Universidad Nacional Mayor de San Marcos
Universidad del Perú. Decana de América
Facultad de Química e Ingeniería Química
Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial

Obtención de aceite esencial a partir de residuos de cáscara de naranja (*Citrus sinensis* Var. Valencia) utilizando un sistema de hidrodestilación convencional acoplado a un equipo de microondas para su extracción óptima

TESIS

Para optar el Título Profesional de Ingeniero Agroindustrial

AUTOR

Lenin Fernando CERNA MEJÍA

Juan Gabriel TORRES ORZELÍS

ASESOR

Alex Samuel SILVA BAIGORRIA

Lima, Perú

2020



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Cerna, L. & Torres, J. (2020). *Obtención de aceite esencial a partir de residuos de cáscara de naranja (Citrus sinensis Var. Valencia) utilizando un sistema de hidrodestilación convencional acoplado a un equipo de microondas para su extracción óptima*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Química e Ingeniería Química, Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

Metadatos complementarios

Datos de autor 1	
Nombres y apellidos	Lenin Fernando Cerna Mejía
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	72942274
Datos de autor 2	
Nombres y apellidos	Juan Gabriel Torres Orzelís
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	46426777
Datos de asesor	
Nombres y apellidos	Alex Samuel Silva Baigorria
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	06810787
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0002-6219-3712
Datos del jurado	
Presidente del jurado	
Nombres y apellidos	Norma Salas de la Torre
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	10584261
Miembro del jurado 1	
Nombres y apellidos	Miguel Edgardo Vera Vásquez
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	07320820
Datos de investigación	
Línea de investigación	C.0.4.4. Tecnología de los alimentos

Grupo de investigación	No aplica
Agencia de financiamiento	Sin Financiamiento
Ubicación geográfica de la investigación	País: Perú Departamento: Lima Provincia: Lima Distrito: San Juan de Lurigancho Avenida: Av. Fernando Wiesse, Lima 15079 Latitud: -11.954294049813111 Longitud: -76.98742389678956
Año o rango de años en que se realizó la investigación	2018-2020
URL de disciplinas OCDE	Ingeniería química https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#2.04.01 Ingeniería de procesos https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#2.04.02

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS
(Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA
Central: 619 7000 anexos 1202, 1203, 1205, 1206, 1207 Telefax: 1209, 1218
Ciudad Universitaria – Av. Venezuela s/n – Lima 1

"Año de la Universalización de la Salud"

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA AGROINDUSTRIAL

A C T A DE SUSTENTACIÓN DE TESIS VIRTUAL

Los suscritos Miembros del Jurado nombrados por la Dirección de la Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial, bajo la Presidencia de la **Ing. NORMA SALAS DE LA TORRE**, el **Ing. MIGUEL EDGARDO VERA VÁSQUEZ** (Miembro) y el **Ing. ALEX SAMUEL SILVA BAIGORRIA** (Asesor), habiendo presentado para el efecto la **TESIS,** titulada "**OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL A PARTIR DE RESIDUOS DE CÁSCARA DE NARANJA (*Citrus sinensis* Var. Valencia) UTILIZANDO UN SISTEMA DE HIDRODESTILACIÓN CONVENCIONAL ACOPLADO A UN EQUIPO DE MICROONDAS PARA SU EXTRACCIÓN ÓPTIMA",** después de **SUSTENTADA Y APROBADA LA TESIS** elaborado por el Bachiller en Ingeniería Agroindustrial: **TORRES ORZELÍS JUAN GABRIEL*;*** para optar el **TITULO PROFESIONAL DE INGENIERO AGROINDUSTRIAL,** acordando calificarlo con la **NOTA** de:

DIECIOCHO **18**

(LETRAS) (NÚMEROS)

Lima, 23 de noviembre del 2020

Ing. Norma Salas De La Torre
Presidenta

Ing. Miguel Edgardo Vera Vásquez
Membro

Ing. Alex Samuel Silva Baigorria
Asesor

UNMSM
Firmado digitalmente por GUEVARA VASQUEZ Jorge Ernesto FAU 20148092282 soft
Motivo: Soy el autor del documento
Fecha: 24 11.2020 15:49:59 -05:00

Ph.D. Jorge Ernesto Guevara Vásquez
Director de la EP de Ingeniería Agroindustrial

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS
(Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA
Central: 619 7000 anexos 1202, 1203, 1205, 1206, 1207 Telefax: 1209, 1218
Ciudad Universitaria – Av. Venezuela s/n – Lima 1

"Año de la Universalización de la Salud"

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA AGROINDUSTRIAL

A C T A DE SUSTENTACIÓN DE TESIS VIRTUAL

Los suscritos Miembros del Jurado nombrados por la Dirección de la Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial, bajo la Presidencia de la **Ing. NORMA SALAS DE LA TORRE**, el **Ing. MIGUEL EDGARDO VERA VÁSQUEZ** (Miembro) y el **Ing. ALEX SAMUEL SILVA BAIGORRIA** (Asesor), habiendo presentado para el efecto la **TESIS,** titulada "**OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL A PARTIR DE RESIDUOS DE CÁSCARA DE NARANJA (*Citrus sinensis* Var. Valencia) UTILIZANDO UN SISTEMA DE HIDRODESTILACIÓN CONVENCIONAL ACOPLADO A UN EQUIPO DE MICROONDAS PARA SU EXTRACCIÓN ÓPTIMA**", después de **SUSTENTADA Y APROBADA LA TESIS** elaborado por el Bachiller en Ingeniería Agroindustrial: **CERNA MEJÍA LENIN FERNANDO*;*** para optar el **TITULO PROFESIONAL DE INGENIERO AGROINDUSTRIAL,** acordando calificarlo con la **NOTA** de:

DIECIOCHO **18**

……..……..……..

SIGLAS PRINCIPALES

AEO	Aceite de extracción óptima.
HDAM	Hidrodestilación asistida por microondas.
HD	Hidrodestilación convencional.
DAV	Destilación por arrastre de vapor
PF	Prensado en frío
ε'	Constante dieléctrica
ε''	Pérdida dieléctrica o factor de pérdida
DV	Destilación por arrastre de vapor

DEDICATORIA

A mi madre, por su amor y paciencia, a mi abuela Rosita por cuidarme cuando niño, a mis queridas hermanas Yeni y Erika por los momentos bonitos y a mis sobrinos, con los que me divierto tanto.

Juan Torres Orzelís

A Dios por hacer todo esto posible, a mis padres Julio y Lucila por su amor incondicional, a mis hermanas Luz y Flor por su amor fraternal y a mis bebés Luciana, Aranza, Margaret y Lara.

Lenin Cerna Mejia

AGRADECIMIENTOS

A nuestro querido asesor Ing. Alex Samuel Silva Baigorria por ser nuestro guía y estar siempre orientándonos en este gran proyecto, enseñándonos que solo con esfuerzo se logran grandes cosas.

A nuestra querida Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) por habernos formado de manera íntegra con conocimientos y valores, fueron 5 años inolvidables que quedara como una de nuestras mejores etapas vividas.

A nuestra querida escuela de Ingeniería agroindustrial, en la cual pasamos bonitos momentos llenos de aprendizaje y valores.

Al Ing. Omar Farfan un gran sanmarquino, por su apoyo contante y por sus enseñanzas que me han ayudado a crecer profesionalmente.

«El desarrollo del hombre depende fundamentalmente de la invención. Es el producto más importante de su cerebro creativo. Su objetivo final es el dominio completo de la mente sobre el mundo material y el aprovechamiento de las fuerzas de la naturaleza a favor de las necesidades humanas».

Никола Тесла.

$$T = \frac{Wb}{m^2}$$

ÍNDICE GENERAL

Contenido

I. INTRODUCCIÓN *1*

II. FUNDAMENTO TEÓRICO *3*

2.1 NARANJA (Citrus sinensis) *3*

2.1.1 Generalidades de la naranja 3

2.1.2 Taxonomía 7

2.1.3 Composición química y nutricional 8

2.1.4 Cultivo y producción 11

2.1.4.1 Clima 11

2.1.4.2 Suelos para naranja y cítricos en general 13

2.1.4.3 Riego y Cuidados Luego De La Siembra 14

2.1.4.4 Cosecha 16

2.1.4.5 Post - Cosecha 18

2.1.5 Variedades Comerciales de Naranja 20

2.1.5.1 Valencia 20

2.1.5.2 Criolla 21

2.1.5.3 Pineaple 21

2.1.5.4 Washington Navel, Bahía o California 22

2.1.5.5 Salustiana 22

2.2 RESIDUOS DE NARANJA *23*

2.3 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA *27*

2.3.1 Composición del aceite esencial de naranja 27

2.3.1.1 Terpenos 29

2.3.1.2 Alcoholes 33

2.3.1.3 Aldehídos y Cetonas 33

2.3.1.4 Ésteres 34

2.4 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL *35*

2.4.1 Extracción por arrastre de vapor 38

2.4.2 Extracción con disolventes (Soxhlet) 40

2.4.3 Hidrodestilación (HD) 41

2.4.4 Extracción con fluidos supercríticos (EFS) 43

2.4.5 Extracción Asistida Por Ultrasonido (EAU) 44

2.4.6 Extracción con Líquidos Presurizados (ELP) 45
2.5 HIDRODESTILACIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (HDAM) 46
2.5.1 Propiedades dieléctricas y magnéticas de las moléculas afectadas por los microondas. 51
2.5.2 Mecanismos del HDAM 54
2.5.2.1 Mecanismo de calentamiento en la HDAM 54
2.5.2.2 Mecanismo de extracción en HDAM 55
2.5.3 Variables que afectan el mecanismo del HDAM 56
2.5.3.1 Efecto del solvente en la HDAM 56
2.5.3.2 Efecto del tiempo en la HDAM 59
2.5.3.3 Efecto de la potencia y temperatura de extracción en la HDAM 60
2.5.3.4 Efecto de la superficie de contacto con el agua 62
2.5.4. Comparación entre la HDAM con otros métodos de extracción 63
2.5.4.1 HDAM vs Extracción Con Soxhlet 63
2.5.4.2 HDAM vs EFS 64
2.5.4.3 HDAM VS EAU 65
2.5.4.4 HD VS HDAM 66
2.6 HDAM Y SU IMPACTO AL MEDIO AMBIENTE 67
2.6.1 Costo, Energía y Problemas Ambientales 67
2.6.2 Escalamiento industrial 69
III. MATERIALES Y MÉTODOS ***..... 72***
3.1 LUGAR DE EJECUCION 72
3.2 MATERIA PRIMA 72
3.2.1 Recolección 72
3.2.2 Cortado 72
3.3 MATERIALES Y EQUIPO 73
3.3.1 Equipos eléctricos 73
3.3.2 Materiales de Vidrio 73
3.3.3 Material Diverso. 74
3.3.4 Insumos 74
3.4 ADAPTACIÓN Y PUESTA EN MARCHA DEL EQUIPO DE HDAM 76
3.4.1 Adaptación del equipo de microondas 76
3.4.2 Configuración del sistema de HDAM 78
3.4.3 Cribado de factores o *screening* 79
3.4.4 Puesta en marcha 80

3.5 ANÁLISIS ENERGÉTICO *82*
3.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO *82*
3.7 MÉTODOS DE ANÁLISIS *83*
3.7.1 Determinación de los umbrales de extracción 83
3.7.2 Determinación de la densidad relativa del aceite esencial 83
3.7.3 Determinación del rendimiento de la extracción de aceite esencial 84
3.7.4 Determinación del Índice de Refracción 84
3.7.5 Determinación del consumo eléctrico del equipo microondas 85
3.7.6 Determinación de la Potencia efectiva 87
3.7.7 Selección del aceite esencial de extracción óptima (AEO) 87
3.7.8 Análisis cromatográfico del AEO 88
IV RESULTADOS Y DISCUSIONES *89*
4.1. PREPARACIÓN DE LA MATERIA PRIMA *89*
4.2 ELECCIÓN DEL SOLVENTE *91*
4.3 EFECTO DEL VOLUMEN DE AGUA DESTILADA EN LA HDAM *94*
4.4 SCREENING DE LOS FACTORES NIVEL DE POTENCIA Y TIEMPO DE EXTRACCIÓN *95*
4.5 ANÁLISIS ENERGÉTICO DEL PROCESO DE HDAM *103*
4.5.1 Determinación de la Potencia eléctrica consumida 103
4.5.2 Determinación de la Potencia efectiva 104
4.5.2.1 Sobre el método para la determinación de la Potencia efectiva 104
4.5.2.2 Cálculo de la Potencia efectiva 106
4.5.3 Eficiencia energética 107
4.6 ANÁLISIS ECONÓMICO DEL PROCESO HDAM *110*
4.7 ANÁLISIS ESTADÍSTICO *113*
4.7.1 Elección de los niveles de los factores *Nivel de potencia* y Tiempo *de extracción* 113
4.7.2 Análisis de la Varianza 115
4.7.3 Influencia del *Nivel de Potencia* y el *Tiempo de extracción* 118
4.8 SELECCIÓN DEL AEO *119*
4.9 CARACTERIZACIÓN DEL AEO *120*
4.9.1 Características generales del AEO 120
4.9.2 Determinación de los compuestos del AEO 122
4.10 IMPACTO AMBIENTAL DEL PROCESO DE HDAM *127*
V. CONCLUSIONES *128*

VI. RECOMENDACIONES *129*
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS *130*
VIII. ANEXOS *148*

ÍNDICE DE TABLAS

Contenido

Tabla 1 ..... *10*

Composición nutricional de la naranja por 100 g de porción comestible *10*

Tabla 2 ..... *14*

Recomendación de fertilización de cobertura para el cultivo de naranja *14*

Tabla 3 ..... *26*

Composición fisicoquímica aproximada de la cáscara de naranja *26*

Tabla 4 ..... *28*

Composición del aceite esencial de la cáscara de naranja extraídos mediante destilación con vapor *28*

Tabla 5 ..... *37*

Comparación de técnicas de extracción tradicionales y avanzadas para la extracción a escala analítica *37*

Tabla 6 ..... *50*

Aceites esenciales extraídos HDAM *50*

Tabla 7 ..... *54*

Constante dieléctrica, tangente de pérdida y pérdida dieléctrica para solventes a 2.450 MHz y temperatura ambiente *54*

Tabla 8. ..... *80*

Cribado de factores o screening. *80*

Tabla 9 ..... *96*

Resultados experimentales de los rendimientos obtenidos por HDAM *96*

Tabla 10 ..... *102*

Umbral de extracción para cada Nivel de potencia. *102*

Figura 44. Umbrales de extracción. *102*

Tabla 11 ..... *104*

Consumo de energía eléctrica. *104*

Tabla 12 ..... *106*

Datos relacionados al cálculo de la Potencia efectiva *106*

Tabla 13 ..... *107*

Potencia efectiva en función del Tiempo de extracción. *107*

Tabla 14 ..... *108*

Resumen del análisis energético. *108*

Tabla 15 ..... *111*

Inversión en soles para llevar a cabo la HDAM *111*

Tabla 16 ..... *112*

Consumo eléctrico necesario para extraer 1g de aceite esencial. *112*

Tabla 17 ..... *116*

Niveles seleccionados de los factores experimentales para el análisis estadístico de la variable respuesta Rendimiento *116*

Tabla 18 ..... *117*

Niveles seleccionados de los factores experimentales para el análisis estadístico de la variable respuesta Índice de refracción *117*

Tabla 19 ..... *117*

Tabla ANOVA *117*

Tabla 20 ..... *120*

Características organolépticas del AEO *120*

Tabla 21 ..... *121*

Características generales del AEO comparadas con la de otras investigaciones ... *121*

Tabla 22 ..... *123*

Composición del del AEO *123*

Tabla 23 ..... *126*

Abundancia de limoneno en otras investigaciones *126*

ÍNDICE DE FIGURAS

Contenido

Figura 1. Naranjo. 4

Figura 2. Variedad Washington Navel 5

Figura 3. Variedad valencia. 5

Figura 4. Otros citricos. 6

Figura 5. Estructura de la naranja 8

Figura 6. Principales regiones de cultivo de naranja.. 12

Figura 7. Plagas que afectan al cultivo de naranjo. 16

Figura 8. Diagrama de flujo que muestra los pasos de procesamiento encontrados en una planta de procesamiento de naranja. 19

Figura 9. Variedad criolla. 21

Figura 10. Variedad Salustiana 23

Figura 11. Productos derivados de naranjas enteras de la variedad florida valencia.. 24

Figura 12. Residuos no aprovechados producto de la venta ambulatoria de jugo de naranja. 25

Figura 13. Fórmulas estructurales de los monoterpenos 31

Figura 14. Fórmulas estructurales de los sesquiterpenos 32

Figura 15. Esquema básico de la DV. 39

Figura 16. Esquema básico de HD. 42

Figura 17. Diagrama de equipo de extracción con fluidos supercríticos 44

Figura 18. Extracción con microondas sin disolventes - mejorada 47

Figura 19. Esquema básico de HDAM. Por elaboración propia 49

Figura 20. Un extractor Soxhlet integrado en microondas (SIM) 64

Figura 21. Comparación de la DVAM y la DV para la extracción de flores de lavanda con un rendimiento de aceite esencial idéntico 68

Figura 22. Reactor discontinuo asistido por microondas. 71

Figura 23. Materia prima en trozos y tiras. 73

Figura 24. Componentes del hidrodestilador. 75

Figura 25. Otros materiales de vidrio 76

Figura 26. Perforación en la cara superior y retiro del trébol giratorio 77

Figura 27. Vista en perspectiva del equipo de HDAM *77*
Figura 28. Equipo de HDAM en planos. *78*
Figura 29. Actividades previas a la puesta en marcha. *81*
Figura 30. Pesado de 10 ml de aceite esencial *84*
Figura 32. Toroide del vatímetro digital. *86*
Figura 33. Vatímetro digital. *86*
Figura 34. Representación simplificada de la HDAM a escala microscópica. *90*
Figura 35. Lavado del balón *91*
Figura 36. Fases formadas en la pera de decantación entre el aceite (superior) y el agua (inferior). *93*
Figura 37. Fase formada en la probeta entre el aceite (superior) y el agua (inferior) *93*
Figura 38. Prueba con 150ml de agua destilada. *94*
Figura 39. Cáscara de naranja con severas quemaduras debido al sobrecalentamiento. *97*
Figura 40. Aceite esencial de características no deseadas. *97*
Figura 41. Rendimientos experimentales obtenidos por HDAM *98*
Figura 42. Incremento de los rendimientos en función al tiempo de extracción. *99*
Figura 43. Comparación de nuestros resultados con otras investigaciones. *101*
Figura 44. Umbrales de extracción. *102*
Figura 45. Comparación de las potencias relacionadas a la HDAM. *109*
Figura 46. Eficiencias energéticas. *109*
Figura 47. Potencias identificadas en la HDAM. *110*
Figura 48. Configuraciones no apropiadas de la matriz de diseño experimental 3^2 ..... *113*
Figura 49. Posibles configuraciones de la matriz de diseño experimental 3^2 ..... *114*
Figura 50. Configuración elegida de la matriz de diseño experimental 3^2 ..... *115*
Figura 51. El AEO es traslucido. *120*
Figura 52. Principales componentes identificados en el AEO. *125*
Figura 53. Cromatograma del AEO *126*

INDICE DE ANEXOS

Contenido

Anexo 1A. Datos Obtenidos Experimentalmente De La HDAM (Desde El Nivel De Potencia 1 Al 5).....149

Anexo 1 B. Datos Obtenidos Experimentalmente De La HDAM (Desde El Nivel De Potencia 6 Al 10).....150

Anexo 2. Masa Promedio Del Aceite Esencial.....151

Anexo 3. Datos Obtenidos Experimentalmente De Los Umbrales De Extracción (Desde El Nivel De Potencia 1 A 10).....152

Anexo 4. Datos Empíricos Registrados Por El Vatímetro Digital.....153

Anexo 5. Análisis De Varianza Para Rendimiento - Suma De Cuadrados Tipo III 154

Anexo 6. Análisis De Varianza Para Índice De Refracción - Suma De Cuadrados Tipo III 155

Anexo 7. Norma Técnica Empleada Para La Prueba De Densidad Relativa 156

Anexo 8. Norma Técnica Empleada Para La Determinación De Índice De Refracción 159

Anexo 9. Informe Tecnico De Cromatografica Del AEO 162

Anexo 10. Compuestos Trazas Del AEO.....169

RESUMEN

La presente investigación tuvo como objetivo mejorar el proceso convencional de hidrodestilación mediante la aplicación de microondas. Los factores estudiados fueron *Nivel de potencia* y *Tiempo de extracción*; y las variables respuesta fueron *Rendimiento* e *Índice de refracción*. Se utilizó 200 g de materia prima a la cáscara de naranja (*Citrus sinensis* Var. Valencia), y como solvente al agua destilada (100ml).

El proyecto se desarrolló en cinco etapas. La primera etapa consistió en un *screening* en el que se probaron todas las combinaciones posibles de los factores *Nivel de potencia* (1,2,3,4,5,6,7,8,9 y 10) y *Tiempo de extracción* (5, 10, 15, 20, 25 y 30 minutos), resultando una matriz de 60 tratamientos, en base a la cual se realizaron pruebas experimentales en las que se evaluó el *Rendimiento* obtenido. En la segunda etapa se realizó un análisis estadístico *factorial multinivel* 3^2 encontrándose que los factores estudiados no tienen efectos significativos sobre el *Índice de refracción*, pero si en el *Rendimiento*. En la tercera, se realiza un estudio energético del proceso, en el que se evalúa la energía eléctrica consumida por el equipo y la energía en forma de microondas aprovechada en el proceso, resultando una eficiencia de conversión energética promedio de 37.43%. Para la cuarta etapa se seleccionó al tratamiento 43, *Nivel de potencia* 8 (383.72 W) y *Tiempo de extracción* de 5 minutos, como el más beneficioso, ya que ofrecía un *Rendimiento* de 0.6219 ± 0.0245% y demandaba un consumo de eléctrico de 0.068 kWh/g de aceite esencial, se le denominó AEO (aceite de extracción óptima) al aceite obtenido bajo este tratamiento, el cual presentaba una densidad relativa de 0.848 ± 0.001 g/ml e índice de refracción de 1.4696 ± 0.0005. Finalmente se determinó mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masa que el componente más abundante en el AEO es el limoneno (94.86 %).

Palabras clave: *Microondas, residuos de naranja, screening*, *Nivel de potencia*, *Tiempo de extracción, Rendimiento, Índice de refracción, conversión energética, limoneno.*

ABSTRACT

The objective of this research was to improve the conventional hydrodistillation process by applying microwaves. The factors studied were *Power level* and *Extraction time*; and the response variables were Performance and Refractive Index. 200 g of raw material was used for the orange peel (*Citrus sinensis* Var. Valencia), and as a solvent for distilled water (100ml).

The project was developed in five stages. The first stage consisted of a screening in which all the possible combinations of the Power level (1,2,3,4,5,6,7,8,9 and 10) and *Extraction time* (5, 10, 15, 20, 25 and 30 minutes), resulting in a matrix of 60 treatments, based on which experimental tests were carried out in which the performance obtained was evaluated. In the second stage, a multilevel factorial statistical analysis was carried out 32, finding that the factors studied did not have significant effects on the refractive index, but on performance. In the third, an energy study of the process is carried out, in which the electrical energy consumed by the equipment and the energy in the form of microwaves used in the process are evaluated, resulting in an average energy conversion efficiency of 37.43%. For the fourth stage, treatment 43, *Power level* 8 (383.72 W) and Extraction time of 5 minutes, were selected as the most beneficial, since it offered a yield of 0.6219 ± 0.0245% and demanded an electrical consumption of 0.068 kWh / g of essential oil, it was called AEO (optimal extraction oil) to the oil obtained under this treatment, which had a relative density of 0.848 ± 0.001 g / ml and refractive index of 1.4696 ± 0.0005. Finally, it was determined by gas chromatography coupled to mass spectrometry that the most abundant component in the AEO is limonene (94.86%).

***Key words*: Microwave, orange residue, screening, power level, extraction time, yield, refractive index, energy conversion, limonene.**

I. INTRODUCCIÓN

La agroindustrialización de la naranja (*Citrus sinensis*) está orientada principalmente a la producción de zumo (jugo) y néctar, en este proceso entre el 23 y 40 % en peso de la fruta se desecha (cáscaras, gajos secos, semillas), generando un problema ambiental. Las cáscaras representan un porcentaje bastante considerable de estos desechos, los cuales son utilizados como alimento animal, sin embargo, también presentan compuestos como aceites esenciales y pectinas, que pueden ser aprovechados para generar un mayor valor agregado al proceso (Marulanda, 2001, citado de Cerón et al., 2011).

La hidrodestilación es un método en la cual se mezcla la materia prima vegetal con agua y dicha mezcla es llevada a ebullición, los vapores formados en dicha ebullición arrastran los aceites esenciales de la muestra para luego ser condensados. En este método el calor suministrado no es lo suficientemente fuerte para arrastrar los compuestos volátiles (Albarracín, 2003).

En la actualidad las tecnologías de extracción existentes tienen importantes desventajas en cuanto al consumo energético, ya que requieren más del 70% de la energía total suministrada al sistema, debido a ello, los investigadores han desarrollado nuevas tecnologías con el objetivo de reducir el consumo energético y aminorar los costos que estos implican, además de cumplir con los requisitos medioambientales de emisiones (Sahraoui, Vian, Bornard, Boutekedjiret y Chemat, 2008).

En la hidrodestilación convencional el uso de calderas como generadores de vapor

genera un fuerte impacto ambiental debido a la quema de combustible, esto contribuye a la contaminación del ambiente (Ferhat, Meklati y Chemat, 2007)

El constante desarrollo de tecnologías de extracción ha dado como resultado el método de hidrodestilación asistida por microondas (**HDAM**), el cual consiste en irradiar microondas a una muestra la cual contiene el aceite esencial en glándulas secretoras que al ser irradiadas causan un calentamiento localizado (Torrenegra, Granados, Osorio y León,2015)

Numerosos estudios demuestran que la técnica de HDAM reduce el tiempo y el consumo de solventes, además de mejorar el rendimiento de extracción (Kaufmann, Christen y Veuthey, 2001).

Los métodos que involucran la asistencia de microondas ofrecen un costo reducido en términos de energía, además de una reducción en el tiempo (Chemat, Abert-Vian y Fernández, 2011).

Por todo lo expuesto, el objetivo general del trabajo de investigación es determinar la influencia del proceso de hidrodestilación asistido por microondas, *Nivel de Potencia* y *Tiempo de extracción* sobre cáscaras de naranja (*Citrus sinensis, variedad Valencia*), frente al *Rendimiento*, *Índice de refracción* y Composición del aceite esencial extraído.

II. FUNDAMENTO TEÓRICO

2.1 NARANJA (*Citrus sinensis)*

2.1.1 Generalidades de la naranja

La naranja es originaria del sureste de China, aunque se conoce en la zona mediterránea hace más de tres mil años (León, Osorio y Martínez, 2015).

El cítrico de mayor importancia en el Perú es el naranjo dulce (*Citrus sinensis*) este a su vez tiene variedades como por ejemplo 'Washington navel' (naranja de ombligo o sin pepa) tal como se observa en la ***figura 2*** y 'Valencia' (naranja de jugo'), como se puede apreciar en la ***figura 3***, después de la naranja dulce los cítricos con mayor importancia en el país son el limón común (*Citrus aurantifolia*) que es muy utilizada en la industria de aceites esenciales y la mandarina que incluyen variedades como la 'Satsuma' y a híbridos como "Murcott", "Kara", "Malvasio"y al tangelo "Minneola" (Franciosi, 1986).

La naranja es el fruto del naranjo dulce, este árbol pertenece al género *Citrus* y a la familia de las rutáceas, este fruto es cultivado desde la antigüedad con el fin de obtener fragancias de sus frutos, la naranja tiene la particularidad de que su pulpa está formada por numerosas vesículas llenas de jugo. En la ***figura 1*** podemos observar el naranjo dulce



Figura 1. Naranjo.

Citrus es botánicamente una familia numerosa cuyos miembros más sobresalientes son la naranja dulce (*Citrus sinensis*), la mandarina (*Citrus reticulata*), la toronja (*Citrus Paradisi*) y el limón (*Citrus limon*), algunas de los miembros más importantes de la familia *Citrus* los podemos observar en la ***figura 4***. El género de los cítricos tiene alrededor de 16 especies. Las industrias de alimentos y bebidas que buscan aumentar las ventas están mejorando continuamente sus productos; por ejemplo, la adición de sabores a cítricos naturales es una forma de introducir los productos de jugo en el mercado de salud emergente (Minh Tu et al., 2002 y Porto et al., 2003).



Figura 2. Variedad Washington Navel



Figura 3. Variedad valencia.



Figura 4. Otros Cítricos. (a) mandarina, (b) limón, (c) cidra, (d) toronja, (e) lima, (f) tánguelo

Las frutas cítricas son abundantes en limonoides, fitoquímicos que los científicos están investigando actualmente por sus propiedades antivirales, antifúngicas, antibacterianas y antioxidantes (Cabral, Bravo, Freire, Bizzo y Matta, 2010).

Debido a razones económicas y de estabilidad alimentaria, la extracción mecánica del jugo de naranja se concentra en los países productores de esta fruta. Se obtienen tres fracciones principales: el jugo concentrado, la esencia acuosa (aroma de naranja) y el aceite esencial (Hinterholzer & Schieberle, 1998).

2.1.2 Taxonomía

Familia: *Rutaceae*.

Género: Citrus.

Especie: *Citrus sinensis* (L.)

Porte: Reducido (6-10 m). Ramas poco vigorosas (casi tocan el suelo). Tronco corto.

Hojas: Limbo grande, alas pequeñas y espinas no muy acusadas.

Flores: Ligeramente aromáticas, solas o agrupadas con o sin hojas. Los brotes con hojas (campaneros) son los que mayor cuajado y mejores frutos dan.

Fruto: Hesperidio. Consta de: exocarpo (flavedo; presenta vesículas que contienen aceites esenciales), mesocarpo (albedo; pomposo y de color blanco) y endocarpo (pulpa; presenta tricomas con jugo). Cada componente del fruto lo podemos observar en la ***figura 5***

Fuente: INFOAGRO (2008)

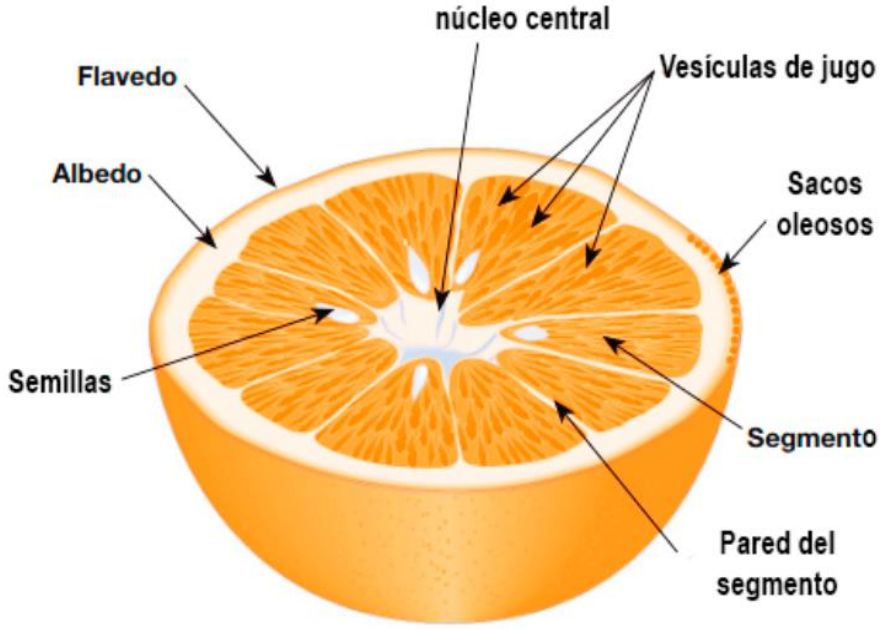


Figura 5. Estructura de la naranja. Tomado de *The Orange Book* (p.7). Por Tetra Pak Processing Systems AB, 2004, Ulla Ringblom

2.1.3 Composición química y nutricional

De la composición nutritiva de la naranja (*Citrus sinensis*) destaca su escaso valor energético, esto debido a su alto contenido en agua y su riqueza en vitamina C, ácido fólico y minerales como el calcio (Ca), magnesio (Mg) y potasio (K) tal como se observa en la ***tabla 1***, aunque el calcio apenas se absorbe por el organismo. Contiene cantidades significativas de betacaroteno, que tiene propiedades antioxidantes y es el responsable de su color característico, además contiene los ácidos oxálico, málico, tartárico y cítrico, el ácido cítrico potencia la acción de la vitamina C (ácido ascórbico). La naranja (*Citrus sinensis*) contiene también una cantidad apreciable de fibra entre la pulpa y la corteza, su consumo favorece el tracto intestinal (Allan y Vera, 2012).

La vitamina C favorece la absorción de hierro de los alimentos, además ofrece una resistencia contra las infecciones, interviene también en la formación de huesos,

dientes, colágeno y glóbulos rojos. La naranja ofrece el betacaroteno o también llamado provitamina A, este se transforma en vitamina A en nuestro organismo conforme éste lo necesite. La vitamina A es esencial para la visión, el buen estado del cabello, huesos, mucosas y para el buen funcionamiento del sistema inmunológico (Eroski, 2013).

El ácido fólico interviene en la síntesis del material genético, en la formación de anticuerpos del sistema inmunológico y en la producción de glóbulos rojos y glóbulos blancos. El potasio es un mineral fundamental para la actividad muscular y para la transmisión de los impulsos nerviosos, además logra un equilibrio del agua tanto dentro como fuera de la célula. El magnesio ayuda a un correcto funcionamiento del intestino, músculos y nervios y mejora la inmunidad, además puede tener un efecto suave de laxante. Los ácidos cítrico y málico alcalinizan la orina y poseen una acción desinfectante (Allan y Vera, 2012).

Tabla 1

Composición nutricional de la naranja por 100 g de porción comestible

Compuesto	Cantidad
Proteína	0.8 g
Hidratos de carbono	8.6 g
Fibra	2 g
Calcio	36 mg
Hierro	0.3 g
Yodo	2 µg
Zinc	0.18 mg
Sodio	3 mg
Potasio	200 mg
Fósforo	28 mg
Selenio	1 µg
Tiamina	0.1 mg
Riboflavina	0.03 mg
Niacina	0.3 mg
Vitamina B_6	0.06 mg
Vitamina C	50 mg

Fuente: Moreiras et al, 2010

2.1.4 Cultivo y producción

2.1.4.1 Clima

En las zonas tropicales los cítricos se producen entre los 23 y 34 °C, con pluviosidades entre 900 y 1200 milímetros de lluvias anuales (MADR, 2005, citado por Hernández, 2014).

La naranja es una especie subtropical que no presenta resistencia al frío, ya que tanto las flores como los frutos no toleran dichas condiciones. Necesita temperaturas cálidas durante el verano para la correcta maduración de los frutos, en ***la figura 6*** se muestran las principales zonas de cultivo que cumplen con dichas especificaciones. Es una especie que necesita luz para los procesos de floración y fructificación, que tienen lugar preferentemente en la parte exterior de la copa y faldas del árbol. Por tanto, la fructificación se produce en copa hueca, lo cual constituye un inconveniente a la hora de la poda. (Universidad EARTH, 2004).



Figura 6. Principales regiones de cultivo de naranja. Tomado de *The Orange Book* (p. 3), Por Tetra Pak Processing Systems AB, 2004, Ulla Ringblom.

Entre los factores climáticos que ejercen influencia sobre los cítricos, se destacan la temperatura y la humedad. En un rango de temperatura inferior a 10 °C y superior a 39 °C, el desenvolvimiento metabólico de las plantas es prácticamente interrumpido. En la faja comprendida entre 13 a 32 °C, con aumento progresivo de la temperatura, se da un aumento en el crecimiento, en el caso que no haya otros factores limitantes, como el estrés hídrico. La temperatura óptima varía entre 20 a 30 °C, la cual varía durante el día. (González y Tullo, 2019).

2.1.4.2 Suelos para naranja y cítricos en general

Los cítricos requieren de un suelo con una buena cantidad de micro y macronutrientes, debido a esto su precio de producción se puede elevar. El exceso de calcio (Ca) y potasio (K) puede ocasionar deficiencias de magnesio, esta es una de las principales deficiencias, la cual se puede solucionar con fertilizaciones foliares. Otra deficiencia importante es la del zinc (Zn), la cual se puede solucionar aplicando sulfato de zinc (Zn) al 1 %. La ausencia de hierro se puede solucionar con la aplicación de quelatos (Sparta, 2003).

La naranja se desarrolla de manera óptima en suelos arenosos o franco-arenosos, profundos, frescos y sin caliza, con pH comprendido entre 6.0 y 7.0, además no tolera la salinidad (Universidad EARTH, 2004).

La suficiente cantidad de fósforo (P) y potasio (K), son las principales características agroquímicas que debe tener el suelo, estos son asimilados por las raíces del naranjo (León y Moreno, 2006).

Para obtener la máxima productividad de los suelos, se debe tener en cuenta las necesidades de la planta para que el suelo no tenga ni excesos ni deficiencias, esto se obtiene mediante un manejo nutricional de la producción, en la ***tabla 2*** se especifican las dosis de fertilizantes. La productividad y el análisis de suelos son dos factores que se deben de tener en cuenta a la hora de aplicar las dosis de fertilizantes (Gonzales y Tullo, 2019).

La humedad de los suelos depende de la lluvia, este es el principal factor para el crecimiento y desarrollo de los cítricos, en caso de la poca humedad de agua en el suelo se puede solucionar mediante el riego (Orduz y Garzón, 2012).

Tabla 2

Recomendación de fertilización de cobertura para el cultivo de naranja

Año	Dosis (g)	Baja P_2O_5	Media P_2O_5	Alta P_2O_5	Baja K_2O	Media K_2O	Alta K_2O
1	70	30	20	10	30	20	10
2	130	90	60	30	60	40	20
3	160	90	60	30	90	60	30
4	240	150	100	50	180	120	60
5	340	210	140	70	240	160	80

Fuente: González y Tullo (2019).

2.1.4.3 Riego y Cuidados Luego De La Siembra

El riego es un factor importante debido a que la humedad del suelo ayuda al desarrollo de las raíces, las mismas que cumplen funciones como la absorción y transporte de nutrientes, también la respiración y el almacenamiento de carbono, el suelo debe tener la suficiente humedad para cumplir todas estas funciones, la lluvia y el riego son medios por los cuales se puede mantener húmedo el suelo. Un claro ejemplo que podemos citar es el caso del departamento del Meta en el centro de Colombia en el cual para el cultivo de cítricos se requiere anualmente la cantidad de 1046 milímetros de agua, esta cantidad es suministrada por un periodo de 9 meses de

lluvia, seguida de tres meses de ausencia de la misma, luego de estos tres meses la llegada de la lluvia induce a la rehidratación lo cual provoca la brotación y la floración. En caso no llegaran las lluvias en el momento indicado será necesario el riego, en muchos departamentos de Colombia y el Caribe es común el déficit hídrico, por lo cual es necesario implementar el riego de forma permanente en los cultivos (Corporación Universitaria Lasallista, 2012).

El manejo integrado de plagas corresponde al método de control basado en las dinámicas poblacionales de las especies, las cuales tienen como fin mantener las poblaciones de insectos y ácaros dañinos por debajo de los niveles de daño económico, utilizando elementos de control que minimicen el impacto ambiental y sean de bajo costo. En el caso de las plagas de mayor importancia, se deben hacer monitoreos permanentes y, de ser necesario, aplicar control químico; se debe seleccionar el producto específico para la plaga y aplicarlo de forma localizada. Algunas de las plagas que afectan directamente la producción de naranjas son: minador de los cítricos, picudo de los cítricos, áfidos o pulgones y escamas o cochinillas, estas se pueden observar en la ***figura 7*** (Departamento Administrativo Nacional de Estadística [DANE], 2016).

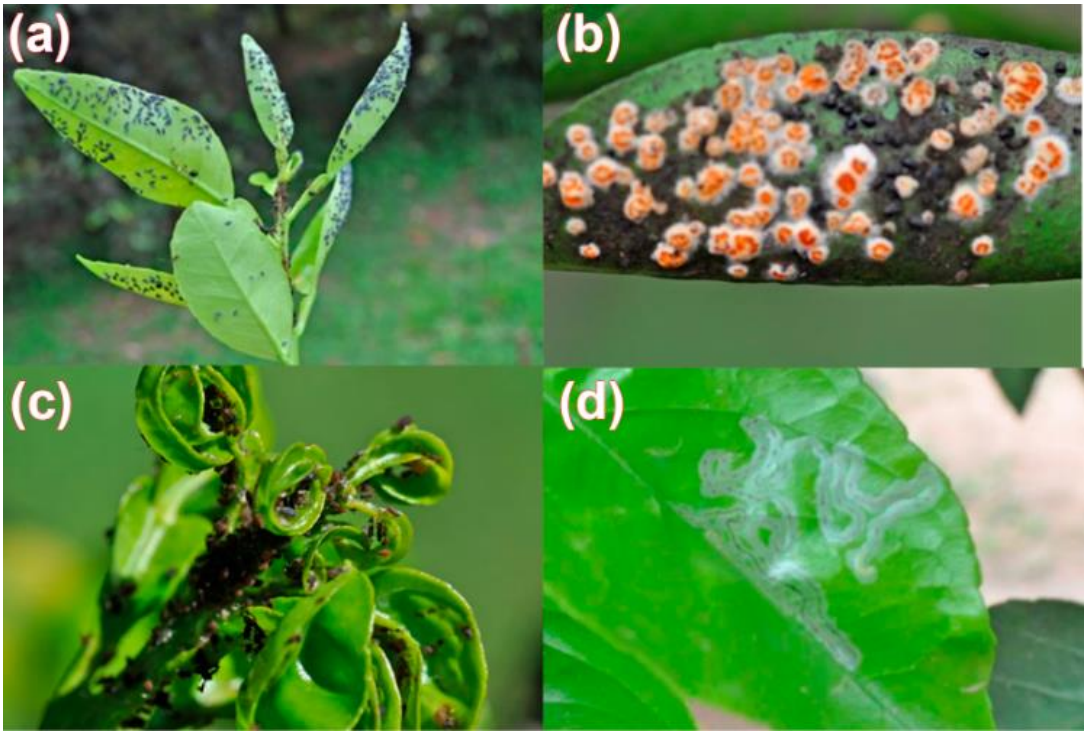


Figura 7. Plagas que afectan al cultivo de naranjo. (a) mosca negra, (b) hongos entomopatógenos, (c) pulgones, (d) insecto minador.

Con la práctica de la poda se busca el crecimiento controlado de la parte vegetativa del árbol al interrumpir la dominancia apical y promover la producción de brotes laterales, para mejorar la aireación y entrada de luz, lo cual estimulará una buena producción de la fruta (Corporación Universitaria Lasallista, 2012).

2.1.4.4 Cosecha

La fruta de calidad en general se logra cuando hubo un manejo adecuado del huerto durante toda la temporada y un adecuado manejo en años anteriores. Se debe considerar que cuando la naranja ha llegado a su estado de madurez es porque ya ha pasado por el proceso de floración, cuajado y crecimiento, además esto también depende del manejo que se le haya dado al huerto, si en los años anteriores el huerto

no ha sido manejado adecuadamente lo más probable es que el fruto sea de pobre calidad y un bajo rendimiento de cosecha (Gutiérrez, 2017).

En la naranja, las flores y los pequeños frutos frecuentemente caen, hasta casi dos meses después de la floración. Se puede decir que, de cada 100 flores, tan sólo un promedio de 4 no se desprende del árbol y se desarrollan hasta convertirse en frutos maduros y cosechables (Allan y Vera, 2012).

Para determinar el momento exacto para cosechar y de esta forma llevar al mercado un producto adecuado con la fruta en buenas condiciones, se debe saber los índices de cosecha que pueden ser métodos destructivos y no destructivos que sirven para determinar el estado de madurez de la fruta. Se debe tener en cuenta que la naranja es un fruto no climatérico, entonces se debe cosechar cuando está en un estado cercano a la madurez de consumo debido a que esta no seguirá madurando cuando se haya separado de la planta, si se cosecha con una madurez inadecuada (inmaduro) la naranja llegará con una mala calidad, sin fragancia y con un mal sabor; Si se cosecha muy tarde (sobremaduro), la naranja no resistirá el transporte, llegará muy madura y se pudrirá (Gutiérrez, 2017).

La cosecha se debe hacer con cuidado, es decir evitar golpes y heridas de los frutos. Los daños de golpe y herida pueden ocasionar pérdida de agua, desmejoran la apariencia del fruto, además los daños mecánicos pueden ocasionar el ingreso de microorganismos patógenos, por ello es recomendable el uso de bolsas cosechadoras de lona, de esta manera el recolector deposita los frutos colectándolos del árbol sin que estos sean golpeados. La cosecha debe realizarse cortando el pedúnculo con tijeras

especiales lo más cerca de la fruta. Las bolsas cosechadoras tienen una capacidad de 10 a 30 Kg, estas bolsas se vacían en cajones montacargas, finalmente la fruta es llevada al lugar de empaque y procesado (Allan y Vera, 2012).

2.1.4.5 Post - Cosecha

Debido a las exigencias del mercado, la atención de las órdenes del consumidor hace cada vez más exigente el manejo y la producción, un buen manejo en la postcosecha puede asegurar que la calidad de los productos agrícolas se mantenga hasta que llegue al consumidor final, este acondicionamiento se puede observar en la ***figura 8*** (Ángeles, 2003).

El acondicionamiento se efectúa en almacenes que deben tener un área mínima de 20 m^2 por tonelada, el acondicionamiento de los frutos consiste en el lavado, desinfección, oreado, decoloración de manchas verdes, cepillado, lustrado, secado y calibrado (Rebour, 1969; citado por Ángeles, 2013).

Se debe preparar las áreas de limpieza, selección, desinfección y lavado donde se tratarán las naranjas cosechadas, se debe contar con una mesa en donde se eliminarán los residuos de suelo y materia orgánica para facilitar el deshoje y evitar que las partes dañadas puedan perjudicar la imagen del producto, se recomienda evitar un deshoje excesivo porque se pierde peso y la naranja pierde su apariencia saludable (Sanabria, 2013).

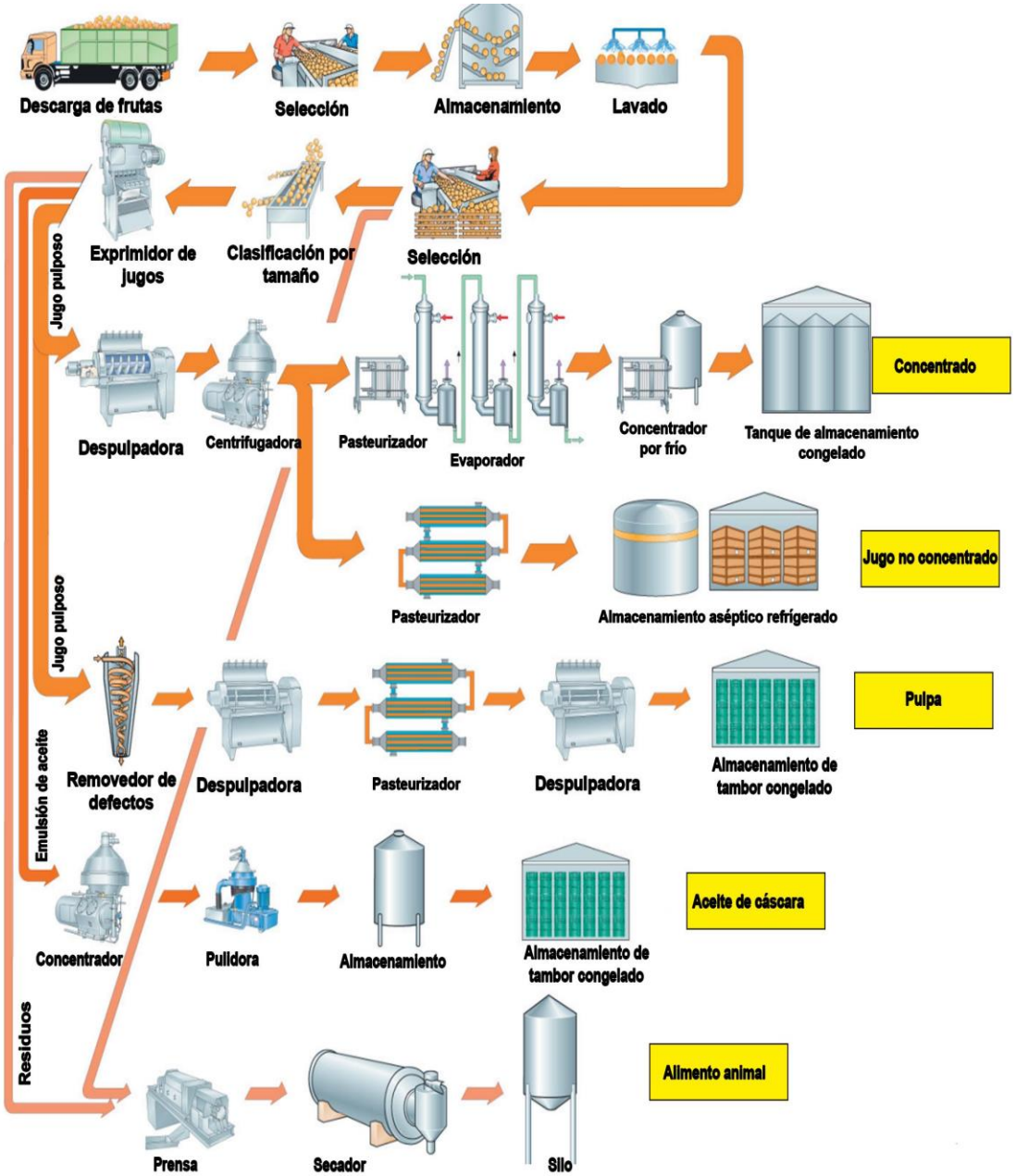


Figura 8. Diagrama de flujo que muestra los pasos de procesamiento encontrados en una planta de procesamiento de naranja. Tomado de *The Orange Book* (p.64). Por Tetra Pak Processing Systems AB, 2004, Ulla Ringblom.

2.1.5 Variedades Comerciales de Naranja

2.1.5.1 Valencia

La naranja del cultivar Valencia (*Citrus sinensis* L. Osbeck) se originó en China, pero fue identificada en Portugal antes de 1865; es clasificada como de cosecha tardía debido a la tardanza en su recolección (Jackson y Davies, 1999, citados por Orduz y Garzón, 2012).

Reátegui Díaz (2005) menciona que esta variedad pertenece al género *Citrus* de la familia de las *rutáceas*, la cual tiene hasta 1600 especies diferentes, los frutos de esta variedad son clasificadas en la categoría de hesperidios, debido a que contienen materia carnosa entre el endocarpio y las semillas.

Ruiz y Saavedra (2007) comentan que la naranja valencia posee una posición dominante entre los cítricos, debido a que ningún otro fruto es tan consumido y valorado, en el Perú según los datos del ministerio de agricultura es la especie cítrica de mayor producción, el mayor volumen de producción proviene de los valles de Satipo y Chanchamayo; este último produce 90% de naranja variedad Valencia y 10% de variedades criollas.

Es la naranja dulce tardía más cultivada en las principales regiones citrícolas del mundo. El jugo presenta altos niveles de sólidos solubles totales y buen color. Esta variedad de naranja sirve para su consumo como fruta fresca y también para la agroindustria. El fruto es de tamaño medio a grande, esférico o ligeramente alargado, de color intenso o algo pálido y de corteza espesa pero fina (León, Arango y Orduz, 2009).

2.1.5.2 Criolla

Esta variedad de naranja se puede sembrar por injerto o por semillas, los árboles son vigorosos, grandes y con cierta cantidad de espinas, esta variedad es susceptible a la enfermedad llamada gomosis. Los frutos son pequeños tal como se puede observar en la ***figura 9***, con muchas semillas y con maduración precoz (Zambrano, 2014).



Figura 9. Variedad criolla.

2.1.5.3 Pineaple

El árbol es vigoroso, de tamaño medio a grande, y muy productivo, aunque propenso a la caída de frutos antes de la cosecha. El fruto es de tamaño medio a grande, redondo, con corteza delgada y de buen color cuando alcanza la madurez, esta variedad contiene mayor cantidad de semillas, más de 20 semillas por fruto. Presenta un alto contenido en zumo de buen color y sabor; suave y dulce (Soler & Soler, 2006).

Se cree que su origen se debe a la germinación de unas semillas procedentes de frutos llevados desde China a Carolina del Sur, Estados Unidos. Esta variedad es de cosecha intermedia, con algunas plantaciones en Sudáfrica y Brasil. El jugo tiene

color intenso y los sólidos solubles son altos, por lo cual es una variedad demandada para el procesamiento de jugos (Davies y Albrigo, 1994).

2.1.5.4 Washington Navel, Bahía o California

Las naranjas de esta variedad son grandes y de corteza gruesa, a diferencia de las demás variedades esta tiene un ombligo o fruto secundario rudimentario, algunas pueden tener ombligos muy prominentes como consecuencia de la mala selección de las plantas sembradas, contienen una cantidad moderada de jugo y en general no tienen semilla. Su maduración es temprana y se desprenden al madurar, generalmente se consume como fruta fresca ya que no es apropiada para la industria del jugo. Esta variedad debe sembrarse en climas suaves por lo que su cultivo debe estar a más de 600 metros sobre el nivel del mar (Zambrano, 2014).

Dentro del fruto principal tiende a desarrollarse un segundo fruto muy pequeño y la fruta queda con la apariencia de tener un ombligo. En regiones tropicales se recomienda su cultivo entre los 1200 a 1800 msnm. No se recomienda en el trópico bajo debido a que presentan bajos rendimientos y deficiente calidad de la fruta como se ha comprobado con las introducciones realizadas en la región (León et al., 2009).

2.1.5.5 Salustiana

Árbol vigoroso originario probablemente de Valencia, España, por mutación espontánea de la variedad común a finales de la década de 1940, de tamaño medio a grande y con cierta tendencia a la formación de ramas verticales que lo distinguen de las otras variedades, es de cosecha tardía que puede mantener frutos maduros en el

árbol durante largos períodos sin perder sus cualidades. Sin embargo, presenta años de alternancia en la producción y tamaño pequeño, los que disminuyen su productividad con una regular producción promedia, pero con buena calidad de la fruta; es de madurez intermedia. (Agustí, 2003). En la ***figura 10*** se puede apreciar el fruto de esta variedad de naranja.



Figura 10. Variedad Salustiana

2.2 RESIDUOS DE NARANJA

De la naranja no solo se puede aprovechar el jugo, también se pueden aprovechar las cáscaras ya que de las cáscaras se pueden extraer los aceites esenciales, estos aceites se pueden utilizar como aromatizantes en las diferentes industrias. Su aceite esencial es uno de los principales ingredientes en las industrias de alimentos, perfumería, farmacéutica y agronómicas (Diaz, 2012, citado de Yañez, Lugo y Parada, 2007).

En la agroindustria la naranja es destinada para la producción de jugo principalmente, esto conlleva a una generación considerable de cáscaras, semillas y

pulpa. Estos desechos pueden ser usados para la elaboración de otros productos como el aceite esencial o la pectina, incrementando el "valor agregado" en el proceso de agroindustrialización, esto se muestra claramente en la ***figura 11***, además de disminuir el impacto ambiental que podrían generar estos desechos. La pectina y el aceite esencial se encuentran principalmente en la cáscara (Cerón y Cardona, 2011).

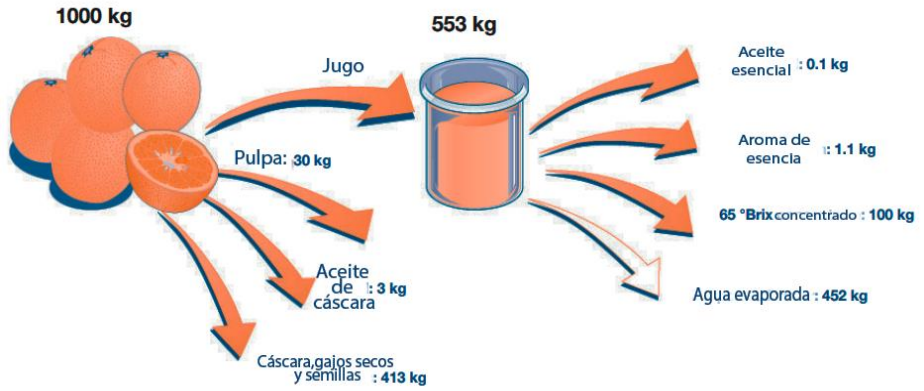


Figura 11. Productos derivados de naranjas enteras de la variedad florida valencia. Tomado de *The Orange Book* (p.8). Por Tetra Pak Processing Systems AB, 2004, Ulla Ringblom.

La agroindustrialización de la naranja se basa en la producción de jugos, en este proceso entre el 23 y 40 % en peso de la fruta se desecha, generando un problema ambiental como se puede observar en la ***figura 12***. Las cáscaras que representan un porcentaje considerable de los desechos son utilizados como alimento animal, sin embargo las cáscaras de naranja tienen compuestos como los aceites esenciales y las pectinas que pueden ser aprovechados para generar un mayor valor agregado al proceso (Marulanda, 2001, citado de Cerón et al., 2011).



Figura 12. Residuos no aprovechados producto de la venta ambulatoria de jugo de naranja.

Tabla 3

Composición fisicoquímica aproximada de la cáscara de naranja

Parámetro	Valor
Sólidos solubles (°Brix)	7.1 ± 1.2
pH	3.93 ± 0.03
Total de acidez	0.29 ± 0.03
Índice de formol	34 ± 2.4
% Humedad	85.9 ± 1.6
% MS Grasa	1.55 ± 0.17
% MS Ceniza	3.29 ± 0.19
% MS Proteína	6.16 ± 0.23
% MS Carbohidratos	89.0 ± 1.1
% MS Fibra soluble	0
% Azúcares neutros	3.8 ± 0.3
% Ácido urónico	7.1 ± 0.9
% Lignina	3.2 ± 0.4
% MS Pectina	17 ± 5

Fuente: Cerón y Cardona (2011).

Los residuos o desechos de los cítricos son principalmente cáscaras, semillas y membranas capilares, a partir de estos desechos se pueden obtener productos tales como las harinas cítricas, pectina cítrica, aceites esenciales, pigmentos y productos cítricos especiales, también se pueden obtener productos bioactivos que tienen muchos

efectos beneficiosos para la salud tales como la fibra y los polifenoles en especial los flavonoides (Girard & Mazza, 1998).

2.3 ACEITE ESENCIAL DE NARANJA

Los aceites esenciales son considerados metabolitos secundarios de las plantas, son fracciones líquidas volátiles que proporcionan aromas y sabores característicos de cada especie vegetal (Matiz, Osorio, Camacho, Atencia y Herazo, 2012).

El aceite esencial de naranja se utiliza en la industria de fármacos y cosméticos porque limpia y revive la piel opaca, ayudando a la eliminación de excesos de fluidos y toxinas, también es usado por sus propiedades germicidas, antioxidantes y anticancerígenas (Lowless,1995, Citado de Cerón et al., 2011).

El aceite esencial de naranja es un antidepresivo, sedante, según los aromaterapeutas este aroma podría ayudar a mejorar la comunicación y además es muy efectivo contra la celulitis porque ayuda en la activación de la circulación (Espinal, Martínez y Peña, 2005).

2.3.1 Composición del aceite esencial de naranja

Los aceites esenciales se forman en la parte verde del vegetal y al crecer son transportados a otros tejidos como lo son los brotes de flor, no se sabe la función exacta del aceite esencial en un vegetal, podría ser para la atracción de insectos para su polinización o simplemente sea un metabolito intermedio. (López, 2005, citado de Yañez et al., 2007).

El aceite esencial de naranja está compuesto predominantemente por un 96% de hidrocarburos terpénicos (limoneno en mayor proporción); sin embargo, también contiene 1,6% de aldehídos (principalmente, octanal y decanal), 0,8% de alcoholes (especialmente, linalool), 0,3% de ésteres (acetato de nerilo y acetato de octilo) y 1% de compuestos no volátiles como carotenoides, tocoferoles, flavonoides, hidrocarburos, ácidos grasos y esteroles, en la ***tabla 4*** se muestra la composición del aceite esencial de cascara de naranja (Gaffney, Havekotte, Jacobs y Costa, 1996).

Tabla 4

Composición del aceite esencial de la cáscara de naranja extraídos mediante destilación con vapor

Tiempo de retención	Nombre del compuesto	Cantidad relativa %
5.212	α- Pineno	0.532
7.187	β- Felandreno	0.492
8.109	β- Mirceno	1.753
9.238	D- Limoneno	90.967
10.794	ϒ- Terpinoleno	1.649
12.564	Octanal	0.199
18.030	Decanal	0.230
19.197	Linalol	1.267
19.534	Octanol	0.532
Compuestos no identificados		2.379

Fuente: Cerón y Cardona (2011)

2.3.1.1 Terpenos

Los compuestos más frecuentes en los aceites esenciales derivan del ácido mevalónico y se les cataloga como terpenos, siendo los que más abundan los monoterpenos y los sesquiterpenos, algunos ejemplos de estos tipos de compuestos se pueden observar en las ***figuras 13 y 14*** respectivamente. Los aceites esenciales son ingredientes primordiales para la elaboración de perfumes, desinfectantes, jabones, y productos similares (Cabra rojas, 1988, citado de Yañez et al., 2007).

Los terpenos son una familia conformada por una gran variedad de compuestos cuya característica en común es que tienen un esqueleto conformado por cinco unidades de **isopentilo o isopreno (2-metilbuta-1,3-dieno)**. Se caracterizan por tener sabores y aromas agradables y son frecuentemente usados como saborizantes, desodorantes y en medicamentos, se clasifican de acuerdo al número de isoprenos (5 C), a un terpeno con dos unidades de isopreno se le llama monoterpeno; al de cuatro unidades, diterpeno y así sucesivamente (Wade, 2011).

Los terpenoides pueden ser considerados como terpenos modificados donde sus grupos metilo han sido reacomodados o removidos, o a los que se les han añadido átomos de oxígeno. Los cítricos deben su aroma a la presencia de diversos terpenoides; estos se sintetizan en las glándulas que están distribuidas heterogéneamente en el flavedo (12 mL por cada 100 cm^2 de cáscara), en el albedo no se sintetizan, se encuentran además en el tomate, melón, papaya, fresa y en diversas especias, hierbas y flores (Badui, 2006).

Los aceites esenciales provenientes de los cítricos presentan monoterpenos y sesquiterpenos, ambos pertenecientes a la familia de los terpenos, entre sus componentes principales también pueden presentar alcoholes, cetonas, aldehídos, ésteres, ácidos carboxílicos entre otros (Ruiz y Saavedra, 2007).

Mazariegos (2008) afirma que en el aceite esencial de naranja se pueden encontrar hasta 111 constituyentes volátiles, incluyendo 5 ácidos carboxílicos, 26 alcoholes, 6 cetonas, 25 aldehídos, 31 hidrocarburos y 16 ésteres. Los constituyentes no volátiles representan solo el 1.5 % del aceite esencial de naranja, entre ellas podemos encontrar a las cumarinas, ceras, flavonoides, carotenoides, tocoferoles, esteroles y ácidos grasos.

Los compuestos más abundantes en los aceites esenciales en general son los monoterpenos, pero los compuestos que le dan el aroma a los aceites esenciales son los compuestos oxigenados, los cuales son volátiles y son responsables del aroma de las plantas (Moreno, Crescente,Ortiz y Quintero, 2006).

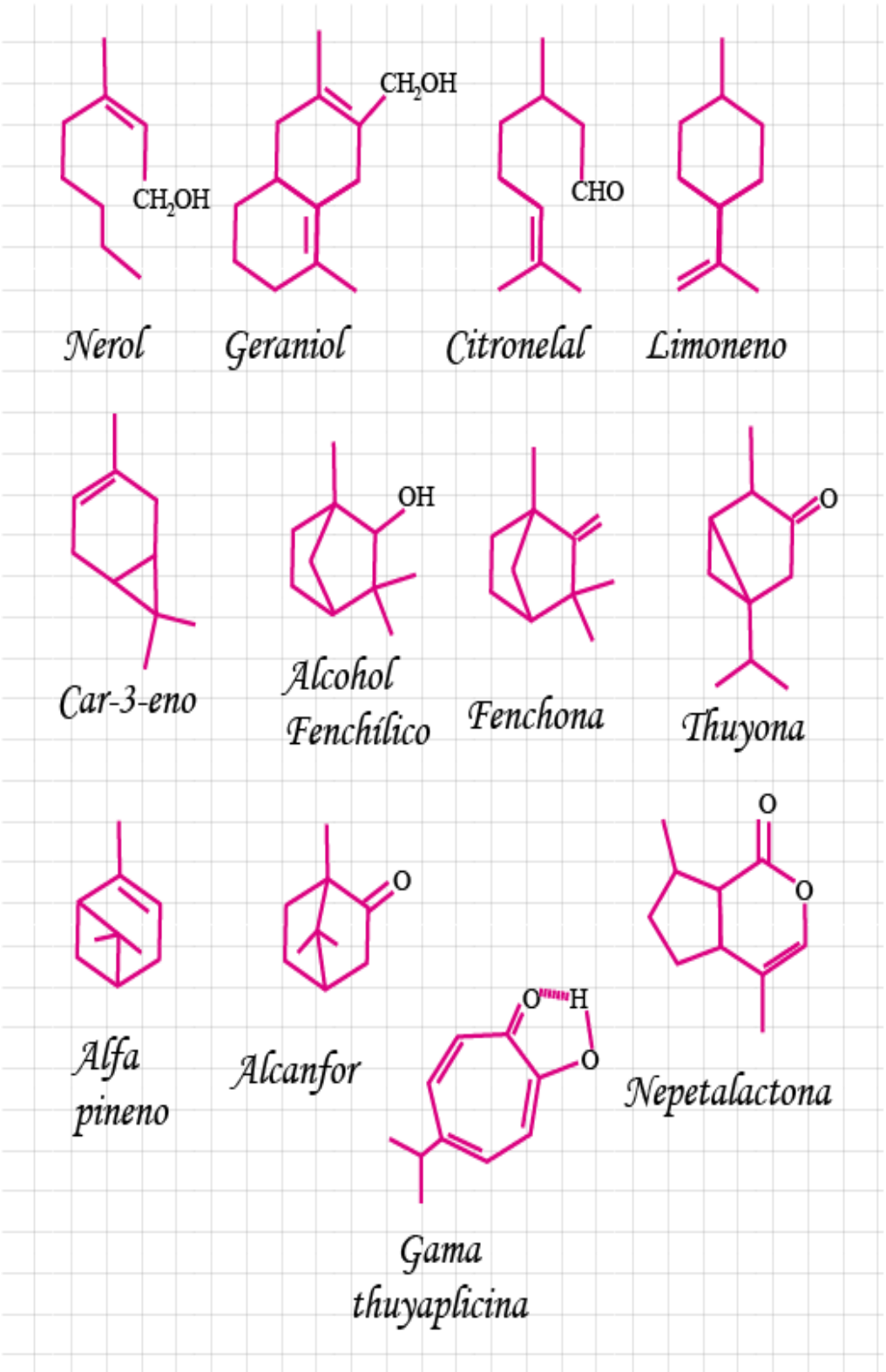


Figura 13. Fórmulas estructurales de los monoterpenos.
Elaboración propia.

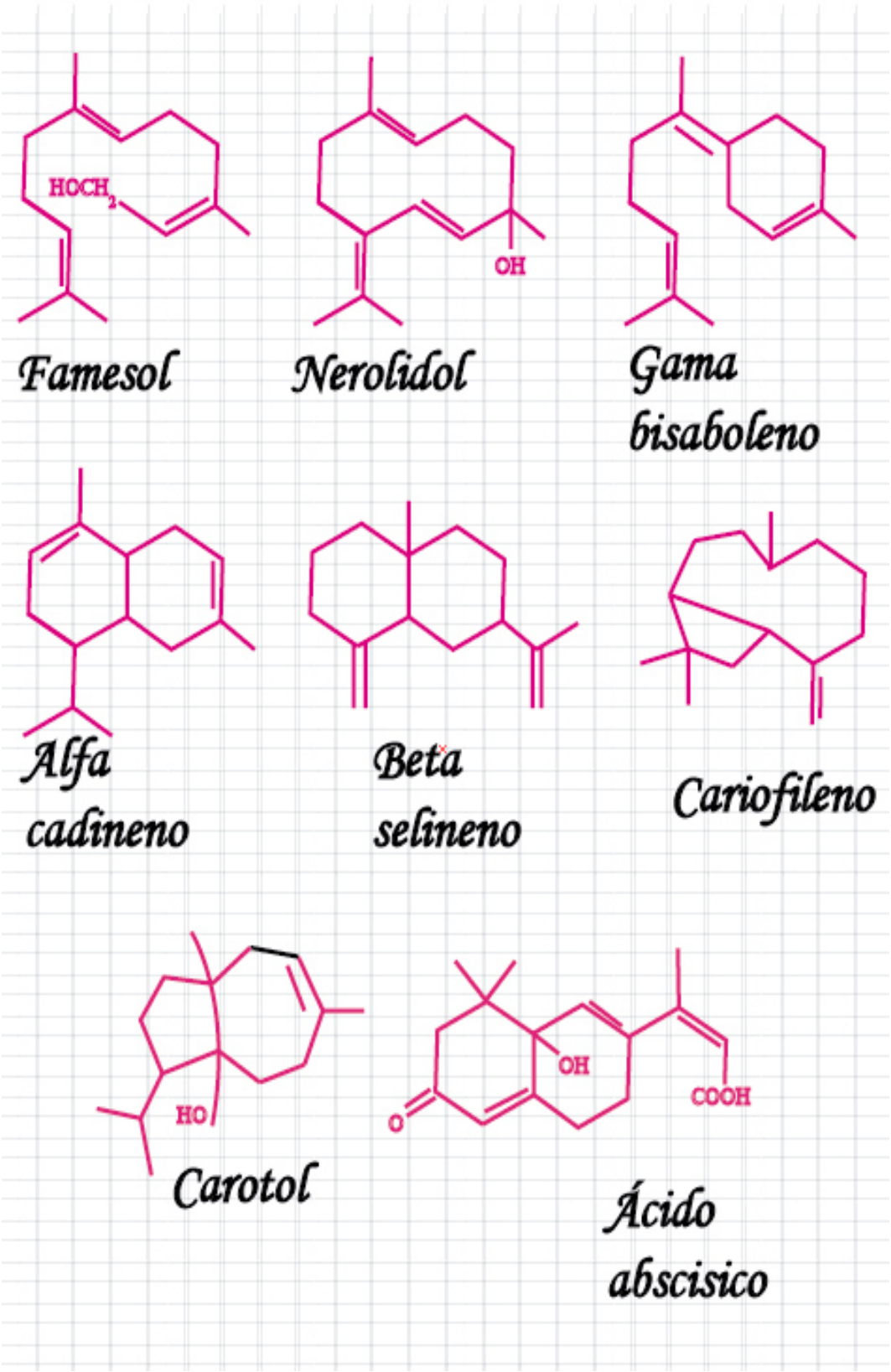


Figura 14. Fórmulas estructurales de los sesquiterpenos.
Elaboración propia.

2.3.1.2 Alcoholes

En el aceite esencial de naranja los alcoholes que se pueden encontrar son los siguientes: n-*nonil-alcohol* (que es el único alcohol alifático), el *linalool* (que es un alcohol alifático insaturado de tipo terpénico), también se pueden encontrar el *geraniol*, *nerol*, *citronelol* (Horna, 2015).

El aceite esencial de naranja contiene más del 90 % de D–limoneno, que es su componente mayoritario, además puede contener otros tipos de terpenos en menor proporción (Weiss, 1997, citado de Yañez et al., 2007).

2.3.1.3 Aldehídos y Cetonas

Los aldehídos y cetonas tienen el grupo funcional carbonilo, para el caso de los aldehídos el grupo carbonilo al estar unido a un hidrógeno permite que solo pueda estar en un extremo de la cadena, mientras que en las cetonas el grupo carbonilo nunca se encontrará en un extremo de la cadena ya que debe de estar enlazado a otros dos átomos de carbono.

Las cetonas son compuestos orgánicos que tienen al oxígeno dentro de su estructura, son excelentes disolventes volátiles muy utilizados en la industria. Las cetonas son muy abundantes en la naturaleza, algunas tienen olores agradables, debido a esto pueden emplearse como aromatizantes o ingredientes en perfumes.

Las cetonas son constituyentes esenciales en la composición del aroma, a ellas se les otorga el aroma asociado al metal, como ocurre con la mantequilla que ha sufrido

oxidación, esta característica se le atribuye principalmente a la 1-octen- 3-ona, y a la 2,3-hexanodiona. (Montoya, 2010).

Casi todos los aldehídos son líquidos excepto el formaldehído, por lo general los aldehídos son usados para la fabricación de perfumes y sabores artificiales, sin embargo, los aldehídos de bajo peso molecular tienen un olor penetrante y desagradable, los aldehídos son incoloros y además son menos densos que el agua.

Los aldehídos están presentes en los aromas de frutas y vegetales cuando estos alcanzan un cierto estado de madurez, está presente cuando se descompone alguna grasa o aceite, además también se encuentran en trazas en algunos alimentos enriqueciendo su aroma, por ejemplo, el benzaldehído es uno de los principales constituyentes que le da el aroma característico a las almendras y a las cerezas (Montoya, 2010).

2.3.1.4 Ésteres

Los ésteres son una gran familia de compuestos orgánicos con una amplia aplicación en la medicina, la química, la biología y la industria, los ésteres se producen de forma natural en plantas y animales, los aromas agradables de las frutas se deben principalmente a estos compuestos, los ésteres se pueden obtener por la reacción de los ácidos carboxílicos con los alcoholes.

Los ésteres son espasmolíticos, sedantes y antidepresivos, por ejemplo, el apiol, miristicina y anetol son expectorantes, estimulan las glándulas exocrinas,

además son antiparasitarios y neurotóxicos (Instituto de Investigación de recursos Biológicos Alexander Von Humboldt [IIRBAVH], 2003).

2.4 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL

Nyiredy (2004) menciona que es una necesidad absoluta el desarrollo de métodos de extracción rápida y de alto rendimiento.

Las nuevas técnicas de extracción ofrecen ventajas como tiempos de extracción más cortos, un menor consumo de solventes, una mayor prevención de la contaminación y un cuidado especial para los componentes termolábiles, las cuales han llamado la atención (Yuan et al., 2012).

La tecnología de extracción ideal depende del tipo de compuesto que se extraerá, mientras que la eficiencia del método de extracción se basa en la recuperación más alta, especialmente de los componentes efectivos, el menor tiempo de procesamiento, el menor costo de producción y el uso de solvente orgánico mínimo (Dhobi, Mandal y Hemalatha, 2009).

Para la extracción de aceites esenciales podemos mencionar algunos métodos que involucran la asistencia de microondas como:

- **Hidrodestilación asistida por microondas (HDAM)**: Para el aislamiento de aceites esenciales de hierbas y especias (Lucchesi, Chemat y Smadja, 2004).

- **Hidrodifusión por microondas y gravedad (HMG):** Una combinación de calentamiento por microondas y destilación a presión atmosférica que requiere menos energía y ningún solvente y simplemente combina microondas y gravedad terrestre a presión atmosférica (Vian, Fernández, Visinoni y Chemat, 2008).

- **Extracción Soxhlet integrada en microondas (SIM):** Una combinación de calentamiento por microondas y Soxhlet (Virot, Tomao, Colnagui, Visinoni y Chemat, 2007).

Tabla 5

Comparación de técnicas de extracción tradicionales y avanzadas para la extracción a escala analítica

	Extracción asistida por microondas (MAE)	Extracción asistida por ultrasonido (EAU)	Extracción de fluido supercrítico (SFE)	Extracción con solvente presurizado (PLE)
Descripción	La muestra se sumerge en un disolvente absorbente de microondas en un recipiente cerrado y se irradia con energía de microondas	La muestra se sumerge en solvente en un recipiente y enviado a ultrasonido usando una sonda de EE. UU.	La muestra se carga en un recipiente a alta presión y se extrae con fluido supercrítico (comúnmente dióxido de carbono a presiones de 150-450 bar y temperaturas de 40 ° -150 ° C).	La muestra y el disolvente se calientan y presurizan en un recipiente de extracción; cuando finaliza la extracción, el extracto se transfiere automáticamente a un vial
Extracción	3-30 min	10-60 min	10-60 min	5-30 min
muestra	1-10 g	1-30 g	1-5 g	1-30 g
Uso del disolvente	10-40 ml	30-200 ml	2-5 ml (trampa sólida) 5-20 (trampa líquida)	10-100 ml
Inversión	Moderado	Bajo	Alto	Alto
Ventajas	Extracción rápida y múltiple, fácil de manejar, consumo moderado de solvente, temperaturas elevadas	Fácil de usar, múltiples extracciones	Extracción rápida, bajo consumo de solvente, concentración del extracto, no requiere filtración, posible alta selectividad	Extracción rápida, no requiere filtración, bajo consumo de solvente, temperatura elevada, sistemas automatizados

Fuente: Eskilsson & Björklund (2000)
Chemat, Abert-Vian & Visinoni (2008)

2.4.1 Extracción por arrastre de vapor

Según Wankat (1988) en la destilación por arrastre de vapor (**DV**) se vaporiza selectivamente el componente volátil de una mezcla en la que está junto a otros compuestos "no volátiles", esto se logra mediante la inyección de vapor en el seno de la mezcla denominándose esto "vapor de arrastre", la función de este vapor en realidad no es arrastrar el componente volátil sino condensarse formando otra fase inmiscible que cederá calor latente a la mezcla que se quiere destilar. Entonces se va a tener la presencia de dos fases inmiscibles (orgánica y acuosa) a lo largo de la destilación, así cada líquido se comportará como si el otro no estuviera presente, en otras palabras, cada una de ellas ejercerá su propia presión de vapor.

En el método de **DV**, la materia prima y el vapor de agua no se encuentran en contacto directo, el vapor es generado externamente en otro recipiente para luego ser introducido al recipiente que contiene la muestra, el tubo que inyecta el vapor llega hasta el fondo del recipiente que contiene la muestra tal como se muestra en la ***figura 15***, de esta manera el vapor se dispersa uniformemente sobre la muestra arrastrando consigo los aceites esenciales para su posterior condensación (Casado, 2018).

La condición más importante para que este tipo de destilación se pueda llevar a cabo es que tanto el componente volátil como las impurezas sean insolubles en agua ya que el producto destilado formará dos fases al condensarse, esto permitirá la separación del producto con el agua. La presión total del sistema será la suma de presiones de todos los componentes de la mezcla orgánica y del agua (Peredo et al., 2009).

El comportamiento de la temperatura es constante a lo largo de la destilación debido a que no hay cambios en la presión de vapor o en la composición de vapores de la mezcla, esto quiere decir que la temperatura de ebullición permanecerá constante mientras ambos líquidos estén presentes en la fase líquida, en el momento que uno de los líquidos se elimine por la misma ebullición de la mezcla la temperatura ascenderá bruscamente. (Wankat, 1988).

DV es un método sencillo y de bajo costo, pero un inconveniente que tiene este método es que requiere un largo periodo de tiempo y los rendimientos son bajos a comparación de otros métodos (Sefidkon, Abbasi y Bakhshi, 2006).

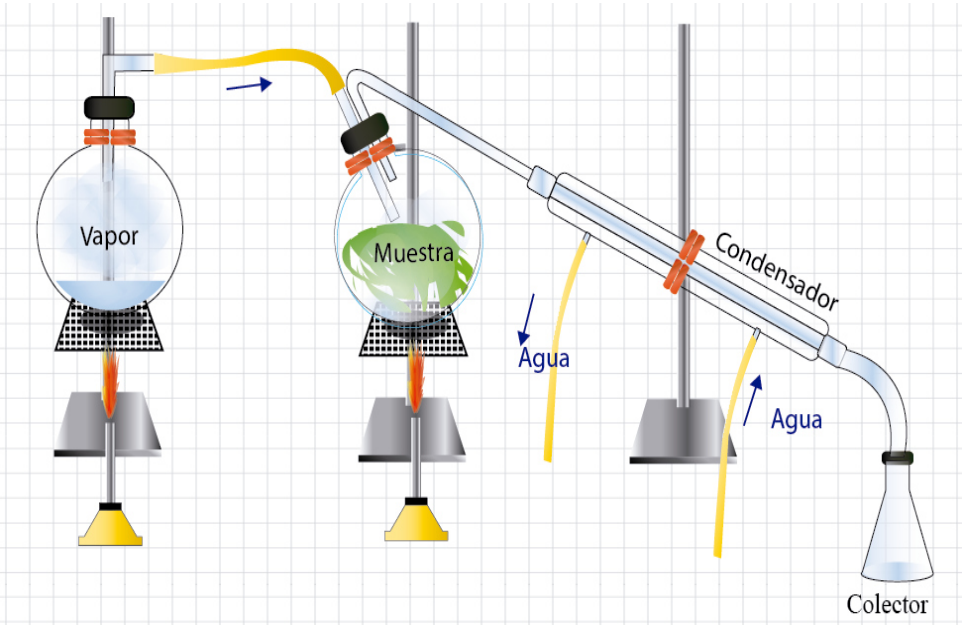


Figura 15. Esquema básico de la **DV.**
Elaboración propia.

2.4.2 Extracción con disolventes (Soxhlet)

Las técnicas tradicionales de extracción con disolventes de materiales vegetales se basan en la elección correcta de solventes y el uso de calor y / o agitación para aumentar la solubilidad de los compuestos deseados y mejorar la transferencia de masa. La extracción Soxhlet es la más común y todavía se usa como estándar en todos los casos (Fan, Zhang y Zhu, 2010).

Jensen (2007) afirma que el método Soxhlet es la técnica típica y la principal referencia para evaluar el rendimiento de otros métodos de extracción sólido-líquido, ya que ha sido una de las técnicas de extracción sólido-líquido más utilizadas. En la extracción Soxhlet, el material sólido que contiene los solutos se coloca dentro de un soporte para dedal, que se conecta a un balón que contiene el disolvente de extracción y se somete a reflujo, después de este proceso, el extracto se concentra por evaporación del solvente.

Este método tiene una gran dependencia de las características de la planta y el tamaño de partícula, ya que la difusión interna puede ser el factor limitante durante la extracción, y las temperaturas de extracción pueden afectar la calidad de los productos finales (Wang & Weller, 2006).

Según Luque de Castro & Garcia (1998) el método Soxhlet es una técnica general y bien establecida que supera en rendimiento a otras técnicas de extracción convencionales, excepto que, no es apto para la extracción de compuestos termolábiles, además, presenta otras desventajas tales como una extracción pobre de lípidos, un tiempo de operación prolongado y un alto consumo de solvente.

Según Martínez (2003) citado por Peredo et al. (2009), en este método de extracción la muestra seca y molida se pone en contacto con disolventes orgánicos como el alcohol, cloroformo, entre otros, estos disolventes solubilizan la esencia pero también solubilizan y extraen grasas y ceras, obteniéndose al final una oleorresina o un extracto impuro, este método solo se usa a nivel de laboratorio porque a escala industrial sale muy caro debido a que los disolventes son costosos, además por el riesgo de explosión o incendio por las mismas características que tienen algunos disolventes orgánicos.

2.4.3 Hidrodestilación (HD)

La hidrodestilación convencional (**HD**) es un método de extracción en la cual la materia prima está en contacto directo con el agua, esta mezcla llega a ebullición con el calor aportado por una superficie calefactora, el vapor que se genera arrastra consigo los aceites esenciales de la muestra (Casado, 2018).

Según Albarracín (2003) la destilación con agua o hidrodestilación es llevar a ebullición una solución acuosa de alguna materia prima vegetal aromática, de tal forma que los vapores son generados en el mismo espacio en el que está la materia prima para luego ser condensados y colectados, esto se muestra claramente en la ***figura 16***, explica además algunos de los problemas con este método como la distribución del calor no uniforme que hace que parte de la materia prima no tenga contacto con el vapor de agua producido, también menciona que el calor suministrado no es lo suficientemente fuerte para que el vapor producido arrastre los compuestos volátiles de la materia prima.

Algunas de las principales complicaciones en la hidrodestilación son:

- Debido a que el material vegetal se encuentra muy cerca de la fuente de calor, es posible que sufra degradación térmica.
- Alguno de los componentes del material vegetal podría sufrir hidrólisis o polimerización debido a la disminución del pH del agua.
- Los compuestos oxigenados como los fenoles tienden a disolverse parcialmente en el agua.
- El proceso toma mucho tiempo y debido a esto en términos de energía es un proceso poco eficiente, sin embargo, este método sigue siendo muy utilizado debido a que a escala industrial su costo es bajo en comparación con otros métodos de extracción de aceites esenciales (Lawrence, 1995).

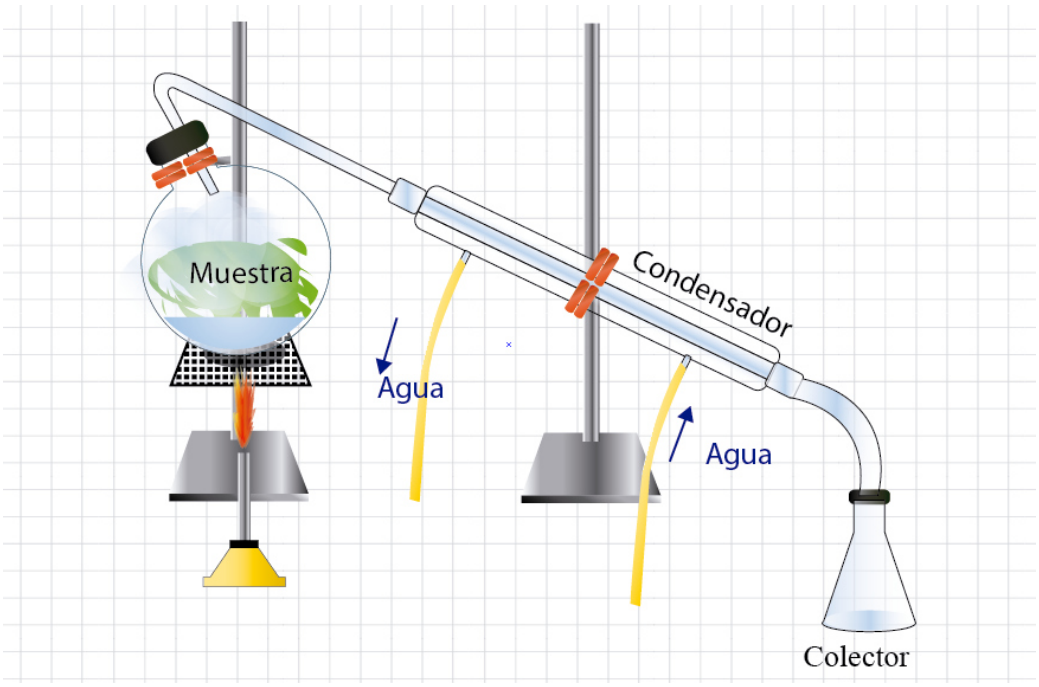


Figura 16. Esquema básico de HD.
Elaboración propia.

2.4.4 Extracción con fluidos supercríticos (EFS)

Para la extracción en verde, el uso de EFS es muy atractivo porque el soluto se recupera fácilmente y el solvente puede reciclarse mediante la simple manipulación de parámetros tales como temperatura y/o presión. Los fluidos supercríticos presentan densidades líquidas, mientras que su viscosidad es cercana a la de los gases normales y su difusividad es aproximadamente dos veces mayor que en los líquidos típicos (Brunner, 2005).

La facilidad de ajustar las condiciones de operación para aumentar el poder de solvatación hace que esta tecnología sea una buena opción para la recuperación selectiva de varios tipos de sustancias, esta combinación de propiedades hace que EFS sea un proceso importante en las industrias de alimentos, farmacéutica y cosmética porque es posible fabricar productos sin residuos tóxicos, sin degradación de principios activos, y con alta pureza. Por lo tanto, la EFS puede ser un método rápido, eficiente y limpio para la extracción de productos naturales de matrices vegetales, en la ***figura 17*** se muestra el sistema de EFS (Pereira & Meireles, 2010).

Brunner (2005) afirma que el dióxido de carbono (CO_2) es el solvente más usado en EFS porque es seguro, no tóxico y generalmente está disponible a un costo razonable. Sin embargo, incluso a altas cantidades, el CO_2 tiene una capacidad limitada para disolver compuestos altamente polares. La adición de modificadores al CO_2 puede mejorar la eficiencia de extracción al aumentar la solubilidad del soluto en el solvente.

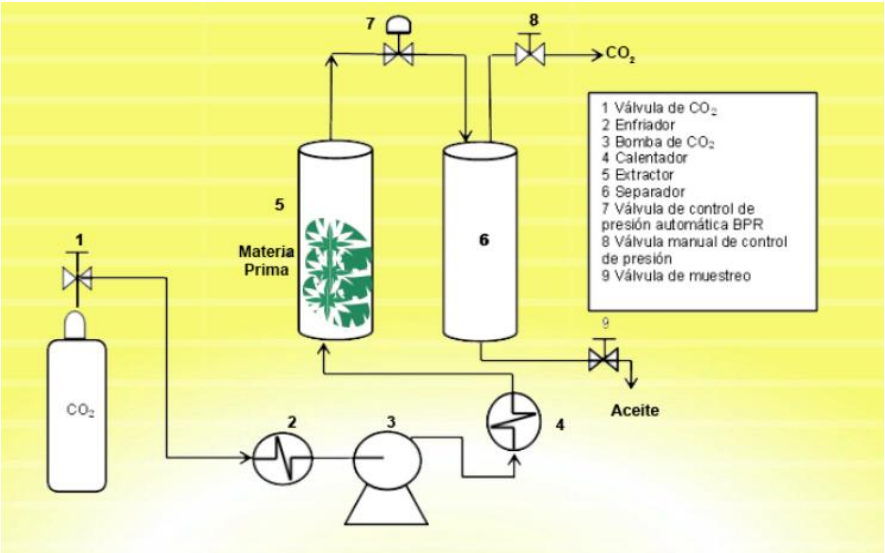


Figura 17. Diagrama de equipo de extracción con fluidos supercríticos. Tomado de *Extracción de aceites con fluidos supercríticos a partir de semillas de frutas con potencialidad en la industria cosmética* (p.30). Por A. Pantoja Chamorro, 2016, Facultad de Ingeniería y Administración de la Universidad Nacional de Colombia.

2.4.5 Extracción Asistida Por Ultrasonido (EAU)

La extracción asistida por ultrasonido (EAU) en la industria alimentaria ha sido objeto de investigación y desarrollo; su surgimiento como novedad verde también atrajo la atención hacia su papel en la sostenibilidad ambiental (Chemat, Zill-e-Huma y Khan, 2011).

El ultrasonido se ha utilizado en diversos procesos de las industrias químicas y alimentarias. Es una técnica rápida, consume pequeñas cantidades de energía fósil y permite reducir el consumo de solventes, lo que resulta en un producto más puro y con un mayor rendimiento. El principio del ultrasonido de alta potencia se ha atribuido al fenómeno de cavitación acústica que aparece cuando se generan ondas acústicas de alta intensidad en un fluido (Jian-bing, Xiang-hong, Mei-qiang y Zhi-chao, 2006).

Gaete, Vargas, Cares, Sainz y Alarcón (2011) afirman que el mecanismo de extracción implica dos tipos de fenómenos físicos: la difusión a través de las paredes celulares y la liberación del contenido celular una vez que las paredes se rompen.

Los avances en la tecnología de ultrasonido y sus beneficios potenciales han despertado el interés en la aplicación de potencias con rangos más altos de ultrasonido para los procesamientos de extracción (Sivakumar, Ravi, Rao y Swaminathan, 2007).

Las ondas de ultrasonido modifican las propiedades físicas y químicas después de su interacción con el material vegetal; y sus efectos cavitacionales facilitan la liberación de compuestos extraíbles y mejoran el transporte de masa al colapsar las paredes celulares. (Vinatoru, 2001).

2.4.6 Extracción con Líquidos Presurizados (ELP)

La extracción líquida presurizada (ELP) también conocida como extracción con solvente a presión (ESP) o extracción acelerada con solvente (EAS), ahora está bien aceptada como alternativa a la extracción Soxhlet (Majors, 2006) y se ha utilizado con éxito para aislar antioxidantes de origen vegetal (Cha et al., 2010).

El uso de la técnica ELP es una alternativa atractiva porque permite una extracción rápida y un consumo de solvente reducido (Santos, Veggi y Meireles, 2012). Esta técnica permite el uso de solventes o mezclas de solventes con diferentes polaridades bajo altas presiones (hasta 20 MPa) manteniendo el solvente de extracción en estado líquido (Richter, et al., 1997) y temperaturas que van desde temperatura ambiente hasta 200 ° C (Kaufmann & Christen, 2002).

El solvente presurizado a una temperatura determinada se bombea a un recipiente de extracción que contiene la matriz de la muestra. El uso de altas temperaturas acelera el proceso de extracción al aumentar la solubilidad de los analitos en el solvente y así aumentar la velocidad cinética de desorción del soluto de la matriz de la muestra; esto ocurre porque el solvente presurizado permanece en el estado líquido muy por encima de su punto de ebullición permitiendo la extracción a alta temperatura (Richter, et al.,1997).

El uso de altas temperaturas aumenta las tasas de extracción, sin embargo; esto puede conducir a la degradación de compuestos termolábiles (Brachet, Rudaz, Mateus, Christen y Veuthey, 2001).

2.5 HIDRODESTILACIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (HDAM)

En los numerosos artículos publicados que comparan a la Hidrodestilación asistida por microondas (**HDAM**) con otros métodos de extracción avanzados y convencionales, la HDAM ha sido aceptado como una alternativa potencial y poderosa para la extracción de compuestos orgánicos de materiales vegetales (Yuan et al., 2012).

El proceso de hidrodestilación por microondas (HDAM), que fue desarrollado por Stashenko, Jaramillo y Martínez (2004), se basa completamente en el principio clásico de HD, solo que una parte de la línea de montaje de hidrodestilación se coloca en el horno microondas tal como se muestra en las ***figuras 18 y 19***.

Una mejora de HDAM fue desarrollada por Flamini et al. (2007) en la cual se introducía una antena coaxial de microondas dentro de un matraz de vidrio que contenía la matriz y agua, el calentamiento mediante microondas in situ podría ser más seguro y versátil, además se mostró las ventajas de ahorro de tiempo y energía, esto llevado a un nivel industrial podría ser muy útil.

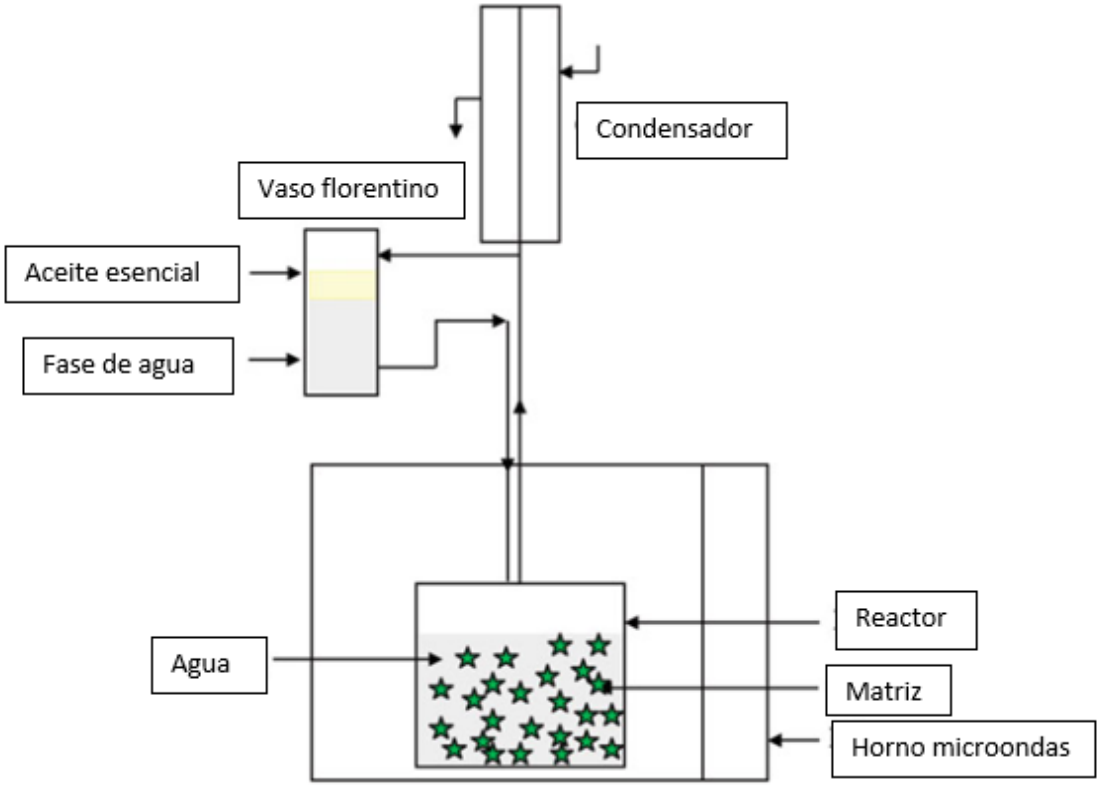


Figura 18. Extracción con microondas sin disolventes - mejorada. Tomado de *Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds* (p.58), por Chemat, Abert-Vian y Fernández, 2011, Springer.

Las tecnologías de extracción existentes tienen importantes obstáculos tecnológicos y científicos que superar, a menudo requieren más del 70% de la energía total del proceso. Los investigadores con el objetivo de encontrar nuevas tecnologías para reducir el consumo de energía, cumplir con los requisitos legales de emisiones y reducir los costos de proceso han desarrollado nuevas tecnologías tales como la

HDAM (Sahraoui, Vian, Bornard, Boutekedjiret y Chemat, 2008).

Gracias al constante desarrollo de técnicas de preparación de muestras, han surgido ideas innovadoras, las cuales nos proporcionan nuevas alternativas, dentro de la que se encuentra la HDAM, en la cual el aceite esencial que se encuentra generalmente en bolsas (glándulas secretoras) que contienen diferentes cantidades de agua, son irradiadas por ondas que interactúan selectivamente con agua y causan calentamiento localizado, en la ***tabla 6*** se muestran diversos estudios de extracción realizados con HDAM (Torrenegra et al.,2015).

Según Leonelli et al. (2013) las microondas son muy útiles cuando se necesita entregar eficientemente energía al recipiente de reacción, pero solo cuando se cumplen los siguientes requisitos: El perfil del campo eléctrico debe homogeneizarse, ya sea utilizando agitadores o mediante la rotación del propio recipiente de reacción, la geometría del reactor debe estar bien diseñada, teniendo en cuenta la profundidad de penetración del microondas, la temperatura y la presión dentro de la cámara de reacción deben controlarse para el monitoreo continuo de los parámetros del proceso, los costos del equipo, repuestos, los problemas de seguridad y la fuga de microondas deben ser considerados.

Los recipientes usados en la extracción asistida con microondas son hechos de materiales tales como el politetrafluoroetileno (PTFE), vidrio pirex o cuarzo debido a que la radiación microondas pasa a través de estos materiales sin una atenuación significativa, si el recipiente está hecho de polímeros tales como polvo de grafito, carburo de silicio u otros materiales de alta pérdida, estos terminarán absorbiendo la

energía microondas, permitiendo solo el paso de una proporción de la energía total brindada, podría ser necesario un agitador mecánico o magnético para la homogeneización de la temperatura (Leonelli et al.,2013).

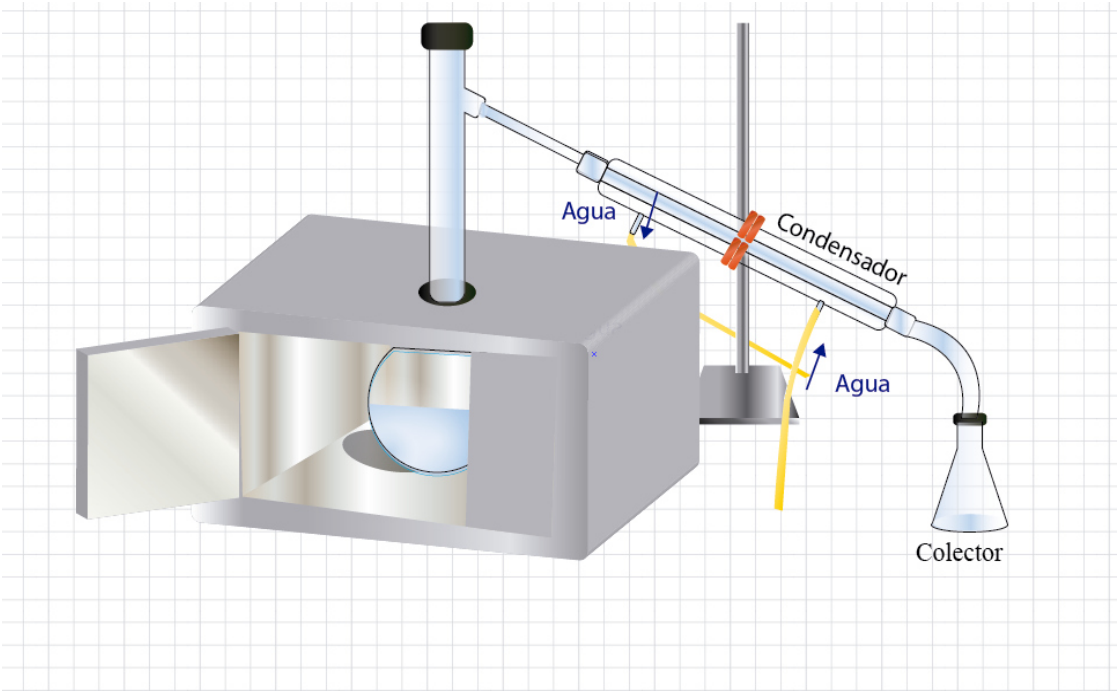


Figura 19. Esquema básico de HDAM.
Elaboración propia.

Tabla 6

Aceites esenciales extraídos HDAM

Especies Botánicas	Condiciones operativas de extracción	Referencias
Lippia alba (Mill)	100g, 1L de agua, P(atm),800 W, T=30 min	1
Thymus vulgaris L.	60g, 2L de agua, P(atm), 990W, T=120 min, R=2.52%	2
Satureja hortensis	30g, 0.6L de agua, P(atm), 660 W, T=180 min, R= 3.1%	3
Satureja montana	60g, 1.2L de agua, P(atm), 660 W, T=90 min, R= 0.7%	3
Eryngium foetidum L.	300g, 1L de agua, P(atm), 990 W, T=27 min, R= 0.061%	4
Lavandula angustifolia Mill.	80g, 1.5L de agua, P(atm), 500 W, T=20 min, R= 7.40%	5
Anethum graveolens L.	100g, 1L de agua, P(atm), 500 W, T=60 min, R= 2%	6
Coriandrum sativum L.	100g, 1L de agua, P(atm), 500 W, T=60 min, R= 0.4%	6

Fuente: 1. Stashenko, Jaramillo, Martínez (2004). 2. Golmakani & Rezaei (2008), 3. Rezvanpanah, Rezaei , Hadi y Moini (2008), 4. Thi, Anh y Thach (2008), 5. Iriti et al. (2006), 6. Kosar, Özek, Göger, Kürkcüoglu y Can (2005)

La eficiencia del proceso de la HDAM está directamente relacionado con las condiciones de operación seleccionadas, se debe prestar especial atención a los parámetros habitualmente estudiados que pueden influir en el rendimiento de la HDAM tales como: el tipo de disolvente, la temperatura, el tiempo de extracción, la potencia de microondas y las características de la matriz, incluido su contenido de agua (Veggi et al., 2013).

2.5.1 Propiedades dieléctricas y magnéticas de las moléculas afectadas por los microondas.

La permitividad ε* de un material es un número complejo que contiene un componente real, ε', y un componente imaginario ε'', como se describe en la ecuación (Leonelly et al., 2013).

$$\varepsilon^* = \varepsilon' + i\varepsilon'' \qquad \textbf{(Ec. 1)}$$

ε' es la **constante dieléctrica**, este término indica la capacidad de un material para almacenar energía de un campo eléctrico externo y polarizarse (Raju, 2003).

ε'' es la **pérdida dieléctrica** o también llamada **factor de pérdida**, este término indica la eficiencia del proceso de conversión de energía electromagnética en calor (Metaxas, 1996).

La **permitividad** del solvente está relacionada con la capacidad de este para interactuar con la energía electromagnética. La **constante dieléctrica** determina la

energía del campo eléctrico que es almacenada en la muestra (Acierno, Barba y d'Amore, 2004).

La tangente de pérdida es la relación entre la capacidad de disipación y capacitancia de los materiales. El valor de la tangente de pérdida está estrechamente relacionado con la capacidad de calentamiento de los materiales, mientras que materiales con factor de pérdida bajo se comportan como materiales reflejantes o transparentes (Correa y Hernández, 2011).

$$tan\delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \qquad \textbf{(Ec. 2)}$$

La tangente de pérdida (tan δ) es la propiedad más importante en el procesamiento de microondas; mide la capacidad de la matriz para absorber la energía de microondas y disipar calor a las moléculas circundantes, siendo responsable de la eficiencia del calentamiento de microondas. Un material con un alto factor de pérdida (ε") y alta tan δ (tangente de pérdida) combinado con un moderado el valor de ε ' (constante dieléctrica) permite convertir la energía de microondas en energía térmica de manera eficiente, en la ***tabla 7*** se muestran las propiedades mencionadas de diferentes solventes (Mandal, Mohan y Hemalath, 2007).

Según Leonelli et al. (2013) un material de suspensión puede ser sólido o líquido, el cual se calienta rápidamente con la irradiación microondas, esto es una respuesta debido a la interacción con el campo electromagnético debido a que dicho material absorbe energía microondas y la transforma en calor. Si se mezclan partículas vegetales con disolventes de distinto valor de permitividad y dicha mezcla se calienta

con microondas, entonces se obtendrá un calentamiento diferenciado, este fenómeno también se conoce como calentamiento selectivo y continúa hasta que la mezcla llegue a un equilibrio térmico, se debe considerar también la conductividad térmica del material vegetal para explicar el calentamiento total de microondas.

La eficiencia en la HDAM depende de varios factores, uno de ellos es la naturaleza de la muestra y del compuesto de interés que se va a extraer, también la ubicación del analito de interés dentro de la matriz de la muestra. Las normas de la industria farmacéutica y la industria alimentaria restringen la cantidad de solventes que podrían ser usados para la extracción. Los parámetros físicos más importantes en la HDAM son la solubilidad, la constante dieléctrica y el factor de disipación. La polaridad del solvente es otro factor importante, ya que los solventes con altas constantes dieléctricas (por ejemplo, agua y alcoholes) absorben mayor cantidad de energía microondas que los solventes apolares (Wang & Weller, 2006).

El valor elevado de la constante dieléctrica del agua implica un factor de disipación (Tan δ) significativamente menor, lo que significa que el sistema absorbe más energía de microondas de la que puede disipar. Este fenómeno se llama sobrecalentamiento y se produce en presencia de agua en la matriz, está fuerte absorción proporciona un aumento de la temperatura dentro de la muestra, lo que lleva a la ruptura de las células por el agua in situ. En algunos casos, puede promover la degradación del compuesto objetivo y en otros casos puede aumentar la difusividad del compuesto de interés en la matriz, entonces la potencia de microondas debe ser suficiente para alcanzar el punto de ebullición del agua u otro solvente (Jain, Pandey, Vyas y Shukla, 2009).

Tabla 7

Constante dieléctrica, tangente de pérdida y pérdida dieléctrica para solventes a 2.450 MHz y temperatura ambiente

Solvente	Constante dieléctrica (ε')	Tangente de pérdida (tan δ)	Pérdida dieléctrica (ε '')
Agua	80.4	9.889	12.3
Etilenglicol	37.0	1.35	49.950
Metanol	32.6	0.856	21.483
Etanol	24.3	0.941	22.866
Cloroformo	4.8	0.091	0.437
Tolueno	2.4	0.040	0.096

Fuente: Metaxas (1996)

2.5.2 Mecanismos del HDAM

2.5.2.1 Mecanismo de calentamiento en la HDAM

En el proceso de calentamiento por microondas, la transferencia de energía se produce por dos mecanismos: rotación dipolar y conducción iónica a través de inversiones de dipolos y desplazamiento de iones cargados presentes en el soluto y el disolvente (Routray & Orsat, 2011).

Eskilsson & Björklund (2000) afirman que en muchas aplicaciones la rotación dipolar y conducción iónica ocurren simultáneamente. La conducción iónica es la migración electroforética de iones cuando se aplica un campo electromagnético, y la resistencia de la solución a este flujo de iones provoca una fricción que calienta la solución. La rotación de dipolo significa la reorganización de dipolos con el campo aplicado.

La transferencia de energía es la principal característica del calentamiento por microondas, tradicionalmente en la transferencia de calor del proceso convencional, la energía se transfiere al material por convección, conducción y fenómenos de radiación a través de la superficie del material externo en presencia de gradientes térmicos. Por el contrario, en la HDAM, la energía de microondas se entrega directamente a los materiales mediante interacciones moleculares con el campo electromagnético a través de la conversión de energía electromagnética en energía térmica (Thostenson & Chou, 1999).

Otro factor importante a considerar es la viscosidad de la matriz sólida, que afecta a su capacidad para absorber energía de microondas porque afecta la rotación molecular. Cuando las moléculas están "bloqueadas en posición" como moléculas viscosas, la movilidad molecular se reduce, lo que dificulta la alineación de las moléculas con el campo de microondas, en consecuencia, las moléculas no pueden rotar. Por lo tanto, el calor producido por la rotación del dipolo disminuye, y considerando el factor de disipación más alto, cuanto mayor sea este factor, más rápido se transferirá el calor al solvente (Kingston & Jassie, 1988).

2.5.2.2 Mecanismo de extracción en HDAM

La aceleración del proceso y el alto rendimiento de extracción pueden ser el resultado de una combinación sinérgica de dos fenómenos de transporte: Gradientes de calor y masa, los que trabajan en la misma dirección. En las extracciones convencionales, la transferencia de masa ocurre desde el interior hacia el exterior, aunque la transferencia de calor ocurre desde el exterior hacia el interior del sustrato, además, aunque en la extracción convencional, el calor se transfiere desde el medio de

calentamiento al interior de la muestra, en la extracción con microondas el calor se disipa uniformemente dentro del medio irradiado (Chemat , Abert-Vian y Zill, 2009).

En el proceso de extracción HDAM la velocidad con la que se condensa el extracto (soluto + solvente) no es una función lineal con el tiempo. La concentración del soluto dentro de la matriz varía, esto trae como consecuencia una condición no estacionaria o inestable. Durante el periodo de interacción entre el soluto que contiene la matriz sólida y el solvente ocurren una serie de sucesos los cuales son: la penetración del solvente en la matriz sólida, la solubilización y/o descomposición de los componentes que contiene la matriz, la salida del solvente que arrastra el soluto hacia el exterior de la matriz, la migración del soluto extraído desde la superficie externa de la matriz sólida hasta la solución disolvente y finalmente la separación del extracto de la matriz sólida (Aguilera, 2003).

Según Majors (2008) muchas fuerzas, como las interacciones fisicoquímicas pueden estar presentes durante la extracción con microondas como las fuerzas de dispersión, difusión intersticial, fuerzas impulsoras e interacciones químicas pueden estar estrechamente relacionadas con las propiedades del disolvente (poder de solubilización, solubilidad en agua, pureza, polaridad, etc.).

2.5.3 Variables que afectan el mecanismo del HDAM

2.5.3.1 Efecto del solvente en la HDAM

Según Veggi et al. (2013) el primer factor que se debe considerar al seleccionar constantes físicas de microondas es el solvente. Es importante seleccionar un solvente con alto poder de extracción e interacción fuerte con la matriz y el analito. Las

moléculas polares y las soluciones iónicas absorben fuertemente la energía microondas debido al momento dipolar permanente, por otro lado, cuando se exponen a microondas los solventes no polares como el hexano no se calientan.

El extractante utilizado para la HDAM tiene un fuerte impacto en el rendimiento, y su elección debe obedecer a las propiedades de absorción de microondas, a las interacciones con la muestra y a la solubilidad de los compuestos de interés. En la extracción sólido-líquido el disolvente o extractante debería tener una alta selectividad hacia los compuestos de interés y excluir componentes de la matriz no deseados, tanto como sea posible. El extractante debe ser compatible con el método analítico que se utilizará para la determinación sin causar efectos tóxicos (o que sea de fácil eliminación en caso sea tóxico) cuando se utiliza con fines nutricionales a escala industrial. Los extractantes óptimos para la HDAM no necesitan coincidir con los utilizados en los procedimientos convencionales, por lo tanto, un disolvente que no absorba radiación de microondas difícilmente puede ser un extractante efectivo a menos que se use en combinación con barras especiales de un fluoropolímero químicamente inerte para absorber la energía de microondas y facilita la transferencia del calor al medio circundante (Luque, Fernández y Linares, 2013).

Según Chen et al. (2008) el factor más importante que afecta el proceso de la HDAM es la selección del solvente. Una elección adecuada del solvente proporcionará un proceso de extracción más eficiente. La selección del solvente depende de la solubilidad de los compuestos de interés, la penetración del solvente, su interacción con la muestra y su constante dieléctrica.

En general, la capacidad del disolvente para absorber la energía de microondas es alta cuando el disolvente presenta una alta constante dieléctrica (Spigno & De Faveri, 2009).

Los disolventes de extracción óptimos no pueden seleccionarse directamente de los utilizados en las extracciones convencionales, depende de la capacidad del disolvente para absorber la energía de microondas y en consecuencia, calentarse (Chan et al., 2011).

Tanto los disolventes polares como los que tienen algún grado de polaridad se pueden usar en la HDAM, por ejemplo el etanol y metanol, que presentan cierto grado polaridad son utilizados debido a su capacidad para absorber microondas (Brachet , Christen y Veuthey, 2002).

Para una extracción más eficiente es recomendable elegir un disolvente con una alta constante dieléctrica y que además tenga un factor de disipación alto para facilitar la distribución del calor a través de la matriz (Luque y Fernández, 2013).

El calentamiento por microondas del agua in situ de la matriz de la muestra hace estallar las glándulas y los receptáculos oleíferos, este proceso libera el aceite esencial que es arrastrado por el agua in situ del material vegetal mediante destilación azeotrópica. El vapor luego pasa a través de un condensador fuera de la cavidad del equipo microondas donde se condensa, el destilado se recoge continuamente en un matraz receptor (Ferhat, Meklati y Chemat, 2007).

Spigno & De Faveri (2009) señalan que la adición de sales a la mezcla también puede aumentar la velocidad de calentamiento por microondas, porque además de la orientación dipolar, la conductividad iónica es el origen principal de la polarización.

El volumen de disolvente debe ser suficiente para garantizar que la muestra completa se sumerja en el disolvente a lo largo de todo el proceso de irradiación de microondas, especialmente cuando se utiliza una matriz que se hinchará durante la extracción (Tatke & Jaiswal, 2011).

El volumen del disolvente es un factor importante a tener en cuenta porque un gran volumen del disolvente de extracción significa más energía y tiempo para condensar la solución de extracción (Eskilsson, Björklund, Mathiasson, Karlsson , Torstensson, 1999).

2.5.3.2 Efecto del tiempo en la HDAM

En el proceso de HDAM el período de calentamiento es otro factor importante a considerar. Los tiempos de extracción en la HDAM son muy cortos en comparación con las técnicas convencionales y generalmente varían de media hora a unos minutos, evitando la posible degradación térmica, el sobrecalentamiento y la oxidación (Al-Harahshed & Kingman, 2004; Chan et al., 2011).

El mayor tiempo de extracción generalmente tiende a aumentar el rendimiento de extracción, sin embargo, se encontró que este aumento era muy pequeño con un tiempo más prolongado (Wang et al.,2008).

El tiempo en el que actúa la irradiación también está influenciado por las propiedades dieléctricas del disolvente. Los solventes como el agua, el etanol y el metanol pueden calentarse tremendamente con una exposición más prolongada, poniendo en riesgo el futuro de los componentes termolábiles (Mandal et al., 2007).

Xiao, Han y Shi (2008) señalan que cuando se requiere un mayor tiempo de extracción, las muestras se deben extraer en múltiples pasos utilizando ciclos de extracción consecutivos, que también son un ejemplo del uso de una mayor cantidad de solvente y un mayor tiempo de aplicación de microondas.

En el trabajo de Chen et al. (2008) se observó que la extracción de saponinas triterpenoides de *Ganoderma atrum* alcanzó su máximo rendimiento a los 20 minutos; después de este tiempo, los compuestos de interés se degradaron debido a la larga exposición.

2.5.3.3 Efecto de la potencia y temperatura de extracción en la HDAM

La potencia y la temperatura de microondas están interrelacionadas porque la alta potencia de microondas puede elevar la temperatura del sistema y dar como resultado un mayor rendimiento de extracción (Yan et al., 2010).

Cuando en la HDAM se alcanzan altas temperaturas, la capacidad de disolución del solvente aumenta debido a una caída en la viscosidad y la tensión superficial, lo que facilita que el solvente solubilice los solutos y mejora la humectación y penetración de la matriz (Li et al., 2010; Khajeh, Akbari y Sanchooli, 2009).

Routray & Orsat (2011) afirman que la eficiencia aumenta con el aumento de la temperatura hasta que se alcanza una temperatura óptima y luego la eficiencia comienza a disminuir con el aumento de la temperatura, esto sucede porque la selección de la temperatura de extracción ideal está directamente relacionada con la estabilidad y, por lo tanto, con el rendimiento de extracción.

La potencia de microondas está directamente relacionada con la cantidad de muestra y el tiempo de extracción requerido. Sin embargo, la energía brindada por los microondas proporciona calentamiento localizado en la muestra, que actúa como una fuerza motriz para que el efecto del calor destruya la matriz de la muestra de modo que el soluto pueda difundirse y disolverse en el solvente. Por lo tanto, al aumentar la potencia generalmente mejorará el rendimiento de extracción y dará como resultado un tiempo de extracción más corto (Hu, Cai y Liang, 2008; Chan et al., 2011).

La alta potencia de microondas podría causar degradación de compuestos térmicamente sensibles, además la ruptura rápida de la pared celular tiene lugar a una temperatura más alta cuando se utiliza una potencia mayor, y como resultado, las impurezas también se pueden extraer junto con el soluto que se desea (Mandal et al., 2007).

Eskilsson et al., (2000) afirma que es importante seleccionar correctamente la potencia en la HDAM para minimizar el tiempo de extracción y evitar una elevación brusca en la temperatura durante la extracción.

Alfaro, Belanger, Padilla y Pare (2003) dieron a conocer un término que crearon para estudiar el efecto de la potencia de microondas en la HDAM que es la **densidad de energía**, definida como la energía de irradiación de microondas por unidad de volumen de disolvente para una unidad de tiempo dada (W/ml).

Raner, Strauss, Vyskoc y Mokbel (1993) informaron que la variación de potencia de 500 a 1000 W no tuvo un efecto significativo en el rendimiento de los flavonoides. La disminución en la calidad de extracción se encontró a temperaturas superiores a 110 ° C debido a la inestabilidad de los flavonoides y la consecuente degradación térmica.

Song, Li, Liu y Zhang (2011) afirman que una mayor potencia de microondas puede conducir a la degradación térmica de los fenoles cuando es superior a 350 W.

2.5.3.4 Efecto de la superficie de contacto con el agua

Se sabe que en un área con superficie de contacto mayor ofrece una mayor eficacia de extracción, además, las partículas más finas permiten una penetración más profunda del microondas (Huie, 2002).

En algunos casos, el remojo del material vegetal seco en el disolvente de extracción antes de la HDAM ha dado como resultado un rendimiento mejorado (Mandal et al., 2007).

Wang & Weller (2006) señalan que en muchos casos, el rendimiento de la extracción mejora con la humedad de la matriz, que actúa como disolvente. La

humedad en la matriz se calienta, se evapora y genera presión interna en la célula, que rompe la célula para liberar los solutos, lo que mejora el rendimiento de la extracción.

2.5.4. Comparación entre la HDAM con otros métodos de extracción

2.5.4.1 HDAM vs Extracción Con Soxhlet

Los estudios demuestran que la HDAM permite la reducción del tiempo y el consumo de solventes, así como la mejora en el rendimiento global (Kaufmann, Christen y Veuthey, 2001)

Kaufmann et al., (2001) en un estudio de extracción de withanólidos (compuestos químicos de interés) de *Iochroma gesneroides*, comparó los métodos de HDAM y extracción con soxhlet, mostró una reducción drástica en el uso de disolvente (5 frente a 100 ml) y en el tiempo de extracción (40 segundos frente a 6 horas) respectivamente.

Pan, Niu y Liu (2002) mostraron un estudio que concluyó que la misma cantidad y calidad de aceite esencial de tanshinonas (compuestos químicos de interés) de *Salvia miltiorrhiza bunge* se obtuvo con 2 minutos de HDAM y 90 min de Soxhlet.

Se obtuvo un rendimiento mayor cuando se extrajo artemisinina (compuestos químicos de interés) de *Artemisia annua* L. por HDAM; en 12 min, el 92.1% de la artemisinina fue recuperada por HDAM, mientras que Soxhlet necesitó varias horas para alcanzar solo un 60% de eficiencia de extracción (Hao, Han, Huang, Xue y Deng, 2002).

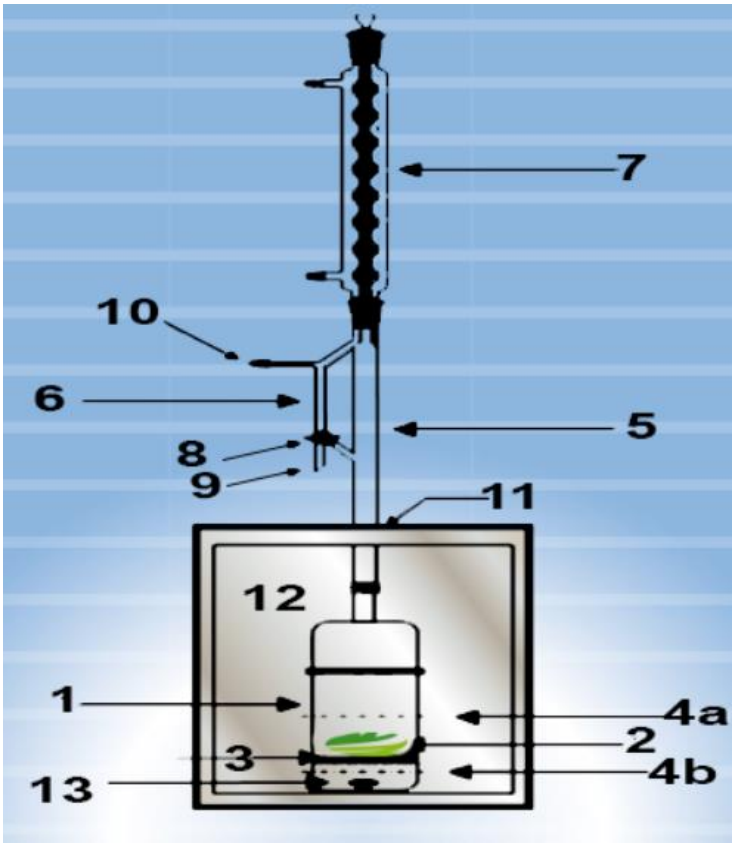


Figura 20. Un extractor Soxhlet integrado en microondas (SIM). 1 envase, 2 muestras sólidas, 3 soportes internos, disolvente 4a (en una cantidad suficiente para sumergir el material sólido), 4b el nivel del disolvente se reduce por debajo de la muestra, 5 tubos de extracción, 6 brazos laterales, 7 condensadores, 8 válvulas, 9 y 10 salidas, 11 superficies superiores, 12 hornos microondas, 13 agitador magnético. Tomado de *New microwave-integrated Soxhlet extraction. An advantageous tool for the extraction of lipids from food products* (p.140), por Virot, Tomao, Colnagui, Visinoni y Chemat, 2007, Journal of Chromatography A, *1174* (1-2)

2.5.4.2 HDAM vs EFS

En la EFS, así como en otros métodos de extracción los rendimientos de extracción no son tan altos como en la HDAM (Eskilsson & Björklund, 2000).

Según Stalikas (2007) en la HDAM no es recomendable el secado de las muestras, por el contrario, en la EFS esto resultaría beneficioso para la extracción.

Según Wang (2010) desde el punto de vista económico, la HDAM es factible, ya que requiere un costo moderado para la configuración del equipo y es mucho más barato en comparación con EFS.

La HDAM tiene pocos riesgos y no hay problemas de seguridad importantes ya que la mayoría de las extracciones generalmente se llevan a cabo bajo condiciones atmosféricas (Chan, Yusoff, Ngoh y Kung, 2011).

Grigonis, Venskutonis, Sivik, Sandahl y Eskilsson (2005) compararon la HDAM con EFS y el método Soxhlet en la extracción de aceites esenciales de *Hierochloe odorata;* el extracto con el compuesto de interés más concentrado se logró con la HDAM (8,15% de 5,8-dihidroxicumarina) con un rendimiento de 0,42%, además, solo se requirió 5 minutos para obtener el mayor rendimiento de saponinas triterpenoides (con un rendimiento de 0,968%), mientras que la EFS requirió varias horas o incluso más de 10 horas y el resultado fue un rendimiento más bajo.

2.5.4.3 HDAM VS EAU

La combinación de sonicación y microondas se estudió para la extracción de lípidos vegetales. Se probó la ultrasonicación sola, la irradiación de microondas sola y una combinación de ambas técnicas. La combinación de los dos métodos mostraron excelentes eficiencias de extracción en términos de rendimiento y tiempo, con una reducción de hasta diez veces mayor del tiempo necesario con métodos convencionales y un aumento de los rendimientos del 50% al 500% (Cravotto et al., 2008).

La HDAM posee una mayor eficiencia (11,62%) para la extracción de saponinas triterpénicas de cuerno amarillo (*Xanthoceras sorbifolia Bunge*) en comparación con la EAU (6,78%) (Li et al., 2010).

2.5.4.4 HD VS HDAM

La técnica de la HDAM es más efectiva en cuanto a la extracción de metabolitos secundarios volátiles (como los compuestos oxigenados) que la **HD**, la primera presenta algunas ventajas: menor tiempo de extracción, calentamiento mucho más efectivo y menor tamaño del equipo. Los microondas involucran un flujo de calor más eficiente en comparación con los métodos clásicos de calentamiento conductivo, los microondas calientan toda la muestra simultánea y uniformemente lo cual genera un ahorro de energía (Golmakani y Rezaei, 2008).

La transferencia de energía es la principal característica del calentamiento por microondas, tradicionalmente en la transferencia de calor en la HD, la energía se transfiere al material por convección, conducción y radiación a través de la superficie del material externo en presencia de gradientes térmicos, por el contrario en la HDAM la energía de microondas se entrega directamente a los materiales mediante interacciones moleculares con el campo electromagnético a través de conversiones de energía electromagnética en energía térmica (Veggi, Martinez y Mireles, 2013).

Sahraoui, et al. (2008) estudiaron la comparación entre la destilación al vapor (DV) y la destilación al vapor asistida con microondas (DVAM) en flores de lavanda. El tiempo de extracción con DVAM solo duró 6 minutos y con DV duró 30 minutos, cabe resaltar que para ambos casos se obtuvo un valor de rendimiento igual a 2.7± 1

%, el consumo de energía fue de 0.3 kWh / g de aceite esencial, para la DV y 0.05 kWh / g de aceite esencial, para la DVAM.

Ferhat, Meklati, Smadja y Chemat (2006) afirman según los resultados obtenidos en su estudio que la mayor proporción de compuestos oxigenados en aceites esenciales de cáscara de naranja fue superior en la HDAM que en la HD obteniéndose 11.7% y 7.9 % respectivamente, afirma también que esto se debe probablemente a la disminución de los efectos hidrolíticos en comparación con la HD que usa gran cantidad de agua y consume mayor cantidad de energía.

2.6 HDAM Y SU IMPACTO AL MEDIO AMBIENTE

2.6.1 Costo, Energía y Problemas Ambientales

El costo reducido de extracción de aceites esenciales es una ventaja indudable para el método de microondas propuestos en términos de energía y tiempo (Chemat, Abert-Vian y Fernández, 2011).

Las investigaciones de Farhat et al. (2011), quienes indican que, para obtener 1 kWh de carbón o combustible, se inyectarán 800 g de CO_2 en la atmósfera durante la combustión de combustible fósil, esto se muestra en la ***figura 21.***

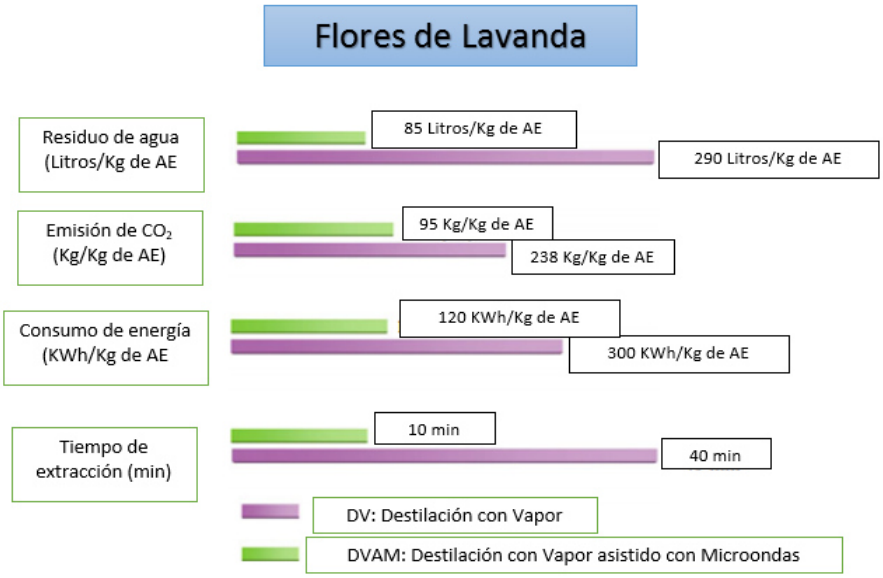


Figura 21. Comparación de la DVAM y la DV para la extracción de flores de lavanda con un rendimiento de aceite esencial idéntico. Tomado de *Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds* (p.65), por Chemat, Abert-Vian y Fernández, 2011, Springer.

Muchos estudios demuestran que la HDAM ofrece mayores rendimientos, citando un caso en particular, el rendimiento final del aceite obtenido a partir de cáscaras de naranja fue de 0,42 ± 0,02% para el caso de HDAM y 0,39 ± 0,02% por HD (Ferhat et al., 2006).

Estudios comprueban que la cantidad de liberación del CO_2 rechazada a la atmósfera para el caso de la DV fue de 240 g de CO_2 / g de AE, para el caso de la DVAM fue de 40 g de CO_2 / g de AE, estos cálculos se han realizado sobre la base de los siguientes supuestos: para obtener 1 kWh del carbón o combustible, se rechazaron 800 g de CO_2 a la atmósfera durante la combustión de combustible fósil (Sahraoui, et al. 2008).

Según Ferhat, Meklati y Chemat (2007) el impacto ambiental es mucho mayor cuando se usan calderas como generadores de vapor en el caso de la hidrodestilación,

las cuales a través de la quema de combustible contribuyen a la contaminación atmosférica. La incorporación de microondas proporciona un aceite esencial más valioso con altas cantidades de compuestos oxigenados.

Golmakani y Rezaei (2008) afirman que la radiación con microondas mejora la calidad de los aceites esenciales y reducen los costos de operación.

La energía que los microondas aportan en la HDAM calienta de manera localizada a la muestra, de forma que la radiación actúa como una fuerza motriz que destruye la matriz del material vegetal, de esta forma el aceite esencial puede difundirse y ser arrastrado por el vapor, en conclusión, al aumentar la potencia habrá un mayor rendimiento de extracción y un menor tiempo empleado (Hu, Cai y Liang, 2008; Chan et al., 2011).

2.6.2 Escalamiento industrial

Un reactor de microondas de nivel industrial tal como se muestra en la ***figura 22*** debe producir los mismos cambios en la materia prima que un microondas de laboratorio, estas tareas son complejas y difíciles de lograr para un aparato de microondas industrial debido a la poca reproducibilidad que posee. Para la aplicación de esta tecnología se debe tener en cuenta aspectos como como la seguridad industrial, la corrosión, el tiempo de actividad y los intervalos de mantenimiento, además que a gran escala la penetración de los microondas podría ser de baja profundidad (Li, Radoiu, Fabiano-Tixier y Chemat, 2013)

Li et al. (2013) nos dice que el uso de los microondas es una tecnología probada, que en estas últimas décadas se ha tratado de desarrollar, por la principal ventaja que el calentamiento con este sistema es homogéneo, además presenta otros beneficios los cuales son:

- Un acortamiento en el tiempo de producción de hasta 75–80%.
- Ahorro de energía en comparación con los métodos tradicionales con un rango de 25 a 50 %.
- Menor tiempo tanto para el llenado como para el vaciado.
- Menor costo de producción debido a la disminución de pérdidas y desperdicios en la producción
- Disminución en la emisión de CO_2 al ambiente.
- Fácil mantenimiento y en menor tiempo



Figura 22. Reactor discontinuo asistido por microondas. Tomado de *Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds* (p.214), por Li, Radoiu, Fabiano-Tixier y Chemat, 2013, Springer.

III. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 LUGAR DE EJECUCION

En los ambientes de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos y la Universidad Nacional de Ingeniería se realizaron los siguientes ensayos:

- Extracción del aceite esencial en el *Laboratorio de Ciencia de los Alimentos* y el *Laboratorio de Microbiología* de la E.A.P. de Ingeniería Agroindustrial UNMSM.
- Determinación del índice de refracción en el *Laboratorio de Fisicoquímica* de la Facultad de Química e Ingeniería Química UNMSM.
- Determinación de compuestos en aceites esenciales en el *Laboratorio Labicer* de la Facultad de Ciencias de la UNI.

3.2 MATERIA PRIMA

3.2.1 Recolección

La materia prima utilizada en este estudio fue cáscara de naranja (*Citrus sinensis* Var. Valencia) fresca y recién cortada en forma de tiras; procedente del distrito de Perené, provincia de Chanchamayo, departamento de Junín.

3.2.2 Cortado

Las cáscaras se cortaron en pequeños trozos de aproximadamente 2.5 cm de largo.



Figura 23. Materia prima en trozos y tiras

3.3 MATERIALES Y EQUIPO

3.3.1 Equipos eléctricos

- microondas doméstico digital Royal P90D23AL - Q6
- refrigeradora
- balanza analítica Acculab modelo ALC-210.4
- vatímetro digital
- refractómetro de mesa ABBE analógico

3.3.2 Materiales de Vidrio

- probeta de 100 y 5 mL
- balón de destilación de 2 bocas (500 mL)
- acople con cabeza de destilación
- condensador Liebig de 30cm de largo

- codo
- pera de decantación de 500 mL
- frascos ámbar.
- picnómetro de 10 mL
- termómetro de alcohol (-10 a 110°C)

3.3.3 Material Diverso.

- cuchillos
- tabla de picar
- dos soportes universales
- manguera de hule

3.3.4 Insumos

- cáscara de naranja
- agua destilada

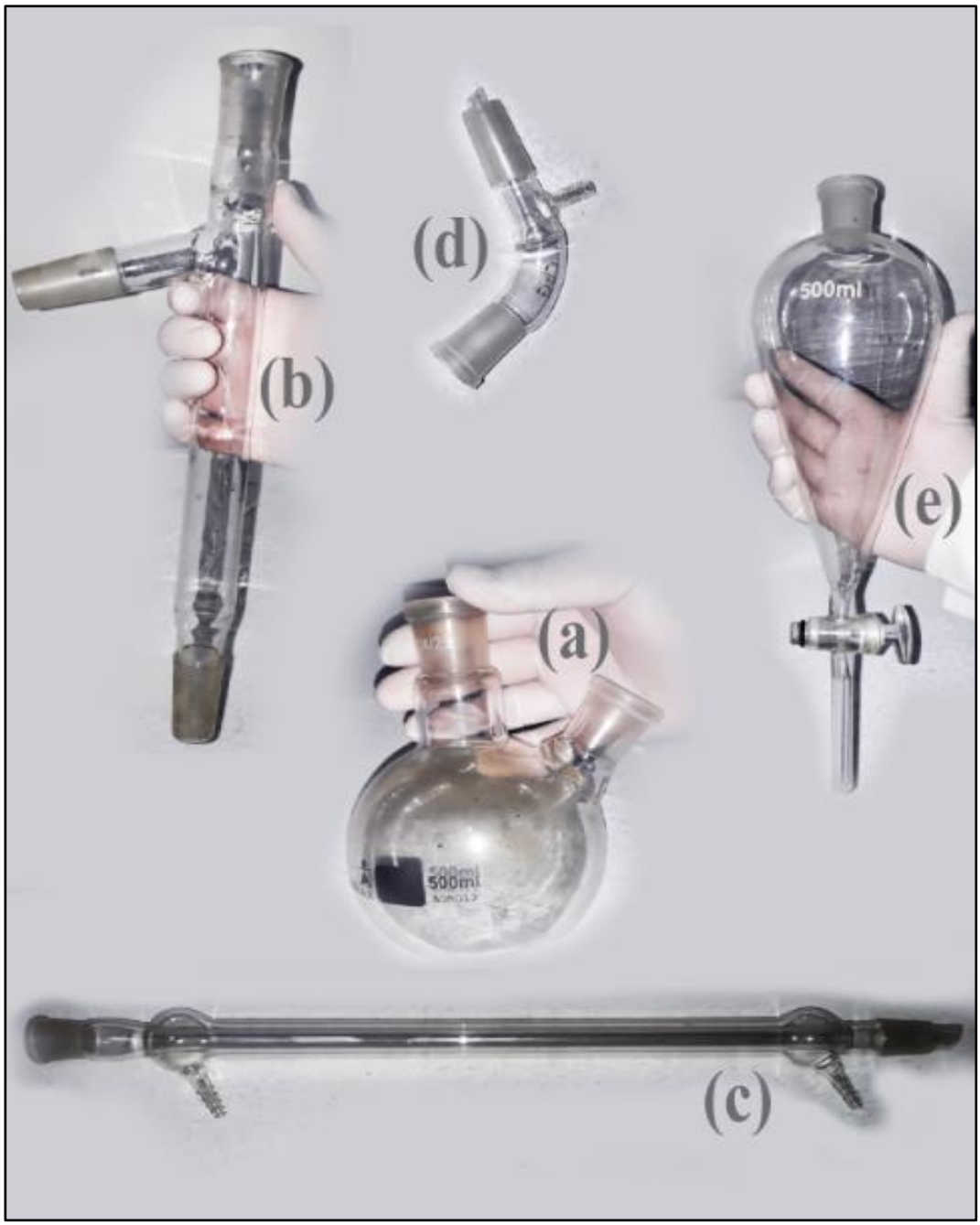


Figura 24. Componentes del hidrodestilador. (a) Balón de destilación, (b) acople con cabeza de destilación, (c) condensador Liebig de 30cm de largo, (d) codo, (e) pera de decantación de 500 ml.

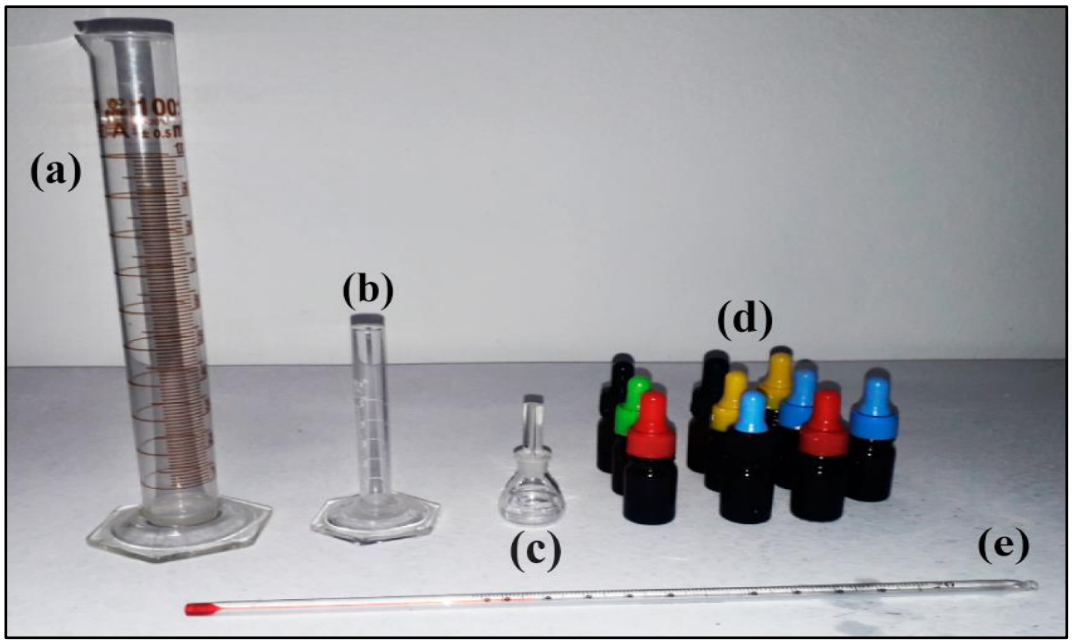


Figura 25. Otros materiales de vidrio. (a) Probeta de 100ml, (b) probeta de 5ml, (c) picnómetro de 10 ml, (d) frascos ámbar de 5mL.

3.4 ADAPTACIÓN Y PUESTA EN MARCHA DEL EQUIPO DE HDAM

3.4.1 Adaptación del equipo de microondas

Para la construcción del sistema experimental, en primer lugar, se modificó un microondas doméstico digital Royal P90D23AL - Q6 perforando su cara superior con un taladro acoplado a un sacabocado de ¾", luego retiró de la parte inferior del microondas el trébol giratorio, conservándose el carrusel y el plato.

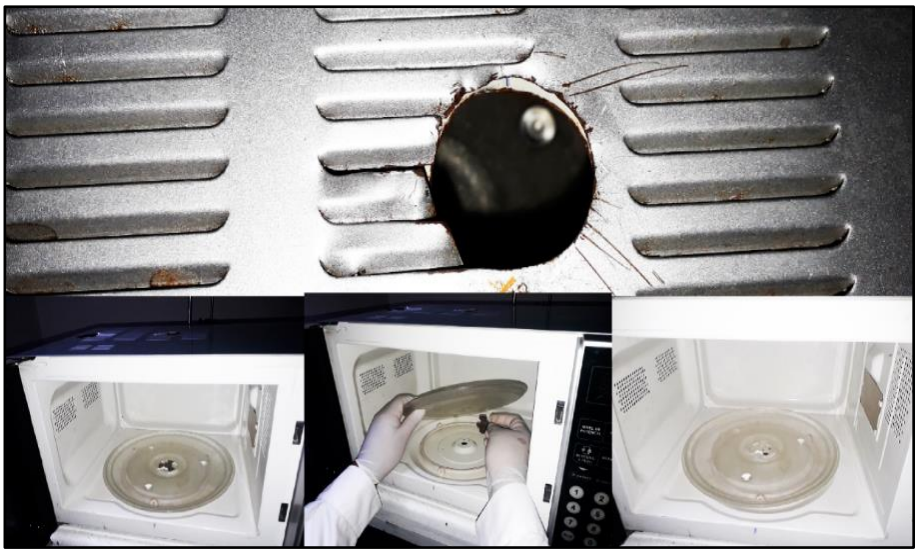


Figura 26. Perforación en la cara superior y retiro del trébol giratorio

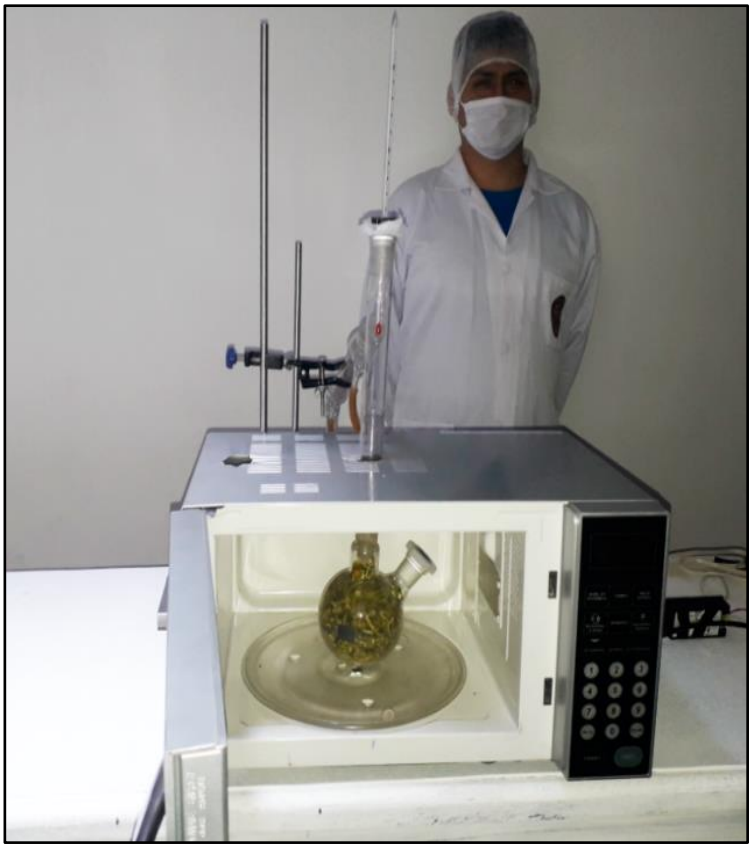


Figura 27. Vista en perspectiva del equipo de HDAM

3.4.2 Configuración del sistema de HDAM

Dentro del compartimento del microondas se colocó al balón de destilación de dos bocas de 500 ml de capacidad; desde la boca central se acopló a la cabeza de destilación, y a esta un condensador Liebig de 30 cm, el cual a través de un codo se comunicaba con una pera de decantación; por otra parte, la segunda boca del balón permaneció tapada todo el tiempo, ya que no fue utilizada, además se acopló un termómetro de alcohol en la parte superior de la cabeza de destilación para el registro de la temperatura.

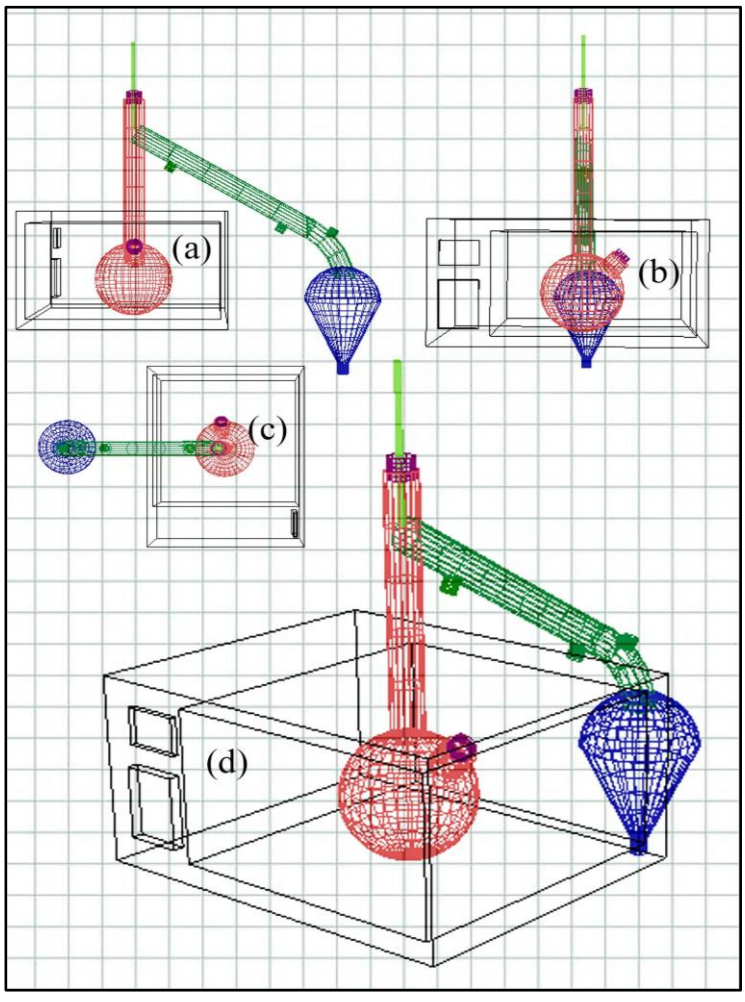


Figura 28. Equipo de HDAM en planos. (a) Vista lateral, (b) vista frontal, (c) vista superior, (d) vista perspectiva.

3.4.3 Cribado de factores o *screening*

Con la finalidad de comprender el comportamiento del sistema de **HDAM** ante los factores *Nivel de potencia* y *Tiempo de extracción*, se realizó un ***screening*** en el que se probaron los *Niveles de potencia* del 1 al 10 en combinación y los *Tiempos de extracción* 5,10,15,20,15 y 30 minutos, como se puede observar en la ***tabla 8***. Los tratamientos se realizaron por triplicado y se registraron los datos de los rendimientos obtenidos en cada ensayo, como se puede observar en la ***tabla 9***.

El factor *Nivel de potencia* es una magnitud adimensional, por lo que no está expresada en unidades de potencia (W), sin embargo, es un indicador de la cantidad de radiación utilizada en cada tratamiento; cada nivel de potencia se corresponde con un múltiplo de 90W, así al Nivel de potencia 1 le correspondería 90 W de radiación y al Nivel de potencia 10, 900 W.

Tabla 8.

Cribado de factores o screening.

Nivel de	***Tiempo de exposición (minutos)***					
potencia	***5***	***10***	***15***	***20***	***25***	***30***
1	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6
2	T_7	T_8	T_9	T_{10}	T_{11}	T_{12}
3	T_{13}	T_{14}	T_{15}	T_{16}	T_{17}	T_{18}
4	T_{19}	T_{20}	T_{21}	T_{22}	T_{23}	T_{24}
5	T_{25}	T_{26}	T_{27}	T_{28}	T_{29}	T_{30}
6	T_{31}	T_{32}	T_{33}	T_{34}	T_{35}	T_{36}
7	T_{37}	T_{38}	T_{39}	T_{40}	T_{41}	T_{42}
8	T_{43}	T_{44}	T_{45}	T_{46}	T_{47}	T_{48}
9	T_{49}	T_{50}	T_{51}	T_{52}	T_{53}	T_{54}
10	T_{55}	T_{56}	T_{57}	T_{58}	T_{59}	T_{60}

3.4.4 Puesta en marcha

Consistió en los siguientes pasos para cada tratamiento:

- Antes del ensayo
    - Pesado de la materia prima (200g).
    - Introducción de la materia prima en el balón.
    - Se añadió 100ml de agua destilada en el balón.
    - Acoplamiento de los demás elementos del hidrodestilador al balón.

- Encendido del vatímetro digital.
- Encendido el equipo microondas y configuración del *Nivel de potencia* y *Tiempo de extracción* correspondiente al tratamiento.

- Durante el ensayo
  - Registro de la temperatura en la cabeza de destilación.
  - Registro de los *Umbrales de extracción*.

- Después del ensayo
  - Drenado del agua excedente en la pera de decantación.
  - Recolección del aceite esencial con una probeta de 5ml.
  - Determinación del volumen del aceite esencial extraído.
  - Determinación del consumo energético del equipo microondas.

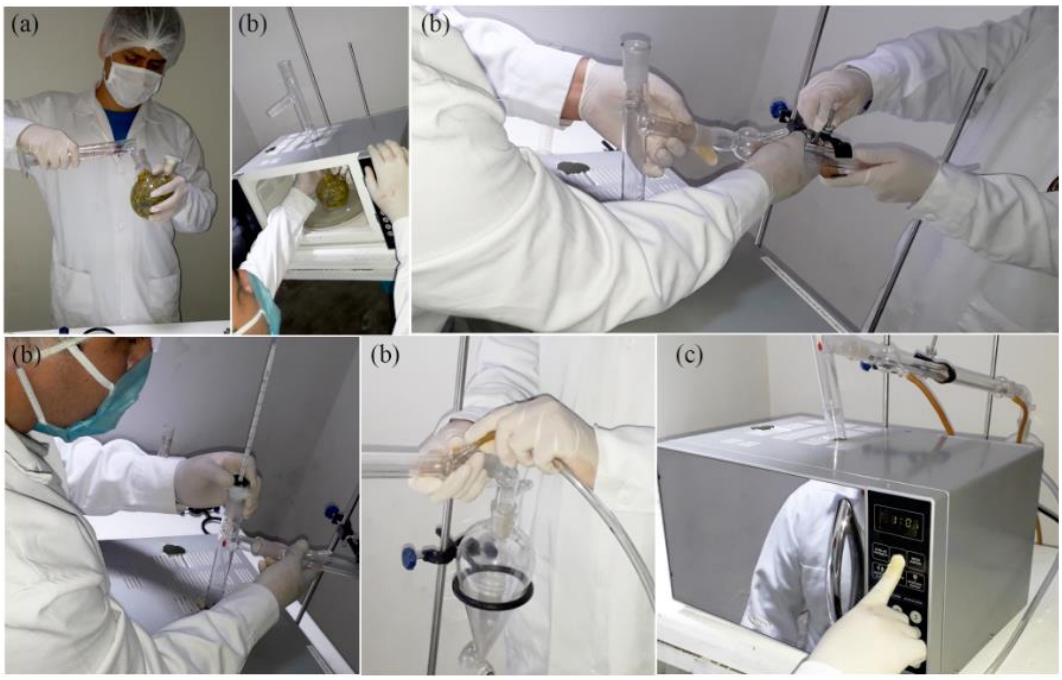


Figura 29. Actividades previas a la puesta en marcha. (a) Vertido de agua destilada en el balón con materia prima, (b) Acoplamiento de los componentes del hidrodestilador, (c) encendido del equipo microondas.

3.5 ANÁLISIS ENERGÉTICO

Para el análisis energético definieron los siguientes términos:

- **Potencia eléctrica consumida** hace referencia al consumo eléctrico demandado por el equipo de microondas.
- **Potencia según el fabricante** hace referencia a la potencia que se indica en la pantalla del microondas al momento de elegir el *Nivel de potencia*.
- **Potencia efectiva** hace referencia a la cantidad de radiación aprovechada en la HDAM, siendo esta absorbida por el agua in situ de los compartimientos oleosos, permitiendo su evaporación y con esto el estallido de los dichos comportamientos debido al aumento de presión interna.
- **Eficiencia del equipo** es el porcentaje de la *Potencia eléctrica consumida* que se logró convertir en energía radiante, tomando como referencia a la *Potencia según el fabricante.*
- **Eficiencia de operación** es el porcentaje de la *Potencia eléctrica consumida* que se logró convertir en energía radiante, tomando como referencia a la *Potencia efectiva.*

3.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Todos los experimentos y medidas se llevaron a cabo triplicado y se reportaron como la media ± la desviación estándar.

La evaluación del diseño experimental **factorial multinivel 3^2** se realizó con el software Statgraphics Centurion XVI versión 16.1.18.

3.7 MÉTODOS DE ANÁLISIS

3.7.1 Determinación de los umbrales de extracción

En la presente investigación se definió como *umbral de extracción*, al tiempo en minutos en el que se recolecto la primera gota de aceite esencial condensada en la pera de decantación.

3.7.2 Determinación de la densidad relativa del aceite esencial

La *densidad relativa* del aceite esencial se realizó en conformidad con la Norma Técnica Peruana **NTP 319.075: 1974** (Anexo 11).



Figura 30. Pesado de 10 ml de aceite esencial

3.7.3 Determinación del rendimiento de la extracción de aceite esencial

El rendimiento de la extracción es el valor porcentual que representa la masa del aceite esencial extraído en relación a la masa de la materia prima.

$$R = \frac{\rho_{20}.V}{p}.100\% \left[R(\%) = \frac{(masa\ de\ aceite)}{(masa\ de\ materia\ prima)}\right] \qquad \textbf{(Ec.3)}$$

Donde:

R: rendimiento

V: volumen del aceite esencial (ml)

ρ: densidad del aceite esencial(g/ml)

p: masa de la materia prima (g)

3.7.4 Determinación del Índice de Refracción

La determinación del Índice de Refracción se realizó según la Norma Técnica Peruana **NTP 319.084: 1984** (Anexo 12).



Figura 31. Determinación del índice de refracción. (a) Selección del frasco, (b) colocando una gota de aceite esencial colocada en el prisma de refracción, (c) gota colocada en el prisma de refracción, (d) utilizando el ajuste de dispersión y observando por el ocular, (e) lectura del índice de refracción.

3.7.5 Determinación del consumo eléctrico del equipo microondas

Para la determinación del consumo eléctrico del equipo de microondas se utilizó un *vatímetro digital*. La instalación de este equipo se realizó de la siguiente manera:

a. Se cortó la cubierta del cable de suministro eléctrico.

b. Se cortó uno de los 2 cables conductores.

c. Se unió las dos partes del cable conductor cortado con cinta aislante, pero pasando por el toroide.

Los valores obtenidos fueron expresados en watt hora (Wh).



Figura 32. Toroide del vatímetro digital.

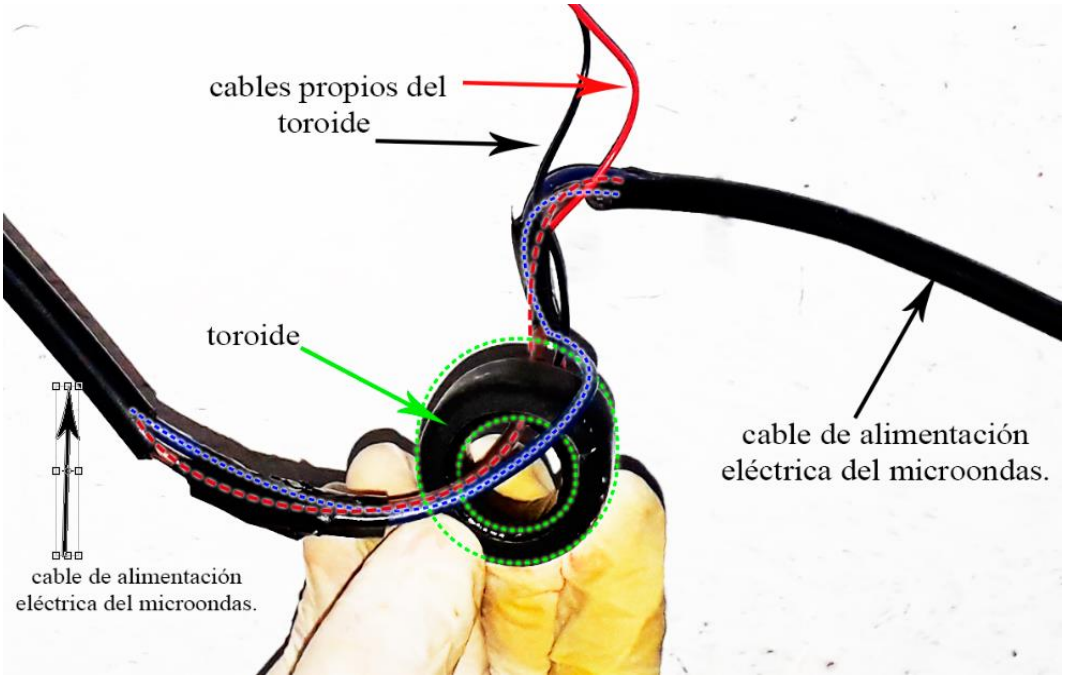


Figura 33. Vatímetro digital.

3.7.6 Determinación de la Potencia efectiva

Para la determinación de la *Potencia efectiva* se utilizó la siguiente ecuación:

$$Q = \frac{Ce.m.\Delta T}{t} \qquad \textbf{(Ec.4)}$$

Donde:

Q: potencia efectiva (W)

Ce: calor específico del agua ($\frac{kJ}{g°C}$)

m: masa de la materia prima (g)

△T: incremento de temperatura (°C)

t: tiempo de operación

Para la determinación de la *Potencia efectiva* en función del *Tiempo de extracción* se utilizó la siguiente ecuación:

$$Q_t = Q.\frac{TE}{60} \qquad \text{(Ec.4)}$$

Q_t: potencia efectiva en función del tiempo de extracción (kWh)

Q: potencia efectiva (kW)

TE: tiempo de extracción (minutos)

3.7.7 Selección del aceite esencial de extracción óptima (AEO)

Para en análisis cromatográfico y caracterización fisicoquímica previamente se seleccionó al tratamiento del que se obtenga el aceite esencial más conveniente, el

cual llamaremos *Aceite esencial de extracción optima* **(AEO)**. El tratamiento seleccionado debe ofrecer con las siguientes características:

- **Mayor rendimiento**.
- **Menor tiempo de extracción.**
- **Mayor índice de refracción**
- **Menor costo de consumo eléctrico.**

3.7.8 Análisis cromatográfico del AEO

La composición cualitativa y cuantitativa de los componentes obtenidos se determinaron mediante la técnica instrumental de Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de Masa (GC/MS)

Para el análisis por inyección Headspace (HS) la muestra de aceite esencial se secó con sulfato de sodio anhidro y se filtró usando un filtro de jeringa de 0.45 μm, luego se tomaron 200 μl de la muestra filtrada y se colocaron en el vial de HS de 20 ml. El vial HS se colocó inmediatamente en el auto muestreador del GCMS para su lectura.

IV RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1. PREPARACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

La materia prima se recepcionó fresca cortada en tiras, no se le sometió a ningún tratamiento de secado previo, con el fin de conservar su contenido inicial de agua interna.

Wang & Weller (2006) indican que el agua interna contenida en las estructuras vegetales beneficia a la extracción del aceite esencial debido a que esta se evapora a causa del calentamiento, aumentando la presión interna, rompiendo los compartimentos oleosos y permitiendo la liberación del aceite esencial. Debido a esto se prefirió utilizar muestras frescas.

Ferhat et al. (2007) indican que el calentamiento por microondas del agua in situ dentro del material vegetal hace estallar las glándulas que contienen aceite esencial, siendo liberado por este proceso.

La *figura 34* se elaboró tomando como base las investigaciones de los dos últimos autores; en la ***figura 34(a)*** se puede observar que las glándulas oleosas contienen en su interior moléculas de agua y aceite esencial, además se representa la absorción de las microondas por las moléculas de agua in situ; en la ***figura 34(b)*** se representa el estallido de la glándula oleosa liberando el aceite esencial y el agua in situ, los cuales serán abordados por el agua externa (100ml de agua destilada que se añadieron al balón) en estado de vapor.

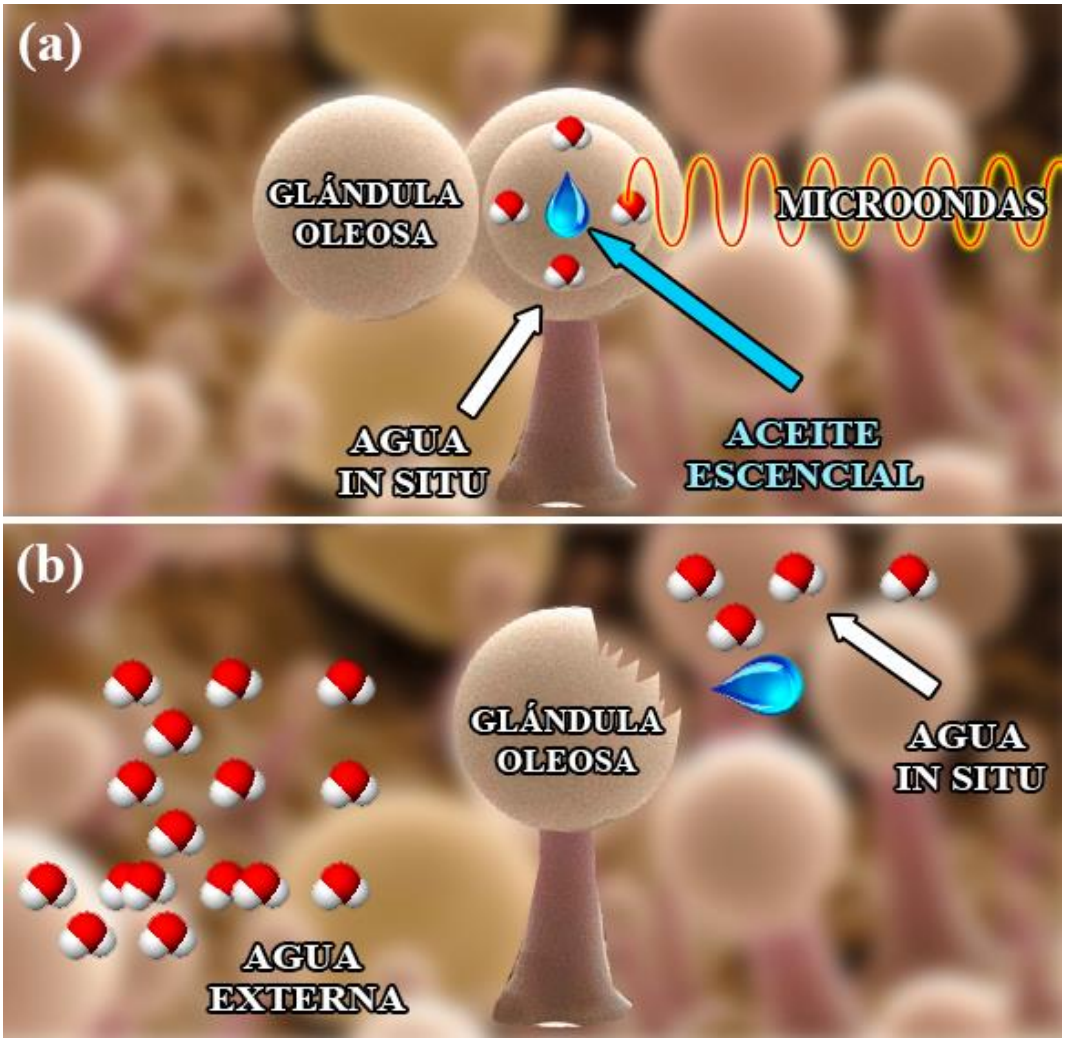


Figura 34. Representación simplificada de la HDAM a escala microscópica.

cortadas en trozos de 2.5 cm x 1 cm, con lo cual se logró introducir hasta 200 g de cascara en el balón, superando por mucho los 50 g que se lograba como máximo al introducirlas en forma de tiras, además que esto facilitaba en gran medida el retiro de las cáscaras del balón durante su lavado, como se observa en la ***figura 35***, ya que las cáscaras en forma de tiras tenían una tendencia a aglomerarse en la boca del balón, dificultando su lavado.



Figura 35. Lavado del balón.

4.2 ELECCIÓN DEL SOLVENTE

En la elección del solvente se tuvo como candidatos al agua destilada, etanol y solventes apolares. Se tomaron en cuenta los siguientes puntos:

- El etanol y los solventes apolares al ser sustancias miscibles con el aceite esencial dificultarían su separación.
- El agua al ser una sustancia polar es inmiscible con el aceite esencial (como se observa en la ***figura 36*** y ***37***), lo que facilita en gran medida su separación.
- Según la ***tabla 7*** el agua es el solvente con mayor **tan δ** (9.889) lo que lo hace el solvente más eficiente para convertir la energía de microondas en energía térmica.
- Las glándulas oleosas contienen agua in situ.
- Es más sencillo manipular agua destilada que otro tipo de solvente.

Por lo expuesto anteriormente se eligió al agua destilada como solvente para realizar los ensayos.

Uno de los factores más importantes para la **HDAM** es la correcta elección del solvente, un solvente adecuado proporcionará a la extracción una mayor eficiencia. La elección del solvente va a depender de la solubilidad de los compuestos de interés que se quiere extraer, dependerá también de la penetración del solvente a la matriz y su interacción con esta misma (Chen et al., 2008).

Mandal et al. (2007) mencionan que una sustancia con una alta pérdida dieléctrica (ε") combinada con un moderado valor de constante dieléctrica (ε') permite la conversión de la energía microondas en energía térmica.

Chan et al. (2011) señalan que no se puede tomar como referencia los métodos convencionales de extracción para seleccionar el solvente, ya que la elección del solvente depende de la capacidad para absorber la energía microondas y de esta forma poder calentarse.

Los disolventes polares como los que tienen algún grado de polaridad se pueden calentar por microondas, el agua es un compuesto polar que absorbe de manera efectiva la energía microondas, otro solvente que podría ser usado es el etanol que también puede ser calentado por la energía microondas (Brachet et al., 2002).

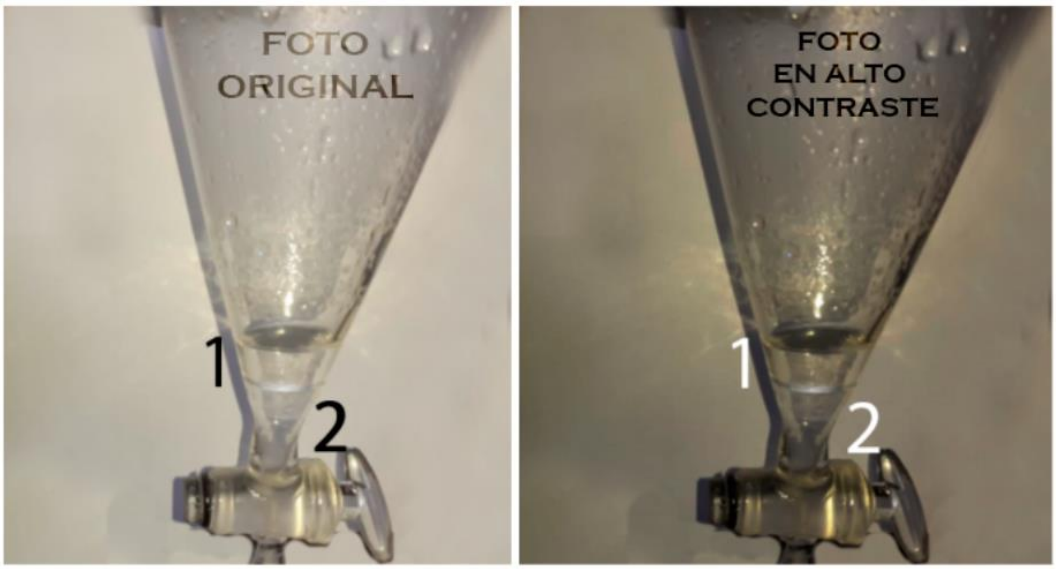


Figura 36. Fases formadas en la pera de decantación entre el aceite (superior) y el agua (inferior).



Figura 37. Fase formada en la probeta entre el aceite (superior) y el agua (inferior)

4.3 EFECTO DEL VOLUMEN DE AGUA DESTILADA EN LA HDAM

Durante las pruebas preliminares se trabajó con diferentes volúmenes de extracción, en las cuales se determinó que a volúmenes superiores a 100 ml el sistema colapsaba, por lo que no se podía continuar con el experimento porque las cáscaras contenidas en el balón subían por el acople haciendo inestable el ensayo (como se observa en la ***figura 38***). En consecuencia, se optó por trabajar con 100 mL de agua destilada.

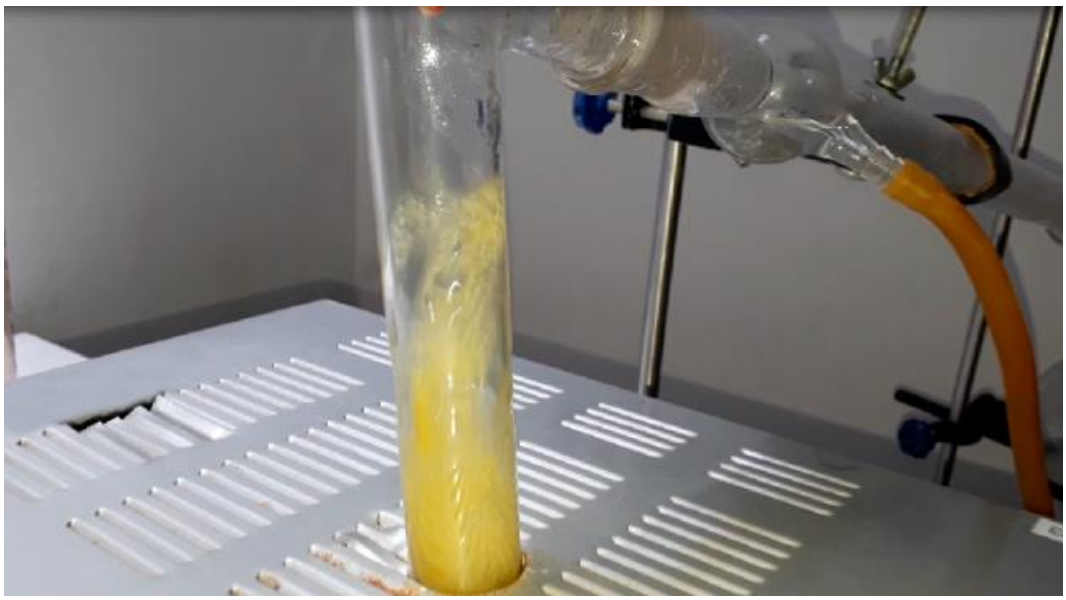


Figura 38. Prueba con 150ml de agua destilada.

Eskilsson et al. (1999) afirman que el volumen del solvente es un factor importante debido a que una cantidad excesiva de solvente significa más energía y tiempo empleados en la extracción.

4.4 *SCREENING* DE LOS FACTORES *NIVEL DE POTENCIA* Y *TIEMPO DE EXTRACCIÓN*

Los resultados del *screening* fueron plasmados en la ***tabla 9***, en la que se puede observar que algunas celdas muestran **SR** (sin resultado) y **NA** (no apto), en el primer caso significa que no se obtuvo aceite esencial debido a que el nivel de los factores estudiados fue insuficiente para poder iniciar la extracción, **NA** significa que combinación de los factores afectó negativamente a las características del aceite esencial extraído.

En el caso particular del *Nivel de potencia* 1, no se pudo realizar la extracción con éxito debido a la falta de presión de vapor, es por eso que a pesar de que se trabajó con tiempos prolongados, no se obtuvo resultado alguno sino hasta alrededor de los 50 minutos, tiempo en el cual cayó la primera gota.

Tabla 9

Resultados experimentales de los rendimientos obtenidos por HDAM

Nivel de Potencia	Tiempo de extracción (minutos)											
	5	***10***		***15***		***20***		***25***		***30***		
1	SR	SR		SR		SR		SR		SR		
2	SR	SR		SR		0.0735 ± 0.0049		0.1131 ± 0.0245		0.1837 ± 0.0245		
3	SR	0.1555 ± 0.0245		0.3109 ± 0.0244		0.3957 ± 0.0245		0.4099 ± 0.0246		0.4099 ± 0.0245		
4	SR	0.2261 ± 0.0247		0.3251 ± 0.0245		0.3957 ± 0.0248		0.4099 ± 0.0245		0.4099 ± 0.0247		
5	SR	0.2685 ± 0.0245		0.3675 ± 0.0245		0.4381 ± 0.0245		0.4947 ± 0.0245		0.4947 ± 0.0245		
6	0.3109 ± 0.0490	0.3816 ± 0.0424		0.4099 ± 0.0245		0.5229 ± 0.0490		0.5371 ± 0.0245		NA		
7	0.4381 ± 0.0245	0.5229 ± 0.0245		0.5653 ± 0.0245		0.5795 ± 0.0245		NA		NA		
8	0.6219 ± 0.0245	0.6501 ± 0.0245		0.7491 ± 0.0245		NA		NA		NA		
9	0.6643 ± 0.0245	0.7349 ± 0.0245		0.7349 ± 0.0490		NA		NA		NA		
10	NA	NA		NA		NA		NA		NA		

TE: Tiempo de extracción; SR: Sin resultado; NA: No apto
Fuente: Elaboración propia

En los tratamientos **NA** la cáscara sufrió quemaduras, tal como se muestra en la ***figura 39***, debido a la excesiva exposición a microondas, lo que trajo como consecuencia mal olor y color amarillento (***figura 40***) del aceite extraído.



Figura 39. Cáscara de naranja con severas quemaduras debido al sobrecalentamiento.



Figura 40. Aceite esencial de características no deseadas.

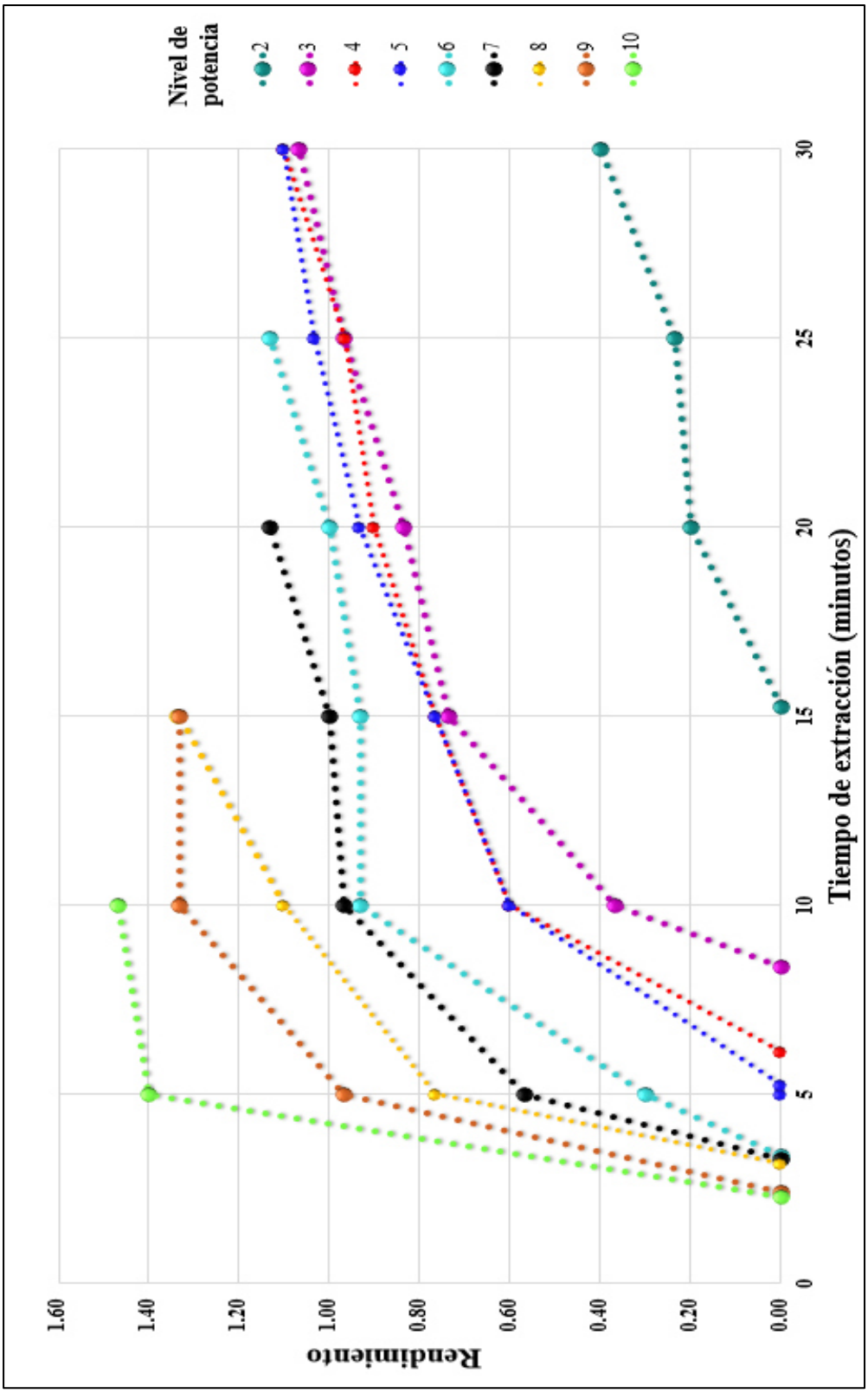


Figura 41. Rendimientos experimentales obtenidos por HDAM

En la ***figura 41*** se observa una tendencia en las curvas de disminuir su pendiente a medida que el tiempo de extracción es mayor, es decir, si la extracción durara más tiempo, cada vez se obtendría menor cantidad de aceite esencial, además se puede observar que el primer segmento de las curvas desde el nivel 6 hasta el 10 tienen una elevada pendiente, lo que indica que se extrajo una mayor cantidad de aceite en los primeros momentos de la operación, lo mencionado anteriormente no se cumple para las curvas de *Nivel de potencia* menores a 6, en estos casos no se observa una distinción evidente entre la pendiente de la sección inicial y la de las siguientes.

El rendimiento tiende a aumentar cuanto mayor sea el *Tiempo de extracción*, pero este aumento es cada vez más pequeño si el tiempo de extracción es muy prolongado (Wang et al.,2008).

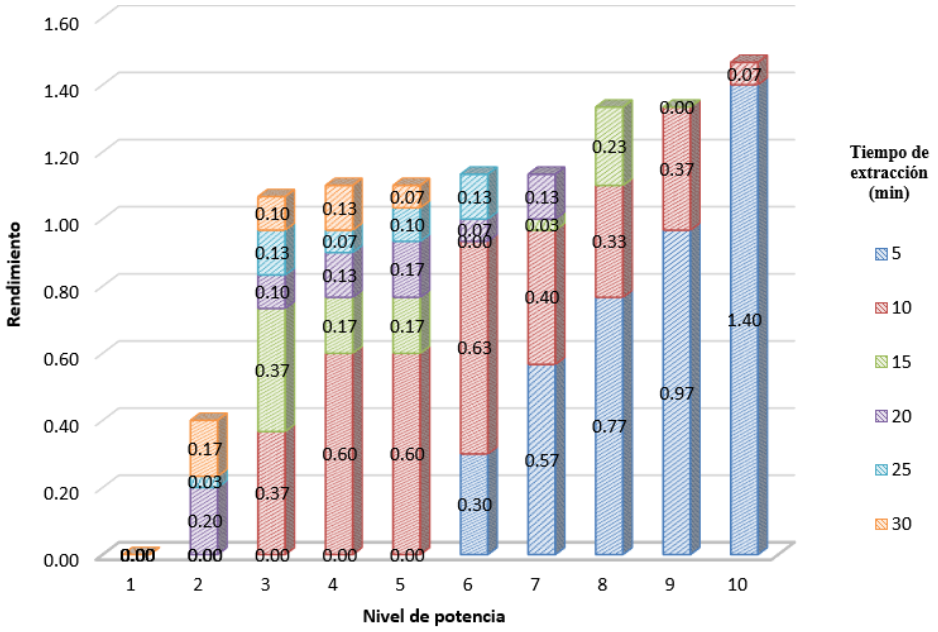


Figura 42. Incremento de los rendimientos en función al tiempo de extracción.

La ***figura 42*** muestra los incrementos en el rendimiento en función del tiempo para cada *Nivel de potencia*, en está grafica se puede observar como el rendimiento aumenta cada vez menos a medida que se prolonga el tiempo de extracción.

Juárez et al. (2010) en un estudio realizado en *Citrus sinensis* muestra que el rendimiento obtenido utilizando en la **DV** como método de extracción es 0.4%.

León et al. (2015) realizaron un estudio sobre la HDAM en cáscaras de naranja (*Citrus sinensis*), en la que obtuvo un rendimiento máximo de 0.51% $\pm$ 0.002 utilizando una potencia de microondas de 840 W durante 60 minutos.

Ferhat et al. (2006) estudiaron la destilación en un sistema clevenger asistido con microondas, obtuvieron rendimientos de 0.42 $\pm$ 0.02 en un tiempo total de 30 minutos a partir de 200g de cascara de naranja en tiras.

Horna (2015) muestra un rendimiento promedio de 0.24 % en la extracción de aceite esencial de *Citrus sinensis* por el método de **DV** en cáscaras frescas (recién peladas), con tiempos de extracción superiores a los 35 minutos.

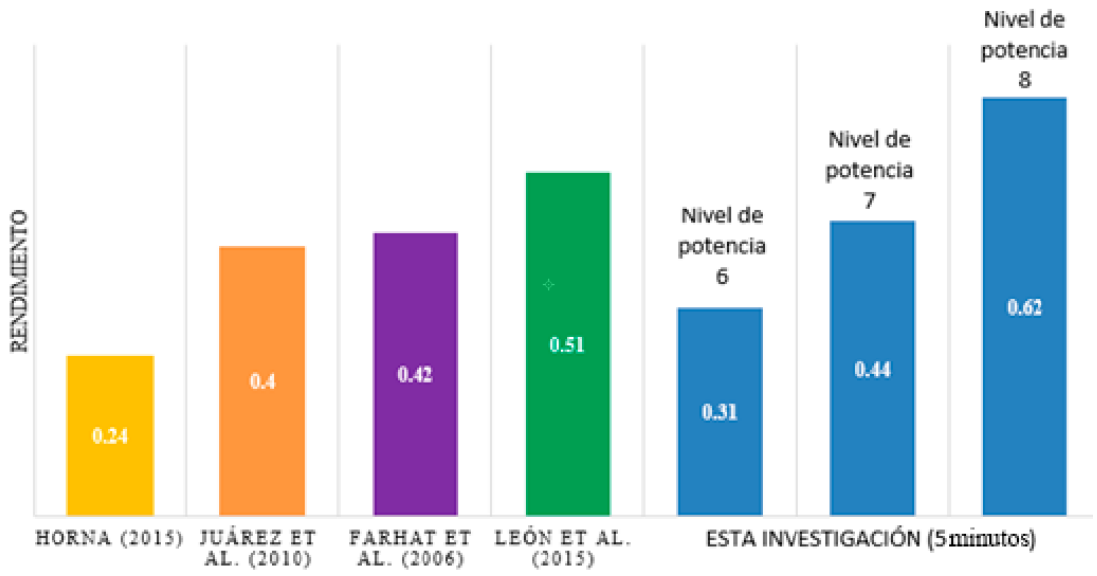


Figura 43. Comparación de nuestros resultados con otras investigaciones.

Para comparar nuestros rendimientos de extracción con los de otros investigadores, se eligieron los tratamientos con menor *Tiempo de extracción* (5 minutos) con *Niveles de potencia* de 6,7 y 8; esta decisión se tomó por la gran cantidad de tratamientos que se realizaron en el *screening***.** Por otra parte, cada investigador ha planteado sus investigaciones bajo diferentes parámetros, por ejemplo, Horna (2015) utiliza **DV**, Ferhat et al. (2006), un sistema clevenger asistido con microondas, León et al. (2015), **HDAM**, pero a 840 W y Juárez et al. (2010), **DV**; a esto hay que añadirle el hecho de que los *Tiempos de extracción* son variables, entre 30 y 60 minutos; por lo expuesto anteriormente, las comparaciones se realizaron en función de los rendimientos.

En la ***figura 43*** se hace una comparación de los rendimientos obtenidos por diferentes autores con los rendimientos alcanzados en esta investigación, se puede observar que nuestros rendimientos son competitivos respecto a los de otras investigaciones.

Tabla 10

Umbral de extracción para cada Nivel de potencia.

Nivel de Potencia	***Umbral de extracción (minutos)***	***Nivel de Potencia***	***Umbral de extracción (minutos)***
1	53.33 ± 0.58	6	3.37 ± 0.03
2	15.25 ± 0.01	7	3.29 ± 0.02
3	8.37 ± 0.12	8	3.18 ± 0.16
4	6.14 ± 0.01	9	2.41 ± 0.06
5	5.27 ± 0.15	10	2.30 ± 0.44

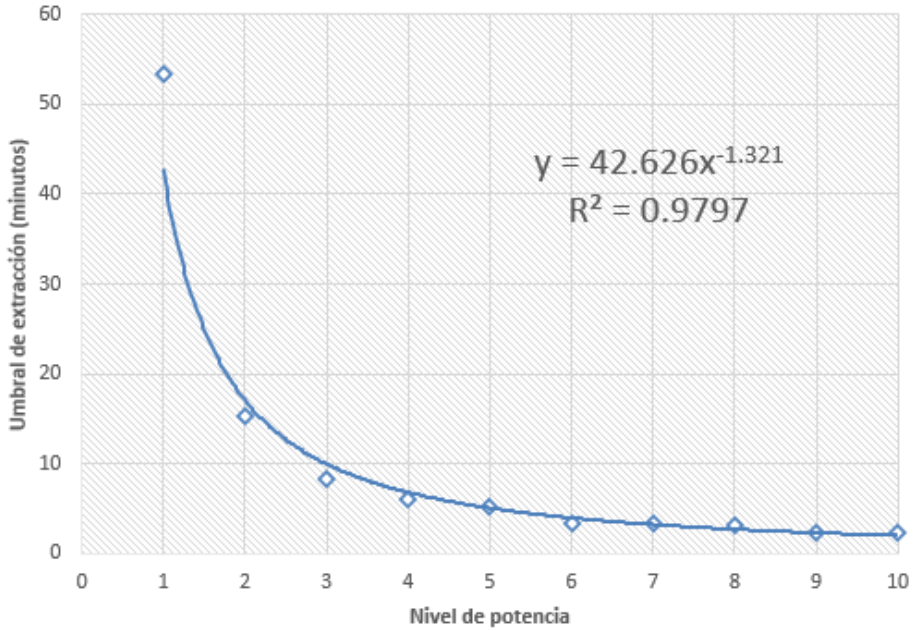


Figura 44. Umbrales de extracción.

En la ***tabla 10*** se puede observar que a medida que aumenta el *Nivel de potencia*, el *Umbral de extracción* es cada vez menor, disponiéndose estos datos en la función exponencial $Y = 42.626X^{-1.321}$ con un coeficiente de regresión R^2=0.9797, lo que indica que la destilación inicia cada vez más pronto a medida que se selecciona un *Nivel de potencia* mayor. Experimentalmente se comprobó que el *Umbral de extracción* ocurría al mismo tiempo en el que la temperatura de la cabeza de destilación alcazaba los 94°C para todos los tratamientos.

4.5 ANÁLISIS ENERGÉTICO DEL PROCESO DE HDAM

4.5.1 Determinación de la Potencia eléctrica consumida

La ***tabla 11*** muestra los datos obtenidos empíricamente referentes al consumo eléctrico demandado por el equipo de microondas durante la **HDAM**, se puede observar que el consumo eléctrico aumenta de manera directa con el *Tiempo de extracción* y el *Nivel de potencia*, esto es bastante evidente debido a que el equipo demandará más energía a medida se elijan *Niveles de potencia* y *Tiempos de extracción mayores*.

Tabla 11

Consumo de energía eléctrica.

	Tiempo (minutos)					
Nivel de Potencia	***5***	***10***	***15***	***20***	***25***	***30***
1	0.013	0.025	0.038	0.051	0.064	0.077
2	0.023	0.047	0.071	0.095	0.119	0.142
3	0.033	0.067	0.101	0.134	0.167	0.201
4	0.044	0.088	0.133	0.177	0.221	0.265
5	0.053	0.107	0.162	0.216	0.270	0.324
6	0.066	0.133	0.200	0.266	0.332	0.398
7	0.077	0.154	0.230	0.307	0.384	0.461
8	0.086	0.172	0.257	0.343	0.429	0.515
9	0.095	0.190	0.284	0.379	0.474	0.569
10	0.109	0.217	0.325	0.433	0.541	0.649

El consumo eléctrico está expresado en términos de potencia por hora (kWh)

4.5.2 Determinación de la Potencia efectiva

4.5.2.1 Sobre el método para la determinación de la Potencia efectiva

Para la determinación de la Potencia *efectiva* se llevaron a cabo todos los tratamientos planteados en la ***tabla 8*** pero sin introducir materia prima en el balón, solamente 100 g de agua destilada a 15°C, esta manera de determinar la *Potencia efectiva* se fundamenta en los siguientes supuestos:

a. El agua in situ de los compartimentos oleosos de la cáscara de naranja es el único componente de la materia prima capaz de absorber las microondas.
b. El agua contenida en el balón (que rodea a las cáscaras) es el único componente externo a la materia prima que absorbe las microondas.
c. El material de vidrio no absorbe las microondas.
d. El aceite esencial es totalmente apolar.
e. La cantidad de agua permanece constante durante toda la operación.

Respecto a los puntos anteriormente mencionados, se consideró a las moléculas de agua como las únicas capaces de absorber las microondas, cualquier otro componente como el vidrio, los tapones, el aceite esencial y las otras estructuras vegetales no fueron consideradas.

Leonelli et al. (2013) afirman que los recipientes usados en la extracción asistida con microondas deben de estar hechos de materiales tales como el politetrafluoroetileno (PTFE), vidrio pírex o cuarzo debido a que los microondas pasan a través de estos materiales sin una atenuación significativa.

Según Veggi et al. (2013) las moléculas polares absorben fuertemente la energía de microondas debido al momento *dipolar permanente*. Por otro lado, cuando se exponen a microondas, las sustancias apolares como el hexano no se calientan.

4.5.2.2 Cálculo de la Potencia efectiva

Para el cálculo de la *Potencia efectiva* se tomaron en cuenta los siguientes puntos:

- Para el cálculo del △ T se tomó como temperatura inicial del agua, para todos los tratamientos, a 15°C.
- Se tomó el valor del **Ce** del agua a 0.004186 $\frac{KJ}{g°C}$, que es el correspondiente a 15°C por simplicidad de cálculo.
- El tiempo de operación fue 1 minuto para todos los *Niveles de potencia*.
- La masa del agua utilizada para todos los tratamientos fue 100g.

Tabla 12

Datos relacionados al cálculo de la Potencia efectiva

Nivel de potencia	***Temperatura Inicial (°C)***	***Temperatura Final (°C)***	***Potencia efectiva (W)***
1	15	24.5	66.28
2	15	29	97.67
3	15	36	146.51
4	15	44	202.32
5	15	51	251.16
6	15	58	300.00
7	15	66	355.81
8	15	70	383.72
9	15	73	404.65
10	15	78	439.53

Tabla 13

Potencia efectiva en función del Tiempo de extracción.

Nivel de potencia	***Tiempo de extracción (minutos)***					
	5	***10***	***15***	***20***	***25***	***30***
1	0.0055	0.0110	0.0166	0.0221	0.0276	0.0331
2	0.0081	0.0163	0.0244	0.0326	0.0407	0.0488
3	0.0122	0.0244	0.0366	0.0488	0.0610	0.0733
4	0.0169	0.0337	0.0506	0.0674	0.0843	0.1012
5	0.0209	0.0419	0.0628	0.0837	0.1047	0.1256
6	0.0250	0.0500	0.0750	0.1000	0.1250	0.1500
7	0.0297	0.0593	0.0890	0.1186	0.1483	0.1779
8	0.0320	0.0640	0.0959	0.1279	0.1599	0.1919
9	0.0337	0.0674	0.1012	0.1349	0.1686	0.2023
10	0.0366	0.0733	0.1099	0.1465	0.1831	0.2198

La potencia efectiva está expresada en términos de potencia por hora (kWh)

4.5.3 Eficiencia energética

La eficiencia energética se muestra en la ***tabla 14*** en la forma de *Eficiencia del equipo* y *Eficiencia de operación* (conceptos desarrollados en el punto **3.5**), en esta tabla se muestran datos promedio de la *Potencia eléctrica consumida*, obtenidos a partir de la ***tabla 11***; datos promedio de *Potencia efectiva* obtenidos a partir de la ***tabla 12***. La *Potencia según fabricante* corresponde al *Nivel de potencia* seleccionado en el panel de control del equipo microondas.

Tabla 14

Resumen del análisis energético.

Niveles de Potencia	***Potencia eléctrica consumida (W)***	***Potencia según el fabricante (W)***	***Potencia efectiva (W)***	***Eficiencia del equipo (%)***	***Eficiencia de operación (%)***
1	153.10	90	66.28	58.79	43.29
2	282.77	180	97.67	63.66	34.54
3	401.13	270	146.51	67.31	36.52
4	529.90	360	202.32	67.94	38.18
5	645.00	450	251.16	69.77	38.94
6	796.80	540	300.00	67.77	37.65
7	922.10	630	355.81	68.32	38.59
8	1030.10	720	383.72	69.90	37.25
9	1138.10	810	404.65	71.17	35.55
10	1300.90	900	439.53	69.18	33.79
Promedio				67.381	37.43

En la ***figura 45*** se compara gráficamente los tipos de potencia identificadas en la ***tabla 14***.

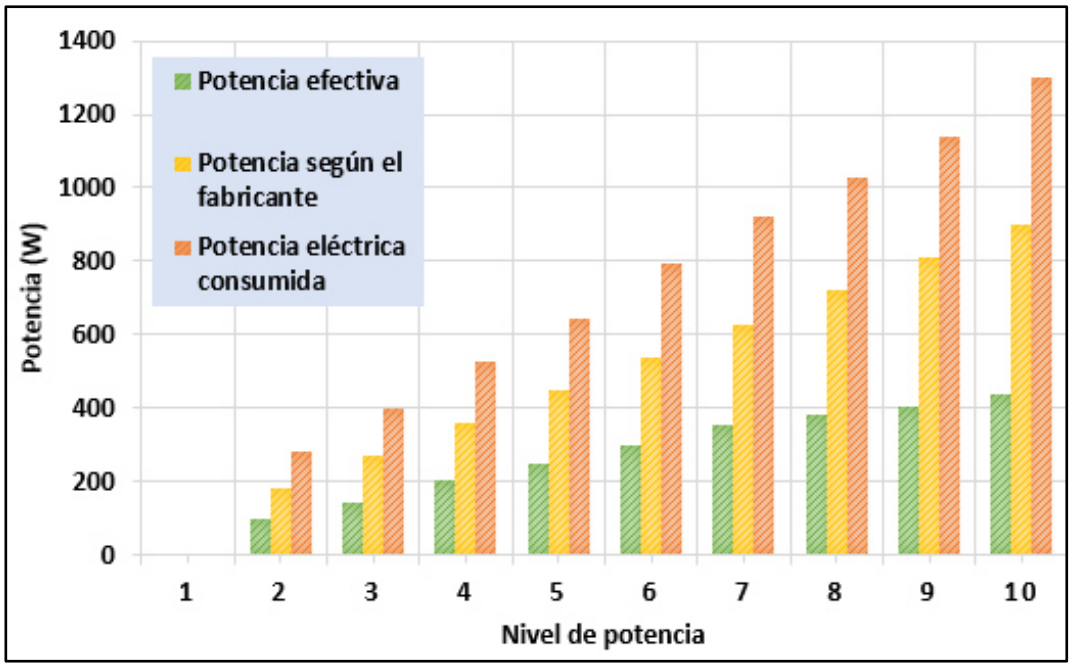


Figura 45. Comparación de las potencias relacionadas a la HDAM.

En la ***figura 46*** se muestra gráficamente las eficiencias energéticas promedio mostradas en la ***tabla 14***, en esta figura se puede observar que la conversión promedio de energía real es 37.43% (*Potencia efectiva*), la cual es mucho menor que la esperada, 67.38% (*Potencia según el fabricante*), lo que indica la poca eficiencia del equipo de microondas.

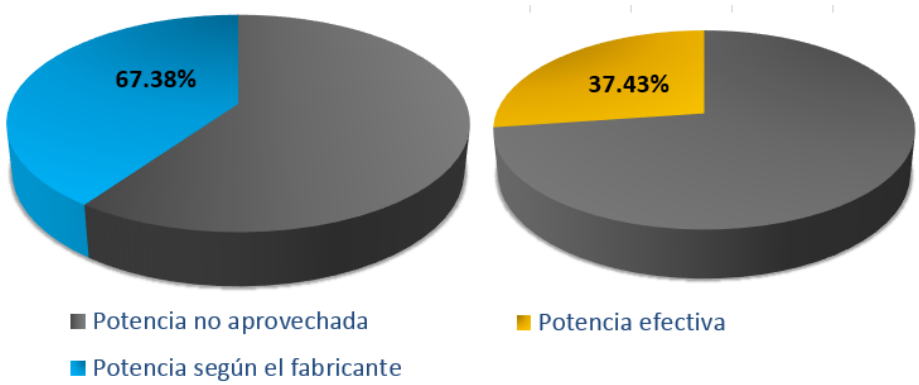


Figura 46. Eficiencias energéticas.

En la **figura 47** se esquematiza gráficamente las potencias relacionadas al proceso de HDAM.

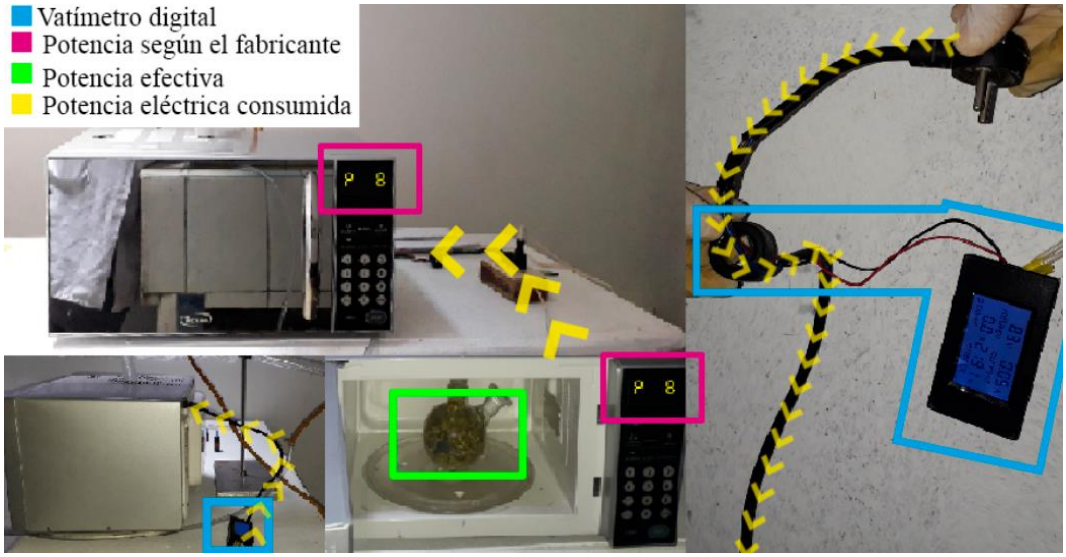


Figura 47. Potencias identificadas en la HDAM.

4.6 ANÁLISIS ECONÓMICO DEL PROCESO HDAM

El análisis económico se realizó a partir de los datos de la ***tabla 11***, en la cual muestra el consumo eléctrico demandado por el equipo de microondas en función al tratamiento elegido, por si sola esta información no indica el costo en soles que supondría llevar acabo la HDAM bajo los factores (*Nivel de potencia* y *Tiempo de extracción*) seleccionados, es por eso que se elaboró la ***tabla 15*** tomando como referencia al precio del consumo eléctrico vigente al momento en el cual se realizó esta investigación (**0.5331 Soles/kWh)** multiplicado por el consumo eléctrico (kWh) mostrado en la ***tabla 11***, para cada tratamiento.

Tabla 15

Inversión en soles para llevar a cabo la HDAM

Nivel	***Tiempo (minutos)***					
de potencia	***5***	***10***	***15***	***20***	***25***	***30***
1	0.0069	0.0133	0.0203	0.0272	0.0341	0.0410
2	0.0123	0.0251	0.0379	0.0506	0.0634	0.0757
3	0.0176	0.0357	0.0538	0.0714	0.0890	0.1072
4	0.0235	0.0469	0.0709	0.0944	0.1178	0.1413
5	0.0283	0.0570	0.0864	0.1151	0.1439	0.1727
6	0.0352	0.0709	0.1066	0.1418	0.1770	0.2122
7	0.0410	0.0821	0.1226	0.1637	0.2047	0.2458
8	0.0458	0.0917	0.1370	0.1829	0.2287	0.2745
9	0.0506	0.1013	0.1514	0.2020	0.2527	0.3033
10	0.0581	0.1157	0.1733	0.2308	0.2884	0.3460

Datos expresados en soles.

Sobre los datos expuestos en la ***tabla 15***, cabe señalar que la inversión aumenta directamente con los factores estudiados, esto es evidente debido a que la inversión tiene que ser mayor si se utiliza mayor potencia de radiación por un tiempo más prolongado.

Tabla 16

Consumo eléctrico necesario para extraer 1g de aceite esencial.

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	SR	SR	SR	SR	SR	SR
2	SR	SR	SR	0.56	0.61	0.418
3	SR	0.213	0.163	0.17	0.203	0.237
4	SR	0.173	0.204	0.224	0.269	0.312
5	SR	0.18	0.219	0.247	0.272	0.318
6	0.107	0.174	0.243	0.255	0.308	NA
7	0.088	0.0151	0.209	0.264	NA	NA
8	0.068	0.132	NA	NA	NA	NA
9	NA	NA	NA	NA	NA	NA
10	NA	NA	NA	NA	NA	NA

Datos expresados en kWh/g.

Una comparación entre los métodos de **HD** y **HDAM** en flores de lavanda muestran que los tiempos de extracción fueron 30 minutos para el primer método y 6 minutos para el segundo, en ambos casos se obtuvo un rendimiento igual a 2.7± 1 %, pero hubo una diferencia notable en cuanto al consumo de energía, los cuales fueron de 0.3 kWh/g de aceite esencial para la **HD** y 0.05 kWh/g de aceite esencial para la **HDAM** (Sahraoui et al., 2008). Para comparar esta información con nuestros resultados, se elaboró la ***tabla 16***, en la cual se muestra el consumo energético por gramo de aceite esencial, lo que se consigue dividiendo los valores de la ***tabla 11*** entre la masa de aceite esencial extraída por cada respectivo tratamiento (***tabla 9***). Se puede observar en la ***tabla 16*** que con *Niveles de potencia* elevados y *Tiempos de radiación*

mínimos el consumo eléctrico por gramo tiende a disminuir y a acercarse a los datos obtenidos por **HDAM** reportados por los investigadores anteriormente mencionados.

4.7 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

4.7.1 Elección de los niveles de los factores *Nivel de potencia* y Tiempo *de extracción*

Para la evaluación del diseño experimental **factorial multinivel 3^2** se tuvo que seleccionar valores para los niveles **bajo**, **medio** y **alto** de entre todos los tratamientos expuestos en la ***tabla 9***, los cuales fueron **10, 15 y 20 minutos** para el factor *Tiempo de extracción*; y **3, 5 y 7** para el factor *Nivel de potencia*; esta elección se fundamenta tal como se muestra en la ***figura 50***, en que la matriz de diseño (celdas amarillas) engloban la mayor cantidad de tratamientos, siendo estos delimitados por los tratamientos **SR** y **NA** (explicados en el punto **4.4**), que en este caso están representados por "x", tanto para ***figura 48***, ***49*** y ***50.***

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Figura 48. Configuraciones no apropiadas de la matriz de diseño experimental 3^2.

La ***figura 48*** muestra posibles configuraciones para la selección de

tratamientos a utilizar en el diseño estadístico, como se mencionó anteriormente las "x" representan tratamientos que no son válidos para considerarlos en el diseño experimental. Por lo que ninguna de estas matrices podría ser seleccionadas.

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Figura 49. Posibles configuraciones de la matriz de diseño experimental 3^2.

La ***figura 49*** también muestra posibles configuraciones para la selección de tratamientos a utilizar en el diseño estadístico, en este caso, ninguna de las matrices toma tratamientos "x", por lo que cualquiera de estas podría ser seleccionable, pero el rango de tratamientos que ocupan no es el máximo posible, por lo que se consideró que la matriz de la ***figura 50*** es la que engloba la mayor cantidad de tratamientos.

Nivel de Potencia	Tiempo (minutos)					
	5	10	15	20	25	30
1	x	x	x	x	x	x
2	x	x	x			
3	x					
4	x					
5	x					
6						x
7					x	x
8			x	x	x	x
9	x	x	x	x	x	x
10	x	x	x	x	x	x

Figura 50. Configuración elegida de la matriz de diseño experimental 3^2.

4.7.2 Análisis de la Varianza

En la ***tabla 19*** se muestra el ANOVA, para el cual se utilizó la información mostrada en la ***tabla 17*** y ***18***

Tabla 17

Niveles seleccionados de los factores experimentales para el análisis estadístico de la variable respuesta Rendimiento

Nivel de potencia	***Repeticiones***	***Tiempo (minutos)***		
		10	***15***	***20***
3	1	0.1697	0.2970	0.3818
	2	0.1697	0.3394	0.2970
	3	0.1273	0.2970	0.3818
5	1	0.2121	0.2970	0.3818
	2	0.2970	0.3394	0.3818
	3	0.2545	0.3394	0.4242
7	1	0.4242	0.4242	0.5091
	2	0.4242	0.4242	0.4667
	3	0.3818	0.4242	0.4667

Tabla 18

Niveles seleccionados de los factores experimentales para el análisis estadístico de la variable respuesta Índice de refracción

Nivel de potencia	***Repeticiones***	***Tiempo (minutos)***		
		10	15	20
3	1	1.4696	1.4696	1.4698
	2	1.4693	1.4691	1.4696
	3	1.4693	1.4693	1.4696
5	1	1.4701	1.469	1.4690
	2	1.4697	1.4701	1.468
	3	1.4701	1.4701	1.4701
7	1	1.4695	1.4696	1.4697
	2	1.4697	1.4696	1.4701
	3	1.4695	1.4693	1.4696

Tabla 19

Tabla ANOVA

Variable respuesta	Efectos Principales			Interacciones		
	A	B	C	AB	AC	BC
Rendimiento	0.5269	0.0003	0.0000	0.7166	0.7678	0.4572
Índice de Refracción	0.6262	0.8163	0.8257	0.9174	0.5935	0.2948

A: Bloques, B: *Nivel de potencia* y C: *Tiempo de extracción.*

Como se puede observar en la ***tabla 19*** los valores-P prueban la significancia estadística de los factores *Nivel de potencia* y *Tiempo de extracción* debido a que estos son menores que 0.05, los cuales tienen un efecto estadísticamente significativo sobre el *Rendimiento* con un 95.0% de nivel de confianza, no existiendo algún tipo de dependencia o interacción entre ellos, tal como evidencia el valor-P de la interacción BC.

Por otro lado, de manera similar, la ***tabla 19***, nos indica que los factores analizados no tienen efectos significativos sobre el *Índice de refracción*, ni tampoco interacción o algún tipo de dependencia entre ellos.

4.7.3 Influencia del *Nivel de Potencia* y el *Tiempo de extracción*

Según la información expuesta en la ***tabla 19***, los factores *Nivel de potencia* y *Tiempo de extracción* tienen un efecto directo y significativo sobre la variable respuesta *Rendimiento* y no significativo sobre el *Índice de Refracción*.

Mandal et al. (2007) señalan que una excesiva potencia podría degradar térmicamente a los compuestos de interés, y por el incremento rápido de la temperatura, podría ocurrir lisis a nivel de la pared celular, resultando esto en impurezas en el producto final. Esto es posiblemente lo que puede observar en la ***figura 40***, en donde se muestra que el aceite esencial extraído está contaminado por partículas que le dan un color naranja intenso y mal olor, que no son propios de este aceite esencial, ya que originalmente es traslucido y de olor agradable.

Song, Li, Liu y Zhang (2011) afirman que se puede desencadenar la degradación térmica de fenoles mediante la aplicación de potencias de microondas

superiores a 350 W, esta afirmación sería la causa del empobrecimiento de los aceites esenciales extraídos por los tratamientos con *Niveles de potencia* mayores o iguales a 7 (355.81 W según la ***tabla 12***), pero como se verá más adelante el **AEO** carece de fenoles en su composición.

4.8 SELECCIÓN DEL AEO

Para la selección del **AEO** se tuvo que elegir al tratamiento (excluyendo a los tratamientos **SR** y **NA**) que cumplía con los criterios mencionados en el punto 3.7.7. *Selección del aceite esencial de extracción optima (AEO)*. Se partió del hecho de que dicho tratamiento debe brindar el menor tiempo de operación (5 minutos) y a la vez el mayor rendimiento posible (como se puede observar en la ***tabla 9*** este último requisito lo cumplen los tratamientos con mayor *Nivel de potencia*). Los tratamientos con *Nivel de potencia* 9 ofrecen los mayores rendimientos de entre todos los tratamientos, pero el aceite esencial que se obtiene a dicho *Nivele de potencia* presenta características no apropiadas, como por ejemplo, olor ligeramente desagradable y coloración ligeramente naranja (***figura 40***), por esta razón fueron descartaron; otro posible candidato fue el **tratamiento 44** (*Nivel de potencia* 8 y Tiempo de extracción 10 minutos), pero por su demanda energética (0.132 kWh/g de aceite esencial) mayor a la del **tratamiento 43** (0.068 kWh/g de aceite esencial), fue descartado. Se esperaba comparar los tratamientos en función al *Índice de refracción*, pero como se muestra en la ***tabla 19***, los factores estudiados no tienen efectos significativos sobre esta variable respuesta.

Por lo expuesto anteriormente, el **tratamiento 43** (383.72 W y 5 minutos) fue el seleccionado como el más beneficioso, y por tal motivo, el aceite esencial obtenido mediante este tratamiento, como el AEO.

4.9 CARACTERIZACIÓN DEL AEO

4.9.1 Características generales del AEO

Las características del AEO se resumen en la ***tabla 20.***

Tabla 20

Características organolépticas del AEO

Propiedad	
Color	Incoloro
Olor	Característico de naranja, muy acentuado.
Consistencia	Aceitosa
Sabor	Amargo
Densidad relativa (20 °C)	0.848 ± 0.001
Índice de refracción	1.4696 ± 0.0005

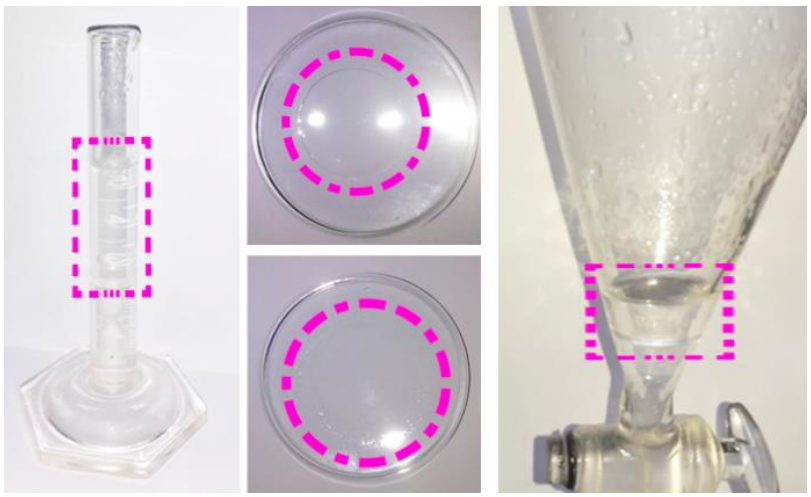


Figura 51. El AEO es traslucido.

Tabla 21

Características generales del AEO comparadas con la de otras investigaciones

Investigador	***Materia Prima***	***Método***	***Color***	***Densidad relativa***	***Índice de refracción***
A	CS	HDAM	Incoloro	0.848	1.4696
B	CS	HD	Ligeramente amarillo	0.843	1.4730
C	CL	HDAM	Incoloro	0.843	1.4740
C	CL	HD	Amarillo pálido	0.849	1.4740
C	CL	PF	Amarillo pálido	0.856	1.4750
D	CS	HDAM	Incoloro	0.86	1.475
D	CS	HD	Amarillo pálido	0.86	1.477
E	CS	HDAM	Incoloro	0.8450	1.477
F	CS	HD	Incoloro	0.8423	1.4701
F	CS	HDAM	Incoloro	0.8448	1.4701
G	CS	DV	No especifica	0.843	1.458
H	CS	DV	No especifica	0,879	1,112

A: La presente investigación, B: Reátegui (2005), C: Ferhat et al. (2007), D: Ferhat et al. (2006), E: Yañez et al. (2007), F: León et al. (2015), G: Cerón y Cardona (2011), H: Juárez et al. (2010), CS: *Citrus sinensis*, CL: *Citrus limon.*

En la ***tabla 21*** se muestran los resultados de otras investigaciones sobre el color, densidad relativa e índices de refracción, con lo que se demuestra que las propiedades del AEO son muy similares a las que postulan otros hallazgos.

El **AEO**, es incoloro, como se muestra en la ***figura 51***, está característica es común en los aceites esenciales obtenidos por **HDAM**, como se observa en la ***tabla 21***, sin embargo, los aceites esenciales obtenidos por otros métodos si tienen coloración, esto se debe seguramente al tiempo prologando que suponen los otros métodos y al hecho de que la HDAM actúa directamente en los compartimentos que contiene el aceite esencial, liberándolo (como se muestra en la **figura 34**) sin prácticamente afectar al resto de estructuras vegetales, sin embargo cuando la exposición a microondas es prologada o más intensa el aceite obtenido presenta coloración (como se observa en la ***figura 40***), lo cual viene acompañado de un olor desagradable.

García (2010) señala que el índice de refracción indica la presencia de compuesto oxigenados en los aceites esenciales.

Montoya (2010) indica que, aunque los valores del índice de refracción de los aceites esenciales oscilan entre límites muy pequeños, se practica su determinación porque puede señalar adulteraciones y envejecimientos de los mismos.

4.9.2 Determinación de los compuestos del AEO

El AEO fue sometido a análisis por cromatografía de gases con detector de masas en el Laboratorio de Investigaciones y Certificaciones (LABICER) de la

facultad de ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI), los resultados obtenidos se presentan en la siguiente la ***tabla 22.***

Tabla 22

Composición del del AEO

Nombre del componente	***Abundancia (%)***	***Tiempo de retención (minutos)***	***Número de Pico***
D- Limoneno	94.86	25.388	5
Beta Mirceno	2.95	18.89	4
Alfa Pineno	1.18	11.972	1
Linalool	0.41	37.89	6
Beta Felandreno	0.35	16.135	2
Acido Oléico	0.1	77.01	8
n- Acido hexadecanoico	0.08	74.017	7
Nitrógeno	0.05	16.23	3
Ácido octadecanoico 2-hidroxi-1,3-propanodiil éster	0.03	79.365	9

En la ***tabla 22*** se muestra la composición química del **AEO**, el cual está constituido mayoritariamente por **monoterpenos (99.75 %)**, como el **D-limoneno (94.86%)**, **β-mirceno (2.95%)**, **α-pineno (1.18%)**, **linalool (0.41%)** y el **β-felandreno (0.35%)**; el otro 0.25 % está conformado por sustancias de naturaleza distinta a la de los aceites esenciales, por ejemplo, el **ácido oleico (0.1 %)**, **n-ácido hexadecanoico (0.08%)** y el **ácido octadecanoico 2-hidroxi-1,3-propanodiil éster (0.03 %)** son sustancias relacionadas con los ácidos grados; los cuales se encuentran

en forma de fosfolípidos en las membranas celulares constituyendo la denominada bicapa lipídica, su presencia en el **AEO** se debe muy posiblemente al estallido de las membranas celulares durante el proceso de **HDAM**. Según Mandal et al.(2007) la aplicación excesiva de microondas podría provocar el rompimiento de las membranas celulares, las cuales terminarían contaminando el producto final.

León et al. (2015) en su investigación sobre la obtención de aceite esencial de naranja mediante **HD** indican que el componente más abundante es el limoneno, con un porcentaje de abundancia relativa de 89.68 %. Los resultados de esta investigación muestran una abundancia relativa para el mismo compuesto de 94.86 %, con lo cual se comprueba lo estudiado por Cairo (2003) citado por Yañez et al. (2007) quienes señalan que el limoneno es el componente mayoritario del aceite esencial de las cáscaras de los cítricos como la naranja y el limón, además frecuentemente se reportan resultados cercanos al 90 % de este componente.

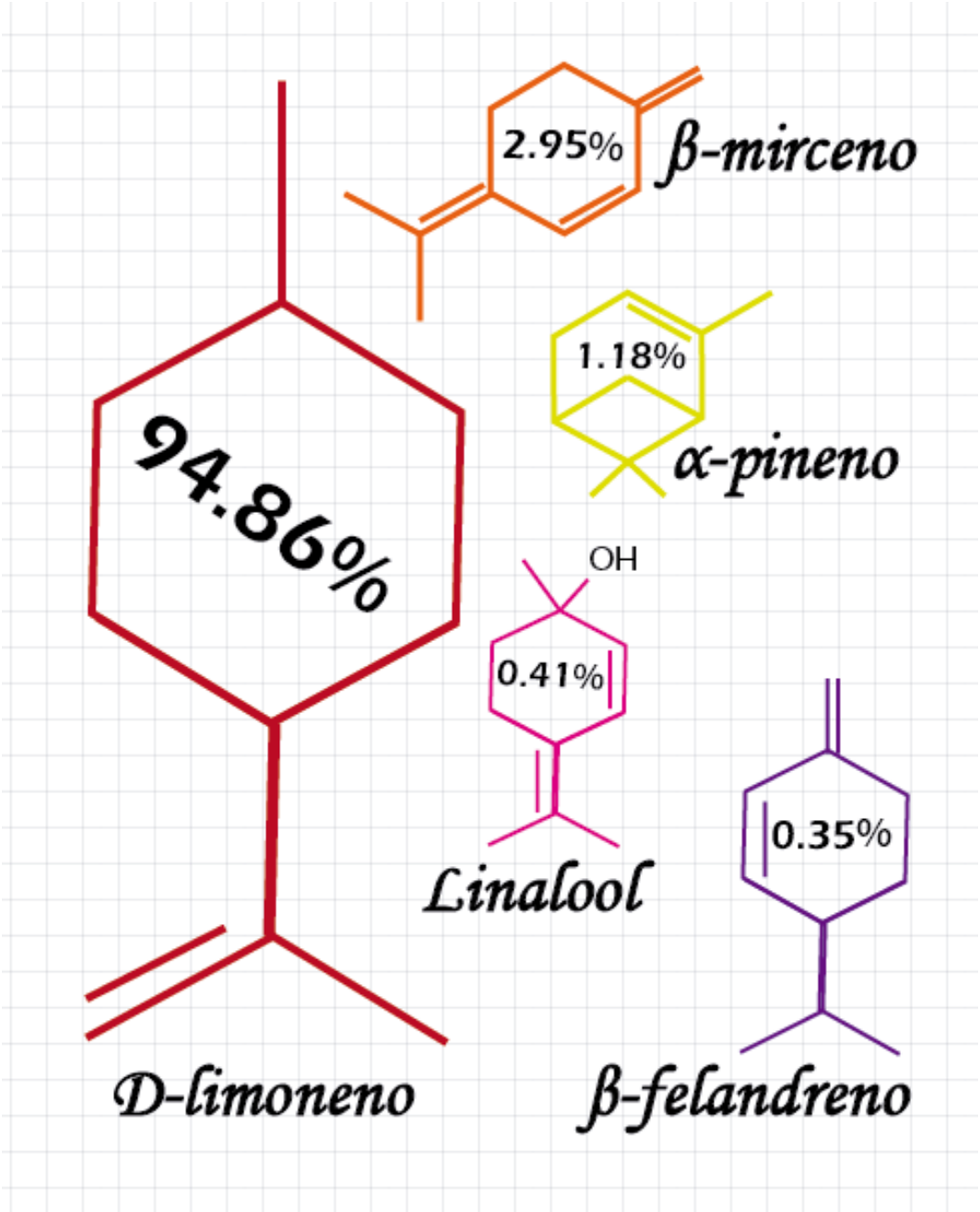


Figura 52. Principales componentes identificados en el AEO.

Como se observa en la ***figura 52*** el limoneno es el principal componente del **AEO**, por lo que es importante comparar su abundancia relativa con las obtenidas en otras investigaciones. En la ***tabla 23*** se puede observar que los resultados de diferentes investigaciones indican al **limoneno** como componente mayoritario

independientemente del método de extracción.

Tabla 23

Abundancia de limoneno en otras investigaciones

Investigadores	***Método***	***Abundancia de limoneno (%)***
La presente investigación	HDAM	94.86
Reátegui (2005)	HD	95.58
Yañez et al. (2007)	HDAM	90.93
León et al. (2015)	HDAM	92,91
León et al. (2015)	HD	89,68
Cerón y Cardona (2011)	DV	90.967

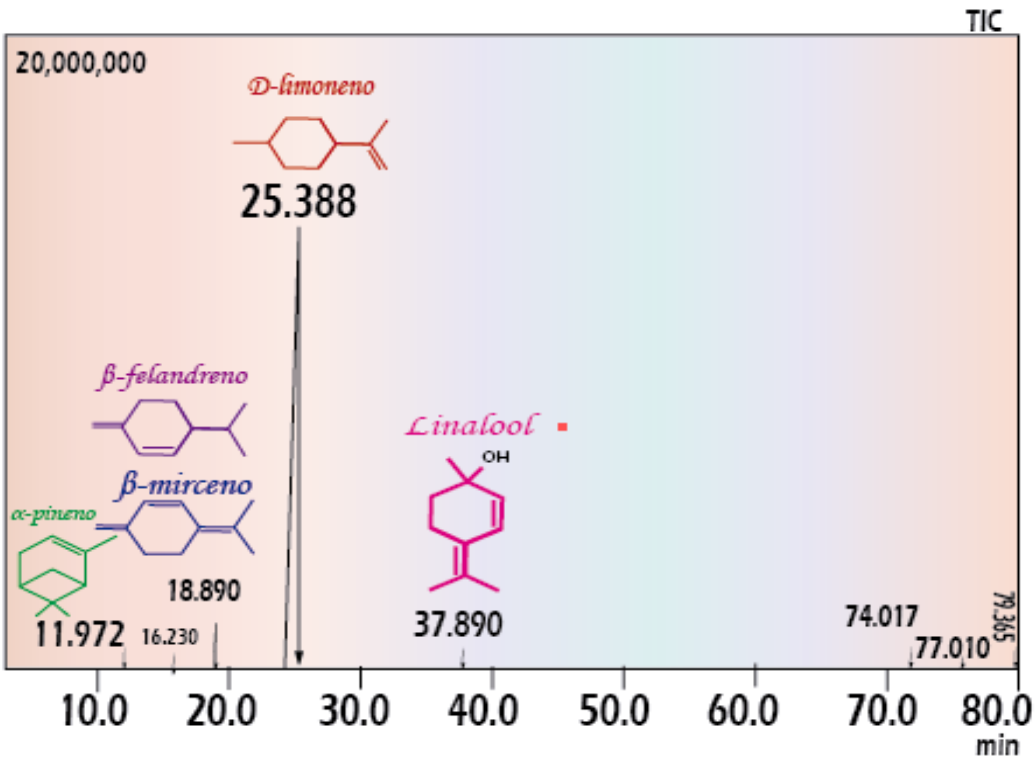


Figura 53. Cromatograma del AEO

4.10 IMPACTO AMBIENTAL DEL PROCESO DE HDAM

Estudios realizados por Sahraoui et al. (2008) comprueban que la **DV** libera una mayor cantidad de CO_2 a la atmósfera que la **DVAM**, 240 y 40 g $_{\text{de CO2}}$/g $_{\text{de aceite esencial}}$ respectivamente, para estas estimaciones los investigadores se basaron en el siguiente supuesto: para obtener 1 kWh a partir de carbón o combustible, se rechazan 800 g de CO_2 en la atmósfera durante la combustión. Para aplicar este supuesto a los parámetros relacionados al AEO; debemos tomar en cuenta el consumo eléctrico requerido, que según la ***tabla 11*** es 0.086 kWh con el cual obtenemos 1.2438 g de aceite esencial (dato obtenido a partir de la ***tabla 9***); con estos datos se calcula que la obtención del **AEO** supone liberar al ambiente 55.31 g $_{\text{de CO2}}$/g $_{\text{de aceite esencial,}}$ el cual es un valor bastante cercano al expuesto por los investigadores anteriormente mencionados.

V. CONCLUSIONES

1. Los parámetros de proceso de la Hidrodestilación asistida por microondas (HDAM), ***Nivel de potencia*** (P= 0.0003) ***y Tiempo de extracción*** (P =0.0000) influyen significativamente y de manera proporcional en el ***Rendimiento*** *(*desde *0.1555 ± 0.0245% a 0.5371 ± 0.0245%)*.

2. Los parámetros de proceso de la Hidrodestilación asistida por microondas (HDAM), ***Nivel de potencia*** (P= 0.8163) y ***Tiempo de extracción*** (P =0.8257) no influyen en el ***Índice de refracción*** del aceite esencial extraído bajo las condiciones de estudio.

3. La HDAM es un proceso de alto rendimiento y selectivo en cuanto a la pureza del aceite esencial obtenido a partir de cáscaras de naranja (*Citrus sinensis, variedad Valencia*), el AEO está compuesto en un **99.75 %** por monoterpenos, de los cuales destaca el limoneno (**94.86%**) como principal componente.

4. Para el sistema experimental planteado en el estudio, las condiciones para obtener el aceite de extracción óptima (AEO) son: ***Potencia efectiva*** de 383.72 W y ***Tiempo de extracción*** de 5 minutos.

5. Las características organolépticas y fisicoquímicas del AEO son transparencia, olor característico de naranja, densidad 0.848 ± 0.001 g/ml e índice de refracción 1.4696 ± 0.0005.

6. La eficiencia de operación promedio encontrada en el sistema experimental de HDAM es 37.43 %.

VI. RECOMENDACIONES

1.- Realizar estudios en los que además de los factores expuestos en esta investigación se analicen:

- Tipo de materia prima: como hojas y cáscaras provenientes de residuos agroindustriales.
- Agitación de la materia prima: para incrementar la superficie de contacto.
- Ensayar adición de cloruro de sodio en el solvente: con el fin de mejorar la absorción de microondas y disipación del calor.
- Evaluar relación materia prima / solvente.
- Cantidad de materia prima: con el fin de realizar escalamientos a nivel industrial.

2.- Estudiar cómo reutilizar los residuos agotados o pobres en aceite esencial luego de la HDAM en otros procesos subsecuentes.

3.- Evaluar la influencia de la humedad inicial de la materia prima (fresca) o conservada en frío sobre el rendimiento de aceite esencial por HDAM.

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Acierno, D., Barba, A., y d'Amore, M. (2004) Heat transfer phenomena during processing materials with microwave energy. *Heat and Mass Transfer, 40*(5), 413–420. doi: 10.1007/s00231-003-0482-4.

Abderrezak, K., y Noureddine, N. (2018) Comparative Study of two extraction methods of essential oils from orange peel: Microwave - assisted hydrodistillation and conventional hydrodistillation. *Revue Agrobiología, 8*(2), 1058 - 1055.

Aguilera, J. (2003) Solid–liquid extraction. En C. Tzia, G. Liadakis (Eds), *Extraction optimization in food engineering* (pp.35-55). New York, USA: Marcel Dekker

Agustí, M. 2003. *Citricultura.* Barcelona, España: Mundi-Prensa

Alfaro, M., Belanger, J., Padilla, F., Pare, J. (2003). Influence of solvent, matrix dielectric properties, and applied power on the liquid-phase microwave-assisted processes (MAP™) extraction of ginger (*Zingiber officinale*). *Food Research International, 36*(5), 499–504. doi: 10.1016/S0963-9969(02)00198-9.

Albarracín, G. (2003). *Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando Piper aduncum (Cordoncillo) procedente de la zona cafetera* (Tesis de pregrado). Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia.

Al-Harahshed, M., y Kingman, S. (2004). Microwave-assisted leaching - A review. *Hydrometallurgy*, *73*(3-4), 189–203. doi: 10.1016/j.hydromet.2003.10.006.

Allan, L, & Vera, C. (2012). *Bebidas congeladas* (tesis de investigación). Universidad de Guayaquil, Ecuador.

Ángeles, J. (2003). *Problemática en la comercialización de naranja (Citrus sinensis) en el estado de Veracruz* (tesis de pregrado). Universidad autónoma agraria Antonio Narro, México.

Badui, D.S. (2006). *Química de los alimentos*. México: Pearson Educación.

Benites, J., Bravo, F., Rojas, M., Fuentes, R., Moiteiro, C., y Florencia V. (2011). Composition and antimicrobial screening of the essential oil from the leaves and stems of Senecio atacamensis Phil. from Chile. *Journal of the Chilean Chemical Society, 56*(2), 712 – 714. doi: 10.4067/S0717-97072011000200020.

Brachet, A., Christen, P., y Veuthey, J. (2002). Focused microwave-assisted extraction of cocaine and benzoylecgonine from coca leaves. *Phytochemical Analysis, 13*(3), 162–169. doi: 10.1002/pca.637.

Brachet, A., Rudaz, S., Mateus, L., Christen, P., y Veuthey, J. (2001) Optimisation of accelerated solvent extraction of cocaine and benzoylecgonine from coca leaves. *Journal of Separation Science, 24*(10–11), 865–873. doi: 10.1002/1615-9314(20011101)24:10/11<865::AID-JSSC865>3.0.CO;2-U

Brunner G (2005) Supercritical fluids: technology and application to food processing. *Journal of Food Engineering, 67*(1-2), 21–33. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2004.05.060

Cabral, L., Bravo, A., Freire, M., Bizzo, H y Matta, V (2010). Citrus Fruits and Oranges. En Y. Hui (Ed), *Handbook of Fruit and Vegetable Flavors* (pp.265-278) New Jersey, USA: John Wiley & Sons, Inc.

Casado, I. (2018). *Optimización de la extracción de aceites esenciales por destilación en corriente de vapor* (Trabajo de fin de grado). Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, España.

Cha, K., Kang, S., Kim C., Um, A., Na, Y., y Pan, C. (2010) Effect of pressurized liquids on extraction of antioxidants from Chlorella vulgaris. *Journal of Agricultural and Food Chemistry, 58*(8), 4756–4761. doi: 10.1021/jf100062m.

Cerón, I., y Cardona, C (2011). Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de cáscara de naranja. *Ingeniería y ciencia 7* (13), 65-86.

Chan, C., Yusoff, R., Ngoh, G., y Kung, F. (2011). Microwave-assisted extraction of active ingredients from plants. *Journal of Chromatography A, 1218*(37), 6213–6225. doi: 10.1016/j.chroma.2011.07.040.

Chemat, F., Abert-Vian, M y Fernández, X (2011) Microwave-Assisted Extraction of Essential Oils and Aromas. En F. Chemat y G. Cravotto (Ed.), *Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds* (pp. 53-66) Washington, USA: Springer New York Heidelberg Dordrecht London.

Chemat F, Abert-Vian M, Visinoni F (2008) Microwave hydrodiffusion for isolation of natural products. Francia.

Chemat, F., Zill-eHuma., Y., y Khan, M. (2011) Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry 18*(4), 813–835. doi: 10.1016/j.ultsonch.2010.11.023.

Chemat F, Abert-Vian, M., Zill-e-Huma, Y. (2009) Microwave assisted separations: green chemistry in action. En J. Pearlman (Ed), Green chemistry research trends (pp.33-62). New York, USA: Nova Science Publishers.

Chen, L., Song, D., Tian, Y., Ding, L., Yu, A., y Zhang, H. (2008). Application of on-line microwave sample-preparation techniques. *TrAC Trends in Analytical Chemistry, 27*(2), 151–159. doi: 10.1016/j.trac.2008.01.003.

Corporación Universitaria Lasallista (2012). Cítricos: cultivo, poscosecha e industrialización. Recuperado de http://www.asohofrucol.com.co/archivos/biblioteca/biblioteca_211_PublicacionCitricosCultivoPoscosechaeIndustrializacion.pdf

Correa, L., y Hernández, E. (2011). El uso de las microondas en la industria farmacéutica. *Revista mexicana de ciencias farmacéuticas, 42*(4), 6-25.

Cravotto, G., Boffa, L., Mantegna, S., Perego, P., Avogadro, M., y Cintas, P. (2008) Improved extraction of vegetable oils under high-intensity ultrasound and/or microwaves. *Ultrasonics Sonochemistry, 15*(5), 898–902. doi: 10.1016/j.ultsonch.2007.10.009.

Davies, F., y Albrigo, L. (1994). *Citrus*. Wallingford, Reino Unido: Illustrated edition.

Departamento Administrativo Nacional de Estadística (DANE). (Octubre 2016).El cultivo de la naranja Valencia (*Citrus sinensis* [L.] Osbeck) y su producción como respuesta a la aplicación de correctivos y fertilizantes y al efecto de la polinización dirigida con abeja Apis mellifera. *insumos y factores asociados a la producción agropecuaria.* Recuperado de https://www.dane.gov.co/files/investigaciones/agropecuario/sipsa/Bol_Insumos_oct_2016.pdf

Dhobi, M., Mandal, V., y Hemalatha, S. (2009) Optimization of microwave assisted extraction of bioactive flavonolignan–silybinin. *Journal Chemistry Metrl, 3*(1), 13–23

Durán, R., Villa A., Montes, C., y Peláez, C. (2012). Aceite esencial obtenido de cáscaras de naranja en diferentes estados de madurez de dos cultivos en el municipio de Chimichagua, Colombia. *Ciencia y tecnología de alimentos, 21*(26), 60-70.

Eroski consumer (2013). Naranja propiedades. recuperado de

https://frutas.consumer.es/naranja/propiedades

Eskilsson, C., y Björklund, E. (2000). Analytical-scale microwave-assisted extraction. *Journal of Chromatography A, 902*(1), 227–250. doi: 10.1016/S0021-9673(00)00921-3.

Eskilsson, C., Björklund, E., Mathiasson, L., Karlsson, L., y Torstensson, A. (1999) Microwave Assisted extraction of felodipine tablets. *Journal of Chromatography A, 840*(1), 59–70. doi: 10.1016/S0021-9673(99)00194-6.

Espinal, Carlos., Martínez, H., y Peña, Y. (2005). *La Cadena de cıtricos en Colombia, una mirada global de su estructura y dinámica*, Bogotá, Colombia: Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural.

Fan., J., Zhang, R.,, y Zhu, J. (2010) Optimization of microwave-assisted extraction of total triterpenoid in Diospyros kaki leaves using response surface methodology. *Asian Journal of Chemistry, 22*(5):3487–3500.

Farhat, A., Fabiano, A., El Maataoui, M., Maingonnat, J., Romdhane, M., y Chemat, F. (2011). Microwave steam diffusion for extraction of essential oil from orange peel: Kinetic data, extract's global yield and mechanism. *Food Chemistry, 125*(1), 255–261. doi: 10.1016/j.foodchem.2010.07.110.

FAO. (2001). El cambio climático y los bosques. In: Situación de los Bosques del Mundo. Recuperado de http://www.fao.org/documents/ show_cdr.asp?url_file=/docrep/003/y0900s/ y0900s00.htm.

Ferhat, M., Meklati, B., Smadja, J., y Chemat, F. (2006). An improved microwave Clevenger apparatus for distillation of essential oils from orange peel. *Journal of Chromatography A, 1112*(1-2), 121-126. doi: 10.1016/j.chroma.2005.12.030.

Ferhat, M., Meklati, B., y Chemat, F. (2007). Comparison of different isolation methods of essential oil from Citrus fruits: Cold pressing, hydrodistillation and

microwave ‘dry’ distillation. *Flavour And Fragrance Journal, 22* (6), 494–504. doi: 10.1002/ffj.1829.

Flamini, G., Tebano, M., Cioni, P., Ceccarini, L., Ricci, A., y Longo, I. (2007). Comparison between the conventional method of extraction of essential oil of Laurus nobilis L. and a novel method which uses microwaves applied in situ, without resorting to an oven. *Journal of Chromatography A, 1143*(1-2), 36–40. doi: 10.1016/j.chroma.2007.01.031.

Franciosi, R.(1986). *El cultivo de los cítricos en el Perú*. Lima.Perú: Fopex

Gaete, L., Vargas, Y., Cares, M.,, Sainz, J., y Alarcón, J. (2011). Ultrasonically enhanced extraction of bioactive principles from Quillaja Saponaria Molina. *Ultrasonics, 51*(5), 581–585. doi: 10.1016/j.ultras.2010.12.012.

Gaffney, B., Havekotte, M., Jacobs, B., y Costa, L. (1996). Charm analysis of two *Citrus sinensis* peel oil volatiles. *Perfumer and Flavorist, 21*(1), 2 -5.

García, D. (2010). *Caracterización fisicoquímica de aceite esencial de limón de Tucumán* (Trabajo de investigación). Universidad nacional de Tucumán. Tucumán, Argentina.

Girard, B., Mazza, G. (1998). Functional grape and citrus products. En G.Mazza (Ed.), Functional Foods, Biochemical and Processing. (pp.155-178). Pensilvania, EEUU: Technomic Publishing Company.

Gildardo, M.C. (2010). *Aceites esenciales, una alternativa de diversificación para el eje cafetero*. Colombia: Sección de publicaciones e imagen de la Universidad Nacional de Colombia.

Golmakani, M., y Rezaei, K. (2008). Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris L. Food Chemistry*, *109* (4), 925-930. doi: 10.1016/j.foodchem.2007.12.084.

González, L., y Tullo, Cirilo.(2019). Guía técnica cultivo de cítricos. *Poyecto paquetes tecnológicos.* Recuperado de: https://www.jica.go.jp/paraguay/espanol/office/others/c8h0vm0000ad5gke-att/gt_03.pdf

Grigonis, D., Venskutonis, P., Sivik, B., Sandahl, M., y Eskilsson, C. (2005) Comparison of different extraction techniques for isolation of antioxidants from sweet grass (Hierchloë odorata). *Journal Supercritical Fluids, 33*(3), 223–233. doi: 10.1016/j.supflu.2004.08.006.

Gutiérrez, V.(2017, Mayo). Cosecha, postcosecha y comercialización de la de la naranja. *CONSORCIO PROCOSI/CEMSE.* Recuperado de https://www.formaciontecnicabolivia.org/webdocs/publicaciones/2017/GUIA%20COSECHA%20POSTCOSECHA%20Y%20TRANSFORMACION%20DE%20LA%20NARANJA.pdf

Hao, J., Han, W., Huang, S., Xue, B., y Deng, X. (2002). Microwave-assisted extraction of artemisinin from Artemisia annua L. *Separation and Purification Technology, 28*(3), 191–196. doi: 10.1016/S1383-5866(02)00043-6

Hernández, J. (2014). Crecimiento y producción de naranja Valencia *Citrus sinensis* (L.) Osbeck, como respuesta a la aplicación de correctivos y fertilizante (trabajo de investigación). Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias Agrarias, Departamento de Ciencias Agronómicas, Medellín, Colombia.

Hinterholzer, A., y Schieberle, P. (1998). Identification of the most odour - active volatiles in fresh, hand - extracted juice of Valencia Late oranges by odour dilution techniques. *Flav Frag* 13 (1) : 49 – 55.

Horna, C. (2015). *Estudio comparativo y evaluación del rendimiento de dos tecnologías de extracción de aceites esenciales de naranja, mandarina y tangelo* (Trabajo de investigación). Universidad ESAN, Lima, Perú.

Huie, C. (2002) A review of modern sample-preparation techniques for the extraction and analysis of medicinal plants. *Analytical Bioanalytical Chemistry, 373*(1-2), 23–30. doi: 10.1007/s00216-002-1265-3

Hu, Z., Cai, M., Liang, H. (2008). Desirability function approach for the optimization of microwave-assisted extraction of saikosaponins from Radix bupleuri . *Separation and Purification Technology, 61*(3), 266–275. doi: 10.1016/j.seppur.2007.10.016

Instituto de Investigación de recursos biológicos Alexander Von Humboldt. (2003) Biocomercio sostenible. Estudio del mercado colombiano de aceites. Recuperado de : http://repository.humboldt.org.co/bitstream/handle/20.500.11761/9356/Biocomercio_6.pdf

INFOAGRO. (2008). Clasificación taxonómica de la naranja. Recuperado de http://www.infoagro.com/citricos/naranja2.htm

Iriti, M., Colnaghi, G., Chemat, F., Smadja, J., Faoro, F., Visinoni, F. (2006) Histo-cytochemistry and scanning electron microscopy of *lavender glandular trichomes* following conventional and microwave-assisted hydrodistillation of essential oils: A comparative study. *Flavour and Fragrance Journal*, *21*(4), 704–712. doi: 10.1002/ffj.1692.

Jain, T., Jain, V, Pandey, R., Vyas, A., y Shukla, S. (2009) Microwave assisted extraction for phytoconstituents: an overview. *Asian Journal of Research in Chemistry, 2*(1), 19–25.

Jensen, W. (2007) The origin of the Soxhlet extractor. *Journal of Chemical Education, 84*(12), 1913–1914. doi :10.1021/ed084p1913.

Jian-bing, J., Xiang-hong, L., Mei-qiang, C., y Zhi-chao, X. (2006) Improvement of leaching process of Geniposide with ultrasound. *Ultrasonics Sonochemistry, 13*(5), 455–462. doi: 10.1016/j.ultsonch.2005.08.003.

Juárez, J., Castro, A., Jaúregui, J., Lizano, J., Carhuapoma, M.., Choquesillo, F., Ramos, N. (2010). Composición química, actividad antibacteriana del aceite esencial de *Citrus sinensis* L. (Naranja Dulce) y formulación de una forma farmacéutica. *Ciencia e investigación, 13* (1), 9-13.

Kaufmann, B., y Christen, P. (2002). Recent extraction techniques for natural products: microwave-assisted extraction and pressurised solvent extraction. *Phytochemical Analysis, 13*(2), 105–113. doi: 10.1002/pca.631

Kaufmann, B., Christen, P., Veuthey, J. (2001). Parameters affecting microwave-assisted extraction of withanolides. *Phytochemical Analysis, 12*(5), 327–331. doi: 10.1002/pca.599

Khajeh, M., Akbari, A., y Sanchooli, E.(2009). Application of Doehlert design in the optimization of microwave assisted extraction for determination of zinc and copper in cereal samples using FAAS. *Food Analytical Methods, 3*(3):133–137. doi: 10.1007/s12161-009-9099-7.

Kingston, H., y Haswell, S. (Eds). (1997). *Microwave-enhanced chemistry: Fundamentals, Sample Preparation, and Applications*. Washington, USA: American Chemical Society.

Kingston, H., y Jassie, L. (1988). *Introduction to microwave sample preparation*. Washington, USA: American Chemical Society

Kosar, M., Özek, T., Göger, F., Kürkcüoglu, M., y Can, K. (2005). Comparison of microwave assisted hydrodistillation and hydrodistillation methods for the

analysis of volatile secondary metabolites. *Pharmaceutical Biology, 43*(6), 491–495. doi: 10.1080/13880200500220136

Lawrence, B. (1995) The Isolation of Aromatic Materials from Natural Plant Products. En K. Tuley (Ed.), *A manual on the essential oil industry* (pp.57-144) Viena, Austria: UNIDO.

Leonelli, C., Veronesi, P y Cravotto, G (2013) Microwave-Assisted Extraction: An Introduction to Dielectric Heating. En F. Chemat y G. Cravotto (Ed.), Microwave-*assisted Extraction for Bioactive Compounds* (pp.5-13) Washington, USA: Springer New York Heidelberg Dordrecht London.

León, G., Osorio, M., y Martínez, S. (2015). Comparación de dos métodos de extracción del aceite esencial de *Citrus sinensis. Revista cubana de farmacia 49* (4), 742-750.

León, J., Orduz, R., y Arango W. (2009). Evaluación de variedades de naranjas para la Altillanura colombiana. *Corpoica. 52*(1), 3- 16.

León, Y. y Moreno, J. (2006). Evaluación del efecto de la polinización dirigida a cultivos de naranja (*Citrus sinensis*) "Valencia" y "Ombligona" con el uso de la abeja Apis mellifera en el municipio de Sasaima, Cundinamarca (trabajo de grado). Universidad de la Salle, Bogotá, Colombia

Li, J., Zu, Y., Fu, Y., Yang, Y., Li, S., Li, Z., y Wink, M. (2010) Optimization of microwave assisted extraction of triterpene saponins from defatted residue of yellow horn (*Xanthoceras sorbifolia Bunge*) kernel and evaluation of its antioxidant activity. Innovative *Food Science & Emerging Technologies, 11*(4), 637–664. doi: 10.1016/j.ifset.2010.06.004.

Li, Y., Radoiu, M., Fabiano-Tixier, A., y Chemat, F (2013) From Laboratory to Industry: Scale-Up, Quality, and Safety Consideration for Microwave-Assisted Extraction. En F. Chemat y G. Cravotto (Ed.), Microwave-*assisted Extraction*

for Bioactive Compounds (pp.5-13) Washington, USA: Springer New York Heidelberg Dordrecht London.

Lobos, G., Vallejos, O., Caroca, C., y Marchant, C. (2005). El Mercado de los Bonos de Carbono ("bonos verdes"): Una Revisión. *Revista Interamericana de Ciencia y Turismo, 1*(1), 42-51.

Lucchesi, M., Chemat, F., Smadja, J. (2004). Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. *Journal Chromatography A, 104* (2), 323-327.

Luque, M., y García, L. (1998) Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future. *Analytica Chimica Acta, 369*(1-2), 1–10. doi: 10.1016/S0003-2670(98)00233-5

Luque, M., Fernández, M., Linares, B., y Linares, J. (2013). The Role of Microwaves in the Extraction of Fats and Oils. En F. Chemat y G. Cravotto (Ed.), Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds (pp. 69-78) Washington, USA: Springer New York Heidelberg Dordrecht London

Luque, M., y Fernández, M. (2013).The Role of Microwaves in Omics Disciplines. En F. Chemat y G. Cravotto (Ed.), Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds (pp. 126-137) Washington, USA: Springer New York Heidelberg Dordrecht London

Majors, R., (2007). Modern techniques for the extraction of solid materials - An update. *LC GC Europe, 20*(2), 71-81.

Majors, R., (2008). Practical aspects of solvent extraction. *LCGC North America, 22*(3), 143-147.

Mandal, V., Mohan, Y., y Hemalatha, S. (2007). Microwave assisted extraction-an innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *PHCOG Rev: Review Article, 1*(1), 7–18.

Matiz G., Osorio, M., Camacho, F., Atencia, M., y Herazo, J. (2012). Diseño y evaluación in vivo de fórmulas para acné basadas en aceites esenciales de naranja (*Citrus sinensis*), albahaca (*Ocimum basilicum*) y ácido acético. *Biomédica*, *32*(1):1-27.

Mazariegos, J. (2008). *Identificación y cuantificación de los componentes principales del aceite esencial del flavedo (cáscara) de Citrus reshni (Mandarina Cleopatra), Citrus reticulata (Mandarina común) y Citrus reticulata Blanco o Citrus tangerina (Mandarina Dancy) por medio de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas*. (Tesis de pregrado). Universidad de San Carlos de Guatemala, Nueva Guatemala de la Asunción, Guatemala.

Metaxas, A. (1996). *Foundations of electroheat: A unified approac*h. New York, USA: Wiley

Minh Tu, N., Thanh, L., Ukeda, H., y Sawamura, M. (2002). Volatile constituents of Vietnamese pummelo, orange, tangerine and peels oils. *Flav Frag, 17*(1), 169 –74.

Montoya, G. (2010). ACEITES ESENCIALES: Una Alternativa de Diversificación para el Eje Cafetero. Manizales, Colombia: Sección de Publicaciones e Imagen Universidad Nacional de Colombia.

Moreiras, O., Carbajal, A., Cabrera, L., y Cuadrado C. (2010). Tablas de composición de alimentos. Madrid, España: Editorial Pirámide

Moreno, S., Crescente, O., Ortiz, S., y Quintero, M. (2006). Composición química y actividad tóxica del aceite esencial de simsia pubescens triana. *Interciencia, 31*(10), 745-747.

Navarrete, C. (2010). Extracción y caracterización del aceite esencial de mandarina obtenido de residuos agroindustriales. *Dyna*, *77*(162), 85-92.

Nyiredy, S (2004) Separation strategies of plant constituents: current status. *Journal of Chromatography B, 812*(1-2), 35–51.

Orduz, J., y Garzón, D. (2012). Alternancia de la producción y comportamiento fenológico de la naranja «Valencia» *(Citrus sinensis* (L.) Osbeck*)* en el trópico bajo húmedo de Colombia. *Ciencia & Tecnología Agropecuaria,* 13(2), 145-162

Pan, X., Niu, G., y Liu, H. (2002). Comparison of microwave-assisted extraction and conventional extraction techniques for the extraction of tanshinones from Salvia miltiorrhiza Bunge. *Biochemical Engineering Journal*, *12*(1), 71–77. doi: 10.1016/S1369-703X(02)00039-6

Pantoja, A. (2016). *Extracción de aceites con fluidos supercríticos a partir de semillas de frutas con potencialidad en la industria cosmética* (Trabajo de investigación). Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia.

Peredo, H., Palou, E., y López, A. (2009). Aceites esenciales: Métodos de extracción. *Temas selectos de ingenieria y alimentos, 3*(1), 24-32.

Pereira, C., Meireles, M., (2010) Supercritical fluid extraction of bioactive compounds: fundamentals, applications and economic perspectives. *Food and Bioprocess Technology, 3*(3), 340–372. doi: 10.1007/s11947-009-0263-2.

Porto, C., Pizzale, L., Bravin, M., y Conte, L. (2003). Analyses of orange spirit flavour by direct injection gas chromatography - mass spectrometry and headspace solid - phase microextraction/GC - MS. *Flav Frag,* 18(1), 66 – 72.

Raner, K., Strauss, C., Vyskoc, y F., Mokbel, L. (1993). A comparison of reaction kinetics observed under microwave irradiation and conventional heating. *The Journal of Organic Chemistry*, *58*(4), 950–995. doi: 10.1021/jo00056a031.

Raju, G. 2003. Dielectrics in electric fields. New York, USA: Marcel Dekker.

Reátegui, L. (2005). *Hidroextracción y fraccionamiento del aceite esencial de cáscara de naranja*. (Tesis de pregrado), Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú.

Rezvanpanah, S., Rezaei, K., Razavi, S., y Moini, S. (2008) Use of microwave-assisted hydrodistillation to extract the essential oils from *Satureja hortensis* and *Satureja montana. Food Science and Technology Research*, *14*(3), 311–314. doi: 10.3136/fstr.14.311.

Richter, B., Jones, B., Ezzell, J., Porter, N., Avdalovic, N., y Pohl, C. (1997). Accelerated solvent extraction: a new technique for sample preparation. *Analytical Chemistry, 68*(6), 1033–1039.

Routray, W., y Orsat, V. (2011). Microwave-Assisted extraction of Flavonoids: A review. *Food and Bioprocess Technology*, *5*(2), 409-424. doi: 10.1007/s11947-011-0573-z.

Ruiz, G, & Saavedra, J. (2007). *Determinación de los parámetros óptimos de funcionamiento para un equipo de extracción sólido-líquido en la extracción de aceite esencial de naranja usando un sistema cáscara de naranja-alcohol etílico.* (Tesis de pregrado) Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú.

Sahraoui, N., Abert, M., Bornard, I., Boutekedjiret, C y Chemat, F (2008). Improved Microwave steam distillation apparatus for insolation of essential oils Comparison with conventional steam distillation. *Journal of Chromatography A*, *1210* (1), 229-233. doi: 10.1016/j.chroma.2008.09.078

Sanabria, J. (2013). Poscosecha de la naranja (*Citrus Sinensis*) (trabajo de investigación). Universidad Estatal de Bolivar, Ecuador.

Santos DT, Veggi PC, Meireles MAA (2012) Optimization and economic evaluation of pressurized liquid extraction of phenolic compounds from jabuticaba skins. *Journal of Food Engineering, 108*(3), 444–452. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.08.022.

Sefidkon, F., Abbasi, K., y Backhshi, G. (2006). Influence of drying and extraction methods on yield and chemical composition of the essential oil of Satureja hortensis. *Food Chemistry, 99*(1), 19-23. doi: 10.1016/j.foodchem.2005.07.026

Sivakumar, V., Ravi, V., Rao, P., y Swaminathan, G. (2007). Studies on the use of power ultrasound in solid–liquid myrobalan extraction process. *Journal of Cleaner Production*. *15*(18):1813–1818. doi: 10.1016/j.jclepro.2006.06.006.

Soler, J. y Soler, G. 2006. Cítricos. Variedades y técnicas de cultivo. Madrid, España: Mundi Prensa.

Song, J., Li, D., Liu, C., y Zhang, Y. (2011). Optimized microwave-assisted extraction of total phenolics (TP) from Ipomoea batatas leaves and its antioxidant activity. *Innovative Food Science & Emerging Technologies. 12*(3), 282–287. doi:10.1016/j.ifset.2011.03.001

Sparta. (2003). Poda en Cítricos. Recuperado de www.geocities.com/Athens/Sparta/4704/podacitricos.htm - 29k

Spigno, G., y De Faveri, D. (2009). Microwave-assisted extraction of tea phenols: a phenomenological study. *Journal of Food Engineering*, *93*(2), 210–217. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2009.01.006

Stalikas, C. (2007). Extraction, separation, and detection methods for phenolic acids and flavonoids. *Journal of Separation Science, 30*(18), 3268–3295. doi: 10.1002/jssc.200700261

Stashenko, E., Jaramillo, B., Martinez, J. (2004). Comparison of different extraction methods for the analysis of volatile secondary metabolites of *Lippia alba (Mill.)* N.E. Brown, grown in Colombia, and evaluation of its in vitro antioxidant activity. *Journal of Chromatography A, 1025*(1), 93–103. doi: 10.1016/j.chroma.2003.10.058

Tatke, P., y Jaiswal, Y. (2011). An overview of microwave assisted extraction and its applications in herbal drug research. *Research Journal of Medicinal Plants*, *5*(1), 21–31. doi: 10.3923/rjmp.2011.21.31

Tetra Pak (2004). The Orange Book. Recuperado de : https://www.amazon.com/-/es/Ulla-Ringblom/dp/9176097706

Thi, N., Anh, T., y Thach, L. (2008). The essential oil composition of *Eryngium foetidum L.* in South Vietnam extracted by hydrodistillation under conventional heating and microwave irradiation. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 11(2), 154–161. doi: 10.1080/0972060X.2008.10643612

Thostenson, E., y Chou, T. (1999). Microwave processing: fundamentals and applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *30*(9), 1055–1071. doi: 10.1016/S1359-835X(99)00020-2

Torrenegra, M.,Granados, C., Osorio, M., y León, G (2015). Comparación de la Hidrodestilación Asistida por Radiación de Microondas (MWHD) con Hidrodestilación Convencional (HD) en la extracción de Aceite Esencial de *Minthostachys mollis. Información Tecnológica*, *26* (1), 117-122. doi: 10.4067/S0718-07642015000100013

Universidad EARTH. (2004).Perfil del producto naranja. Recuperado de http://usi.earth.ac.cr/glas/sp/50000142.pdf

Veggi, P., Martinez, J., y Mireles, A. (2013). Fundamentals of Microwave Extraction. En F. Chemat y G. Cravotto (Ed.), Microwave-assisted Extraction for

Bioactive Compounds (pp. 17-18) Washington, USA: Springer New York Heidelberg Dordrecht London.

Vian, A., Fernández, X., Visinoni, F., y Chemat, F. 2008. Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils. *Journal of Chromatography A*, *1190* (1), 14-17.

Vinatoru, M. (2001) An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs. *Ultrasonics Sonochemistry, 8*(3), 303–313. doi: 10.1016/S1350-4177(01)00071-2

Virot, M., Tomao, V., Colnagui, G., Visinoni, F., y Chemat, F. (2007) New microwave-integrated Soxhlet extraction. An advantageous tool for the extraction of lipids from food products. *Journal of Chromatography A* 1174 (1-2), 138–144. doi: 10.1016/j.chroma.2007.09.067

Wade, L.G. (2011). *Química Orgánica.* México:Pearson Educación.

Wang, Y., You, J., Yu, Y., Qu, C., Zhang, H., Ding, L., y Li, X. (2008). Analysis of ginsenosides in Panax ginseng in high pressure microwave-assisted extraction. *Food Chemistry, 110*(1), 161–167. doi: 10.1016/j.foodchem.2008.01.028.

Wang, L., y Weller, C. (2006). Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science Technology, 17*(6), 300–312. doi: 10.1016/j.tifs.2005.12.004

Wang, L. (2010) Advances in extraction of plant products in nutraceutical processing. En: Y. Pathak (Ed), *Handbook of nutraceuticals vol II: Scale up, processing and automation* (pp.15-52). Louisville, USA: CRC Press.

Wankat, P. (1988). *Equilibrium staged separations: Separations in chemical engineering*, Englewood Cliffs, USA: Prentice Hall.

Xiao, W., Han, L., Shi, B. (2008). Microwave-assisted extraction of flavonoids from Radix astragali . *Separation and Purification Technology, 62*(3), 614–618. doi: 10.1016/j.seppur.2008.03.025.

Yan, M., Liu, W., Fu, Y., Zu, Y., Chen, C., y Luo, M. (2010). Optimisation of the microwave assisted extraction process for four main astragalosides in Radix astragali. *Food Chemistry, 119*(4), 1663–1670. doi: 10.1016/j.foodchem.2009.09.021.

Yáñez, X., Mancilla, L., y Parada, D. (2007). Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (*Citrus sinensis*, variedad valenciana) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia). *Bistua, 5* (1), 3-8.

Yuan, L., Li, H., Ma, R., Xu, X., Zhao, C., Wang, Z., Chen, F., y Hu, X. (2012). Effect of energy density and citric acid concentration on anthocyanins yield and solution temperature of grape peel in microwave-assisted extraction process. *Jornal of Food Engineering, 109*(2), 274–280.

Zambrano, R. (2014). *Conservación del zumo de naranja (Citrus sinensis) utilizando dosis de miel de abeja y canela como conservante natural* (tesis de pregrado). Universidad Laica 'Eloy Alfaro' de Manabí, Ecuador.

Zlotorzynski, A. (1995). The application of microwave radiation to analytical and environmental chemistry. *Critical Reviews in Analytical Chemistry, 25*(1), 43–75. doi: 10.1080/10408349508050557

Zolezzi, J. (2011). Energía y Medio Ambiente: El desafío de producir energía eléctrica en el contexto del cambio climático. En A. Cubillos y F. Estenssoro (Ed.), Energía y medio ambiente. Una ecuación difícil para América Latina (pp. 25-40). Santiago, Chile: Editorial Idea- Usach.

VIII. ANEXOS

ANEXO 1A. DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE DE LA HDAM (DESDE EL NIVEL DE POTENCIA 1 AL 5)

Nivel de potencia	Repeticiones	Tiempo de extracción (minutos)					
		5	**10**	**15**	**20**	**25**	**30**
1	1	SR	SR	SR	SR	SR	SR
	2	SR	SR	SR	SR	SR	SR
	3	SR	SR	SR	SR	SR	SR
2	1	SR	SR	SR	0.2	0.2	0.4
	2	SR	SR	SR	0.2	0.3	0.4
	3	SR	SR	SR	0.2	0.2	0.4
3	1	SR	0.4	0.7	0.9	0.9	1
	2	SR	0.4	0.8	1	1	1
	3	SR	0.3	0.7	0.9	1	1
4	1	SR	0.6	0.8	1	1	1
	2	SR	0.6	0.8	0.9	1	1
	3	SR	0.6	0.7	0.9	0.9	1
5	1	SR	0.7	0.8	1	1.1	1.2
	2	SR	0.7	0.9	1.1	1.2	1.2
	3	SR	0.7	0.9	1	1.2	1.2

Datos expresados en ml.

ANEXO 1 B. DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE DE LA HDAM (DESDE EL NIVEL DE POTENCIA 6 AL 10)

Nivel de potencia	Repeticiones	Tiempo de extracción (minutos)					
		5	**10**	**15**	**20**	**25**	**30**
6	1	0.8	1	1	1.1	1.3	NA
	2	0.8	0.8	0.9	1.3	1.3	NA
	3	0.6	0.9	1	1.3	1.2	NA
7	1	1.1	1.2	1.3	1.3	NA	NA
	2	1	1.2	1.3	1.4	NA	NA
	3	1	1.2	1.3	1.4	NA	NA
8	1	1.5	1.5	1.8	NA	NA	NA
	2	1.5	1.5	1.8	NA	NA	NA
	3	1.5	1.6	1.8	NA	NA	NA
9	1	1.5	1.7	1.8	NA	NA	NA
	2	1.6	1.7	1.8	NA	NA	NA
	3	1.6	1.8	1.8	NA	NA	NA
10	1	1.9	1.8	NA	NA	NA	NA
	2	1.8	1.8	NA	NA	NA	NA
	3	1.8	2	NA	NA	NA	NA

ANEXO 2. MASA PROMEDIO DEL ACEITE ESENCIAL

Nivel de potencia	*Tiempo de extracción (minutos)*					
	5	***10***	***15***	***20***	***25***	***30***
1	SR	SR	SR	SR	SR	SR
2	SR	SR	SR	0.170	0.195	0.339
3	SR	0.314	0.619	0.789	0.823	0.848
4	SR	0.509	0.653	0.789	0.823	0.848
5	SR	0.594	0.738	0.874	0.993	1.018
6	0.619	0.764	0.823	1.044	1.078	NA
7	0.874	1.018	1.103	1.162	NA	NA
8	1.273	1.298	1.527	NA	NA	NA
9	1.332	1.468	1.527	NA	NA	NA
10	NA	NA	NA	NA	NA	NA

Datos expresados en gramos; los cuales se calcularon multiplicando los promedios del anexo 1 por la densidad del AEO (0.848 g/ml)

ANEXO 3. DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE DE LOS UMBRALES DE EXTRACCIÓN (DESDE EL NIVEL DE POTENCIA 1 A 10)

Nivel de potencia	Repeticiones	Umbral de extracción (minutos)	Nivel de potencia	Repeticiones	Umbral de extracción (minutos)
1	1	56	6	1	3.4
	2	56		2	3.4
	3	57		3	3.4
2	1	15.3	7	1	3.3
	2	15.2		2	3.3
	3	15.3		3	3.3
3	1	8.3	8	1	3
	2	8.5		2	3.3
	3	8.3		3	3.3
4	1	6.2	9	1	2.4
	2	6.2		2	2.5
	3	6.1		3	2.4
5	1	5.3	10	1	2
	2	5.1		2	2.1
	3	5.4		3	2.8

ANEXO 4. DATOS EMPÍRICOS REGISTRADOS POR EL VATÍMETRO DIGITAL.

Nivel de potencia	Tiempo(min)						
	0	**5**	**10**	**15**	**20**	**25**	**30**
1	2088	2101	2113	2126	2139	2152	2165
2	2113	2136	2160	2184	2208	2232	2255
3	332	365	399	433	466	499	533
4	504	548	592	637	681	725	769
5	629	682	736	791	845	899	953
6	792	858	925	992	1058	1124	1190
7	992	1069	1146	1222	1299	1376	1453
8	1222	1308	1394	1479	1565	1651	1737
9	1479	1574	1669	1763	1858	1953	2048
10	1763	1872	1980	2088	2196	2304	2412

Los datos mostrados están expresados watts-hora.

El consumo eléctrico para cada tiempo de extracción se obtuvo restando el valor actual con el anterior.

ANEXO 5. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA RENDIMIENTO - SUMA DE CUADRADOS TIPO III

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Efectos principales					
A: Bloque	0.00174896	2	0.00087448	0.7	0.5269
B: Potencia	0.0696076	2	0.0348038	27.66	0.0003
C: Tiempo	0.115645	2	0.0578224	45.96	0
Interacciones					
AB	0.00267593	4	0.00066898	0.53	0.7166
AC	0.00228415	4	0.00057103	0.45	0.7678
BC	0.00507548	4	0.00126887	1.01	0.4572
Residuos	0.0100656	8	0.0012582		
Total (corregido)	0.207103	26			

ANEXO 6. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA ÍNDICE DE REFRACCIÓN - SUMA DE CUADRADOS TIPO III

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Efectos principales					
A: Bloque	2.76E-07	2	1.38E-07	0.5	0.6262
B: Potencia	1.16E-07	2	5.78E-08	0.21	0.8163
C: Tiempo	1.09E-07	2	5.44E-08	0.2	0.8257
Interacciones					
AB	2.49E-07	4	6.22E-08	0.22	0.9174
AC	8.16E-07	4	2.04E-07	0.73	0.5935
BC	1.64222E-06	4	4.11E-07	1.48	0.2948
Residuos	0.00000222	8	2.78E-07		
Total (corregido)	5.42667E-06	26			

ANEXO 7. NORMA TÉCNICA EMPLEADA PARA LA PRUEBA DE DENSIDAD RELATIVA

ITINTEC 319.081: Determinación de la densidad y la densidad relativa en Aceites esenciales

1.-Objeto

1.1 La presente norma establece el método para determinar la densidad relativa de los aceites esenciales, líquidos a 20 °C.

2.- Definiciones y Clasificación

2.1 Densidad a 20 °C de un aceite esencial: Es la relación entre el peso (masa) de un volumen dado de aceite esencial y su volumen determinados a 20 °C

2.1.1 Esta cantidad se expresa en gramos por mililitro y su símbolo es $\rho_{20°}$

2**.2 Densidad relativa a 20 °C o a 4 °C de un aceite esencial:** Es la relación entre la densidad del aceite a 20 °C y la del agua destilada a 20 °C o a 4 °C

2.2.1 Esta cantidad no tiene dimensión y su símbolo es d_{20}^{20} o d_4^{20}

2.2.2 Todas las pesadas se hacen en aire

3.- Métodos de ensayo

3.1 Principio del método

3.1.1 Esta Norma requiere de valores con una precisión de 3 cifras decimales; se usa un picnómetro para pesar volúmenes iguales del líquido en ensayo, con el objeto de obviar el uso de grandes cantidades de este.

3.2 Aparatos

3.2.1 Balanza analítica con una precisión de 0.5 mg

3.2.2 Baño de agua mantenido a 20 °C ± 0.2°C

3.2.3 Embudos y sifones para picnómetros

3.2.4 Picnómetro de 50 ml,25 ml o 10 ml de capacidad, de acuerdo al volumen de aceite esencial disponible

3.2.5 Termómetro normalizado, dividido en quintos o décimos de grados Celsius para determinaciones de temperatura entre 10 °C y 30 °C

3.3 Procedimiento

3.3.1 La preparación de la muestra para el análisis se efectúa según la norma ITINTEC 319.077.

3.3.2 Se lava cuidadosamente el picnómetro, se escurre, se enjuaga sucesivamente con etanol y éter dietílico y se seca en su interior por medio de una corriente de aire seco.

3.3.2.1 Se seca la parte externa del picnómetro con una tela seca o un papel de filtro y se inserta el tapón.

3.3.2.2 Se coloca el picnómetro en la balanza y se le deja durante 30 minutos, luego se pesa

3.3.3 Se llena el picnómetro con agua destilada a 20 °C y recientemente hervida, teniendo cuidado de evitar la presencia de burbujas de aire.

3.3.3.1 Se coloca el picnómetro en baño de agua a 20 °C ± 0.2 °C durante 30 minutos, se comprueba la temperatura del baño de agua por medio del termómetro normalizado y se enrasa con agua destilada hasta la marca.

3.3.3.2 Se inserta el tapón al picnómetro y se seca la parte exterior con una tela seca o un papel de filtro.

3.3.3.3 Se coloca el picnómetro en la balanza, y se deja durante 30 minutos, luego se pesa con el contenido (P_1)

3.3.4 Se vacía el picnómetro, se lava con etanol y después con éter dietílico y se seca por medio de una corriente de aire seco.

3.3.5 Se llena el picnómetro con el aceite esencial, que debe estar a aproximadamente 20 °C, evitando la presencia de burbujas de aire.

3.3.5.1 Se vuelve a colocar el picnómetro en el baño de agua a 20 °C ± 0.2 °C y se le deja durante 30 minutos. Se enras3 con aceite esencial h2sta la marca y se procede como en 3.3.3.2 y 3.3.3.3 obteniéndose un peso (P_2)

3.4 Expresión de resultados

3.4.1 Sea:

P: El peso en gramos, del picnómetro vacío

P_1: El peso en gramos, del picnómetro lleno con agua destilada a 20 °C

P_2: El peso, en gramos, del picnómetro lleno con aceite esencial a 20 °C

3.4.2 La densidad ρ_{20}, en gramos por mililitro, se da por la siguiente fórmula:

$$0.99718\ x\ \frac{P_2 - P}{P_1 - P}$$

3.4.3 La densidad relativa d_{20}^{20} se da por la siguiente fórmula:

$\frac{P_2 - P}{P_1 - P}$

3.4.4 La densidad relativa d_4^{20} se da por la fórmula siguiente

$$0.98823\ x\ d_{20}^{20}$$

3.5 Precisión de los resultados

La densidad ρ_{20}, la densidad relativa d_{20}^{20} y la densidad relativa d_4^{20} de un aceite esencial se expresan con una precisión de por lo menos tres cifras decimales.

ANEXO 8. NORMA TÉCNICA EMPLEADA PARA LA DETERMINACIÓN DE ÍNDICE DE REFRACCIÓN

ITINTEC 319.0.75. Determinación del índice de refracción en aceites esenciales

1.- Objeto

1.1 La presente Norma establece el método para determinar el índice de refracción de los aceites esenciales.

2.- Definiciones y Clasificación

2.1 Índice de refracción de un. aceite esencial: Es la relación del seno del ángulo de incidencia al seno del ángulo de refracción de un rayo luminoso de longitud de onda determinada, que pasa del aire al aceite esencial mantenido a una temperatura constante

3.- Método de ensayo

3.1 Principio del método

3.1.1 Consiste en la medición del ángulo de refracción del aceite esencial mantenido en condiciones de transparencia e isotropismo siendo la longitud de onda de la luz de 589.8 mm, que corresponde a la línea D del sodio y siendo la temperatura de 20 °C.

Nota 1: Cuando el aceite esencial no se encuentra en estado sólido a 20 °C

3.2 Aparatos

3.2.1 Refractómetro clásico que permita la lectura directa de los índices de refracción comprendidos entre 1.30000 y 1.70000 con precisión de $\pm$ 0.0002 y calibrado de tal manera que a 20 °C se puedan obtener los siguientes índices de refracción:

1.3330: Para el agua destilada
1.5811: Para el benceno de uso crioscópico
1.6585: Para el bromo - naftaleno

Nota 2: Ciertos aparatos se pueden graduar por medio de una lámina de vidrio de índice de refracción conocido, de acuerdo a las indicaciones del fabricante.

3.2.2 Dispositivo regulador de la temperatura, que mantiene el aparato en una temperatura constante a $\pm$0.2 °C.

3.2.3 Fuente luminosa: Luz de sodio (longitud de onda 589.3 mm) o si el refractómetro está provisto de un dispositivo óptico compensador, luz difusa de día o de una lampara eléctrica.

3.3 Procedimiento

3.3.1 Preparación de la muestra destinada al laboratorio
Se efectúa de acuerdo a la norma correspondiente

3.3.2 Determinación
3.3.2.1 Se verifica que la temperatura a la cual se efectúan las mediciones no difiera más de 2 °C a la temperatura de referencia y que se mantenga constante a $\pm$ 0.2 °C durante la operación.

3.3.2.2 Se lleva el aceite esencial a una temperatura aproximada a aquella en la que se va a hacer la medición y se coloca en el dispositivo del aparato.

3.3.2.3 Se espera a que la temperatura se estabilice y se efectúa entonces la lectura

3.3.3 Expresión de resultados

3.3.3.1 Sea $n_D^{t'}$ el valor de la lectura a la temperatura t', el índice de refracción n_D^t a la temperatura de referencia t es dado por la siguiente fórmula.

$$n_D^{t'} = n_D^t + a(t' - t)$$

3.3.3.2 En general y salvo indicaciones contrarias el valor de a es 0.0004.

3.3.3.3 El índice de refracción del aceite esencial se expresa por un número de cuatro decimales.

3.3.4 Informe

3.3.4.1 Además de los resultados el informe debe mencionar todas las condiciones del ensayo, los detalles del procedimiento no previstos en la norma o facultativos, así como todos los incidentes que puedan influir en los resultados.

ANEXO 9. INFORME TECNICO DE CROMATOGRAFICA DEL AEO

INFORME TÉCNICO Nº 1286 – 19 – LABICER

1.	**DATOS DEL SOLICITANTE**		
1.1	NOMBRE DEL SOLICITANTE	:	JUAN GABRIEL TORRES ORZELIS LENIN CERNA MEJIA
1.2	D.N.I.	:	46426777 72942274
2.	**CRONOGRAMA DE FECHAS**		
2.1	FECHA DE RECEPCIÓN	:	24 / 07 / 2019
2.2	FECHA DE ANÁLISIS	:	31 / 07 / 2019
2.3	FECHA DE EMISIÓN	:	01 / 08 / 2019
3.	**ANÁLISIS SOLICITADO**	:	ANÁLISIS CUALITATIVO DE ACEITE ESENCIAL POR CROMATOGRAFÍA DE GASES GC-MS
4.	**DATOS REFERENCIALES DE LA MUESTRA SEGÚN EL SOLICITANTE**		
4.1	IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA	:	01 MUESTRA DE ACEITE ESENCIAL DE NARANJA
5.	**LUGAR DE RECEPCIÓN DE LA MUESTRA**	:	LABORATORIO LABICER - FACULTAD DE CIENCIAS
6.	**CONDICIONES AMBIENTALES**	:	Temperatura: 19.0°C; Humedad relativa: 68 %
7.	**MÉTODO UTILIZADO**	:	CROMATOGRAFÍA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS
8.	**DOCUMENTO DE REFERENCIA**	:	Bilal Gurbuza,*et. al.* Rosemary (*Rosmarinus officinalis L.*) cultivation studies under Ankara ecological conditions. Industrial Crops and Products 88 (2016) 12–16.

9. EQUIPOS

CROMATÓGRAFO DE GASES. SHIMADZU, GC-2010 Plus.
- Automuestreador: SHIMADZU, AOC-6000.
- Detector de espectrometría de masas: SHIMADZU, GCMS-QP210 Ultra.

COLUMNA GC: RESTEK. RTX-5MS, 30m x 0.25 mm ID x 0.25 µm df. Serial: 1346249.

10. REACTIVOS Y MATERIALES

- Helio UHP (5.0), ≥99.999% , adquirido de LINDE GAS PERÚ.
- Acetona P.A., 99.8%, adquirido de MERCK PERUANA.
- Sulfato de sodio anhidro P.A., ≥99.0%, adquirido de MERCK PERUANA.
- Filtros de jeringa de Nylon de 25mm de diámetro x 0.45um, adquirido de RESTEK.

11. TRATAMIENTO DE MUESTRA

Se recibió 01 muestra de aceite esencial (descrito en el ítem 4). La muestra se secó con sulfato de sodio andhidro y se filtró usando un filtro de jeringa de 0.45um.

Análisis por Inyección Headspace – HS (Componentes más Volátiles) se tomaron 200 uL de la muestra filtrada y se colocaron en el vial de HS de 20mL. El vial HS se colocó inmediatamente en el automuestreador del GCMS para su lectura.

Av. Túpac Amaru 210 Lima 31, Perú. Teléfono: 382 0500. E-mail: otilia@uni.edu.pe

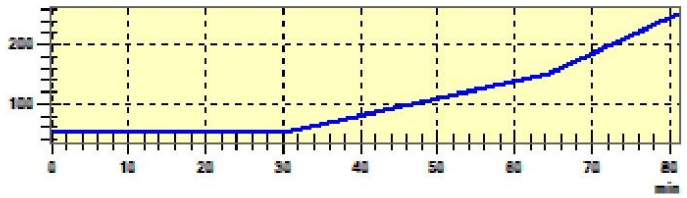
12. CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

Análisis por Inyección Headspace – HS

TABLA Nº1. Condiciones de Operación	
Equipo GC/MS	GCMS-QP210 Ultra
Inyector Headspace (AOC-6000)	
Jeringa	2.5 mL-HS1
Temperatura incubación	60 °C
Tiempo de incubación	15 min
Temperatura Jeringa	60 °C
Velocidad de Agitación	300 rpm
Pre Purge time	5 s
Puerto de Inyección	SPL1
Flujo de inyección	10 mL/min
Post Purge time	10 s
Puerto de Inyección	
Tipo	Split
Razón de Split	40.0
Temperatura	220 °C
Tipo	Helio
Modo de Control de flujo	Velocidad Lineal (32.4 cm/sec)
Flujo de columna	0.80 mL/min
Flujo de purga	3 mL/min

Programa de Temperatura de Columna

Razón	Temperatura	Hold time
-	50 °C	30 min
3°C/min	150 °C	0.5 min
6°C/min	250 °C	0.5 min



Tiempo total programado: 81.00 min

Detector	
Tipo	Masas
Temperatura de Fuente de iones	250°C
Temperatura de Interface	290°C
Tiempo de corte	1.6 min
Tiempo de inicio MS	2 min
Energía de ionización	70eV
Modo de adquisición	Scan
Rango SCAN	20-500 m/z
Columna Cromatográfica	
Tipo	Rtx®-5 MS
Dimensiones	30 m x 0.25 mm x 0.25 µm

Av. Túpac Amaru 210 Lima 31, Perú. Teléfono: 382 0500. E-mail: otilia@uni.edu.pe

13. RESULTADOS

ACEITE ESENCIAL	COMPONENTE PRINCIPAL *Análisis por Inyección Headspace*
NARANJA	D-Limoneno  (Abundancia relativa: 94.86% con respecto al área de los picos)

NOTA: La lista de compuestos mostrados para cada muestra es el resultado probabilístico obtenido por el software del equipo GCMSsolution de SHIMADZU utilizando la librería NIST. La probabilidad se mide por el SI (Similarity index) que se encuentra en cada espectro de masa (en el texto superior a la gráfica).

La lista de componentes volátiles detectados en el aceite esencial de ***NARANJA*** se encuentra en la Tabla N°1 del Anexo.

14. VALIDEZ DEL INFORME TÉCNICO

El Informe técnico es válido solo para la muestra y las condiciones indicadas en los ítems del uno (1) al cuatro (4) del presente informe técnico.

Bach. Jesús Utano Reyes
Analista
LABICER – UNI

M.Sc. Otilia Acha de la Cruz
Responsable de Análisis
Jefa de Laboratorio
CQP 202

El Laboratorio no se responsabiliza del muestreo ni de la procedencia de la muestra.

Av. Túpac Amaru 210 Lima 31, Perú. Teléfono: 382 0500. E-mail: otilia@uni.edu.pe

ANEXO

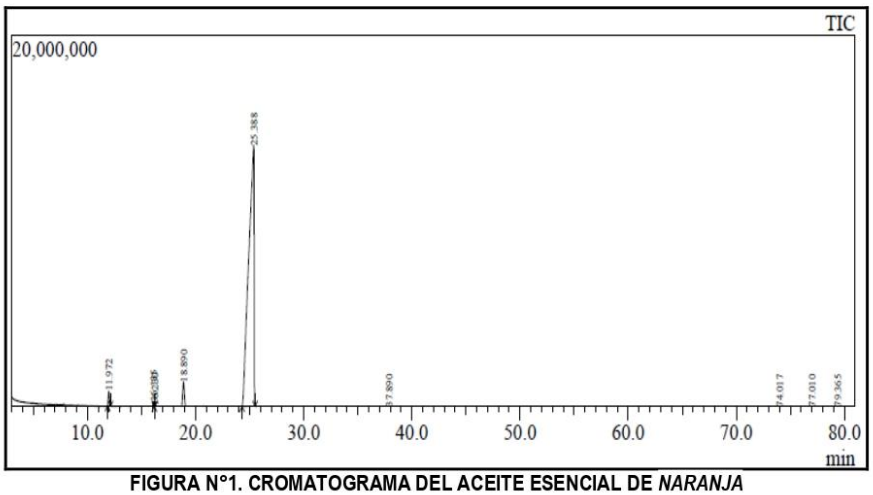
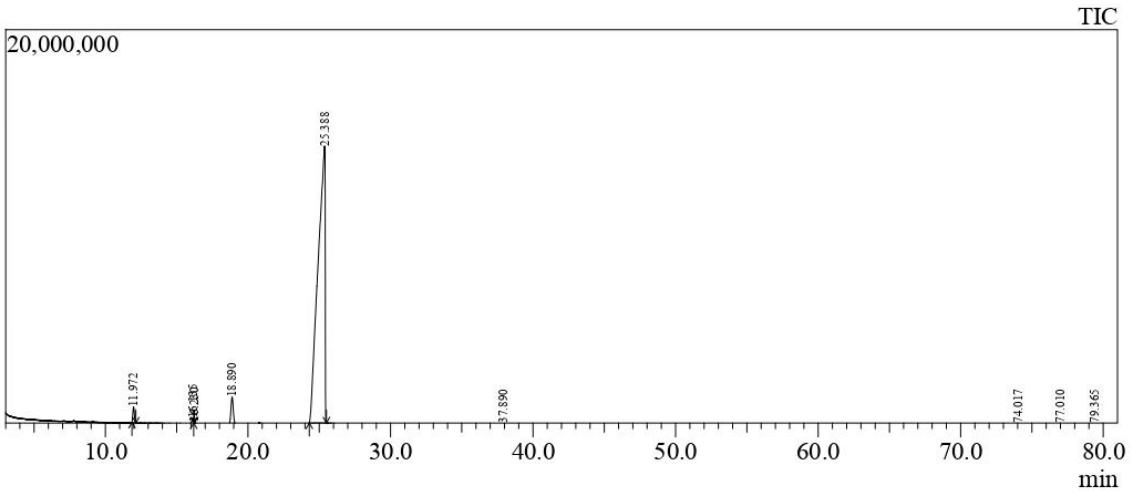


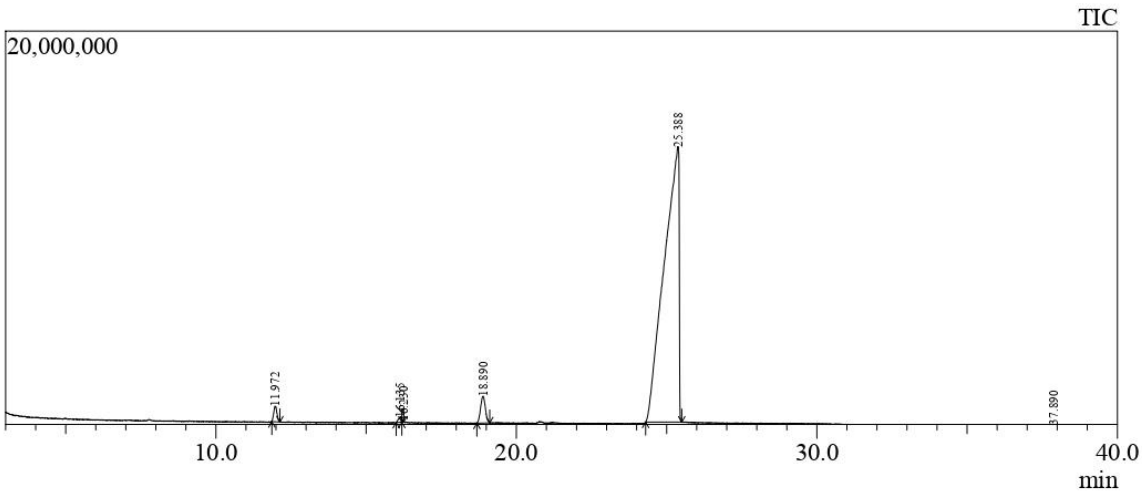
FIGURA N°1. CROMATOGRAMA DEL ACEITE ESENCIAL DE *NARANJA*

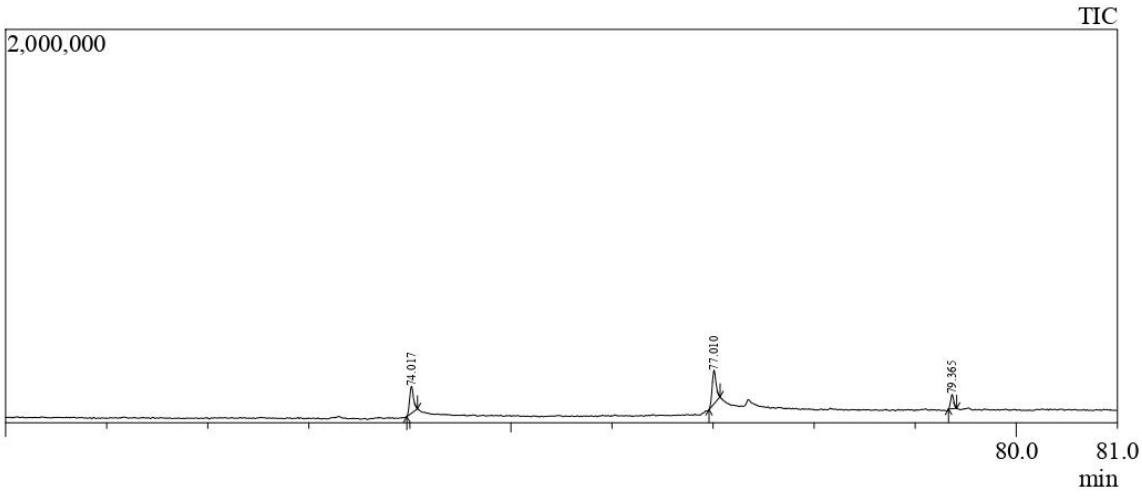
TABLA N°1. DATOS CROMATOGRÁFICOS DEL ACEITE ESENCIAL DE *NARANJA*

Peak#	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	11.972	5159510	1.18	685029	4.60	.alpha.-Pinene
2	16.135	1525187	0.35	214047	1.44	.beta.-Phellandrene
3	16.230	201087	0.05	59643	0.40	Nitrogen
4	18.890	12926507	2.95	1174403	7.89	.beta.-Myrcene
5	25.388	416255918	94.86	12101456	81.34	D-Limonene
6	37.890	1806749	0.41	283492	1.91	Linalool
7	74.017	355764	0.08	129038	0.87	n-Hexadecanoic acid
8	77.010	452599	0.10	162224	1.09	Oleic Acid
9	79.365	146288	0.03	68561	0.46	Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester
		438829609	100.00	14877893	100.00	

Av. Túpac Amaru 210 Lima 31, Perú. Teléfono: 382 0500. E-mail: otilia@uni.edu.pe


TIC
20,000,000
25.388
11.972
18.890
37.890
74.017
77.010
79.365
10.0
20.0
30.0
40.0
50.0
60.0
70.0
80.0
min


TIC
20,000,000
25.388
11.972
18.890
37.890
10.0
20.0
30.0
40.0
min


TIC
2,000,000
74.017
77.010
79.365
80.0
81.0
min

Peak#	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	11.972	5159510	1.18	685029	4.60	.alpha.-Pinene
2	16.135	1525187	0.35	214047	1.44	.beta.-Phellandrene
3	16.230	201087	0.05	59643	0.40	Nitrogen
4	18.890	12926507	2.95	1174403	7.89	.beta.-Myrcene
5	25.388	416255918	94.86	12101456	81.34	D-Limonene
6	37.890	1806749	0.41	283492	1.91	Linalool
7	74.017	355764	0.08	129038	0.87	n-Hexadecanoic acid
8	77.010	452599	0.10	162224	1.09	Oleic Acid
9	79.365	146288	0.03	68561	0.46	Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester
		438829609	100.00	14877893	100.00	

ANEXO 10. COMPUESTOS TRAZAS DEL AEO

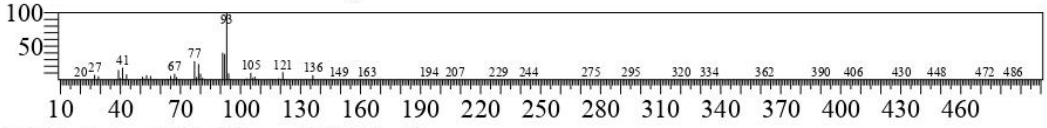
Library

<< Target >>

Line#:1 R.Time:11.970(Scan#:1795) MassPeaks:230

RawMode:Averaged 11.965-11.975(1794-1796) BasePeak:93.10(168817)

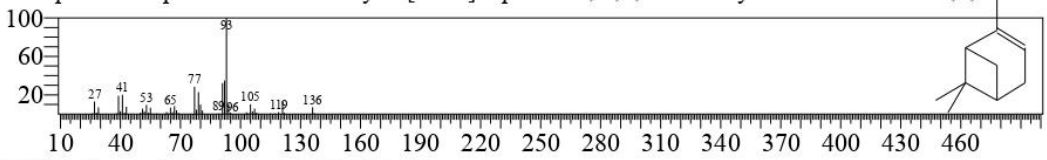
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit#:1 Entry:6850 Library:NIST14s.lib

SI:97 Formula:C10H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:948

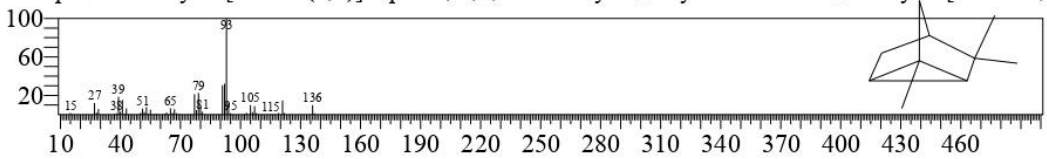
CompName:.alpha.-Pinene $$ Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl- $$ 2-Pinene $$ 2,6,6-Trin



Hit#:2 Entry:6848 Library:NIST14s.lib

SI:95 Formula:C10H16 CAS:488-97-1 MolWeight:136 RetIndex:729

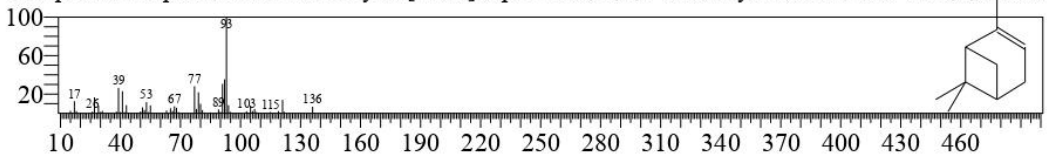
CompName:Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,3,3-trimethyl- $$ Cyclofenchene $$ Tricyclo[2.2.1.02,



Hit#:3 Entry:6849 Library:NIST14s.lib

SI:94 Formula:C10H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:948

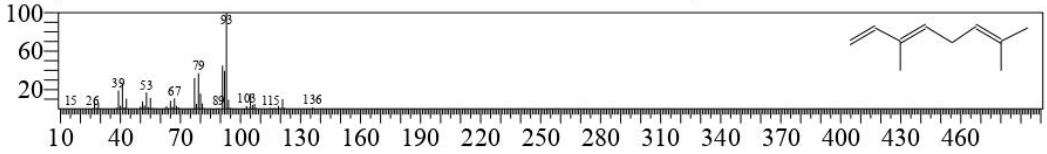
CompName:.alpha.-Pinene $$ Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl- $$ 2-Pinene $$ 2,6,6-Trin



Hit#:4 Entry:6844 Library:NIST14s.lib

SI:94 Formula:C10H16 CAS:3779-61-1 MolWeight:136 RetIndex:976

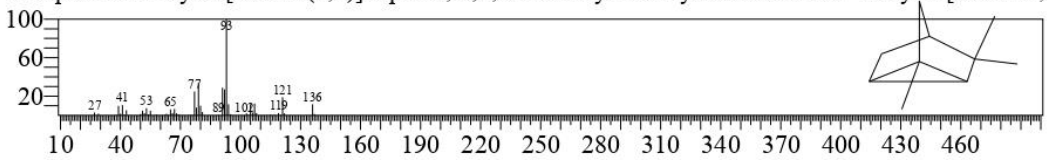
CompName:trans-.beta.-Ocimene $$ 1,3,6-Octatriene, 3,7-dimethyl-, (E)- $$ .beta.-trans-Ocimene



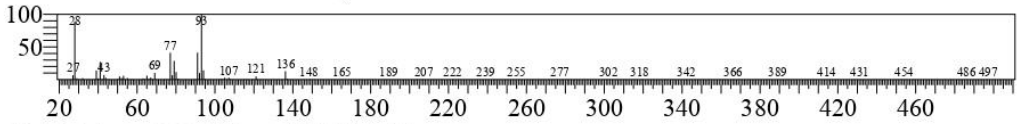
Hit#:5 Entry:6828 Library:NIST14s.lib

SI:93 Formula:C10H16 CAS:488-97-1 MolWeight:136 RetIndex:729

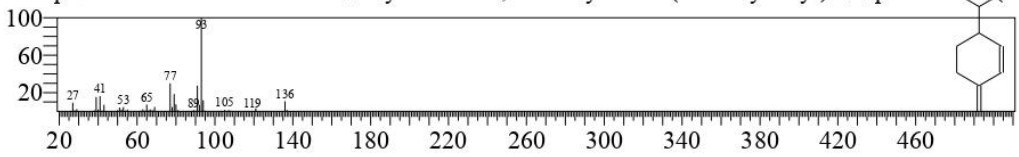
CompName:Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,3,3-trimethyl- $$ Cyclofenchene $$ Tricyclo[2.2.1.02,



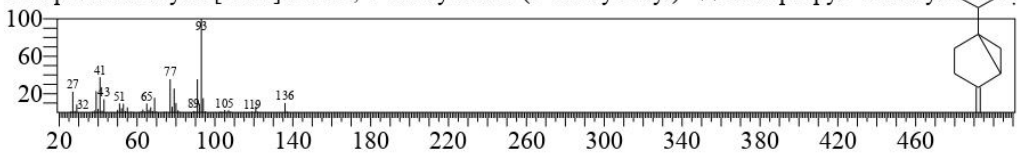
<< Target >>
Line#:2 R.Time:16.135(Scan#:2628) MassPeaks:257
RawMode:Averaged 16.130-16.140(2627-2629) BasePeak:93.10(30256)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



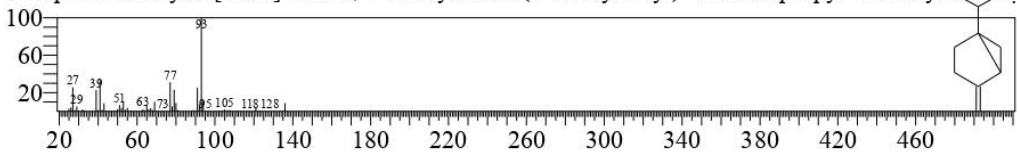
Hit#:1 Entry:6822 Library:NIST14s.lib
SI:88 Formula:C10H16 CAS:555-10-2 MolWeight:136 RetIndex:964
CompName:.beta.-Phellandrene $$ Cyclohexene, 3-methylene-6-(1-methylethyl)- $$ p-Mentha-1(7



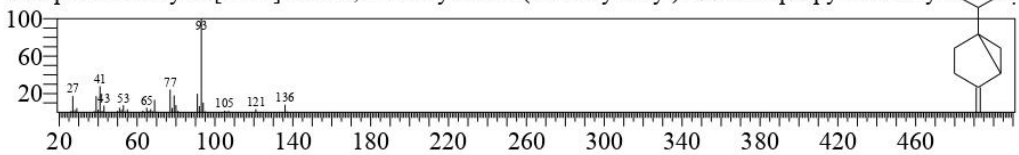
Hit#:2 Entry:6817 Library:NIST14s.lib
SI:88 Formula:C10H16 CAS:3387-41-5 MolWeight:136 RetIndex:897
CompName:Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)- $$ 1-Isopropyl-4-methylenebicy



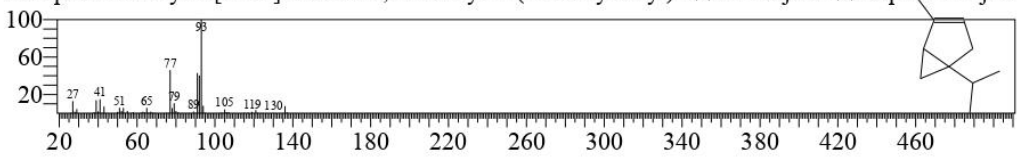
Hit#:3 Entry:6812 Library:NIST14s.lib
SI:87 Formula:C10H16 CAS:3387-41-5 MolWeight:136 RetIndex:897
CompName:Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)- $$ 1-Isopropyl-4-methylenebicy



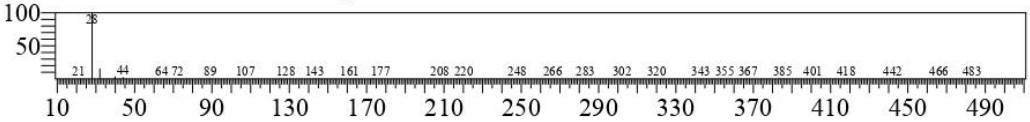
Hit#:4 Entry:6811 Library:NIST14s.lib
SI:87 Formula:C10H16 CAS:3387-41-5 MolWeight:136 RetIndex:897
CompName:Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)- $$ 1-Isopropyl-4-methylenebicy



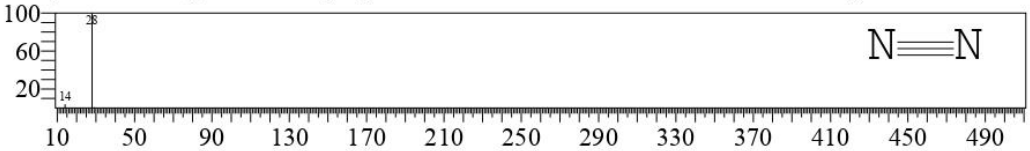
Hit#:5 Entry:6824 Library:NIST14s.lib
SI:86 Formula:C10H16 CAS:2867-05-2 MolWeight:136 RetIndex:902
CompName:Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-methylethyl)- $$ 3-Thujene $$ .alpha.-Thujen



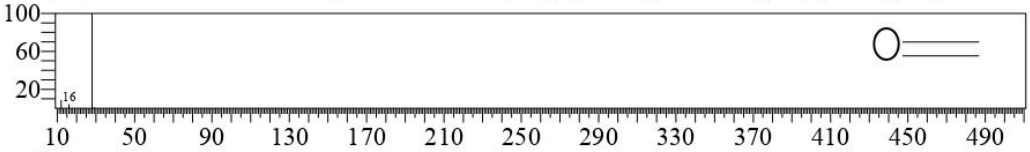
<< Target >>
Line#:3 R.Time:16.230(Scan#:2647) MassPeaks:221
RawMode:Averaged 16.225-16.235(2646-2648) BasePeak:28.00(28358)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



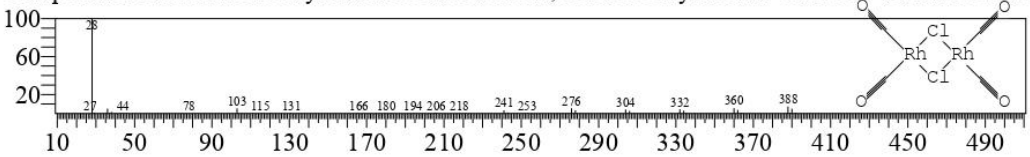
Hit#:1 Entry:7 Library:NIST14s.lib
SI:88 Formula:N2 CAS:7727-37-9 MolWeight:28 RetIndex:0
CompName:Nitrogen $$ Nitrogen gas $$ N2 $$ UN 1066 $$ UN 1977 $$ Dinitrogen $$ Molecular



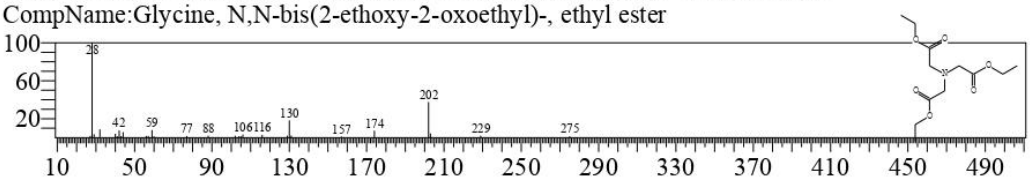
Hit#:2 Entry:5 Library:NIST14s.lib
SI:87 Formula:CO CAS:630-08-0 MolWeight:28 RetIndex:0
CompName:Carbon monoxide $$ Carbon oxide (CO) $$ CO $$ Exhaust gas $$ Flue gas $$ Carbon



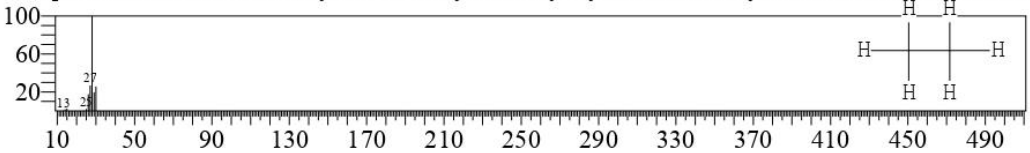
Hit#:3 Entry:32135 Library:NIST14s.lib
SI:69 Formula:C4Cl2O4Rh2 CAS:14523-22-9 MolWeight:388 RetIndex:0
CompName:Rhodium carbonyl chloride $$ Rhodium, tetracarbonyldi-.mu.-chlorodi- $$ .mu.-Dichl



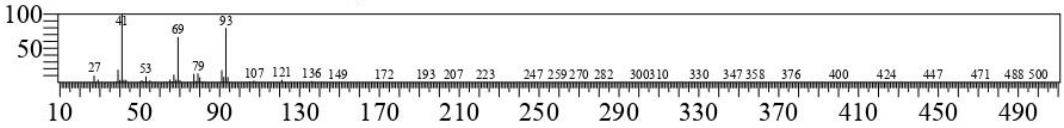
Hit#:4 Entry:26571 Library:NIST14s.lib
SI:67 Formula:C12H21NO6 CAS:16669-54-8 MolWeight:275 RetIndex:1765
CompName:Glycine, N,N-bis(2-ethoxy-2-oxoethyl)-, ethyl ester



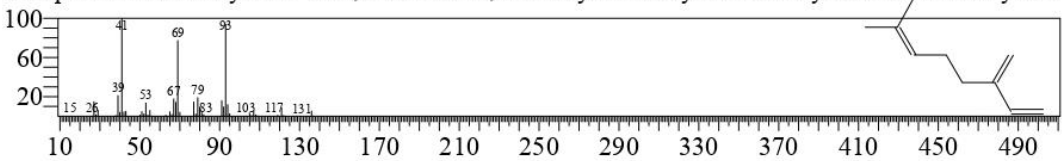
Hit#:5 Entry:11 Library:NIST14s.lib
SI:63 Formula:C2H6 CAS:74-84-0 MolWeight:30 RetIndex:220
CompName:Ethane $$ Bimethyl $$ Dimethyl $$ Ethyl hydride $$ Methylmethane $$ C2H6 $$ UN



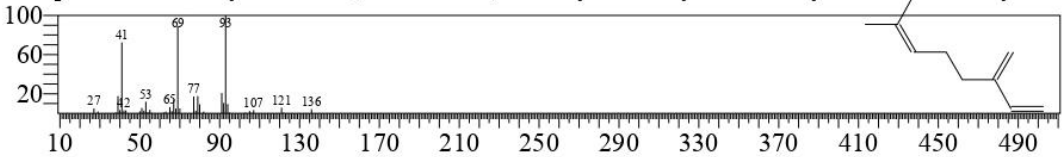
<< Target >>
Line#:4 R.Time:18.890(Scan#:3179) MassPeaks:278
RawMode:Averaged 18.885-18.895(3178-3180) BasePeak:41.05(278623)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



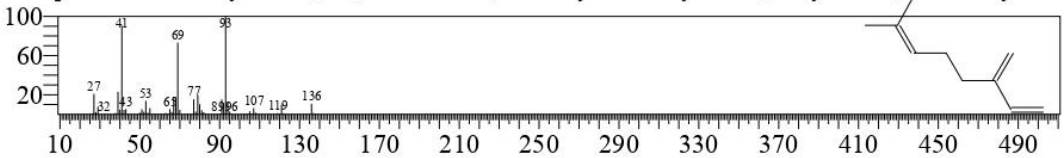
Hit#:1 Entry:6778 Library:NIST14s.lib
SI:94 Formula:C10H16 CAS:123-35-3 MolWeight:136 RetIndex:958
CompName:.beta.-Myrcene $$ 1,6-Octadiene, 7-methyl-3-methylene- $$ Myrcene $$ 7-Methyl-3-r



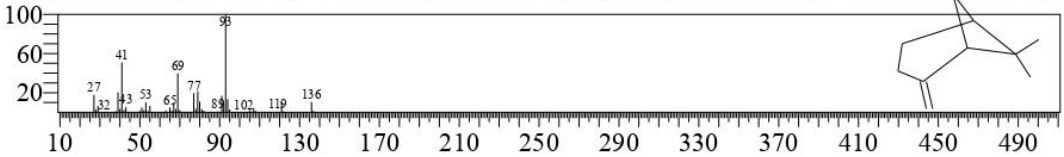
Hit#:2 Entry:6820 Library:NIST14s.lib
SI:93 Formula:C10H16 CAS:123-35-3 MolWeight:136 RetIndex:958
CompName:.beta.-Myrcene $$ 1,6-Octadiene, 7-methyl-3-methylene- $$ Myrcene $$ 7-Methyl-3-r



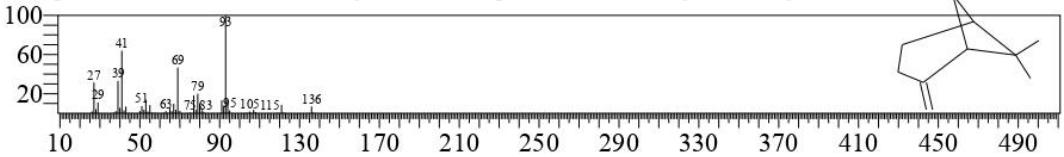
Hit#:3 Entry:6810 Library:NIST14s.lib
SI:92 Formula:C10H16 CAS:123-35-3 MolWeight:136 RetIndex:958
CompName:.beta.-Myrcene $$ 1,6-Octadiene, 7-methyl-3-methylene- $$ Myrcene $$ 7-Methyl-3-r



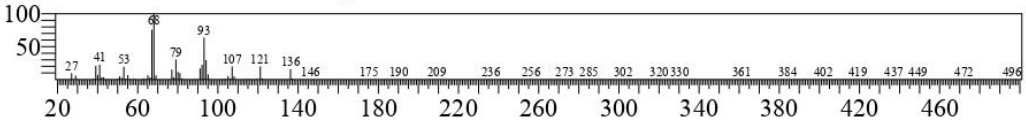
Hit#:4 Entry:6809 Library:NIST14s.lib
SI:89 Formula:C10H16 CAS:127-91-3 MolWeight:136 RetIndex:943
CompName:.beta.-Pinene $$ Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene- $$ 2(10)-Pinene $$



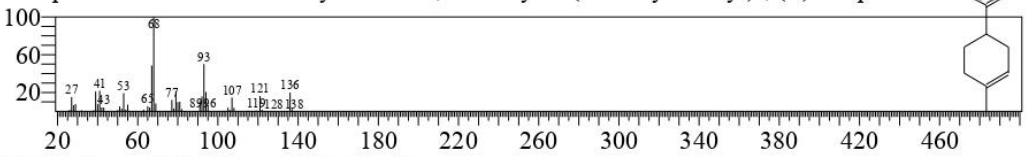
Hit#:5 Entry:6807 Library:NIST14s.lib
SI:89 Formula:C10H16 CAS:127-91-3 MolWeight:136 RetIndex:943
CompName:.beta.-Pinene $$ Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene- $$ 2(10)-Pinene $$



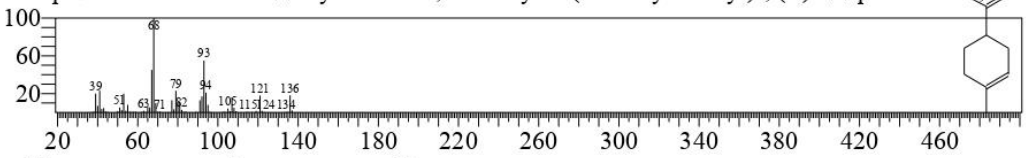
<< Target >>
Line#:5 R.Time:25.390(Scan#:4479) MassPeaks:298
RawMode:Averaged 25.385-25.395(4478-4480) BasePeak:68.05(2057452)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



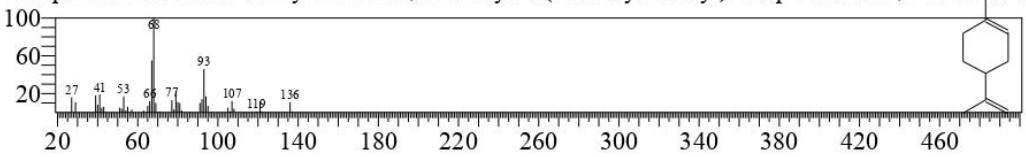
Hit#:1 Entry:6792 Library:NIST14s.lib
SI:94 Formula:C10H16 CAS:5989-27-5 MolWeight:136 RetIndex:1018
CompName:D-Limonene $$ Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (R)- $$ p-Mentha-1,8-di



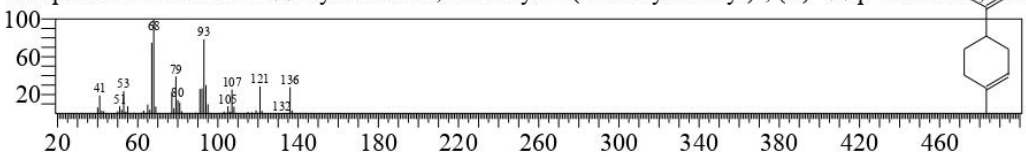
Hit#:2 Entry:6791 Library:NIST14s.lib
SI:94 Formula:C10H16 CAS:5989-27-5 MolWeight:136 RetIndex:1018
CompName:D-Limonene $$ Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (R)- $$ p-Mentha-1,8-di



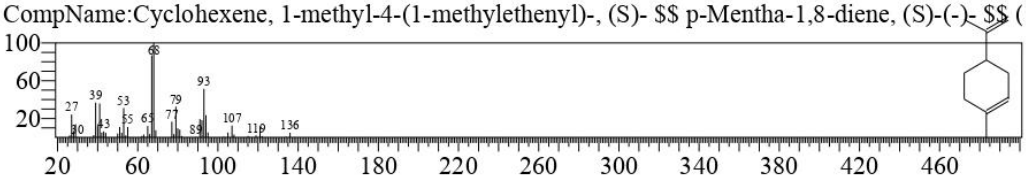
Hit#:3 Entry:6785 Library:NIST14s.lib
SI:93 Formula:C10H16 CAS:138-86-3 MolWeight:136 RetIndex:1018
CompName:Limonene $$ Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)- $$ p-Mentha-1,8-diene $$.



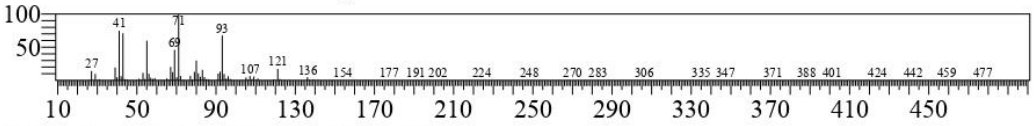
Hit#:4 Entry:6793 Library:NIST14s.lib
SI:92 Formula:C10H16 CAS:5989-27-5 MolWeight:136 RetIndex:1018
CompName:D-Limonene $$ Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (R)- $$ p-Mentha-1,8-di



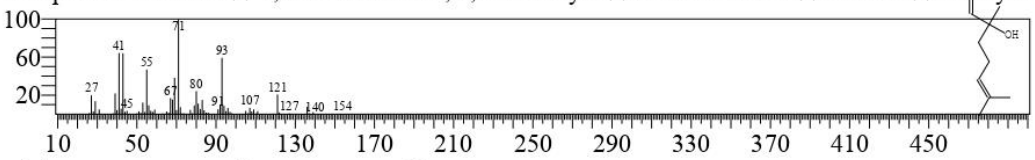
Hit#:5 Entry:6787 Library:NIST14s.lib
SI:92 Formula:C10H16 CAS:5989-54-8 MolWeight:136 RetIndex:1018
CompName:Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (S)- $$ p-Mentha-1,8-diene, (S)-(-)- $$ (



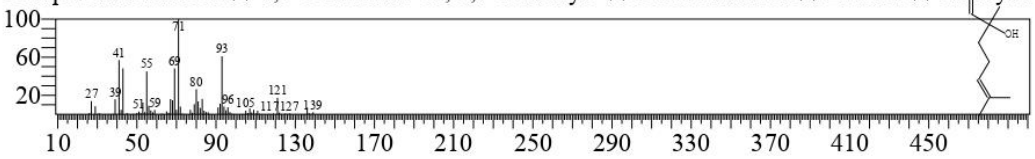
<< Target >>
Line#:6 R.Time:37.890(Scan#:6979) MassPeaks:313
RawMode:Averaged 37.885-37.895(6978-6980) BasePeak:71.05(37189)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



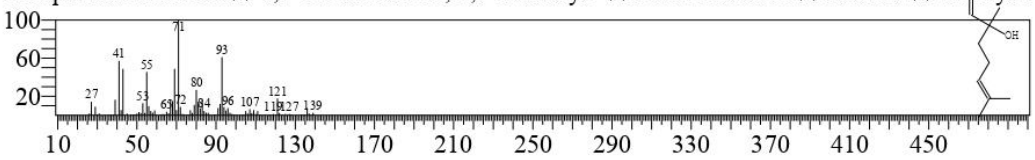
Hit#:1 Entry:10353 Library:NIST14s.lib
SI:96 Formula:C10H18O CAS:78-70-6 MolWeight:154 RetIndex:1082
CompName:Linalool $$ 1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl- $$ .beta.-Linalool $$ Linalol $$ Linalyl a



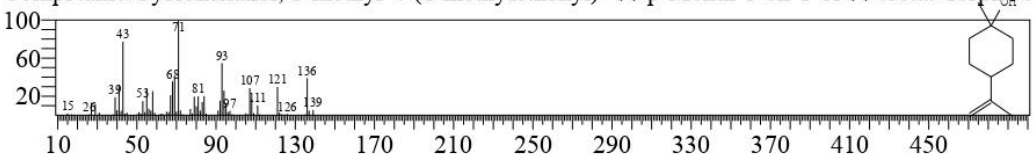
Hit#:2 Entry:10359 Library:NIST14s.lib
SI:95 Formula:C10H18O CAS:78-70-6 MolWeight:154 RetIndex:1082
CompName:Linalool $$ 1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl- $$ .beta.-Linalool $$ Linalol $$ Linalyl a



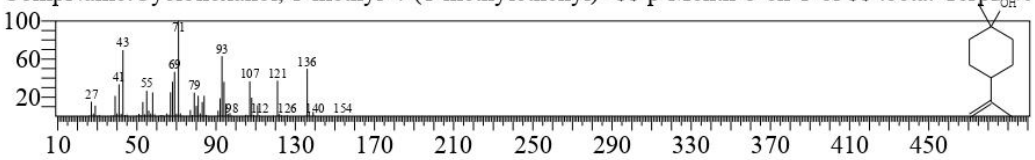
Hit#:3 Entry:10360 Library:NIST14s.lib
SI:95 Formula:C10H18O CAS:78-70-6 MolWeight:154 RetIndex:1082
CompName:Linalool $$ 1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl- $$ .beta.-Linalool $$ Linalol $$ Linalyl a



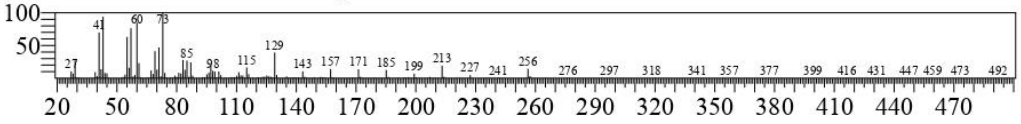
Hit#:4 Entry:10356 Library:NIST14s.lib
SI:87 Formula:C10H18O CAS:138-87-4 MolWeight:154 RetIndex:1158
CompName:Cyclohexanol, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)- $$ p-Menth-8-en-1-ol $$ .beta.-Terpineo



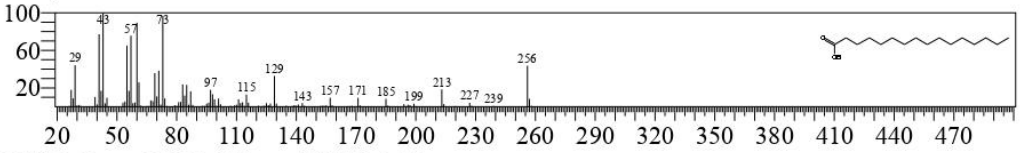
Hit#:5 Entry:10357 Library:NIST14s.lib
SI:86 Formula:C10H18O CAS:138-87-4 MolWeight:154 RetIndex:1158
CompName:Cyclohexanol, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)- $$ p-Menth-8-en-1-ol $$ .beta.-Terpineo



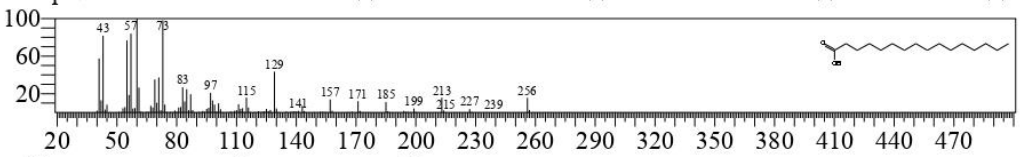
<< Target >>
Line#:7 R.Time:74.015(Scan#:14204) MassPeaks:290
RawMode:Averaged 74.010-74.020(14203-14205) BasePeak:73.00(10496)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



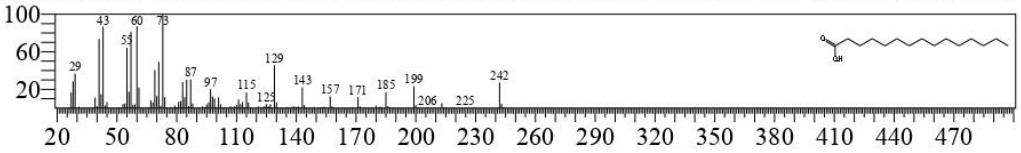
Hit#:1 Entry:25108 Library:NIST14s.lib
SI:93 Formula:C16H32O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:1968
CompName:n-Hexadecanoic acid $$ Hexadecanoic acid $$ n-Hexadecoic acid $$ Palmitic acid $$



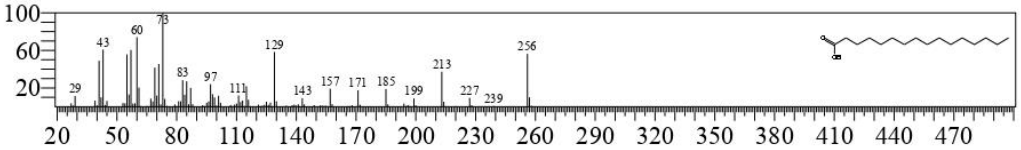
Hit#:2 Entry:25118 Library:NIST14s.lib
SI:93 Formula:C16H32O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:1968
CompName:n-Hexadecanoic acid $$ Hexadecanoic acid $$ n-Hexadecoic acid $$ Palmitic acid $$



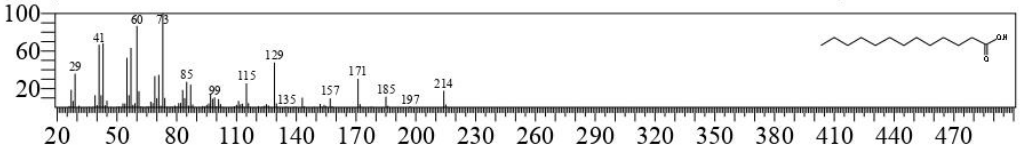
Hit#:3 Entry:23846 Library:NIST14s.lib
SI:93 Formula:C15H30O2 CAS:1002-84-2 MolWeight:242 RetIndex:1869
CompName:Pentadecanoic acid $$ Pentadecylic acid $$ n-Pentadecanoic acid $$ n-Pentadecylic ac



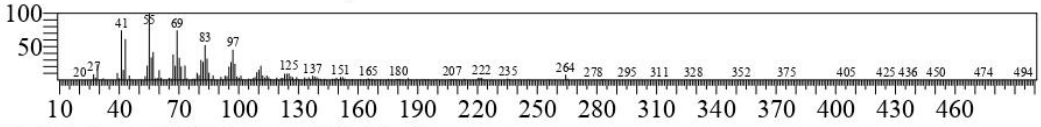
Hit#:4 Entry:25119 Library:NIST14s.lib
SI:91 Formula:C16H32O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:1968
CompName:n-Hexadecanoic acid $$ Hexadecanoic acid $$ n-Hexadecoic acid $$ Palmitic acid $$



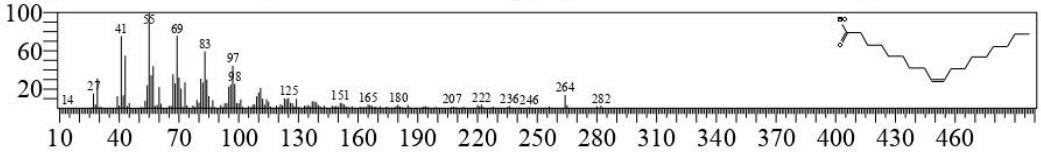
Hit#:5 Entry:20652 Library:NIST14s.lib
SI:91 Formula:C13H26O2 CAS:638-53-9 MolWeight:214 RetIndex:1670
CompName:Tridecanoic acid $$ n-Tridecanoic acid $$ n-Tridecoic acid $$ Tridecylic acid $$



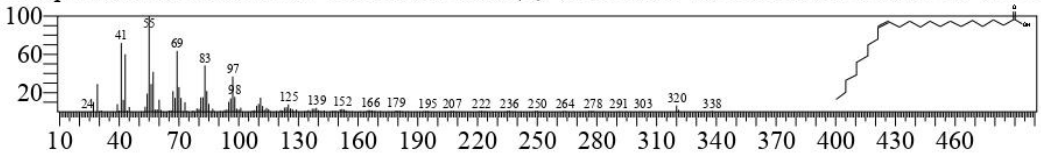
<< Target >>
Line#:8 R.Time:77.010(Scan#:14803) MassPeaks:309
RawMode:Averaged 77.005-77.015(14802-14804) BasePeak:55.05(12497)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



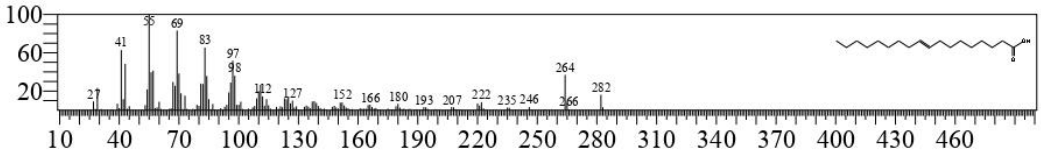
Hit#:1 Entry:27111 Library:NIST14s.lib
SI:96 Formula:C18H34O2 CAS:112-80-1 MolWeight:282 RetIndex:2175
CompName:Oleic Acid $$ 9-Octadecenoic acid (Z)- $$ .DELTA.9-cis-Oleic acid $$ cis-Oleic Acid



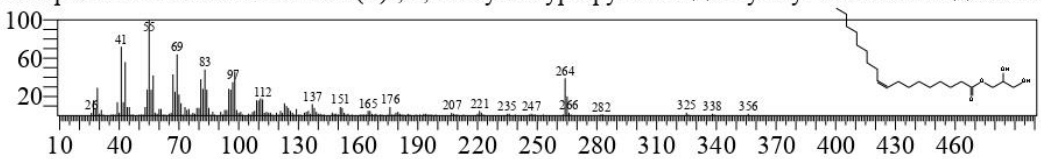
Hit#:2 Entry:30500 Library:NIST14s.lib
SI:91 Formula:C22H42O2 CAS:112-86-7 MolWeight:338 RetIndex:2572
CompName:Erucic acid $$ 13-Docosenoic acid, (Z)- $$ .delta.13-cis-Docosenoic acid $$ cis-13-Dc



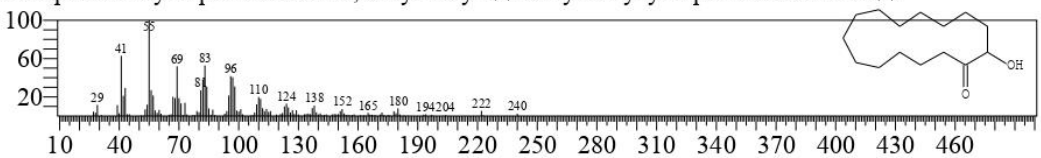
Hit#:3 Entry:27113 Library:NIST14s.lib
SI:90 Formula:C18H34O2 CAS:112-79-8 MolWeight:282 RetIndex:2175
CompName:9-Octadecenoic acid, (E)- $$ trans-.delta.(sup 9)-Octadecenoic acid $$ trans-.delta.9-O



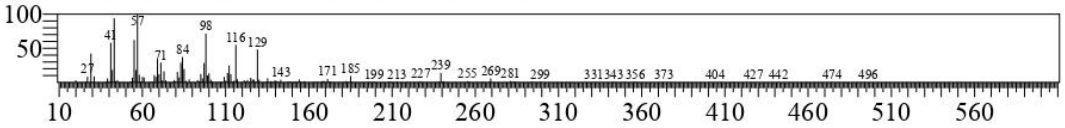
Hit#:4 Entry:31129 Library:NIST14s.lib
SI:89 Formula:C21H40O4 CAS:111-03-5 MolWeight:356 RetIndex:2689
CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, 2,3-dihydroxypropyl ester $$ Glyceryl Monooleate $$ Olein



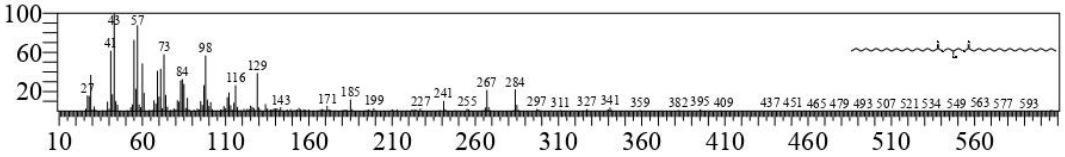
Hit#:5 Entry:23633 Library:NIST14s.lib
SI:89 Formula:C15H28O2 CAS:4727-18-8 MolWeight:240 RetIndex:2158
CompName:Cyclopentadecanone, 2-hydroxy- $$ 2-Hydroxycyclopentadecanone # $$



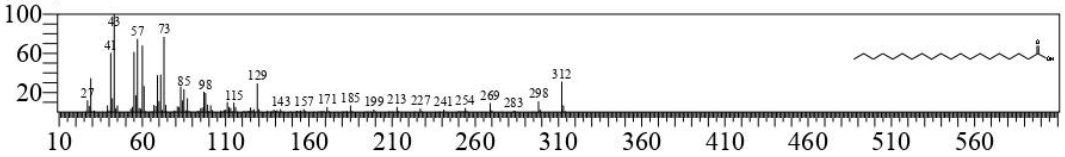
<< Target >>
Line#:9 R.Time:79.365(Scan#:15274) MassPeaks:276
RawMode:Averaged 79.360-79.370(15273-15275) BasePeak:57.05(5758)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



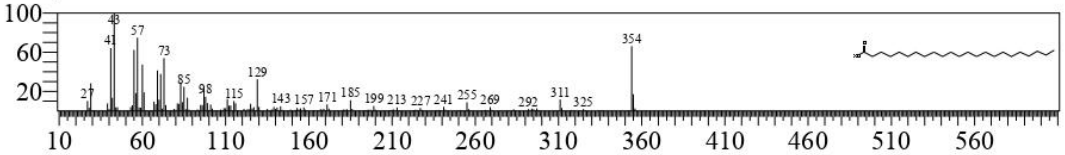
Hit#:1 Entry:33665 Library:NIST14s.lib
SI:84 Formula:C39H76O5 CAS:504-40-5 MolWeight:624 RetIndex:4395
CompName:Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester $$ Stearin, 1,3-di- $$ Glycerin 1,3



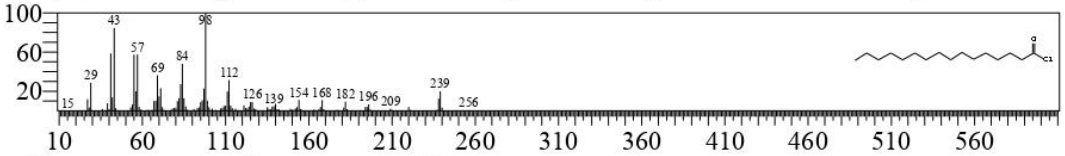
Hit#:2 Entry:29132 Library:NIST14s.lib
SI:80 Formula:C20H40O2 CAS:506-30-9 MolWeight:312 RetIndex:2366
CompName:Eicosanoic acid $$ Arachic acid $$ Arachidic acid $$ Icosanoic acid $$ n-Eicosanoic a



Hit#:3 Entry:31083 Library:NIST14s.lib
SI:79 Formula:C23H46O2 CAS:2433-96-7 MolWeight:354 RetIndex:2664
CompName:Tricosanoic acid $$ n-Tricosanoic acid $$



Hit#:4 Entry:26538 Library:NIST14s.lib
SI:79 Formula:C16H31ClO CAS:112-67-4 MolWeight:274 RetIndex:1924
CompName:Palmitoyl chloride $$ Hexadecanoyl-chloride- $$ Palmitic acid chloride $$



Hit#:5 Entry:23873 Library:NIST14s.lib
SI:79 Formula:C16H34O CAS:2425-77-6 MolWeight:242 RetIndex:1790
CompName:1-Decanol, 2-hexyl- $$ 2-Hexyl-1-decanol $$ 2-Hexyldecanol $$ 2-Hexyldecyl alcohc

