua de rosa sintética, a un precio también de 8.00 pesos, después de este número de unidades se tienen utilidades.

6.C BIBLIOGRAFÍA

Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, Guías empresariales, Aceites esenciales, Editorial Limusa, S.A. de C.V.

Ríos Zúñiga Rafael, Algunos Comentarios sobre Estados Financieros. ECASA.

Del Río Gonzalez Cristóbal, Control de los Costos Industriales. ECASA.

CAPITULO 7

ANÁLISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSION.

7.A ANÁLISIS DE RESULTADOS.

El objetivo de la primera parte (sección 5.B) es conocer con cual tipo de destilación húmeda (destilación con agua o hidrodestilación y destilación con vapor), se obtienen mejores resultados. La primer variable que seleccionamos, fue el ir cambiando el grado de fragmentación de los pétalos.

En la destilación con agua (Tabla X, sección 5.B.1), tenemos que conforme los fragmentos de pétalos son más pequeños, el tiempo para recoger 100 ml de destilado también es menor. En cambio en la destilación con vapor (tabla XI, sección 5.B.2) ocurre lo contrario, conforme los fragmentos de pétalos son más pequeños, el tiempo para recoger 100 ml de destilado va aumentando, además el aroma del agua de rosas por destilación con vapor es más

intenso que el agua de rosas por destilación con agua.

En la tabla XXI se reúnen los valores de la tabla X y Xi, los cuales son el grado de fragmentación y el tiempo de destilado. En la gráfica 3 se utilizan estos valores y encontramos que hay un punto de intersección entre estas dos curvas, en donde el tiempo de destilación son 35 minutos y el grado de fragmentación es de 3.25 cm².

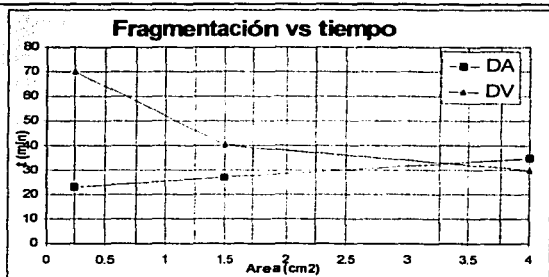
TABLA XXI.

Fragmentos (cm ²)	DA (min)	DV (min)
0.25	23	70
1.5	27	40
4	35	30

DA = Destilación Con Agua

DV = Destilación con Vapor

GRÁFICA 3



Como se obtuvo mejor aroma con al destilación con vapor, se siguió utilizando esta técnica y el grado de fragmentación en la cual se tuvo una gota de esencia. En la segunda parte experimental (Sección 5.C), la siguiente variable que elegimos modificar fue la cantidad de flor en la columna, es decir, la columna en vez de tener 100 gramos, se relleno con 200 gramos. El resultado de ambos rellenos fue casi el mismo a simple vista, con el relleno de 100 gramos se forma una gota, y con el relleno con 200 gramos se forma una gota un poco más grande, la cual al final se disuelve debido a que los constituyentes que la integran son solubles al agua, originando el agua de rosas. En el anexo I, se listan las solubilidades de algunos componentes aromáticos que están presentes en el aroma de rosas.

En la tercera fase experimental (Sección 5.D), la corrida 8 sirvió para ir conociendo como variaba el aroma del destilado en función del volumen destilado, y la corrida 9 se hizo para precisar la diferencia de olor. Determinamos que hay dos olores predominantes, en el primer corte

el olor tenía una nota más verde, y en el segundo corte el aroma era más floral y más intenso. Después en la experiencia con vapor alimentado lateralmente podemos conocer el porcentaje del flujo que descendía en el interior de la columna (fondos).

En la cuarta fase experimental (sección 5.E), se toman en consideración algunas cifras para el escalamiento en la utilización del equipo PIGNAT, presentando a continuación algunas definiciones que nos ayudaran a hacer algunas comparaciones de los resultados obtenidos en pequeña escala y, los del equipo PIGNAT.

Porcentaje de apelmazamiento (%A): $\%A = ((Aci - Acf)/Aci) * 100$. Donde Aci = altura de la columna inicial y Acf = altura de la columna final en centímetros (cm).

Porcentaje de agua retenida por los pétalos (%ARP): $\%ARP = ((Ppf - Ppi)/Ppi) * 100$; Donde Ppf = peso de pétalos final y Ppi = peso de pétalos inicial en gramos.

Flux (F); $F = VD/A$. Donde A = área en cm^2 , el área de la columna de vidrio es de 9.6 y de la malla es de 310.

En las corridas 8 y 9 se utilizó el valor de alrededor de $VD = 2.8$, obtenido de la intersección de la gráfica I.

En la tabla XVII se resumen los valores de las definiciones hechas más arriba de las corridas 8 a la 11.

TABLA XXII. VALORES DE LAS DEFINICIONES.			
Corrida	%A	%ARP	F (ml/min cm^2)
8	33.3	11.6	0.285
9	35.0	11.1	0.29
10 1 ^{er} corte	--	--	0.07
10 2 ^o corte	75.0	6.0	0.073
11 1 ^{er} corte	--	--	0.072
11 2 ^o corte	73.0	5.8	0.076

Confrontando los valores de la tabla XX, el porcentaje de apelmazamiento(%A) es el doble en el equipo PIGNAT que en pequeña escala, mientras que el % de agua retenida en los pétalos (%ARP) es el doble en pequeña escala que en el equipo PIGNAT y el flux (F) a través de los pétalos es tres veces más lento en el equipo PIGNAT que en pequeña escala.

Posteriormente tenemos la conservación del producto de microorganismos, donde tenemos que el conservador Germall 115 es estable (ver tabla XVII) en el agua de rosas, sin producir consecuencias desagradables en el olor, ni alteraciones en la apariencia del agua de rosas.

Revisando los valores de la tabla XIX (sección 5.G.5), tenemos que el agua de rosas de la Farmacia París, tiene un Índice de Oxidación Global (IOG) mayor al agua de rosas de las corridas elegidas a ser tituladas. Además podemos comprobar que en el segundo corte de la destilación de la corrida 14, el aroma es más intenso, ya que su IOG es mayor que el primer corte de la corrida 14. Si observamos el IOG de la corrida 7 y su tiempo de almacenamiento, con la corrida 10, donde ambas tienen casi las mismas condiciones de fabricación, con la única diferencia del tiempo de almacenamiento, se hace palpable la necesidad de agregar un antioxidante (ver tabla XVIII) para la estabilización del producto.

7.B CONCLUSION.

Con las características de la Ciudad de México, con una presión atmosférica de 586 milímetros de mercurio (mm Hg) el agua hierve a 92°C, y bajo esta condición se llevaron a término las experiencias aquí reportadas. La rosa que se utilizó para probar si se podía extraer su aceite esencial mediante la técnica de destilación por arrastre con vapor es una flor llamada Mister Lincon, que es cultivada en el Estado de Morelos, en el poblado de Zapata.

Se probaron varias modificaciones de esta técnica, donde el resultado fue la ausencia del aceite, obteniéndose solamente el agua aromática o agua de rosas no muy concentrada.

Además resulta necesario conocer que al ir disminuyendo el tiempo para recoger cierto volumen de destilado en la destilación con agua, conforme los fragmentos de pétalos son más pequeños, se debe a que los fragmentos estén más juntos y la transferencia de calor es más rápida. Cuando va aumentando el tiempo para recoger cierto volumen de destilado en la destilación con vapor, conforme los fragmentos de los pétalos son más pequeños, es porque al ir subiendo el vapor, va humedeciendo y ablandando la estructura de los pétalos, los cuales se van apelmazando. Si los fragmentos son más pequeños, dejan menos espacios por donde pase el vapor y este tiende a estancarse y condensarse y fluir hacia abajo, haciendo necesario la utilización de un relleno, soporte o mamparas para evitar el apelmazamiento.

En la destilación con vapor, el vapor que va ascendiendo se va saturando con aroma conforme sube, alrededor de una temperatura de 93°C. El agua que se condensa alrededor de los pétalos actúa como una resistencia de película, además del fenómeno de apelmazamiento lo que ocasiona la disminución de menor área de contacto de vapor con el pétalo, provocando que la difusión del aroma por la acción del vapor desde el interior de las estructuras secretoras de los pétalos al medio acuoso sea muy lento. Si el flujo de vapor sobre la columna empacada, es muy rápido no se satura con el aroma, entonces, la columna debe ser más alta, para que al ir subiendo el vapor se vaya saturando, y si el flujo de vapor es muy lento, produce condensación en el interior de la columna ocasionando mas cantidad de fondos.

Además para el agua de rosas obtenido es necesario agregarle conservadores y antioxidantes para medio acuoso, para una mejor estabilidad, porque se van degradando con el tiempo.

Por otro lado, al aplicar la técnica del punto neutro (sección 6.B.2), tenemos que después de hacer todo el desarrollo de esta, deriva que tanto los costos variables como los costos fijos son menores en el agua de rosa sintética que en el agua de rosa natural, en síntesis, resulta más rentable vender agua de rosas sintéticas, que agua de rosas de pétalos naturales, porque por cada 10 unidades que se vendan de agua de rosas sintéticas, se necesitan vender 23 unidades de agua de rosas de pétalos naturales para obtener en ambas la misma ganancia.

Si se tiene un mercado o una estrategia agresiva para vender más de 278 939 unidades al año (ver sección 6.B.5), para tener utilidades, aprovechando la demanda actual que están teniendo los productos naturales, se pueden aprovechar los pétalos de rosas que se desperdician en las poblaciones aledañas al Distrito Federal que cultivan estas flores. Además se pueden hacer pruebas con vapor sobrecalentado para ver si aumenta el rendimiento del agua de rosas, y hasta intentar con vapor sobrecalentado su aceite esencial.

Anexo I Solubilidad de varios odorantes.

Sustancia	Solubilidad en agua (ppm) a 20 °C
Cetona de almizcle	<1
Almizcle de xilol	<1
Ciclopentadecanolida	<1
Tonalid	<1
Ambroxan	1
Aldehído C12 MNA	1
Salicilato de bencilo	1
α -Pino	2
Salicilato de amilo	6
Vertofix coetur	10
Aldehído hexil-xinámico	10
Cedrol	15
Aldehído C11	20
Aldehído C12 laúrico	20
Aldehído amil-cinámico	40
Lilial	50
Metil-ionona	50
Limoneno	50
γ -metil-ionona	60
Acetato de linalino	160
α -ionona	190
Citronelol	450
γ -Decalactona	750
Isoeugenol	1400
Acetato de benzilo	1700
Cumarina	1900
Linalol	2000
Eugenol	2200
Fenil acetaldehído	2600
Antranilato de metilo	2700
Etil-vainillina	2900
α -Terpineol	2900
Indol	2900
Benzaldehído	3300
Alcohol cinámico	6000
Lyral	7400
Alcohol fenilpropílico	9900
Vainillina	10000
Maltol	12000
Ácido fenilacético	18000
Alcohol feniletílico	20000

Bibliografía: La perfumería: Práctica y principios, Robert R. Calkin, J. Stephan Jellinek, Editorial Acriba, S.A. Zaragoza (España)

ANEXO II: LA TÉCNICA OLFATIVA

El lugar de trabajo debe tener a su disposición una habitación separada. Una prueba olfativa debe realizarse en un lugar tranquilo, inodoro, con aire templado y humedad natural. Es difícil oler una sustancia en un aire excesivamente frío o seco.

Las muestras: Es preferible hacer la olfacción con soluciones diluidas para evitar una sobrecarga o fatiga olorosa. No se debe inspirar directamente del frasco, ya que reduce inevitablemente la capacidad de oler durante un cierto tiempo. Tampoco debe inspirar directamente un material cristalino sin diluir porque el olor de esos materiales está con frecuencia distorsionado por trazas de impurezas absorbidas en superficie. Inspirar sobre materiales finamente pulverizados, como la vainilla, implica el riesgo añadido de inhalar pequeños cristales hacia el inferior de la nariz, destruyendo así la capacidad olfativa durante un periodo de tiempo considerable.

Secantes de olor: Roudnitska recomienda usar secantes de 1 centímetro de ancho con un pliegue a lo largo para que no se comben tan fácilmente, también recomienda que los secantes terminen en punta lo cual facilita introducirlos en frascos de boca pequeña y minimiza la cantidad de material examinar. Este papel no ha de tener una longitud fija. Jellinek menciona que para los análisis de olor, cuanto más delgado sea el secante mejor, ya que permite reconocer las distintas fases de la olfacción, y mantiene los aromas volátiles de manera menos permanente. Por lo contrario, para la presentación de un perfume definitivo para un cliente, recomienda usar un papel más grueso, más absorbente, porque mantiene mejor que uno delgado la composición completa.

La olfacción: Anotar los comentarios no sólo nos obliga a concentrarnos y a oler con atención, sino que también nos ayuda a recordar el olor más tarde. Para evitar la fatiga olfativa, las sesiones deben incluir intervalos de descanso durante los cuales la mucosa pueda recuperarse.

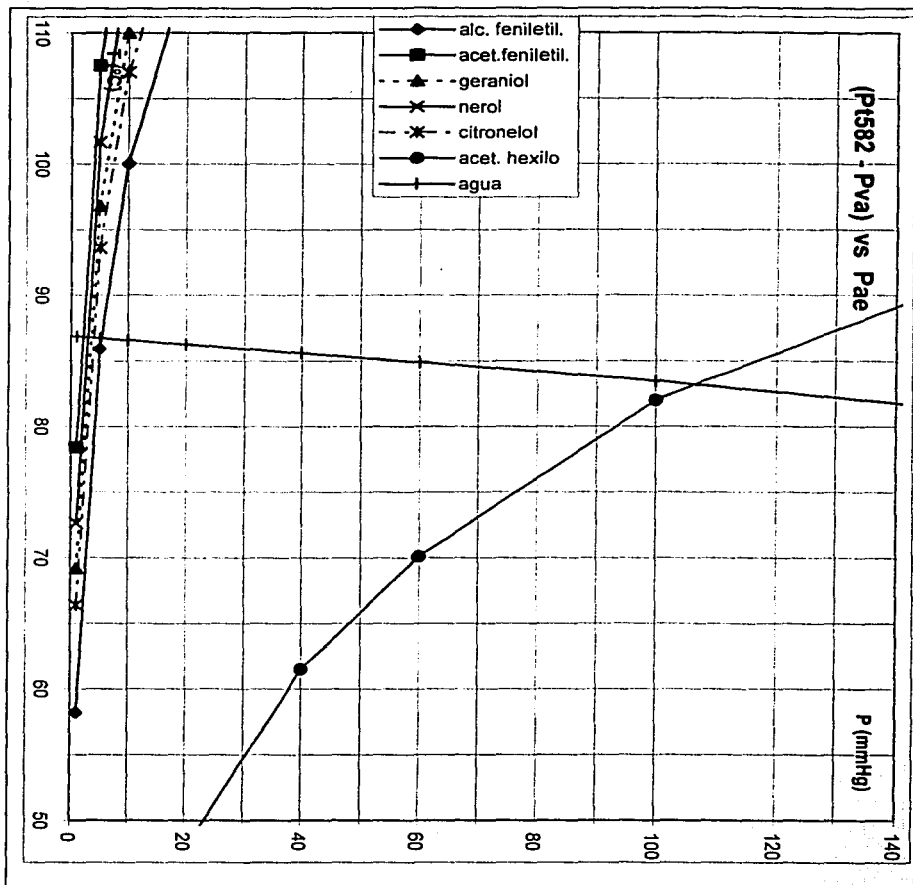
ANEXO III EL APRENDIZAJE Y LA CLASIFICACION DE LAS MATERIAS PRIMAS

Llegar a conocer las materias primas no es una cuestión de entrar la nariz o los receptores olfativos, es dudoso que estos receptores admitan ningún tipo de entrenamiento en absoluto, lo que realmente hay que entrenar son aquellos procesos del pensamiento que proporcionan el vínculo entre la percepción de un olor y la habilidad de la persona para reconocerlo y darle un nombre.

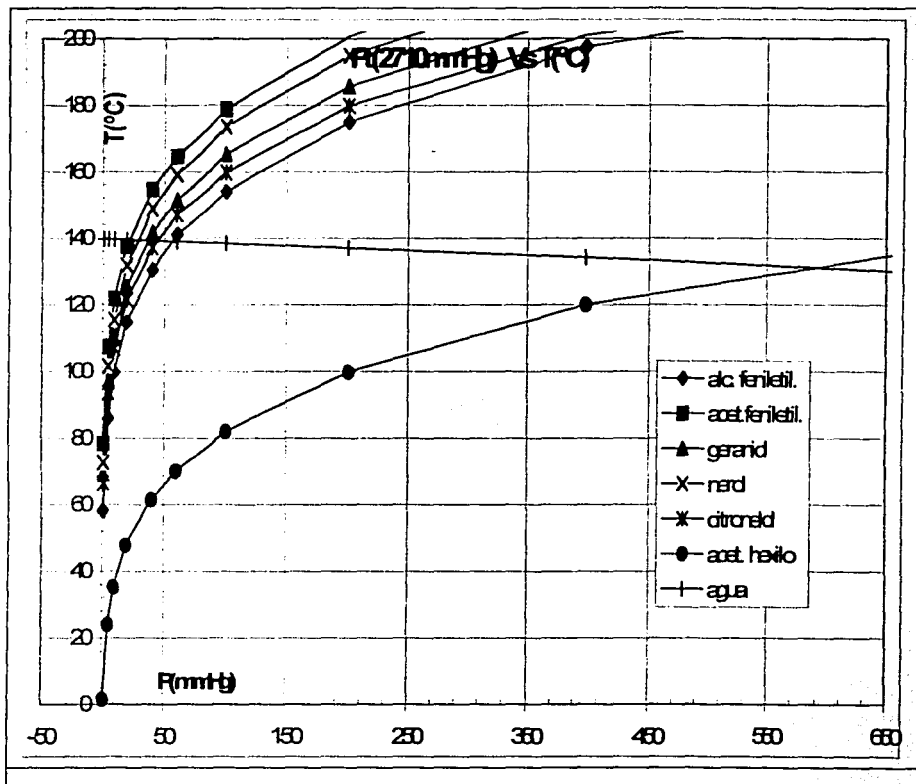
El proceso de reconocimiento de un olor empieza en el momento que éste entra en contacto con las células receptoras de la cavidad nasal. Aunque no se tenga un conocimiento completo sobre cómo responden exactamente estas células, generalmente, suele aceptarse que la entrada sensorial de un producto químico concentrado está relacionada con los diversos aspectos de su estructura molecular. Por ejemplo, todos los materiales que tienen un radical feniletílico. Sin sobrepasar ciertos límites de tamaño molecular, tiene un olor con puntos en común, lo mismo sucede con los nitrilos o los salicilatos. Los impulsos generados por la estructura de la molécula son procesados por el cerebro para producir la experiencia cognativa de que podemos oler. En el caso de mezclas complicadas, como las que son propias de los productos naturales por un lado y de los perfumes por otro, la cantidad de información entrante que necesita ser procesada es bastante elevada. Se cree que la integración inicial de los impulsos olfatorios y su reconocimiento cognitivo se realiza en el hemisferio derecho del cerebro, mientras que el reconocimiento de sus nombres depende de la actividad subsiguiente del hemisferio izquierdo. Podría explicarse así la existencia del frustrante síndrome de lo tengo en la punta de la lengua esto lo conozco, pero no puedo darle un nombre.

La recomendación que hace PAUL JELLINEK acerca de nunca oler una sustancia sin partir de una sustitución de concentración plena es especialmente oportuna en este caso, ya que llegar a conocer un olor es un proceso muy exigente desde el punto de vista mental. Con la práctica, las conexiones entre percepción, las conexiones entre percepción, reconocimiento y designación se aceleran asta el punto de que un material conocido puede ser identificado de forma casi instantánea. Aun así, es interesante mencionar que en ciertas ocasiones incluso el perfumista más experimentado puede necesitar hacer un considerable esfuerzo mental para ser capaz de nombrar objetos perfectamente visibles. A veces, las mezclas complicadas pueden asumir una cierta identidad que es percibida como si de un solo producto químico se tratara. Perfumes tales como Anaïs Anaïs o Giorgio son inmediatamente reconocidos como alcohol feniletílico o benzaldehído. Así mismo, el aceite de lavanda o de geranio tiene también una identidad única y fácilmente reconocible. De hecho, según nuestra experiencia, los estudiantes suelen reconocer con más facilidad estas mezclas complicadas que los propios materiales químicos por separado.

ANEXO IV. La gráfica muestra las presiones de vapor de algunos compuestos aromáticos, contra la presión atmosférica menos la presión de vapor de agua. La intersección de esta última curva contra las presiones de vapor de los aromáticos indican el punto teórico de ebullición al que destilarían.



ANEXO V. La gráfica muestra las presiones de vapor de algunos compuestos aromáticos, contra la presión 2710 mm Hg menos la presión de vapor de agua. La intersección de esta última curva contra las presiones de vapor de los aromáticos indican el punto teórico de ebullición al que destilarían.



Anexo VI Cálculos de la concentración para el método de Scoot y el Índice de Oxidación Global

a) Método de Scoot.

- Cálculo de la concentración del titulante bromato/bromuro.

Reacciones:



- Molaridad del titulante:

$$(I) \quad 0.842\text{g de KBrO}_3 * \frac{(1 \text{ mol KBrO}_3)}{(167.008\text{g KBrO}_3)} * \frac{(3\text{molBr}_2)}{(1 \text{ mol KBrO}_3)} * \frac{(1)}{(1 \text{ litro})} = 0.01512 \text{ M de Br}_2$$



- Moles de Br₂ que reaccionan:

$$(II) \quad A \text{ ml} * \frac{(1 \text{ litro})}{(1000 \text{ ml})} * \frac{(0.01512\text{molBr}_2)}{(1 \text{ litro})} * = X \text{ moles de Br}_2$$

De acuerdo a la reacción 2), tenemos que el numero de moles de Br₂ da es el mismo número de enlaces dobles entre carbonos. Como ya tenemos los moles de enlaces dobles, y conocemos el volumen en que se encuentra esta concentración, el cual es el volumen de muestra, aplicando la definición de molaridad en la ecuación (II) y simplificando nos da la siguiente ecuación:

$$(III) \quad \frac{A - B \text{ ml titulante}}{C \text{ ml muestra}} * \frac{(0.01512\text{molBr}_2)}{(1 \text{ litro})} = Z \text{ molaridad de enlaces dobles}$$

Donde:

A: Mililitros totales gastados de titulante

- B: Mililitros gastados de titulante en el blanco de titulación
 C: Mililitros de la muestra a titular
 Z: Moles en un litro de solución de agua de rosas.

b) Índice de Oxidación Global.

Como podemos tener posibles interferencias (ver sección 5.G.3), tomaremos una base de cálculo para poder hacer una comparación por lo que haremos unas simplificaciones, basandonos sobre el método de cálculo de Scoot.

- Molaridad del titulante:

$$(I) \quad 0.842 \text{ g de KBrO}_3 * \frac{(1 \text{ mol KBrO}_3)}{(167.008 \text{ g KBrO}_3)} * \frac{(1)}{(1 \text{ litro})} = 0.00504 \text{ M de KBrO}_3$$

$$(II) \quad \frac{A - B \text{ ml titulante}}{C \text{ ml muestra}} * \frac{0.00504 \text{ M de KBrO}_3}{(1 \text{ litro})} * 1000 = Y \text{ (Índice de Oxidación Global)}$$

Donde:

- A: Mililitros totales gastados de titulante
 B: Mililitros gastados de titulante en el blanco de titulación
 C: Mililitros de la muestra a titular
 Y: Índice de Oxidación Global.