

**INSTALACIÓN Y PUESTA EN MARCHA DE LA PLANTA DE DESTILACIÓN DE
ACEITES ESENCIALES EN EL MUNICIPIO DE SUCRE (SANTANDER):
ESTUDIO DEL EFECTO DE DIFERENTES VARIABLES SOBRE EL
RENDIMIENTO Y COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE *Thymus
vulgaris* L. OBTENIDO POR ARRASTRE CON VAPOR**

**CARLOS ALBERTO CÁRDENAS DELGADO
VÍCTOR YESID PÉREZ CALAO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2011

**INSTALACIÓN Y PUESTA EN MARCHA DE LA PLANTA DE DESTILACIÓN DE
ACEITES ESENCIALES EN EL MUNICIPIO DE SUCRE (SANTANDER):
ESTUDIO DEL EFECTO DE DIFERENTES VARIABLES SOBRE EL
RENDIMIENTO Y COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE *Thymus
vulgaris* L. OBTENIDO POR ARRASTRE CON VAPOR**

**CARLOS ALBERTO CÁRDENAS DELGADO
VÍCTOR YESID PÉREZ CALAO**

**Trabajo de grado presentado como requisito
parcial para optar el título de Químico**

Directores:

Elena E. Stashenko, Química, Ph.D.

Jairo René Martínez Morales, Químico, Ph.D.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2011

Dedicatoria:

*A las personas más maravillosas del universo,
a quienes amo con todo mi corazón:
Mis Papitos Yolanda y Alberto
y mis hermanas,
Jenny y Paola.*

Carlos Alberto Cárdenas Delgado

Dedicatoria:

*A mi padre, quien a pesar de la distancia siempre me
deseó lo mejor, e hizo de mis anhelos los suyos.
A mi madre por su infinito amor, por sus oraciones
para verme culminar esta etapa de mi vida,
por esa alegría que sintió al escuchar
¡lo hice!*

Victor Yesid Pérez Calao

AGRADECIMIENTOS

A Dios.

A los Doctores, Elena E. Stashenko y Jairo R. Martínez, por su orientación y sus enseñanzas, no solo para este proyecto, sino también para la vida.

A mis padres y hermanitas, por su amor, paciencia, y por brindarme todo lo necesario para alcanzar mis metas.

A Camilo por su dedicación y asesoramiento, en cada una de las etapas de este proyecto.

A mi morchita Nohora, por su cariño y por tener siempre palabras de apoyo y compañía, aun en la distancia.

A todos mis amigos del laboratorio, en especial, Mónica, Néstor, Carlos Rueda, Carlos Ruiz y Gina, por todos sus consejos.

A las eminencias Bochi, Jorge, Diana, y en especial a mi hermano Leo, por su compañía en estos años de mi vida.

A los campesinos de la asociación de cultivadores del municipio de Sucre (Santander), principalmente a Doña Teresa por su hospitalidad.

A GENIVAM y al Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, por todos los recursos brindados durante el proyecto.

A todas las personas que de una u otra forma contribuyeron en la realización de este proyecto.

Carlos Alberto Cárdenas Delgado

AGRADECIMIENTOS

La presente tesis es un logro que nace del esfuerzo colectivo donde participaron varias personas opinando, construyendo, desarmando, dando aplausos, regaños, acompañando en las risas, en los llantos y siendo pacientes.

Agradezco inmensamente, desde lo más profundo de mi corazón, a la Doctora Elena Stashenko por haber confiado en mí, por la paciencia que sólo tienen quienes creen en el otro, por enseñarme hasta donde se es capaz de llegar teniendo el poder del conocimiento, por su apoyo incondicional en todas las etapas de mi vida vividas en la Universidad, por su crítica que inmediatamente despierta el deseo de imitarla, por ese cariño que se convirtió en escudo y por despertar en mí ese gusto por conocer el mundo.

Al Doctor Jairo René Martínez por sus aportes y apuntes siempre adecuados, por su confianza, por ser capaz de leer el lenguaje ingenieril a través de la ciencia pura.

Al Doctor Jaime Alberto Camacho Pico y al Ingeniero Iván Augusto Rojas por la oportunidad y el apoyo brindado, que me permitieron culminar mis estudios.

A Camilo por su gran colaboración y dedicación en el desarrollo de este trabajo.

A GENIVAM, al Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, a la Asociación de Campesinos del Municipio de Sucre, Santander por su acompañamiento en todo este proceso de investigación.

Gracias también a mis padres y hermanos que desde la distancia y expectativos siempre me acompañaron en esta gran aventura.

A Katherine, por su bella y siempre transparente amistad, a todos mis queridos compañeros, y a todas las personas que directa o indirectamente se involucraron para culminar este esfuerzo que se traduce en esta tesis. Gracias a todos.

Victor Yesid Pérez Calao

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	22
1. ANÁLISIS DE LA LITERATURA	25
1.1 ACEITES ESENCIALES	25
1.2 MÉTODOS INDUSTRIALES DE OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES	27
1.2.1 Destilación con agua (hidrodestilación)	28
1.2.2 Destilación por arrastre con vapor	28
1.2.3 Destilación con agua- vapor	30
1.3 EQUIPO DE DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR	30
1.3.1 Generador de vapor	30
1.3.2 Alambique	31
1.3.3 Cuello de cisne	33
1.3.4 Condensador	34
1.3.5 Separador de aceite esencial	36
1.4 COMERCIO DE LOS ACEITES ESENCIALES	37
1.5 ESPECIE VEGETAL <i>Thymus vulgaris</i> L.	39
2. CIENCIOMETRIA.	42
2.1 RELACIÓN AÑO – NÚMERO DE PUBLICACIONES	43
2.2 RELACIÓN ÁREA DE ESTUDIO – NÚMERO DE PUBLICACIONES	45
3. METODOLOGÍA.	46
3.1 INSTALACIÓN DE LA PLANTA DE DESTILACIÓN DE ACEITES ESENCIALES	47
3.1.1 Generador de vapor	47
3.1.1.1 Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación y funcionamiento de la caldera	48

3.1.2	Suavizador de agua	49
3.1.2.1	Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación del suavizador	50
3.1.3	Tanque de condensados	51
3.1.3.1	Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación del tanque de condensados	51
3.1.4	Quemador de ACPM	52
3.1.4.1	Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación del quemador.	52
3.1.5	Destilador (alambique y cuello de cisne)	53
3.1.5.1	Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del destilador (alambique y cuello de cisne)	54
3.1.6	Distribuidor de vapor	55
3.1.6.1	Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del distribuidor de vapor	55
3.1.7	Condensador	56
3.1.7.1	Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del condensador	56
3.1.8	Sistema de refrigeración del condensador	57
3.1.8.1	Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del sistema de refrigeración	58
3.2	OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES	58
3.2.1	Recolección del material vegetal y su tratamiento previo.	58
3.2.2	Extracción	60
3.3	ESTUDIO DE LAS VARIABLES QUE AFECTAN EL RENDIMIENTO Y LA COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE <i>Thymus vulgaris</i> L.	61
3.3.1	Diseño experimental	61
3.3.2	Análisis estadístico y encaje de modelos polinómicos a los datos experimentales.	63

3.3.3	Optimización del modelo y validación.	64
3.4	ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO	64
3.4.1	Preparación de muestras para el análisis por GC-MS y GC-FID	64
3.4.2	Análisis por GC-MS	64
3.4.3	Análisis por GC-FID	65
4.	RESULTADOS	67
4.1	OBTENCIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES DE <i>Thymus vulgaris</i> L.	69
4.2	ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO	71
4.2.1	Análisis de los aceites esenciales de <i>Thymus vulgaris</i> L.	71
4.3	EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE <i>Thymus vulgaris</i> L., OBTENIDO POR ARRASTRE CON VAPOR.	76
4.3.1	Determinación de las condiciones óptimas para la extracción del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L. por el método de arrastre con vapor.	77
5.	CONCLUSIONES	82
6.	RECOMENDACIONES	84
6.	BIBLIOGRAFÍA	85

LISTADO DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Principales métodos de extracción de aceites esenciales.	29
Figura 2. Generador de vapor marca Teknik, instalado en el municipio de Sucre (Santander).	30
Figura 3. Esquema de un extractor tradicional.	31
Figura 4. Difusor de vapor.	32
Figura 5. Cuellos de cisne utilizados en equipos de extracción.	33
Figura 6. Condensador de serpentín.	34
Figura 7. Condensador de tubos y carcaza.	35
Figura 8. Separadores de aceites esenciales y condensados.	37
Figura 9. Planta de <i>Thymus vulgaris</i> L., cultivos en el municipio de Sucre (Santander).	40
Figura 10. Número de publicaciones científicas sobre el método de arrastre con vapor realizadas durante los años 1878-2011. Base de datos <i>Scopus</i> (<i>Elsevier</i> , B.V., 2011), ecuación de búsqueda: <i>All.</i> Palabra-clave: “ <i>Steam distillation</i> ”.	43
Figura 11. Número de publicaciones científicas sobre <i>Thymus vulgaris</i> L. realizadas durante los años 1878-2011. Base de datos <i>Scopus</i> (<i>Elsevier</i> , B.V., 2011) ecuación de búsqueda: <i>All.</i> Palabra-clave: “ <i>Thymus vulgaris</i> ”.	44
Figura 12. Número de publicaciones científicas sobre <i>Thymus vulgaris</i> L. y la técnica de arrastre con vapor, realizadas durante los años 1996-2011. Base de datos <i>Scopus</i> (<i>Elsevier</i> , B.V., 2011) ecuación de búsqueda: <i>All.</i> Palabras-clave: “ <i>Steam distillation</i> ” y “ <i>thymus vulgaris</i> ”.	44

Figura 13.	Número de publicaciones científicas sobre <i>Thymus vulgaris</i> L. y la técnica de arrastre con vapor, en relación con el área de estudio, realizadas durante los años 1996-2011. Base de datos <i>Scopus</i> (Elsevier, B.V., 2011) ecuación de búsqueda: <i>All</i> . Palabras-clave: “ <i>Steam distillation</i> ” y “ <i>thymus vulgaris</i> ”.	45
Figura 14.	Diagrama de flujo para el desarrollo experimental del trabajo.	46
Figura 15.	Generador de vapor instalado en el municipio de Sucre (Santander) marca Tecnik de 6 BHP.	48
Figura 16.	Suavizador de agua instalado en Sucre (Santander).	49
Figura 17.	Problemas de obstrucción en la tubería.	50
Figura 18.	Tanque de condensados instalado en el municipio de Sucre (Santander).	51
Figura 19.	Reparaciones realizadas en el quemador de ACPM instalado en el municipio de Sucre (Santander).	52
Figura 20.	Pruebas de encendido quemador de ACPM instalado en el municipio de Sucre (Santander).	53
Figura 21.	Destilador: Alambique y cuello de cisne instalado en el municipio de Sucre (Santander).	54
Figura 22.	Distribuidor de vapor instalado en el municipio de Sucre (Santander).	55
Figura 23.	Condensador de vapor de haz de tubos instalado en el municipio de Sucre (Santander).	56
Figura 24.	Sistema de refrigeración instalado en el municipio de Sucre (Santander).	57
Figura 25.	Caney para secado de material vegetal instalado en el municipio de Sucre (Santander).	59

Figura 26.	Picadora para material vegetal instalada en el municipio de Sucre (Santander).	60
Figura 27.	Cromatógrafo de gases <i>Agilent Technologies 6890 Plus Series GC System</i> acoplado a un detector selectivo de masas <i>Agilent Technologies 5973 Network</i> .	66
Figura 28.	Cromatógrafo de gases de alta resolución <i>Agilent Technologies 6890N</i> , con detector de ionización en llama (FID).	66
Figura 29.	Material vegetal de <i>Rosmarinus officinalis</i> , usado para extracciones de prueba en el municipio de Sucre (Santander).	67
Figura 30.	Planta de extracción de AE, instalada y puesta en marcha en el municipio de Sucre (Santander).	68
Figura 31.	Filtración del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L. en el municipio de Sucre (Santander).	69
Figura 32.	Aceites esenciales de <i>Thymus vulgaris</i> L. obtenidos en cada uno de los experimentos.	71
Figura 33.	Cromatograma típico obtenido por GC-MS del AE de <i>Thymus vulgaris</i> L., obtenido por el método de arrastre con vapor. Columna DB-5MS (60 m). <i>Split</i> 1:30. MSD (EI, 70 eV).	72
Figura 34.	Respuesta experimental ($W_{AE} * A_{cm}$) para la extracción del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L. por el método de arrastre con vapor Vs los valores obtenidos según el modelo matemático, al aplicar el diseño factorial 2^3 más estrella.	79

LISTADO DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Norma ISO 14715: Contenido de timol en el aceite esencial de tomillo, tipo español.	41
Tabla 2. Diseño experimental factorial 2^3 más estrella empleado para evaluar el efecto del tamaño de partícula, el secado del material vegetal y la densidad de carga, sobre el rendimiento de extracción y la composición del AE de <i>Thymus vulgaris</i> L.	62
Tabla 3. Rendimientos de extracción de los aceites esenciales de <i>Thymus vulgaris</i> L., obtenidos en los diferentes experimentos correspondientes al diseño experimental factorial $2^3 +$ estrella.	70
Tabla 4. Cantidad relativa (%) e identificación de los principales compuestos encontrados en el aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L. obtenidos por el método de arrastre con vapor.	73
Tabla 5. Áreas cromatográficas totales y áreas cromatográficas de los compuestos mayoritarios obtenidas mediante el análisis por GC-FID en los experimentos según el diseño experimental.	75
Tabla 6. Resultados obtenidos al aplicar el diseño factorial 2^3 más estrella al estudio del proceso de extracción de aceites esenciales de la especie <i>Thymus vulgaris</i> . Datos del observable normalizado.	76
Tabla 7. Análisis de varianza (ANOVA, método de Yates) para la respuesta del diseño experimental implementado al estudio de la extracción del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L., por el método de arrastre con vapor.	77
Tabla 8. Ecuaciones obtenidas en el proceso de optimización.	78

Tabla 9. Datos de validación del modelo matemático obtenido para la extracción del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> por el método de arrastre con vapor.	79
Tabla 10. Coeficientes de la ecuación polinómica ajustada al modelo matemático para las variables de humedad retirada (% p/p) y densidad de carga (kg/m^3), en la extracción del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L. por el método de arrastre con vapor.	80
Tabla 11. Valores óptimos de las variables empleadas en el proceso de extracción del aceite esencial de <i>Thymus vulgaris</i> L. por el método de arrastre con vapor.	80
Tabla 12. Cantidad de aceite (kg) esencial obtenida por hectárea (ha) de cultivo y concentración (g/kg) de sus componentes mayoritarios.	81

ABREVIATURAS, SIGLAS Y ACRÓNIMOS.

% p/p	Porcentaje peso a peso.
°C	Grado (s) Celsius.
μL	Microlitro (s).
μm	Micrómetro.
A_{CM}	Área cromatográfica de los componentes mayoritarios
ACPM	Aceite combustible para motores.
ACRESS	Asociación Municipal de Usuarios Campesinos el Retiro Veredas Aledañas Sucre Santander.
AE	Aceite esencial.
BHP	<i>Brake Horse power</i> (Potencia al freno).
BHT	Butilhidroxitolueno.
BPM	<i>Business process management</i> (Buenas prácticas de manufactura).
CENIVAM	Centro Nacional de Investigaciones para la Agroindustrialización de Especies Vegetales Aromáticas Medicinales Tropicales.
CIBIMOL	Centro de investigación en Biomoléculas.
cm	Centímetro (s).
e.g.	<i>exempli gratia</i> (Por ejemplo).
EE. UU.	Estados Unidos.
EI	Energía de ionización; <i>Electron impact</i> (impacto de electrones), según el contexto.
eV	Electrón-voltios.
FID	<i>Flame ionization detector</i> (Detector de ionización en llama).
g	Gramo(s).

GC	<i>Gas chromatograph (y)</i> (Cromatografía de gases o cromatógrafo de gases, según el contexto).
GC-FID	<i>Gas Chromatograph(y) - Flame Ionization Detector</i> (Cromatografía de gases acoplada a Detector de ionización en llama o Cromatógrafo de gases acoplada a Detector de ionización en llama, según el contexto).
GC-MS	<i>Gas chromatograph(y) - mass spectrometry</i> (Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas o Cromatógrafo de gases acoplada a espectrometría de masas).
h	Hora.
i.e.	<i>id est</i> (esto es; es decir).
kg	Kilogramo.
kPa	Kilopascal (es).
L	Litro.
lb	libra.
LOF	<i>Lack of fit</i> (Falta de ajuste).
m	Metro(s).
m/z	Relación masa – carga.
m³	Metro(s) cubico(s).
MADR	Ministerio de Agricultura y desarrollo Rural.
min	Minuto(s).
mL	Mililitro(s).
mm	Milímetro (s).
MS	Espectrometría de masas, espectro (s) de masas o espectrómetro de masas, según el contexto.
MSD	<i>Mass selective detector</i> (Detector selectivo de masas).
psi	<i>Pounds per square inch</i> (Libra por pulgada cuadrada).

R²	Coeficiente de correlación.
s	Segundo (s).
TIC	Corriente iónica total.
t_R	Tiempo de retención (min).
UIS	Universidad Industrial de Santander.
V	Voltio (s).
W	Vatio (s).
W_{AE}	Cantidad de aceite esencial.

RESUMEN

TITULO: INSTALACIÓN Y PUESTA EN MARCHA DE LA PLANTA DE DESTILACIÓN DE ACEITES ESENCIALES EN EL MUNICIPIO DE SUCRE (SANTANDER): ESTUDIO DEL EFECTO DE DIFERENTES VARIABLES SOBRE EL RENDIMIENTO Y COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE *Thymus vulgaris* L. OBTENIDO POR ARRASTRE CON VAPOR^I.

AUTORES: CARLOS ALBERTO CÁRDENAS DELGADO
VÍCTOR YESID PÉREZ CALAO^{II}

PALABRAS CLAVES: Aceite esencial, destilación por arrastre con vapor, *Thymus vulgaris*, Diseño Central Compuesto, GC-MS/FID.

Con la realización del presente Trabajo, se logró la instalación satisfactoria de una planta industrial de extracción de aceites esenciales por el método de arrastre con vapor, en el municipio de Sucre en el Departamento de Santander.

Se estudiaron los efectos del tamaño de partícula (cm), densidad de carga (kg/m^3) y pérdida de humedad (% p/p), empleando un diseño experimental 2^3 + estrella, donde las variables de respuesta fueron las áreas cromatograficas de los componentes mayoritarios en el aceite esencial y los rendimientos de extracción. Las mejores condiciones de extracción de aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por arrastre con vapor fueron: tamaño de partícula = 10 cm; humedad retirada = 30% (p/p); densidad de carga = 192 kg/m^3 las cuales proporcionaron una mejor calidad del aceite esencial, en términos de la cantidad del timol y rendimiento del aceite esencial por hectárea de cultivo.

En el aceite de *Thymus vulgaris* L., obtenido bajo los parámetros óptimos de extracción, se identificaron 29 metabolitos secundarios volátiles y semivolátiles en cantidades relativas mayores al 0,3%, entre los cuales los mayoritarios fueron timol (64%), *p*-cimeno (19%) y γ -terpineno (17%).

El aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., obtenido presentó una alta concentración de timol, haciéndolo un producto competitivo comparado con los parámetros de calidad descritos en la norma ISO 14715.

^I Trabajo de grado.

^{II} Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Directores, Elena Stashenko y Jairo René Martínez.

ABSTRACT

TITLE: INSTALLATION AND OPERATION OF A DISTILLATION PLANT OF ESSENTIAL OILS IN THE MUNICIPALITY OF SUCRE (SANTANDER): STUDY THE EFFECT OF DIFFERENT VARIABLES ABOUT THE ESSENTIAL OIL *Thymus vulgaris* L. PERFORMANCE AND COMPOSITION OBTAINED BY STEAM DISTILLATION^{III}

AUTHORS: CARLOS ALBERTO CÁRDENAS DELGADO
VÍCTOR YESID PÉREZ CALAO^{IV}

KEY WORDS: Essential Oil, steam distillation, *Thymus vulgaris*, Central composite design, GC-MS/FID.

With the execution of this project, it was possible the successful installation of an industrial plant of essential oil extraction by steam distillation method, in the municipality of Sucre in Santander department.

The effects of particle size (cm), charge density (kg/m³) and humidity loss (% w / w), were studied using an experimental design 2³ plus star, where the response variables were the chromatographic areas of major compounds in the essential oil and the extraction performance. The best conditions of *Thymus vulgaris* L. essential oil extraction by steam distillation were: particle size = 10 cm; humidity removed = 30% (p/p), charge density = 192 kg/m³ which provided the best essential oil quality in terms of thymol amount and essential oil performance per hectare of crop.

In the *Thymus vulgaris* L. essential oil obtained under the optimal parameters of extraction, were identified 29 volatile secondary and semi-volatile metabolites in relative amounts larger than 0.3%, including the majority were thymol (64%), *p*-cymene (19%) and γ -terpinene (17%).

The *Thymus vulgaris* L. essential oil obtained presented a high concentration of thymol, making it a competitive product compared to quality parameters described in ISO 14715.

^{III} Graduation Project.

^{IV} Science Faculty, School of Chemistry. Directors, Elena Stashenko and Jairo René Martínez.

INTRODUCCIÓN

Tradicionalmente las plantas aromáticas y medicinales han sido utilizadas por el hombre en diferentes aspectos de la vida cotidiana, ya sea como medicamento natural, alimento, agente conservante, artículo de limpieza personal, o simplemente como arreglo ornamental y aromatizante. Este conocimiento popular ha experimentado cambios a través del tiempo, evolucionando en lo que se conoce como la agroindustria de los productos naturales, que tienen múltiples aplicaciones en las industrias de alimentos, cosmética y farmacéutica, entre otras.

Un aspecto que ha incidido notablemente en el desarrollo de la agroindustria de plantas aromáticas y medicinales es su crecimiento mundial que, en los últimos 15 años, ha experimentado debido a un mayor consumo y la utilización de productos de origen natural exclusivamente. En la actualidad, las plantas aromáticas aportan materia prima importante para la elaboración de una variada gama de productos en diferentes áreas, e.g., farmacéutica, cosmética, alimentos, etc. Al mismo tiempo que crece la demanda por lo natural, se ha incrementado el interés por conocer y entender el comportamiento de especies vegetales en diferentes ambientes de crecimiento [20].

Colombia es un país con una inmensa riqueza biológica, que ofrece una amplia variedad de posibilidades para la explotación adecuada de sus recursos naturales a escala agroindustrial. Para lograr esto, es necesario desarrollar investigaciones en áreas sociales, económicas y tecnológicas, con el fin de ofrecer una alternativa a las personas interesadas en desarrollar este tipo de industria y, de esta forma, obtener un producto que sea competitivo en los mercados nacional e internacional. Las plantas aromáticas podrían ser una de las tantas posibilidades que existen en

nuestro país para generar industria y, más específicamente, para su aprovechamiento para extraer aceites esenciales (AE). Los AE son mezclas de compuestos orgánicos, producto del metabolismo secundario de las plantas, y se emplean para la elaboración de mezclas saborizantes, aromatizantes, licores, perfumes, artículos de aseo, para enmascarar el olor de pinturas y caucho, en la síntesis orgánica fina y como materia prima para la elaboración de productos farmacéuticos, entre otras aplicaciones [2].

Este trabajo forma parte del programa del Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural (MADR) “Fortalecimiento y aumento de la competitividad de la cadena productiva nacional de aceites esenciales y productos derivados” y del macroproyecto “Fortalecimiento de las unidades productivas de aceites esenciales de climas templado y frío y productos de valor agregado en Santander”, financiado por el (MADR), ejecutado por el Laboratorio de Cromatografía, CIBIMOL-CENIVAM, de la Universidad Industrial de Santander. El presente trabajo de investigación se realizó en la vereda El Retiro del corregimiento La Pradera del municipio de Sucre Departamento de (Santander), donde se instaló la planta industrial de extracción de aceites esenciales y donde se encuentran las plantaciones de tomillo (*Thymus vulgaris* L.), -que se empleó para el desarrollo de este proyecto-, y fue cultivado por la Asociación Municipal de Usuarios Campesinos el Retiro Veredas Aledañas Sucre Santander -ACRESS-, bajo la supervisión técnica del Laboratorio de Cromatografía y CIBIMOL-CENIVAM.

El municipio de Sucre (Santander), y sus alrededores, es una zona en la que hicieron presencia grupos al margen de la ley. La influencia de este fenómeno, marcado por los cultivos ilícitos, dejó en la población un desinterés por encontrar otras fuentes generadoras de recursos financieros que no tuviesen relación con dichos cultivos o la ya tradicional producción de lácteos a nivel artesanal. En este sentido, la ausencia de alternativas de trabajo y de nuevas cadenas de producción generó un desplazamiento hacia las grandes ciudades en búsqueda de mejores

opciones de calidad de vida, lo que provocó un desbalance socioeconómico en la población campesina de este sector del Departamento de Santander [24].

El tomillo, que fue la planta aromática elegida para esta investigación, posee una serie de propiedades que justifican su elección como insumo para la obtención de su AE a nivel industrial. Las hojas y sumidades de la planta se usan por sus propiedades estimulantes, antiespasmódicas, cicatrizantes, antioxidantes y como condimento. En uso interno, en forma de infusión, extracto fluido o jarabe compuesto, se utiliza en las afecciones de las vías respiratorias, tos ferina y catarrros, en trastornos gastrointestinales como vermífugo. En uso externo, como vulnerario, desinfectante y cicatrizante, en decocción concentrada y en linimentos y baños tonificantes, así como en pomadas, lociones, etc., usadas en dermatología y cosmética. En alimentación y culinaria se utiliza principalmente como condimento [15].

La extracción del aceite esencial a partir de plantas aromáticas, como es el caso del tomillo (*Thymus vulgaris* L.), implica necesariamente tener un conocimiento amplio sobre el proceso de su extracción. Este conocimiento se fue ampliamente enriquecido con el aporte técnico-científico que deja el desarrollo de este proyecto.

En el presente trabajo se describe la instalación y puesta en marcha de la planta de destilación de aceites esenciales en la vereda El Retiro del corregimiento La Pradera del municipio de Sucre (Santander); se logró su correcto funcionamiento para el desarrollo articulado de la cadena productiva de los aceites esenciales en esta parte del territorio colombiano. Adicionalmente, se determinaron las mejores condiciones para la extracción de aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., aplicando un diseño experimental factorial 2^3 más estrella y realizando su respectivo análisis estadístico, enfocado en la obtención de un rendimiento más alto de extracción y una mejor calidad del aceite, en términos de su cantidad y aislamiento de componentes mayoritarios, i.e., *p*-cimeno, γ -terpineno y timol.

1. ANÁLISIS DE LA LITERATURA.

1.1 ACEITES ESENCIALES

Un aceite esencial o esencia es una mezcla compleja de sustancias químicas que forman parte del metabolismo secundario de las plantas aromáticas; el cual es extraído mediante destilación con arrastre con vapor de agua o hidrodestilación y se encuentra compuesto generalmente por terpenos que están asociados o no a otros componentes, la mayoría de ellos volátiles, que evocan en conjunto, la fragancia de la planta origen [2, 7, 19, 20].

Metabolismo de la planta: Este es el concepto más importante a tener en cuenta cuando se trabaja con esencias, ya que al tratarse de un alcaloide, de un flavonoide o de un azúcar, se está mencionando un producto puro, químicamente definido y con una fórmula característica. Por el contrario, cuando se trata de una esencia, debe tenerse presente que se está mencionando una mezcla de productos aislados en una proporción y con una composición muy variable que depende de varios factores. Generalmente, no es un solo metabolito el que compone el aceite esencial, sino una mezcla. Todos los componentes de esta mezcla, en condiciones normales de temperatura y presión, son productos volátiles, pero también pueden tener en común su solubilidad en determinado solvente [2, 5, 7].

Otro aspecto importante, que debe tenerse en cuenta, es que siendo una parte del metabolismo de una planta, la composición química de un aceite esencial está en constante cambio, con proporciones variables de sus constituyentes o

transformándose unos en otros, según la parte de la planta, el momento de su desarrollo o el momento del día, entre otros [2, 20].

Composición: Como parte del complejo metabolismo de una planta, los aceites esenciales abarcan una gama muy variada de constituyentes. Normalmente, asociados a los monoterpenos y sesquiterpenos, aparecen también en su composición ésteres, alcoholes, aldehídos, cetonas, acetales, fenoles, glicósidos, ceras, hidrocarburos lineales, ácidos grasos, alcaloides, cumarinas y esteroides. En la actualidad, con el avance de nuevas tecnologías e instrumental en el campo de las ciencias de la separación, se ha ido conociendo mucho más sobre la composición de los AE [2, 7, 15].

Debido a la complejidad de su composición, es aconsejable hacer una diferenciación entre los compuestos presentes en un aceite esencial. Se mencionan entonces compuestos mayoritarios, cuando están en una proporción mayor de 0.5-1%, y los minoritarios, menor que el 0.5%, que, en algunos casos, pueden encontrarse por centenares, sobre todo en las esencias de flores [2].

Esta clasificación de los constituyentes en función del contenido presente en cada aceite esencial es fundamental, tanto para determinar la calidad del aceite, como para precisar sus características organolépticas o sus efectos fisiológicos. No existe en la actualidad un aceite esencial del cual se conozca en forma absoluta su composición química; todo depende del grado de sensibilidad del instrumento analítico con el cual se lo haya analizado y del método de extracción [20].

Olor del vegetal: El olor que tiene una planta viva no es exactamente el mismo que posee su esencia aislada. Esto se debe a múltiples factores, los más importantes son la volatilidad, solubilidad, metabolismo y ubicación de los compuestos de la esencia en los tejidos.

Para poder percibir en una planta los productos aromáticos más “pesados” y menos volátiles, es necesario secarla y, de esta manera, eliminar los compuestos más “livianos”. Como esto no ocurre normalmente, la presencia de los más volátiles enmascara continuamente a los constituyentes aromáticos más “pesados”. Por otro lado, los productos con alta volatilidad suelen perderse durante los procesos extractivos, sobre todo, cuando se utiliza la destilación por arrastre con vapor de agua. Al respecto, debe tenerse en cuenta que cuando se obtiene una esencia por arrastre con vapor, algunos componentes polares quedan parcialmente retenidos en la fase acuosa, como ocurre con el alcohol fenilético en la esencia de rosa, o algunos ácidos y ésteres livianos. Una vez la planta es cosechada para ser extraída su esencia, el metabolismo de ésta no permanece inalterado, sino que continúa evolucionando en la medida que no se elimine la mayor cantidad de agua, lo que finalmente inhibe los procesos enzimáticos [2].

De acuerdo con la ubicación en los tejidos, cada parte de la planta puede tener una esencia distinta en su calidad olfativa. Se puede pensar que existe una esencia en las partes más externas de la planta, las que percibimos, y otra esencia en las partes más internas, que no podemos oler, pero cuando son extraídas, se mezclan produciendo un aroma generalmente distinto del detectado en la planta viva [2].

De una manera resumida se puede concluir, que un aceite esencial es un producto volátil, de composición química compleja y con una enorme variabilidad en lo que refiere a su calidad, propiedades y estabilidad, cualidades comunes a muchos productos naturales.

1.2 MÉTODOS INDUSTRIALES DE OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Para la extracción de AE a escala industrial, existen dos procedimientos que son utilizados dependiendo de los requerimientos del material vegetal [7]: El primero

es la extracción en frío, el cual consiste en presionar el material vegetal hasta obtener el AE, que luego es arrastrado con agua y condensado a bajas temperaturas. Este método se utiliza para obtener AE de la cáscara de cítricos, el cual es inestable a temperaturas altas y es muy difícil de extraer, ya que se encuentra en las cavidades lisígenas de secreción alojadas en el mesocarpo [23]. El segundo procedimiento, incluye métodos destilativos, los cuales se describen a continuación. En la **Figura 1** se muestra el esquema general de dichos procesos.

1.2.1 Destilación con agua (hidrodestilación)

El principio de la destilación en agua es llevar al estado de ebullición una suspensión acuosa de un material vegetal aromático, de tal manera, que los vapores generados puedan ser condensados y colectados. El aceite, que no es miscible con agua, se separa de ésta por decantación [20].

Este sistema de extracción es particularmente empleado en zonas rurales que no cuentan con instalaciones auxiliares para la generación de vapor.

En la hidrodestilación, el material vegetal siempre debe encontrarse en contacto con el agua. Un factor que se debe tener en cuenta es que si el extractor se calienta con fuego directo, la cantidad de agua que está dentro de este deberá ser constante y suficiente para llevar a cabo toda la destilación, a fin de evitar el sobrecalentamiento o carbonización del material vegetal, dado que este hecho provocaría la formación de olores desagradables (*off-flavors*) en el producto final [2, 20].

1.2.2 Destilación por arrastre con vapor

La extracción por arrastre con vapor de agua puede considerarse el método más sencillo y seguro. Está basado en el hecho de que la mayor proporción de las

partes olorosas, que se encuentran en una materia vegetal, pueden ser arrastradas por el vapor de agua.

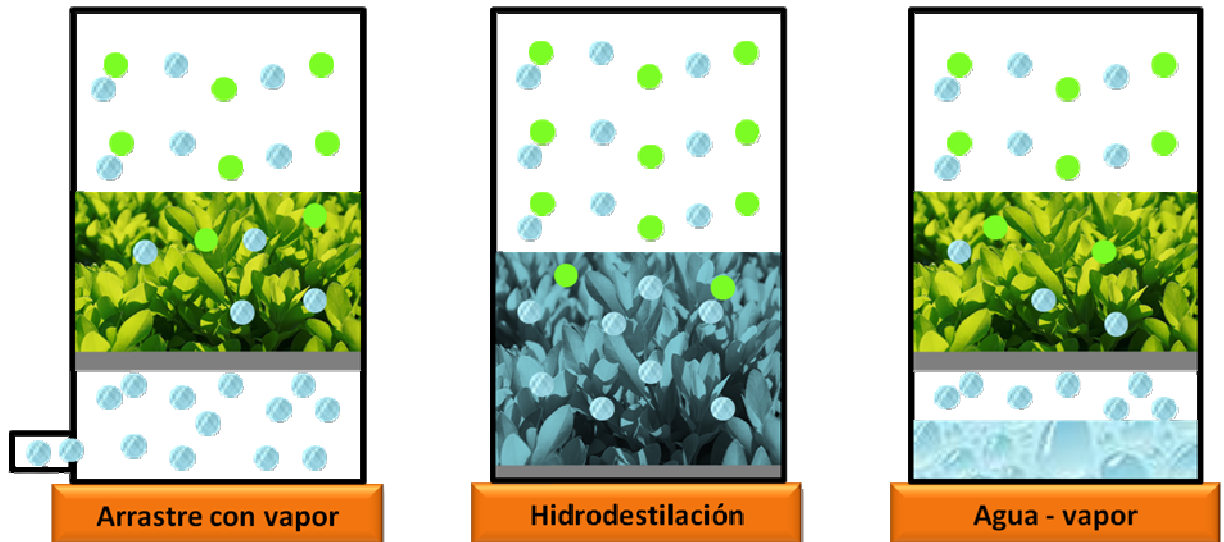


Figura 1. Principales métodos de extracción de aceites esenciales.

La destilación por arrastre con vapor, que se emplea para extraer la mayoría de los aceites esenciales, es una destilación de mezcla de dos líquidos inmiscibles y consiste, en resumen, en una vaporización a temperaturas inferiores a las de ebullición de cada uno de los componentes volátiles. Esta vaporización, se logra por efecto de una corriente directa de vapor de agua que, ejerce la doble función: de calentar la mezcla hasta su punto de ebullición y disminuir la temperatura de ebullición por adicionar la tensión de vapor del vapor que se inyecta, a la de los componentes volátiles de los aceites esenciales, que se encuentran en el material vegetal contenido en el alambique. Los vapores generados en el destilador pasan a través del llamado cuello de cisne (refrigerante) y se enfrían en un condensador, donde regresan a la fase líquida agua y aceite esencial, los dos productos inmiscibles, finalmente, se separan en un decantador o vaso Florentino [2, 20].

1.2.3 Destilación con agua- vapor

En este caso, el vapor se genera mediante una fuente externa o dentro del propio cuerpo del extractor, aunque separado del material vegetal. La diferencia radical que existe entre este sistema y el anteriormente mencionado es que el material vegetal se encuentra suspendido sobre una malla (falso fondo) que impide su contacto directo con el medio líquido en ebullición [2, 20].

1.3 EQUIPO DE DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

1.3.1 Generador de vapor

El generador de vapor o caldera (**Figura 2**), es el equipo que provee de vapor el agua al equipo de extracción. Un generador de vapor se puede definir como una serie de dispositivos que aprovechando el poder calorífico de un combustible producen vapor.



Figura 2. Generador de vapor marca Tecnik, instalado en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Víctor Pérez, Octubre 2010.

Se llama “superficie de calefacción” a la superficie de metal que está en contacto al mismo tiempo con los gases de combustión y con el agua o vapor, es decir, toda superficie de una caldera, uno de cuyos lados está en contacto con el agua y el otro se haya expuesto al fuego o a la corriente de los gases de la combustión.

La capacidad de un generador de vapor se expresa en “Caballos Caldera” (CC). Para definir este término se presume, que un generador de vapor tiene una capacidad de un caballo caldera, cuando es capaz de producir 15.65 kg/h (34.5 lb/h) de vapor saturado a 100° C, utilizando agua de alimentación a la misma temperatura [2].

1.3.2 Alambique

El alambique, destilador o extractor (**Figura 3**) es donde se deposita el material a destilar. Consiste en un tanque cilíndrico de un diámetro igual o algo inferior a la altura, que tiene en la parte superior una tapa que debe ser cerrada herméticamente.

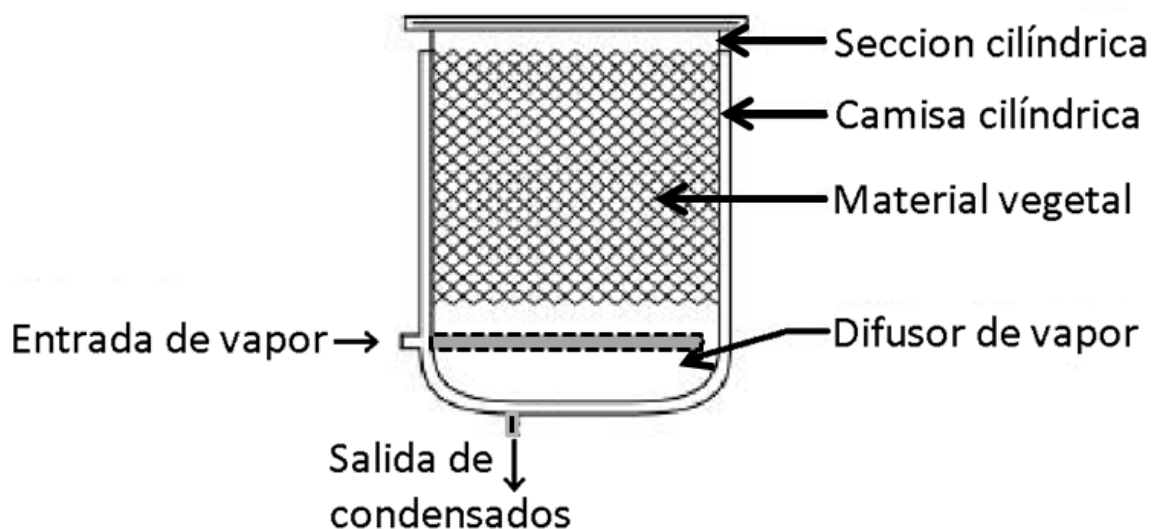


Figura 3. Esquema de un extractor tradicional.

El destilador se construye en diversos materiales de chapa cuyo espesor es también variable según el trabajo, pero es preferible que sea de acero inoxidable. En la parte inferior se encuentra una rejilla que separa el material vegetal de un falso fondo donde se ubica el difusor de vapor (**Figura 4**), que consta de una tubería en espiral o en cruz, con una distribución de perforaciones en la parte superior y a lo largo de ésta, dándole así uniformidad a la distribución del vapor. En el fondo del alambique hay una válvula de drenaje de capacidad suficiente para permitir que cualquier cantidad de agua, que se condense dentro de la carga y gotee hacia el fondo, pueda ser extraída durante la destilación.

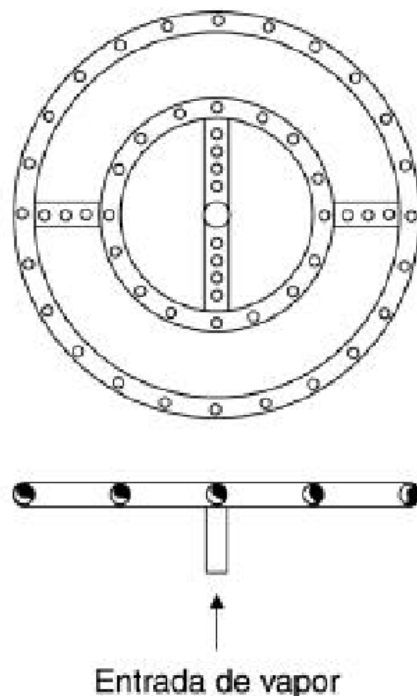


Figura 4. Difusor de vapor.

Un alambique bien construido debe ser hermético, para esto, deberá revisarse el ajuste de las juntas y el cierre de la tapa. El objetivo principal es buscar que el vapor atraviese correctamente el material vegetal y que no se deslice por las paredes del destilador [2, 4].

1.3.3 Cuello de cisne

El cuello de cisne es el conducto que comunica la tapa del extractor con el condensador. En algunos casos, la tapa del alambique tiene incorporado este dispositivo o parte de él. Dentro del cuello de cisne circula la mezcla de vapor de agua y aceite esencial. Debe ser diseñado de tal forma, que reduzca al mínimo las posibilidades de condensación de vapores dentro del extractor mismo, evitando un indeseable reflujó y permitiendo su rápida transferencia hacia el condensador del sistema. Estos dispositivos pueden ser fabricados con diseño cónico y, en ocasiones, con diseño recto (**Figura 5**). El cuello de cisne debe ser fácilmente desmontable, por lo que de preferencia se utilizan sistemas de conexiones "rápidas" y, sobre todo, teniendo en cuenta, que cada vez que se cargue o descargue el extractor con material vegetal, debe desconectarse el cuello de cisne del condensador y, en ocasiones, de la misma tapa del extractor. Esto permite una mayor eficiencia en el proceso al disminuir el tiempo operacional, lo cual repercute en una mayor producción [2].

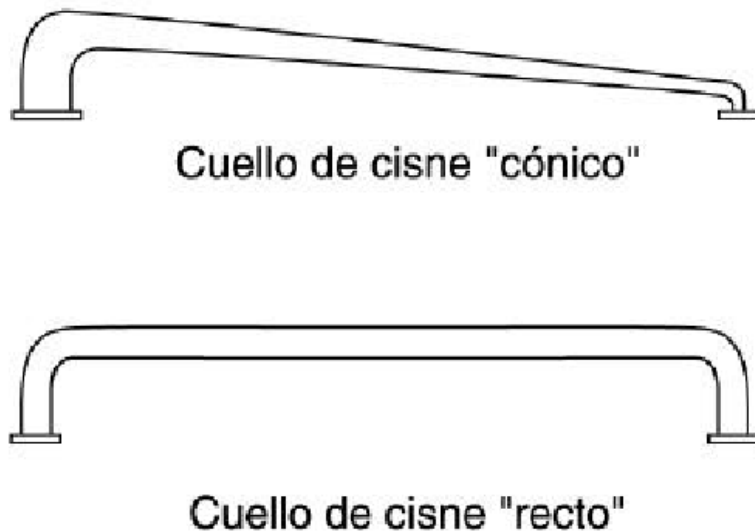


Figura 5. Cuellos de cisne utilizados en equipos de extracción.

1.3.4 Condensador

Para la condensación de vapores se pueden utilizar varios tipos de condensadores, para los cuales es necesario considerar los espacios disponibles en el lugar de instalación del equipo de extracción, así como la posición de los separadores de aceite.

Uno de los condensadores utilizados consta de serpentín y cámara de expansión (**Figura 6**). En este tipo de condensador se alimenta la mezcla de vapores a una cámara de expansión donde se obtiene la mayor parte de los condensados, y éstos van descendiendo a la parte baja del condensador.

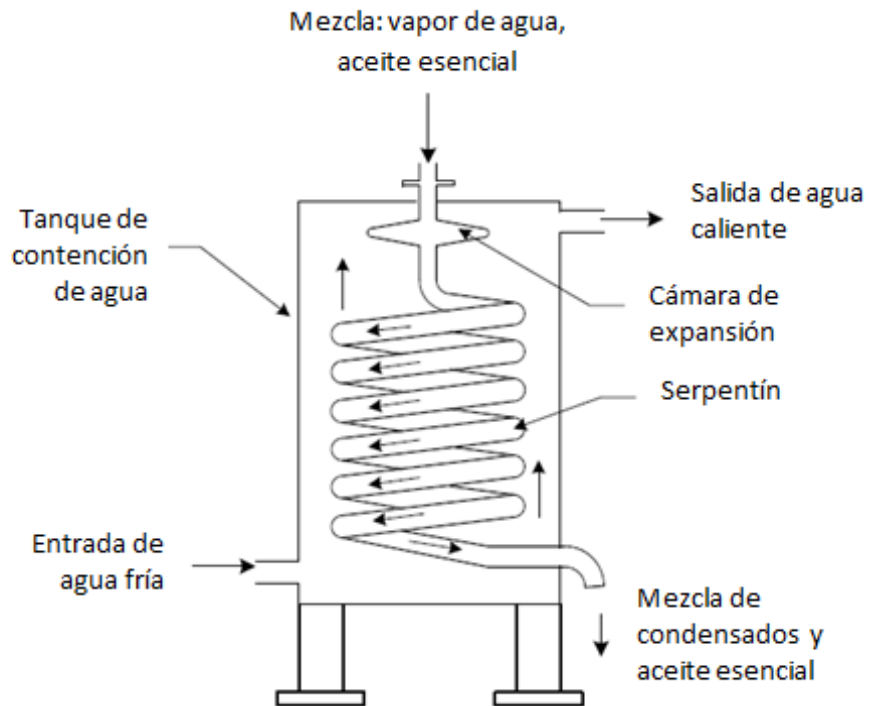


Figura 6. Condensador de serpentín.

En este tipo de condensador, el diámetro de la tubería del serpentín disminuye a medida que se aleja del cuello de cisne, para evitar un taponamiento en la primera porción de la cañería, y también para optimizar la transferencia de calor en las

últimas porciones del serpentín, dado que allí el condensado ya es un líquido, por lo que conviene que ocupe la mayor parte del tubo.

El serpentín y la cámara de expansión están ubicados dentro de un tanque de contención de agua de enfriamiento, esta agua deberá estar circulando para aumentar el coeficiente de transferencia de calor. El agua fría, que se utiliza para la condensación, se alimenta en la parte inferior del tanque de contención y se descarga por la parte superior de este. Se debe tener cuidado, ya que tanto el serpentín como la cámara de expansión deben permanecer constantemente sumergidos al agua de enfriamiento. Con el fin de no hacer un gasto excesivo de agua, se recomienda utilizar una torre de enfriamiento para recircularla.

Otro condensador utilizado es el de haz de tubos, que aunque es térmicamente más eficiente que el diseño anterior, su fabricación es más costosa (**Figura 7**). Otra ventaja que presenta es su mayor seguridad, en el sentido de que si por algún motivo se tapona (por sobresalto del material vegetal en el extractor, o por cristalización de productos sólidos presentes en gran proporción en algunas esencias como mentol, alcanfor o borneol por ejemplo), el vapor tiene otras salidas alternativas que hacen que no se genere una sobrepresión excesiva en el alambique.

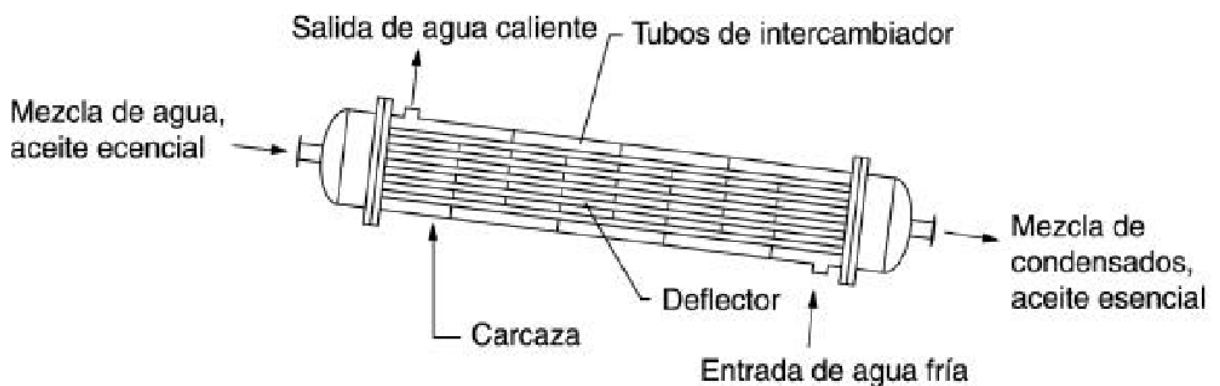


Figura 7. Condensador de tubos y carcaza.

En este modelo, la mezcla de vapores suele alimentarse por dentro de los tubos y el agua de enfriamiento circulante por el exterior de éstos, realizando de este modo la transferencia de calor.

Por lo general, estos condensadores se ubican inclinados o en forma vertical, con el fin de facilitar la descarga de los condensados. Se pueden trabajar los flujos de agua y vapor en contracorriente o en paralelo (líquido refrigerante y condensados con el mismo sentido de circulación), lo cual permite obtener condensados a diferentes temperaturas y, de este modo, evaluar la eficiencia de la condensación.

Debe tenerse en cuenta, que en muchos casos es importante disponer de un sistema de regulación del flujo de agua refrigerante, porque algunas esencias necesitan una temperatura superior a la del ambiente para separarse totalmente del agua [2].

1.3.5 Separador de aceite esencial

Llamado también *vaso Florentino*, es un dispositivo utilizado para separar un aceite esencial del vapor de agua condensado, que se utilizó para su extracción del material vegetal.

Debido a las características propias de los aceites esenciales, se pueden dividir en dos grandes grupos: aceites esenciales pesados y para los aceites esenciales ligeros. Esta división se basa en que los aceites esenciales, que tienen una densidad muy cercana o mayor que la del agua, denominados “aceites esenciales pesados”, por consiguiente, se depositan en la parte inferior del separador. Por lo contrario, los “aceites esenciales ligeros”, que tienen la densidad menor que la del agua, se acumulan en la superficie de ésta [2, 4].

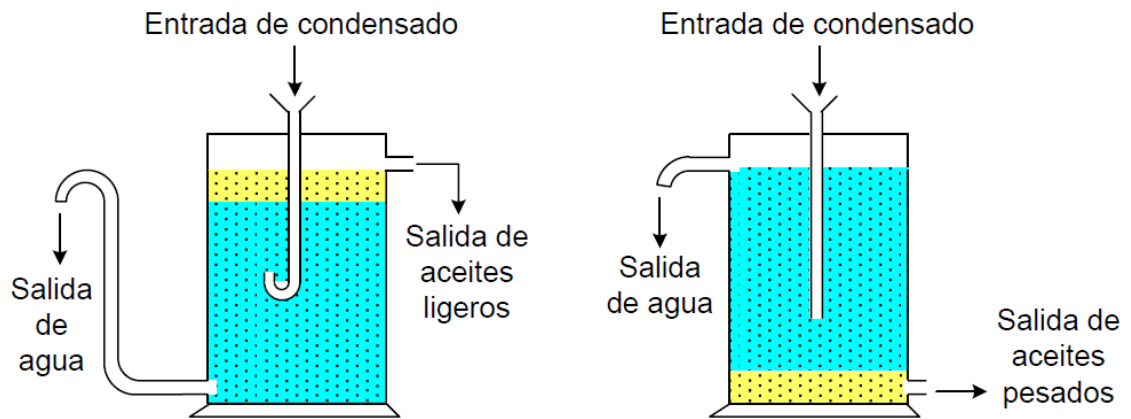


Figura 8. Separadores de aceites esenciales y condensados.

Estas características de asentarse en el fondo del separador y la de flotar en la superficie del agua, facilitan la separación del aceite esencial. Existe una gama extensa de separadores de aceites esenciales, lo cual permite seleccionar el adecuado para cada caso particular (**Figura 8**) [2].

1.4 COMERCIO DE LOS ACEITES ESENCIALES

La agroindustria, término que alude a la articulación e integración entre las actividades agropecuarias, junto con la industria de alimentos y de transformación de materias primas, unidas por intereses sectoriales, para transformar de manera rentable los productos provenientes del campo, se ha desarrollado para satisfacer a los consumidores que exigían alimentos con cierto grado de preparación previa o productos con ingredientes naturales. En Colombia, a principios del siglo XX, existían ya empresas alimenticias y de producción de materias primas agropecuarias como algodón, madera, tabaco, alcohol, artículos de cuero, entre otros, de manera muy artesanal. Para 1945 se desarrollaron algunas empresas agroindustriales, debido a cambios de los hábitos de consumo, crecimiento del ingreso per cápita, eficiencia de canales de distribución, inserción en mercados nacionales e internacionales, la inclusión de tecnologías de procesamiento y planificación estatal [6].

Los análisis económicos muestran que el desarrollo de la industria nacional se logra cuando se crean nuevas cadenas productivas. La Ley 811 de 2003 define las cadenas productivas como el conjunto de actividades que se articulan técnicamente y económicamente desde el inicio de la producción y elaboración de un producto agropecuario, hasta su comercialización final [14], apuntando a mercados internos y extranjeros, con innovación permanentemente, utilizando tecnología de punta no contaminante.

Partiendo de la necesidad de generar nuevas cadenas productivas, la agroindustria de plantas medicinales y aromáticas surge como una alternativa para fortalecer el campo. Para ello, es necesario acompañamiento del Estado que produzca políticas en pro de su desarrollo, suministre infraestructura de apoyo, conjuntamente con una academia comprometida con la transferencia tecnológica e investigación básica y aplicada sistemática, que fomente unidades de producción a escala científica y comercial, para un adecuado control de calidad de los productos, con perspectivas económicas.

A raíz de las preferencias actuales por productos naturales, los materiales derivados de plantas constituyen alrededor del 25% de los ingredientes de la perfumería y esta proporción va en aumento. El mercado internacional de aceites esenciales representa más de 100.000 toneladas anuales, que corresponden a unos 1800 millones de dólares. El 85% del mercado de esencias está representado por las esencias de naranja, limón, citronela, mentas, cedro, limonaria, lavandas y lavandinas. Las especies más importantes en cuanto a valor global comercializado son las de menta, limón, rosa, jazmín, especies con citral. Por ejemplo, en el aceite esencial de *Lippia citriodora* colombiana el citral representa > 50%. Otras especies de importancia son sándalos, vetiver, patchouli, geranios, cedros, lavandines, citronela y cítricos. El 75% de los volúmenes exportados va a EE. UU., la Unión Europea y Japón. Otros mercados importantes son Hong Kong, Brasil, Corea, Canadá, Australia e India. Hay numerosas plantas

aromáticas silvestres y cultivadas en Latinoamérica y el Caribe que se usan para extraer aceites esenciales. Entre ellas, figuran: amyris (*Amyris balsamifera*), hoja de laurel (*Laurus nobilis*), cabreuva (*Myrocarpus frondosus*), cedro (*Cedrus spp.*) citronela (*Cymbopogon citratus*), eucalyptus (*Eucalyptus spp.*), hierba de limón (*Cymbopogon flexuosus*) nuez moscada (*Myristica fragrans*), pimienta de Jamaica (*Pimenta officinalis*), aniba (*Aniba rosaeodora*), sasafrás (*Ocotea pretiosa*), avellano (*Gevuina avellana*) y vetíver (*Vetiveria zizanioides*). El cardamomo (*Elettaria cardamomum*) se cultiva en Guatemala, Honduras y Costa Rica; la nuez moscada (*Myristica fragrans*), en Granada, donde alcanzó a contribuir con cerca del 40% de las ganancias por exportación del país. Uno de los principales exportadores de aceites esenciales es Guatemala, con una exportación anual de alrededor de 300 toneladas. Otros países con una importante actividad en este campo son Argentina, Brasil, Granada, Jamaica, Haití, Perú y República Dominicana. Chile es país productor y exportador de aceites de eucalipto, de avellanas y de rosa mosqueta [2, 20].

1.5 ESPECIE VEGETAL *Thymus vulgaris* L.

La especie vegetal *Thymus vulgaris* L. (**Figura 9**), conocido popularmente como “tomillo”, es una planta aromática, vivaz, leñosa, muy polimorfa, de 10 a 40 cm de altura, con numerosas ramas, leñosas, erectas, compactas, parduzcas o blancas y aterciopeladas; presenta hojas de 3 a 8 mm lineales, oblongas y brevemente pediceladas; las flores son axilares y agrupadas en la extremidad de las ramas, a veces, con inflorescencias interrumpidas; las brácteas son verdes grisáceas; el cáliz, algo giboso; la corola, un poco más larga que el cáliz [15].

Es una especie muy variable, tanto en su fenología como en la composición química de su aceite esencial. En Francia y España, se han detectado seis quimiotipos diferentes, según su componente mayoritario e.g., (timol, geraniol, linalool o carvacrol), siendo el quimio tipo “timol” el más abundante [8, 18]. Su

aceite esencial se compone principalmente de timol, carvacrol, 1,8-cineol, alcanfor, geraniol, cariofileno, β -pineno y α -terpineol [3, 8, 10, 16, 18].

Se han realizado diferentes estudios sobre la actividad biológica de *Thymus vulgaris* L: se destaca su potente actividad antioxidante, comparable con la del Butilhidroxitolueno (BHT), un antioxidante sintético, que es capaz de modificar la acción de algunos carcinógenos [13]. También presenta actividad antibacterial para diferentes especies como el *Enterococcus faecium* (responsable de importantes infecciones clínicas, incluyendo infección urinaria, bacteremia, endocarditis, diverticulitis y meningitis). Asimismo, se destaca su actividad antifúngica [9, 12] y, principalmente, antiaflatoxigénica. Las aflatoxinas son un grupo importante de contaminantes de los alimentos, producidos principalmente por parte de algunos hongos *Aspergillus* en condiciones favorables de temperatura y humedad relativa [3]. Adicionalmente, *Thymus vulgaris* L. presenta actividad antimicótica, insecticida y como conservante de alimentos [12, 16].



Figura 9. Planta de *Thymus vulgaris* L., cultivos en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Octubre de 2010.

La calidad del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., se determina por el contenido de timol presente. Estos parámetros están descritos en la norma ISO 14715 (**Tabla 1**)

Tabla 1. Norma ISO 14715: Contenido de timol en el aceite esencial de tomillo, tipo español.

COMPONENTE	MÍNIMO	MÁXIMO
	%	%
α -Tujeno	0,2	1,5
α -Pino	0,5	2,5
Mirceno	1,0	2,8
α -Terpineno	0,9	2,6
γ-Terpineno	4,0	11,0
<i>p</i>-Cimeno	14,0	28,0
<i>trans</i> -Hidrato de sabineno	Trazas	0,5
Linalol	3,0	6,5
Terpinen-4-ol	0,1	2,5
Metil-carvacril-éter	0,1	1,5
Timol	37,0	55,0
Carvacrol	0,5	5,5
β -Cariofileno	0,5	2,0

2. CIENCIOMETRIA.

La cienciometría es un instrumento que nos permite cuantificar la actividad científica en función de tiempo. Los análisis cienciométricos analizan la ciencia como una disciplina o actividad económica, comparan las políticas de investigación desarrolladas por distintos países y sus resultados desde una perspectiva económica y social. Algunas de las herramientas fundamentales utilizadas para realizar el ejercicio de la cienciometría son las bases de datos de artículos y patentes, los buscadores de *Internet*, que son medios que permiten procesar gran cantidad de datos, que son objetos de la cienciometría.

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 proyectos identificando las empresas que compiten en el área de interés [1, 17, 21].

La cienciometría estudia los aspectos “cuantitativos” de la ciencia como disciplina o actividad económica, forma parte de la sociología de la ciencia y encuentra aplicación en el establecimiento de las políticas científicas, donde incluye, entre otras, las de publicaciones. Ésta emplea técnicas métricas para la evaluación y examina el desarrollo de las políticas científicas de países y organizaciones [1].

Con el objetivo de analizar el estado actual de las investigaciones sobre la destilación por arrastre con vapor, usando también la palabra-clave “*thymus vulgaris*”, se realizó un estudio cienciométrico de la producción científica existente utilizando la base de datos, *Elsevier (Scopus)*.

2.1 RELACIÓN AÑO – NÚMERO DE PUBLICACIONES

Según los resultados obtenidos para la búsqueda acerca del método de arrastre con vapor se encontraron en total de 5852 publicaciones (**Figura 10**), se pueden observar registros científicos desde el año de 1878 resaltando un aumento relativo a partir del año 1996 de uso de esta técnica; sin embargo, no se encontraron estudios directamente relacionados con desarrollo o innovación de esta técnica, simplemente, ésta se menciona como método de extracción, siendo en muchos casos, sólo a nivel de laboratorio.

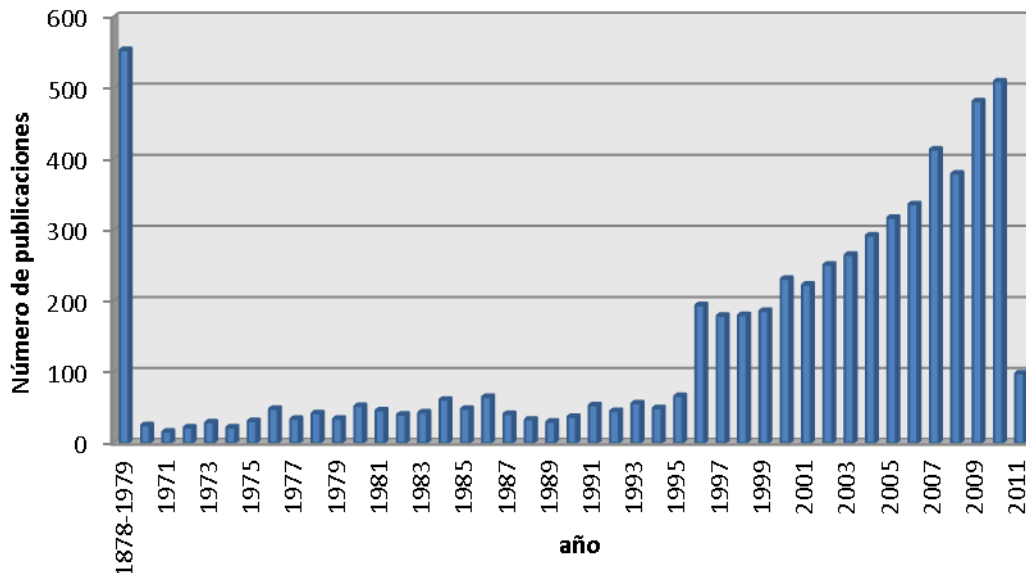


Figura 10. Número de publicaciones científicas sobre el método de arrastre con vapor realizadas durante los años 1878-2011. Base de datos *Scopus* (*Elsevier*, B.V., 2011), ecuación de búsqueda: *All*. Palabra-clave: “*Steam distillation*”; Fecha de consulta: marzo 16 de 2011.

En la **Figura 11** se presenta el número de publicaciones en las cuales se menciona la planta *Thymus vulgaris*. Al igual que en el anterior caso, se observa un incremento a partir de los años 90 llegando a un máximo de 509 publicaciones en el año 2010.

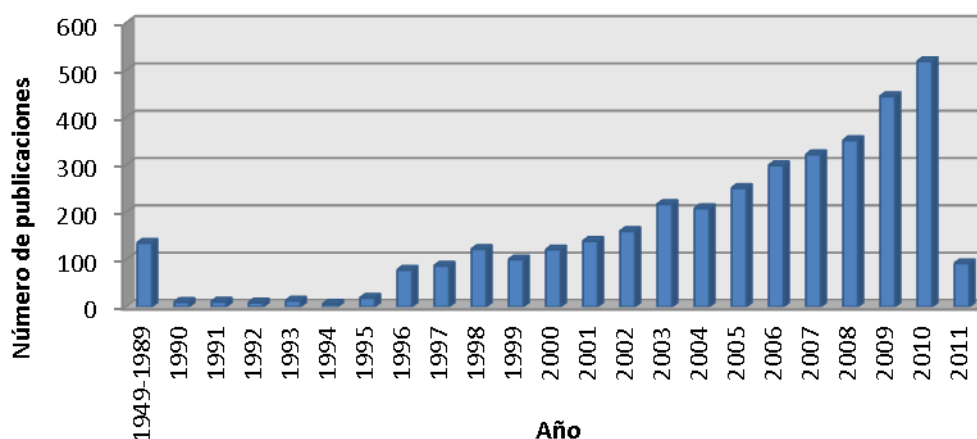


Figura 11. Número de publicaciones científicas sobre *Thymus vulgaris* L. realizadas durante los años 1878-2011. Base de datos *Scopus* (Elsevier, B.V., 2011) ecuación de búsqueda: *All*. Palabra-clave: “*Thymus vulgaris*”; Fecha de consulta: marzo 16 de 2011.

En la **Figura 12** se presenta un total de 128 artículos en los cuales se relaciona el tomillo con la técnica del arrastre con vapor. Se observa una tendencia de aumento en este campo de estudio, con un máximo de 25 publicaciones en el 2010.

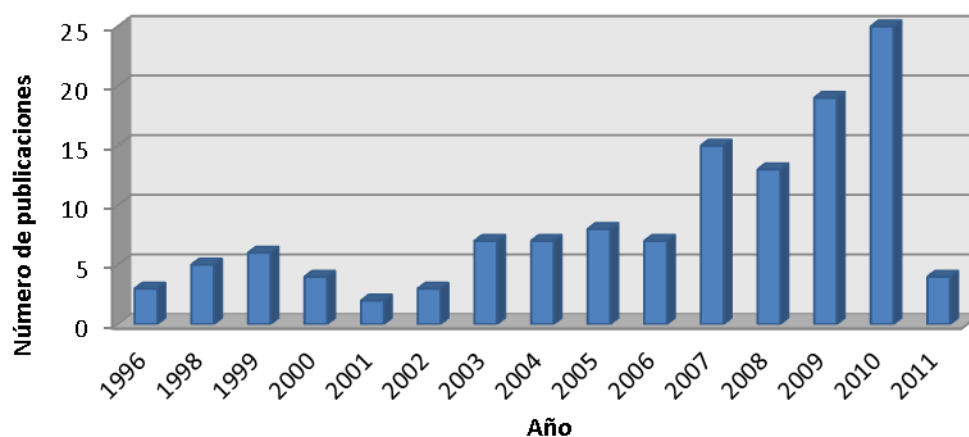


Figura 12. Número de publicaciones científicas sobre *Thymus vulgaris* L. y la técnica de arrastre con vapor, realizadas durante los años 1996-2011. Base de datos *Scopus* (Elsevier, B.V., 2011) ecuación de búsqueda: *All*. Palabras-clave: “*Steam distillation*” y “*Thymus vulgaris*”; Fecha de consulta: marzo 16 de 2011.

2.2 RELACIÓN ÁREA DE ESTUDIO – NÚMERO DE PUBLICACIONES

En la **Figura 13**, se presentan las diferentes áreas de estudio donde se nombra el método de arrastre con vapor para el *Thymus vulgaris* L.; destacan agricultura, ciencias biológicas y química como las áreas de mayor impacto.

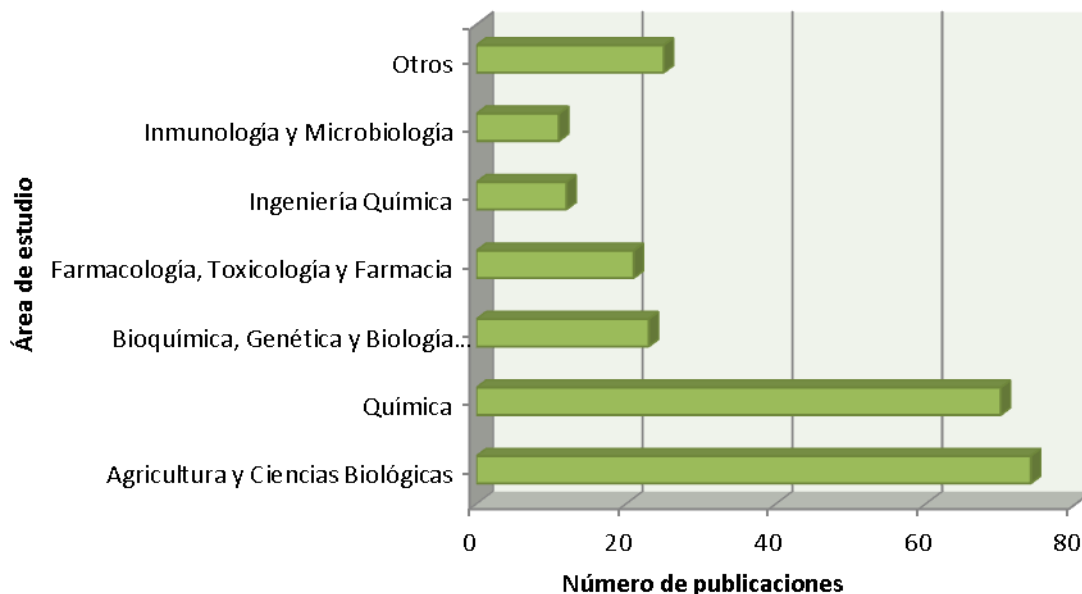


Figura 13. Número de publicaciones científicas sobre *Thymus vulgaris* L. y la técnica de arrastre con vapor, en relación con el área de estudio, realizadas durante los años 1996-2011. Base de datos *Scopus* (Elsevier, B.V., 2011) ecuación de búsqueda: *All*. Palabras-clave: “*Steam distillation*” y “*Thymus vulgaris*”; Fecha de consulta: marzo 16 de 2011.

El aumento en las publicaciones sobre *Thymus vulgaris* L. muestra cómo las aplicaciones de esta especie se han incrementado y de ahí la posibilidad de que esto se refleje en la demanda del producto; adicionalmente se observa que la extracción de AE por el método de arrastre con vapor sea ampliamente utilizado en la industria.

3. METODOLOGÍA.

En la **Figura 14** se presenta un diagrama de flujo que resume la metodología usada durante el desarrollo del presente proyecto.

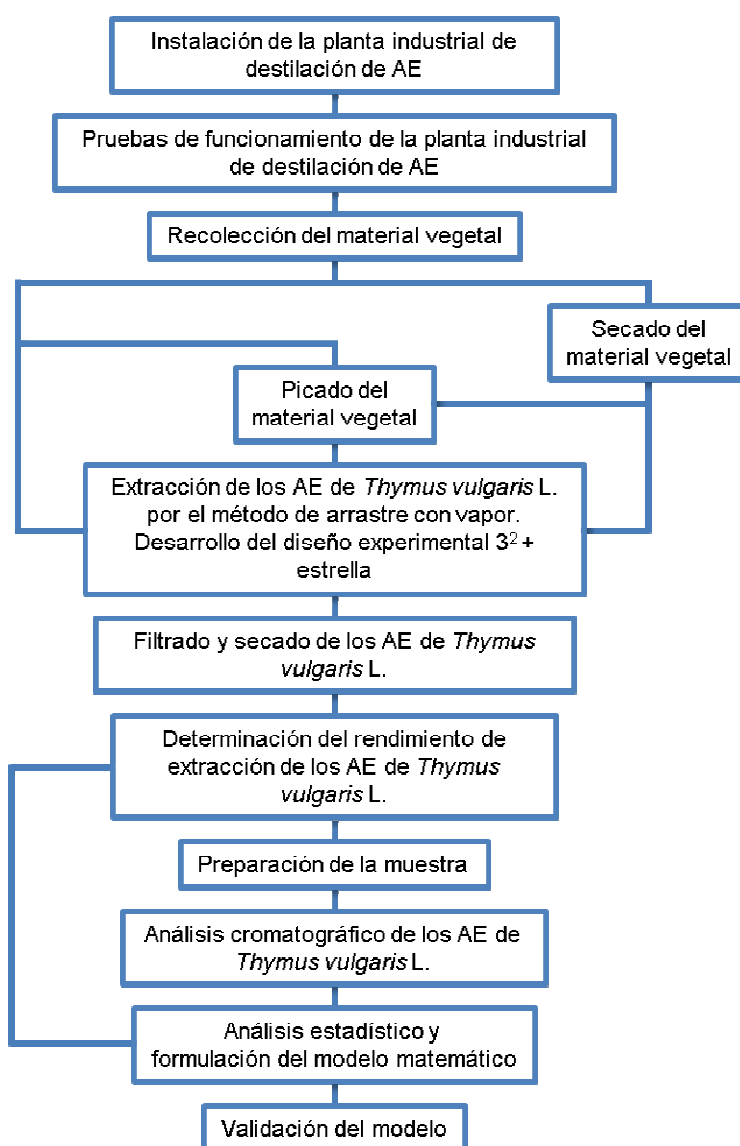


Figura 14. Diagrama de flujo para el desarrollo experimental del trabajo.

3.1 INSTALACIÓN DE LA PLANTA DE DESTILACIÓN DE ACEITES ESENCIALES

La obtención de los AE a partir de plantas aromáticas implica el montaje y uso de una planta de extracción, que debe cumplir con los requerimientos técnico-científicos necesarios para el desarrollo de un proyecto agroindustrial de este tipo.

A continuación, se detalla paso a paso, el procedimiento de montaje de la planta de extracción de aceites esenciales con un alambique de 1m³de capacidad, describiendo cada uno de sus componentes y soluciones encontradas para algunos inconvenientes, presentados durante su instalación.

Componentes de la planta de destilación instalados:

- Caldera de vapor (6 BHP)
- Suavizador de agua
- Tanque de condensados
- Quemador de ACPM
- Destilador (alambique y cuello de cisne)
- Distribuidor de vapor
- Condensador
- Sistema de refrigeración del condensador

3.1.1 Generador de vapor

La función del generador de vapor o caldera (**Figura 15**) es generar el vapor de agua necesario para la extracción del aceite esencial. La caldera empleada en este estudio es de tipo pirotubular vertical automática, operada con ACPM con una capacidad de trabajo de 6 BHP, con una presión de diseño de 150 psi y presión máxima de trabajo de 125 psi. Los instrumentos que la componen son un

Honeywell, que es el dispositivo que envía señales de encendido y evacuación de gases acumulados dentro de la caldera al quemador; un *McDonnell*, que regula los niveles de agua en la caldera accionándose siempre que el nivel del agua disminuye, la bomba de alimentación de agua; y un *Miller*, que controla los intervalos de presión para el encendido de la caldera. La presión que se manejó durante el proceso de extracción fue de 80 psi.



Figura 15. Generador de vapor instalado en el municipio de Sucre (Santander) marca Tecnik de 6 BHP. Foto: Víctor Pérez, Octubre de 2010.

3.1.1.1 Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación y funcionamiento de la caldera

La instalación de la caldera requirió de manera previa la adecuación del sitio de manejo de la misma, instalación del punto eléctrico, punto de suministro de ACPM

y la instalación de la chimenea para la evacuación de los gases generados por la combustión. Un problema presentado durante el proceso de instalación y puesta en funcionamiento de la caldera fue la caída de tensión en el suministro eléctrico, que deteriora los componentes eléctricos necesarios para su correcto funcionamiento. Por ejemplo una caída de tensión podría bloquear el funcionamiento de la bomba de agua debido a un sobrecalentamiento del motor eléctrico. Para contrarrestar este inconveniente fue necesario adaptar un estabilizador de tensión (220 V) a la entrada del circuito eléctrico.

3.1.2 Suavizador de agua

El suavizador de agua (**Figura 16**), también llamado descalcificador o ablandador de agua, es un equipo que por medios mecánicos, químicos o electrónicos hace tratamiento del agua para evitar, minimizar o reducir el contenido de sales minerales y sus incrustaciones en las tuberías [2].



Figura 16. Suavizador de agua instalado en Sucre (Santander). Foto: Víctor Pérez, Noviembre de 2010.

Las aguas con alto contenido de sales de calcio o magnesio (aguas duras) tienden a formar incrustaciones minerales en las paredes de las tuberías (**Figura 17**) y, en algunos casos, bloquean casi la totalidad de la sección del tubo. Por esta razón, y para evitar formaciones calcáreas dentro de la caldera debido al suministro de agua, se empleó un suavizador de agua formado por dos cartuchos rellenos de resina de intercambio catiónico (estireno entrecruzado con divinilbenceno sulfonado) unidos en serie, que eliminan las sales en las tuberías internas de la caldera y las que conducen el vapor desde la caldera hacia el destilador. Dichas sales son, además, capaces de generar elevados puntos de presión en la tubería, contaminaciones en el proceso extractivo, y por ende, un funcionamiento inadecuado en la planta de extracción.

3.1.2.1 Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación del suavizador

La entrada del suavizador posee un filtro cuya finalidad es retener cualquier tipo de suciedad que pueda ingresar en los cartuchos de resina. Sin embargo, el filtro causa una caída en la presión de entrada de agua al suavizador, produciendo un descenso en el flujo de agua que llega a la bomba de agua y a la caldera. Para corregir este problema, se recurrió a elevar el tanque de almacenamiento general de agua y a recortar los tramos de tubería por donde se transporta el agua desde el tanque general hacia el suavizador, obteniendo un aumento significativo de presión.



Figura 17. Problemas de obstrucción en la tubería.

3.1.3 Tanque de condensados

Es el recipiente metálico donde se almacena el agua suavizada necesaria para alimentar la caldera, para ello se utiliza una bomba eléctrica; aunque se llegara a interrumpir el flujo desde el suavizador hacia el tanque del agua este siempre posee una reserva (**Figura 18**).

3.1.3.1 Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación del tanque de condensados

La bomba de agua fue objeto de la caída de tensión en el motor eléctrico, problema que se solucionó gracias a la instalación del estabilizador de voltaje.



Figura 18. Tanque de condensados instalado en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Noviembre de 2010.

3.1.4 Quemador de ACPM

Este dispositivo (**Figura 19**) genera la llama requerida para calentar el agua dentro de la caldera y que permite, a su vez, generar el vapor necesario para la destilación. El quemador, alimentado con ACPM, funciona cuando se genera un arco eléctrico entre dos electrodos ubicados en su interior y que, al entrar en contacto con el combustible, producen la llama.



Figura 19. Reparaciones realizadas en el quemador de ACPM instalado en el municipio de Sucre (Santander). Noviembre de 2010.

3.1.4.1 Aspectos que se tuvieron en cuenta durante la instalación del quemador.

Como consecuencia del traslado de la caldera hasta la zona rural de Sucre, en donde debían ser instalados, los electrodos del quemador quedaron distanciados

de tal manera, que no se producía el arco eléctrico necesario para la combustión; este problema se corrigió reajustando la distancia entre los electrodos y comprobándola mediante pruebas de encendido (**Figura 20**).



Figura 20. Pruebas de encendido quemador de ACPM instalado en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Noviembre de 2010.

3.1.5 Destilador (alambique y cuello de cisne)

El destilador (**Figura 21**) es un elemento cuya finalidad es contener el material vegetal que debe entrar en contacto con el vapor de agua, de manera que se produzca una interacción capaz de producir una mezcla gaseosa de agua y aceite esencial. El destilador instalado, de 1 m³ de capacidad, fue elaborado en acero inoxidable, posee un desprendimiento superior tipo cuello de cisne, que permite conducir la mezcla gaseosa hacia un condensador, y cumple con la normatividad en salud pública.

3.1.5.1 Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del destilador (alambique y cuello de cisne)

El destilador instalado no presentó ningún problema durante su funcionamiento.



Figura 21. Destilador: Alambique y cuello de cisne instalado en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Noviembre de 2010.

3.1.6 Distribuidor de vapor

El distribuidor de vapor (**Figura 22**) envía flujo de vapor a diferentes equipos, si así lo requiere el proceso; también se utiliza para recoger los gases que se condensan en el recorrido desde la caldera; así se evita enviar flujos de agua hacia el destilador en vez de vapor.



Figura 22. Distribuidor de vapor instalado en el municipio de Sucre (Santander).
Foto: Víctor Pérez, Noviembre de 2010.

3.1.6.1 Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del distribuidor de vapor

La instalación del distribuidor de vapor no presentó ningún tipo de problema. Se tuvo en cuenta un buen anclaje en el piso, ello, para evitar desajustes por vibraciones.

3.1.7 Condensador

En esta parte del equipo sucede la condensación de la mezcla gaseosa de vapor de agua y aceite esencial; se utiliza un flujo de agua fría en contracorriente. Posteriormente, el producto condensado llega a un vaso Florentino en donde, debido a la diferencia de densidades de los líquidos, el agua, por decantación se separa del aceite esencial (**Figura 23**).



Figura 23. Condensador de vapor de haz de tubos instalado en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Diciembre de 2010.

3.1.7.1 Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del condensador

La instalación del condensador no presentó ningún problema; su funcionamiento, tampoco.

3.1.8 Sistema de refrigeración del condensador

El sistema de refrigeración del condensador (**Figura 24**) es un dispositivo que consta de una bomba eléctrica para transporte de agua, un tanque de almacenamiento de agua y una malla elaborada con tubos perforados que permite que el agua, que circula por el sistema, sea asperjada sobre el tanque de almacenamiento. Este sistema funciona haciendo circular agua en contracorriente, la cual desaloja el calor del condensador, luego, se enfría en aspersión y nuevamente se retorna en este ciclo. Este tipo de diseño genera costos económicos muy bajos para su elaboración y buen funcionamiento, comparados con una torre de enfriamiento convencional.



Figura 24. Sistema de refrigeración instalado en el municipio de Sucre (Santander). Noviembre de 2010.

3.1.8.1 Aspectos tenidos en cuenta durante la instalación del sistema de refrigeración

El sistema de refrigeración del condensador no presentó ningún problema durante su funcionamiento.

Para comprobar el correcto funcionamiento de los diferentes componentes de la planta de destilación se realizaron varias pruebas de extracción de aceite esencial de *Rosmarinus officinalis* (romero), usando material vegetal disponible en el centro de acopio, obtenido de cultivos experimentales de productores de la Asociación ACRESS, según el procedimiento descrito en el **Numeral 3.3.2**.

3.2 OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

3.2.1 Recolección del material vegetal y su tratamiento previo.

El material vegetal utilizado para los diferentes experimentos fue recolectado en las parcelas de la vereda El Retiro, perteneciente a los Corregimientos La Pradera y la Granja, pertenecientes todos al Municipio de Sucre (Santander); posteriormente, el material vegetal, se sometió a un proceso de secado en un caney tipo invernadero recubierto con plástico transparente de alta densidad (**Figura 25**). Las plantas secas, según las necesidades, se picaron para cada destilación. Usando el material vegetal obtenido, de manera experimental, se combinaron las variables que permitieron obtener los resultados necesarios para los cálculos estadísticos pertinentes.

En el proceso experimental, ha sido importante considerar tres variables a saber: (1) densidad de carga, (2) secado del material vegetal y (3) picado o tamaño de partícula. Las densidades de carga utilizadas fueron de 85, 115,5 y 146 kg/m³, necesarias para el estudio de las diferentes variables sobre el rendimiento del aceite. Previo a la destilación, el material vegetal se picó en diferentes tamaños,

utilizando una picadora, marca Penagos, referencia PE-800 (**Figura 26**) y se secó, para lograr diferentes porcentajes de humedad. El secado se realizó al ambiente con una temperatura promedio de 18°C, el secado del material se hizo de forma homogénea, es decir, realizando volteos periódicos cada tres horas y con un seguimiento que permitiera controlar su deshidratación.



Figura 25. Caney para secado de material vegetal instalado en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Noviembre de 2010.

Una vez picado y secado (en diferentes tamaños y con diferentes porcentajes de humedad) el material vegetal, Se procedió a llenar el destilador; es importante aclarar que la variación de peso del material vegetal generó diferentes densidades de carga, lo que permitió diferentes niveles de experimentación, es decir, cada experimento se enmarcaba dentro de una densidad de carga, tamaño de partícula y tiempo de secado del material vegetal.



Figura 26. Picadora para material vegetal marca Penagos, referencia PE-800, instalada en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Víctor Pérez, Noviembre de 2010.

3.2.2 Extracción

Antes de encender la caldera, fue preciso realizar una inspección de rutina en todos los componentes del sistema de destilación, a saber: suavizador de agua, bomba de agua, quemador de ACPM, caldera, distribuidor de vapor, destilador, condensador y sistema de refrigeración del condensador. Dicha inspección se ejecutó revisando cada una de las válvulas de todos los componentes; en el suavizador todas las válvulas tenían que permanecer abiertas, con el fin de tener de manera ininterrumpida un flujo de agua hacia el tanque de condensados; la válvula, que comunica el tanque de condensados con la caldera, debía de igual forma, permanecer abierta, los niveles de agua del tanque de condensados tenían que garantizar siempre el suministro a la caldera, también se revisaba el nivel de agua en el controlador de nivel de líquidos marca *McDonnel & miller*, luego, se verificaba que hubiera suficiente combustible en el tanque de alimentación del quemador de ACPM y que el sistema de ventilación del quemador se encontrara abierto. Seguidamente, se revisaba que las válvulas del distribuidor de vapor

estuvieran cerradas, al igual que la de la salida de vapor de la caldera y la entrada de vapor del destilador; posteriormente, se encendía la bomba de agua del sistema de refrigeración del condensador verificando que las válvulas de este sistema estuviesen abiertas totalmente y que el tanque de almacenamiento de agua estuviera lleno.

Para dar inicio al proceso de destilación, se encendió la caldera que suministraba el vapor hacia el destilador a una presión de 80 psi; una vez se alcanzó la presión deseada en la caldera, se procedió a abrir las válvulas de salida de vapor, las válvulas que comunican el flujo de vapor entre el distribuidor y el destilador, y, por último, se abrió poco a poco la válvula de entrada de vapor del destilador, este procedimiento de dar apertura de manera lenta a la válvula de alimentación del destilador fue necesario para lograr una homogeneización del flujo de vapor a través del material vegetal y que el tiempo de residencia del vapor dentro del destilador fuera el adecuado para lograr un proceso extractivo más eficiente; el flujo operacional fue de 500 mL/min, la lectura de flujo se realizó cada cinco minutos, y el tiempo de la destilación fue de 40 minutos.

3.3 ESTUDIO DE LAS VARIABLES QUE AFECTAN EL RENDIMIENTO Y LA COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE *Thymus vulgaris* L.

3.3.1. Diseño experimental

Con el objeto de establecer las condiciones más apropiadas para el tamaño de partícula (cm), densidad de carga (kg/m^3) y porcentaje de secado (%p/p de pérdida de humedad) para la extracción de AE de *Thymus vulgaris* L., se evaluaron diferentes tamaños de partícula (0.5, 0.9 y 10 cm), combinados con distintas densidades de carga (85, 115.5 y 146 kg/m^3) y el grado de secado o no del material vegetal (0, 35 y 70 % de pérdida de humedad en peso); para ello, se implementó un diseño experimental factorial de 2^3 más estrella. Las variables de

respuesta fueron los rendimientos de extracción y los componentes mayoritarios del aceite esencial, i.e., timol, *p*-cimeno y γ -terpineno. El error experimental se determinó con base en las mediciones efectuadas en el punto medio de las variables estudiadas. En la **Tabla 2** se muestra el diseño experimental implementado y los valores de las variables estudiadas.

Tabla 2. Diseño experimental factorial 2^3 más estrella empleado para evaluar el efecto del tamaño de partícula, el secado del material vegetal y la densidad de carga, sobre el rendimiento de extracción y la composición del AE de *Thymus vulgaris* L.

Experimento	Niveles de las variables		
	Tamaño partícula, cm	Pérdida de humedad, %(p/p)	Densidad de carga, kg/m ³
1	0,5	0	85
2	10,0	0	85
3	0,5	70	85
4	10,0	70	85
5	0,5	0	146
6	10,0	0	146
7	0,5	70	146
8	10,0	70	146
9	0,5	35	116
10	10,0	35	116
11	0,9	0	116
12	0,9	70	116
13	0,9	35	85
14	0,9	35	146
15*	0,9	35	116
16*	0,9	35	116
17*	0,9	35	116
18*	0,9	35	116

* Niveles de variables empleados para determinar el error experimental del método.

3.3.2 Análisis estadístico y encaje de modelos polinómicos a los datos experimentales.

Para el análisis estadístico de los resultados se empleó el programa STATISTICA (Versión 6.0, *StatSoft* Inc., Tulsa, Oklahoma, EE. UU), con el cual se realizaron los análisis de varianza y de componentes principales de las concentraciones (g/L) de los compuestos mayoritarios presentes en el aceite esencial de tomillo, extraído por arrastre con vapor. El propósito de este análisis fue encontrar relaciones entre la composición química de los aceites esenciales aislados de las plantas aromáticas por arrastre con vapor, con los perfiles cromatográficos obtenidos por GC-FID.

Para el encaje de los modelos polinómicos, a partir de la colección de datos obtenidos, al aplicar el diseño experimental factorial 2^3 , se tomaron como observables los resultados de multiplicar la cantidad de AE, obtenido por lote de destilación en un alambique de capacidad de 1m^3 , con la sumatoria de las áreas cromatográficas de los componentes mayoritarios presentes en los AE (timol, γ -terpineno y *p*-cimeno). En cada caso, se normalizaron los valores de las variables y del observable. Para el análisis de varianza se empleó el método de Yates, con el fin de determinar cuáles variables eran factores a tener en cuenta en los modelos polinómicos (variables que mostraron significancia en el proceso de extracción de aceite esencial de tomillo mediante arrastre con vapor). Se usó el valor crítico del parámetro F para 1 y 4 grados de libertad, con un nivel de confianza de probabilidad de $P = 0,05$.

Para la obtención de los modelos matemáticos, que relacionaron las áreas cromatográficas de los componentes mayoritarios presentes en el aceite de tomillo, con las diferentes variables bajo estudio (tamaño de partícula, secado, densidad de carga), se estimaron en total 10 ecuaciones polinómicas, las cuales fueron resueltas por el método de matrices. Para determinar el modelo que mejor

se ajustó a las variables evaluadas, se compararon los R^2 ajustados, así como el error que el modelo no fue capaz de explicar (LOF).

3.3.3 Optimización del modelo y validación.

Para obtener los valores óptimos de la ecuación seleccionada en la **Sección 3.3.2.**, ésta se derivó respecto a cada variable y se igualó a cero. Los valores obtenidos se renormalizaron y aplicaron experimentalmente para corroborar el modelo obtenido. Para ello, se usó el procedimiento experimental descrito en la **Sección 3.2.2.**

3.4 ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO

Con el objetivo de realizar una caracterización química completa de los metabolitos secundarios volátiles presentes en *Thymus vulgaris* L., se empleó la técnica de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) y cromatografía de gases con el detector de ionización en llama (GC-FID).

3.4.1 Preparación de muestras para el análisis por GC-MS y GC-FID

Con el fin de eliminar impurezas y agua residual, los AE fueron filtrados a través de sulfato de sodio anhidro. Luego, se tomaron del aceite 50 μ L y del patrón interno (*n*-tetradecano) 4 μ L, la mezcla se aforó a un volumen de 1 mL, con diclorometano.

3.4.2 Análisis por GC-MS

El análisis cromatográfico y los espectros de masas de las muestras se obtuvieron en un equipo *Agilent Technologies 6890 Plus Series GC System* (**Figura 27**), acoplado a un detector selectivo de masas *Agilent Technologies MSD 5973*

Network, *Mass Selectivity Detector*, y equipado con un puerto de inyección *split/splitless* (250°C, relación de *split* 30:1), un inyector automático *Agilent Technologies 7863* y un *Auto sampler Agilent Technologies 7863*. La separación de los analitos se realizó en una columna capilar apolar DB-5MS (*J&W Scientific*, Folsom, CA, EE.UU.) de 60m x 0,25 mm., D.I. x 0,25 µm, d_f , con fase estacionaria de 5%-fenil-poli(metilsiloxano). El gas de arrastre empleado en el análisis fue helio (99.995 %), con una presión de entrada en la cabeza de columna de 16,47 psi. La temperatura del horno se programó desde 45°C (5 min) @ 4°C/min hasta 150°C (2 min) y se incrementó a razón de 5 °C/min hasta llegar a 250°C, donde permaneció isotérmicamente 5 min y, finalmente, aumentó @ 10°C/min hasta 275°C, temperatura a la cual permaneció constante durante 15 min. Los espectros de masas se obtuvieron por impacto con electrones (EI) de energía de 70 eV. Las temperaturas de la cámara de ionización y de la línea de transferencia se mantuvieron a 230 y 285°C, respectivamente. Los espectros de masas y las corrientes iónicas totales (TIC, por sus siglas en inglés, *Total Ion Current*) se obtuvieron en un analizador cuadrupolar, 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 G17001DA* (Versión D 00.01.27, 2002), que incluye las bases de datos Wiley, NIST y Adams 2004.

3.4.3 Análisis por GC-FID

Se empleó un cromatógrafo GC *Agilent Technologies 6890N*, equipado con un inyector *split/splitless* (250°C, relación *Split* 1:30) y un detector de ionización en llama (FID) (250°C) (**Figura 28**). Para el procesamiento de datos, se utilizó el programa *Chem Station* (HP Rev. B.03.02). Para la separación de los analitos, se usó una columna capilar apolar, DB-5MS, de 60 m x 0.25 mm, D.I. x 0.25 µm, d_f , con fase estacionaria de 5%-fenil-poli(metilsiloxano). La programación de temperatura para el horno fue de 40°C (15 min) hasta 250°C @ 5°C min⁻¹. El gas

de arrastre empleado fue helio (99.995 %), con una presión de entrada en la cabeza de la columna de 200 kPa y una velocidad lineal de 26 cm s^{-1} . El gas auxiliar fue nitrógeno, a 30 mL/min.



Figura 27. Cromatógrafo de gases *Agilent Technologies 6890 Plus Series GC System* acoplado a un detector selectivo de masas *Agilent Technologies 5973 Network*, equipado con un puerto de inyección *split/splitless* y un inyector automático *Agilent 6890*. Se indica la programación de la temperatura del horno para análisis en la columna apolar. Foto: Camilo Durán, Laboratorios CIBIMOL-CENIVAM, marzo 2011.



Figura 28. Cromatógrafo de gases de alta resolución *Agilent Technologies 6890N*, con detector de ionización en llama (FID). Foto: Camilo Durán, Laboratorios CIBIMOL-CENIVAM, marzo 2011.

4. RESULTADOS

Como resultado del presente trabajo, se instaló y se puso en marcha una planta industrial de extracción de aceites esenciales en la vereda El Retiro del Corregimiento La Pradera del Municipio de Sucre (Santander). Se realizaron varias destilaciones de prueba siguiendo el procedimiento descrito en el **Numeral 3.3.2**, con material vegetal de *Rosmarinus officinalis* (**Figura 29**), obteniendo rendimientos de 0.75-0.78 % p/p de AE. La **Figura 30** muestra la instalación de la planta de extracción de AE en el municipio de Sucre Santander.



Figura 29. Material vegetal de *Rosmarinus officinalis*, usado para extracciones de prueba en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Víctor Pérez, Diciembre de 2010.



Figura 30. Planta de extracción de AE, instalada y puesta en marcha en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Carlos A. Cárdenas, Diciembre de 2010.

Después de las pruebas preliminares, para el material vegetal de *Thymus vulgaris* L. mediante varias destilaciones se determinaron los valores óptimos para el tamaño de partícula (cm), % de humedad retirada, y densidad de carga (kg/m^3), que proporcionan la mayor cantidad y mejor calidad del AE (**Figura 31**), en un alambique con capacidad de 1 m^3 , por el método de arrastre con vapor.



Figura 31. Filtración del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. en el municipio de Sucre (Santander). Foto: Víctor Pérez, Diciembre de 2010.

4.1 OBTENCIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES DE *Thymus vulgaris* L.

Se realizaron las destilaciones correspondientes a los experimentos propuestos en el **Numeral 3.4.1** de acuerdo con el procedimiento descrito en el **Numeral 3.3.2**. En la **Tabla 3** se presenta el rendimiento de extracción de aceite esencial para cada uno de los experimentos; en la **Figura 32** aparecen, envasados, los AE de *Thymus vulgaris* L. obtenidos.

Tabla 3. Rendimientos de extracción de los aceites esenciales de *Thymus vulgaris* L., obtenidos en los diferentes experimentos correspondientes al diseño experimental factorial 2^3 + estrella.

Exp.	Tamaño partícula, cm	Humedad retirada, %	Densidad kg/m³	Rendimiento de extracción, % (p/p)
1	0,5	0	85	0,11
2	10,0	0	85	0,08
3	0,5	70	85	0,28
4	10,0	70	85	0,23
5	0,5	0	146	0,10
6	10,0	0	146	0,11
7	0,5	70	146	0,51
8	10,0	70	146	0,53
9	0,5	35	116	0,24
10	10,0	35	116	0,17
11	0,9	0	116	0,08
12	0,9	70	116	0,28
13	0,9	35	85	0,16
14	0,9	35	146	0,23
15	0,9	35	116	0,22
16	0,9	35	116	0,23
17	0,9	35	116	0,23
18	0,9	35	116	0,24



Figura 32. Aceites esenciales de *Thymus vulgaris* L. obtenidos en cada uno de los experimentos. Foto: Víctor Pérez, Laboratorio CIBIMOL-CENIVAM, Diciembre de 2010.

4.2 ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO

4.2.1 Análisis de los aceites esenciales de *Thymus vulgaris* L.

En la **Figura 33** se muestra la corriente iónica total reconstruida (TIC), obtenida por GC-MS, del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. Los compuestos identificados en el aceite esencial se presentan en la **Tabla 4**. Para la identificación de los compuestos, los datos fueron procesados con el sistema de datos *Hewlett- Packard MS ChemStation G17001DA* (Versión D 00.01.27, 2002), que incluye las bases de datos Wiley, NIST y Adams 2004. Se usaron los espectros de masas e índices de retención lineales, los cuales se calcularon con base en la **Ecuación N° 1** [11].

$$I_R = 100n + 100 \left[\frac{t_{Rx} - t_{Rn}}{t_{Rn} - t_{Rn}} \right] \quad \text{Ecuación N° 1}$$

Donde $n < N$

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

t_{Rx} = Tiempo de retención del compuesto de interés.

t_{Rn} = Tiempo de retención del hidrocarburo lineal, que eluye antes del compuesto de interés.

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

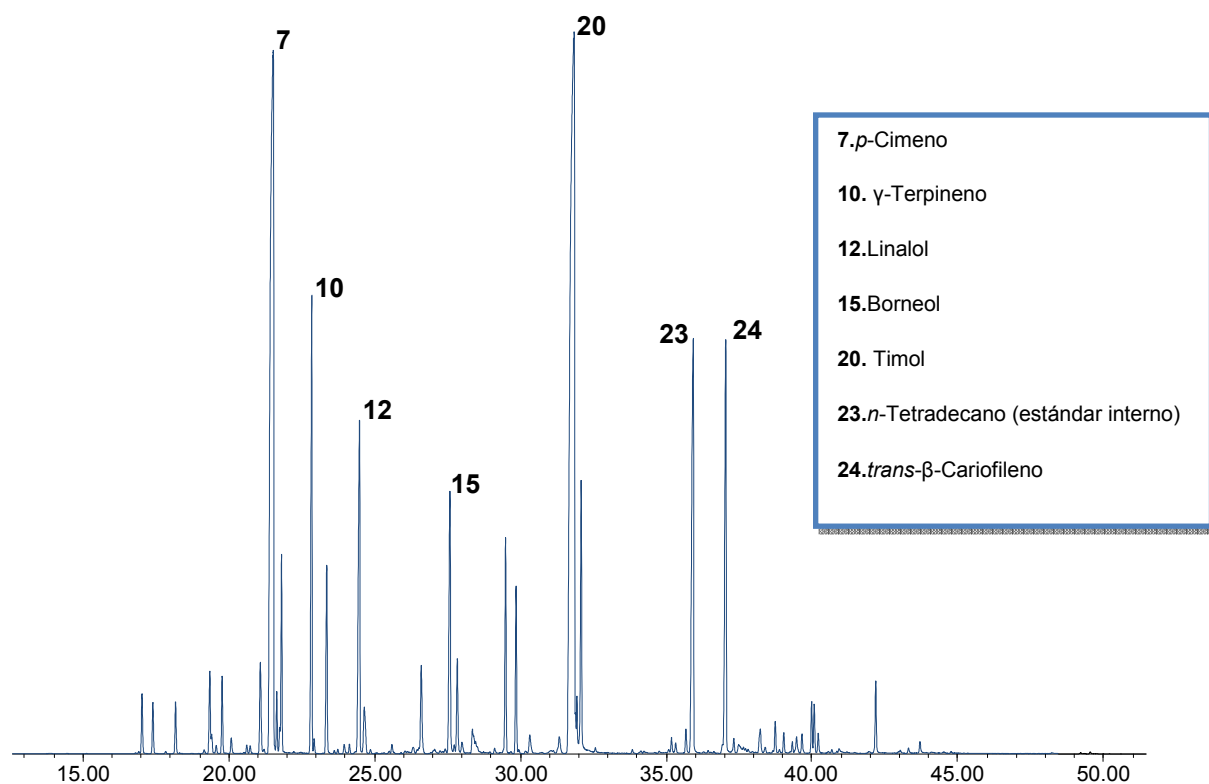


Figura 33. Cromatograma típico obtenido por GC-MS del AE de *Thymus vulgaris* L., obtenido por el método de arrastre con vapor. Columna DB-5MS (60 m). *Split* 1:30. MSD (EI, 70 eV).

Tabla 4. Cantidad relativa (%) e identificación de los principales compuestos encontrados en el aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. obtenidos por el método de arrastre con vapor.

N° pico ^a	t _R , min	I _R ^b	Compuesto	GC área, %
1	17,0	928	α-Tujeno	0,6
2	17,4	937	α-Pineno	0,5
3	18,2	954	Canfeno	0,5
4	19,4	980	1-Octen-3-ol	0,9
5	19,8	990	B-Mirceno	0,7
6	21,1	1020	α-Terpineno	1,1
7	21,5	1031	p-Cimeno	19,8
8	21,6	1034	Limoneno	0,5
9	21,8	1038	Eucaliptol (1,8-Cineol)	2,0
10	22,9	1063	γ-Terpineno	5,9
11	23,4	1075	cis-Hidrato de sabineno	2,1
12	24,5	1102	Linalol	4,6
13	24,7	1106	trans-Hidrato de sabineno	0,8
14	26,6	1156	Alcanfor	1,2
15	27,6	1181	Borneol	3,3
16	27,9	1188	Terpinen-4-ol	1,1
17	28,4	1201	α-Terpineol	0,4
18	29,5	1232	Metil-timil-éter	2,2
19	29,9	1242	Metil-carvacril-éter	1,6
20	31,9	1296	Timol	26,7
21	32,0	1298	Acetato de isobornilo	0,5
22	32,1	1302	Carvacrol	3,1
23	35,9	1402	n-Tetradecano (Istd)	6,8
24	37,1	1434	trans-β-Cariofileno	5,5
25	38,2	1469	α-Humuleno	0,4
26	38,8	1484	γ-Muruleno	0,3
27	40,0	1524	γ-Cadineno	0,5
28	40,1	1527	δ-Cadineno	0,5
29	42,2	1598	Óxido de cariofileno	0,8

^a Número de pico en la **Figura 33**.

^b Índices de retención determinados experimentalmente en la columna DB-5MS.

Como puede observarse en la **Tabla 3**, en el aceite de *Thymus vulgaris* L. se identificaron positivamente 29 compuestos, los cuales presentaron señales mayores del 0,3% del área cromatográfica total, lo que corresponde a un 94,8% de todos los compuestos detectados; destacándose como compuestos mayoritarios el *p*-cimeno, γ -terpineno y el timol.

En la **Tabla 5** se presentan las áreas cromatográficas totales y las áreas cromatográficas de los compuestos mayoritarios obtenidas mediante el análisis por GC-FID, para cada uno de las extracciones realizadas según el diseño experimental.

Tabla 5. Áreas cromatográficas totales y áreas cromatográficas de los compuestos mayoritarios obtenidas mediante el análisis por GC-FID en los experimentos según el diseño experimental

Exp.	Tamaño partícula, cm	Humedad retirada, % (p/p)	Densidad, kg/m ³	Rendimiento de extracción, % (p/p)	Área cromatográfica, cuentas				
					Total	<i>n</i> -Tetradecano	<i>p</i> -Cimeno	γ -Terpineno	Timol
1	0,5	0	85	0,11	63435	4612	10346	5835	30408
2	10	0	85	0,08	69548	4025	10325	6248	35091
3	0,5	70	85	0,28	61730	4072	20744	4810	16106
4	10	70	85	0,23	63518	4705	25482	4063	18924
5	0,5	0	146	0,10	58320	4220	9103	6627	26992
6	10	0	146	0,11	62525	4731	10341	7320	28289
7	0,5	70	146	0,51	63498	4630	18326	8128	15152
8	10	70	146	0,53	63151	4916	22987	5754	13161
9	0,5	35	116	0,24	67079	4523	9312	8736	30197
10	10	35	116	0,17	64950	4463	10861	7281	29577
11	0,9	0	116	0,08	61300	4235	9587	6371	2928
12	0,9	70	116	0,28	59910	4659	21000	3828	14621
13	0,9	35	85	0,16	70430	4635	9061	6759	35853
14	0,9	35	146	0,23	65565	4602	9412	7882	30388
15	0,9	35	116	0,22	74263	4359	10841	8157	35284
16	0,9	35	116	0,23	74562	4801	12325	9339	31872
17	0,9	35	116	0,23	65805,1	4759	8278	7242	32947
18	0,9	35	116	0,24	65546	4646	7705	7465	33564

4.3 Evaluación de los parámetros de extracción de aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., obtenido por arrastre con vapor.

Los resultados, al aplicar el diseño factorial 2^3 más estrella a la extracción de aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., para evaluar la eficiencia de extracción y calidad del aceite (cantidad del AE y concentración de *p*-cimeno, γ -terpineno y timol), se presentan en la **Tabla 6**. El observable empleado fue el resultado de multiplicar la cantidad de AE obtenido por lote de destilación en un alambique con capacidad de 1 m³, por la sumatoria de las áreas cromatográficas de los componentes mayoritarios presentes en el AE (timol, γ -terpineno y *p*-cimeno), calculados con base en la integración de sus respectivos picos cromatográficos.

Tabla 6. Resultados obtenidos al aplicar el diseño factorial 2^3 más estrella al estudio del proceso de extracción de aceites esenciales de la especie *Thymus vulgaris* L. Datos del observable normalizado.

Exp.	Tamaño partícula, cm	Humedad retirada, %	Densidad, kg/m ³	Respuesta $W_{AE} * A_{CM}$
1	0,5	0	85	-0,235
2	10	0	85	-0,2477
3	0,5	70	85	-0,1459
4	10	70	85	-0,1731
5	0,5	0	146	-0,2117
6	10	0	146	-0,1954
7	0,5	70	146	0,1785
8	10	70	146	0,1909
9	0,5	35	116	-0,1057
10	10	35	116	-0,1659
11	0,9	0	116	-0,2367
12	0,9	70	116	-0,1033
13	0,9	35	85	-0,1987
14	0,9	35	146	-0,0747
15	0,9	35	116	-0,107
16	0,9	35	116	-0,0944
17	0,9	35	116	-0,1216
18	0,9	35	115,5	-0,113

El análisis de varianza ANOVA (**Tabla 7**) para el observable calculado, permitió evaluar estadísticamente la significancia de las variables bajo estudio, a saber: tamaño de partícula (cm), humedad retirada (% p/p) y densidad de carga (kg/m³).

Tabla 7. Análisis de varianza (ANOVA, método de Yates) para la respuesta del diseño experimental implementado al estudio de la extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., por el método de arrastre con vapor.

Fuente de variación	Cociente*	Efecto
Tamaño de partícula, cm	0,2	NO
Humedad retirada, %	1129,2	SI
Densidad de carga, kg/m ³	745,7	SI
Tamaño x humedad retirada	0,4	NO
Tamaño x densidad	6	NO
Humedad retirada x densidad	479,6	SI
Tamaño x humedad retirada x densidad	0,1	NO

* Cociente entre el cuadrado promedio y el cuadrado promedio estimado para el error experimental

El valor crítico del parámetro **F** para 1° y 4° grados de libertad con un nivel de probabilidad P=0.05, fue de **7,71**.

Tal como se aprecia en la **Tabla 7**, para el caso de la especie *Thymus vulgaris* L., se concluye que solamente los efectos de la humedad retirada (% p/p) y la densidad de carga (kg/m³) resultaron significativos, así como la interacción entre la humedad retirada y la densidad de carga.

4.3.1. Determinación de las condiciones óptimas para la extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de arrastre con vapor.

En la **Tabla 8** se presentan las ecuaciones evaluadas en la optimización del proceso de extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de

arrastre con vapor, así como los valores del R^2 estadístico ajustado y el error propio del modelo LOF (*lack of fit*, falta de ajuste) calculados.

Tabla 8. Ecuaciones obtenidas en el proceso de optimización.

Ecuación N°	Ecuación	R^2	LOF, %
2	$y = b_0 + B + C + BC + B^2 + C^2 + B^2C^2$	0.92	4
3	$y = b_0 + B + C$	0,51	14
4	$y = b_0 + B + C + AC + BC$	0.66	21
5	$y = b_0 + B + C + BC + B^2$	0.41	19
5	$y = b_0 + B + C + BC + C^2$	0.55	20
7	$y = b_0 + B + C + C^2$	0.61	25
8	$y = b_0 + B + C + B^2$	0.55	20
9	$y = b_0 + B + C + BC + B^2 + C^2$	0.63	20
10	$y = b_0 + B + C + BC + B^2C^2$	0.54	30
11	$y = b_0 + B + C + B^2C^2$	0.77	18

B: % Humedad retirada (p/p); **C:** Densidad de carga (kg/m^3)

De acuerdo con los resultados obtenidos en la evaluación del modelo polinómico para la optimización del método de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L, la **Ecuación N° 2** presentó el valor de R^2 estadístico más alto ajustado. De esta manera, 92% de la variabilidad correspondió a las áreas cromatográficas de los componentes mayoritarios del aceite esencial.

La **Ecuación N° 2** se validó con valores diferentes a los descritos en el diseño experimental; ello, para corroborar el modelo obtenido. En la **Tabla 9** se presentan los niveles evaluados, las respuestas experimental ($W_{AE} * A_{cm}$) y calculada por el modelo matemático planteado. En la **Figura 34** se muestran los valores calculados para los modelos obtenidos respecto a la respuesta experimental producida en la extracción de aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de arrastre con vapor.

Tabla 9. Datos de validación del modelo matemático obtenido para la extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* por el método de arrastre con vapor.

$$y = b_0 + b_1B + b_2C + b_3B \times C + b_4B^2 + b_5C^2 + b_6B^2C^2$$

Tamaño, cm	Humedad retirada, %(p/p)	Densidad de carga, kg/m ³	Respuesta calculada normalizada	Respuesta experimental normalizada	Error, %
9,0	70	107,0	0,31676582	0,35168821	9,9
9,0	70	153,0	0,05150011	0,05578639	7,7
9,0	0	115,5	0,49769488	0,46601985	6,8
9,0	35	85,0	0,37217402	0,35938039	3,6

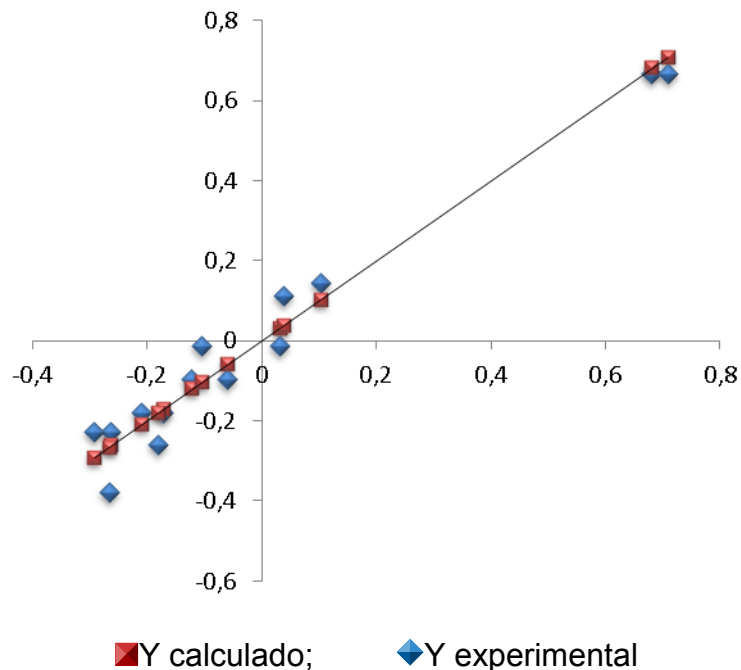


Figura 34. Respuesta experimental ($W_{AE} * A_{cm}$) para la extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de arrastre con vapor Vs los valores obtenidos según el modelo matemático, al aplicar el diseño factorial 2^3 más estrella.

En la **Tabla 10** se presentan los valores de los coeficientes obtenidos para las variables descritas en la **Ecuación N° 2**, necesarios para encontrar las condiciones óptimas de extracción de aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de arrastre con vapor. Los valores óptimos encontrados para cada variable se presentan en la **Tabla 11**.

Tabla 10. Coeficientes de la ecuación polinómica ajustada al modelo matemático para las variables de humedad retirada (% p/p) y densidad de carga (kg/m³), en la extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de arrastre con vapor.

Variable	Coeficiente
B: Humedad retirada, %	0,4895
C: Densidad de carga, kg/m³	0,4049
BC	0,7138
C²	-0,4777
B²	-0,1742
B²C²	3,4848
b₀, constante	-0,0152

Tabla 11. Valores óptimos de las variables empleadas en el proceso de extracción del aceite esencial de *Thymus vulgaris* L. por el método de arrastre con vapor.

$$y = b_0 + b_1 B + b_2 C + b_3 B \times C + b_4 B^2 + b_5 C^2 + b_6 B^2 C^2$$

Tamaño de partícula, cm	Humedad retirada, %	Densidad de carga, kg/m ³	Respuesta ,A _{CM} /A _T , cuentas
10	30	192	0,75226

En la **Tabla 12** se reportan la cantidad de aceite esencial (kg) obtenida por hectárea de cultivo para cada uno de los experimentos, y las concentraciones de los componentes mayoritarios presentes en el aceite de *Thymus vulgaris* L. (g/kg de aceite), obtenido por arrastre con vapor.

Tabla 12. Cantidad de aceite (kg) esencial obtenida por hectárea (ha) de cultivo y concentración (g/kg) de sus componentes mayoritarios

Exp.	Tamaño partícula (cm)	Humedad retirada, % (p/p)	Densidad, kg/m ³	Cantidad de AE en 1 m ³ , kg	Rendimiento de extracción %, (p/p)	Cantidad de AE por hectárea de cultivo, kg	Concentración <i>p-cimeno</i> , g/kg de aceite	Concentración <i>γ-terpineno</i> , g/kg de aceite	Concentración de timol, g/kg de aceite	Cantidad de los tres compuestos mayoritarios por ha, kg	% de los tres compuestos mayoritarios en el AE
1	0,5	0	85	0,09	0,11	11,0	162,4	98,3	478,7	5,4	73,9
2	10	0	85	0,07	0,08	8,0	181,5	116,3	617,0	4,7	91,5
3	0,5	70	85	0,24	0,28	8,4	331,7	93,0	306,9	4,1	73,2
4	10	70	85	0,19	0,23	6,9	350,8	73,1	311,2	3,3	73,5
5	0,5	0	146	0,14	0,10	10,0	157,3	117,5	465,8	4,8	74,0
6	10	0	146	0,16	0,11	11,0	159,0	116,0	438,7	5,2	71,4
7	0,5	70	146	0,75	0,51	15,3	264,3	129,1	262,4	6,7	65,6
8	10	70	146	0,78	0,53	15,9	306,9	92,4	223,7	6,6	62,3
9	0,5	35	116	0,28	0,24	15,6	151,4	140,1	484,1	8,2	77,6
10	10	35	116	0,20	0,17	11,1	173,7	121,3	480,8	5,7	77,6
11	0,9	0	116	0,09	0,08	8,0	163,6	113,3	499,5	4,2	77,6
12	0,9	70	116	0,32	0,28	8,4	296,9	70,5	253,7	3,5	62,1
13	0,9	35	85	0,13	0,16	10,4	145,3	110,4	552,9	5,6	80,9
14	0,9	35	146	0,33	0,23	15,0	150,6	126,4	479,2	7,5	75,6
15	0,9	35	116	0,25	0,22	14,3	176,9	136,3	576,4	8,3	89,0
16	0,9	35	116	0,27	0,23	15,0	181,6	141,0	481,6	8,0	80,4
17	0,9	35	116	0,26	0,23	15,0	132,5	114,4	500,1	7,4	74,7
18	0,9	35	116	0,28	0,24	15,6	127,7	119,7	519,7	8,0	76,7
21	0,9	30	192	0,46	0,24	16,8	186,8	167,1	641,3	11,2	99,5

CONCLUSIONES

- Con la realización del presente Trabajo de Grado, se logró la instalación satisfactoria de una planta para la extracción de aceites esenciales en la vereda El Retiro del corregimiento La Pradera del municipio de Sucre en el Departamento de Santander. La instalación de esta planta de extracción de aceites es de vital importancia para el desarrollo de industria de aceites, que, en Colombia, actualmente promueve CENIVAM.
- Para la especie *Thymus vulgaris* L., las variables del proceso, humedad retirada (% p/p) y densidad de carga (kg/m^3), así como las interacciones entre las dos, resultaron ser significativas en el aumento de rendimiento y calidad del aceite esencial obtenido. El tamaño de partícula, al no ser una variable que afecte el proceso, permite que se puedan realizar destilaciones sin que sea necesario picar el material vegetal, lo cual disminuye el tiempo de destilación y la mano de obra.
- Se determinaron las condiciones óptimas de extracción de AE de *Thymus vulgaris* L., que proporcionan una mejor calidad del aceite, en términos de la cantidad del timol (ca. 641 g/kg de aceite) y rendimiento del AE por hectárea de cultivo (ca. 11 kg/ha), a saber: Humedad retirada= 30% (p/p); Densidad de carga = 192 kg/m^3 .
- En el aceite de *Thymus vulgaris* L., se identificaron 29 metabolitos secundarios volátiles y semivolátiles, presentando un alto contenido de timol (64,1%), *p*-cimeno (18,7%) y γ -terpineno (16,7%), para el AE obtenido bajo los parámetros óptimos de extracción.

- El aceite esencial de *Thymus vulgaris* L., obtenido presentó una concentración de timol del (64%), haciéndolo un producto competitivo comparado con el descrito en la norma ISO 14715.

RECOMENDACIONES

Mensualmente se deben realizar verificaciones en los componentes de la planta de extracción y un mantenimiento correctivo del equipo, logrando un uso correcto en las operaciones de destilación.

Elaboración de una cartilla con el programa preventivo para el mantenimiento de la planta de destilación.

Lograr la implementación de las BPM (Buenas prácticas de manufactura) logrando, con esto un valor agregado al producto obtenido, este tipo de certificaciones logra que la industria de los aceites esenciales pueda participar con éxito en el mercado internacional.

Promover este tipo de Proyectos que evidencian el aporte importante técnico-científico, que la Academia puede proporcionar para dar soluciones, que permiten el desarrollo de nuestras regiones en Colombia, indistintamente de su ubicación. El acercamiento que se logra con estas iniciativas hace que tanto estudiantes como profesores, se reconozcan como parte de la solución de algunos problemas sociales de nuestro país.

BIBLIOGRAFÍA

1. ARAÚJO, J.A.R.; ARENCIBIA, R.J. Informetría, bibliometría y cienciometría: aspectos teórico-prácticos. **2002**. [Sitio en Internet]. Disponible en: http://bvs.sld.cu/revistas/aci/vol10_4_02/aci040402.htm. [Consultado: enero 15 de 2011]
2. BANDONI, Arnaldo (Ed). Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica, su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. Argentina: Red de Editoriales Universitarias, La Plata, **2000**. pp. 29-43, 149-171, 197- 232.
3. BLUM, Carsten, KUBECZKA, Karl- Heinz., BECKER, Klaus, Supercritical fluid chromatography-mass spectrometry of thyme extracts (*Thymus vulgaris* L.), *J. Chromatogr.*, 773, **1997**. pp. 377-380.
4. DENNY, Tim. Field distillation for herbaceous oils. Denny, Ed. McKenzie Associates. Australia. **2001**. pp. 31-72, 105, 163-167, 207-244.
5. DOMÍNGUEZ, A. X., Métodos de investigación fitoquímica, México: Limusa, **1988**. pp. 229, 239, 281.
6. Estudio del Mercado colombiano de aceites esenciales [Sitio en Internet]. Disponible en: http://www.minambiente.gov.co/documentos/339_Mercado_nacional_de_aceites_esenciales.pdf. [Consultado: enero 7 de 2011].
7. GÜENTHER, E., The essential oils, New York: Van Nostrand, 1948. Tomo 1: 427p.

8. GUILLÉN, M. D. and MANZANOS M. J. Study of the composition of the different parts of a Spanish *Thymus vulgaris* L. plant. *Food Chemistry*, Vol. 63, No. 3. **1998**. pp. 373-383.
9. GUMUS, Tuncay, Determination of the changes of antifungal properties of *Satureja hortensis*, *Thymus Vulgaris* and *Thymbra spicata* exposed to gamma irradiation., *Radiation Physics and Chemistry*, Vol. 79, **2010**. pp. 109-114.
10. HUDAID, Mohammad., SPERONI, Ester., DI PIETRA, Anna M., CAVRINI, Vanni., GC/MS evaluation of thyme (*Thymus vulgaris* L.) oil composition and variations during the vegetative cycle., *JPBA*, Vol. 29, **2002**. pp. 691-700.
11. KOVÁTS, E., Gas chromatographic characterization of organic substances in the retention index system. *Advan. Chromatogr.*, **1965**. pp. 229-247.
12. KUMAR, Ashok, SHUKLA, Ravindra and SINGH, Priyanka, Assessment of *Thymus vulgaris* L. essential oil as a safe botanical preservative against post harvest fungal infestation of food commodities., *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, No. 9, **2008**. pp. 575-580.
13. LEE, Seung-Joo, UMANO, Katumi, SHIBAMOTO, Takayuki and LEE, Kwang-Geun, Identification of volatile components in basil (*Ocimum basilicum* L.) and thyme leaves (*Thymus vulgaris* L.) and their antioxidant properties., *Food Chemistry*, No. 91, **2005**. pp. 131-137.
14. Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, LEY 811 DE 2003, Diario Oficial No. 45.236 de 2 de julio de 2003. [Sitio en Internet]. Disponible en: http://www.minagricultura.gov.co/archivos/ley_811_de_2003.pdf. [Consultado: agosto 27 de 2010].

15. MUÑOZ, F., Plantas medicinales y aromáticas, estudio, cultivo y procesado. Madrid: Mundi Prensa, **1987**. pp. 281 -285, 365.
16. REDDY, M. V., ANGERS, Paul., GOSSELIN, André, and ARUL, Joseph., Characterization and use of essential oil from *Thymus vulgaris* against *Botrytis cinerea* and *Rhizopus stolonifer* in strawberry fruits, *Phytochemistry*, Vol. 47, No. 8, **1998**. pp. 1515-1520.
17. ROSSI, J.P., DELFINO, J.M. Cienciometría, instrumentos de evaluación y crítica. Revista *Ciencia hoy en línea*. Universidad de Buenos Aires. **2005**. [Sitio en Internet]. Disponible en: <http://www.cienciahoy.org.ar/ln/hoy89/cienciometria.htm>. [Consultado: enero 15 de 2011]
18. ROTA, Maria C., HERRERA, Antonio., MARTÍNEZ, Rosa M., SOTOMAYOR, Jose A., and JORDÁN, María J., Antimicrobial activity and chemical composition of *Thymus vulgaris*, *Thymus zygis* and *Thymus hyemalis* essential oils. *Food Control*, Vol. 19, **2008**, 681-687.
19. STASHENKO, E., COMBARIZA, Y., PUERTAS, M. A., Aceites esenciales: técnicas de extracción y análisis. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, **1998**.
20. STASHENKO, Elena E. Aceites Esenciales. División de Publicaciones UIS, Bucaramanga, **2009**. pp. 13 -21, 37-48.
21. VARGAS, P.; ORTIZ, I.; y ROJAS, V. Vigilancia tecnológica aplicada a nanociencia y nanotecnología en países de Latinoamérica. *J. Technol. Manag. Innov.*, **2006**. p.p. 84-94.

22.[*On-line*]: http://es.wikipedia.org/wiki/Suavizador_de_agua [Consultado: enero 3 de 2011]

23.[*On-line*]:
http://www.inea.uva.es/servicios/histologia/lista_de_micrografias3.htm
[Consultado: marzo 16 de 2011].

24.[*On-line*]: <http://www.sucre-santander.gov.co> [Consultado: agosto 10 de 2010].