

**RECTIFICACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES DE PALMARROSA  
(*Cymbopogon martinii*) Y CITRONELA (*Cymbopogon nardus*)**

**ANDREA CAROLINA MORALES TOSCANO  
ANDRÉS FELIPE SOLANO GONZÁLEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2017**

**RECTIFICACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES DE PALMARROSA  
(*Cymbopogon martinii*) Y CITRONELA (*Cymbopogon nardus*)**

**ANDREA CAROLINA MORALES TOSCANO  
ANDRÉS FELIPE SOLANO GONZÁLEZ**

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

**Director:**

**JAIRO RENÉ MARTÍNEZ MORALES  
Químico, Ph. D.**

**Codirector:**

**ANDRES FERNANDO RAMÍREZ QUINTERO  
MSc en Ingeniería Química**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2017**

## DEDICATORIA

A *Dios* en agradecimiento por todas las oportunidades y bendiciones que ha puesto en mi vida.

A mis padres *Yolanda Toscano* y *José Ángel Morales*, porque con dedicación y amor me han brindado la educación que deseé, por hacer de mí una buena persona, por todo lo que les debo hasta ahora, por creer en mí y confiar en que mis decisiones serían acertadas, por ser un apoyo siempre y por amarme y sentirse orgullosos de mí.

A mi hermano *Oscar Mauricio* por su apoyo, por mi admiración hacia él y por su cariño fraternal.

A mi tía *Myriam* por ser una segunda mami, a mi familia por todas las situaciones que nos han hecho crecer y por su amor incondicional. A mis nonitos porque desde el cielo estarán orgullosos de mis logros, en especial *Tere* por demostrarme su amor y fortaleza.

A mis amigas de toda la vida *Lina, Angie* y *Vane*, porque nuestros logros son compartidos.

A las niñas de la U *Aleja, Ange, Patico* y *Dolly*, por su gran amistad, cariño y compañía.

A mis amigas en la Licenciatura, *Margarita, Candy, Andre* y *Yenny*, por lo vivido durante esos dos años, por ser un apoyo incondicional y por la amistad que aún conservamos.

A los IQ que me recibieron con los brazos abiertos, los amigos heredados *Clau, Tata, Uri, Adri, Luis* y *Jessi*, por su apoyo y palabras de aliento en ese momento de retos.

A mis amigos y compañeros de la U por hacer de esta una experiencia grandiosa, por crecer juntos, por los momentos vividos y los que seguiremos viviendo, y a los que dejó mi práctica en *Manuelita Aceites y Energía S.A.* por su apoyo incondicional en esta etapa de mi vida.

A *Felipe* y *Andres* por su dedicación, compañía y apoyo en el desarrollo de esta tesis y los días vividos en el *CENIVAM*.

Al gran amor de mi vida, *Jerónimo*, mi compañero de carrera, por su compañía durante jornadas de estudio, por su amor perruno incondicional, por disfrutar de la U, por alegrarme los días y por enseñarme a ser un ser humano más sensible, al igual que las cuatro gordetas.

A mi querido campus por abrir mi mente a diferentes realidades y permitirme ser parte de dos experiencias, enamorarme de la Licenciatura en Inglés y vivir la vida en razón de la Ingeniería Química.

*Andrea Carolina Morales Toscano*

## DEDICATORIA

A mis queridos padres, **Ricardo Solano Gómez** y **Sonia Nella González Gómez**, por todo su apoyo, comprensión y amor durante este ciclo de mi vida.

A mis hermanos **Ricardo Antonio Solano González** y **Nella carolina Solano González** por ayudarme cada día en lo que necesitara y ser mis compañeros de vida.

A **María Alejandra Linares Hernández** por toda su fuerza, compañía y amor durante cada paso realizado y cada meta cumplida, por los momentos inolvidables que traen una felicidad compartida.

A mis amigos porque me han enseñado que hasta en los momentos difíciles la amistad es un tesoro muy valioso.

A toda mi familia que me han brindado su apoyo y ánimo para lograr ser un gran profesional.

Muchas gracias padres por todo el amor que han dado en cada ciclo de mi vida, y sobre todo por darme las herramientas y la mejor herencia que es tener una vida profesional.

Los Amo...

*Andrés Felipe Solano González*

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Industrial de Santander por los conocimientos adquiridos durante nuestro recorrido como estudiantes de Ingeniería Química.

A COLCIENCIAS – Patrimonio Autónomo Fondo Nacional de Financiamiento para la Ciencia, la Tecnología y la Innovación, Francisco José de Caldas, RC-0343-2013

Al profesor Jairo René Martínez Morales por sus aportes durante el desarrollo de nuestro trabajo.

A la profesora Elena Stashenko por la oportunidad de ser parte del grupo de investigación CENIVAM - CROM-MASS.

A los compañeros que aportaron a nuestra investigación, Camilo Tavera, Rossy Sierra, Sergio Rincón, Luz Stella Díaz, Carlos Fajardo y Leonardo Ramírez.

A los demás compañeros de CENIVAM por su apoyo compañía y aliento.

A Andres Ramírez por su compañía durante el desarrollo de la investigación, por su amistad, por su motivación para nuestra participación en eventos científicos y por sus aportes como codirector de nuestro proyecto de grado.

## CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCIÓN .....	15
1. OBJETIVO .....	17
2. MARCO TEÓRICO .....	18
2.1. ACEITES ESENCIALES (AE) .....	18
2.2. PALMARROSA ( <i>Cymbopogon martinii</i> ) .....	19
2.3. CITRONELA ( <i>Cymbopogon nardus</i> ) .....	20
2.4. TÉCNICAS DE OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES .....	21
2.4.1. Destilación por arrastre con vapor .....	21
2.5. DESTILACIÓN FRACCIONADA .....	21
2.5.1. Destilación en columna giratoria .....	22
2.6. CROMATOGRAFÍA DE GASES (GC) .....	23
2.7. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA) .....	24
2.8. EQUILIBRIO LÍQUIDO-VAPOR (ELV) .....	24
2.9. MÉTODO DE FENSKE-UNDERWOOD-GILLILAND (FUG) .....	25
2.10 ANÁLISIS DE COMPONENTES PRINCIPALES (PCA) .....	26
3. METODOLOGÍA .....	28
3.1. CARACTERIZACIÓN DEL AE CRUDO Y FRACCIONES OBTENIDAS .....	28
3.2. DESTILACIÓN EN COLUMNA GIRATORIA .....	29
4. ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	32
4.1. CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES .....	32
4.2. DESTILACIÓN EN COLUMNA GIRATORIA A PRESIÓN REDUCIDA .....	35
4.3. ANÁLISIS DE LOS COMPUESTOS PRESENTES EN LOS ACEITES .....	37
4.3.1. Cantidades relativas de geraniol y citronelal en las fracciones .....	39
4.4. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA PRESIÓN .....	41
4.5. ANÁLISIS DE RESULTADOS DE EQUILIBRIO LÍQUIDO-VAPOR .....	42
4.6. ANÁLISIS DE RESULTADOS MÉTODO FUG .....	45
4.7. ANÁLISIS DE RESULTADOS DE PCA .....	47
5. CONCLUSIONES .....	51
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	53
BIBLIOGRAFÍA .....	60
ANEXOS .....	67

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Metodología del proyecto.....	28
Figura 2. Perfil cromatográfico del AE de <i>Cymbopogon martinii</i> obtenido por GC-MS en columna DB-WAX de 60 m. ....	32
Figura 3. Perfil cromatográfico del AE de <i>Cymbopogon nardus</i> obtenido por GC-MS en columna DB-WAX de 60 m. Para identificación de cada pico ver Tabla 3.....	33
Figura 4. Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 3 de AE de palmarrosa a 4 y 8 Torr.....	40
Figura 5. Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 2 de AE de citronela a 6 y 10 Torr. ....	40
Figura 6. Cantidad relativa de citronelal en fracciones del Lote 2 de AE de citronela a 6 y 10 Torr. ....	41
Figura 7. Diagramas del equilibrio líquido-vapor de los principales componentes del aceite esencial de <i>Cymbopogon martinii</i> a 8 Torr.....	43
Figura 8. Diagramas del equilibrio líquido-vapor de los principales componentes del aceite esencial de <i>Cymbopogon nardus</i> a 6 Torr. ....	44
Figura 9. Distribución 3D del PCA para palmarrosa. ....	48
Figura 10. Distribución 2D del PCA para citronela.....	49

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Cantidad de muestra utilizada en el diseño experimental para la rectificación de los AE de palmarrosa y citronela.....	30
Tabla 2. Composición aceite esencial de <i>Cymbopogon martinii</i> .....	33
Tabla 3. Composición aceite esencial de <i>Cymbopogon nardus</i> . ....	34
Tabla 4. Masas y temperaturas de equilibrio para las fracciones de <i>C. martinii</i> y <i>C. nardus</i> .....	36
Tabla 5. Cantidades relativas al área total de los compuestos mayoritarios obtenidos para el Lote 2 del AE de <i>Cymbopogon nardus</i> y el Lote 3 de <i>Cymbopogon martinii</i> a presión reducida.....	38
Tabla 6. Análisis de varianza para las presiones en el Lote 3 de <i>C. martinii</i> y Lote 2 de <i>C. nardus</i> . ....	42
Tabla 7. Resultados del método corto Fenske – Underwood - Gilliland (FUG).....	46

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A. Categorías de industrias y productos que usan aceites esenciales <sup>[8]</sup> .	67
ANEXO B. Clasificación taxonómica.....	68
ANEXO C. Extracción por arrastre con vapor .....	69
ANEXO E. Método UNIFAC.....	74
ANEXO F Ecuaciones del método FUG .....	78
ANEXO G. Cantidades relativas .....	79
ANEXO H Cantidad relativa de geraniol .....	83
ANEXO I. Algoritmo de temperatura de burbuja .....	78
ANEXO J. Análisis de componentes principales.....	79

## RESUMEN

**TÍTULO:** Rectificación de los aceites esenciales de palmarrosa (*Cymbopogon martinii*) y citronela (*Cymbopogon nardus*)\*

**AUTORES:** Andrea Carolina Morales Toscano, Andrés Felipe Solano González\*\*

**PALABRAS CLAVE:** Aceite esencial, *Cymbopogon martinii*, *Cymbopogon nardus*, destilación fraccionada.

*Cymbopogon martinii* (palmarrosa) y *Cymbopogon nardus* (citronela) son plantas herbáceas del género *Cymbopogon* (familia *Poaceae*) que crecen en áreas tropicales. El aceite esencial (AE) de palmarrosa es rico en geraniol y el AE de citronela es rico en citronelal, alcoholes monoterpénicos los cuales le dan su carácter aromático. Estos aceites esenciales son de interés comercial para su uso en la producción de repelentes, fragancias y cosméticos, entre otros. El objetivo del presente trabajo fue homogeneizar la composición de los AE de palmarrosa y citronela utilizando técnicas de destilación fraccionada. Se usó un destilador fraccionado de columna rotatoria *B/R Instruments 800*, con 30 platos teóricos, a presiones entre 4 y 8 Torr. Los destilados fueron colectados con base en las temperaturas de equilibrio medidas en el balón y en el tope de la columna<sup>[2]</sup>. Los AEs obtenidos y las fracciones colectadas se analizaron con GC-MS y GC-FID. A partir del análisis de componentes principales (PCA) se demostró que las fracciones pueden ser homogeneizadas aun cuando se presenten diferencias de composición en el aceite esencial de partida. La mayor concentración de geraniol (92%) se alcanzó para el AE de palmarrosa a una presión de 8 Torr. La mayor concentración de citronelal (61%) se alcanzó para el AE de citronela a una presión de 6 Torr. Utilizando el método Fenske-Underwood-Gilliland (FUG) se determinó que para realizar la rectificación de las dos especies se requieren mínimo 14 etapas teóricas.

---

\* Proyecto de grado

\*\* Facultad de Ingenierías fisicoquímicas. Escuela de ingeniería química. Director. Jairo Rene Martínez Morales. Codirector Andrés Fernando Ramírez Quintero

## SUMMARY

TITLE: Rectification of essential oils of palmarrosa (*Cymbopogon martinii*) and citronella (*Cymbopogon nardus*)

AUTHORS: Andrea Carolina Morales Toscano, Andrés Felipe Solano González\*\*

KEY WORDS: Essential oil, *Cymbopogon martinii*, *Cymbopogon nardus*, fractional distillation.

*Cymbopogon martinii* (palmarrosa) and *Cymbopogon nardus* (citronella) are herbaceous plants of the genus *Cymbopogon* (family Poaceae) that grow in tropical areas. The palmarrosa essential oil (EO) is rich in geraniol and the citronella EO is rich in citronellal, monoterpene alcohols which give it its aromatic character. These essential oils are of commercial interest for use in the production of repellents, fragrances and cosmetics, among others. The objective of the present work was to homogenize the EO composition of palmarrosa and citronella using fractional distillation techniques. A fractionated *B / R Instruments 800* rotary column distiller, with 30 theoretical plates, was used at pressures between 4 and 8 Torr. The distillates were collected based on the equilibrium temperatures measured on the balloon and at the top of the column [2]. The obtained EO and the fractions collected were analyzed by GC-MS and GC-FID. The principal component analysis (PCA) show that the fractions can be homogeneous without taking into account the differences in composition in the starting essential oil. The highest concentration of geraniol (92%) was reached for the palmarrosa EO at a pressure of 8 Torr. The highest concentration of citronellal (61%) was reached for citronella EO at a pressure of 6 Torr. Using the Fenske-Underwood-Gilliland (FUG) method, it was determined that at least 14 theoretical stages were required to perform the rectification of the two species.

---

\* Project of grade

\*\* Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director. Jairo Rene Martínez Morales. Codirector Andrés Fernando Ramírez Quintero

## INTRODUCCIÓN

Los aceites esenciales (AE) son productos naturales obtenidos de material vegetal a partir de métodos destilativos. Los AE son mezclas de componentes volátiles generados por el metabolismo secundario de las plantas. De las 295 familias de plantas conocidas se puede decir que entre 60 y 80 producen aceites esenciales, destacando entre estas las compuestas, labiadas, lauráceas, rosáceas, pináceas y poáceas (familia de interés). Las plantas pueden llegar a contener entre un 0.01 a 10% de AE. Estos se acumulan en diferentes zonas de la planta como semillas, tallos, hojas, flores, cortezas, raíces o tubérculos y, debido a su composición, contribuyen al carácter aromático, el sabor y el color de las plantas<sup>[1]</sup>.

Los AE pueden ser empleados como aromatizantes, saborizantes, ingredientes en productos farmacéuticos, cosméticos, desodorantes, jabones, lociones, licores, pastas dentífricas, como insecticidas o repelentes, entre otros usos. Los AE son de gran interés para las industrias farmacéutica, de alimentos, licorera, cosmética, perfumería, aseo y limpieza, plásticos, textiles, papelería, pinturas, fitosanitaria, veterinaria y automotores<sup>[2]</sup>. El comercio de AE a nivel mundial es creciente; solo en la industria de perfumes se logra un mercado estimado de 3000 millones de dólares. El 90% del consumo mundial sucede en 13 países, concentrado en los principales exportadores: EE.UU, China, México, Francia, Alemania, Reino Unido y Japón<sup>[2, 3]</sup>.

En Colombia se cuenta con una gran diversidad de plantas aromáticas de las cuales se podría obtener AE, pero no existen cultivos extensivos para su industrialización. Es por esto que el Centro Nacional de Investigaciones para la Agroindustrialización de Especies Vegetales Aromáticas y Medicinales Tropicales - CENIVAM tiene como objetivo el desarrollo de una industria de aceites esenciales

en el país, ya que este es un mercado que requiere investigación e implementación de nuevas tecnologías. Para esto, el CENIVAM adelanta un proyecto productivo en zonas rurales del municipio de Barbosa con el que los productores usan plantas aromáticas como pronto alivio (*Lippia alba*), palmarrosa (*Cymbopogon martinii*) y citronela (*Cymbopogon nardus*).

Los AE están sometidos a diferentes factores que pueden influir en su composición, ya sea clima, altitud, tipo de suelo, cantidad de lluvias, uso de abonos, fertilizantes o pesticidas, época de recolección, manejo y almacenamiento del material vegetal, método de obtención del aceite, entre otros<sup>[4]</sup>. El aceite obtenido después de destilar las plantas no posee características uniformes. Es por esto que se requiere un proceso de rectificación con el fin de lograr un aceite que cumpla con estándares internacionales como las normas ISO (International Organization for Standardization).

La rectificación permite estandarizar la composición y las propiedades fisicoquímicas del aceite a través de destilación fraccionada. El fraccionamiento es ampliamente utilizado en la industria de refinación de hidrocarburos, solventes, bebidas alcohólicas y fármacos porque permite separar sustancias contenidas en mezclas complejas, como los AE, debido a diferencias entre puntos de ebullición<sup>[5]</sup>.

En este proyecto se llevó a cabo la rectificación de los AE de *Cymbopogon martinii* y *Cymbopogon nardus* usando el método de destilación fraccionada en columna giratoria a presión reducida. Se representaron los resultados a través de los métodos Fenske, Underwood y Gilliland (FUG) y análisis de componentes principales (PCA), y se determinaron las mejores condiciones para obtener fracciones enriquecidas en los compuestos de interés. Complementar la obtención de los aceites con este proceso permite obtener las características requeridas en mercados internacionales de los AE para que el producto obtenido adquiera un valor agregado.

## 1. OBJETIVO

Estudiar las condiciones de operación en la destilación fraccionada de los AE de *Cymbopogon martinii* y *Cymbopogon nardus* con el propósito de homogeneizar las composiciones y obtener fracciones que cumplan con los estándares de comercialización estipulados por las normas ISO.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. ACEITES ESENCIALES (AE)

Los AE son producto del metabolismo secundario de las plantas. Las primeras investigaciones sobre AE fueron realizadas a principios del siglo XIX, por M. J. Dumas, al analizar algunos hidrocarburos y compuestos oxigenados, sulfúricos y nitrogenados con el fin de saber si se encontraban en los AE <sup>[6]</sup>. Sin embargo, fueron O. Wallach, y colaboradores, quienes trataron de aislar los componentes del aceite de forma individual a partir de la destilación fraccionada para analizar sus propiedades<sup>[6]</sup>. Lograron identificar hidrocarburos del grupo de los terpenos que ellos mismos caracterizaron. Los compuestos oxigenados encontrados en los AE comprenden alcoholes, éteres, aldehídos, cetonas, ácidos libres y compuestos fenólicos<sup>[4]</sup>.

El AE crudo de una planta se puede obtener a través de diferentes tipos de extracción: arrastre con vapor, destilación agua-vapor, hidrodestilación o por maceración a bajas temperaturas en el caso de los cítricos<sup>[6]</sup>. El olor característico de una planta viva varía significativamente del de su esencia ya extraída debido a factores como volatilidad y solubilidad, metabolismo y ubicación de tejidos<sup>[7]</sup>. Los AE obtenidos pueden ser clasificados según el origen, ya sean naturales, artificiales (enriqueciendo esencias naturales con uno de sus componentes) o sintéticos (mezclas de diversos productos obtenidos por procesos químicos)<sup>[1]</sup>.

El uso de los AE en el mercado puede distribuirse en cuatro grandes sectores: Industrias saborizantes, Cuidado Personal, Farmacéutico e Industrial, como se muestra en la **figura A1** del **Anexo A**. Los AE crudos pueden ser empleados en la elaboración de productos de aseo o industriales, mientras que los AE rectificados,

por su alto valor agregado al cumplir los estándares exigidos por las normas ISO, pueden ser utilizados en las industrias de alimentos, farmacéutica y cosmética<sup>[6,8]</sup>. Las propiedades de los AE son las que han consolidado su uso en el mercado especialmente en el sector de productos cosméticos y artículos de aseo. Pero los AE, además de aromatizantes para fragancias, pueden emplearse como saborizantes, ingredientes en productos farmacéuticos, jabones, lociones y en algunos casos como insecticidas y repelentes<sup>[6]</sup>.

## 2.2. PALMARROSA (*Cymbopogon martinii*)

El *Cymbopogon martinii* o palmarrosa es una planta herbácea con dos variedades de las cuales se puede extraer aceite: *motia* y *sofia* (ver **Tabla B1 Anexo B**). Crece de forma silvestre alcanzando un tallo largo, delgado y erecto, entre 150 y 300 cm, con flores en la parte superior y hojas fragantes; su tonalidad puede variar entre el verde y un tono pajizo<sup>[9,10]</sup>. La palmarrosa crece en áreas tropicales y es originaria del sur de Asia (China, India, Indochina y Malasia), África (Océano Índico occidental) y Oceanía (Australia)<sup>[10]</sup>. Las características geográficas de Colombia permiten que la propagación de palmarrosa sea posible en regiones que presenten clima tropical o subtropical. El AE de palmarrosa se caracteriza por un tenue aroma floral dulce que se asemeja al de las rosas y por sus propiedades diuréticas, antisépticas y antimicrobianas<sup>[11]</sup>. Este aceite tiene un alto contenido de geraniol (65-85%) lo que le hace llamativo para ser usado en la elaboración de repelentes, cigarrillos, perfumes y productos cosméticos<sup>[12]</sup>. Sin embargo, para su comercialización la norma ISO 4727 establece que para un aceite de origen diferente a la India el contenido de geraniol debe ser de mínimo 72% y máximo 86%<sup>[13]</sup>.

### 2.3. CITRONELA (*Cymbopogon nardus*)

La citronela es una planta herbácea con dos variedades comercialmente conocidas: *Ceylon* y *Java*, con mayor cantidad de citronela (ver **Tabla B2 Anexo B**)<sup>[15]</sup>. El *Cymbopogon nardus* se reproduce fácilmente por división y por semillas; su altura puede oscilar entre 100 y 180 cm, con un robusto cuerpo rastrero que deja ver un tallo de entre 1 y 2 cm de diámetro y un color púrpura característico. La planta es originaria de África (Madagascar, Kenia, Ruanda, Sudáfrica) y Asia Tropical (India, Vietnam, Sri Lanka, Bangladesh), allí crece en espacios no cultivados, matorrales, praderas e incluso suelos pobres<sup>[15]</sup>. La germinación se da a las tres semanas y puede comportarse como plaga en algunos países tropicales y subtropicales<sup>[15]</sup>. El AE de citronela se extrae cuando las hojas están parcialmente secas. Se caracteriza por tener actividades antimicrobial, inhibitoria y analgésica, así como por su intenso aroma a limón, por lo cual es usado para las industrias cosmética, de perfumería, de jabones, de lociones para la piel, en repelentes y en desodorantes<sup>[11]</sup>. Parte del tallo es usado en la cocina del sureste de Asia y las hojas en la medicina tradicional. Sin embargo, puede llegar a causar reacciones alérgicas en pieles sensibles, irritación en ojos y taquicardia por inhalación de vapores<sup>[15]</sup>.

Los componentes que confieren sus características aromáticas a este AE son el citronelal, el geraniol y el citronelol. Según la norma ISO 3849, los valores aceptados para este aceite son: Canfeno entre 7 y 10%, limoneno entre 7 y 11.5%, citronelal de 3 a 6%, borneol de 4 a 7%, citronelol entre 3 y 8.5%, geraniol de 15 a 23% y metil isoeugenol entre 7 y 11% entre otros componentes<sup>[16]</sup>.

## 2.4. TÉCNICAS DE OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Para la obtención de los AE es necesario tener en cuenta las características del material vegetal para escoger la técnica de extracción indicada: destilación agua-vapor, hidrodestilación o arrastre con vapor<sup>[6]</sup>. La destilación agua-vapor permite obtener aceites de mejor calidad debido a que el material vegetal no entra en contacto con el líquido en ebullición, esta técnica es empleada mayoritariamente en la extracción de AE de plantas herbáceas. Sin embargo, se obtienen bajos volúmenes y no se recomienda para uso comercial<sup>[7,17]</sup>. La hidrodestilación se utiliza para material delicado como flores; cuando se extrae AE usando esta técnica, este suele tener notas y colores más fuertes respecto a los otros métodos, pero menor calidad debido a la difícil remoción de compuestos oxigenados y a que algunos componentes pueden presentar hidrólisis o polimerización<sup>[7,17]</sup>. Para obtener los AE de palmarrosa y citronela se empleó en este trabajo la destilación por arrastre con vapor.

**2.4.1. Destilación por arrastre con vapor** La destilación por arrastre con vapor permite separar sustancias orgánicas insolubles en agua, y ligeramente volátiles, de otras no volátiles en la mezcla, por lo cual es posible obtener los aceites que se encuentran en el material vegetal. Aunque es la técnica más común para la extracción de AE, no se utiliza para flores pues no se recomienda para componentes termolábiles<sup>[1]</sup>. Los equipos usados para este proceso se asemejan a la estructura mostrada en la **Figura C1** del **Anexo C**, así como el procedimiento para la obtención de AE a partir de esta técnica.

## 2.5. DESTILACIÓN FRACCIONADA

La destilación fraccionada permite separar mezclas cuyos componentes poseen puntos de ebullición muy cercanos. En esta operación, de destilación a

contracorriente, ocurre una serie de destilaciones simples que dependen de la presión y el equilibrio líquido-vapor. La torre de fraccionamiento tiene una alimentación a la cual se le aplica calor bajo unas condiciones de presión y calentamiento que permiten que parte del líquido se vaporice, permitiendo que se dé un contacto íntimo entre las fases líquido y vapor de la mezcla. El vapor que asciende a través de la torre se encuentra a una temperatura mayor que la del líquido que desciende<sup>[19, 20]</sup>. El vapor formado, al hacer contacto con la fase líquida, pierde sus componentes menos volátiles, pero se enriquece con los más volátiles<sup>[18,21]</sup>. Al alcanzar el equilibrio de fases, una parte del líquido se obtiene como destilado, otra se devuelve al tope de la torre como reflujo y el fondo corresponde al líquido enriquecido con el componente menos volátil<sup>[19,20]</sup>. La destilación fraccionada de AE crudos debe ser realizada a presión reducida para separar sus componentes sin afectar los compuestos termolábiles que pueden sufrir degradación química<sup>[7]</sup>.

**2.5.1. Destilación en columna giratoria** La destilación en columna giratoria se realiza en un equipo que cuenta con una banda helicoidal rotatoria que puede alcanzar una velocidad de rotación que permite mantener un contacto íntimo entre las fases líquido y vapor de la mezcla. Con este proceso se logra una muy buena separación, aun cuando los componentes de la mezcla a rectificar posean características similares como la poca diferencia entre temperaturas de ebullición. El equipo empleado, *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation* (Easton, MD, EE.UU), mostrado en la **Figura C2** del **Anexo C**, permite la rectificación de los AE ya que puede ser operado bajo condiciones de baja presión logrando separar un amplio rango de materiales, aunque se cuente con pequeñas cantidades o proporciones de muestras que contengan compuestos termolábiles<sup>[22]</sup>.

Las primeras referencias sobre la aplicación de columnas giratorias para destilación fraccionada fueron reportadas en 1936<sup>[5]</sup>. La rectificación en columna

rotatoria ha sido empleada para separar y concentrar componentes de interés en diferentes AE. Este tipo de columnas ofrece numerosas ventajas como gran número de platos teóricos en pequeñas longitudes de torre; sin embargo, en la actualidad no son comunes en la industria<sup>[22]</sup>.

## 2.6. CROMATOGRAFÍA DE GASES (GC)

Para la caracterización de los AE se emplean técnicas de separación cromatográfica que permiten identificar mezclas multicomponentes con volatilidades y polaridades variables y componentes con concentraciones de partes por millón (ppm) o por trillón (ppt)<sup>[17]</sup>. La técnica habitualmente empleada para el análisis de los AE es la cromatografía de gases (GC)<sup>[6]</sup>. El equipo de GC cuenta con un sistema de inyección, una columna capilar con una fase estacionaria, polar o no polar, en la que la elución de los componentes está en función de su temperatura de ebullición o depende de las fuerzas intermoleculares y polaridad, respectivamente, el horno que permite regular la temperatura del equipo y los detectores acoplados (Ver **Anexo D**) que indican la aparición de analitos cuya identificación presuntiva se logra calculando los índices de retención (IR) lineales a partir de la siguiente ecuación<sup>[7,17]</sup>:

$$IR = 100 * \#C_{antes} + 100 * \left( \frac{Tr_{Comp} - Tr_{C antes}}{Tr_{C después} - Tr_{C antes}} \right) \quad (1)$$

$Tr_{Comp}$ : Tiempo retención del compuesto

$C_{antes}$ : Carbono antes

$Tr_{C antes}$ : Tiempo retención del carbono antes

$Tr_{C después}$ : Tiempo retención del carbono después

## 2.7. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)

Para verificar si dos o más conjuntos de observaciones son similares, o si dos o más grupos son iguales, se puede realizar una comparación de varias muestras por medio del método de análisis de varianza ANOVA. Este método permite contrastar la hipótesis nula ( $H_0$ ) de que las medias de  $X$  poblaciones son iguales, frente a la hipótesis alternativa ( $H_A$ ) de que por lo menos una de las poblaciones difiere de las demás, en cuanto a su valor esperado. Si el valor del estadístico de prueba ( $F$  experimental) es mayor que el  $F$  del ANOVA se rechaza  $H_0$ , confirmando que existe una diferencia o efecto entre las pruebas realizadas. Por el contrario, si el valor del estadístico de prueba es menor que el  $F$  del ANOVA no se rechaza  $H_0$  y, por ende, no existiría un efecto en las pruebas. Cabe resaltar que el ANOVA supone que la variable de respuesta se distribuye normal, con varianza constante y las mediciones son independientes entre sí<sup>[25]</sup>.

## 2.8. EQUILIBRIO LÍQUIDO-VAPOR (ELV)

Algunos procesos que requieren contacto de fases, implican equilibrio líquido-vapor. El equilibrio es una condición en la cual no existen cambios en las propiedades macroscópicas de un sistema respecto al tiempo<sup>[26]</sup>. Durante el equilibrio, la temperatura y la presión permanecen constantes y la fugacidad de la especie  $i$  en la fase vapor es igual que la de la fase líquida:

$$f_i^{(v)} = f_i^{(l)} \quad (2)$$

La fugacidad de la especie  $i$  en el vapor y en el líquido puede ser expresada en términos de fracción molar ( $X_i, Y_i$ ), coeficientes de fugacidad y actividad ( $\varphi_i^{(v)}, Y_i^{(l)}$ ), presión total para la fase vapor ( $P$ ) y la fugacidad de un componente puro ( $f_i$ )<sup>[27]</sup>.

$$f_i^{(v)} = Y_i \cdot \varphi_i^{(v)} \cdot P \quad (3)$$

$$f_i^{(l)} = X_i \cdot Y_i^{(l)} \cdot f_i \quad (4)$$

Sustituyendo la ecuación (3) y (4) en la ecuación (2) se tiene que:

$$Y_i \cdot \varphi_i^{(v)} \cdot P = X_i \cdot Y_i^{(l)} \cdot f_i \quad (5)$$

Si el vapor de la mezcla tiene un comportamiento ideal se asume  $\varphi_i^{(v)} = 1$ , y a presiones bajas  $f_i = P^{sat}$ . Por otra parte, si  $Y_i^{(l)}$  no puede ser considerado como una solución ideal ( $Y_i^{(l)} \neq 1$ ) este puede ser calculado a través de algún modelo de solución (Wilson, NRTL, Uniquac, Unifac). El modelo utilizado para calcular los coeficientes de actividad fue el Unifac (ver **Anexo E**); de esta forma se obtiene la ley de Raoult modificada:

$$Y_i \cdot P = X_i \cdot Y_i^{(l)} \cdot P^{sat} \quad (6)$$

Para el modelo se tiene en cuenta la relación de equilibrio ( $K$ ) definida como:

$$Ki = \frac{y_i}{x_i} \quad (7)$$

Para calcular el ELV se utiliza el método de temperatura de burbuja, teniendo en cuenta que se conocen las composiciones del líquido y la presión de trabajo. Los resultados pueden ser representados a través de diagramas temperatura-composición donde, a mayor separación entre la curva de vapor y la curva de líquido, los compuestos A-B presentarán facilidad de separación o, la unión de las dos curvas, presencia de un azeótropo<sup>[28]</sup>. (Ver **Figura E1 del Anexo E**).

## 2.9. MÉTODO DE FENSKE-UNDERWOOD-GILLILAND (FUG)

Para representar la separación de mezclas se pueden determinar las condiciones de separación a través de métodos cortos o aproximados. El método de diseño

aproximado de Fenske-Underwood-Gilliland, FUG, combina la ecuación de reflujo total de Fenske, la de reflujo mínimo de Underwood y una relación gráfica con la ecuación de Gilliland en la que se representa el comportamiento real de la columna con las condiciones de reflujo total y reflujo mínimo entre dos componentes claves de una mezcla binaria o multicomponente<sup>[29]</sup>. La destilación de AE implica mezclas multicomponentes separadas en fracciones de destilados y fondos con determinados componentes claves cuya composición en dichas fracciones es conocida, ya sea como el más volátil, o *light key LK*, o como el más pesado, o *heavy key HK*. Identificar adecuadamente los componentes claves de la mezcla permite llevar a cabo los cálculos correspondientes a sistemas multicomponentes a través de métodos cortos como el FUG para determinar el número mínimo de etapas, el reflujo mínimo y el número de etapas teóricas; las ecuaciones empleadas para desarrollar el método se incluyen en el **Anexo F**<sup>[30]</sup>.

## 2.10 ANÁLISIS DE COMPONENTES PRINCIPALES (PCA)

El análisis de componentes principales PCA, siglas en inglés, es un procedimiento estadístico que permite reducir el número de variables de un conjunto de datos grande<sup>[31]</sup>. El PCA comprende el análisis de la matriz de correlaciones, la selección de los factores, el análisis de la matriz factorial, la interpretación de los factores y el cálculo de las puntuaciones factoriales. Al identificar los factores, se puede agrupar la mayor proporción de variabilidad original de manera tal que el primer factor reúna la mayor variabilidad, el segundo la máxima variabilidad que no recogió el primero, y así sucesivamente, para finalmente seleccionar sólo los factores que acumulen un determinado porcentaje de variabilidad y descartar los demás factores. Con el PCA se logra explicar la máxima cantidad de varianza con el menor número de componentes principales<sup>[32]</sup>. Para el cálculo de las puntuaciones factoriales, que permitirán obtener una representación gráfica, se emplea la siguiente expresión<sup>[32]</sup>:

$$X_{ij} = a_{i1} \cdot Z_{1j} + \dots + a_{ik} \cdot Z_{kj} = \sum_{s=1}^k a_{is} \cdot Z_{sk} \quad (8)$$

Los  $a$  son los coeficientes y los  $Z$  son los valores estandarizados que tienen las variables en cada uno de los sujetos de la muestra <sup>[32]</sup>.

### 3. METODOLOGÍA

La destilación fraccionada de los aceites esenciales de *Cymbopogon martinii* y *Cymbopogon nardus* se llevó a cabo en las siguientes etapas:

**Figura 1. Metodología del proyecto**



El material vegetal de palmarrosa y citronela sembrado en el municipio de Barbosa, fue recolectado y sometido a destilación por arrastre con vapor. Los AE crudos fueron recibidos para realizar su respectiva caracterización y posterior rectificación. Se usaron tres lotes con composición inicial diferente para cada especie.

#### 3.1. CARACTERIZACIÓN DEL AE CRUDO Y FRACCIONES OBTENIDAS

Antes de realizar la destilación fraccionada de los AE de palmarrosa y citronela, se realizó la caracterización de cada lote de AE crudo por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas, GC-MS. Se preparó una solución con 20 mg de *n*-tetradecano (patrón interno) aforados a 10 mL con diclorometano; con esta solución se aforó a 1 mL cada alícuota de 50 mg del AE, mezcla que fue agitada durante un minuto a 1600 rpm.

Las muestras fueron analizadas en un cromatógrafo de gases *Agilent Technologies 7890A* (HP, Palo Alto, California, EE.UU), acoplado a espectrómetro de masas *Agilent Technologies 5975C*, con analizador cuadrupolar. Se utilizó una columna capilar polar DB-Wax (J&W, Scientific, Folsom, CA, USA) de 60 m x 0.25 mm, D.I. x 0.25  $\mu\text{m}$ ,  $d_f$ ; con modo de inyección split (30:1) a 250°C. Para la identificación de las sustancias se realizó el cálculo de los índices de retención lineales a partir de un patrón de hidrocarburos desde C5 hasta C25; los espectros de masas fueron comparados con las bases de datos *Pherobase*, *Wiley*, *Adams* y *NIST*.

Para la identificación de los componentes de las fracciones de destilados y fondos de los AE, se siguió el procedimiento empleado para la preparación de muestras del AE crudo. Las muestras fueron inyectadas con inyector automático *Agilent Technologies 7863 Series* para su análisis a un cromatógrafo *Agilent Technologies 6890 Plus*, con detector de ionización en llama FID. Para analizar los perfiles cromatográficos obtenidos por GC-FID, se empleó el programa *MSD ChemStation Data Analysis E.02.021431* (Copyright 1989-2011 Agilent Technologies, Inc.).

### **3.2. DESTILACIÓN EN COLUMNA GIRATORIA**

En la rectificación de los AE de *C. martinii* y *C. nardus* se empleó el equipo de microdestilación fraccionada con columna giratoria *BR Instruments 800* descrito en el **Anexo C**. Las pruebas se realizaron a dos diferentes presiones para cada lote empleado (4 y 8 Torr en *C. martinii* y 6 y 10 Torr en *C. nardus*). La recolección de las fracciones se realizó en viales con capacidad de 4 mL, previamente pesados, ubicados en el colector del equipo.

El destilador era cargado con 20 g de aceite como alimentación al proceso. Una vez asegurados el balón y el selector de fracciones, se procedía a encender la

bomba de vacío y la plancha de calentamiento y se verificaban las condiciones de trabajo (presión, temperatura de baño de enfriamiento y agitación). Se registraron las temperaturas en el fondo y el tope de la torre (T1 y T2, respectivamente). Al observar la primera gota de destilado, en el tope de la torre, se procedía a encender la banda rotatoria para que se diera un mayor contacto entre las fases líquido y vapor de los AE (favorecido por la fuerza centrípeta generada por la banda) y de esta manera se alcanzara el equilibrio líquido-vapor (las temperaturas T1 y T2 permanecían constantes durante tres intervalos de cinco minutos). Cuando se alcanzaba el ELV, se procedía a abrir la válvula de reflujo para la toma de fracciones. Cada fracción era recolectada hasta que T2 aumentara 10°C respecto al equilibrio para alcanzar una masa significativa sin perder el ELV. Se procedía a cerrar la válvula de reflujo y se esperaba un nuevo equilibrio.

Este procedimiento se realizó hasta alcanzar tres fracciones de destilado para palmarrosa y dos fracciones de destilado para citronela; el contenido final en el balón correspondía a la fracción de fondos. La destilación fraccionada para ambos aceites se llevó a cabo siguiendo el modelo experimental de la **Tabla 1**.

**Tabla 1. Cantidad de muestra utilizada en el diseño experimental para la rectificación de los AE de palmarrosa y citronela.**

Composición AE	<i>Cymbopogon martinii</i>			<i>Cymbopogon nardus</i>		
	Presión [Torr]		Peso Total [g]	Presión		Peso Total [g]
	4	8		6	10	
Lote 1		20	100		20	100
		20			20	
		20			20	
		20			20	
		20			20	
Lote 1	20	20	40	20	20	40
	20	20	40	20	20	40
Lote 2	20	20	40	20	20	40
	20	20	40	20	20	40
Lote 3	20	20	40	20	20	40
	20	20	40	20	20	40

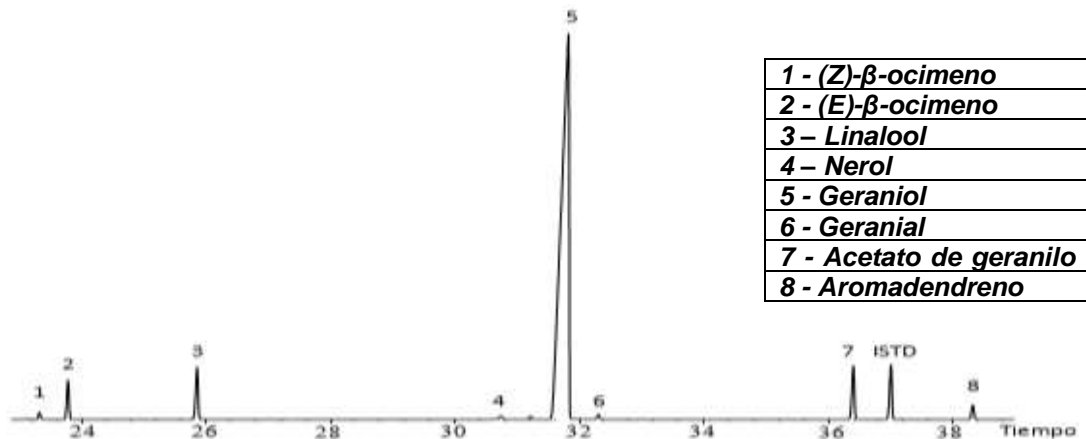
Se evaluaron los AE de palmarrosa y citronela a partir de tres composiciones iniciales (3 lotes) de AE crudo diferentes; cada uno de los lotes fue fraccionado usando dos diferentes presiones, 4 y 8 Torr para palmarrosa y 6 y 10 Torr para citronela. Con la información obtenida a partir de la caracterización de los aceites y sus fracciones, se llevaron a cabo el análisis de varianza ANOVA y el análisis de componentes principales (PCA) por medio del programa *STATISTICA*; se determinaron los equilibrios líquido-vapor y se obtuvo el número de etapas teóricas empleando el método FUG.

## 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 4.1. CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES

La identificación y cuantificación de los AE de *C. martinii* y *C. nardus* fue realizada a partir del perfil cromatográfico obtenido por GC-MS. En la **Figura 2** se observa el perfil del AE de *C. martinii*, obtenido por GC-MS, en el cual los componentes mayoritarios fueron geraniol (81.59%) y acetato de geranilo (3.67%). En la **Figura 3** se tiene el perfil del AE de *C. nardus* cuyos componentes mayoritarios fueron citronelal (36.58%), citronelol (16.66%) y geraniol (15.09%).

**Figura 2.** Perfil cromatográfico del AE de *Cymbopogon martinii* obtenido por GC-MS en columna DB-WAX de 60 m.

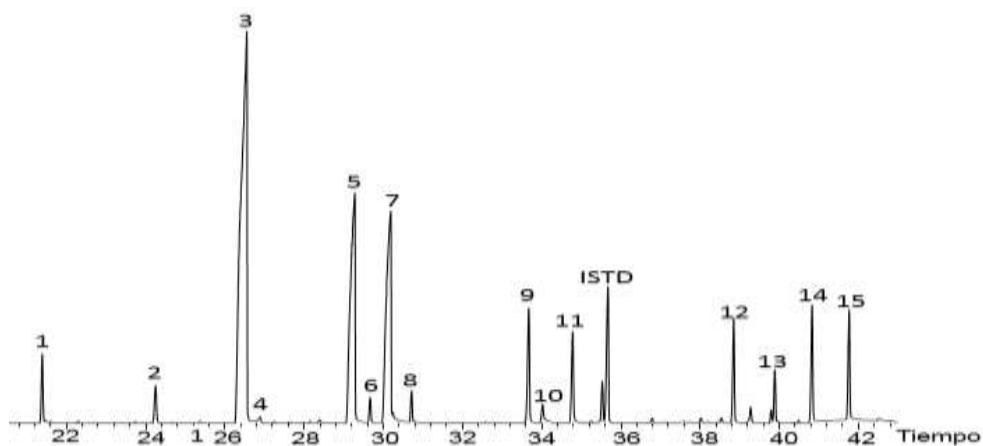


**Tabla 2. Composición aceite esencial de *Cymbopogon martinii***

N° pico	Componente	LRI DB5		Cantidad relativa, CR*			Valores ISO 4727, (%)
				(%)			
		Exp.	Lit <sup>[33]</sup>	Lote 1 (L1)	Lote 2 (L2)	Lote 3 (L3)	
1	(Z)- $\beta$ -Ocimeno	1038.79	1037.8	0.40	0.35	0.44	-
2	(E)- $\beta$ -Ocimeno	1049.99	1047.7	0.85	1.96	2.49	-
3	Linalool	1100.92	1099	2.86	2.98	3.56	-
4	Nerol	1230.51	1228.9	0.40	0.16	0.36	-
5	Geraniol	1259.62	1254.9	82.16	81.85	81.59	72 – 86
6	Geranial	1273.01	1270.3	0.99	0.37	0.36	-
7	Acetato de	1384.28	1379.9	2.15	5.62	3.69	-
8	Aromadendreno	1441.56	1440.6	0.66	0.93	1.05	-
<b>Componentes identificados</b>				90.48	94.22	93.54	-

\* Las CR corresponden a la corriente iónica parcial, sin tener en cuenta el área

**Figura 3. Perfil cromatográfico del AE de *Cymbopogon nardus* obtenido por GC-MS en columna DB-WAX de 60 m. Para identificación de cada pico ver Tabla 3.**



**Tabla 3. Composición aceite esencial de *Cymbopogon nardus*.**

N° pico	Componente	LRI DB 5		Cantidad relativa, CR* (%)			Valores ISO 3849 (%)
		Exp.	Lit <sup>[33]</sup>	Lote 1 (L1)	Lote 2 (L2)	Lote 3 (L3)	
1	Limoneno	1032	1029.5	1.01	0.55	1.74	7 - 11.5
2	Linalool	1100.49	1099	1.04	0.53	1.20	-
3	Citronelal	1159.36	1153.7	38.48	19.48	36.58	3 - 6
4	Borneol	1167.92	1165.6	0.32	0.18	0.30	4 - 7
5	Citronelol	1230.96	1228.9	16.65	15.94	16.66	3 - 8.5
6	Neral	1241.61	1243	0.67	0.44	0.69	-
7	Geraniol	1255.67	1254.9	14.48	18.67	15.09	15 - 23
8	Geranial	1270.04	1272.1	0.87	0.57	0.74	-
9	Acetato de	1348.35	1352.4	5.60	6.19	3.65	-
10	Eugenol	1357.37	1357.8	0.77	1.47	0.76	-
11	Acetato de	1377.18	1379.9	4.59	6.53	2.80	-
12	Valenceno	1493.55	1491.7	1.96	4.11	2.75	-
13	Butirato de	1527.15	1528.6	1.10	2.49	1.25	-
14	Butirato de	1558.67	1562.6	1.41	5.18	3.21	-
15	Tiglato β-	1589.96	1590	2.84	5.08	3.01	-
<b>Componentes identificados</b>				91.81	87.42	90.43	-

\* Las CR corresponden a la corriente iónica parcial, sin tener en cuenta el área de *n*-tetradecano.

En las **Tablas 2 y 3** se presentan la identificación, cantidad relativa de los componentes presentes en los AE analizados y los valores indicados en la norma ISO 4727 para *C. martinii* y la norma ISO 3849 para *C. nardus*<sup>[13,9]</sup>. Para palmarrosa se identificaron ocho compuestos mayoritarios que correspondían a valores entre 90-95 % de la corriente iónica total (TIC). El geraniol representa alrededor del 82% del AE, valor que se ajusta a los estándares sugeridos para la comercialización del aceite y se encuentra dentro del rango reportado por Ramesh<sup>[34]</sup>. Para citronela fueron identificados 15 compuestos mayoritarios cuyos

contenidos estaban entre el 87-92% del AE donde citronelal, citronelol y geraniol representaban más del 50% del AE. Sin embargo, las cantidades relativas de limoneno, citronelal, borneol y citronelol no se encuentran dentro de los valores sugeridos por la norma ISO. La composición de citronelal fue mayor a la reportada por Nakahara para la especie *C. Nardus* (5.8%), pero similar a la reportada por Cassel para la especie *Cymbopogon winterianus* (35.9%)<sup>[35,36]</sup>.

#### 4.2. DESTILACIÓN EN COLUMNA GIRATORIA A PRESIÓN REDUCIDA

Con el fraccionamiento de los AE se obtuvieron, por el tope de la torre, las fracciones F1, F2 y F3 como destilados de palmarrosa y las fracciones F1 y F2 como destilados de citronela. La fracción de fondo, FF, correspondía a la fracción que quedaba en el balón después de tomar los destilados de cada aceite. Para los destilados de ambos aceites, las temperaturas de equilibrio en el fondo de la torre fueron aproximadamente las mismas y las temperaturas en el tope de la columna aumentaron a medida que se obtenía un nuevo destilado. Las temperaturas de equilibrio variaron entre cada lote rectificado por las diferencias de composición.

En la **Tabla 4** se presentan las temperaturas de equilibrio y los balances de masa para cada fracción obtenida. La rectificación fue realizada a dos diferentes presiones, manteniendo la misma composición inicial del AE, para cada prueba y su duplicado. En los datos presentados en la **Tabla 4**, se observa que las cantidades de masa en los tres lotes mantienen la misma proporción. La primera fracción, F1, representa la menor cantidad de masa debido a la baja concentración de compuestos livianos en el AE.

Tabla 4. Masas y temperaturas de equilibrio para las fracciones de *C. martinii* y *C. nardus*.

		LOTE	Presión 1 (P1)				Presión 2 (P2)			
			F1	F2	F3	FF	F1	F2	F3	FF
<b><i>Cymbopogon martinii</i></b> P1: 8 Torr P2: 4	Masa promedio de fracción [g]	L1	0.96±0.05	1.84±0.07	4.5±0.2	11.28±0.1	2.28±0.3	2.38±0.04	7.99±0.04	4.38±0.2
		L2	1.64±0.3	1.99±0.1	8.24±0.01	6.44±0.4	1.27±0.1	4.34±0.2	7.64±0.6	4.6±0.9
		L3	0.99±0.1	3.65±0.1	7.79±0.3	6.61±0.2	0.69±0.05	3.22±0.5	7.94±0.4	5±1.2
	Temperatura en el tope T1 [°C]	L1	57±4.7	81±3.1	97±2.5	N/A	40.5±0.7	63.5±0.7	82±2.8	N/A
		L2	73±2.1	92±5.7	110±1.4	N/A	65±1.4	95±2.1	104.5±0.7	N/A
		L3	65±6.4	81±4.2	94±4.2	N/A	49±4.9	72±6.4	87±9.2	N/A
	Temperatura en el fondo T2 [°C]	L1	124±5.6	123±2.1	124.7±0.6	N/A	120.5±0.7	119.5±0.7	118±2.8	N/A
		L2	129±2.1	127±1.4	128±2.8	N/A	127.5±0.7	122.5±0.7	122	N/A
		L3	122±2.1	121±2.8	119.5±0.7	N/A	113±1.4	114	115	N/A
<b><i>Cymbopogon nardus</i></b> P1: 6 Torr P2: 10	Masa promedio de fracción [g]	L1	2.67±0.1	8.19±0.2	-	7.56±0.2	2.08±0.2	8.62±0.4	-	7.43±0.6
		L2	2.00±0.1	8.52±0.07	-	7.61±0.4	4.14±0.05	8.45±0.02	-	5.57±0.2
		L3	4.11±0.1	8.27±0.3	-	5.61±0.6	4.44±0.5	8.31±0.08	-	5.91±0.2
	Temperatura en el tope T1 [°C]	L1	60±1.4	85±2.1	-	N/A	67±1.4	88±1.4	-	N/A
		L2	74.5±0.7	92±4.2	-	N/A	92.5±0.7	99.5±0.7	-	N/A
		L3	79±1.4	96±1.4	-	N/A	86.5±0.7	96±1.4	-	N/A
	Temperatura en el fondo T2 [°C]	L1	105	106.5±0.7	-	N/A	111.5±0.7	111±1.4	-	N/A
		L2	133±4.2	137±4.9	-	N/A	135±2.1	138±4.2	-	N/A
		L3	125±2.8	126.5±0.7	-	N/A	136±1.4	138±1.4	-	N/A

En la **Tabla 4** se observa que al fraccionar los tres lotes de palmarrosa los compuestos volátiles obtenidos en F1 no representaban una cantidad de masa significativa respecto a la alcanzada en las demás fracciones. Para los lotes de *C. nardus* se observa que L1 y L2 contenían una menor cantidad de masa respecto a L3. Sin embargo, como se observa en las **Tablas G4 a G6** del **Anexo G**, L3 presentaba una mayor pérdida en compuestos volátiles como limoneno y linalool, los cuales pueden haber sido succionados por la bomba. Para ambos aceites, en los equilibrios alcanzados en los tres lotes, T1 aumentaba con cada nuevo destilado mientras que T2 se mantenía aproximadamente constante. Los AE de *C. martinii* y *C. nardus* presentaron pérdidas entre el 5-10% representadas, en su mayoría, en los compuestos más volátiles que no se condensaron dentro de la columna, llegando a acumularse en la trampa de la bomba de vacío; la menor cantidad de pérdidas corresponde al AE impregnado en las paredes de la torre de destilación.

#### **4.3. ANÁLISIS DE LOS COMPUESTOS PRESENTES EN LOS ACEITES**

Después de la rectificación de los diferentes lotes de AE de *C. martinii* y *C. nardus*, se llevó a cabo el análisis de componentes presentes en el aceite crudo y las fracciones utilizando GC para determinar las cantidades relativas de cada compuesto. En el **Anexo G**, las **Tablas G1 a G6** presentan las cantidades relativas para cada componente en los diferentes lotes de ambos AE; los valores en las tablas corresponden al promedio (prueba - duplicado) de la relación del área del componente respecto al área de *n*-tetradecano.

En la **Tabla 5** se presentan las áreas relativas de los componentes mayoritarios para las presiones 6 y 8 Torr empleadas para fraccionar los AE de *C. nardus* y *C. martinii*, respectivamente.

**Tabla 5. Cantidades relativas al área total de los compuestos mayoritarios obtenidos para el Lote 2 del AE de *Cymbopogon nardus* y el Lote 3 de *Cymbopogon martinii* a presión reducida.**

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %								
		<i>Cymbopogon nardus</i>				<i>Cymbopogon martinii</i>				
		AE crudo	Presión, 6 torr			AE crudo	Presión, 8 torr			
			F1	F2	FF		F1	F2	F3	FF
Limoneno	1029.5	0.55	2.04	0.00	0.00	-	-	-	-	-
(E)- $\beta$ -ocimeno	1049	-	-	-	-	2.49	3.37	0.33	0.13	0.00
Linalool	1100	0.53	1.83	0.34	0.09	3.57	23.47	4.27	0.26	0.00
Citronelal	1153.7	19.48	40.76	22.82	5.20	-	-	-	-	-
Borneol	1165.6	0.18	0.28	0.37	0.15	-	-	-	-	-
Citronelol	1228.9	15.94	15.66	20.67	14.95	-	-	-	-	-
Nerol	1230	-	-	-	-	0.36	1.77	2.43	1.84	0.83
Neral	1243	0.44	0.48	0.54	0.25	0.21	0.47	0.11	0.06	0.38
Geraniol	1254.9	18.67	15.33	21.64	19.18	81.59	55.19	82.31	89.84	85.16
Geranial	1272.1	0.57	0.59	0.71	0.48	0.36	1.43	0.19	0.17	1.36
Acetato de citronelilo	1352.4	6.19	4.94	7.22	6.36	-	-	-	-	-
Acetato de geranilo	1379.9	6.53	4.26	6.67	7.39	3.67	2.15	2.84	3.09	2.63
Butirato de citronelilo	1528.6	2.49	1.02	1.95	3.26	-	-	-	-	-
Butirato de geranilo	1562.6	5.18	0.44	1.89	13.05	-	-	-	-	-

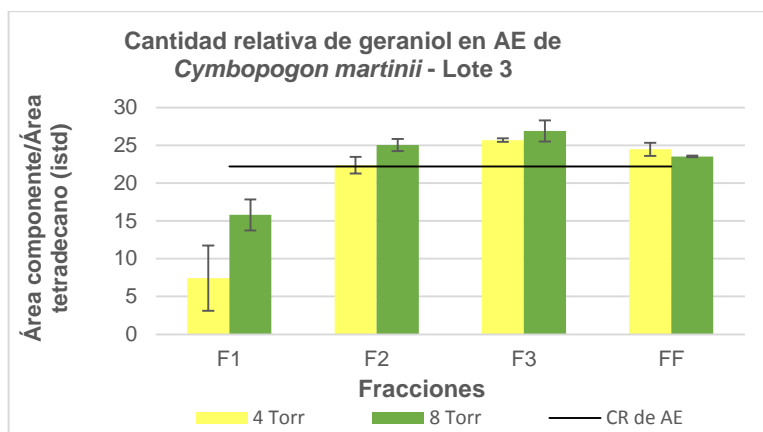
A partir de los datos presentados en la **Tabla 5**, se evidencia un mayor contenido de compuestos livianos (limoneno, (E)- $\beta$ -ocimeno, linalool, citronelal) en F1 para *C. martinii* y *C. nardus*, obteniendo mayor concentración de estos compuestos, pero un bajo porcentaje de masa respecto a los AE crudos. Para *C. nardus*, F1 cumple con los valores aptos para la comercialización de la especie *C. winterianus* dados por Berger (citronelal, 30 a 45%; geraniol, 20 a 25%; citronelol, 9 a 16%) pero en desacuerdo con los valores determinados por Berger para *C. nardus* (citronelal, 3 a 6%; geraniol, 15 a 23% y citronelol, 3 a 9%)<sup>[34]</sup>. Para las fracciones F3-FF en palmarrosa y FF en citronela, el contenido de compuestos livianos fue casi nulo, pero estas fracciones se enriquecieron con los compuestos menos

volátiles, alcanzando para el AE de palmarrosa una composición de geraniol similar a la obtenida por Rueda con concentración de geraniol de 88% a una presión de 8 Torr<sup>[21]</sup>. Para el AE de *C. martinii*, F3 y FF representan una mayor cantidad de masa respecto a los 20 g inicialmente destilados, como se evidencia en la **Tabla 4**.

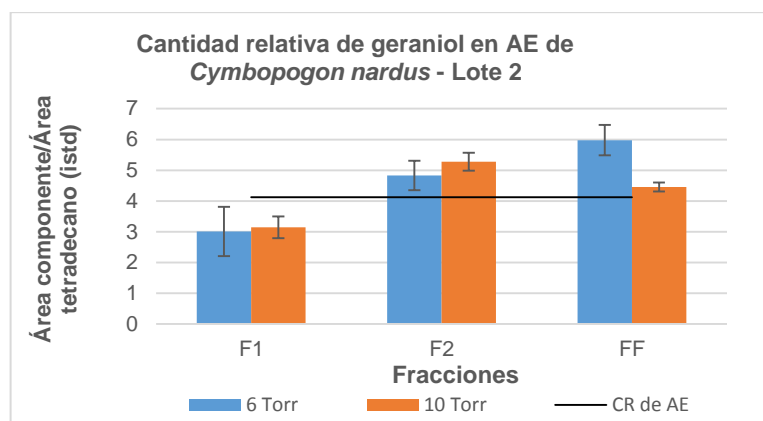
**4.3.1. Cantidades relativas de geraniol y citronelal en las fracciones** En la **Figura 4** se observa cómo la cantidad relativa (CR) de geraniol, a presiones de 4 y 8 Torr, va aumentando desde F1 hasta F3, obteniendo un aumento significativo respecto a la cantidad relativa del AE crudo (representado por una línea horizontal) en F3. En la **Figura 5**, para el AE de citronela, a presiones de 6 y 10 Torr, la cantidad relativa de geraniol aumenta desde F1 hasta FF, alcanzando cantidades superiores a la del AE crudo en FF (ver **Anexo H**). Sin embargo, si se desean concentraciones de geraniol mayores a las reportadas, se sugiere realizar un proceso adicional ya que este compuesto forma un azeótropo con el acetato de geraniol<sup>[38]</sup>. Se ha encontrado que en palmarrosa el acetato de geraniol se utiliza para la formación de geraniol mediante un proceso de hidrólisis<sup>[39]</sup>. Se debe realizar la hidrólisis de acetato de geraniol antes del proceso de destilación fraccionada, para evitar la presencia del azeótropo durante la destilación<sup>[40]</sup>.

En palmarrosa, el lote 3 presentó el mayor aumento en la concentración de geraniol debido a que se favoreció la obtención de compuestos muy volátiles, como linalool y (E)- $\beta$ -ocimeno, en la fracción de destilado F1. En el lote 2 de citronela, F2 presentó un aumento en la concentración de geraniol, respecto al AE crudo, debido al bajo contenido de compuestos muy volátiles como limoneno, linalool y citronelal en comparación con los lotes 1 y 3. La variación de la presión no causó un cambio significativo en la cantidad relativa de geraniol obtenido en ambos aceites.

**Figura 4. Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 3 de AE de palmarrosa a 4 y 8 Torr.**

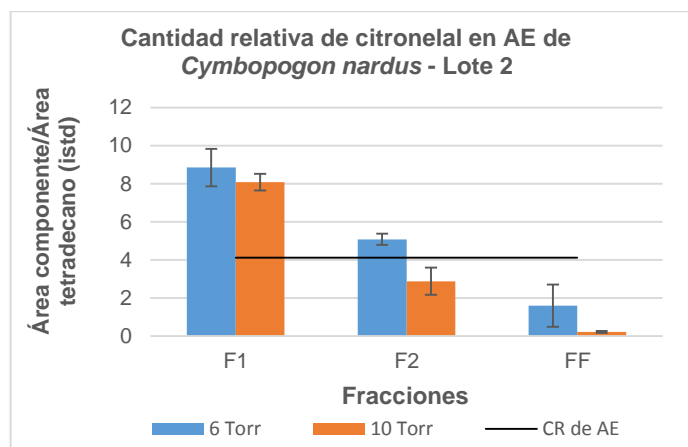


**Figura 5. Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 2 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.**



En la **Figura 6** se observa cómo la cantidad relativa de citronelal aumenta en comparación a la concentración del AE crudo. En los tres lotes de AE de *C. nardus* se obtiene mayor composición de citronelal en F1 que en F2 y FF, debido a la alta volatilidad de este compuesto (ver **Anexo H**).

**Figura 6. Cantidad relativa de citronelal en fracciones del Lote 2 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.**



El lote 2 de *C. nardus* presentó un mayor contenido de citronelal en la F1 respecto al AE crudo, comparado con los lotes 1 y 3, como se observa en las **Figuras H4 y H8** del **Anexo H**. En el lote 2 se logró un mayor aumento de contenido de citronelal en F1 (2.1 veces la concentración del aceite crudo), como se observa en las **Tablas**

**G4 a G6** del **Anexo G**. Las máximas concentraciones de citronelal se obtuvieron a una presión de 6 Torr, ver **Anexo H**.

#### **4.4. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA PRESIÓN**

A partir del método ANOVA se evaluó, con un nivel de confianza del 95 %, si existía una diferencia en las fracciones al variar la presión utilizando como observables el geraniol (componente 1) y el acetato de geraniol (componente 2) para el AE de *Cymbopogon martinii* a una presión de 4 y 8 Torr. En *Cymbopogon nardus* los observables usados fueron citronelal (componente 1) y geraniol (componente 2) a una presión de 6 y 10 Torr. Se realizó un ANOVA tomando

como referencia uno de los tres lotes utilizados para cada aceite, el lote 3 para palmarrosa y el lote 2 para citronela.

**Tabla 6. Análisis de varianza para las presiones en el Lote 3 de *C. martinii* y Lote 2 de *C. nardus*.**

		Análisis de varianza para las presiones P1							
		Componente 1				Componente 2			
		F1	F2	F3	FF	F1	F2	F3	FF
<b><i>Cymbopogon martinii</i></b> Componente 1: Geraniol Componente 2:	<b>F crítico</b>	18,51				18,51			
	<b>F</b>	1,77	7,54	1,48	2,39	0,9	0,26	0,04	0,99
	<b>Efecto</b>	NO	NO	NO	NO	NO	NO	NO	NO
<b><i>Cymbopogon nardus</i></b> Componente 1: Citronelal Componente 2:	<b>F crítico</b>	18,51				18,51			
	<b>F</b>	1,02	16,41	-	3,11	0,05	1,28	-	17,61
	<b>Efecto</b>	NO	NO	-	NO	NO	NO	-	NO

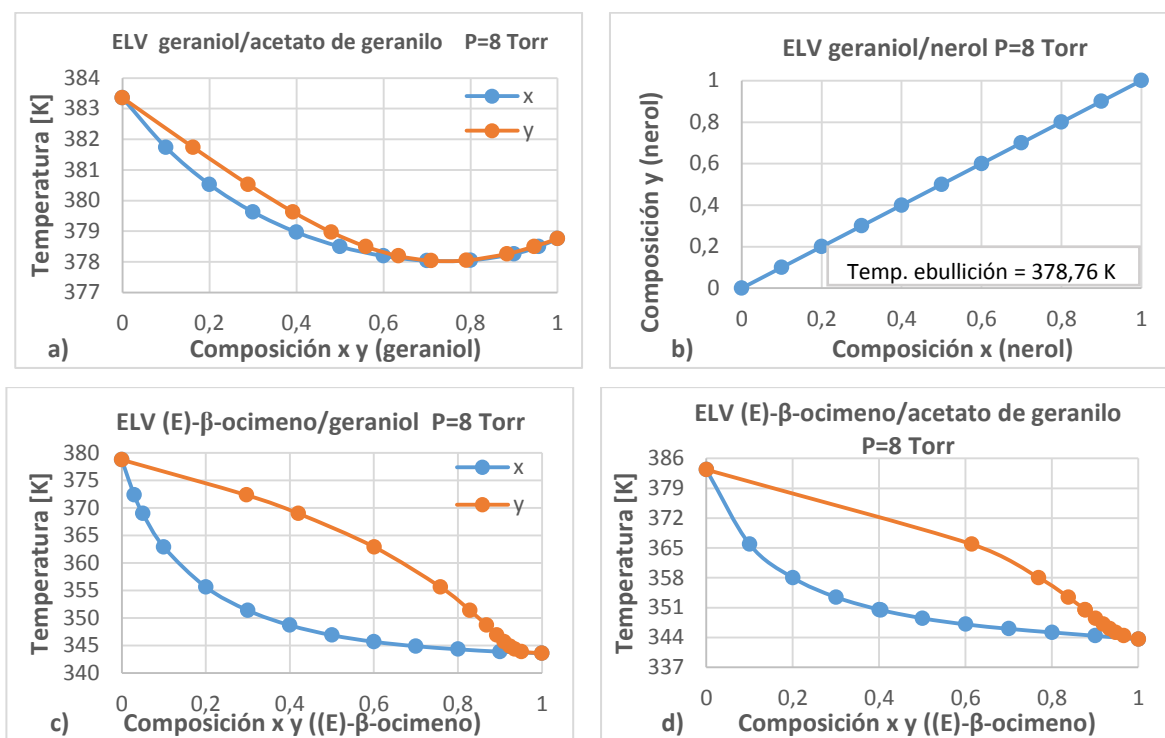
Según los resultados obtenidos a partir del método ANOVA, en la **Tabla 6** se evidencia que, al variar la presión de trabajo, no existe un efecto de esta variación sobre las fracciones de los observables para los aceites de *C. martinii* y *C. nardus*. Por lo tanto, del análisis se concluye que los AE de palmarrosa y citronela pueden ser fraccionados a cualquiera de las presiones trabajadas. Sin embargo, el AE de *C. nardus* presentó un mayor aumento de temperatura para la obtención de las fracciones en la presión de 10 Torr respecto a la presión de 6 Torr, por lo tanto, se sugiere realizar la destilación a 6 Torr para evitar reacción de oxidación o polimerización del aceite esencial<sup>[7]</sup>.

#### 4.5. ANÁLISIS DE RESULTADOS DE EQUILIBRIO LÍQUIDO-VAPOR

En los diagramas ELV se representa la temperatura de equilibrio frente a la fracción másica del componente más volátil. Para conseguir una separación de los

sistemas binarios debe existir una diferencia apreciable entre las composiciones de las fases líquido-vapor. En las **Figuras 7 y 8** se observan los diagramas “T-xy” del ELV de los componentes principales del AE de palmarrosa (a, b, c y d) y el AE de citronela (a,b,c y d) para los cuales se calcularon los equilibrios binarios a una de las presiones trabajadas (8 y 6 Torr, respectivamente), utilizando el método Unifac y el algoritmo de temperatura de burbuja por medio del programa scilab-5.5.2, ver **Anexo I**.

**Figura 7. Diagramas del equilibrio líquido-vapor de los principales componentes del aceite esencial de *Cymbopogon martinii* a 8 Torr.**

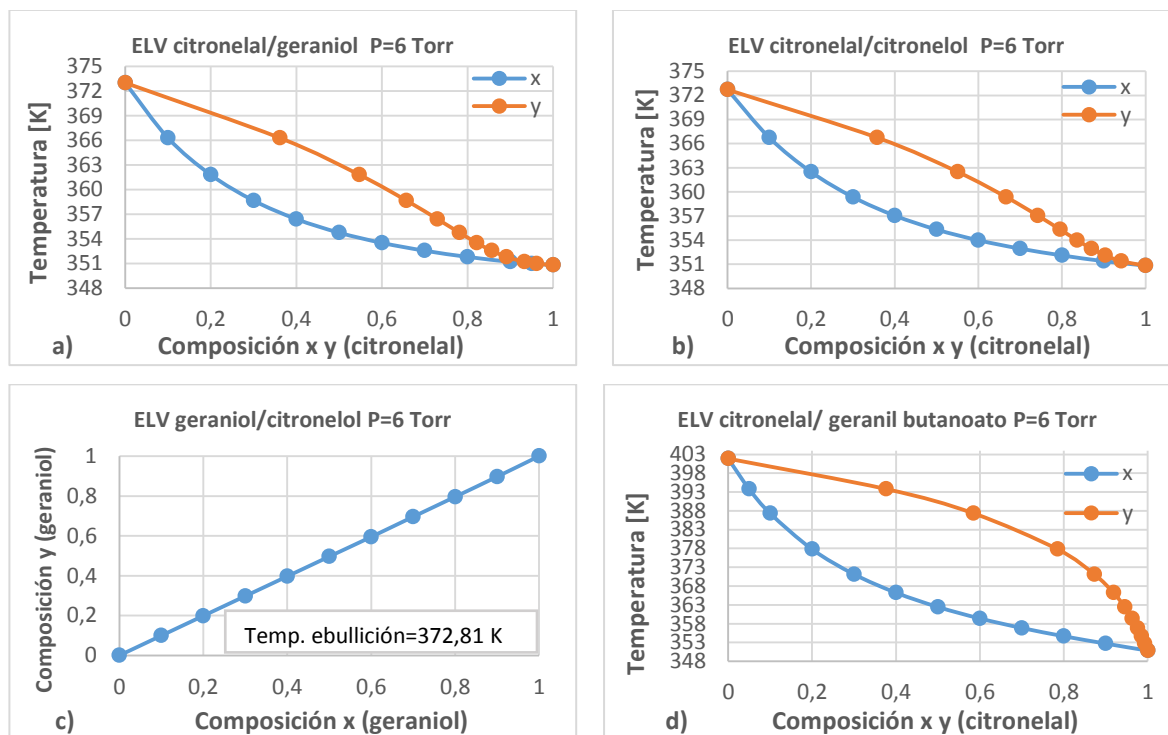


De los resultados mostrados en la **Figura 7a** se observa que la mezcla geraniol/acetato de geraniol presenta dificultad para ser separada debido a la estrecha separación entre las fases líquida y vapor, donde a una composición de geraniol  $\geq 72\%$  se forma un azeótropo con el acetato de geraniol, compuesto con pesadas notas que suprime el olor dulce del geraniol<sup>[41]</sup>. En las **Figuras 7b y 8c** se

evidencia que los sistemas geraniol/nerol y geraniol/citronelol no pueden ser separados en ningún punto por medio del proceso de destilación, porque presentan temperatura de ebullición común. En las **Figuras 7c y 7d** se observa que el (E)- $\beta$ -ocimeno, al ser el compuesto más liviano, puede ser separado de forma sencilla del geraniol y del acetato de geraniol, pero presenta azeótropo con estos compuestos si se tiene una composición  $\geq 95$  y  $\geq 98\%$ , respectivamente.

En las **Figuras 8a, 8b y 8d** se observa que es factible separar el citronelal de los demás compuestos. En los ELV de citronelal respecto al geraniol y al citronelol existe una similitud en el comportamiento de las gráficas ya que el sistema geraniol/citronelol forma azeótropo. En las **Figuras 8a y 8b** se presenta azeótropo a composiciones  $\geq 96\%$ . La **Figura 8d** permite predecir una buena separación sin formación de azeótropo para cualquier composición xy de la mezcla.

**Figura 8. Diagramas del equilibrio líquido-vapor de los principales componentes del aceite esencial de *Cymbopogon nardus* a 6 Torr.**



#### 4.6. ANÁLISIS DE RESULTADOS MÉTODO FUG

En la **Tabla 7** se muestran los balances molares utilizados para desarrollar el método FUG y los resultados determinados, a partir de este, para cada uno de los aceites estudiados. Para el AE de *Cymbopogon martinii* se tomaron como referencia tres compuestos y para el AE de *Cymbopogon nardus* se seleccionaron cinco, entre los cuales se identificaron los componentes claves de la mezcla, liviano y pesado. Las composiciones molares usadas correspondían a las pruebas realizadas con palmarrosa y citronela a 8 y 6 Torr, respectivamente.

Tabla 7. Resultados del método corto Fenske – Underwood - Gilliland (FUG)

		Alimentación	Destilados	Fondos	Número de etapas mínimo $N_{mín}$	Reflujo mínimo $R_{mín}$	Número de etapas teóricas
<b><i>Cymbopogon martinii</i></b>	Nerol (Lk)	0,019	0,035	0,019	5	3,771	14
	Geraniol	0,893	0,941	0,943			
	Acetato de	0,035	0,024	0,038			
<b><i>Cymbopogon nardus</i></b>	Citronelal (Lk)	0,311	0,362	0,094	2	0,134	9
	Citronelol	0,251	0,270	0,274			
	Geraniol	0,298	0,284	0,357			
	Acetato de	0,082	0,068	0,108			
	Butirato de	0,057	0,015	0,167			

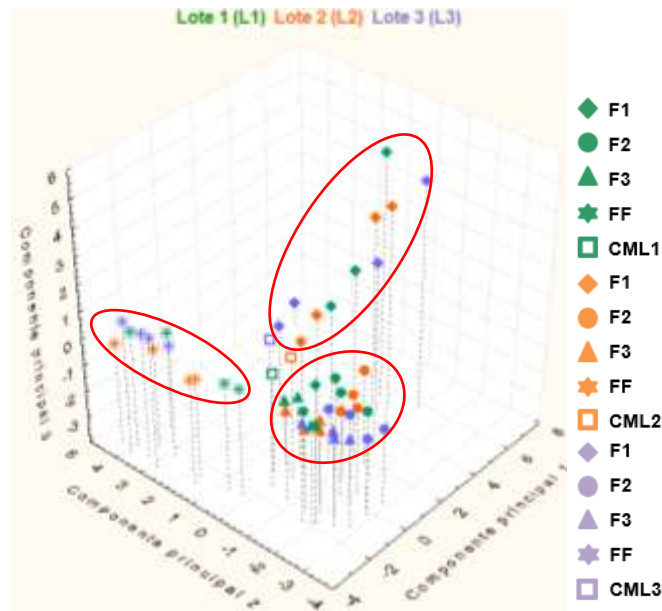
Para los AE de palmarrosa y citronela se obtuvieron 14 y 9 etapas teóricas, respectivamente. Aunque el número de compuestos utilizados para el AE de *C. martinii* fue menor que el utilizado en el AE de *C. nardus*, los componentes empleados para palmarrosa representaban 85% de la composición total, mientras que en citronela alcanzaban un 66%. Se consideró un reflujo operacional óptimo que equivale a 1.05 veces el reflujo mínimo<sup>[30]</sup>.

Teniendo en cuenta que el número de etapas reales de la columna es 30, la diferencia entre las etapas reales y el número de etapas teóricas puede deberse a que los AE utilizados son una combinación de aproximadamente 35 componentes y a que el método FUG es un método corto basado en tres ecuaciones que predicen los parámetros de la columna<sup>[30]</sup>.

#### **4.7. ANÁLISIS DE RESULTADOS DE PCA**

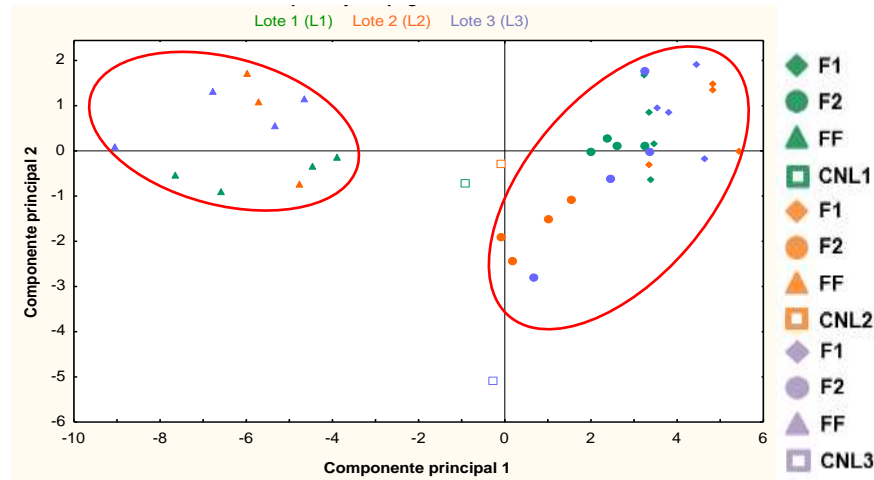
Se desarrolló un análisis de componentes principales (PCA) para conocer si existía una diferencia en el fraccionamiento de tres lotes con composición inicial diferente para los AE de *C. martinii* (CM) y *C. nardus* (CN); determinar si eran necesarias las fracciones obtenidas para cada aceite o si se encontraba una semejanza entre algunas de ellas, y así disminuir el número de fracciones obtenidas y por lo tanto disminuir el tiempo de la rectificación.

Figura 9. Distribución 3D del PCA para palmarrosa.



Para el AE de *C. nardus*, las composiciones antes de rectificar no cumplían con los estándares requeridos para la comercialización de citronela tipo *Ceylon*, sin embargo, dos lotes (L1, L3) cumplían con los de citronela tipo *Java* (citronelal: 30-45%). El AE *C. martinii* antes de ser rectificado cumplía con los estándares requeridos por la norma ISO para su comercialización. Para *C. nardus* se realizó un PCA con dos ejes (componentes principales) ya que estos explicaban más del 80% de la variabilidad de todos los compuestos. Sin embargo, para *C. martinii* fue necesario el uso de tres ejes para la identificación por PCA ya que dos ejes explicaban menos del 70% de la variabilidad de todos los compuestos.

**Figura 10. Distribución 2D del PCA para citronela.**



En las **Figuras 9 y 10** se observa que al rectificar los tres lotes AE de citronela y palmarrosa de composición inicial diferente se consigue homogeneizar las composiciones logrando pequeñas diferencias entre lotes de cada aceite. Así mismo, se obtiene una semejanza en las fracciones de destilado (F1-F2 para *C. nardus* y F2-F3 para *C. martinii*), por lo tanto, es conveniente unificar ambas fracciones para cada aceite y así disminuir el tiempo de fraccionamiento. Después de la rectificación del AE de citronela, se logró para la FF composiciones que cumplieran con los estándares de comercialización del tipo *Ceylon* mientras que para la F1 de L2, se cumplieron los estándares de comercialización del tipo *Java*. Para el AE de palmarrosa después de la rectificación, se logró en la FF cumplir con los estándares de la norma ISO, sin embargo, se notaron mayores contenidos de geraniol en la F3 respecto a la FF. En el **Anexo J** se observan los PCA de los lotes para cada uno de los aceites.

La metodología evaluada permitió determinar las condiciones de operación para la rectificación de los AE de palmarrosa y citronela. En el fraccionamiento se encontró que al trabajar con dos presiones diferentes, para cada aceite (4 y 8 Torr para *C. martinii*; 6 y 10 Torr para *C. nardus*), no existía una diferencia significativa en la composición. Sin embargo, se propone realizar el fraccionamiento a 8 y 6

Torr para palmarrosa y citronela, respectivamente. A presiones iguales o mayores a 10 Torr se presentan aumentos de temperatura, que pueden provocar reacción de oxidación o polimerización<sup>[7]</sup>. Para el proceso de destilación se determinó, por medio del método corto FUG, que es necesario un destilador de mínimo 14 etapas teóricas para lograr la concentración de los componentes de interés. Las fracciones de interés (denominadas fracciones de fondo (FF) en ambos aceites) cumplían con los estándares de comercialización establecidos por las normas ISO. El AE de palmarrosa, antes de ser rectificado, cumplía con los estándares de la norma ISO, sin embargo, después de la rectificación se logró mejorar la concentración del compuesto de interés (geraniol) dándole un valor agregado al producto. Por otro lado, el AE de citronela antes de la rectificación no cumplía con los valores establecidos por la norma ISO para la comercialización de citronela tipo *Ceylon*. Las FF representaron 0.41 kg de AE de palmarrosa/kg de AE crudo de palmarrosa y 0.35 kg de AE de citronela/kg de AE crudo de citronela. Para reducir el tiempo de obtención de las fracciones de interés se propone destilar F1-F2 para *C. Nardus* y F2-F3 para *C. Martinii* como una sola fracción, debido a que son fracciones de destilado de composición similares. Al realizar la rectificación se alcanzan pérdidas no superiores al 10% (0.1 kg de AE/kg de AE crudo), causadas por la succión ejercida por la bomba de vacío y por impregnación en las paredes de la columna. Las demás fracciones de ambos aceites pueden ser unificadas y comercializadas como AE crudo. Por lo tanto, la metodología planteada es una buena alternativa de rectificación de AE crudos, que permite cumplir con las exigencias de las normas internacionales de calidad, mejorando el valor comercial para los AE de citronela y palmarrosa.

## 5. CONCLUSIONES

A partir de los resultados del método de análisis de varianza (ANOVA), se concluye que para el proceso de rectificación la presión no influye de manera significativa sobre las composiciones finales de los AE de *C. martinii* y *C. nardus*. Al utilizar presiones de trabajo superiores a 8 Torr, para ambos aceites, las temperaturas de equilibrio alcanzadas son significativamente altas y se corre el riesgo de afectar la composición de las fracciones obtenidas.

Al realizar la rectificación del AE de *C. martinii* se logró concentrar el geraniol desde 82.16, 81.85 y 81.59% hasta 85.33, 83.37 y 85.16% en la FF para los lotes 1, 2 y 3, respectivamente, cumpliendo con los valores indicados por la norma ISO 4727. En F3 se logró una mayor concentración de este compuesto (91.60, 87.22, 89.34%), sin embargo, superaba los valores establecidos para su comercialización.

Con la rectificación del AE de *C. nardus* se aumentó el contenido de citronelal desde 38.48, 19.47 y 36.58% hasta 61.28, 40.76 y 56.12%, para la F1 de los lotes 1, 2 y 3, respectivamente. Sin embargo, según la norma ISO 3849 los valores exigidos para citronela tipo Ceylon, 3 a 6%, solo se cumplen en la FF con concentraciones de citronelal de 6.09, 5.20, 5.27 para los lotes 1, 2 y 3, respectivamente.

Los resultados obtenidos a partir del PCA demuestran que aunque exista una diferencia significativa en la composición de los AE crudos estudiados, al realizar la rectificación, las fracciones obtenidas pueden ser homogeneizadas ya que presentan pequeñas diferencias de composición entre cada lote. Así mismo, es

posible unificar las fracciones F2-F3 en palmarrosa y F1-F2 en citronela, logrando disminuir las fracciones para cada aceite y el tiempo empleado en el proceso.

A partir de los resultados obtenidos con el método FUG se determinó que para poder realizar la rectificación de los AE de *Cymbopogon martinii* y *Cymbopogon nardus* se requieren mínimo 14 etapas teóricas.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE. Introducción a la Industria de los Aceites Esenciales Extraídos de Plantas Medicinales Y Aromáticas. Instructivos Sena – Producción de Multimedia, 2012. [citado 15 junio 2015]. Disponible en internet:

<[http://repositorio.sena.edu.co/sitios/introduccion\\_industria\\_aceites\\_esenciales\\_plantas\\_medicinales\\_aromaticas/#](http://repositorio.sena.edu.co/sitios/introduccion_industria_aceites_esenciales_plantas_medicinales_aromaticas/#)>

[2] PLAZAS GONZÁLEZ, Érika Andrea. Curso de Aceites Esenciales: Química y proceso de producción. Jardín Botánico de Bogotá José Celestino Mutis, 2011. [citado 04 abril 2015]. Disponible en internet:

<<https://es.slideshare.net/giovanikarate/curso-de-aceites-esenciales>>

[3] DE LA TORRE CARRERAS, Rosa y LÓPEZ GONZÁLEZ, Joaquín. Las plantas aromáticas y medicinales. Futuro y potencialidad de Extremadura. En: COLETO MARTÍNEZ, José Miguel; DE MUSLERA PARDO, Enrique; GONZÁLEZ BLANCO, Raquel y PULIDO GARCÍA, Francisco. La agricultura y la ganadería extremeñas: Informe 2010. Bajadoz: Caja de Ahorros de Bajadoz, 2011. 144 p.

[4] STANSHENKO, Elena E.; COMBARIZA, Yajaira y PUERTAS, Miguel A. Aceites esenciales: Técnicas de extracción y análisis. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 1998.

[5] BAKER, Robert H.; BARKENBUS, Chas y ROSWELL, C. A. A large Spinning-Band Fractionating Column for use with small quantities of liquids. En: Industrial and Engineering Chemistry Analytical Edition, 1940. 468 p.

[6] BASER, K. Hüsnü y BUCHBAUER, Gerhard. Handbook of essential oils: Science, technology, and applications. Boca Ratón: CRS Press, 2010. p. 152, 3-5, 586-587, 151-152, 12-13, 157.

[7] BANDONI, Arnoldo L. Los Recursos Vegetales Aromáticos en Latinoamérica: Su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. Buenos Aires: Editorial Universidad Nacional de la Plata, 2000. p. 30, 148-149, 142-144, 33, 185-188, 190-191, 164-169.

[8] SOSTENIBLE, Biocomercio. Estudio del Mercado Colombiano de Aceites Esenciales. Instituto de Investigación de Recursos Biológicos Alexander von Humboldt, 2003. [citado 04 abril 2015] p. 15-16. Disponible en internet: <[http://repository.humboldt.org.co/bitstream/20.500.11761/9356/1/Biocomercio\\_6.pdf](http://repository.humboldt.org.co/bitstream/20.500.11761/9356/1/Biocomercio_6.pdf)>

[9] BURDOCK, George A. Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients. 6 ed. Boca Raton, CRS Press, 2010. 1583 p.

[10] CLAYTON, W.D.; VORONTSOVA, M.; HARMAN, K.T. y WILLIAMSON, H. *Cymbopogon martinii*. GrassBase - The Online World Grass Flora. [citado 11 junio 2015]. Disponible en internet: <<http://www.kew.org/data/grasses-db/www/imp02642.htm>>

[11] STASHENKO, Elena E.; RODRÍGUEZ, Raúl; RUIZ, Carlos; ARIAS, Ginna; CASTRO, Hans y MARTÍNEZ, Jairo. Estudio comparativo de la composición de los aceites esenciales de cuatro especies del género *Cymbopogon* (Poaceae) cultivadas en Colombia. En: Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas, 2012. 11 vol. 1 no. p. 77-85. ISSN 0717 7917.

[12] GARCÍA MOLINA, Marvin Rafael. Estudio comparativo de los metabolitos secundarios volátiles del *Cymbopogon martinii* (palmarrosa) obtenidos por diferentes técnicas de extracción. Trabajo de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2010. p. 19-20.

[13] ISO. ISO 4727: Oil of palmarosa [*Cymbopogon martinii* (Roxburgh) W. Watson var. *motia*]. 1 ed. Geneva: International Organization for Standardization, 1988.

[14] ITIS. Catalogue of New World Grasses (Poaceae). Integrated Taxonomic Information System on-line database. [citado 10 abril 2015]. Disponible en internet: <[https://www.itis.gov/servlet/SingleRpt/RefRpt?search\\_type=source&search\\_id=source\\_id&search\\_id\\_value=483](https://www.itis.gov/servlet/SingleRpt/RefRpt?search_type=source&search_id=source_id&search_id_value=483)>

[15] PUCCIO, Pietro y MAZA, Giuzzepe. *Cymbopogon nardus*. [citado 10 abril 2015]. Disponible en internet: <<http://www.photomazza.com/?Cymbopogon-nardus&lang=es>>

[16] ISO. ISO 3849: Oil of citronella, Sri Lanka type [*Cymbopogon nardus* (L.) W. Watson var. *lenabatu* Stapf.]. 2 ed. Geneva: International Organization for Standardization, 2003.

[17] STASHENKO, Elena E. Aceites Esenciales. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2009. p.16, 98-104, 102-103, 109-112.

[18] BETTINI, Mércia de F. M. Purification of Orange Peel and Oil Phase by Vacuum Distillation. En: SHI, John. Functional Food Ingredients and Nutraceuticals: Processing Technologies. Boca Raton: CRS Press, 2007. p. 157-159.

[19] TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: Mc Graw Hill, 1988. p. 411-412, 425-426, 455.

[20] OTINIANO C., Manuel. Cálculos en destilación continua para sistemas binarios ideales utilizando hoja de cálculo. En: Revista-Sociedad Química del Perú, 2004. 70 vol. 4 no. p. 217-219.

[21] RUEDA S., Carlos A. Estudio de la rectificación por destilación fraccionada a presión reducida y de la hidrólisis básica del aceite esencial de *Cymbopogon martinii* (Palmarrosa). Trabajo de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2012. 36 p.

[22] BR INSTRUMENT. Información Técnica *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation*. [citado 15 junio 2015]. Disponible en internet: <<https://www.brinstrument.com/fractional-distillation/micro-distillation.php>>

[23] HINSHAW, John V. The Flame Ionization Detector. North America: Solutions for separation scientists, 2005. [citado 29 mayo 2016]. 23 vol. 12 no. p. 1262-1272. Disponible en internet: <<http://www.chromatographyonline.com/flame-ionization-detector?id=&sk=&date=&pageID=2>>

[24] AGILENT TECHNOLOGIES. Agilent 6890N Gas Chromatograph User Guide: The Flame Ionization Detector. Agilent Technologies Inc., 2001. [citado 15 junio 2016]. 3 vol. 515 p. Disponible en: <<https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/Public/G1530-90210.pdf>>

[25] GUTIÉRREZ PULIDO, Humberto; DE LA VARA SALAZAR, Román. Análisis y diseño de experimentos. 2 ed. México: Mc Graw Hill, 2008. p. 11, 30-32, 37.

[26] SMITH, J. M.; VAN NESS, H. C. y ABBOT, M.M. Introducción a la Termodinámica en Ingeniería Química. 5 ed. México: McGraw Hill, 1980. p. 482, 831-836.

[27] NGUYEN, T.K. Chemical Engineering Thermodynamics II Applied Phase Equilibrium. Pomona, California State Polytechnic University, 2009. [citado 29 noviembre 2016]. 5 ca. 1 p. Disponible en internet: <<http://www.cpp.edu/~lllee/TK303.pdf>>

[28] COULSON, J.M. y RICHARDSON, J.F. Chemical Engineering. 5 ed. Oxford: Butterworth Heinemann, 2002. 2 vol. p. 544-554.

[29] NARVAEZ G., A.; ZAVALA L., J.C.; ROCH U., A. y RUBIO A., C. Método corto para la destilación discontinua multicomponente considerando una política de reflujo variable. En: Revista Mexicana de Ingeniería Química, 2013. 12 vol. 3 no. p. 621-637.

[30] TORO CARVAJAL, Luis A. Métodos Matemáticos Avanzados para la Modelación y Simulación de Equipos para Procesos Químicos y Biotecnológicos. Tesis doctoral Ingeniería-Línea Automática. Manizales: Universidad Nacional de Colombia. Departamento de Ingeniería Electrónica y Computación, 2013. p. 61-74.

[31] MINITAB® 17 STATISTICAL SOFTWARE. ¿Qué es análisis de componentes principales?. State College: Minitab Inc., 2010. [citado 25 enero 2017]. Disponible en internet: <<http://support.minitab.com/es-mx/minitab/17/topic-library/modeling-statistics/multivariate/principal-components-and-factor-analysis/what-is-pca/>>

[32] TERRADEZ GURREA, Manuel. Análisis de componentes principales. España, Universitat Oberta de Catalunya, 2012. [citado 30 enero 2017]. 1-3 p. Disponible en internet: <[https://www.uoc.edu/in3/emath/docs/Componentes\\_principales.pdf](https://www.uoc.edu/in3/emath/docs/Componentes_principales.pdf)>

- [33] BABUSHOK, V. I. ; LINSTROM, P. J. y ZENKEVICH, I. G. Retention indices for frequently reported compounds of plant essential oils. En: Journal of Physical and Chemical Reference Data, 2011. 40 vol. 4 no. p. 043101-47.
- [34] RAJESWARA RAO, B. R.; KAUL, P. N.; SYAMASUNDAR, K. V. y RAMESH, S. Chemical profiles of primary and secondary essential oils of palmarosa (*Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats var. *motia* Burk.). En: Industrial Crops and Products, 2005. 21 vol. 1 no. p. 121-127.
- [35] NAKAHARA, K.; ALZOREKY, N. S.; YOSHIHASHI, T.; NGUYEN, H. T. y TRAKOONTIVAKORN, G. Chemical composition and antifungal activity of essential oil from *Cymbopogon nardus* (citronella grass). En: Japan Agricultural Research Quarterly: JARQ, 2003. 37 vol. 4 no. p. 249-252.
- [36] CASSEL, E. y VARGAS, R. M. Experiments and modeling of the *Cymbopogon winterianus* essential oil extraction by steam distillation. En: Journal of the Mexican Chemical Society, 2006. 50 vol. 3 no. p. 126-129.
- [37] BERGER, R. G. Flavours and Fragrances: Chemistry, Bioprocessing and Sustainability. Berlin: Springer Science & Business Media, 2007. 79 p.
- [38] MARÍN S., Nestor A. Adición de valor al aceite esencial de *Cymbopogon martinii* a través de procesos físico químicos. Tesis Maestría en Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2013. 65 p.
- [39] DUBEY, V. y LUTHRA, R. Biotransformation of geranyl acetate to geraniol during palmarosa (*Cymbopogon martinii*, Roxb. wats. var. *motia*) florescence development. En: Phytochemistry, 2001. 57 vol. 5 no. p. 675-680.

[40] RAMIREZ Q., Andres F. Evaluación de alternativas de proceso para hidrólisis catalítica de acetato de geranilo en el aceite esencial de *Cymbopogon martinii*. Tesis Maestría en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2016. 24 p.

[41] RAINA, V.K.; SRIVASTAVA, S.K.; AGGARWAL, K.K.; SYAMASUNDAR, K.V. y KHANUJA, S.P.S. Essential oil composition of *Cymbopogon martinii* from different places in India. En: Flavour Fragrances Journal, 2003. 18 vol. 4 no. p. 312-315.

## BIBLIOGRAFÍA

AGILENT TECHNOLOGIES. Agilent 6890N Gas Chromatograph User Guide: The Flame Ionization Detector. Agilent Technologies Inc., 2001. [citado 15 junio 2016]. 3 vol. 515 p. Disponible en: <<https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/Public/G1530-90210.pdf>>

BABUSHOK, V. I. ; LINSTROM, P. J. y ZENKEVICH, I. G. Retention indices for frequently reported compounds of plant essential oils. En: Journal of Physical and Chemical Reference Data, 2011. 40 vol. 4 no. p. 043101-47.

BAKER, Robert H.; BARKENBUS, Chas y ROSWELL, C. A. A large Spinning-Band Fractionating Column for use with small quantities of liquids. En: Industrial and Engineering Chemistry Analytical Edition, 1940. 468 p.

BANDONI, Arnoldo L. Los Recursos Vegetales Aromáticos en Latinoamérica: Su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. Buenos Aires: Editorial Universidad Nacional de la Plata, 2000. p. 30, 148-149, 142-144, 33, 185-188, 190-191, 164-169.

BASER, K. Hüsnü y BUCHBAUER, Gerhard. Handbook of essential oils: Science, technology, and applications. Boca Ratón: CRS Press, 2010. p. 152, 3-5, 586-587, 151-152, 12-13, 157.

BERGER, R. G. Flavours and Fragrances: Chemistry, Bioprocessing and Sustainability. Berlin: Springer Science & Business Media, 2007. 79 p.

BETTINI, Mércia de F. M. Purification of Orange Peel and Oil Phase by Vacuum Distillation. En: SHI, John. Functional Food Ingredients and Nutraceuticals: Processing Technologies. Boca Raton: CRS Press, 2007. p. 157-159.

BR INSTRUMENT. Información Técnica *B/R Instrument 800 – High Efficiency Micro Distillation*. [citado 15 junio 2015]. Disponible en internet: <<https://www.brinstrument.com/fractional-distillation/micro-distillation.php>>

BURDOCK, George A. Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients. 6 ed. Boca Raton, CRS Press, 2010. 1583 p.

CASSEL, E. y VARGAS, R. M. Experiments and modeling of the *Cymbopogon winterianus* essential oil extraction by steam distillation. En: Journal of the Mexican Chemical Society, 2006. 50 vol. 3 no. p. 126-129.

CLAYTON, W.D.; VORONTSOVA, M.; HARMAN, K.T. y WILLIAMSON, H. *Cymbopogon martinii*. GrassBase - The Online World Grass Flora. [citado 11 junio 2015]. Disponible en internet: <<http://www.kew.org/data/grasses-db/www/imp02642.htm>>

COULSON, J.M. y RICHARDSON, J.F. Chemical Engineering. 5 ed. Oxford: Butterworth Heinemann, 2002. 2 vol. p. 544-554.

DE LA TORRE CARRERAS, Rosa y LÓPEZ GONZÁLEZ, Joaquín. Las plantas aromáticas y medicinales. Futuro y potencialidad de Extremadura. En: COLETO MARTÍNEZ, José Miguel; DE MUSLERA PARDO, Enrique; GONZÁLEZ BLANCO, Raquel y PULIDO GARCÍA, Francisco. La agricultura y la ganadería extremeñas: Informe 2010. Bajadoz: Caja de Ahorros de Bajadoz, 2011. 144 p.

DUBEY, V. y LUTHRA, R. Biotransformation of geranyl acetate to geraniol during palmarosa (*Cymbopogon martinii*, Roxb. wats. var. *motia*) florescence development. En: *Phytochemistry*, 2001. 57 vol. 5 no. p. 675-680.

GARCÍA MOLINA, Marvin Rafael. Estudio comparativo de los metabolitos secundarios volátiles del *Cymbopogon martinii* (palmarrosa) obtenidos por diferentes técnicas de extracción. Trabajo de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2010. p. 19-20.

GUTIÉRREZ PULIDO, Humberto; DE LA VARA SALAZAR, Román. Análisis y diseño de experimentos. 2 ed. México: Mc Graw Hill, 2008. p. 11, 30-32, 37.

HINSHAW, John V. The Flame Ionization Detector. North America: Solutions for separation scientists, 2005. [citado 29 mayo 2016]. 23 vol. 12 no. p. 1262-1272. Disponible en internet: <<http://www.chromatographyonline.com/flame-ionization-detector?id=&sk=&date=&pageID=2>>

ISO. ISO 3849: Oil of citronella, Sri Lanka type [*Cymbopogon nardus* (L.) W. Watson var. *lenabatu* Stapf.]. 2 ed. Geneva: International Organization for Standardization, 2003.

ISO. ISO 4727: Oil of palmarosa [*Cymbopogon martinii* (Roxburgh) W. Watson var. *motia*]. 1 ed. Geneva: International Organization for Standardization, 1988.

ITIS. Catalogue of New World Grasses (Poaceae). Integrated Taxonomic Information System on-line database. [citado 10 abril 2015]. Disponible en internet: <[https://www.itis.gov/servlet/SingleRpt/RefRpt?search\\_type=source&search\\_id=source\\_id&search\\_id\\_value=483](https://www.itis.gov/servlet/SingleRpt/RefRpt?search_type=source&search_id=source_id&search_id_value=483)>

MARÍN S., Nestor A. Adición de valor al aceite esencial de *Cymbopogon martinii* a través de procesos físico químicos. Tesis Maestría en Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2013. 65 p.

MINITAB® 17 STATISTICAL SOFTWARE. ¿Qué es análisis de componentes principales?. State College: Minitab Inc., 2010. [citado 25 enero 2017]. Disponible en internet: <<http://support.minitab.com/es-mx/minitab/17/topic-library/modeling-statistics/multivariate/principal-components-and-factor-analysis/what-is-pca/>>

NAKAHARA, K.; ALZOREKY, N. S.; YOSHIHASHI, T.; NGUYEN, H. T. y TRAKOONTIVAKORN, G. Chemical composition and antifungal activity of essential oil from *Cymbopogon nardus* (citronella grass). En: Japan Agricultural Research Quarterly: JARQ, 2003. 37 vol. 4 no. p. 249-252.

NARVAEZ G., A.; ZAVALA L., J.C.; ROCH U., A. y RUBIO A., C. Método corto para la destilación discontinua multicomponente considerando una política de reflujo variable. En: Revista Mexicana de Ingeniería Química, 2013. 12 vol. 3 no. p. 621-637.

NGUYEN, T.K. Chemical Engineering Thermodynamics II Applied Phase Equilibrium. Pomona, California State Polytechnic University, 2009. [citado 29 noviembre 2016]. 5 ca. 1 p. Disponible en internet: <<http://www.cpp.edu/~lllee/TK303.pdf>>

OTINIANO C., Manuel. Cálculos en destilación continua para sistemas binarios ideales utilizando hoja de cálculo. En: Revista-Sociedad Química del Perú, 2004. 70 vol. 4 no. p. 217-219.

PLAZAS GONZÁLEZ, Érika Andrea. Curso de Aceites Esenciales: Química y proceso de producción. Jardín Botánico de Bogotá José Celestino Mutis, 2011.

[citado 04 abril 2015]. Disponible en internet:  
<<https://es.slideshare.net/giovanikarate/curso-de-aceites-esenciales>>

PUCCIO, Pietro y MAZA, Giuseppe. *Cymbopogon nardus*. [citado 10 abril 2015]. Disponible en internet: <<http://www.photomazza.com/?Cymbopogon-nardus&lang=es>>

RAINA, V.K.; SRIVASTAVA, S.K.; AGGARWAL, K.K.; SYAMASUNDAR, K.V. y KHANUJA, S.P.S. Essential oil composition of *Cymbopogon martinii* from different places in India. En: Flavour Fragrances Journal, 2003. 18 vol. 4 no. p. 312-315.

RAJESWARA RAO, B. R.; KAUL, P. N.; SYAMASUNDAR, K. V. y RAMESH, S. Chemical profiles of primary and secondary essential oils of palmarosa (*Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats var. *motia* Burk.). En: Industrial Crops and Products, 2005. 21 vol. 1 no. p. 121-127.

RAMIREZ Q., Andres F. Evaluación de alternativas de proceso para hidrólisis catalítica de acetato de geranilo en el aceite esencial de *Cymbopogon martinii*. Tesis Maestría en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2016. 24 p.

RUEDA S., Carlos A. Estudio de la rectificación por destilación fraccionada a presión reducida y de la hidrólisis básica del aceite esencial de *Cymbopogon martinii* (Palmarrosa). Trabajo de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2012. 36 p.

SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE. Introducción a la Industria de los Aceites Esenciales Extraídos de Plantas Medicinales Y Aromáticas. Instructivos Sena – Producción de Multimedia, 2012. [citado 15 junio 2015]. Disponible en internet:

<[http://repositorio.sena.edu.co/sitios/introduccion\\_industria\\_aceites\\_esenciales\\_plantas\\_medicinales\\_aromaticas/#](http://repositorio.sena.edu.co/sitios/introduccion_industria_aceites_esenciales_plantas_medicinales_aromaticas/#)>

SMITH, J. M.; VAN NESS, H. C. y ABBOT, M.M. Introducción a la Termodinámica en Ingeniería Química. 5 ed. México: McGraw Hill, 1980. p. 482, 831-836.

SOSTENIBLE, Biocomercio. Estudio del Mercado Colombiano de Aceites Esenciales. Instituto de Investigación de Recursos Biológicos Alexander von Humboldt, 2003. [citado 04 abril 2015] p. 15-16. Disponible en internet: <[http://repository.humboldt.org.co/bitstream/20.500.11761/9356/1/Biocomercio\\_6.pdf](http://repository.humboldt.org.co/bitstream/20.500.11761/9356/1/Biocomercio_6.pdf)>

STANSHENKO, Elena E.; COMBARIZA, Yajaira y PUERTAS, Miguel A. Aceites esenciales: Técnicas de extracción y análisis. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 1998.

STASHENKO, Elena E. Aceites Esenciales. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2009. p.16, 98-104, 102-103, 109-112.

STASHENKO, Elena E.; RODRÍGUEZ, Raúl; RUIZ, Carlos; ARIAS, Ginna; CASTRO, Hans y MARTÍNEZ, Jairo. Estudio comparativo de la composición de los aceites esenciales de cuatro especies del género *Cymbopogon* (Poaceae) cultivadas en Colombia. En: Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas, 2012. 11 vol. 1 no. p. 77-85. ISSN 0717 7917.

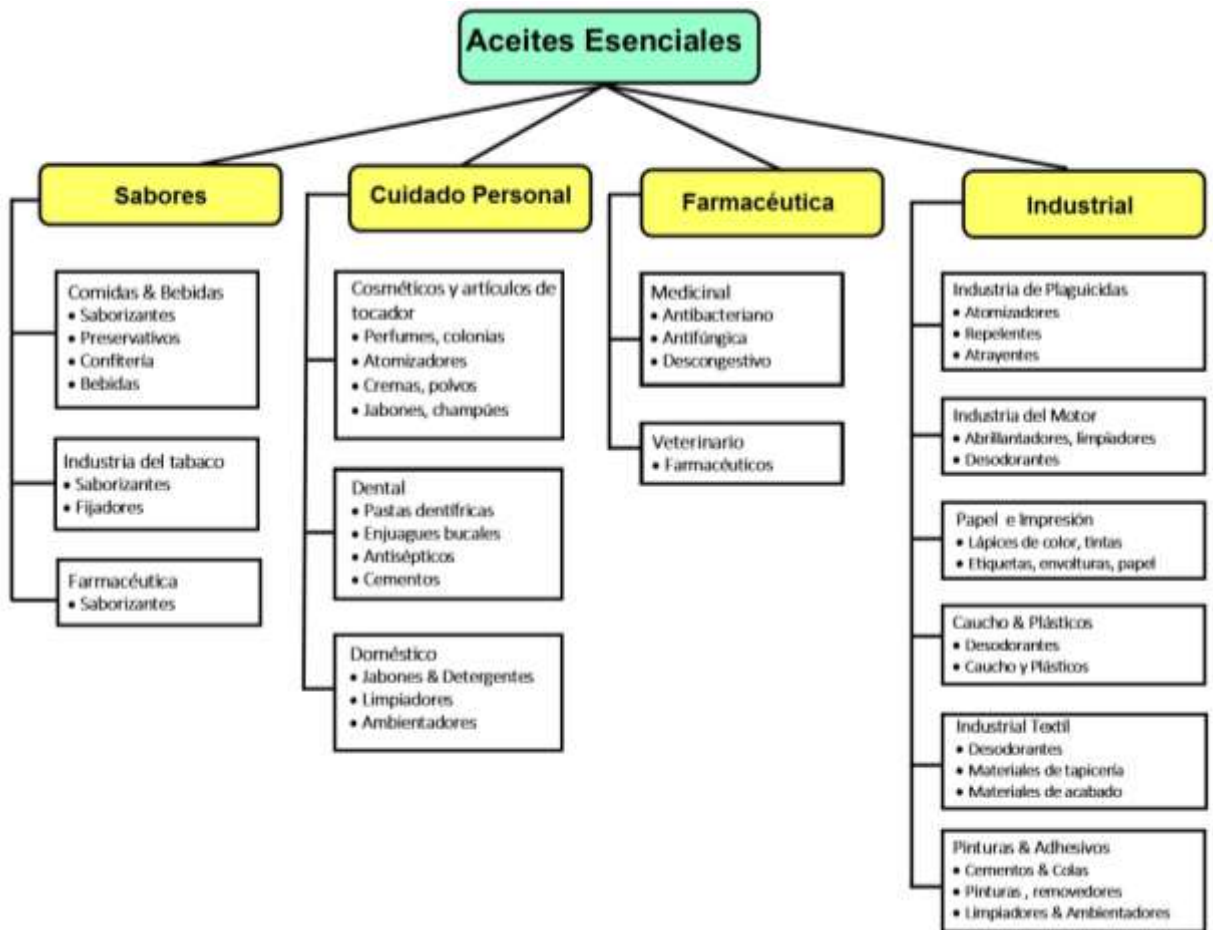
TERRADEZ GURREA, Manuel. Análisis de componentes principales. España, Universitat Oberta de Catalunya, 2012. [citado 30 enero 2017]. 1-3 p. Disponible en internet: <[https://www.uoc.edu/in3/emath/docs/Componentes\\_principales.pdf](https://www.uoc.edu/in3/emath/docs/Componentes_principales.pdf)>

TORO CARVAJAL, Luis A. Métodos Matemáticos Avanzados para la Modelación y Simulación de Equipos para Procesos Químicos y Biotecnológicos. Tesis doctoral Ingeniería-Línea Automática. Manizales: Universidad Nacional de Colombia. Departamento de Ingeniería Electrónica y Computación, 2013. p. 61-74.

TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: Mc Graw Hill, 1988. p. 411-412, 425-426, 455.

## ANEXOS

### ANEXO A. Categorías de industrias y productos que usan aceites esenciales<sup>[8]</sup>.




## ANEXO B. Clasificación taxonómica

En las **Tablas B1** y **B2** se relaciona la clasificación taxonómica de las especies *Cymbopogon martinii* y *Cymbopogon nardus*, respectivamente.


**Tabla B1.** Clasificación del *Cymbopogon martinii* <sup>[14]</sup>.

Palmarrosa	
Reino	<i>Plantae</i>
División	<i>Tracheophyta</i>
Clase	<i>Magnoliopsida</i>
Orden	<i>Poales</i>
Familia	<i>Poaceae</i>
Género	<i>Cymbopogon</i>
Especie	<i>Cymbopogon nardus</i>



**Tabla B2.** Clasificación del *Cymbopogon nardus* <sup>[14]</sup>.

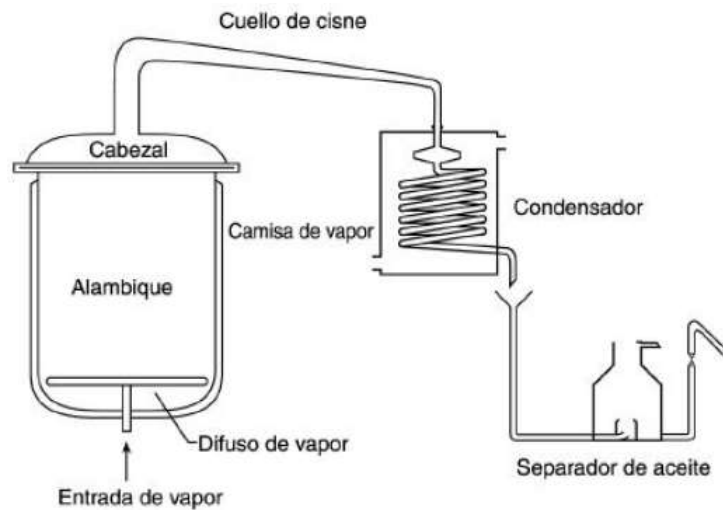
Citronela	
Reino	<i>Plantae</i>
División	<i>Tracheophyta</i>
Clase	<i>Magnoliopsida</i>
Orden	<i>Poales</i>
Familia	<i>Poaceae</i>
Género	<i>Cymbopogon</i>
Especie	<i>Cymbopogon nardus</i>



## ANEXO C. Extracción por arrastre con vapor

El material vegetal seco debe ser depositado en una cámara de destilación; el vapor que ingresa a través del difusor, al penetrar el material con una presión en la cámara más alta que la atmosférica, logra que los canales oleíferos de la planta sufran una ruptura y liberen la esencia que es arrastrada por el vapor. El vapor de agua y aceite que sale del cuello de cisne es enfriado en un condensador donde los dos productos inmiscibles, agua y aceite, regresan a la fase líquida y pueden ser separados por decantación<sup>[7,17,18]</sup>.

**Figura C1.** Componentes requeridos para la extracción por arrastre con vapor <sup>[7]</sup>.



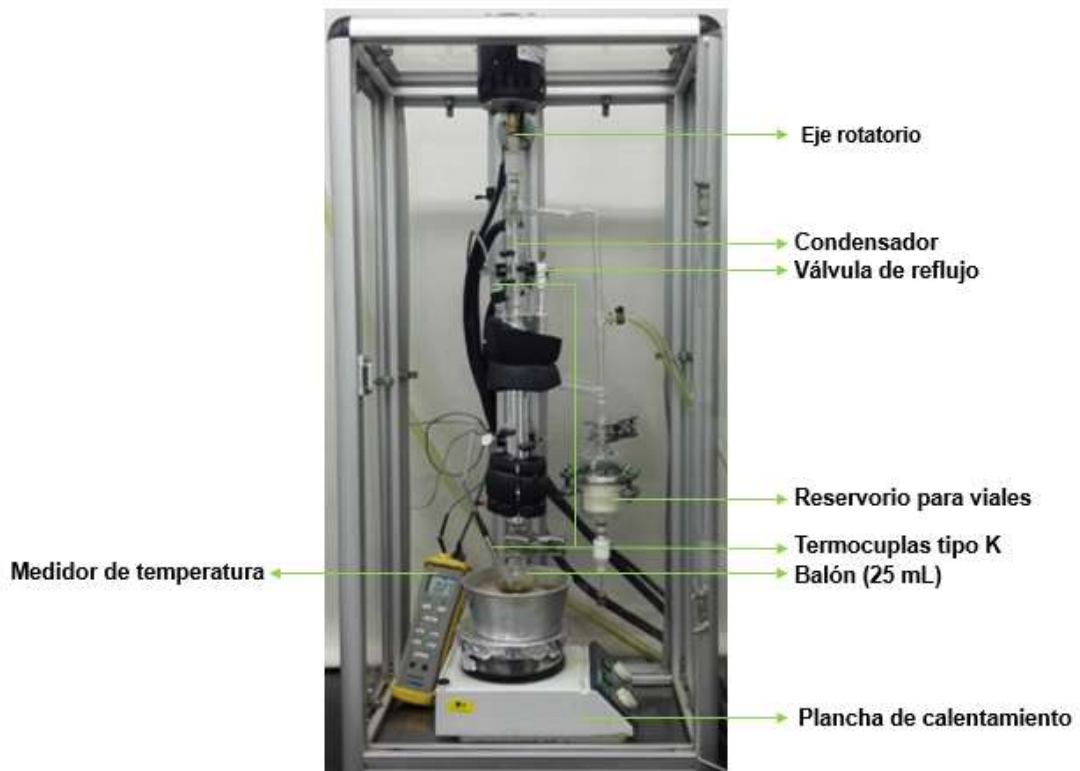
El equipo utilizado para llevar a cabo la extracción de AE por arrastre con vapor tiene la estructura mostrada en la **Figura C1**. El equipo consta de un extractor, conformado por el alambique en el que se deposita el material vegetal, el difusor de vapor y el cabezal, donde se realiza la extracción del aceite bajo determinadas condiciones de presión, temperatura, flujo de vapor y altura de material vegetal, que se han determinado experimentalmente para realizar una extracción

adecuada. El vapor alimentado a través del difusor es vapor sobrecalentado generado por una caldera.

El cuello de cisne permite que la mezcla de vapor de agua y aceite esencial que se produce en el extractor llegue al condensador, bajo un diseño que evita la condensación de vapores en el extractor y facilitando su transferencia al condensador. El condensador del equipo consta de un serpentín cuyo diámetro disminuye a medida que se aleja del cuello de cisne, se encuentra en una posición inclinada que facilita la descarga de los condensados al separador de AE o frasco florentino en el que la diferencia de densidades permitirá la separación de los aceites esenciales y el agua.

## DESTILACIÓN FRACCIONADA EN COLUMNA GIRATORIA

**Figura C2.** Equipo de destilación fraccionada



El equipo *B/R Instruments 800 – High Efficiency Micro Distillation* (BR Instrument Corporation, Easton, EE.UU.) fue empleado en la destilación fraccionada de los AE de palmarrosa y citronela. El cuerpo del equipo, mostrado en la **Figura C2**, está compuesto por una columna de eje rotatorio, condensador, válvula de reflujo, reservorio para viales, termocuplas tipo K, medidor de temperatura, balón con capacidad para 25 mL y plancha de calentamiento con agitador magnético. Como equipos anexos se empleó una bomba de vacío y un baño de enfriamiento.

Para controlar la presión durante el proceso se utilizó un sistema de control manual que permitía ajustar la presión con un margen de variación de  $\pm 0.5$ . Para el control de la temperatura se utilizó una plancha de calentamiento con agitación a 700 rpm. La condensación se garantizaba con un baño de enfriamiento que contenía una solución acuosa con 40% de propilenglicol.

Con este equipo se han obtenido resultados para diferentes especies, permitiendo predecir los parámetros de operación a escala piloto y la posibilidad de cumplir con los estándares de comercialización establecidos para los AE rectificadas.

## **ANEXO D. Cromatografía de gases acoplada a detector de ionización en llama (GC-FID)**

El detector de ionización en llama interactúa con los solutos eluidos en la columna de GC para producir una corriente que varía según la cantidad de soluto presente. En el FID se pasan la muestra y el gas de arrastre ( $H_2$ , He,  $N_2$ ) por la columna, a través de una llama de gas de hidrógeno que produce iones. Cuando un compuesto orgánico es quemado, aumenta la producción de iones pues es sensible a compuestos que contengan carbono. Un voltaje polarizante atrae los iones a un colector cercano a la llama; el producto recolectado es proporcional a la cantidad de muestra que se está quemando<sup>[23,24]</sup>.

Este detector se utiliza para cuantificar los componentes de una mezcla a partir de métodos de estandarización externa e interna, así como de adición de estándar. Es necesario realizar curvas de calibración y usar patrones certificados. La cuantificación de los componentes se efectúa normalizando las áreas de los picos del cromatograma obtenido con el detector FID<sup>[7,17]</sup>.

### **Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS)**

La GC acoplada a espectrometría de masas permite analizar y obtener una identificación confirmatoria de los componentes de una mezcla, complementando el análisis presuntivo de la GC-FID. Con este método se logra identificar compuestos muy volátiles y de bajo peso molecular como los de los aceites esenciales.

La muestra se inyecta en el cromatógrafo donde se separan para luego pasar al espectrómetro de masas que registra el espectro de cada componente separado

[7]. Los espectros se obtienen a partir del acople entre una cámara de ionización, un analizador másico y un detector. Las corrientes iónicas se procesan usando un software con el que se identifican los componentes a partir de los fragmentogramas<sup>[17]</sup>. Con este acoplamiento también se pueden conocer los tiempos de retención y el área de los picos cromatográficos de cada componente; al realizar el cálculo de los índices de retención y comparar los datos, con los que se obtienen para una sustancia patrón, se puede confirmar si el componente presuntamente identificado coincide con las bases de datos o la literatura<sup>[7,17]</sup>.

## ANEXO E. Método UNIFAC

La ecuación UNIFAC está constituida por dos partes aditivas, el término combinatorio  $g^C$ , que explica el tamaño molecular y las diferencias de forma, y el término residual  $g^R$  (no es una propiedad residual) para explicar las interacciones moleculares<sup>[26]</sup>:

$$g = g^C + g^R \quad (1)$$

La función  $g^C$  contiene solamente parámetros de especies puras, mientras que la función  $g^R$  incorpora dos parámetros binarios para cada par de moléculas. Para un sistema de multicomponentes,

$$g^C = \sum_i x_i \ln \frac{\Phi_i}{x_i} + 5 \sum_i q_i x_i \ln \frac{\theta_i}{\Phi_i} \quad (2)$$

$$g^R = - \sum_i q_i x_i \ln \left( \sum_j \theta_j \tau_{ji} \right) \quad (3)$$

En donde:

$$\Phi_i = \frac{x_i r_i}{\sum_j x_j r_j} \quad (4)$$

y:

$$\theta_i = \frac{x_i q_i}{\sum_j x_j q_j} \quad (5)$$

Los subíndices  $i$  identifican especies, y  $j$  es un índice ficticio; todas las adiciones se hacen sobre todas las especies. Note que  $\tau_{ii} \neq \tau_{jj}$ ; sin embargo, cuando  $i = j$ , entonces  $\tau_{ii} = \tau_{jj} = 1$ . En estas ecuaciones,  $r_i$  (un volumen molecular relativo) y  $q_i$  (un área superficial molecular relativa) son parámetros de especies puras. La influencia de la temperatura sobre  $g$  se introduce por medio de los parámetros de interacción  $\tau_{ji}$  de la ecuación 3, los cuales son dependientes de la temperatura<sup>[26]</sup>:

$$\tau_{ji} = \exp \frac{-(u_{ji} - u_{ii})}{RT} \quad (6)$$

Los parámetros para la ecuación de UNIFAC son, por consiguiente, valores de  $(u_{ji} - u_{ii})$ .

Al aplicar la ecuación  $\ln \gamma_i = \left[ \frac{\partial(nG^E/RT)}{\partial n_i} \right]_{P,T,n_j}$  a la ecuación de UNIFAC para  $g$  se encuentra una expresión para  $\ln \gamma_{ig}$  (ecuaciones 1 a la 3). El resultado se da mediante las ecuaciones siguientes<sup>[26]</sup>:

$$\ln \gamma_i = \ln \gamma_i^C + \ln \gamma_i^R \quad (7)$$

$$\ln \gamma_i^C = 1 - J_i + \ln J_i - 5q_i \left( 1 - \frac{J_i}{L_i} + \ln \frac{J_i}{L_i} \right) \quad (8)$$

Y

$$\ln \gamma_i^R = q_i \left( 1 - \ln s_i - \sum_j \theta_j \frac{\tau_{ij}}{s_j} \right) \quad (9)$$

En donde, además de las ecuaciones 5 y 6,

$$J_i = \frac{r_i}{\sum_j r_j x_j} \quad (10)$$

$$L_i = \frac{q_i}{\sum q_j x_j} \quad (11)$$

$$s_i = \sum_l \theta_l \tau_{li} \quad (12)$$

Los parámetros empleados para la aplicación del método UNIFAC se relacionan en las **Tablas E1 y E2**.

**Tabla E1.** Parámetros de subgrupo de EVL-UNIFAC<sup>[26]</sup>

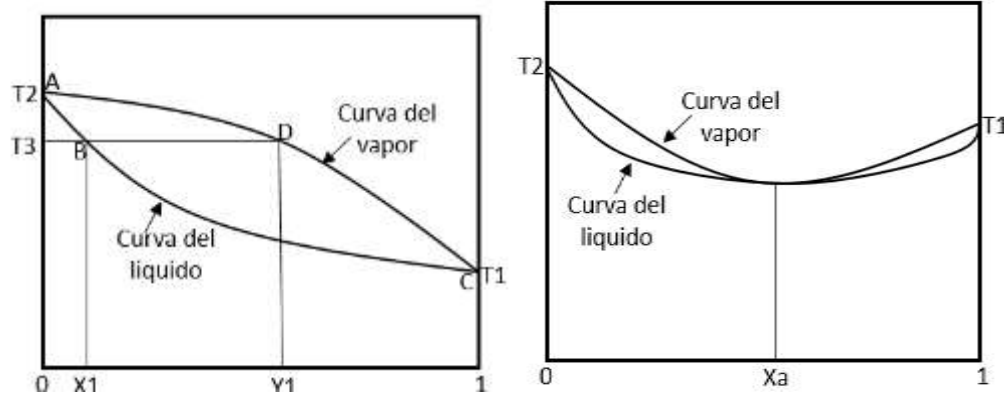
Grupo principal		Subgrupo	k	Rk	Qk
<b>1</b>	<b>CH<sub>2</sub></b>	CH <sub>3</sub>	1	0,9011	0,848
		CH <sub>2</sub>	2	0,6744	0,54
		CH	3	0,4469	0,228
		C	4	0,2195	0
<b>3</b>	<b>ACH</b>	ACH	10	0,5313	0,4
<b>4</b>	<b>ACCH<sub>2</sub></b>	ACCH <sub>3</sub>	12	1,2663	0,968
		ACCH <sub>2</sub>	13	1,0396	0,66
<b>5</b>	<b>OH</b>	OH	15	1	1,2
<b>7</b>	<b>H<sub>2</sub>O</b>	H <sub>2</sub> O	17	0,92	1,4
<b>9</b>	<b>CH<sub>2</sub>CO</b>	CH <sub>3</sub> CO	19	1,6724	1,488
		CH <sub>2</sub> CO	20	1,4457	1,18
<b>13</b>	<b>CH<sub>2</sub>O</b>	CH <sub>3</sub> O	25	1,145	1,088
		CH <sub>2</sub> O	25	0,9183	0,78
		CHO	27	0,6908	0,468
<b>15</b>	<b>CNH</b>	CH <sub>3</sub> NH	32	1,4337	1,244
		CH <sub>2</sub> NH	33	1,207	0,936
		CHNH	34	0,9795	0,624
<b>19</b>	<b>CCN</b>	CH <sub>3</sub> CN	41	1,8701	1,724
		CH <sub>2</sub> CN	42	1,6434	1,416

**Tabla E2.** Parámetros de interacción de EVL-UNIFAC, en Kelvin<sup>[26]</sup>

	1	3	4	5	7	9	13	15	19
1 CH <sub>2</sub>	0	61,13	76,5	986,5	1318	476,4	251,5	255,7	597
3 ACH	-11,12	0	167	636,1	903,8	25,77	32,14	122,8	212,5
4 ACCH <sub>2</sub>	-69,7	-146,8	0	803,2	5695	-52,1	213,1	-49,29	6096
5 OH	156,4	89,6	25,82	0	353,5	84	28,06	42,7	6,712
7 H <sub>2</sub> O	300	362,3	377,6	-229,1	0	-195,4	540,5	168	112,6
9 CH <sub>2</sub> CO	26,76	140,1	365,8	164,5	472,5	0	-103,6	-174,2	481,7
13 CH <sub>2</sub> O	83,36	52,13	65,69	237,7	-314,7	191,1	0	251,5	-18,51
15 CNH	65,33	-22,31	223	-150	-448,2	394,6	-56,08	0	147,1
19 CCN	24,82	-22,97	-138,4	185,4	242,8	-287,5	38,81	-108,5	0

### Equilibrio líquido-vapor

**Figura E1.** Fracción molar en el líquido (x) o en el vapor (y)<sup>[28]</sup>.



**Figura E1a**

**Figura E1b**

En la **Figura E1a** se observan dos compuestos, los cuales pueden ser separados en cualquier composición X-Y de la gráfica de equilibrio líquido-vapor ELV. En la **Figura E1b** los dos compuestos presentan un azeótropo ( $X_a$ ), por lo cual llevar a cabo la separación de estos compuestos resulta difícil.

## ANEXO F Ecuaciones del método FUG

Ecuación de Fenske<sup>[29]</sup>:

$$N_{\min} = \frac{\log \left\{ \left[ \frac{x_D^{(lk)}}{x_D^{(k)}} \right] \left[ \frac{x_B^{(k)}}{x_B^{(lk)}} \right] \right\}}{\log a_{lk,k}}$$

Ecuación de Underwood (Clase I)<sup>[29]</sup>:

$$R_{\min} = \frac{\alpha_{l,k}^{N_{\min}} - \alpha_{l,k}}{(\alpha_{l,k} - 1) \sum_{i=1}^c x_{Bi} \alpha_{l,k}^{N_{\min}}}$$

Ecuaciones de Gilliland<sup>[29]</sup>:

$$Y = 1 - \exp \left[ \frac{(1 + 54.4X)(X - 1)}{(11 + 117.2X)\sqrt{X}} \right]$$

$$Y = \frac{N - N_{\min}}{N + 1}$$

$$X = \frac{R - R_{\min}}{R + 1}$$

## ANEXO G. Cantidades relativas

**Tabla G1.** Cantidades relativas (área sustancia/área patrón interno) obtenidas por destilación fraccionada para el Lote 1 de AE de *Cymbopogon martinii* a presión reducida.

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %									
		AE - L1	Presión, Torr								
			4				8				
			F1	F2	F3	FF	F1	F2	F3	FF	
6-Metil-5-hepten-2-ona	985.9	0.04	0.16	0.02	-	-	0.57	0.04	-	-	
Mirceno	991.8	0.03	0.11	0.02	0.01	-	0.38	0.04	-	-	
(Z)- $\beta$ -Ocimeno	1037.8	0.09	0.75	0.15	0.02	-	1.89	0.10	-	-	
(E)- $\beta$ -Ocimeno	1047.7	0.19	0.15	0.02	0.05	-	4.89	0.25	-	-	
Linalool	1099	0.65	3.79	1.25	0.13	-	7.72	3.94	0.21	-	
Nerol	1228.9	0.09	0.14	0.20	0.15	0.02	0.12	0.21	0.13	0.08	
Neral	1242.1	0.14	0.15	0.25	0.02	0.18	0.10	0.12	0.28	0.04	
Geraniol	1254.9	18.65	16.31	18.41	20.79	19.37	10.08	17.12	20.55	20.50	
Geranial	1270.3	0.23	0.37	0.59	0.09	0.43	0.15	0.18	1.04	0.15	
Formato de geranilo	1303.1	0.05	0.08	0.09	-	-	0.08	0.06	0.16	-	
Acetato de geranilo	1379.9	0.49	0.63	0.74	0.78	0.44	0.43	0.66	0.73	0.68	
Aromadendreno	1440.6	0.15	0.33	0.48	0.19	-	0.46	0.85	0.13	0.02	

**Tabla G2.** Cantidades relativas (área sustancia/área patrón interno) obtenidas por destilación fraccionada del Lote 2 de AE de *Cymbopogon martinii* a presión reducida.

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %									
		AE -L2	Presión, Torr								
			4				8				
			F1	F2	F3	FF	F1	F2	F3	FF	
6-Metil-5-hepten-2-ona	985.9	0.02	0.08	-	-	-	0.07	0.02	-	-	
Mirceno	991.8	0.06	0.12	0.03	-	-	0.09	0.02	0.01	0.01	
(Z)- $\beta$ -Ocimeno	1037.8	0.10	0.20	0.05	-	-	0.25	0.07	0.01	-	
(E)- $\beta$ -Ocimeno	1047.7	0.58	0.96	0.26	0.08	-	1.37	0.38	0.09	-	
Linalool	1099	0.88	4.36	0.70	0.12	-	3.65	2.79	0.26	-	
Nerol	1228.9	0.05	0.05	0.07	0.03	0.01	0.04	0.07	0.05	0.02	

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %								
		AE -L2	Presión, Torr							
			4				8			
			F1	F2	F3	FF	F1	F2	F3	FF
Neral	1242.1	0.04	0.26	0.09	0.03	0.05	0.13	0.19	0.01	0.01
Geraniol	1254.9	24.11	18.11	23.95	25.20	21.80	19.11	21.50	25.69	24.56
Geranial	1270.3	0.11	0.56	0.22	0.13	0.22	0.32	0.40	0.09	0.09
Formato de geranilo	1303.1	-	0.20	0.03	0.01	-	0.08	0.05	-	-
Acetato de geranilo	1379.9	1.66	1.32	1.65	1.75	1.57	1.10	1.19	1.44	1.50
(Z)-Cariofileno	1405	0.01	0.03	0.04	0.01	0.03	0.03	0.06	0.02	-
Aromadendreno	1440.6	0.27	0.27	0.46	0.28	0.08	0.27	0.55	0.14	0.07

**Tabla G3.** Cantidades relativas (área sustancia/área patrón interno) obtenidas por destilación fraccionada del Lote 3 de AE de *Cymbopogon martinii* a presión reducida.

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %								
		AE - L3	Presión, Torr							
			4				8			
			F1	F2	F3	FF	F1	F2	F3	FF
6-Metil-5-hepten-2-ona	985.9	0.06	0.50	0.03	-	-	0.28	0.02	-	-
Mirceno	991.8	0.07	0.28	0.01	0.02	-	0.19	0.02	-	-
(Z)- $\beta$ -Ocimeno	1037.8	0.12	0.26	0.01	-	-	0.16	0.02	-	-
(E)- $\beta$ -Ocimeno	1047.7	0.68	1.45	0.07	0.08	-	0.99	0.11	0.02	-
Linalool	1099	0.97	8.56	1.15	0.17	-	6.66	1.34	0.08	-
Nerol	1228.9	0.10	0.51	0.75	0.74	0.20	0.51	0.74	0.56	0.23
Neral	1242.1	0.06	0.26	0.18	0.03	0.12	0.13	0.03	0.01	0.11
Geraniol	1254.9	22.20	7.43	22.38	25.68	24.46	15.79	25.02	26.89	23.53
Geranial	1270.3	0.10	0.50	0.49	0.07	0.28	0.40	0.06	0.05	0.38
Formato de geranilo	1303.1	0.02	0.15	0.04	-	-	0.09	0.01	-	-
Acetato de geranilo	1379.9	1.00	0.44	0.91	0.94	0.70	0.62	0.86	0.92	0.73
(Z)-Cariofileno	1405	0.01	0.12	0.10	0.04	-	0.07	0.08	0.02	-
Aromadendreno	1440.6	0.29	0.65	0.96	0.55	0.02	0.53	0.98	0.35	0.03

**Tabla G4.** Cantidades relativas (área sustancia/área patrón interno) obtenidas por destilación fraccionada del Lote 1 de AE de *Cymbopogon nardus* a presión reducida.

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %						
		AE - L1	Presión, Torr					
			6			10		
			F1	F2	FF	F1	F2	FF
Limoneno	1029.5	0.18	1.81	0.05	0.06	2.60	0.01	-
Linalool	1099	0.19	0.39	0.30	-	0.34	0.19	-
Citronelal	1153.7	6.85	10.91	10.25	3.61	9.19	9.10	2.31
Borneol	1165.6	0.06	0.07	0.14	0.02	0.08	0.13	0.03
Citronelol	1228.9	2.97	0.53	2.00	4.87	0.35	2.32	5.38
Neral	1243	0.12	0.03	0.10	0.16	0.11	0.12	0.14
Geraniol	1254.9	2.58	0.25	1.24	4.59	0.18	1.40	5.25
Geranial	1272.1	0.16	0.01	0.10	0.23		0.12	0.23
Acetato de citronelilo	1352.4	1.00	0.07	0.45	1.78	0.05	0.56	1.93
Acetato de geranilo	1379.9	0.82	0.02	0.18	1.58	0.01	0.25	1.75
Isoitaliceno	1396.7	0.12	0.01	0.10	0.34	-	0.17	0.40
Valenceno	1491.7	0.35	0.01	0.03	0.59	-	0.03	0.60
Butirato de citronelilo	1528.6	0.20	-	-	0.43	-	0.01	0.46
Butirato de geranilo	1562.6	0.25	-	-	0.90	-	-	1.17
Longiborneol	1591.7	0.51	-	-	1.19	-	-	1.25

**Tabla G5.** Cantidades relativas (área sustancia/área patrón interno) obtenidas por destilación fraccionada del Lote 2 de AE de *Cymbopogon nardus* a presión reducida.

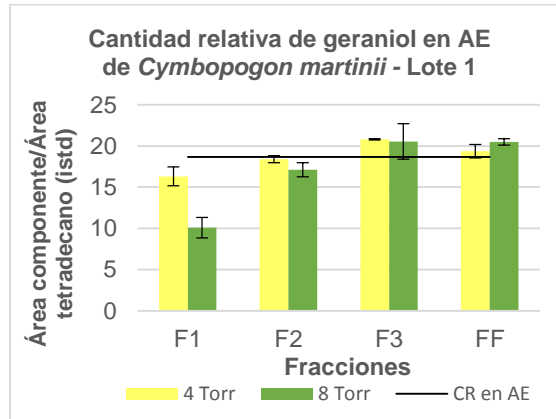
COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %						
		AE - L2	Presión, Torr					
			6			10		
			F1	F2	FF	F1	F2	FF
Limoneno	1029.5	0.12	0.37	-	-	0.05	-	-
Linalool	1099	0.12	0.36	0.08	0.01	0.24	0.04	-
Citronelal	1153.7	4.30	8.86	5.08	1.61	8.09	2.89	0.22
Borneol	1165.6	0.04	0.05	0.08	0.02	0.10	0.05	-
Citronelol	1228.9	3.52	3.07	4.61	4.66	3.30	4.90	2.92
Neral	1243	0.10	0.09	0.12	0.08	0.09	0.13	0.04
Geraniol	1254.9	4.12	3.01	4.83	5.98	3.14	5.28	4.46

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, %						
		AE – L2	Presión, Torr					
			6			10		
			F1	F2	FF	F1	F2	FF
Geranial	1272.1	0.13	0.12	0.16	0.15	0.10	0.19	0.09
Acetato de citronelilo	1352.4	1.37	0.97	1.61	1.98	0.89	1.87	1.59
Acetato de geranilo	1379.9	1.44	0.84	1.49	2.30	0.72	1.74	2.11
Isoitaliceno	1396.7	0.37	0.49	0.78	0.75	0.46	0.91	0.51
Valenceno	1491.7	0.91	0.37	0.76	1.33	0.32	0.89	1.29
Butirato de citronelilo	1528.6	0.55	0.20	0.44	1.02	0.16	0.48	1.15
Butirato de geranilo	1562.6	1.14	0.09	0.43	4.07	0.09	0.11	4.98
Longiborneol	1591.7	1.12	0.06	0.28	2.49	0.06	0.09	3.07

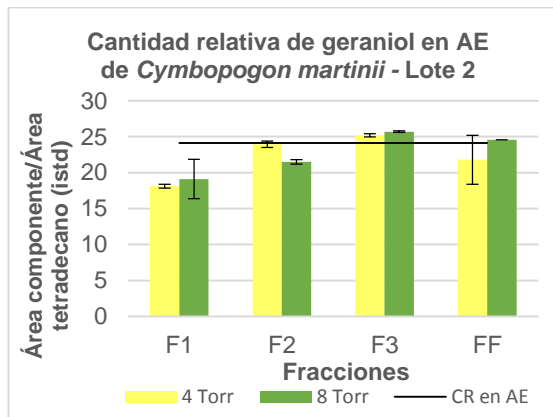
**Tabla G6.** Cantidades relativas (área sustancia/área patrón interno) obtenidas por destilación fraccionada del Lote 3 de AE de *Cymbopogon nardus* a presión reducida.

COMPUESTO	LRI	Cantidad relativa, área componente/área n-						
		AE – L3	Presión, Torr					
			6			10		
			F1	F2	FF	F1	F2	FF
Limoneno	1029.5	0.40	0.04	-	-	0.12	-	-
Linalool	1099	0.28	0.29	0.19	-	0.31	0.18	0.04
Citronelal	1153.7	8.47	11.09	7.41	1.36	9.67	7.28	3.63
Borneol	1165.6	0.07	0.09	0.05	-	0.04	0.04	0.02
Citronelol	1228.9	3.86	2.40	2.65	4.48	2.56	3.44	3.82
Neral	1243	0.16	0.08	0.09	0.09	0.09	0.12	0.10
Geraniol	1254.9	3.49	1.77	2.0	4.77	1.98	2.88	3.83
Geranial	1272.1	0.17	0.09	0.11	0.17	0.09	0.15	0.15
Acetato de citronelilo	1352.4	0.84	0.37	0.48	1.16	0.45	0.69	0.96
Acetato de geranilo	1379.9	0.65	0.21	0.30	1.07	0.29	0.49	0.84
Isoitaliceno	1396.7	0.26	0.23	0.32	0.51	0.28	0.41	0.47
Valenceno	1491.7	0.64	0.14	0.21	0.86	0.22	0.40	0.77
Butirato de citronelilo	1528.6	0.29	0.06	0.10	0.65	0.10	0.19	0.48
Butirato de geranilo	1562.6	0.74	0.09	0.13	3.69	0.12	0.25	2.92
Longiborneol	1591.7	0.70	0.05	0.07	2.17	0.07	0.15	1.73

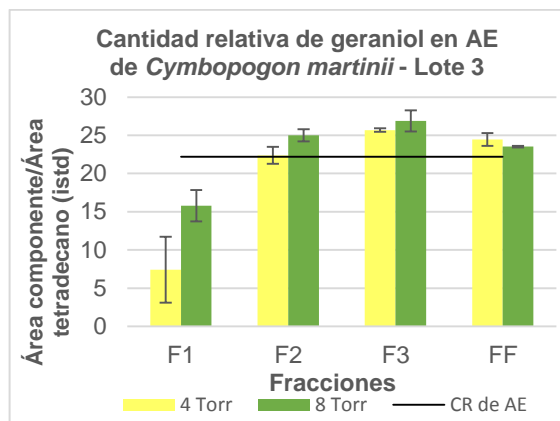
## ANEXO H Cantidad relativa de geraniol



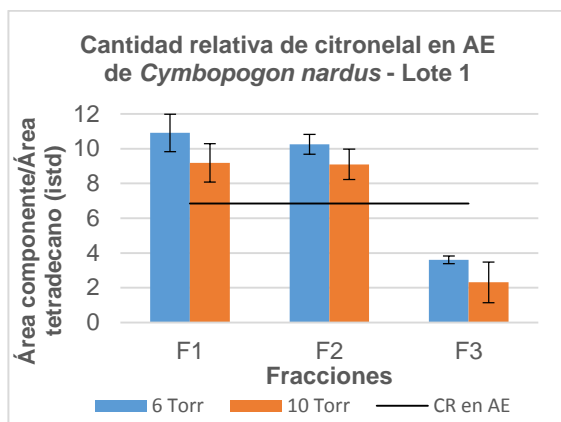
**Figura H1.** Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 1 de AE de palmarrosa a 4 y 8 Torr.



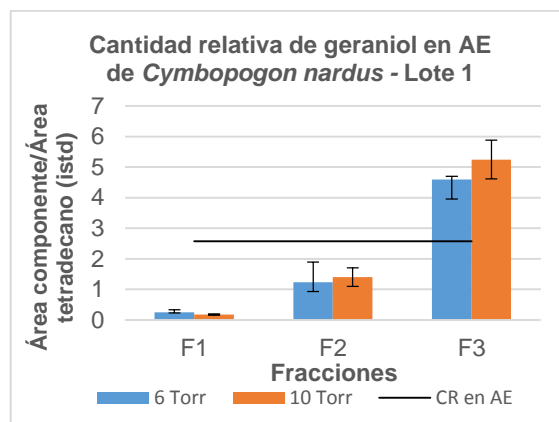
**Figura H2.** Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 2 de AE de palmarrosa a 4 y 8 Torr.



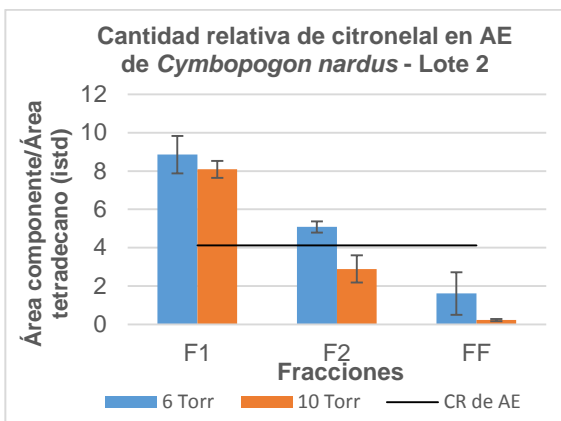
**Figura H3.** Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 3 de AE de palmarrosa a 4 y 8 Torr.



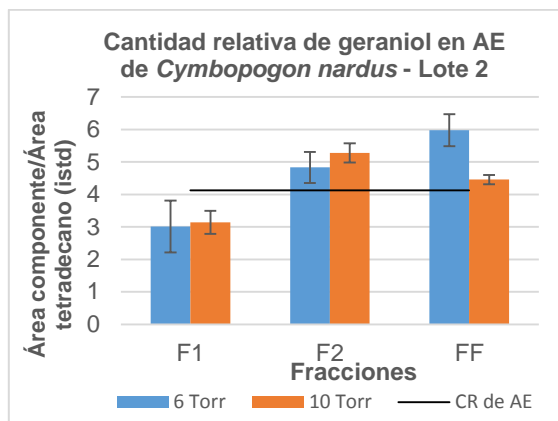
**Figura H4.** Cantidad relativa de citronelal en fracciones del Lote 1 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.



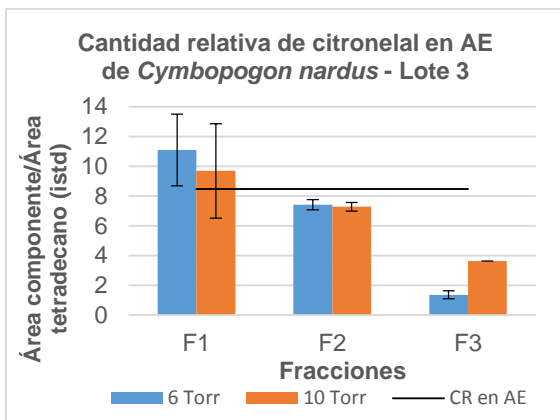
**Figura H5.** Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 1 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.



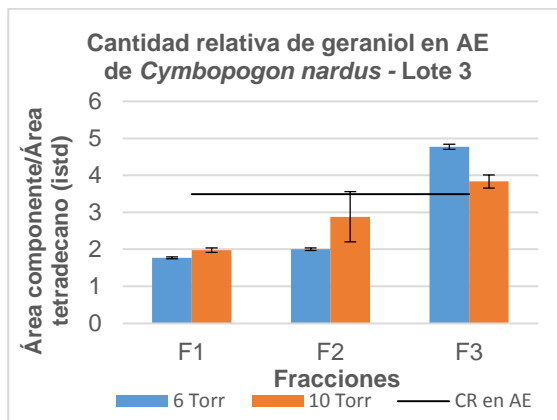
**Figura H6.** Cantidad relativa de citronelal en fracciones del Lote 2 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.



**Figura H7.** Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 2 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.

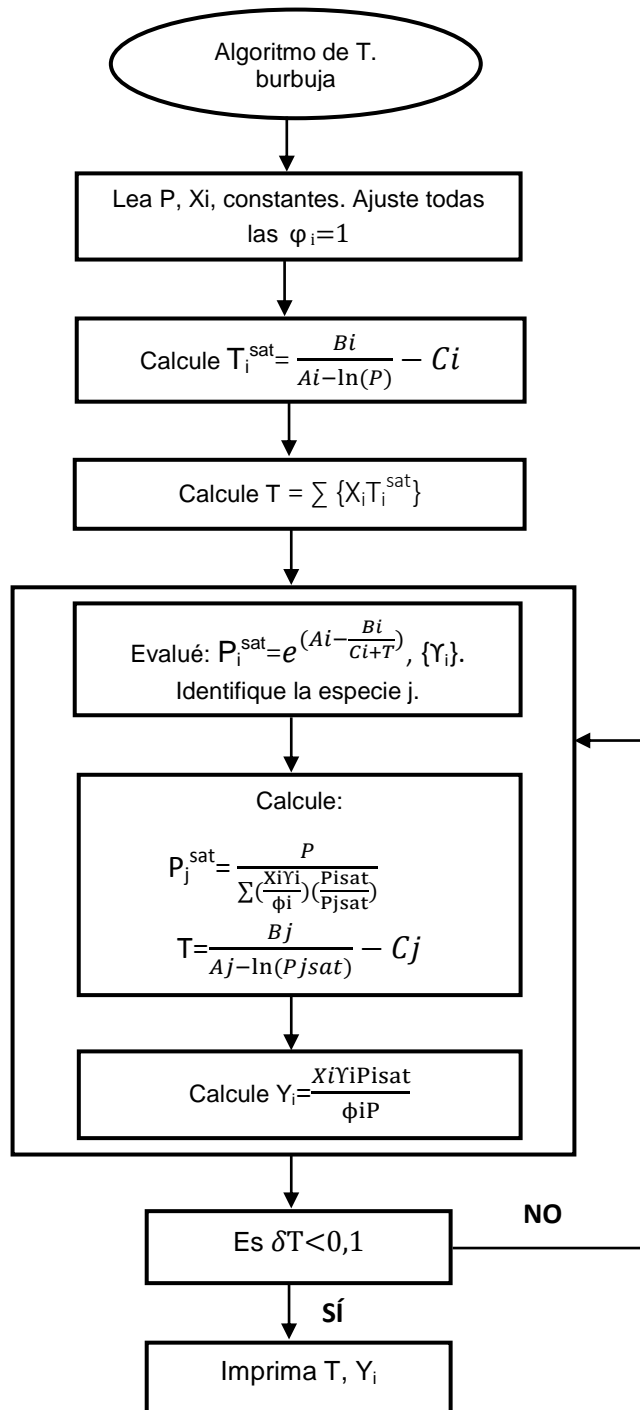


**Figura H8.** Cantidad relativa de citronelal en fracciones del Lote 3 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.

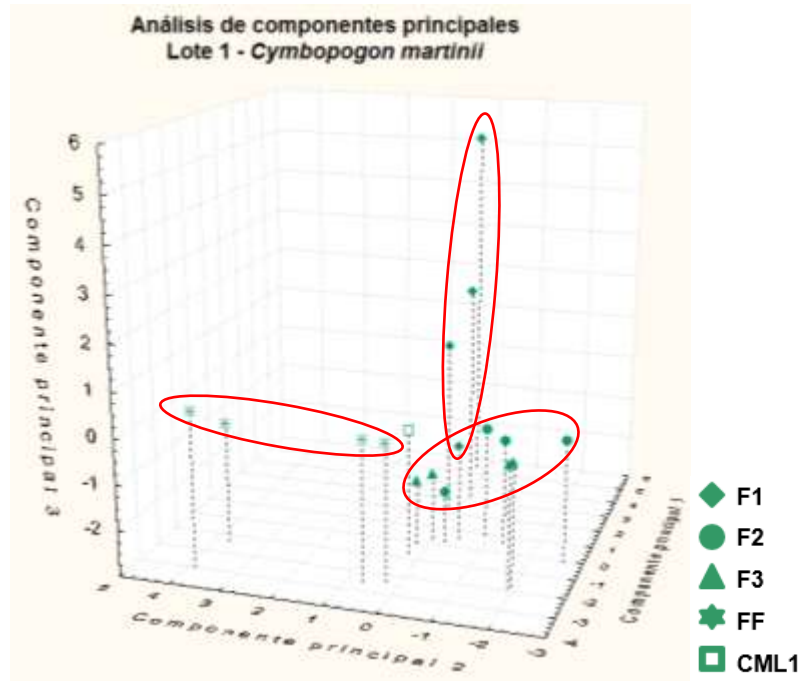


**Figura H9.** Cantidad relativa de geraniol en fracciones del Lote 3 de AE de citronela a 6 y 10 Torr.

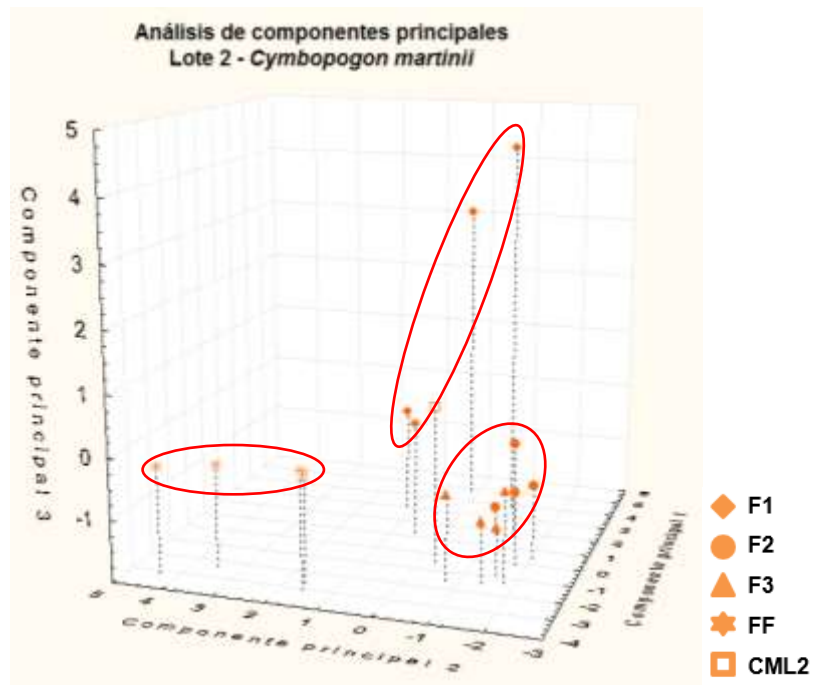
## ANEXO I. Algoritmo de temperatura de burbuja



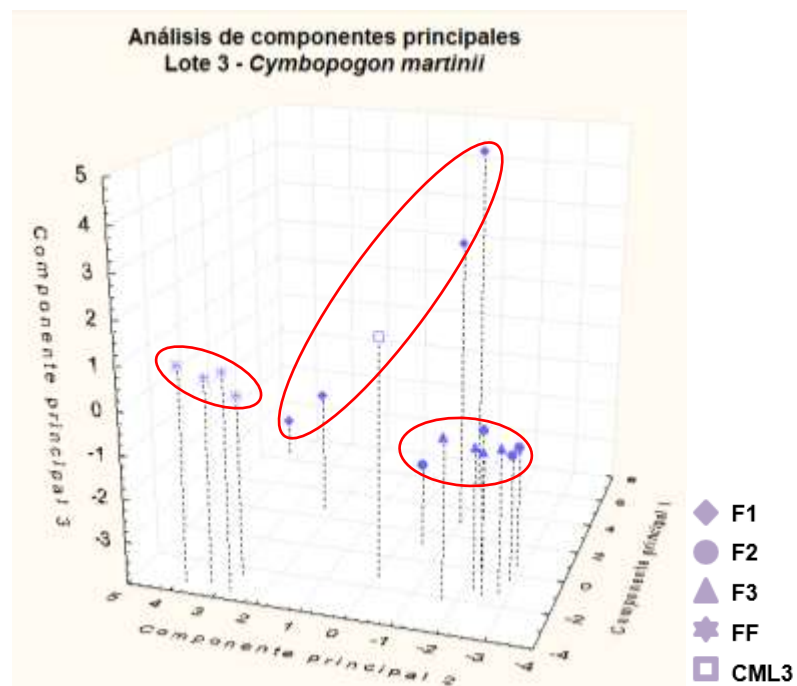
## ANEXO J. Análisis de componentes principales



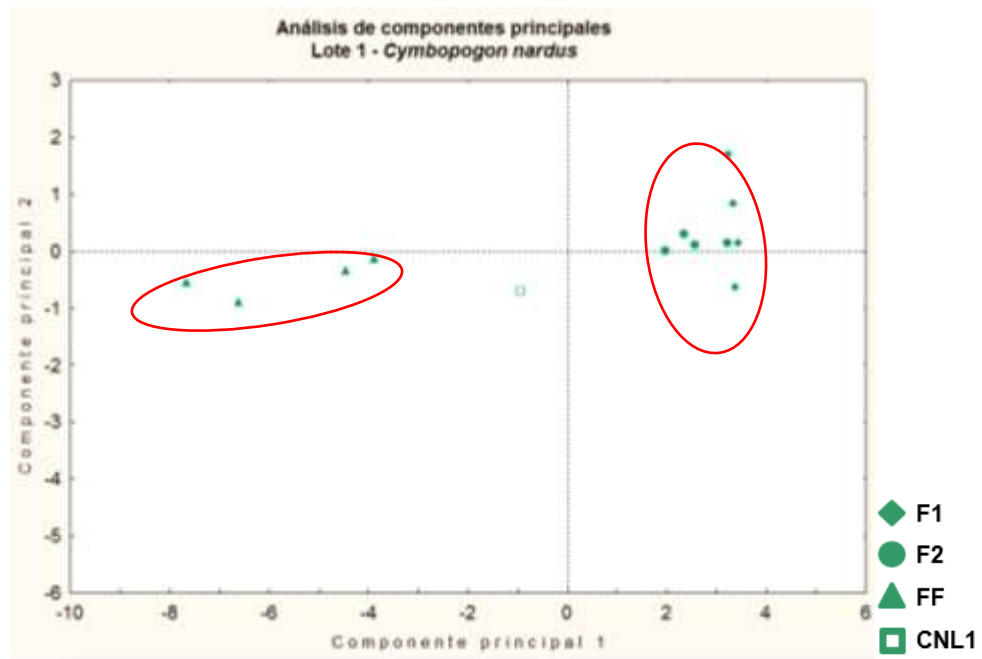
**Figura J1.** Distribución 3D del análisis de componentes principales para las fracciones y el AE crudo de palmarrosa – Lote 1.



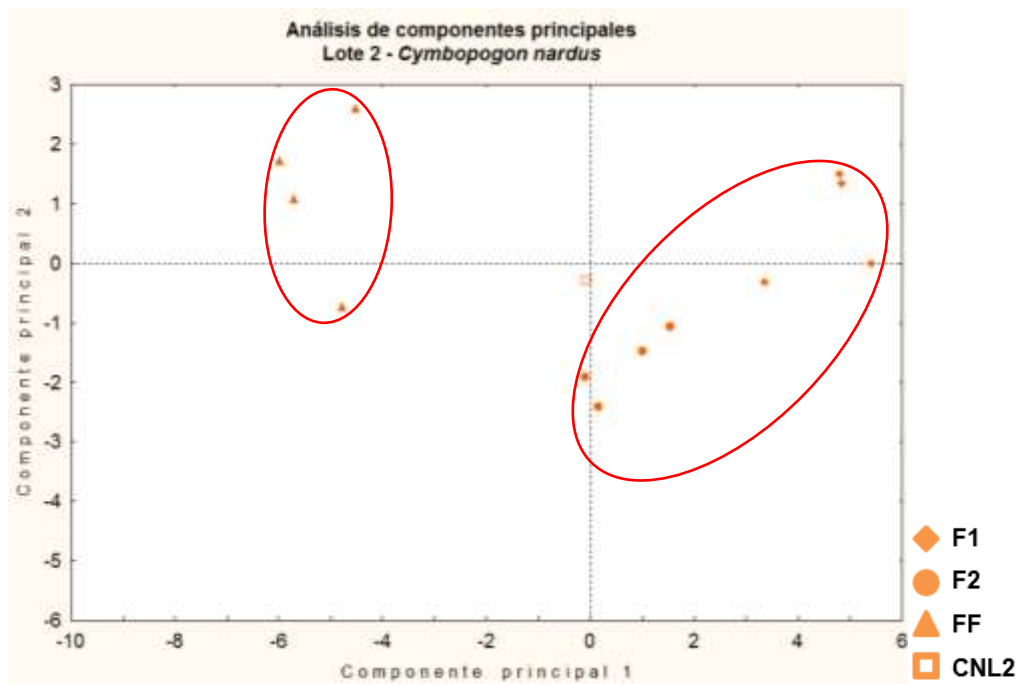
**Figura J2.** Distribución 3D del análisis de componentes principales para las fracciones y el AE crudo de palmarrosa – Lote 2.



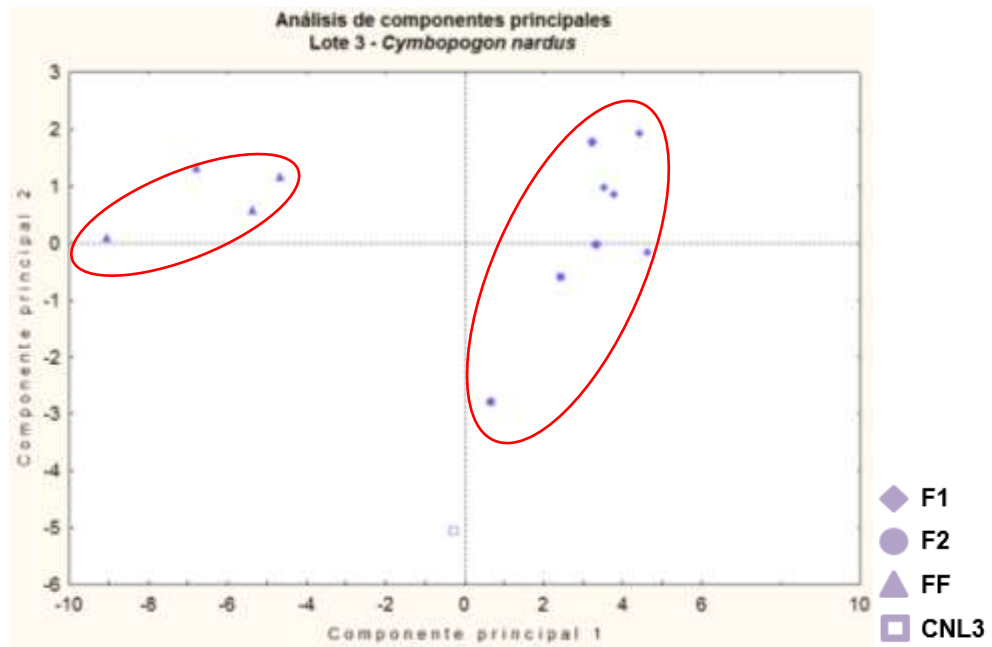
**Figura J3.** Distribución 3D del análisis de componentes principales para las fracciones y el AE crudo de palmarrosa – Lote 3.



**Figura J4.** Distribución 2D del análisis de componentes principales para las fracciones y el AE crudo de citronela – Lote 1.



**Figura J5.** Distribución 2D del análisis de componentes principales para las fracciones y el AE crudo de citronela – Lote 2.



**Figura J6.** Distribución 2D del análisis de componentes principales para las fracciones y el AE crudo de citronela – Lote 3.