

**AISLAMIENTO A ESCALA PILOTO DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS
DEL ACEITE ESENCIAL DE *Lippia alba* MEDIANTE DESTILACIÓN
FRACCIONADA CON COLUMNA ROTATORIA**

EVER JAMES ORTIZ OROZCO

ZAID RINCÓN VIDES

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS**

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BUCARAMANGA

2011

**AISLAMIENTO A ESCALA PILOTO DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS
DEL ACEITE ESENCIAL DE *Lippia alba* MEDIANTE DESTILACIÓN
FRACCIONADA CON COLUMNA ROTATORIA**

EVER JAMES ORTIZ OROZCO

ZAID RINCÓN VIDES

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico

Director

Dr. JAIRO RENÉ MARTÍNEZ

Codirectora

Dra. ELENA STASHENKO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BUCARAMANGA

2011

*Dicen que la mayor herencia en la vida, es nuestra educación, eso es porque es intangible y nadie nos la puede arrebatar, pero para poder
heredarla, debemos superar muchas pruebas y obstáculos que van apareciendo en un largo camino, dicho camino se complica cuando lo intentas cruzar solo, pues te puedes desviar y en el peor de los casos,
nunca encontrar el final.*

Dedicado a...

Dios, quien me dio la fortaleza para afrontar los malos momentos, sabiduría para tomar buenas decisiones y no desviarme del camino, y porque nunca me ha desamparado.

Mis padres, Jorge y Emilse, por brindarme su apoyo, confianza y esfuerzo para que cumpliera mi sueño y obtener mi mayor herencia.

Mi hermano, Deimer, que apenas empieza a realizar su sueño y obtener su mayor herencia.

Mis abuelos, abuelas, tíos, tías, primos, primas, la señora Floralba Garrido y su hija Luisa Rueda que siempre se han interesado en mi bienestar.

Mis amigos de siempre, Zaid Rincón, Walter Marín, Lady Álvarez, Hillary Diosa y demás, por su sincera amistad, siempre creyeron en que esto fuera posible e hicieron de ésta, una experiencia inolvidable.

Ever James Ortiz Orozco

*Sólo una vez toca la oportunidad a tu puerta.
Sorprendentes encuentros he tenido en el transcurso de mi vida.
Los hay muy amenos y los hay muy extraordinarios.
Cuando acuden a mi memoria llego a pensar si es solo un sueño.
Nunca dejes de soñar porque ello mantendrá la puerta abierta.*

*Dedicado a la memoria de Hugo Enrique Barba quien fue la primera
persona que me impulso a dar este gran paso y creyó en mí hasta el
final Q.E.P.D.*

*A mis padres, mi hermana y mis abuelos quienes siempre estuvieron a
mi lado cuando los necesite y que ahora se sienten muy orgullosos de mi
logro.*

*También quiero agradecer a Sandalio Duran quien me dio la gran
oportunidad de comenzar este proceso que hoy se culmina y que espero
sea de orgullo para él.*

*Agradezco enteramente a mis compañeros Ever Ortiz, Walter Marín y
Lady Álvarez quienes me extendieron su mano y me enseñaron a ser
persona antes de ser profesional.*

Zaid Rincón Vides

AGRADECIMIENTOS

A **Dios**, por darnos fortaleza, dedicación y permitir formarnos en este largo trayecto, primero como personas y luego como profesionales.

A **Nuestros Padres**, por la educación impartida, esfuerzo y apoyo incondicional que hoy nos llevan culminar una etapa más en nuestras vidas.

A nuestros amigos **Leidy Álvarez, Walter Marín, Harold Gil, Vladimir Suarez, Diego Peña, Leidy Trespacios, Ximena Higuera, Paola Hernández y demás**, que nos acompañaron durante la formación como ingenieros creyendo y apoyándonos en todo momento e hicieron de ésta una experiencia llena de momentos de alegrías y tristezas que perdurarán para siempre.

A los doctores **Jairo René Martínez y Elena Stashenko**, por la orientación y disposición que siempre tuvieron con nosotros, permitiéndonos hacer parte de este excelente grupo de investigación.

A los estudiantes de maestría **Andrea Agudelo, Néstor Marín, Mónica Cala, Carlos Ruiz y Gina Arias**, quienes contribuyeron con parte de su amplio conocimiento y trabajo en el desarrollo de este proyecto.

Al grupo de administrativos **Gustavo Avellaneda, Paola Pedraza, Martín Fajardo “el churco” y Camilo Durán**, que siempre estuvieron disponibles en todo momento a pesar de sus ocupaciones laborales.

A nuestros **Compañeros de Pregrado**, quienes nos acompañaron en este largo camino y que junto a ellos vivimos buenos momentos que quedaran plasmados en nuestras memorias.

Al **Ministerio De Agricultura y Desarrollo Rural y COLCIENCIAS**, por la financiación otorgada al CENIVAM, necesaria para la realización de este proyecto.

CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	18
2. MARCO TEÓRICO	20
2.1 <i>Lippia alba</i>	20
2.1.1 Usos de la <i>L. alba</i>	21
2.1.2 Composición química del AE de <i>L. alba</i> quimiotipo carvona.	21
2.1.3 Componentes mayoritarios del AE de <i>L. alba</i>	21
2.2 Aislamiento de los componentes (Rectificación).	23
2.2.1 Destilación.	23
2.2.2 Destilación a presión reducida.	23
2.2.3 <i>Spinning band distillation</i>	24
2.2.4 Ecuación de Antoine	25
2.3 Cienciometría	26
3. METODOLOGÍA	28
3.1 Descripción del proceso	28
3.1.1 Elección de parámetros y condiciones de operación.	29
3.1.2 Destilación y recolección de fracciones.	30
3.2 Análisis cromatográfico	31
3.2.1 Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas	31
3.2.2 Cromatografía de gases con detector de ionización en llama	32
3.3 Balance de masa	34
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	34
4.1 Destilación	34
4.2 Análisis Cromatográfico	35
4.3 Balances de masa	40
4.4 Costos	41
5. CONCLUSIONES	42
6. RECOMENDACIONES	43
7. BIBLIOGRAFÍA	44
8. ANEXOS	47

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. <i>Lippia alba</i> (Mill.) N.E. Brown	20
Figura 2. Estructura del limoneno	21
Figura 3. Estructuras enantioméricas de la carvona.	22
Figura 4. <i>Spinning band distillation</i>	25
Figura 5. <i>B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation</i>	28
Figura 6. B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System	29
Figura 7. Cromatograma típico AE <i>L. alba</i> crudo	37
Figura 8. Cromatograma fracción rica en limoneno (FL)	37
Figura 9. Cromatograma fracción rica en carvona.	37
Figura 10. Cromatograma residuo	38
Figura 11. Curva de calibración del limoneno	38
Figura 12. Curva de calibración de la carvona	39
Figura 13. (SCOPUS): Relación: Autores – Número de publicaciones	51
Figura 14. (SCOPUS): Relación de Años – Número de publicaciones	52
Figura 15. (SCOPUS): Relación: Áreas de investigación – Número de publicaciones	53
Figura 16. (SCOPUS): Relación: Revista – Número de publicaciones	55
Figura 17. (SCOPUS): Relación: Autores – Número de publicaciones	56

Figura 18.	(<i>SCOPUS</i>): Relación de Años – Número de publicaciones	57
Figura 19.	(<i>SCOPUS</i>): Relación: Revista – Número de publicaciones	59
Figura 20.	(<i>SCOPUS</i>): Relación: Áreas de investigación – Número de publicaciones	60
Figura 21.	Botón encendido equipo	61
Figura 22.	Panel de mando equipo B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System	62
Figura 23.	Válvula de despresurización	70
Figura 24.	Trampa de vacío con refrigerante	70
Figura 25.	Agua condensada en el sistema de refrigeración	71
Figura 26.	Pinza metálica	71
Figura 27.	Sistema de recolección alineado.	72
Figura 28.	Base de corcho para poner balón	72
Figura 29.	Válvula de toma de aire de la bomba	73
Figura 30.	Electro válvula	74
Figura 31.	Tornillo que asegura la <i>spinning band</i>	74
Figura 32.	Sensor de temperatura alejado del fondo	76

LISTA DE TABLAS.

	Pág.
Tabla 1. Resumen análisis cienciométrico	27
Tabla 2. Condiciones de obtención de limoneno al 98% carvona al 86% de pureza.	35
Tabla 3. Componentes típicos del AE de <i>L. alba</i> y fracciones deseadas.	36
Tabla 4. Concentración del limoneno en las fracciones	39
Tabla 5. Concentración de la carvona en las fracciones	40
Tabla 6. Balance de masa	40
Tabla 7. Resumen de costos.	41
Tabla 8. P en (mmHg) a diferentes T en (°C) para limoneno y carvona	47
Tabla 9. Parámetros de la ecuación de Antoine extendida	48
Tabla 10. (WEB OF SCIENCE): Relación: Autores – Número de ubicaciones	51
Tabla 11. (WEB OF SCIENCE): Relación de Años – Número de publicaciones	52
Tabla 12. (WEB OF SCIENCE): Relación: Áreas de investigación – Número de publicaciones	54
Tabla 13. (WEB OF SCIENCE): Relación: Revista – Número de publicaciones	55
Tabla 14. (WEB OF SCIENCE): Relación: Autores – Número de publicaciones	56
Tabla 15. (WEB OF SCIENCE): Relación de Años – Número de publicaciones	58
Tabla 16. (WEB OF SCIENCE): Relación: Revista – Número de publicaciones	59
Tabla 17. (WEB OF SCIENCE): Relación: Áreas de investigación –	60

Número de publicaciones

Tabla 18.	Códigos, nombre y descripción de pruebas diagnósticos usados frecuentemente.	77
Tabla 19.	Resultados prueba 3 a escala laboratorio.	84
Tabla 20.	Resultados prueba 4 a escala laboratorio.	84
Tabla 21.	Resultados prueba 5 a escala laboratorio.	85
Tabla 22.	Balance de masa prueba 5.	85
Tabla 23.	Resultados prueba 6 a escala laboratorio.	86
Tabla 24.	Balance de masa prueba 6.	86
Tabla 25.	Resultados prueba 7 a escala laboratorio.	86
Tabla 26.	Balance de masa prueba 7.	87
Tabla 27.	Resultados prueba 4 a escala piloto.	87
Tabla 28.	Balance de masa prueba 4 a escala piloto.	88
Tabla 29.	Resultados prueba 6 a escala piloto (redestilación).	88
Tabla 30.	Balance de masa prueba 6 a escala piloto.	89
Tabla 31.	Resultados prueba 7 a escala piloto.	89
Tabla 32.	Balance de masa prueba 7 a escala piloto.	90
Tabla 33.	Costos unitarios	91
Tabla 34.	Cantidades consumo y producción.	91
Tabla 35.	Valor inversión.	91
Tabla 36.	Costos de operación	92
Tabla 37.	Costos totales	92

LISTA DE ANEXOS.

	Pág.
ANEXO A: Parámetros y ecuación de Antoine extendida.	47
ANEXO B: Análisis cienciométrico.	49
ANEXO C: Manual de procedimiento.	61
ANEXO D: Características equipos.	79
ANEXO E Resultados más relevantes	84
ANEXO F Análisis de costos	91

RESUMEN

TITULO: AISLAMIENTO A ESCALA PILOTO DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS DEL ACEITE ESENCIAL DE *Lippia alba* MEDIANTE DESTILACIÓN FRACCIONADA CON COLUMNA ROTATORIA*

AUTORES: Ever James Ortiz Orozco, Zaid Rincón Vides**

Palabras claves: aceite de *Lippia alba*, limoneno, carvona, destilación fraccionada, columna rotatoria, presión reducida.

El aislamiento de los compuestos orgánicos de interés comercial que componen los aceites esenciales (AE), se constituye en una herramienta que aumenta el valor de estos productos. La *Lippia alba* quimiotipo carvona es una planta aromática cuyo AE posee un alto contenido de limoneno y carvona, compuestos que son empleados en la industria como aromatizantes, saborizantes, disolventes y que poseen aplicaciones en la industria farmacéutica.

El objetivo del proyecto fue aislar los componentes mayoritarios (CM) del AE de *L. alba* (limoneno y carvona) a escala piloto con una concentración superior a la que se encontraban en el AE además de la elaboración de un manual de procedimiento para el aislamiento de forma que se logre estandarizar el proceso.

La metodología más empleada para lograr el aislamiento de los componentes del AE se basa en las diferencias entre sus presiones de vapor, o sus temperaturas de ebullición, por ello la separación de los CM se realizó mediante destilación fraccionada con columna rotatoria a presión reducida para evitar la descomposición térmica de estos compuestos; Se buscaron las condiciones de reflujo, presión, rangos de temperatura y tiempos de recolección, que permitieran lograr la separación deseada. La composición de las fracciones se determinó por cromatografía de gases con detectores de ionización en llama o selectivo de masas. Se logró aislar los CM del AE limoneno al 97,78% y carvona al 86,43% de pureza.

*Proyecto de grado.

**Facultad de Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Jairo René Martínez.
Codirectora: Elena E. Stashenko.

ABSTRACT

TITTLE: PILOT SCALE ISOLATION OF MAJOR COMPONENTS OF *Lippia alba* ESSENTIAL OIL PERFORMED BY ROTATING COLUMN FRACTIONAL DISTILLATION*

AUTHORS: Ever James Ortiz Orozco, Zaid Rincon Vides**

Keywords: Lippia alba oil, limonene, carvone, reduced pressure fractional distillation, rotating column

The isolation of organic compounds of commercial interest that make up the essential oils (EO) constitutes a tool to increase revenue in this agro-business. The carvone chemotype of *Lippia alba* is an aromatic plant whose EO has a high content of limonene and carvone, compounds which are employed as flavoring agents, solvents, and which have applications in the pharmaceutical industry.

The project's objective was to isolate the major components (MC) of the *L. alba* EO (limonene and carvone) on a pilot basis with a higher concentration than in the EO. A manual for this procedure was written, to help standardize the process.

The methodology used for EO component isolation is based on the differences in their vapor pressures or boiling points. The MC separation was performed by rotating column fractional distillation under reduced pressure to avoid thermal decomposition of these compounds. We established reflux conditions, pressure, temperature ranges and collection times, which would achieve the desired separation. The composition of the fractions was determined by gas chromatography with flame ionization or mass selective detection. Limonene and carvone were isolated with 97.78% and 86.43% purity, respectively.

*Undergraduate thesis.

**Physicochemical faculty. Chemical Engineering School. Director: Jairo René Martínez.
Codirector: Elena E. Stashenko.

1. INTRODUCCIÓN

Colombia es el segundo país con mayor biodiversidad del mundo (41000 especies de plantas) [1], y cuenta con un gran número de especies vegetales aromáticas, cuyo aprovechamiento aún no se ha vislumbrado en proyectos de desarrollo sostenible. Entre las plantas aromáticas que se encuentran propagadas en Colombia, está la *Lippia alba* Mill. N.E. Brown (*L. alba*) quimiotipo carvona, a partir de la cual se obtiene un aceite esencial (AE) rico en limoneno y carvona, su composición puede variar de acuerdo con las condiciones agroecológicas en las que fue cultivada la planta. La carvona es usada como inhibidor en la germinación de algunos tubérculos, como agente antimicrobiano y repelente contra insectos, en la síntesis de medicamentos y como indicador bioquímico, entre otros [2]. El limoneno es usado como disolvente de resinas, pigmentos y pinturas, como aromatizante y saborizante, en la fabricación de dulces y bebidas y como insecticida, entre otras aplicaciones [3].

La gran importancia del limoneno y la carvona se debe a su amplio aprovechamiento a nivel industrial [4]. Algunos científicos han logrado producirlos de manera sintética a partir de otras sustancias. Sin embargo, esto requiere el empleo de sustancias que a largo plazo pueden ser perjudiciales para la salud humana, razón por la cual muchos consumidores han optado por usar insumos que sean de origen natural y cuya extracción sea completamente limpia sin rastros de solventes y ningún tipo de sustancias perjudiciales para la salud. La extracción de estos componentes por métodos amigables con el medio ambiente como la destilación fraccionada, es una excelente alternativa, ya que contribuye al desarrollo rural, debido a que actualmente en el país no se producen estas sustancias.

El Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural (MADR) mediante el programa de Cadenas Productivas financia grupos de investigación [5] como CIBIMOL que aportan el conocimiento científico necesario en pro del desarrollo sostenible

aprovechando de manera responsable la gran abundancia de recursos naturales en Colombia. Una de las alternativas es la rectificación del AE de *L. alba* obtenido a partir de plantas cultivadas en el municipio de Socorro (Santander). Un objetivo es obtener del AE mediante técnicas de extracción limpias, limoneno y carvona en una concentración mayor de la que poseen en el AE. Este proyecto es pionero en Colombia en materia de investigación en la separación de limoneno y carvona a partir de dicho AE. Con este propósito se decidió realizar la separación de estas 2 sustancias por destilación fraccionada a presión reducida, y se elaboró un manual de procedimiento donde se describió paso a paso la metodología a seguir para separar dichos componentes.

Para este trabajo se usó un equipo de destilación fraccionada a presión reducida que opera por lotes fabricado por la empresa BR Instrument y cuyo principio operacional es la destilación con columna rotatoria, *spinning band distillation*. Para predecir las temperaturas de ebullición de las sustancias a separar a presión reducida, se usó la ecuación de Antoine extendida y se realizó una serie de experimentos para establecer las condiciones de temperatura, presión y reflujo a las cuales se logra la mejor separación de los componentes. La composición química de los AE y las fracciones se estableció utilizando cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS); la cuantificación de los componentes mayoritarios se realizó usando cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC-FID) [6]. Los resultados parciales de este proyecto fueron expuestos en el marco del XXIX Congreso Latinoamericano de Química, llevado a cabo del 27 de septiembre al 1 de octubre de 2010, en la ciudad de Cartagena de Indias, Colombia.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 *Lippia alba*

La *L. alba* (**Figura 1**) es una planta que pertenece a la familia *Verbenaceae*, género *Lippia* y la especie: *alba*, entre los nombres más comunes encontramos Prontoalivio (Colombia), Erva Cidreira (Brasil), Juanilama (Costa Rica) y Salvia Morada (Argentina). Es un arbusto aromático que mide entre 1 y 1,5 m de altura. Sus hojas usualmente opuestas de 2-7 cm de largo, alargadas, alargadas – ovaladas, flores en espigas, con corola lila pálido, púrpura o blanco púrpura [7].



Figura 1. *Lippia alba* Mill. N.E. Brown

Se encuentra en regiones con clima cálido húmedo, cálido seco y templado a una altura de hasta 1800 msnm [8]. Se desarrolla en regiones con temperaturas hasta de 32°C, con alta intensidad lumínica [9] en Latinoamérica, desde México hasta Argentina.

La composición química del aceite esencial depende sensiblemente del origen geográfico de la planta, las condiciones de cultivo, edad y parte de la planta que se emplea para la extracción así como de la técnica que se utiliza [10]. La familia Verbenácea posee gran capacidad de adaptación que se ve reflejada en la gran cantidad de variaciones fitoquímicas, en particular en la especie *L. alba*, que posee 7 quimiotipos, o plantas de la misma especie, con características

morfológicas idénticas, que sólo se diferencian en la composición química de su AE [11]. El quimiotipo carvona, de interés en este trabajo, contiene limoneno y carvona, el cual en Colombia es el más común para *Lippia alba*

2.1.1 Usos de la *L. alba*.

Tiene una gran aplicación farmacológica como agente antimicrobiano, antiviral, citoestático y anticonvulsionante, reforzando los usos tradicionales como analgésico-antiinflamatorio-antipirético y sedante [12]

2.1.2 Composición química del AE de *L. alba* quimiotipo carvona.

El aceite esencial de *L. alba* es una mezcla de componentes volátiles producto del metabolismo secundario de las plantas siendo los compuestos mayoritarios de este el limoneno c.a. 40% y la carvona c.a. 35% [13].

2.1.3 Componentes mayoritarios del AE de *L. alba*

2.1.3.1 Limoneno.

Monoterpeno cíclico con dos enlaces dobles $C_{10}H_{16}$ (**Figura 2.**). Es uno de los terpenos más ampliamente distribuido, que se encuentra en muchos aceites volátiles, en algunos como componente mayoritario, especialmente en los aceites cítricos; les da el olor característico y no tiene color. Esta sustancia se oxida fácilmente en presencia de luz [14].

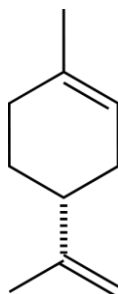


Figura 2. Estructura del limoneno

En los últimos años el limoneno ha adquirido una singular importancia debido a

su demanda como disolvente biodegradable, o como compuesto de partida en la síntesis de nuevas sustancias. También es utilizado por las industrias farmacéuticas y alimentarias como componente aromático y saborizante [15].

2.1.3.2 Carvona.

Monoterpeno oxigenado $C_{10}H_{14}O$ (**Figura 3**), que puede encontrarse en los aceites esenciales de diversas plantas, principalmente en la alcaravea (*Carum-carvi*) y en la conocida menta verde (*Mentha spicata*). La carvona puede presentarse en sus dos formas enantioméricas.

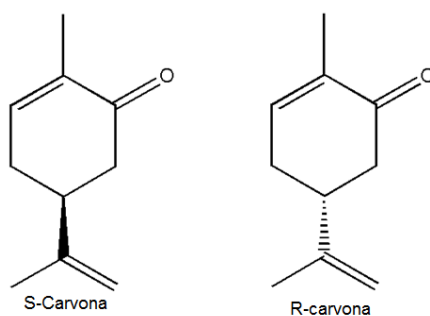


Figura 3. Estructuras enantioméricas de la carvona.

La R-carvona tiene el olor dulce característico de la menta, mientras que la S-carvona tiene un olor característico, similar al anís y al hinojo. Los usos que han sido reportados para el enantiómero R-carvona se han clasificado en categorías según su área de aplicación. Este enantiómero ha presentado actividad antimicrobiana, siendo efectivo contra una amplia gama de hongos y de bacterias patógenos humanos. En el campo medicinal, la S-carvona, que se encuentra presente en el AE de *L. alba*, fue clasificada como un agente potencial preventivo, ya que su actividad anticarcinogénica está relacionada con su capacidad para inducir un aumento en la actividad de enzimas detoxificantes [2].

2.2 Aislamiento de los componentes (Rectificación).

Una mezcla está definida como la combinación de dos o más sustancias en proporciones variables cuyos componentes conservan sus propiedades originales. Las mezclas pueden ser entre dos líquidos, dos sólidos o entre un líquido y un sólido [16]. Debido a que los AE son mezclas líquidas homogéneas de muchos componentes, se debe pensar en un método para separar dichos componentes con una alta pureza que sea económico y amigable con el medio ambiente, como lo es la destilación.

2.2.1 Destilación.

La destilación es un método físico de separación, que consiste en la vaporización de una fracción definida del líquido, en una forma tal que el vapor que se forma está en equilibrio con el líquido residual. Posteriormente se separa el vapor del líquido, y finalmente se condensa el vapor [17].

2.2.2 Destilación a presión reducida.

Se usa para destilar sustancias a temperaturas por debajo de su punto normal de ebullición. Muchas sustancias no pueden purificarse por destilación a la presión ordinaria porque se genera una descomposición o polimerización en temperaturas cercanas a su punto de ebullición normal. En otros casos la destilación requiere inmensas inversiones y gran cantidad de energía. En consecuencia se emplea el método de destilación a presión reducida en el cual generalmente se utilizan columnas empacadas, pero también existen otros tipos de columna como lo son: las de platos y las de banda rotatoria [18].

En este trabajo, el aislamiento de los componentes mayoritarios presentes en el AE, se realizó mediante destilación fraccionada y se trabajó con un equipo de destilación fraccionada por lotes a presión reducida, cuyo principio operacional es la destilación con columna rotatoria, “*spinning band distillation*” [19].

2.2.3 *Spinning band distillation*

Es un tipo específico de columna de destilación con una banda de material inerte llamada *Spinning Band* que gira a lo largo del interior de la columna. Generalmente las bandas incorporadas en este tipo de columna tienen forma espiral (**Figura 4**) y al rotar generan un leve contacto con las paredes. La forma espiral da a la banda una apariencia de elongaciones helicoidales que producen una fuerza axial cuando ésta gira a altas revoluciones. Esto permite que el reflujo descienda por las paredes de la columna rápida y uniformemente, de manera que se previene la inundación cuando la columna se opera con un flujo de vapor elevado [20].

Las principales características de esta técnica son:

- **Alta pureza.** Los 50 platos teóricos de la columna permiten obtener destilados con alta pureza. En sabores, fragancias, productos naturales y aceites esenciales, incluso un pequeño aumento en la pureza, se puede traducir en un gran incremento en el valor económico.
- **Bajo “Hold up”.** En la columna *spinning band distillation* se quedan menos de 1,5 mililitros después que la destilación se ha completado. Esto quiere decir que se pierde muy poca cantidad de material valioso en el proceso de purificación.
- **Baja caída de presión.** La caída de presión desde la parte superior hasta el fondo, es muy baja, comparada con una torre empacada. Esto puede resultar ventajoso cuando se trabaja con sustancias muy sensibles a cambios bruscos de temperatura o presión.
- **Automatización.** El proceso puede ser totalmente automático; una vez que los parámetros deseados están programados, la columna puede operar sin intervención del operador [20].

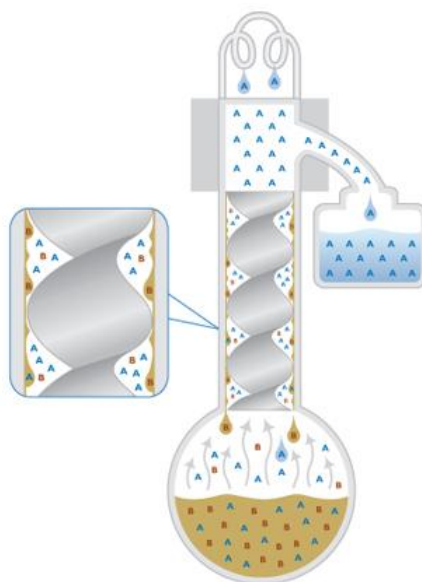


Figura 4. *Spinning band distillation* (Tomado de www.brinstrument.com)

2.2.3.1 *Spinning Band*

Hay dos tipos principales de *spinning band*, de teflón y de metal. La de teflón es la más común y tiene un máximo de 50 platos teóricos a presión atmosférica. Son adecuadas para destilaciones que lleguen hasta los 225 °C; el teflón no es adecuado para temperaturas superiores a esta, ya que se vuelve suave y debido a la fuerza ejercida por los giros se puede partir.

En situaciones donde la temperatura de ebullición esté por arriba de los 225 °C se puede usar una *Spinning band* de metal; el metal más común usado para hacer *spinning bands* es el Monel. Éste es un acero inoxidable con un alto contenido de molibdeno que le confiere una alta resistencia a la corrosión que puedan causar las sustancias con las que se trabaja [20].

2.2.4 Ecuación de Antoine

La ecuación de Antoine es una ecuación empírica que permite interpolar datos experimentales de presión de vapor como función de la temperatura para una sustancia pura. Dicho en otras palabras, es una relación matemática que permite

conocer el punto de ebullición de un líquido puro a diferentes presiones. De esta ecuación se conocen 2 versiones, la **Ecuación 1**, es la ecuación de Antoine estándar, y la **Ecuación 2**, es la ecuación de Antoine extendida [21]

$$\ln(p_i^*) = A + \frac{B}{T+C} \quad (\text{Ecuación 1})$$

$$\ln(p_i^*) = C_{1,i} + \frac{C_{2,i}}{T+C_{3,i}} + C_{4,i}T + C_{5,i} \ln(T) + C_{6,i}T^{C_{7,i}} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Donde A, B, C, $C_{1,i}$, $C_{2,i}$, $C_{3,i}$, $C_{4,i}$, $C_{5,i}$, $C_{6,i}$ y $C_{7,i}$ son constantes particulares de cada sustancia y T y P son la temperatura y presión del sistema respectivamente; en el **Anexo A**, se encuentran los valores de estas constantes de la **Ecuación 2** para limoneno y carvona. El mayor número de constantes de la **Ecuación 2** permite que en muchas ocasiones esa ecuación resulte válida entre el punto triple y el punto crítico de la sustancia, lo cual es todo el intervalo de temperatura en el cual la presión de vapor tiene sentido físico [21].

2.3 Cienciometría

La cienciometría estudia aspectos cuantitativos de la ciencia como disciplina o actividad económica, permitiendo realizar una revisión del estado investigativo de un tema de interés específico. Ésta emplea técnicas matemáticas y el análisis estadístico para indagar las características de la investigación científica. Además, se ha considerado como un instrumento de la sociología de la ciencia, incluyendo el análisis de factores que pueden ser determinantes para el desarrollo de la actividad científica como lo son el número de investigadores, fuentes de financiamiento y productividad [22,23]

El análisis cienciométrico para este trabajo se realizó empleando dos bases de datos reconocidas, *Scopus* y *Web of Science*. La búsqueda se efectuó el 6 de

septiembre de 2010 y se usaron 2 ecuaciones de búsqueda en cada base de datos, a saber:

1. Ecuación de búsqueda: Scopus, TITLE-ABS-KEY (lippia alba of essential oil, In: article Title, Abstract, and keywords),1960-2010
2. Ecuación de búsqueda: Scopus, TITLE-ABS-KEY (fractional distillation of essential oils, In: article Title, Abstract, and keywords),1960-2010
3. Ecuación de búsqueda: Topic:(lippia alba of essential oil),Timespan=2001-2010. Databases=SCI-EXPANDED, SSCI, A&HCI
4. Ecuación de búsqueda: Topic:("fractional distillation") AND Topic:(essential oils) Timespan=2001-2010. Databases=SCI-EXPANDED, SSCI, A&HCI.

Tabla 1: Resumen del análisis cuantitativo

Bases de datos	SCOPUS		WEB OF SCIENCE (ISI Web of Knowledge)	
Ecuaciones de búsqueda	<i>lippia alba essential oil</i> ¹	<i>fractional distillation of essential oils</i> ²	<i>lippia alba essential oil</i> ³	<i>fractional distillation of essential oils</i> ⁴
No. Total de artículos	68	31	42	7
Autores con mayor numero de publicaciones	Stashenko, E (5)	Marongiu, B. (7)	Stashenko, E (5)	Chaouch, A (2)
	Martinez, J.R (3)	Porcedda, S. (7)	Kumar, S (4)	Farah, A (2)
	Viana, G.S.B (3)	Piras, A. (4)	Bahl, JR (2)	Satrani, B (2)
Revistas con mayor numero de publicaciones	Flavour and Fragrance Journal (8)	Flavour and Fragrance Journal (7)	Flavour and Fragrance Journal (6)	Industrial crops and products (1)
	Journal of Essential Oil Research (7)	Journal of Essential Oil Research (5)	Journal of Ethnopharmacology (5)	journal of food process engineering (1)
	Ethnopharmacology (7)	Acta Botanica Gallica (2)	communications (4)	Journal (1)
Años con mayor numero de publicaciones	2010 (7)	2008 (1)	2010 (6)	2009 (1)
	2009 (13)	2007 (3)	2009 (10)	2007 (2)
	2007 (6)	2006(3)	2006 (5)	2006 (2)
Areas de mayor investigacion	agricultura y ciencias biológicas (32)	agricultura y ciencias biológicas (22)	tecnología y ciencia en alimentos (15)	tecnología y ciencia en alimentos (3)
	farmacología, toxicología y farmaceutica (28)	química (21)	Química (11)	Ciencias de las plantas (2)
	química (21)	ingeniería química(3)	Medicina (10)	Agricultura (1)

Los resultados completos del análisis cuantitativo se encuentran en el **Anexo B**.

3. METODOLOGÍA

El desarrollo de la parte experimental inició en la torre de destilación por lotes *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation* a escala de laboratorio (equipo A) (**Figura 5**) donde se hallaron las condiciones de presión (P) de operación a la cual se obtuvo la mejor separación; las temperaturas de ebullición del limoneno y la carvona se predijeron usando la **Ecuación 2**.



Figura 5. *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation*

3.1 Descripción del proceso

Se aumentó la temperatura de fondos (T1) lentamente (aproximadamente 3 °C cada 10 minutos) a una P constante (diferente para cada compuesto), encendiendo la *spinning band* al observar las primeras gotas de destilado; se esperó a que la temperatura de topes (T2) aumentara hasta su valor constante, que era el punto de ebullición de la sustancia; seguido a ello se abrió la válvula de reflujo (VR) para recoger la fracción (Fi); luego de un tiempo T2 disminuyó hasta un valor cercano al inicial y se cerró VR.

Luego de haber establecido las condiciones de P de operación adecuadas se iniciaron pruebas en la torre a escala piloto *B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System* (equipo B) (**Figura 6**), cuyo principio operacional es igual al

equipo a escala laboratorio y maneja la misma proporción en las dimensiones. Se siguió la misma metodología descrita anteriormente. Los parámetros y la programación de los métodos usados en el Equipo B encuentran descritos en el manual de procedimiento contenido en el **Anexo C**.



Figura 6. B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System

Las especificaciones completas de los equipos se encuentran en el **Anexo D**.

3.1.1 Elección de parámetros y condiciones de operación.

Se tuvieron en cuenta los siguientes parámetros:

- **Masa de AE:** La masa de AE (M) se mantuvo constante durante el desarrollo de las pruebas en equipo A y fue de 17 ± 0.4 g. Por otro lado en el equipo B fue de 970 ± 5 g.
- **Presión del sistema:** Durante las pruebas en el equipo A, se evaluaron diferentes presiones, 4, 5, 6, 10 y 12 mmHg, con el fin de encontrar la mejor separación entre los componentes.
- **Temperatura máxima de calentamiento:** Con el calentamiento los componentes de los AE pueden sufrir cambios en sus propiedades fisicoquímicas, y son sensibles a sufrir descomposición térmica. Se estableció una temperatura máxima de 130°C debido a que es de suma

importancia seguir conservando todas las propiedades de los componentes después de haberlos separado.

- **Tiempo en equilibrio:** Se llamó tiempo en equilibrio (t) al tiempo que se esperaba luego de haberse formado la primera gota de producto en el destilado para abrir la válvula de reflujo y empezar a recoger la fracción. Para los equipos A y B se utilizaron 10 y 15 min respectivamente.
- **Reflujo:** El reflujo (RR) varió en los dos equipos; en el equipo A se controlaba mediante una válvula que se operaba de forma manual, y se estableció el mejor en 2 vueltas contadas a partir del punto cero marcado con una línea; en el equipo B funciona de manera automática, estableciéndose una relación N:1, donde N es el tiempo en segundos que tarda en abrir nuevamente la válvula por 1 segundo en ciclos repetitivos, y se establecieron en N=4 y N=5 para limoneno y carvona respectivamente.
- **Agitación:** El sistema de agitación (A) permitió eliminar gradientes de temperatura para que ésta fuera constante en todo el AE. En el Equipo A, ésta se logró con un agitador electromagnético y se mantuvo en 3 la escala del agitador. En el Equipo B, la agitación se dio adicionando perlas de ebullición directamente en el AE.

3.1.2 Destilación y recolección de fracciones.

La destilación o fraccionamiento inició con la elección del AE, todas las pruebas se realizaron con un lote distinto, con el fin de establecer condiciones que tuvieran reproducibilidad sin importar las condiciones a las que fue cultivada la planta, tiempo de recolección, tiempo de secado, entre otras variables que infieren en la composición del AE. Posteriormente se inició el fraccionamiento ajustando la presión de operación establecida después de haberse asegurado que el equipo estuviera hermético; se calentó lentamente (aproximadamente 3°C cada 10 minutos) para prevenir inundaciones en la columna; y se siguió la descripción del proceso mencionado anteriormente en la sección **3.1**.

Se recogieron 7 fracciones así: la fracción 1 rica en limoneno con aproximadamente 93% de éste y con los componentes más volátiles; la segunda (fracción de interés) rica en limoneno y con aproximadamente 98% de éste; las fracciones 3 y 4 con los remanentes de limoneno y productos intermedios; la quinta (fracción de interés) rica en carvona y con aproximadamente 87% de esta, las fracciones 6 y 7 con los remanentes de carvona y otros productos, y un residuo con los componentes menos volátiles.

3.2 Análisis cromatográfico

La identificación de los componentes en el AE y sus fracciones se realizó por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS); La cuantificación de los compuestos de interés (limoneno y carvona), se realizó por cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC-FID). Se usó una curva de calibración externa con patrones certificados de limoneno y carvona suministrados por la empresa *Aldrich Chemical Company Inc.* (Milwaukee, Wisconsin, EE.UU) [6].

3.2.1 Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas

Para este análisis se utilizó un equipo *Agilent Technologies 6890 Plus Series GC System* acoplado a un detector selectivo de masas *Agilent Technologies MSD 5973 Inert XL Mass Selective Detector* equipado con un puerto de inyección *split/splitless* (250 °C, relación de *split* 50:1), un inyector automático *Agilent Technologies 7893B Series Inyector* y un *autosampler Agilent Technologies 7863 Series*. El proceso de separación de los analitos se llevó a cabo en una columna apolar DB5-MS (*J&W Scientific, Folsom, CA, EE.UU*), con fase estacionaria entrecruzada e inmovilizada de poli(etilenglicol) de 60 m x 0,25 mm D.I. x 0,25 mm, ϕ . El gas de arrastre utilizado fue helio, con una presión de entrada en la cabeza de columna de 20,15 psi. La temperatura del horno se programó desde 45 °C (10 min) @ 10 °C/min hasta 200 °C (10 min). Los espectros de masas y corrientes iónicas reconstruidas (TIC) se obtuvieron en un cuadrupolo, por medio de barrido automático de

frecuencia (*full scan*), en el rango de masas de m/z 40-350. Los datos cromatográficos fueron adquiridos y procesados con el sistema de datos *Hewlett-Packard MSChemStation* que incluye bases de datos Wiley versión 2002, NIST versión 2005 y QuadLib2004 (Adams).

Para la identificación de los componentes bajo estudio, se usaron criterios cromatográficos como tiempos de elución e índices de retención I_R , y espectroscópicos, como comparación de espectros de masas con los de bases de datos.

El cálculo de índices de retención se realizó con la **Ecuación 3**.

$$I_R = 100n + 100 \frac{t_{RX} - t_{Rn}}{t_{RN} - t_{Rn}} \quad \text{(Ecuación 3)}$$

n =Número de átomos de carbono del hidrocarburo que eluye antes del compuesto de interés

t_{RX} = Tiempo de retención del compuesto de interés;

t_{Rn} =Tiempo de retención del hidrocarburo que eluye antes del compuesto de interés;

t_{RN} =Tiempo de retención del hidrocarburo que eluye después del compuesto de interés.

3.2.2 Cromatografía de gases con detector de ionización en llama

Para la cuantificación de limoneno y carvona en las fracciones del AE obtenidos se utilizó patrón certificado de limoneno al 97% de pureza y patrón certificado de carvona al 98% de pureza como estándar externo, y tetradecano como estándar interno, suministrados por la empresa *Sigma Aldrich Chemical Company Inc* (Milwaukee. EE.UU). El tetradecano se utilizó para encontrar la cantidad

aproximada en partes por millón de limoneno y carvona presentes en las fracciones respecto a una concentración conocida de tetradecano empleado para la relación de áreas, luego se fijó el intervalo de concentraciones para realizar la curva de calibración; el primero se usó para hacer la curva de calibración del equipo y encontrar las concentraciones corregidas de limoneno y carvona en partes por millón (ppm) para cada muestra analizada.

Para este análisis se usó un equipo *Agilent technologies 5890 plus GC System* con detector FID, equipado con un puerto de inyección *Split/splitless* (250°C, relación de Split 30:1), un inyector automático *Agilent technologies 7893* y un *Autosampler Agilent technologies 7863*. La columna de separación fue capilar apolar DB-5 (*J&W Scientific Folsom, CA EE.UU*) de 30 m x 0.24 mm, D.I x 0.25 mm, df, con fase estacionaria de 5% fenil-poli(metilsiloxano). El gas de arrastre empleado fue helio, con una presión de entrada de cabeza de la columna de 16.47 psi. La temperatura del horno se programó de 45 °C(5 min) @4 °C/min hasta 150 °C(2 min) @5 °C/min hasta 250 °C(5 min) @ 10 °C/min hasta 275 °C(15 min).

Los datos fueron adquiridos y procesados en el sistema *ChemStation HP 5890*; para los cálculos con tetradecano se usaron las **Ecuaciones 4, 5 y 6**.

$$C_{tet} = (2\mu L_{tet}/0,001L_{s/n}) * \rho_{tet} \quad \text{(Ecuación 4)}$$

$$C_{lim} = (A_{lim}/A_{tet}) * C_{tet} \quad \text{(Ecuación 5)}$$

$$C_{car} = (A_{car}/A_{tet}) * C_{tet} \quad \text{(Ecuación 6)}$$

Donde,

C_{tet} =Concentración de tetradecano en la muestra.

ρ_{tet} =Densidad del tetradecano (0,767mg/ μ L).

C_{lim} y C_{car} =Concentraciones de limoneno y carvona respectivamente.

A_{lim} y A_{car} =Áreas de los picos correspondientes al limoneno y la carvona.

A_{tet} = Área del pico correspondiente al tetradecano.

La curva de calibración externa se preparó con las siguientes concentraciones conocidas de limoneno y carvona: 1000, 5000, 10000, 14000, 18000, 22000, 26000 y 30000 ppm.

3.3 Balance de masa

Se pesó la cantidad de aceite inicial y las fracciones obtenidas. Con la **Ecuación 7** se hallaron las pérdidas (acumulación) de aceite durante el proceso.

$$M_0 = \sum M_f + M_a \quad \text{(Ecuación 7)}$$

Donde,

M_0 = Masa inicial de AE.

M_f = Masa de cada fracción

M_a = Masa acumulada durante el proceso.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 Destilación

Equipo A: Se realizaron 14 pruebas para hallar las condiciones de operación. Se concluyó que para obtener una mejor separación entre los componentes, el proceso debería hacerse a 2 presiones distintas, una para cada sustancia de interés. Para separar mejor el limoneno se trabajó a una presión de 12 mmHg, y para separar la carvona se trabajó a 6 mmHg con el fin de separar la carvona sin sobrepasar el límite de temperatura que se fijó inicialmente en 130°C.

Equipo B: Se realizaron 7 pruebas en total con las condiciones establecidas en el equipo A. El contenido inicial aproximado de limoneno y carvona en los AE usados, fue de 35% y 46% respectivamente, se logró obtener las 2 fracciones deseadas siguiendo la metodología descrita, una fracción rica en limoneno del

98% de pureza (305 g), con coloración transparente y translúcida, y una fracción rica en carvona del 86% de pureza (295 g) con una leve coloración amarilla y translúcida.

Con base en las pruebas realizadas, se observó que las condiciones de T y P a las que se da la separación son independientes de la composición inicial del AE. Las condiciones de T, P y reflujo a las que se obtuvieron ambas fracciones deseadas se presentan en la **Tabla 2**.

Tabla 2: Condiciones de obtención de limoneno al 98% y carvona al 86% de pureza.

Limoneno		Carvona	
Intervalo de T [°C]	61-67	Intervalo de T [°C]	91-95
P [mmHg]	12	P [mmHg]	6
Reflujo (RR) [N]	4	Reflujo (RR) [N]	5
Tiempo [h]	3.5	Tiempo [h]	8

4.2 Análisis Cromatográfico

A continuación se muestran los resultados del análisis cromatográfico hecho para identificar y cuantificar los componentes presentes en el AE de *L. alba*, y las fracciones de interés. En las **Figuras 7, 8, 9 y 10** se muestran, el perfil cromatográfico típico de los componentes mayoritarios del AE de *L. alba*, perfil cromatográfico de la fracción rica en limoneno, perfil cromatográfico de la fracción rica en carvona y perfil cromatográfico del residuo respectivamente. En la **Tabla 3** se registran los componentes típicos mayoritarios en el AE de *L. alba*, junto con la cantidad relativa en la fracción rica en limoneno, carvona y el residuo, de la prueba más relevante.

Los resultados más relevantes en cuanto al contenido de los compuestos de interés en las fracciones obtenidas durante el desarrollo del proyecto, se encuentran en el **Anexo E**.

Tabla 3: Componentes típicos del AE de *L. alba* y fracciones deseadas.

N° Pico	Ir	Compuesto	Cantidad relativa (%)			
			LA	FL	FC	RES
1	940	α -Pino	0,12	-	-	-
2	956	Canfeno	0,33	-	-	-
3	995	β -Mirceno	0,08	1,09	-	-
4	1039	Limoneno	39,28	97,78	-	-
5	1048	<i>E</i> - β -Ocimeno	0,12	-	-	-
6	1089	Terpinoleno	0,18	-	-	-
7	1101	Linalol	0,2	-	-	-
8	1124	<i>trans-p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol	0,28	-	-	-
9	1134	<i>cis</i> -Óxido de limoneno	0,13	-	-	-
10	1137	<i>cis-p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol	0,17	-	-	-
11	1172	Borneol	0,1	-	-	-
12	1198	<i>trans</i> -Dihidrocarvona	0,12	-	2,61	-
13	1249	Carvona	35,15	-	86,43	16
14	1255	Piperitona	1,07	-	2,29	14,6
15	1348	Piperitenona	1,2	-	-	-
16	1378	α -Copaeno	0,2	-	-	-
17	1388	β -Bourboneno + β -Elemeno	1,18	-	2,12	1,18
18	1390	β -Copaeno	1,08	-	-	-
19	1426	<i>E</i> -Cariofileno	0,4	-	-	1,57
20	1449	γ -Amorfen	0,23	-	-	-
21	1458	<i>trans</i> - β -Farneseno	0,16	-	-	1,71
22	1464	<i>allo</i> -Aromadendreno	1,06	-	-	-
23	1481	Germacreno D	0,24	-	-	-
24	1492	Biciclosesquifelandreno	14,24	-	-	34,75
25	1502	N.I.	0,52	-	-	1,34
26	1508	N.I.	0,18	-	-	1,22

*LA es el aceite original, FL es la fracción rica en limoneno, FC es la fracción rica en carvona y RES es el residuo

*Solo se identificaron en las fracciones los componentes con una cantidad relativa superior al 1%

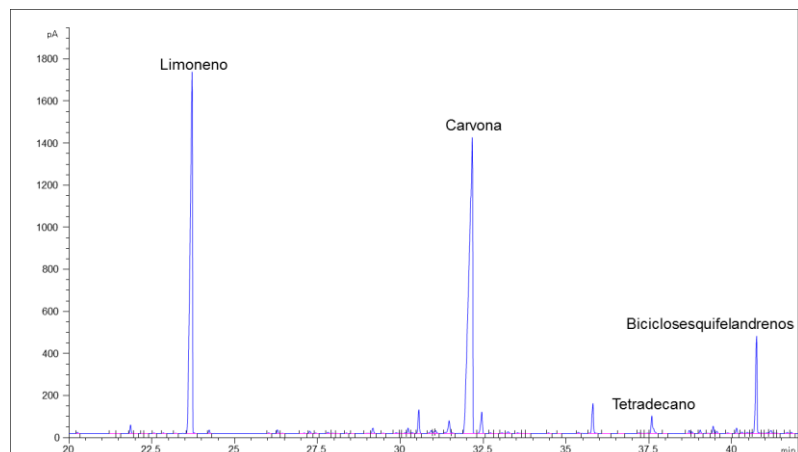


Figura 7. Cromatograma típico AE *L. alba* crudo.

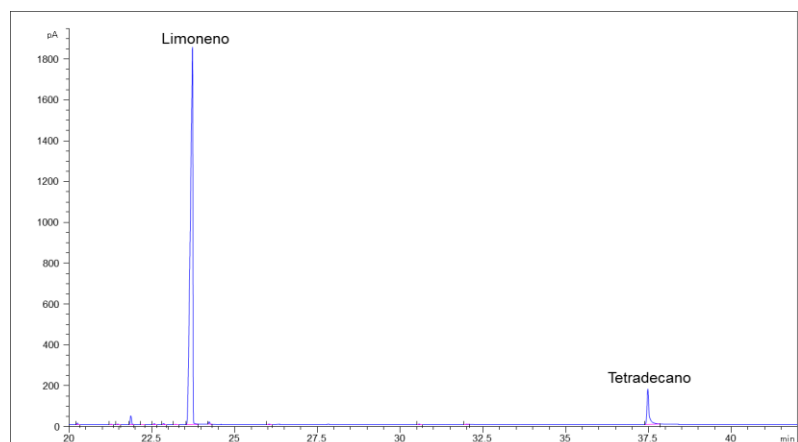


Figura 8. Cromatograma fracción rica en limoneno.

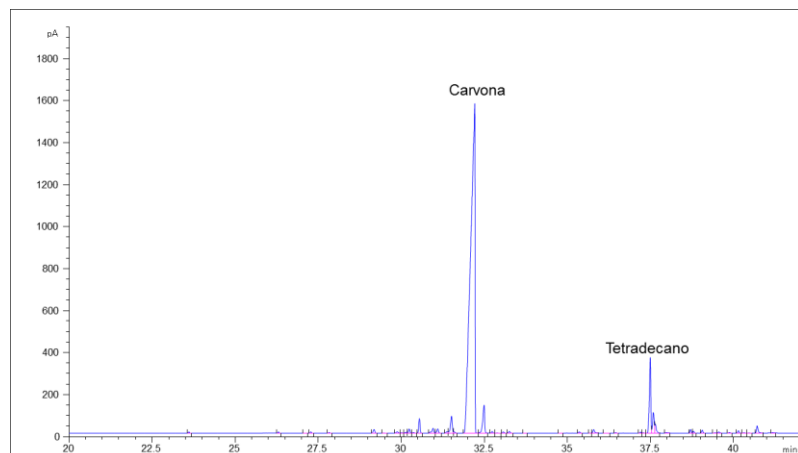


Figura 9. Cromatograma fracción rica en carvona.

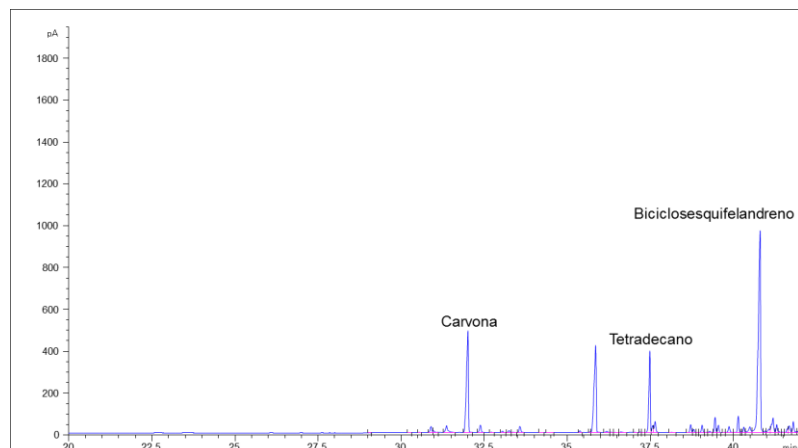


Figura 10. Cromatograma residuo

La cuantificación de limoneno y carvona presente en las fracciones se describió en la **sección 3.2.2**. En las **Figuras 11 y 12** se muestran las curvas de calibración para el limoneno y la carvona. Las **Ecuaciones 8 y 9** fueron obtenidas a partir de las curvas de calibración para limoneno y carvona respectivamente y sirvieron para determinar el contenido de los mismos en cada fracción en ppm, los resultados se reportan en las **Tablas 4 y 5**.

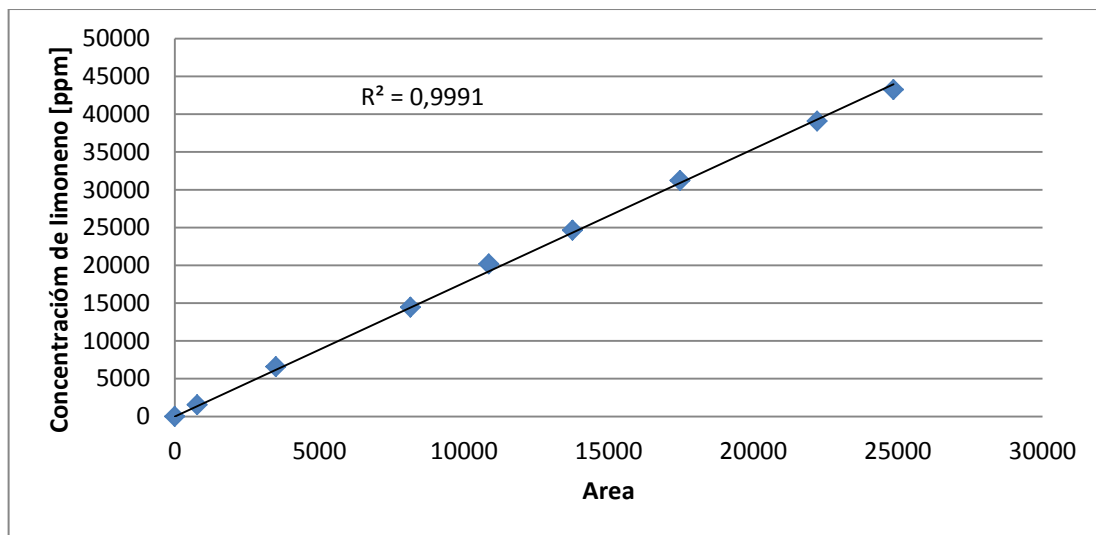


Figura 11. Curva de calibración del limoneno

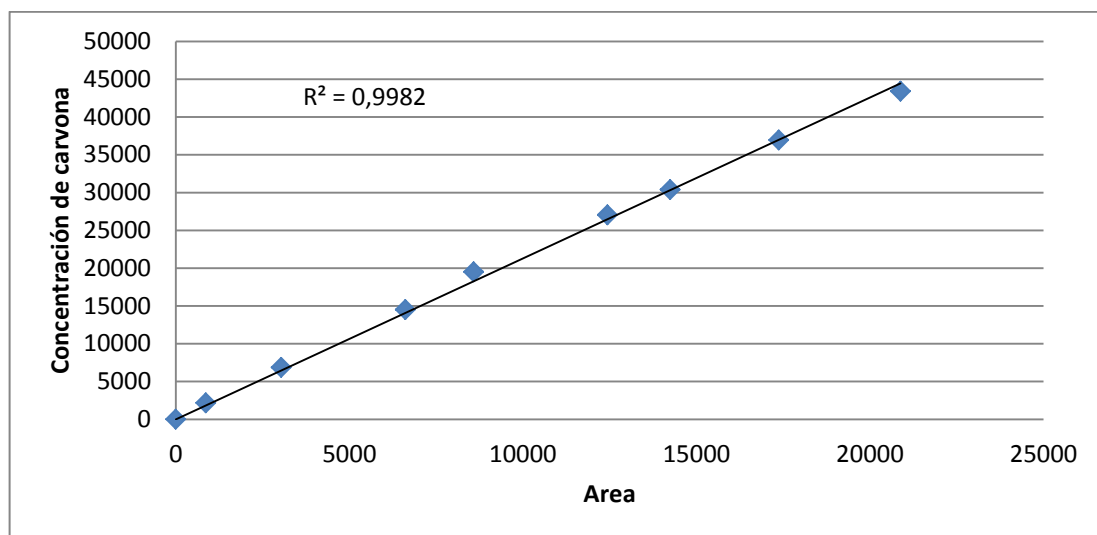


Figura 12. Curva de calibración de la carvona

$$[\text{ppm}] = 1,7695A$$

(Ecuación 8)

$$[\text{ppm}] = 2,1294A$$

(Ecuación 9)

Tabla 4. Concentración de limoneno en las fracciones

Fracción	Área	ppm
1	7014	12410
2	10385	18377
3	6628	11728
4	261	461
5	16	28
6	62	109
7	27,1	48
Residuo	0	0

Tabla 5: Concentración de la carvona en las fracciones

Fracción	Área	ppm
1	0	0
2	0	0
3	28286	60232
4	11380	24232
5	38339	81639
6	26387	56188
7	12791	27236
Residuo	2046	4357

4.3 Balances de masa

Los pesos de cada fracción se reportan en la **Tabla 6** para la prueba con mejores resultados; la forma de calcularlos está descrita en la sección 3.3. En el balance se determinó la pérdida de aceite de 26,88 g.

Tabla 6: Balance de masa

Fracción	Peso (g)
Inicial	974,22
1	14,61
2	305
3	47,61
4	91,41
5	295,33
6	44,23
7	24,37
Residuo	124,78
Total	947,34

Las pérdidas de masa que se generan se debe a que a lo largo de las paredes internas de la columna y en la *spinning band* se adhiere AE durante el proceso;

también se observó que se depositaban pequeñas cantidades en la trampa de vacío causadas por la succión de la bomba.

4.4 Costos

Se realizó el análisis de costos para calcular el precio de venta por kilogramo de producto obtenido para recuperar el valor de la inversión en un periodo de 3 años, en el análisis se supuso que se obtienen 710 kg entre los productos; los resultados se muestran en la **Tabla 7**.

Tabla 7. Resumen de costos.

ITEM	Valor anual (\$)
Costo de inversión	81.533.143,20
Gastos totales de producción	136.468.636,00
Ganancia anual	27.177.714,40
Ganancia anual + gastos totales de producción	163.646.350,40
PRECIO DE VENTA (kg)	230.355,86

El análisis completo de costos se encuentra en el **Anexo F**

5. CONCLUSIONES

- ✓ Fue posible el aislamiento de limoneno al 98% y carvona al 86% de pureza, a partir de AE de *L. alba* crudo, en el equipo *B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System*.
- ✓ Las condiciones más favorables encontradas de P, T y RR para la obtención de limoneno al 98% y carvona al 86% de pureza, a partir del AE de *L. alba* crudo en el equipo *B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System* son: Para limoneno, P=12 mmHg, T entre 61 y 67 °C, RR=4. Para carvona, P=6 mmHg, T entre 91 y 95 °C, RR= 5.
- ✓ La destilación completa del AE de *L. alba* requiere grandes periodos de tiempo, que se ven influenciados en forma directa, con la relación de reflujo utilizada.
- ✓ Se realizó el manual de procedimiento para el aislamiento de limoneno al 98% y carvona al 86% de pureza, a partir de AE crudo de *L. alba*; en éste se describe paso a paso el proceso a seguir hasta lograr separar los componentes deseados en ausencia del ingeniero.

6. RECOMENDACIONES

- ✓ Ampliar los estudios acerca del proceso con el fin de aumentar la concentración de carvona, probando otros tipos de columna como: columnas de platos, empacadas y *spinning cone*, para tener un punto de comparación y mejorar el proceso.
- ✓ Realizar un estudio económico detallado del proceso de rectificación de AE de *L. alba* mediante destilación fraccionada a presión reducida, para determinar la viabilidad de llevar el proceso a escala industrial.
- ✓ Capacitar con personal de experiencia a los nuevos operarios del proceso, para evitar daños causados por desconocimiento en el funcionamiento del equipo.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] <http://www.humboldt.org.co/chmcolombia/biodiversidad.htm>. Consultado: 6 de septiembre de 2010.
- [2] CARVALHO C.C.C.R.. Carvone: Why and how should one bother to produce this terpene. *Food Chemistry*, **2005**, 95, pp 413-419.
- [3] FRANCESCA K. Alternative Solvents for Green Chemistry. *RSC Green Chemistry Series*. **2009**, pp 110-113.
- [4] MONSALVE, Luz A. Comparación de la composición química de los aceites esenciales de las plantas *Lippia alba* (Mill) N.E Brown provenientes de diferentes regiones de Colombia. Bucaramanga, **2007**. Tesis de grado (Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias.
- [5] http://www.minagricultura.gov.co/02componentes/06com_01b_cadenas.aspx consultado: 6 de septiembre de 2010
- [6] STASHENKO, Elena; JARAMILLO Beatriz; MARTINEZ, Jairo; Comparison of different extraction methods for the analysis of volatile secondary metabolites of *Lippia alba* (Mill.) N.E. Brown, grown in Colombia, and evaluation of its in vitro antioxidant activity, *Journal Of Chromatography A*, **2004**, 1025, pp 93-103.
- [7] BANDONI, A. (Ed). Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica, su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. 1ª edición. La Plata, Argentina. **2000**, pp. 34-36
- [8] MARTÍNEZ, J. V.; BERNAL, H. Y.; CÁCERES, A. Fundamentos de agrotecnología de cultivo de plantas medicinales iberoamericanas, convenio Andrés Bello – CYTED, **2000**, Primera edición.

- [9] OCAMPO S., R. A. y VALVERDE R. Manual de cultivo y conservación de plantas medicinales. Tomo I. San José, Costa Rica: Instituto de Investigaciones Fundamentales en Agricultura Tropical “Alejandro de Humboldt”, Ministerio de la Agricultura, **2000**, pp. 97-100.
- [10] GUZMÁN R., S.; CARDOZO Z., R.; GARCÍA N., V. Desarrollo agrotecnológico de *Lippia alba* (Miller) N. E. Brown ex Britton & Wilson. *Revista científica Guillermo de Ockham*, Enero-Junio de **2004**, Vol. 7 (1).
- [11] HENNEBELLE, T.; SAHPAZ, S.; GRESSIER, B. ; JOSEPH, H.; BAILLEUL, F.; Antioxidant and neurosedative properties of polyphenols and iridoids from *Lippia alba*, **2008**, Volume 22, pp 256–258.
- [12] PASCUAL, M. E.; SLOWING, K.; CARRETERO, E.; SÁNCHEZ M., D.; VILLAR, AL. *Lippia*: tradicional uses, chemistry and pharmacology: a review. *Journal of Ethnopharmacology*, **2001**, 76, pp 201-214.
- [13] CONDE, N. Aislamiento de la carvona presente en el aceite esencial de *lippia alba* (Mill.) N.E. Brown por destilación fraccionada a presión reducida. Bucaramanga, **2008**. Tesis de grado (Química). Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. pp 34-36
- [14] MATIZ, Martha C. Elaboración de un manual de procedimiento para el aislamiento de limoneno con 98% de pureza, a partir del aceite crudo de naranja, por destilación fraccionada. **2010**. Tesis de grado (Ingeniera química). Universidad Industrial de Santander. Facultad de ingenierías físico-químicas
- .
- [15] GUENTHER, E.; ALTHAUSEN, D. The Essential Oils. Volumen II. Capítulo I. hidrocarbons. Robert E. Publishing Company. Malabar, Florida. **1994**. pp 22-26

[16] CHANG R.. Química, Séptima edición. Capítulo 1. Química: el estudio de los cambios. McGraw-Hill **2002**

[17] Mc CABE, W.; SMITH, J; HARRIOTT, P. Operaciones unitarias en ingeniería química. Cuarta edición. Capítulo 18, Destilación. McGraw-Hill. **1991**

[18] TREYBAL, R. Operaciones de transferencia de masa. Segunda edición. Capítulo 9. Destilación. McGraw-Hill. **1990**

[19] http://www.brinstrument.com/fractional-distillation/spinning_band_distillation.html, Consultado: 7 de septiembre de **2010**

[20] BIN ZAKARIA, Ahmad Fadzli. *Extraction of Gaharu Essential Oil Using Spinning Band Distillation*. Malaysia, 2006. Tesis de grado (Ingeniería Química). University College of Engineering & Technology Malaysia. Faculty of Chemical & Natural Resources Engineering. **2006**

[21] CARRETERO GONZAGA, José. Epoxidación regioselectiva de diolefinas terpénicas mediante catalizadores heterogéneo. Madrid, **2008**. Tesis doctoral (Ingeniería Química). Universidad Complutense De Madrid. Facultad De Ciencias Químicas. Pag 165, 166.

[22] http://bvs.sld.cu/revistas/aci/vol10_4_02/aci040402.htm. Consultado el 1 de septiembre de **2010**.

[23] <http://www.cienciahoy.org.ar/ln/hoy89/cienciometria.htm>. Consultado 1 de septiembre de **2010**

[24] MESSAGE, G. M., Practical aspect of gas chromatography / mass spectrometry. John Wiley & Sons: New York, **1984**.

8. ANEXOS

ANEXO A: Parámetros y ecuación de Antoine extendida

$$\ln(p_i^*) = C_{1,i} + \frac{C_{2,i}}{T+C_{3,i}} + C_{4,i}T + C_{5,i} \ln(T) + C_{6,i}T^{C_{7,i}} \quad (\text{Ecuación 2})$$

En la **Tabla 8**, se muestran valores de la temperatura en grados celsius (°C) de ebullición para limoneno y carvona a diferentes presiones en milímetros de mercurio (mmHg). En la **Tabla 9**, se muestran los parámetros de la ecuación de Antoine extendida

Tabla 8. Datos calculados usando la **Ecuación 2**, P en (mmHg) a diferentes T en (°C) para limoneno y carvona.

CARVONA						LIMONENO					
T	P	T	P	T	P	T	P	T	P	T	P
30	0,14	54	0,76	78	3,17	30	0,18	54	8,15	78	26,52
31	0,15	55	0,81	79	3,35	31	2,14	55	8,59	79	27,74
32	0,16	56	0,86	80	3,54	32	2,28	56	9,06	80	29,01
33	0,17	57	0,92	81	3,74	33	2,42	57	9,55	81	30,33
34	0,19	58	0,98	82	3,94	34	2,58	58	10,06	82	31,70
35	0,20	59	1,04	83	4,16	35	2,74	59	10,59	83	33,12
36	0,22	60	1,11	84	4,38	36	2,92	60	11,15	84	34,60
37	0,24	61	1,18	85	4,62	37	3,10	61	11,73	85	36,13
38	0,25	62	1,25	86	4,87	38	3,29	62	12,34	86	37,71
39	0,27	63	1,33	87	5,13	39	3,50	63	12,98	87	39,36
40	0,29	64	1,42	88	5,40	40	3,71	64	13,64	88	41,07
41	0,31	65	1,50	89	5,68	41	3,93	65	14,34	89	42,84
42	0,34	66	1,60	90	5,98	42	4,17	66	15,06	90	44,67
43	0,36	67	1,70	91	6,29	43	4,42	67	15,82	91	46,57
44	0,39	68	1,80	92	6,62	44	4,68	68	16,61	92	48,54
45	0,42	69	1,91	93	6,95	45	4,96	69	17,43	93	50,57
46	0,45	70	2,02	94	7,31	46	5,25	70	18,28	94	52,68
47	0,48	71	2,14	95	7,68	47	5,55	71	19,17	95	54,86

48	0,51	72	2,27	96	8,06	48	5,87	72	20,10	96	57,12
49	0,55	73	2,40	97	8,47	49	6,21	73	21,07	97	59,45
50	0,58	74	2,54	98	8,89	50	6,56	74	22,07	98	61,86
51	0,62	75	2,69	99	9,32	51	6,93	75	23,12	99	64,36
52	0,67	76	2,84	100	9,78	52	7,32	76	24,21	100	66,94
53	0,71	77	3,00	101	10,25	53	7,72	77	25,34	101	69,60

Tabla 9: Parámetros de la ecuación de Antoine extendida [21].

Parámetro	Carvona	Limoneno
C1	70,2	65,67
C2	-9055	-7688
C3	0	0
C4	0	0
C5	-6,545	-6,075
C6	2,19E-18	4,22E-18
C7	6	6

ANEXO B: Análisis cuantitativo

La vigilancia tecnológica permite determinar líneas de investigación, soluciones tecnológicas disponibles, tecnologías emergentes, la dinámica de las tecnologías, los centros de investigación, los líderes de proyecto identificando las empresas que compiten en el área de interés [22, 23].

Las herramientas más empleadas por la vigilancia tecnológica son las bases de datos de artículos y patentes, que son medios que permiten procesar gran cantidad de información, los cuales son objeto de la cuantimetría

La cuantimetría estudia aspectos cuantitativos de la ciencia como disciplina o actividad económica, permitiendo realizar una revisión del estado investigativo de un tema de interés específico. Esta emplea técnicas matemáticas y el análisis estadístico para indagar las características de la investigación científica. Además, se ha considerado como un instrumento de la sociología de la ciencia, incluyendo el análisis de factores que pueden ser determinantes para el desarrollo de la actividad científica como lo son el número de investigadores, fuentes de financiamiento y productividad [22].

La comunicación y la información son intrínsecas a la práctica de la ciencia. La investigación es estimulada y se sustenta por un flujo constante de nueva información. Cuando el ciclo de información se completa, otra vez se suministra nueva información en una iteración infinita, generando un ciclo renovado de creación y de descubrimientos, de ahí la gran importancia de la cuantimetría como técnica de información y comunicación.

El análisis cuantitativo para este proyecto se realizó empleando dos bases de datos reconocidos, *Scopus* y *Web of Science*. La búsqueda se efectuó el 6 de septiembre de 2010, mediante las siguientes ecuaciones de búsqueda:

1. Ecuación de búsqueda: Scopus, TITLE-ABS-KEY (lippia alba of essential oil, In: article Title, Abstract, and keywords),1960-2010
2. Ecuación de búsqueda: Scopus, TITLE-ABS-KEY (fractional distillation of essential oils, In: article Title, Abstract, and keywords),1960-2010
3. Ecuación de búsqueda: Topic:(lippia alba of essential oil),Timespan=2001-2010. Databases=SCI-EXPANDED, SSCI, A&HCI
4. Ecuación de búsqueda: Topic:("fractional distillation") AND Topic:(essential oils) Timespan=2001-2010. Databases=SCI-EXPANDED, SSCI, A&HCI.

lippia alba of essential oil

Relación: Autores - Numero de publicaciones: En la **Figura 13**, y la **Tabla 10**, se despliegan los principales autores que han hecho aportes al tema de investigación entre los cuales se destaca Stashenko, E. Quien con 5 publicaciones sobre el tema, también se destaca por sus numerosos aportes en las investigaciones sobre aceites esenciales. Entre las cuales se destacan la realizada en 2009, donde se analiza la composición, toxicidad y actividad antifúngica del aceite esencial de lippia alba específicamente el quimiotipo carvona el cual es el de mayor interés para este proyecto.

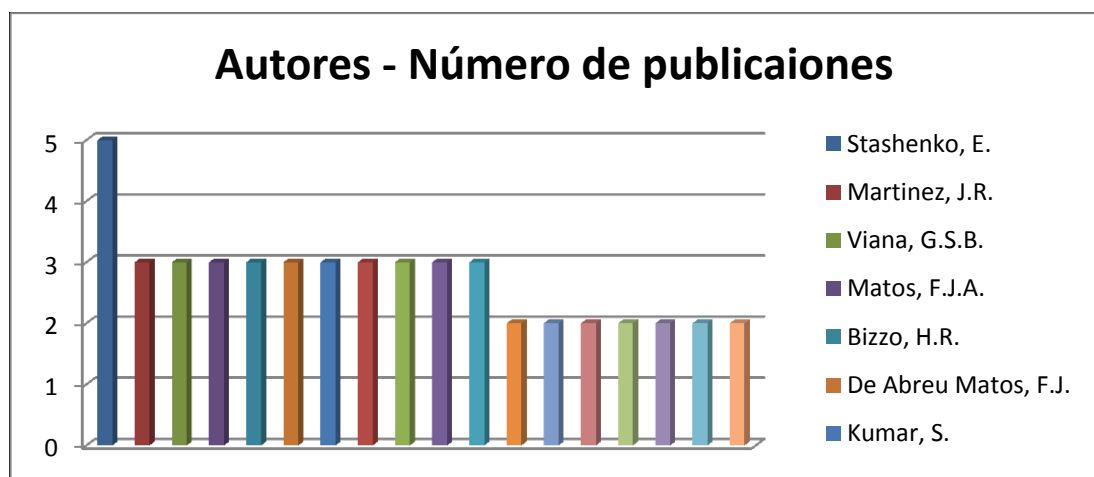


Figura 13. (SCOPUS): Relación: Autores – Número de publicaciones

Tabla 10. (WEB OF SCIENCE): Relación: Autores – Número de ubicaciones

Field: Authorss	Record Count	% of 42	Bar Chart
STASHENKO, E	5	11.9048 %	
KUMAR, S	4	9.5238 %	
BAHL, JR	2	4.7619 %	
BAILLEUL, F	2	4.7619 %	
BANSAL, RP	2	4.7619 %	
BIZZO, HR	2	4.7619 %	
DE BARROS, FMC	2	4.7619 %	
DELLACASSA, E	2	4.7619 %	
HEINZMANN, BM	2	4.7619 %	
HENNEBELLE, T	2	4.7619 %	
Field: Authorss	Record Count	% of 42	Bar Chart

Relación año – número de publicaciones: La **Figura 14**, y la **Tabla 11**, representan la dinámica en la investigación del aceite esencial de *lippia alba* en las dos últimas décadas. Tal y como lo muestra la tendencia desde el año 1993 se observa una creciente producción intelectual que con algunas variaciones tiene un tope máximo de 13 publicaciones en el año 2009 antecedido por un año 2008 que

tiene muy mala producción intelectual respecto al tema pues tan solo registra dos publicaciones.

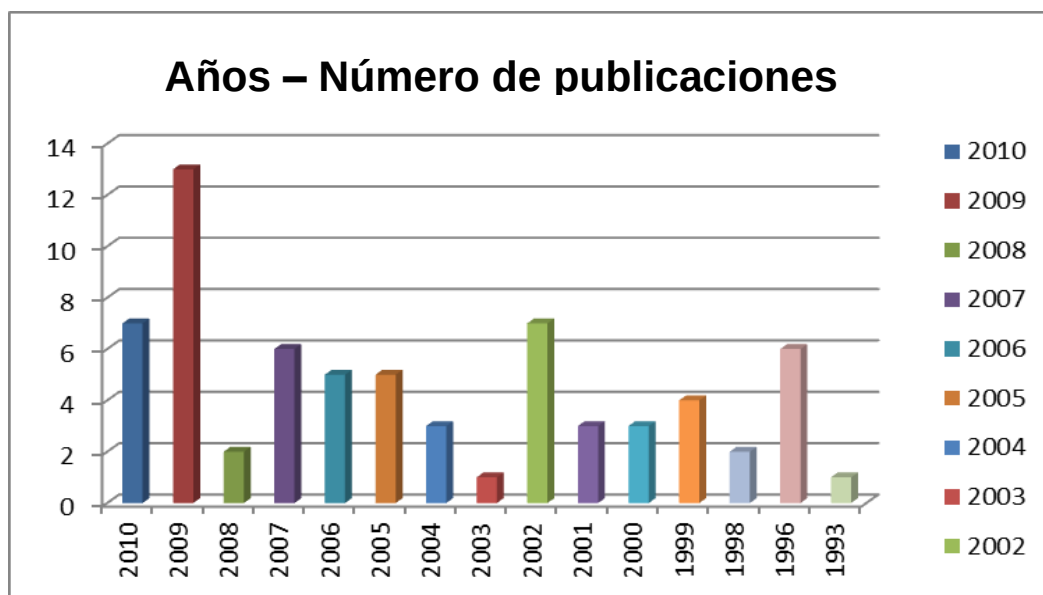


Figura 14. (SCOPUS): Relación de Años – Número de publicaciones

Tabla 11: (WEB OF SCIENCE): Relación de Años – Número de publicaciones

Field: Publication Year	Record Count	% of 42	Bar Chart
2009	10	23.8095 %	
2010	6	14.2857 %	
2002	5	11.9048 %	
2006	5	11.9048 %	
2001	3	7.1429 %	
2004	3	7.1429 %	
2005	3	7.1429 %	
2008	3	7.1429 %	
2000	2	4.7619 %	
Field: Publication Year	Record Count	% of 42	Bar Chart

Relación Área de investigación – Número de publicaciones: En la **Figura 15**, y la **Tabla 12**, se presentan las principales áreas de estudio sobre el aceite esencial de *Lippia alba*. Como se observa, las áreas de agricultura y ciencias biológicas presentan mayor número de publicaciones puesto que juntas suman 32 publicaciones. En segundo lugar se encuentra farmacología, toxicología y farmacéutica con 28 publicaciones, seguido de química con 21 publicaciones. Sin dejar de mencionar áreas que van en crecimiento como son la de ciencia y tecnología de alimentos. Esto se debe a las múltiples aplicaciones que posee el aceite esencial de *Lippia alba*.

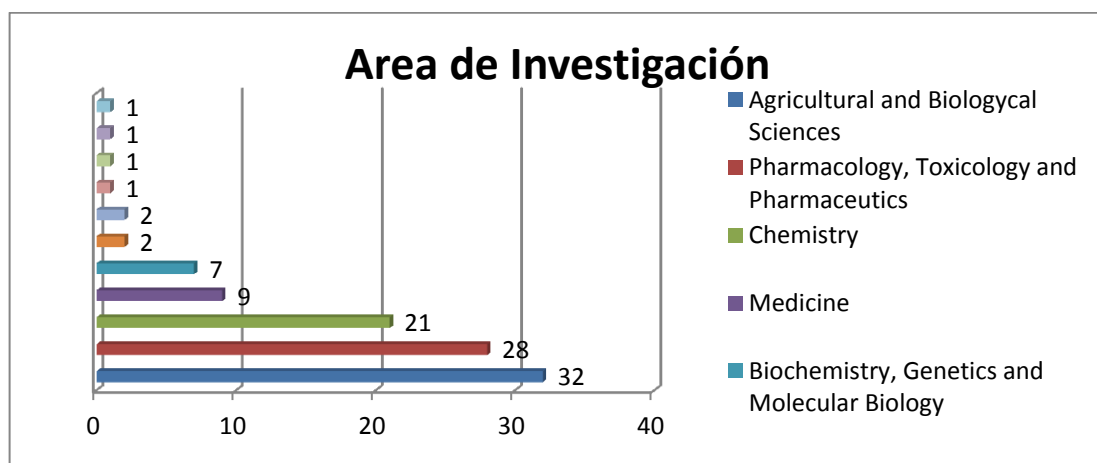


Figura 15. (SCOPUS): Relación: Áreas de investigación – Número de publicaciones

Tabla 12. (WEB OF SCIENCE): Relación: Ares de investigación – Número de publicaciones

Field: Subject Area	Record Count	% of 42	Bar Chart
FOOD SCIENCE & TECHNOLOGY	15	35.7143 %	
CHEMISTRY, APPLIED	11	26.1905 %	
CHEMISTRY, MEDICINAL	10	23.8095 %	
PHARMACOLOGY & PHARMACY	10	23.8095 %	
PLANT SCIENCES	7	16.6667 %	
INTEGRATIVE & COMPLEMENTARY MEDICINE	5	11.9048 %	
CHEMISTRY, MULTIDISCIPLINARY	4	9.5238 %	
TROPICAL MEDICINE	4	9.5238 %	
AGRICULTURE, MULTIDISCIPLINARY	3	7.1429 %	
PARASITOLOGY	3	7.1429 %	
BIOLOGY	2	4.7619 %	
Field: Subject Area	Record Count	% of 42	Bar Chart

Relación Revista - Número de publicaciones: En la **Figura 16**, y la **Tabla 13**, se presentan las revistas internacionales en las cuales se reportaron los 68 artículos sobre aceite esencial de *Lippia alba*. Son tres las revistas que registran el mayor número de publicaciones, las cuales son Flavour and Fragrance Journal, Journal of Essential Oil Research, Journal of Ethnopharmacology, todas ellas de carácter internacional. Seguidas de tres brasileñas. Lo anterior ratifica que las investigaciones se orientan hacia estudios farmacológicos, toxicológicos y farmacéuticos que también se mostraba en el anterior numeral sin dejar de mencionar la supremacía que posee Brasil ante los demás países latinoamericanos en el campo de las investigaciones.

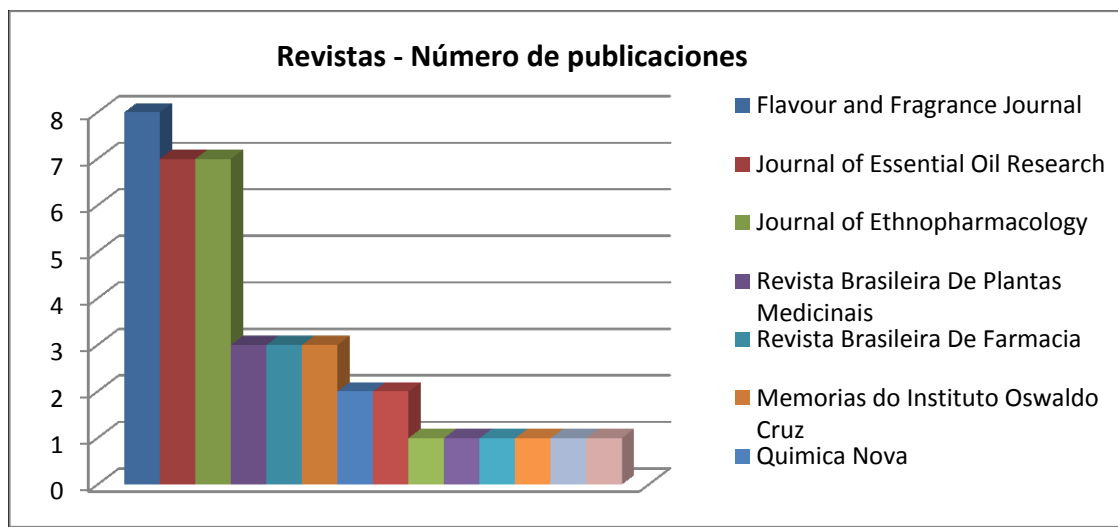


Figura 16. (SCOPUS): Relación: Revista – Número de publicaciones

Tabla 13. (WEB OF SCIENCE): Relación: Revista – Número de publicaciones

Field: Source Title	Record Count	% of 42	Bar Chart
FLAVOUR AND FRAGRANCE JOURNAL	6	14.2857 %	
JOURNAL OF ETHNOPHARMACOLOGY	5	11.9048 %	
NATURAL PRODUCT COMMUNICATIONS	4	9.5238 %	
JOURNAL OF ESSENTIAL OIL RESEARCH	3	7.1429 %	
MEMORIAS DO INSTITUTO OSWALDO CRUZ	3	7.1429 %	
QUIMICA NOVA	3	7.1429 %	
Field: Source Title	Record Count	% of 42	Bar Chart

Fractional distillation of essential oils:

Relación: Autores – Número de publicaciones: En la **Figura 17**, y la **Tabla 14**, se presentan los autores con mayor número de publicaciones entre los que se destacan Marongiu, B por los grandes aportes realizados en este tema. Seguido

por Porcedda, S quien también posee igual número de publicaciones siendo más relevantes las contribuciones hechas por Marogiu, B en el caso de este proyecto.

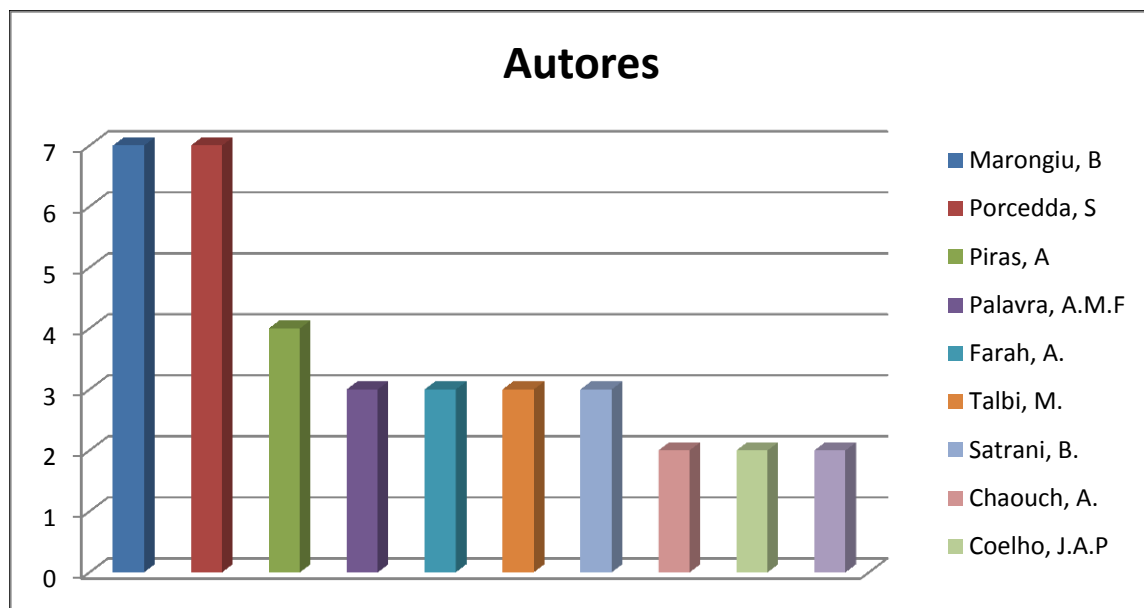


Figura 17. (SCOPUS): Relación: Autores – Número de publicaciones

Tabla 14: (WEB OF SCIENCE): Relación: Autores – Número de publicaciones

Field: Authorsss	Record Count	% of 7	Bar Chart
CHAOUCH, A	2	28.5714 %	
FARAH, A	2	28.5714 %	
SATRANI, B	2	28.5714 %	
TALBI, M	2	28.5714 %	
Field: Authorsss	Record Count	% of 7	Bar Chart

Relación año – número de publicaciones: La **Figura 18**, y la **Tabla 15**, representan la dinámica en la investigación del proceso de destilación fraccionada de aceites esenciales en las dos últimas décadas. Tal y como lo muestra la tendencia desde el año 2001 se observa una creciente producción intelectual que con algunas variaciones tiene un tope máximo de 5 publicaciones en el año 2003 precedido por los años 2004 y 2005 que tienen muy mala producción intelectual respecto al tema pues tan solo registra 1 publicación, así como los años 2008 y 2009 que no llenaron las expectativas de superar el año 2003 pues solo aportaron 1 publicación por año.

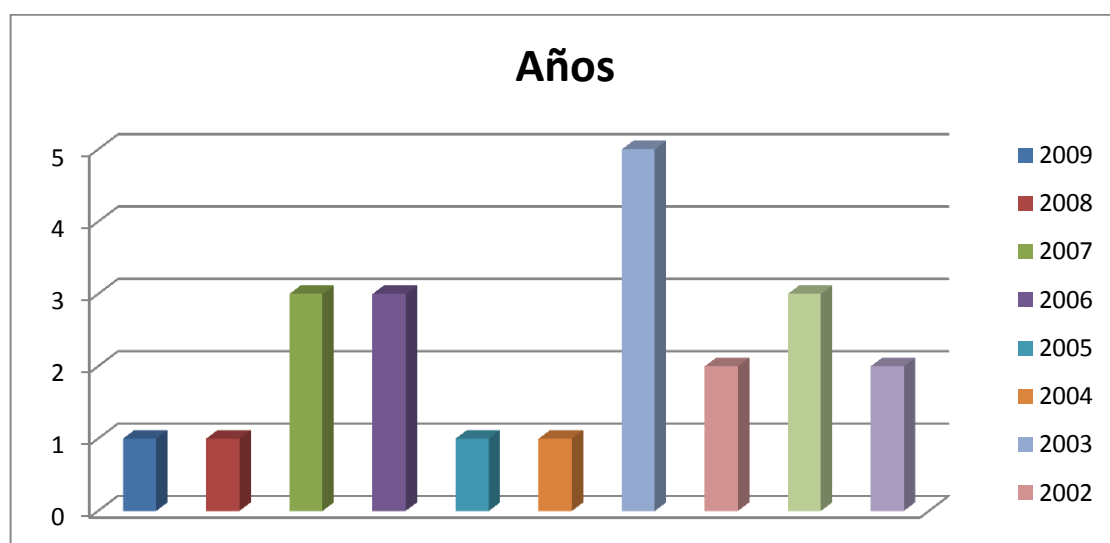


Figura 18. (SCOPUS): Relación de Años – Número de publicaciones

Tabla 15. (WEB OF SCIENCE): Relación de Años – Número de publicaciones

Field: Publication Year	Record Count	% of 7	Bar Chart
2006	2	28.5714 %	
2007	2	28.5714 %	
2002	1	14.2857 %	
2003	1	14.2857 %	
2009	1	14.2857 %	
Field: Publication Year	Record Count	% of 7	Bar Chart

Relación Revista - Número de publicaciones: En la **Figura 19**, y la **Tabla 16**, se presentan las revistas internacionales en las cuales se reportaron la mayor cantidad de artículos sobre el proceso destilación fraccionada de aceites esenciales. Son tres las revistas que se destacan, las cuales son Flavour and Fragrance Journal, Journal of Essential Oil Research, Journal of Ethnopharmacology, todas ellas de carácter internacional. Lo anterior ratifica que las investigaciones se orientan hacia estudios farmacológicos, toxicológicos, farmacéuticos y resaltando crecimientos en la industria alimentaria.

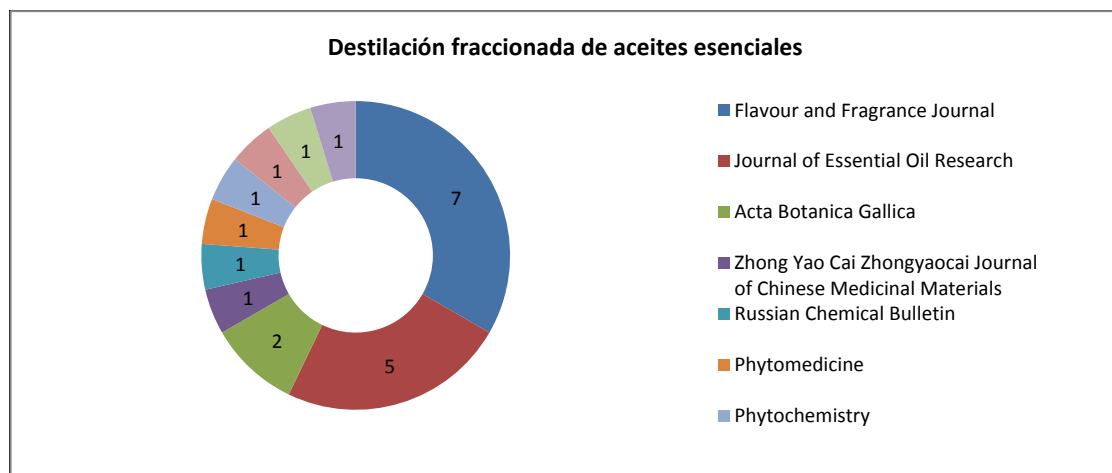


Figura 19. (SCOPUS): Relación: Revista – Número de publicaciones

Tabla 16: (WEB OF SCIENCE): Relación: Revista – Número de publicaciones

Field: Source Title	Record Count	% of 7	Bar Chart
ACTA BOTANICA GALLICA	1	14.2857 %	
FLAVOUR AND FRAGRANCE JOURNAL	1	14.2857 %	
INDUSTRIAL CROPS AND PRODUCTS	1	14.2857 %	
INTERNATIONAL JOURNAL OF FOOD MICROBIOLOGY	1	14.2857 %	
JOURNAL OF FOOD PROCESS ENGINEERING	1	14.2857 %	
PHYTOMEDICINE	1	14.2857 %	
RUSSIAN CHEMICAL BULLETIN	1	14.2857 %	
Field: Source Title	Record Count	% of 7	Bar Chart

Relación Área de investigación – Número de publicaciones: En la Figuras 20, y la Tabla 17, se presentan las principales áreas de estudio sobre el proceso de destilación fraccionada en aceites esenciales. Como se observa, las áreas de agricultura y ciencias biológicas presentan mayor número de publicaciones puesto que juntas suman 24 publicaciones. En segundo lugar se encuentra química. Sin dejar de mencionar áreas que van en crecimiento como son la de ciencia y

tecnología de alimentos. Esto se debe a que el proceso ha dejado de ser netamente de laboratorio pasando a ser más utilizado en las industrias.

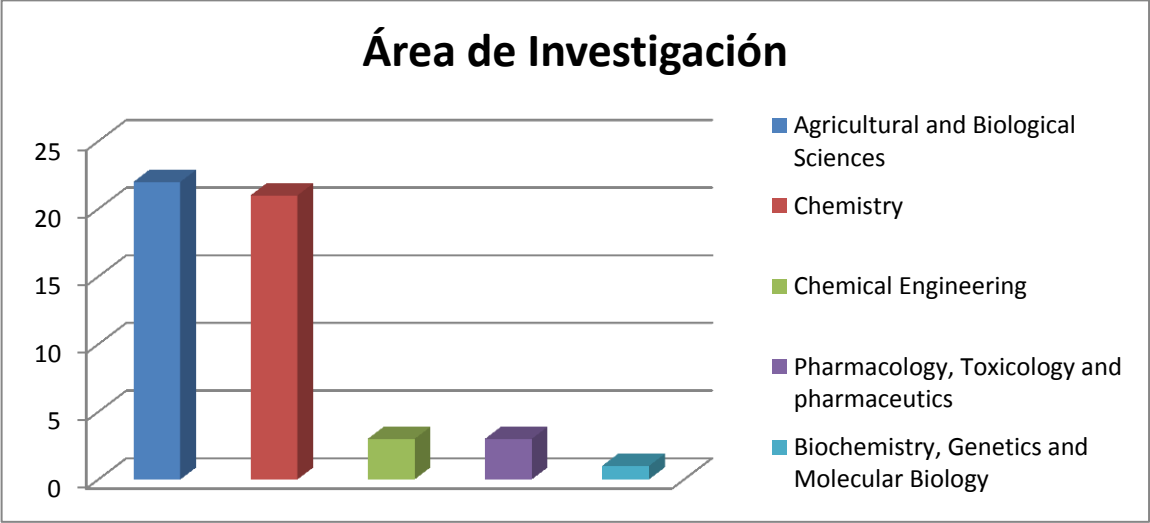


Figura 20. (SCOPUS): Relación: Áreas de investigación – Número de publicaciones

Tabla 17: (WEB OF SCIENCE): Relación: Áreas de investigación – Número de publicaciones

Field: Subject Area	Record Count	% of 7	Bar Chart
FOOD SCIENCE & TECHNOLOGY	3	42.8571 %	
PLANT SCIENCES	2	28.5714 %	
AGRICULTURAL ENGINEERING	1	14.2857 %	
AGRONOMY	1	14.2857 %	
CHEMISTRY, APPLIED	1	14.2857 %	
CHEMISTRY, MEDICINAL	1	14.2857 %	
CHEMISTRY, MULTIDISCIPLINARY	1	14.2857 %	
ENGINEERING, CHEMICAL	1	14.2857 %	
MICROBIOLOGY	1	14.2857 %	
PHARMACOLOGY & PHARMACY	1	14.2857 %	
Field: Subject Area	Record Count	% of 7	Bar Chart

ANEXO C: INSTRUCCIONES DE OPERACIÓN DEL EQUIPO “B/R INSTRUMENT 9600 HIGH EFFICIENCY DISTILLATION SYSTEM”

Pasos para crear una corrida X.

1 – Presione el botón de encendido (**Figura 21**) ubicado en frente de la caja que contiene el microprocesador, el equipo emitirá un sonido y se mostrará en el panel de mando la pantalla de inicio (**Figura 22**) el texto “**B/R Instrument M690 Version 8.7 Select a Command Key**”.

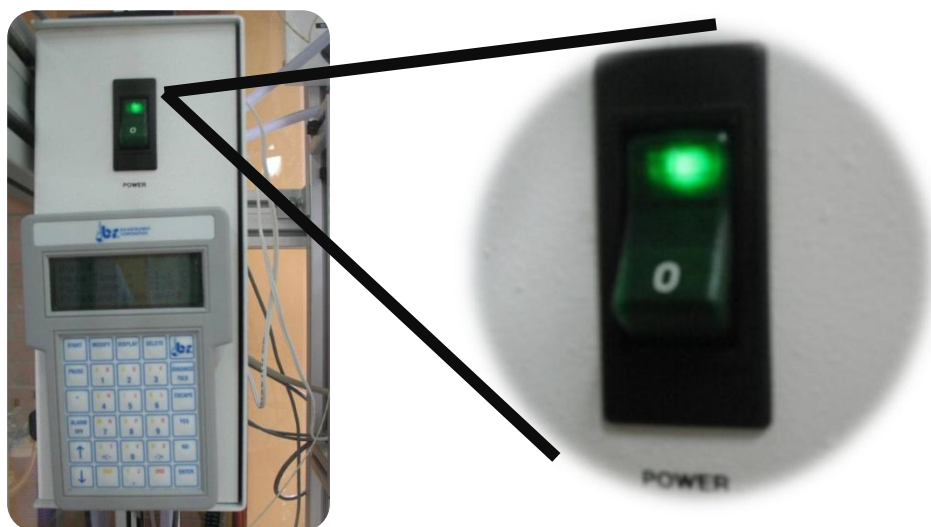


Figura 21. Botón encendido equipo.



Figura 22. Panel de mando del equipo B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System

2 – Presione el botón “**MODIFY**” del panel de mando para crear una nueva corrida. Este equipo cuenta con 19 memorias para guardar las corridas. Se mostrará en la pantalla:

Modify Run

Select 1 to 19

or ESCAPE to Exit

Escriba un número entre 1 y 19 en el cual desee guardar su corrida y presione **"ENTER"**. El equipo preguntará todos los parámetros necesarios para llevar a cabo el procedimiento. A continuación se mencionan dichos parámetros.

a. Run X

Enter a name for the run

En este paso se debe ingresar el nombre con el cual se quiere guardar la corrida, de hasta 19 caracteres incluyendo números y letras. Para escribir, en el panel de mando se observan botones con un número grande en color azul y dos letras, una en color rojo y otra en amarillo; si se desea escribir un número, presione directamente la tecla que tenga el número deseado; para escribir una letra, se debe mirar el color de dicha letra en el panel de control y presionar antes la tecla **2ND** en color amarillo para escribir letras que aparezcan en dicho color, y presionar antes la tecla **3RD** en color rojo para escribir letras que aparezcan en dicho color. Cuando finalice de escribir el nombre presione **ENTER** para pasar al siguiente paso.

b. Is Run X a Vacuum

Run?

Select YES or NO

El equipo está preguntando si la corrida X se realizara a presión reducida, presione el botón **YES** si va a realizar el proceso a presión reducida, y **NO** si va a realizar el proceso a presión atmosférica.

c. Run X

Enter Run Pressure

From 0.1 to 99.9

Digite un número entre 0.1 y 99.9. Éste representa el valor de la presión en mmHg a la cual desea llevar a cabo la corrida X. Presione **ENTER**.

d. Run X

Enter Initial Heat Rate

From 0.0 to 99.9

Digite un numero entre 0.0 y 99.9. Este valor representa el porcentaje de calentamiento inicial de la manta. Presione **ENTER**.

e. Run X

Enter EQUILIBRATION

Hours from 0 to 99

Digite un número entre 0 y 99. Este valor representa el tiempo de equilibrio en horas, el tiempo de equilibrio es el tiempo que permanece cerrada la válvula de reflujo antes de empezar a recoger el primer corte. Presione **ENTER**.

- f. **Run X**
Enter EQUILIBRATION
minutes from 0 to 99

Digite un número entre 0 y 99. Este valor representa el tiempo de equilibrio en minutos. Presione **ENTER**.

- g. **Run X Cut 1**
Enter OPEN TEMP
From XXX.X to 299.9

Digite un valor entre XXX.X y 299.9. Este valor representa la temperatura de topes (**HEAD TEMP**) para iniciar a recoger el corte 1. La temperatura de topes es la temperatura de ebullición de la sustancia. Normalmente XXX.X es mayor que la temperatura de fondos (**POT TEMP**). Presione **ENTER**.

- h. **Run X Cut 1**
Enter CLOSE TEMP
From XXX.X to 299.9

Digite un valor entre XXX.X y 299.9. Este valor representa la temperatura a la cual se desea terminar de recoger el corte 1. Cuando el equipo sobrepase esta temperatura automáticamente pasara al siguiente corte si se ha programado o de lo contrario dará por terminada la corrida.

- i. **Run X Cut 1**
Enter Heat Rate
From 0.0 to 99.9

Digite un número entre 0.0 y 99.9. Este valor representa el porcentaje de calentamiento que se desea en el corte 1. Hay que tener en cuenta que si digitamos un valor menor que el calentamiento inicial, la temperatura de fondos disminuirá.

- j. **Run X Cut 1**
Enter REFLUX RATIO
From 0 to 9999

Digite un número entre 0 y 9999. Este valor representa un número N para establecer la relación de reflujo N:1; donde N es el tiempo en segundos que se demora en volver a abrir la válvula por 1 segundo para recoger el destilado en ciclos repetitivos.

k. Run X

Add Cut 2?

YES or NO

Si desea agregar un nuevo corte presione **YES** y repita los pasos **d-j** para cada corte. De lo contrario presione **NO**. Se puede programar un máximo de 8 cortes en cada corrida.

l. Run X Enter pot

Temp to end run

From XXX.X to 300.0 C

Digite un número entre XXX.X y 300. Este valor representa la temperatura máxima en grados Celsius a la cual se pueden calentar los fondos y automáticamente se terminará la corrida como medida de prevención. Presione **ENTER**.

m. Edit Run

Enter 1 to 20

Or ESCAPE to exit

Digite un número de 1 a 20 para crear otra corrida o presione **ESCAPE** para volver a la pantalla de inicio

Pasos para iniciar una corrida X guardada.

Antes de iniciar la corrida debemos asegurarnos que el equipo está en el estado de inicio, éste debe mostrar en la pantalla **“B/R Instrument M690 Version 8.7 Select a Command Key”**

1 - Presionamos el botón **START** y se mostraran en la pantalla los siguientes pasos:

a. Enter Run To START

From 0 to 20 or

ESCAPE to exit

Digitamos un número entre 0 y 20. Este valor representa la posición en la cual se guardó previamente una corrida.

b. Run X

NOMBRE DE LA CORRIDA

START Run?

Select YES or NO

Se mostrará el nombre con el que fue guardada la corrida, si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.

- c. **Run X**
Boiling chips in
Place?
Select YES or NO
El equipo está preguntando si han agregado las perlas de ebullición en el balón. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.
- d. **Run X**
Is the pot Fill Plug
In place?
Select YES or NO
El equipo está preguntando si el tapón lateral del balón está puesto y asegurado. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.
- e. **Run X**
Is the Pot secured
To the column?
Select Yes or NO
El equipo está preguntando si el balón está asegurado a la columna. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.
- f. **Run X**
Are head and Pot
Probes in Place?
Select Yes or NO
El equipo está preguntando si los sensores de temperatura de fondos y topes están puestos en su lugar. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.
- g. **Run X**
Are receivers in
Place?
Select YES or NO
El equipo está preguntando si el distribuidor de fracciones está puesto en su lugar. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.
- h. **Use <- or -> keys to**
Align the drip tip
Hit ENTER when done

Use los botones < y > para alinear el colector automático en el lugar donde se recolectará la primera fracción, teniendo en cuenta que cuando inicie la corrida éste girará en sentido de las manecillas del reloj. Presione **ENTER**.

i. Run X

**Are receivers in
Place?**

Select YES or NO

El equipo está preguntando si los 8 recipientes contenedores están puestos en su lugar. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.

j. Run X

Is vacuum pump On?

Select YES or NO

El equipo está preguntando si la bomba de vacío esta encendida. Si es correcto presionamos YES, de lo contrario presionamos NO y volvemos a empezar.

Una vez respondidas estas preguntas, el proceso de destilación iniciará y se mostrara en la pantalla el estado en tiempo real así:

Run X Cut Y

Head Temp = ZZZ.Z

Pot Temp = ZZZ.Z

Pressure XX.X mmHg

Al finalizar la prueba la alarma del equipo se encenderá indicando que la prueba ha terminado y se mostrara en pantalla el siguiente mensaje:

Run X COMPLETED

Head Temp = ZZZ.Z

Pot Temp = ZZZ.Z

Any key to continue

Presionamos cualquier tecla y se mostrara la pantalla de inicio

PARÁMETROS PROGRAMADOS EN EL EQUIPO “B/R INSTRUMENT 9600 HIGH EFFICIENCY DISTILLATION SYSTEM” CORRESPONDIENTES AL AISLAMIENTO DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS (LIMONENO Y CARVONA) DEL ACEITE ESENCIAL DE *Lippia alba*, SIGUIENDO LA DESCRICION DETALLADA ANTERIORMENTE

Corrida 1: Separación de limoneno

Posición de almacenamiento: **2**
Nombre: **LIMLALBA**
Presión: **12 mmHg**
Calentamiento inicial: **6 %**
Tiempo de equilibrio: **15 minutos**

Corte 1.

Temperatura de apertura: **30 °C**
Temperatura de cierre: **61 °C**
Calentamiento: **6 %**
Relación de reflujo: **4**

Corte 2. (Corte deseado, rico en limoneno)

Temperatura de cierre: **67 °C**
Calentamiento: **6%**
Relación de reflujo: **4**

Corte 3.

Temperatura de cierre: **95 °C**
Calentamiento: **7%**
Relación de reflujo: **4**

Temperatura de fondos para finalizar la corrida: **130 °C**

Corrida 2: Separación de carvona

Posición de almacenamiento: **4**
Nombre: **CARLALBA**
Presión: **6 mmHg**
Calentamiento inicial: **7%**
Tiempo de equilibrio: **15 minutos**

Corte 1.

Temperatura de apertura: **45 °C**
Temperatura de cierre: **91 °C**
% calentamiento: **7 %**
Relación de reflujo: **4**

Corte 2. (Corte deseado, rico en carvona)

Temperatura de cierre: **95 °C**
Calentamiento: **7%**
Relación de reflujo: **5**

Corte 3.

Temperatura de cierre: **97 °C**
% calentamiento: **8%**
Relación de reflujo: **5**

Corte 4.

Temperatura de cierre: **100 °C**
% calentamiento: **8%**
Relación de reflujo: **5**

Temperatura de fondos para finalizar la corrida: **140 °C**

Recomendaciones de seguridad y cuidado antes, durante y después de una corrida para aislar limoneno y carvona del aceite esencial de *Lippia alba*, en el equipo B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System.

- Asegurarse antes de encender la bomba, que esté conectada y cerrada la válvula de despresurización (**Figura 23.**) al sistema de vacío como medida de precaución en caso de emergencia.



Figura 23. Válvula de despresurización.

- Asegurarse antes de encender la bomba que la trampa de vacío (**Figura 24.**) contenga un refrigerante para condensar posibles vapores.



Figura 24. Trampa de vacío con refrigerante

- Mantener constantemente secas las mangueras y el serpentín del sistema de refrigeración, ya que condensan agua en la parte externa (**Figura 25.**), y ésta

podría caer directamente sobre el balón que está a altas temperaturas o sobre el motor de colector y generar daños al equipo.



Figura 25. Agua condensada en el sistema de refrigeración

- Al ajustar las partes móviles del equipo con las pinzas metálicas (**Figura 26.**), no usar exceso de fuerza pues podría causar rupturas del material de vidrio. Es recomendable que al ajustar las pinzas solo lo hagamos hasta que llegue al tope y asegurarnos que las piezas móviles queden muy bien alineadas para que en el momento de realizar vacío, este se encargue de sellarlas.



Figura 26. Pinza metálica

- Una vez ajustadas las pinzas y el proceso inicia, éstas se aflojarán debido a la succión que genera el vacío en las piezas móviles del equipo. Se deben ajustar nuevamente las pinzas llegando hasta el tope, ya que la vibración provocada por la *spinning band* puede ocasionar que se caigan de su posición inicial sobre los recipientes contenedores de vidrio.

- Verificar que el sistema de recolección se encuentra alineado para evitar fugas y mejorar el vacío (**Figura 27**).



Figura 27. Sistema de recolección alineado

- No dejar el equipo solo por periodos de tiempo prolongados durante una corrida, ya que en caso de falla, podemos corregir y continuar con el proceso
- Al finalizar la prueba despresurizar lentamente y esperar a que esté a presión atmosférica antes de iniciar a soltar piezas.
- Tener precaución al manipular el balón. Si se retira del equipo, asegurarse de haber retirado antes, el tapón lateral y el sensor de temperatura para evitar accidentes. Usar siempre la base de corcho (**Figura 28.**) para ponerlo en un lugar diferente y evitar que se gire por su forma esférica.



Figura 28. Base de corcho para poner balón

- Para el lavado de las partes del equipo; enjuagar primero dos veces con agua, luego usar tensoactivo y enjuagar mínimo 5 veces para garantizar que no quedan rastros de éste. Es importante no usar solventes como etanol y metanol en primera instancia para lavar partes del equipo, ya que el aceite presenta algunos compuestos que no son solubles en alcohol y que al contacto con el aceite esencial o algunas fracciones de *Lippia alba* provoca manchas difíciles de retirar.

Posibles fallas y soluciones más frecuentes en una corrida para aislar limoneno y carvona del aceite esencial de *Lippia alba*, en el equipo B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System.

Posibles fallas en el sistema de vacío.

El equipo esta encendido pero la presión no baja ¿Qué hago?

- ✓ Asegúrese que la bomba también esté encendida.

La bomba está encendida y la presión no baja ¿Qué hago?

- ✓ Asegúrese que la válvula de la toma de aire de la bomba (**Figura 9.**) se encuentre abierta, para saberlo gírela en sentido contrario a las manecillas del reloj o hacia la posición “ON”.



Figura 29. Válvula de toma de aire de la bomba

- ✓ Asegúrese que la válvula de despresurización (**Figura 23.**) esté cerrada tal cual se muestra en la imagen.
- ✓ Asegúrese que la electro válvula (**Figura 30.**) esté conectada al circuito eléctrico y este abierta, cuando ésta se abre, emite un sonido en forma de “click”.



Figura 30. Electro válvula

- ✓ Asegúrese que las partes móviles del equipo (**Figuras 26 y 27**) estén selladas herméticamente y bien alineadas, es recomendable que en el momento de realizar las conexiones aplicar una pequeña cantidad de grasa de silicona de alto vacío semipesada para evitar posibles fugas
- ✓ Apretar el tornillo que asegura la *spinning band* (**Figura 31.**) ya que debido al uso y vibraciones del equipo puede soltarse y ocasionar pérdida de vacío.



Figura 31. Tornillo que asegura la *spinning band*.

- ✓ Espere un tiempo entre 15 y 30 minutos, ya que el sensor de presión, solo registra señales entre 0.1 y 99.9 mmHg de presión, y ese es el tiempo aproximado para que la presión descienda hasta ese intervalo. NOTA: Este tiempo puede reducirse o ampliarse dependiendo del grado de hermeticidad del equipo, espere un tiempo prudencial antes de tomar una decisión.

Ya hice todos los pasos anteriores y la presión está descendiendo, pero lo hace muy lento ¿Qué hago?

- ✓ Es probable que alguna conexión haya quedado con fuga, inspeccione nuevamente las conexiones y si es posible agregue un poco más de grasa de silicona de alto vacío semipesada para mejorar el vacío.

Todas las conexiones están bien hechas y la presión sigue descendiendo muy lento ¿Qué hago?

- ✓ Es probable que los empaques que se encuentran en el interior del tornillo que asegura la *spinning band*, se encuentre desgastados, esto es debido al uso normal del equipo y deben ser reemplazados periódicamente. Notifíquelo a la persona responsable del equipo. NOTA: Para realizar el cambio de los empaques es necesaria la presencia de personal capacitado en el desmonte del equipo, pues se deben manipular algunas piezas importantes del equipo.

Posibles fallas en el sistema de calentamiento

El equipo lleva un tiempo encendido pero la temperatura de fondos (Pot) y/o topes (Head) no aumenta. ¿Qué hago?

- ✓ Asegúrese que en la programación del método, el porcentaje de calentamiento inicial sea mayor de 0.
- ✓ Si es la temperatura de topes, recuerde que ésta solo aumenta cuando el proceso de destilación inicia.
- ✓ Asegúrese que el(los) sensor(es) de temperatura esta(en) puesto(s) en su(s) lugar(es).

La temperatura de fondos (Pot) y/o topes (Head) descendió repentinamente ¿Qué hago?

- ✓ Si es la temperatura de topes, es probable que se haya separado un componente y esta no volverá a subir hasta que salga el siguiente componente. Espere un tiempo prudencial hasta que ambas aumenten y variaciones significativas, aumente el porcentaje de calentamiento a su criterio.
- ✓ Si es la temperatura de fondos y/o de topes, es probable que al limpiar la humedad generada, recoger un objeto cercano al equipo etc. Se haya(n) tropezado el(los) cable(s) y el(los) sensor(es) de temperatura haya(n) sido alejado(s) del fondo (**figura 32.**), esto ocasiona que no registre(n) la(s) temperatura real(es).



Figura 32. Sensor de temperatura alejado del fondo.

La alarma del equipo se encendió y en la pantalla se muestra un texto que dice “no rise in head temp check head probe, any key to continue” ¿Qué hago?

- ✓ Esto se debe a que pasó mucho tiempo y no se evaporó ninguna sustancia. Presione cualquier tecla para salir, modifique el método para aumentar el porcentaje de calentamiento y vuelva a empezar la prueba.

Posibles fallas del spinning

El proceso de destilación ya inició y en la pantalla se muestra que empezó en tiempo de equilibrio pero el motor no arranca ¿Qué hago?

- ✓ Algunas veces el motor no arranca solo, proporcione un leve impulso al motor en el sentido en que gira éste.

El motor de la spinning band se detuvo después que se bajó la temperatura de topes ¿Qué hago?

- ✓ Esto solo ocurre cuando la temperatura de topes desciende por debajo de la temperatura de apertura en el primer corte. El motor se encenderá automáticamente cuando la temperatura de topes aumente nuevamente.

Pruebas diagnóstico

Las pruebas de diagnóstico se usan para probar partes individuales del equipo sin necesidad de correr un método. Con estas pruebas se puede probar la spinning band, temperatura, presión, manta de calentamiento, el motor del recolector automático, entre otras. En el equipo B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System, cada diagnostico tiene un código o número de diagnostico

Los códigos de las pruebas de diagnóstico más frecuentes se observan en la **Tabla 18**.

Tabla 18. Códigos, nombre y descripción de pruebas diagnósticos usados frecuentemente.

COD. DIAG.	NOMBRE	DESCRIPCIÓN
1	TEMP PROBE TEST	Diagnóstico de temperatura, se usa para probar los sensores de temperatura, con este se pueden ver las temperaturas de fondos y topes de la columna.
4	BAND MOTOR TEST	Diagnóstico de la spinning band, se usa para probar el motor, éste enciende el motor.
5	REFLUZ VALVE TEST	Diagnóstico de la válvula de reflujo, se usa para probar la válvula de reflujo, éste abre y cierra la válvula de reflujo

19	PRESSURE PROBE TEST	Diagnóstico de presión, se usa para probar el sistema de vacío, con este se puede saber la presión actual del sistema
----	------------------------	---

NOTA: para ver el listado completo de las pruebas diagnósticos ver el manual del equipo.

¿Cómo realizar una prueba diagnóstico?

Para realizar una prueba diagnóstico, usamos la tecla “**DIAGNOSTICS**” que se encuentra en el panel de control. Es indispensable estar en el estado de inicio, presionamos la tecla “**DIAGNOSTICS**” y aparecerá el mensaje:

DIAGNOSTICS
Enter Test Number
Or ESCAPE to Exit

Ingresamos el número correspondiente a la prueba de diagnóstico que queremos probar y después **ENTER**, en ese momento el equipo mostrara en pantalla el nombre de la prueba que se desea realizar seguido del texto “*any key to continue*” presionamos una tecla y la prueba iniciara, en la pantalla se mostrara información correspondiente a cada prueba diagnóstico.

Para terminar la prueba diagnostico usamos el botón **ESCAPE** para terminarla en cualquier momento.

ANEXO D: Características equipos

Características generales del equipo *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation*

Este sistema de micro destilación fraccionada de alta eficiencia es una herramienta ideal para la obtención de compuestos en alta pureza y especial para utilizar en una amplia gama de materiales que sólo se encuentran en cantidades muy pequeñas. Las aplicaciones comunes incluyen:

- La destilación de petróleo crudo
- Destilación de petróleo
- Separaciones componentes con puntos de ebullición cercanos
- Destilación fraccionada de alta pureza
- Purificación de aceites esenciales
- Destilación a presiones reducidas

Características:

La mayor parte de los componentes son de vidrio y teflón. La columna posee una longitud de 20cm, 7 mm de diámetro y 30 platos teóricos (máximo en la atmósfera) las capacidades de alimento o capacidad de caldera son 10, 15, 25 ml.

El sistema de destilación opera manualmente

Este sistema *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation* es una herramienta muy poderosa para la separación de los componentes con puntos de ebullición cercanos. Las destilaciones al vacío se pueden realizar hasta un mínimo de 0,1 mm Hg. El sistema de recolección de vidrio especial permite que los receptores se cambien sin interrumpir la regulación de vacío.

Sistema de Regulación de vacío (VAC-1000):

Los compuestos que tienen puntos de ebullición muy altos o están sujetos a la degradación térmica deben ser destilados a presión reducida. La VAC-1000 es un completo sistema de vacío que puede proporcionar un vacío regulado a cualquier sistema de destilación. Cuenta con un sensor de presión, la válvula de control proporcional, el vacío del múltiple / trampa, también consta de una bomba mecánica de dos etapas, todo montado en una carreta para lograr una fácil maniobrabilidad en el laboratorio. La VAC-1000 se puede utilizar con columnas automatizadas o manuales.

Colectores de fracciones:

Este cuenta con cuatro colectores de fracción. El colector de fracciones está dispuesto de tal forma que para recoger las fracciones, no se tenga que interrumpir el vacío del sistema mientras se cambia de receptor.

Montaje:

B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation está montado en una estructura de bastidor abierto. La estructura abierta permite un fácil acceso a todas las áreas de la columna de destilación. La columna de destilación y los colectores se montan en la fracción del marco.

Baño de recirculación:

El equipo de destilación requiere refrigeración para el condensador de la columna. Por lo que se le adapta un baño de recirculación de refrigeración para un control más preciso de la temperatura del condensador.

Características generales del equipo *B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System*

El sistema de destilación fraccionada de alta eficiencia es una herramienta ideal para la purificación de forma automática o analizar una amplia gama de materiales. Las aplicaciones comunes incluyen:

- Reciclaje de solvente de alta pureza
- Reciclaje de disolventes de HPLC
- Reciclaje de disolventes GPC
- Reciclaje de disolventes generales de laboratorio
- Destilación de petróleo
- Purificación de solventes Destilación fraccionada de alta pureza
- Purificación de aceites esenciales
- Destilación al vacío
- Destilación de petróleo crudo

Características:

La mayor parte de los componentes son de vidrio y teflón. La columna posee una longitud de 90 cm, 21 mm de diámetro y 50 platos teóricos (máximo en la atmósfera) las capacidades de alimento o capacidad de caldera son 1 a 12 litros.

El sistema de destilación de operación automática

Este sistema de destilación spinning band es una herramienta muy poderosa para la separación de los componentes con puntos de ebullición cercanos. Las destilaciones al vacío se pueden realizar hasta un mínimo de 0,1 mm Hg. El sistema de recolección de vidrio especial permite que los receptores se cambien sin interrumpir la regulación de vacío.

M690 controlado por microprocesador.

El microprocesador reduce al mínimo la cantidad de tiempo requerido para cada operador de la destilación. Llame a su programa almacenado en una de las 19 ubicaciones de memoria disponible permitiendo que el microprocesador realice la destilación. Cada programa puede almacenar hasta ocho fracciones de destilación. Cada fracción tiene puntos de temperatura programables la apertura y cierre del corte, las tasas de calor, y los tiempos de equilibrio.

También se puede programar el final del proceso de destilación. El microprocesador permite una fácil edición de cada uno de los parámetros, mientras que la destilación está en curso.

Sistema de Regulación de vacío (VAC-1000)

Los compuestos que tienen puntos de ebullición muy altos o están sujetos a la degradación térmica debe ser destilados a presión reducida. La VAC-1000 es un completo sistema de vacío que puede proporcionar un vacío regulado a cualquier sistema de destilación. Cuenta con un sensor de presión, la válvula de control proporcional, el vacío del múltiple / trampa, también consta de una bomba mecánica de dos etapas, todo montado en una carreta para lograr una fácil maniobrabilidad en el laboratorio. La VAC-1000 se puede utilizar con columnas automatizadas o manuales.

Coletores de fracciones automático

Este cuenta con ocho colectores de fracción. El colector de fracciones está dispuesto de tal forma que para recoger las fracciones, no se necesita vigilancia ni se tenga que interrumpir el vacío del sistema mientras se cambia de receptor.

Montaje:

B/R Instrument 9600 High Efficiency Distillation System está montado en una estructura de bastidor dentro de un cubículo. La estructura brinda gran protección de todas las áreas de la columna de destilación.

Baño de recirculación:

El equipo de destilación requiere refrigeración para el condensador de la columna. Por lo que se le adapta un baño de recirculación de refrigeración para un control más preciso de la temperatura del condensador.

ANEXO E. Resultados relevantes

En las siguientes tablas se muestran los resultados más relevantes de este proyecto a escala de laboratorio y escala piloto, donde N=número de pico del compuesto, IR=índice de retención, INI=aceite inicial y Res=residuo

Tabla 19. Resultados prueba 3 a escala de laboratorio.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)						
			F1	F2	F3	F4	F5	F6	Res
1	953	Canfeno	1,2						
2	990	β -Mirceno	2,6						
3	1038	Limoneno	95,5	98,6	99,1	100	52,4	3,2	
4	1101	Linalol					2,32		
5	1179	Borneol					1,7		
6	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona					2,3		
7	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona					3,1	1,2	
8	1255	Carvona					34,9	83,4	42,3
9	1262	<i>cis</i> -Epóxido de Piperitona + Piperitona						2,1	1,5
10	1346	Piperitenona							3,6
11	1393	β -Bourbuneno						2,7	2,1
12	1396	β -Elemeno + β -Bourbuneno					1,4	2	3,1
13	1493	Biciclosesquifelandreno							34
14	1507	Biciclogermacreno + γ -Amorfeno							1,6

Tabla 20. Resultados prueba 4 a escala de laboratorio.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)					
			F1	F2	F3	F4	F5	Res
1	953	Canfeno						
2	981	1-Octen-3-ol + β -pineno						
3	990	β -Mirceno	1,4					
4	1038	Limoneno	97,6	98,0	98,8	76,6	7,25	
5	1048	<i>trans</i> - β -Ocimeno						
6	1101	Linalol					1,88	
7	1179	Borneol					2,7	
8	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona				1,1	3,6	
9	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona				1,3	4,8	

10	1255	Carvona				17,2	73,5	56,2
11	1262	cis-Epóxido de Piperitona + Piperitona					1,4	1,8
12	1346	Piperitenona						2,9
13	1393	β -Bourbuneno					2,7	3,1
14	1396	β -Elemeno + b-Bourbuneno					1,2	3,9
15	1473	9 -epi-trans-Cariofileno + γ -Muuroleno						1,7
16	1493	Biciclosesquifelandreno						26,8

Tabla 21. Resultados prueba 5 a escala de laboratorio.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)		
			F1	F2	Res
1	990	β -Mirceno	1,0		
2	1038	Limoneno	92,2	53	1,1
3	1101	Linalol		2,1	
4	1179	Borneol		1,1	
5	1255	Carvona	3,1	34,2	55,9
6	1262	cis-Epóxido de Piperitona + Piperitona			2
7	1346	Piperitenona			1,8
8	1393	β -Bourbuneno			4,5
9	1396	β -Elemeno + b-Bourbuneno		2,6	3
10	1473	9 -epi-trans-Cariofileno + γ -Muuroleno			1,3
11	1493	Biciclosesquifelandreno			20,9
12	1507	Biciclogermacreno + γ -Amorfenol			1,1

Tabla 22. Balance de masa prueba 5.

MUESTRA	Peso (g)
Inicial	17
1	6,78
2	7,33
Residuo	1,27
Perdidas	1,62

Tabla 23. Resultados prueba 6 a escala de laboratorio.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)			
			F1	F2	F3	Res
1	990	β -Mirceno	1,2			
2	1038	Limoneno	95,1	21,6	1,43	
3	1101	Linalol		2,1		
4	1179	Borneol		1,3		
5	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona		2,7	1,1	
6	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona		8,5	3,3	
7	1255	Carvona	1,37	52,2	69,7	43
8	1262	<i>cis</i> -Epóxido de Piperitona + Piperitona		1,2	1,7	1,4
9	1346	Piperitenona			1,1	2,47
10	1396	β -Elemeno + b-Bourbuneno				29
11	1429	β -Ylangeno			4,1	
12	1493	Biciclosesquifelandreno			8,7	29,3
13	1507	Biciclogermacreno + γ -Amorfeno				1,9

Tabla 24. Balance de masa prueba 6.

MUESTRA	Peso (g)
Inicial	17
1	5,21
2	0,91
3	5,08
Residuo	3,74
Perdidas	2,07

Tabla 25. Resultados prueba 7 a escala de laboratorio.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)			
			F1	F2	F3	Res
1	990	β -Mirceno	1,3			
2	1038	Limoneno	96,7	12,1	5,9	
3	1179	Borneol		1		
4	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona		1,1		
5	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona		2,2		
6	1255	Carvona		65,9	63,4	7,9
7	1262	<i>cis</i> -Epóxido de Piperitona + Piperitona		1,6	1,7	

8	1346	Piperitenona		1	2,6	2,8
9	1393	β -Bourbuneno			2,5	1,1
10	1396	β -Elemeno + β -Bourbuneno		3,1	1,7	2,5
11	1473	9 - <i>epi-trans</i> -Cariofileno + γ -Muuroleno				1,5
12	1493	Biciclosesquifelandreno		5,2	13,8	50,5
13	1507	Biciclogermacreno + γ -Amorfeno				2,8
14	1526	δ -Amorfeno				1,2

Tabla 26. Balance de masa prueba 7.

MUESTRA	Peso (g)
Inicial	15
1	3,53
2	4,55
3	4,75
Residuo	1,11
Perdidas	1,07

Tabla 27. Resultados prueba 4 a escala Piloto.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)			
			F1	F2	F3	Res
1	990	β -Mirceno	1,2			
2	1038	Limoneno	93,4			
3	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona		2	1,5	
4	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona		3,5	2,7	
5	1255	Carvona	1,4	79,4	83,4	53,6
6	1262	<i>cis</i> -Epóxido de Piperitona + Piperitona		2	2,2	1,8
7	1306	No identificado				4,3
8	1346	Piperitenona				3,2
9	1393	β -Bourbuneno		3,6	3,6	2,4
10	1396	β -Elemeno + β -Bourbuneno				1,4
11	1493	Biciclosesquifelandreno		1,7		16,8

Tabla 28. Balance de masa prueba 4 a escala piloto.

Fracción	Peso (g)
Inicial	938,13
1	379,04
2	80,88
3	54,39
Residuo	353,45
Perdidas	70,37

Tabla 29. Resultados prueba 6 a escala Piloto (redestilacion).

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)					
			INI	F1	F2	F3	F4	RES
4	1038	Limoneno		27,1				
6	1101	Linalol		2,2	1,1			
8	1179	Borneol		1,1	1,2			
9	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona	1,5	2,9	3	1,4		
10	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona	2,5	5,9	5,6	2,3		
	1240	No identificado	1,6			1,3	2,9	1,7
11	1255	Carvona	74,2	50,8	77,9	83,4	78,0	21,5
12	1262	<i>cis</i> -Epóxido de Piperitona + Piperitona	2,1	1,1	1,7	2,3	3,2	1,3
14	1346	Piperitenona	1,3				1,1	9,9
15	1393	β -Bourbuneno	3,1	2,2	3,5	4,1	2,9	2,1
16	1396	β -Elemeno + β -Bourbuneno	1,2				2,1	2,9
18	1441	β -Copaeno						1,2
19	1455	<i>trans</i> - β -Farnaseno + allo-Aromadendreno						3,3
20	1473	9 - <i>epi-trans</i> -Cariofileno + γ -Muuroleno						2,8
21	1493	Biciclosesquifelandreno	5,5				1,9	40,2
23	1526	δ -Amorfeno						1,3

Tabla 30. Balance de masa prueba 6 a escala piloto.

Fracción	Peso (g)
Inicial	938,13
1	379,04
2	80,88
3	54,39
Residuo	353,45

Tabla 31. Resultados prueba 7 a escala Piloto.

N	IR	Compuesto	Fracciones (F) <i>Lippia alba</i> (%)							
			F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	Res
1	953	Canfeno	1,5							
2	990	β -Mirceno	2,2	1,1						
3	1038	Limoneno	92,5	97,7	16,9	1,9				
4	1101	Linalol			1.1					
5	1203	<i>cis</i> -Dihidro carvona			1,3	1,2				
6	1211	<i>trans</i> -Dihidro carvona			4,1	3,9	2,6			
7	1231	No identificado							1,3	1,5
8	1240	No identificado						2,66	3,5	
9	1255	Carvona			67,2	82,8	86,4	83,3	71,7	16,
10	1262	<i>cis</i> -Epóxido de Piperitona + Piperitona			1,6	1,9	2,2	3,19	3,2	14,6
11	1346	Piperitenona							4,2	
12	1393	β -Bourbuneno			1,6	2,0	2,1	1,70	1,7	1,1
13	1396	β -Elemeno + b-Bourbuneno							1,4	
14	1455	<i>trans</i> - β -Farnaseno + allo-Aromadendreno								1,5
15	1473	9 - <i>epi-trans</i> -Cariofileno + γ -Muuroleno								1,7
16	1493	Biciclosesquifelandreno						1,21	4,5	34,7
17	1526	δ -Amorfeno								1,2
18	1601	No identificado								1,3
19	1711	No identificado								1,2

Tabla 32. Balance de masa prueba 7 a escala piloto.

CORTE	Peso (g)
Inicial	974,22
1	14,61
2	305
3	47,61
4	91,41
5	295,33
6	44,23
7	24,37
residuo	124,78

ANEXO F: Relación de costos para la producción de Limoneno y Carvona

Tabla 33. Costos unitarios

ITEM	Valores unitarios
Kw/H	\$ 280
Envases	\$1.150
Kg AE	127.757
Margen de ganancia	10%
Inflación	2,58%
Salario Auxiliar	\$ 1.134.800

Tabla 34. Cantidades consumo y producción.

ITEM	Total Año
Materia Prima(kg)	864
Limoneno (kg)	276
Carvona (kg)	434
Total productos (kg)	710
Energía consumida (Kw/h)	12.096
Envases	710

Tabla 35. Valor inversión.

Descripción	Valor (\$)
Equipo de desalación fraccionada	\$ 76.798.143,20
Baño de refrigeración.	\$ 4.735.000,00
Inversión total	\$ 81.533.143,20

Tabla 36. Costos de operación

Descripción	Valor Anual (\$)
Materia prima	110.382.048,00
Energía	3.386.880,00
Aseo	288.000,00
Envases	816.500,00
Salario Auxiliar (anual)	20.675.208,00
Mantenimiento	500.000,00
Imprevistos	420.000,00
Costo total producción	136.468.636,00

Tabla 37. Costos totales

Descripción	Valor (\$)
Gastos de inversión	81.533.143,20
Costos de operación anuales	136.468.636,00

Tabla 7. Resumen de costos.

ITEM	Valor anual (\$)
Costo de inversión	81.533.143,20
Gastos totales de producción	136.468.636,00
Ganancia anual	27.177.714,40
Ganancia anual + gastos totales de producción	163.646.350,40
PRECIO DE VENTA (kg)	230.355,86