

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**"EXTRACCIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR DEL ACEITE ESENCIAL DEL
HINOJO (*Foeniculum vulgare*) Y SU CARACTERIZACIÓN"**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

LOMBARDO GREGORIO HIJAR RODRIGUEZ

DULMAN WUALDO ILAVE HUAMANI

LENIN WILDER ARTICA GALARZA

A handwritten signature in black ink, appearing to be the name 'Lenin Wilder Artica Galarza', is located to the right of the author names.

CALLAO - 2017

PERU

PRÓLOGO DEL JURADO

La presente Tesis fue Expuesto por los Bachilleres **HIJAR RODRÍGUEZ LOMBARDO GREGORIO, ILAVE HUAMANI DULMAN WUALDO y ARTICA GALARZA LENIN WILDER**, ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios :

ING° SANEZ FALCON LIDA CARMEN PRESIDENTE

ING° TOLEDO PALOMINO MARÍA ESTELA SECRETARIO

ING° CHAMPA HENRIQUEZ OSCAR MANUEL VOCAL

ING° RANGEL MORALES FABIO MANUEL ASESOR

Tal como está asentado en el Libro N° 1 Folio N° 6 y Acta N° 005 de Sustentación por la Modalidad de Tesis con Ciclo de Tesis, de fecha **27 DE FEBRERO 2017**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Tesis con Ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución N° 082-2011-CU de fecha 29 de abril de 2011 y Resolución N° 221-2012-CU de fecha 19 de setiembre de 2012

DEDICATORIA

Agradecemos a Dios por sobre todas las cosas, por habernos dado salud, sabiduría, paciencia y fortaleza, por no dejarnos solos en los momentos difíciles y habernos permitido llegar a la culminación de este trabajo logrando así los objetivos profesionales planteados.

AGRADECIMIENTO

Nuestro profundo agradecimiento a las instituciones y personas que hicieron posible su desarrollo:

A la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad del Callao por brindarnos las facilidades para ejecución del desarrollo experimental del presente trabajo de investigación. De una manera muy especial nos referimos, a los Ingenieros Químicos por inculcarnos el trabajo y el amor a esta ciencia.

INDICE

RESUMEN	9
ABSTRACT	10
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	11
1.1 Determinación del problema	11
1.2 Formulación de problema	12
1.2.1 Problema General	12
1.2.2 Problemas específicos	12
1.3 Objetivos de la investigación	12
1.3.1. Objetivo General	12
1.3.2. Objetivos específicos	13
1.4 Justificación	14
1.4.1. Teórico	14
1.4.2. Tecnológico	14
1.4.3 Económico	14
1.4.4. Ambiental	14
1.5 Importancia	15
II. MARCO TEÓRICO	16
2.1 Antecedentes del estudio	16
2.2. Bases teóricas	21
2.2.1 Proceso de extracción	21

A) Extracción sólido líquido.....	22
2.2.2 Métodos de extracción.....	22
A) Hidrodestilación.....	23
B) Extracción por arrastre de vapor.....	23
C) Extracción con solventes.....	24
D) Extracción por fluidos supercríticos.....	25
2.3 Marco conceptual.....	26
2.3.1 Planta de Hinojo.....	26
A) Habitat.....	26
B) Descripción general.....	27
C) Clasificación Taxonómica.....	27
D) Composición química.....	28
E) Propiedades medicinales.....	29
2.3.2 Aceites esenciales.....	29
A) Composición química de los aceites esenciales.....	30
B) Clasificación de los aceites esenciales.....	30
C) Propiedades de los aceites esenciales.....	32
D) Usos de aceites esenciales.....	33
2.3.3 Análisis de la composición de los aceites esenciales.....	36
A) Cromatografía en fase gaseosa acoplada a espectrometría de masas.....	38
B) Características Organolépticas.....	39
C) Determinaciones Físicas.....	39

D) Índices Químicos y determinaciones químicas.....	40
2.4 Definición de términos.....	40
III. VARIABLES E HIPÓTESIS.....	43
3.1 Variables de Investigación.....	43
3.1.1 Variable Independiente	43
3.1.2 Variable Dependiente.....	43
3.2 Operacionalización de las variables	44
3.3. Hipótesis de la Investigación	45
3.3.1 Hipótesis General.....	45
3.3.2 Hipótesis Específicas	45
IV. METODOLOGIA	
4.1 Tipo de Investigación.....	46
4.2 Diseño de la investigación.....	46
4.2.1 Escenario de la investigación.....	46
4.2.2 Método o modelo de diseño	46
4.2.3 Determinación de las variables de diseño.....	46
A) Extracción del aceite esencial de hojas.....	48
B) Extracción del aceite esencial del tallo.....	49
C) Extracción de aceite esencial de semillas	50
4.3 Población y muestra.....	51
4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos	51
4.4.1 Métodos de análisis.....	52

A) Análisis físico.....	52
B) Análisis de cálculos matemáticos.....	52
4.4.2 Metodología experimental.....	53
A) Etapas de la investigación.....	53
4.5 Procedimientos de recolección de datos.....	54
4.5.1 Materiales y métodos.....	54
A) Lugar de ejecución.....	54
B) Materia prima.....	55
C) Equipos y materiales.....	55
4.5.2 Procedimiento experimental.....	56
A) Identificación de la materia prima.....	56
B) Caracterización de la materia prima.....	58
C) Acondicionamiento de la materia prima.....	58
D) Desarrollo de pruebas preliminares.....	59
E) Desarrollo del proceso de extracción del aceite esencial de Hinojo.....	64
F) Caracterización del aceite esencial.....	68
4.6 Procesamiento estadístico de datos.....	69
V. RESULTADOS.....	72
5.1 Caracterización de la materia prima.....	72
5.2 Resultados experimentales.....	73
5.2.1 Extracción del aceite esencial de hojas.....	73

5.2.2 Extracción de aceite esencial del tallo.....	77
5.2.3 Extracción del aceite esencial de la semilla	80
5.2.4 Caracterización del aceite esencial obtenido	80
5.3 Análisis estadístico de resultados.....	82
VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	86
6.1 Contrastación de la hipótesis con los resultados.....	86
6.2 Contrastación de resultados con otros estudios similares.....	88
VII CONCLUSIONES.....	90
VIII RECOMENDACIONES	91
IX REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	92
ANEXO	97

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA N° 2. 1 Diagrama de extracción con fluido supercrítico.....	26
FIGURA N° 4. 1 Diagrama de flujo para la obtención del aceite esencial de Hinojo y su caracterización.....	53
FIGURA N° 4. 2 Planta de hinojo en estado fresco.....	57
FIGURA N° 4. 3 Semilla de hinojo.....	57
FIGURA N° 4. 4 Tallo de hinojo reducido de tamaño a 0,5 cm.....	59
FIGURA N° 4. 5 Acondicionamiento de la materia prima y armado del extractor semi-industrial del laboratorio de operaciones unitarias.....	61
FIGURA N° 4. 6 Desarrollo del proceso de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial del hinojo	61
FIGURA N° 4. 7 Armado del equipo para prueba preliminar.....	62
FIGURA N° 4. 8 Instalación de la canastilla cilíndrica para el lecho de la muestra	63
FIGURA N°4. 9 Desarrollo de la extracción del aceite esencial de las hojas del hinojo.....	65
FIGURA N° 4. 10 Extracción del aceite esencial del tallo con mayor flujo de vapor.....	67
FIGURA N° 5. 1 Curva de extracción del aceite esencial de hoja fresca y seca en 600g de muestra	76

FIGURA N° 5. 2 Curva de extracción del aceite esencial de hoja fresca y seca en 400g de muestra.....	77
FIGURA N° 5. 3 Resultados de caracterización cromatográfica de la semilla del hinojo.....	81
FIGURA N° 5. 4 Análisis de varianza de rendimiento versus flujo de vapor granulometría y humedad	82
FIGURA N° 5. 5 Ecuación de regresión de segundo orden.....	83
FIGURA N° 5. 6 Curva de contorno del rendimiento versus granulometría y humedad.....	83
FIGURA N° 5. 7 Curva de contorno del rendimiento versus granulometría y humedad.....	84
FIGURA N° 5. 8 Gráfico de pareto de los efectos.....	84
FIGURA N° 5. 9 Gráfico de efectos de la granulometría, humedad y flujo de vapor sobre el rendimiento.....	85

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA N° 4. 1 Diseño factorial de $2^2= 4$ corridas para la extracción de vapor de aceite esencial en hojas.....	48
TABLA N° 4. 2 Diseño factorial de $2^3 = 8$ corridas, para la extracción de vapor de aceite esencial en tallos.....	50
TABLA N° 4. 3 Diseño factorial de $2^2 = 4$ corridas, para la extracción de vapor en semillas de hinojo	51
TABLA N° 4. 4 Cuadro de ensayos anova.....	71
TABLA N° 5. 1 Contenido de humedad del material fresco de hinojo	72
TABLA N° 5. 2 Resultado de la extracción del aceite esencial en hojas del Hinojo	73
TABLA N° 5. 3 Datos de extracción de aceite esencial de hojas frescas de hinojo.....	74
TABLA 5. 4 Datos de extracción de aceite esencial de hojas secas de hinojo.....	75
TABLA N° 5. 5 Tabla de resultados de la extracción del aceite esencial del tallo del hinojo.....	79
TABLA N° 5. 6 Tabla de resultados de la extracción del aceite esencial de la semilla del hinojo	80
TABLA N° 5. 7 Resultados de la determinación de la densidad relativa e índice de refracción de la semilla del hinojo	81

RESUMEN

Se evaluó los rendimientos de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla de la planta del Hinojo (*Foeniculum vulgare*), así como la determinación de las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial del tallo cuyas variables analizadas fueron la granulometría, humedad y flujo de vapor. El aceite esencial obtenido de las semillas fue caracterizada empleando un Cromatógrafo de gases acoplado a un detector de masas. Los experimentos se realizaron a nivel de laboratorio reacondicionando el equipo con la finalidad de favorecer el rendimiento de extracción, para ello se diseñó una canastilla cilíndrica de 27.5 cm de longitud y 9.5 cm de diámetro para el lecho de la muestra, la cual se instaló en la misma dirección del flujo de vapor. El resultado obtenido en la extracción en hojas es 0.26% que es el valor promedio. El análisis de varianza aplicada a los resultados parciales obtenidos en la extracción en el tallo indican que a mayor flujo de vapor, mayor granulometría y menor humedad se obtienen mayor rendimiento de extracción, la cual resultó 0.29%, sin embargo en las semillas se obtuvo un rendimiento promedio de 2.10%, lo que indica que la semilla tiene mayor contenido de aceite esencial que demás partes de la planta. La caracterización cromatografía detectó la presencia de α -pineno, Trans-anetol, Estragol, Fenchona como sustancias principales.

Palabra clave: hinojo, aceite esencial, condiciones favorables, rendimiento de extracción, análisis estadísticos

ABSTRACT

The steam extraction efficiency of the essential oil of the leaf, stem and seed of the Fennel plant (*Foeniculum vulgare*) was evaluated, as well as the determination of the most favorable conditions of extraction of the essential oil of the stem whose variables analyzed were Particle size, moisture and vapor flow. The essential oil obtained from the seeds was characterized using a Gas Chromatograph coupled to a mass detector. The experiments were carried out at the laboratory level by reconditioning the equipment in order to favor the extraction performance, so that a cylindrical basket of 27.5 cm in length and 9.5 cm in diameter was designed for the bed of the sample, which was installed in the same direction of the steam flow. The result obtained in the extraction in leaves is 0.26% which is the average value. The analysis of variance applied to the partial results obtained in the extraction in the stem indicate that higher steam flow, higher particle size and lower moisture yield higher extraction yield, which resulted 0.29%, however in the seeds a Average yield of 2.10%, indicating that the seed has higher essential oil content than other parts of the plant. The characterization chromatography detected the presence of α -pinene, Trans-anetol, Estragol, Fenchona as main substances.

Keywords: fennel, essential oil, conditions, performance of extraction, statistical analysis.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Determinación del problema

El hinojo es una planta herbácea con muchas propiedades medicinales, se utilizan sobre todo los frutos a veces las hojas, raíz y tallo. Contiene aceite esencial rico en anetol, estragol, canfeno, carburos terpénicos (fenchona) que le confiere diversas propiedades medicinales.

Actualmente se conoce de las propiedades del hinojo por estudios internacionales y artículos científicos desarrollados en otros países y el empleo a través de la historia como medicina natural. En el Perú el empleo de esta planta es solamente conocida por usos tradicionales debido a sus propiedades medicinales.

Debido a esta problemática se busca determinar cuál es el rendimiento de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo y las condiciones más favorables para la obtención del aceite esencial y su posterior caracterización.

1.2 Formulación de problema.

1.2.1 Problema General.

¿Cuál es el rendimiento de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo?

1.2.2 Problemas específicos

- a. ¿Cuáles deben ser las condiciones más favorables de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja del Hinojo?
- b. ¿Cuáles deben ser las condiciones más favorables de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial del tallo del Hinojo?
- c. ¿Cuáles son los componentes principales en la identificación en forma cualitativa del aceite esencial, extraído por arrastre de vapor de las semillas del Hinojo?

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1. Objetivo General.

Determinar el rendimiento de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo.

1.3.2. Objetivos específicos.

- a.** Determinar las condiciones más favorables de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial de la hoja del Hinojo.
- b.** Determinar las condiciones más favorables de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial del tallo del Hinojo.
- c.** Determinar los componentes principales en la identificación cualitativa del aceite esencial extraído por arrastre de vapor de las semillas del Hinojo.

1.4 Justificación

1.4.1. Teórico

Los principios utilizados en la extracción y caracterización del aceite esencial del Hinojo contribuirán a la industrialización de esta planta para la aplicación en la medicina e industria alimentaria.

1.4.2. Tecnológico

El proceso de extracción más favorable determinado contribuirán al aporte de nuevas técnicas para otras investigaciones.

1.4.3 Económico

El aceite esencial del Hinojo es empleado en diversos sectores industriales como en la química, farmacología, cosmética y otros debido a sus propiedades medicinales.

1.4.4. Ambiental

El propósito es obtener productos e insumos de origen natural que reemplacen a los químicamente sintetizados que no ayudan a preservar el medio ambiente, que está en peligro o expuesto a toda clase de contaminantes químicos que puedan dañar de alguna manera la ecología.

1.5 Importancia.

Los principios utilizados en la determinación de las condiciones más favorables de extracción y los componentes identificados en forma cualitativa por el análisis cromatográfico del aceite esencial de las semillas del Hinojo, contribuirán a la industrialización de esta planta para su aplicación en la medicina e industria alimentaria.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes del estudio

Para el desarrollo de esta investigación se ha tomado como referencia los siguientes estudios realizados:

Damayanti, et al, 2012 estudió la extracción del aceite esencial de las semillas del Hinojo aplicando el método de extracción por arrastre con vapor, titulado "Essential Oil Extraction of Fennel Seed (*Foeniculum vulgare*) Using Steam Distillation" con el propósito de evaluar las características fisicoquímicas y composición del aceite esencial de las semillas del Hinojo, para ello se apoyó Fahmi et al ,2011 quien realizó estudios sobre los aceites esenciales y su caracterización fisicoquímica, concluyendo que el rendimiento de extracción de las semillas del Hinojo por arrastre con vapor puede llegar a 2,0041% y la solubilidad en etanol de 90% en un ratio de 1:3 y los componentes principales como el anetol, estragol, fenchone representan el 47,51%, 22,41% y 21, 92% respectivamente.

Stefanini, et al 2006, estudia la composición y el rendimiento de extracción de las diferentes partes de la planta del Hinojo considerando la estación y la edad estimada de la planta, empleando en cada caso el método de Hidrodestilación en el aparato Clevenger titulado "Essential oil

constituents of different organs of fennel (*Foeniculum vulgare* var.)” con el objetivo de determinar la composición química y rendimiento de extracción del aceite esencial de Hinojo dulce proveniente de otras estructura de planta (tallos, hojas, brotes de flores, inflorescencias) con potencial interés comercial, para ello se apoyó en la investigación de Guillen, et al 1996 quien estudia varias partes de la planta de Hinojo (*Foeniculum vulgare*) como una fuente de compuestos con interés comercial, concluyendo que el mejor periodo para el cultivo de Hinojo para el compuesto trans-anetol en semillas secas fue el verano (78,25%), para el limonemo en hojas en primavera (42,30%) y Fenchone en semillas verdes en otoño (16,98%).

Alonso 2015 desarrollo un trabajo de investigación titulado “El Hinojo (*Foeniculum vulgare* Mill) en las ciencias farmacéuticas”, cuyo objetivo fue conocer la composición del Hinojo silvestre, cultivado y su utilidad. Apoyándose en la teoría de Badgujar SB 2014 que hace referencia a la composición porcentual del Hinojo, para ello revisó referencias bibliográficas, articulo, revistas, Tesis doctorales y Actas de congreso, llegando a concluir que el Hinojo posee aceites esenciales cuyo compuesto mayoritario es el trans-anetol que representa hasta el 75% del aceite esencial responsable de gran parte de las propiedades farmacológicas.

Peredo, et, al 2009, desarrollaron un estudio titulado "Aceites esenciales: métodos de extracción" el objetivo del estudio fue determinar los rendimientos de los diferentes métodos de extracción de aceites esenciales. Apoyándose en la teoría de Thongson 2004 que señala que la composición de los aceites esenciales y extractos pueden variar de acuerdo al método de extracción utilizada, revisaron algunos métodos de extracción convencional más utilizado y algunos métodos alternativos así como sus principales ventajas y limitaciones , llegando a concluir que los métodos convencionales para la extracción de aceites esenciales son sencillos pero suelen tener bajo rendimiento, los métodos alterativos ofrecen ventajas reduciendo los tiempos de extracción y consumo de energía.

Übler, et al 2012, desarrollaron en forma experimental la extracción del aceite esencial por arrastre de vapor de las semillas del Hinojo titulado "steam distillation of fanal oil from fennel seed" con el objetivo de extraer y determinar la composición del aceite esencial obtenido de las semillas del Hinojo, Apoyándose en las investigaciones de Berger 2009 quien realizó estudios sobre la separación y caracterización de los compuestos de diversos productos naturales mediante espectroscopia, para ello empleo como método la extracción por arrastre de vapor y la caracterización de los componentes por espectroscopia, de esta forma

concluye que el 81% representa al trans-anetol, 16% de estragol y 3% de fenchona en el aceite esencial de las semillas del Hinojo.

Árpád KAPÁS, et al, 2011 realiza un estudio comparativo de la extracción del aceite esencial del Hinojo aplicando dos métodos; Hidrodestilación y extracción asistida por microondas titulado "the kinetic of essential oil separation from fennel by microwave assisted hydrodistillation (mwhd)" con el propósito de evaluar la variación en la composición del aceite esencial obtenido con el método aplicado, para ello se apoyó en los estudios realizados por *M. Lucchesi, et al, 2004* quien realizó estudios comparativos de diversas plantas aromáticas aplicando la extracción asistida por microondas con la hidrodestilación convencional y el análisis cromatográfico, concluyendo que las composiciones del aceite esencial de Hinojo obtenido muestran una ligera dependencia con el método aplicado, en el caso de la extracción asistida por microondas el contenido de Metilchavicol fue mayor en un 5.5% y disminuyendo la cantidad de trans anetol en la misma proporción.

Cerpa, 2007 desarrolla una investigación titulada "Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización" cuyo objetivo fue analizar la influencia de la porosidad de lecho y el caudal de vapor de agua en el rendimiento de extracción. Apoyándose en los estudios efectuados por *Mimica-Dukic, et al, 2003* que hace referencia a la composición del aceite

esencial del Hinojo dulce y su actividad anti fúngica obtenidos por diferentes condiciones de extracción, para ello empleó la Hidrodestilación como método de extracción llegando a la conclusión que el aceite esencial de hinojo dulce se obtiene con un rendimiento de 1,83% en base húmeda y posee un índice de refracción de 1.5361.

Irene Marín, et al, 2016, realizaron un estudio comparativo de las propiedades medicinales de tres planta más cultivadas en España; Hinojo, perejil y lavanda titulado "Chemical Composition, Antioxidant and Antimicrobial Activity of Essential Oils from Organic Fennel, Parsley, and Lavender from Spain" con la finalidad de conocer el contenido fenólico total, actividad antioxidante y la actividad antibacteriana las propiedades y composición, mediante la metodología de análisis en laboratorio, empleando un cromatógrafo de gases Shimadzu GC-17A (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japón), acoplado con un detector de espectrómetro de masas Shimadzu (GC-MS QP-5050A, Shimadzu, Kyoto, Japón) para la identificación de componentes, la actividad antibacteriana se realizó mediante las pruebas ANOVA con dos factores, para ello se apoyó en la investigación de Viuda Martos, et al, 2010 quien estudio la composición química y actividad antioxidante de los aceites obtenidos de algunas plantas egipcias, concluyendo en relación a la actividad antimicrobiana, todos los aceites sometidos a prueba moderadamente inhiben a L.

innocua (gram positivo), la lavanda es la más eficaz, sin embargo ninguno de ellos son capaces de inhibir a *P. fluorescens*.

2.2. Bases teóricas

2.2.1 Proceso de extracción

El proceso de extracción es una operación de separación por transferencia de masa en la que se ponen en contacto íntimo dos fases inmiscibles con la finalidad de transferir uno o más componentes de una fase a otra. Cuando la mezcla original está en fase sólida y se pretende separar de ella componentes de interés denominado solutos del resto denominado componentes inertes mediante contacto con una fase líquida denominado disolvente que lo disuelve selectivamente, se habla de una extracción sólido-líquido o lixiviación.

Es una operación unitaria de transferencia de materia basada en la disolución de uno o varios de los componentes de una mezcla líquida o que formen parte de un sólido en un disolvente selectivo. Se hace la distinción entre la extracción sólido-líquido y la extracción líquido-líquido según la materia a extraer esté puede estar en un sólido o en un líquido, respectivamente. En este caso, obviamente, el disolvente ha de ser inmisible con la fase líquida que contiene el soluto (Costa, 1998).

A) Extracción sólido líquido

En este proceso la materia prima vegetal se coloca en contacto íntimo con un disolvente orgánico volátil, permitiendo la disolución de la esencia en el solvente extractor a la mezcla formada se denomina extracto, esta operación puede realizarse en frío o en caliente con agitación del extractor o estático. Se vaporiza el extracto al vacío con la finalidad de recuperar el solvente y obtener el concreto, el cual es una mezcla de compuestos volátiles y no volátiles compuesto por ceras o resinas solubles, para obtener el aceite esencial se realiza una serie de extracciones sucesivas del concreto con etanol u otros solventes de polaridad diferente, posteriormente la disolución se decanta en frío, buscando la precipitación de las ceras y los pigmentos presentes, se realizan filtraciones sucesivas y el líquido separado es evaporado al vacío para obtener el absoluto, es decir el aceite esencial enriquecido en terpenoides oxigenados, solubles en etanol o en otros disolventes (Cerpa, 2007)

2.2.2 Métodos de extracción

Los procesos de extracción más simples empleados se pueden dividir de acuerdo al disolvente utilizado en: Extracción con agua que incluyen la infusión, destilación por arrastre con vapor de agua y decocción y la extracción con solventes orgánicos entre las que se destacan, lixiviación

(o percolación), extracción por aparato de Soxhlet y por fluido supercrítico (De los Ángeles, 2003).

A) Hidrodestilación

Es el método más aplicado en la extracción de aceites esenciales en diferentes plantas medicinales, consiste en instalar un lecho de muestra vegetal seca o fresca que está en contacto con el agua a la cual se le suministra energía calorífica. Por efecto de la corriente de vapor saturado generado, el aceite esencial libre o disponible de las hojas, tallos, flores y demás partes del vegetal se vaporiza hacia la superficie del extractor donde se ubica el condensador, el aceite esencial condensado es recuperado en un recipiente. La cantidad de calor, agua y oxígeno pueden influir en las esencias alterando su estructura, algunos de los componentes del aceite esencial pueden descomponerse y dar origen a otros durante el proceso de destilación (Grace, 2001)

B) Extracción por arrastre de vapor

Se utiliza para purificar o aislar los compuestos cuyo punto de ebullición es muy alto, a través del uso de temperaturas que no superan los 100 grados centígrados. Este tipo de destilación resulta muy conveniente para tratar con sustancias que tienen un punto de ebullición muy por encima de los 100 grados centígrados y que nunca descomponen más allá de dicha

temperatura. Gracias a la destilación por arrastre de vapor es posible separar sustancias que no resulten solubles en agua, así como aquellas con una ligera volatilidad de otras no volátiles. Se debe agregar un exceso de agua a la mezcla en la cual se encuentra el producto que desea separarse. Para este procedimiento se utilizan dos matraces (vaso de cristal o vidrio de cuya forma suele ser esférica y terminar en un cilindro recto y estrecho), el de destilación, en el cual quedan los compuestos solubles en agua caliente y/o volátil, y el colector que recupera los insolubles en agua y los volátiles. Para aislar los compuestos orgánicos del matraz colector se efectúa una extracción. (Pérez Porto, et al, 2012).

C) Extracción con solventes

El método de extracción con disolventes volátiles consiste en secar y moler la muestra para posteriormente poner en contacto con el disolvente seleccionado, como por ejemplo etanol, cloroformo y otros solventes volátiles. Estos disolventes solubilizan la esencia pero también extraen otras sustancias tales como grasas y ceras, obteniendo al final un extracto impuro, es empleado con frecuencia a escala de laboratorio ya que a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los disolventes, porque se obtienen esencias contaminadas con otras sustancias, además por el riesgo de incendio y explosión (Martínez, 2003).

La extracción con solventes presenta importantes desventajas, además de que se requiere periodos de tiempo relativamente largos, los aceites esenciales obtenidos contiene trazas de los disolventes utilizados; limitando su uso en la industria de los alimentos, cosmética y farmacéutica (Peredo-Luna, 2009)

D) Extracción por fluidos supercríticos

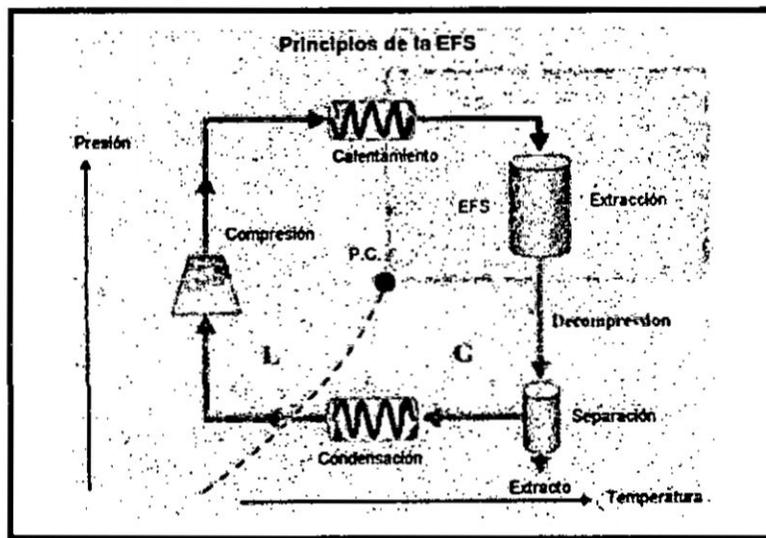
Es un proceso que consta en utilizar sustancias de arrastre en condiciones específicas de presión y temperatura denominados fluidos supercríticos la cual es el solvente extractor de solutos a partir de una matriz insoluble en contacto semi-continuo (Nicolás, 2012). Luego de la extracción la corriente fluida pasa a otro recipiente en la que se separan los solutos extraídos la cual puede ser favorecida modificando la presión y la temperatura, adsorción en otro solvente, adsorción en un lecho de material adsorbente, etc. (Wilson 1964).

El rendimiento de extracción depende de las condiciones de presión y temperatura debido al poder solvente del fluido supercrítico y de la presión de vapor de los solutos presentes, la transferencia de masa está influenciado por los aspectos cinéticos del proceso así como caudal del fluido supercrítico, tamaño de partícula, y pre tratamientos de la matriz insoluble (Pereira 2010).

La técnica de extracción con fluidos supercríticos (SFE), es una técnica basada en el aprovechamiento de las propiedades físicas de un fluido en estado supercrítico con el objeto de utilizarlo para realizar remoción parcial o total de algunos de los constituyentes de una muestra. (Luque, 1993).

FIGURA N° 2. 1

DIAGRAMA DE EXTRACCIÓN CON FLUIDO SUPECRITICO



Fuente: Extraído de Nicolás, 2012

2.3 Marco conceptual.

2.3.1 Planta de Hinojo.

A) Habitat

Es originaria de Europa del Mediterráneo, crece en los márgenes de los caminos, en campos de cultivo y matorrales, está presente a nivel del mar y hasta los 1200 metros de altitud (Alonso, 2015)

En el Perú se encuentra ubicado en el departamento de Ancash, callejón de Huaylas (Huaraz) y en el departamento de Junín Tarma-Huancayo desarrollándose entre los 3100 y 3500 m.s.n.m. En Apurímac por encima del río Pachachaca a una altura de 1850 m.s.n.m en Arequipa entre Nazca y Chala, en Caravelí a 400 y 500 m.s.n.m, en San Martín entre el Puerto Lamas y San Roque a 1350 y 1500 m.s.n.m (Largo, 2001)

B) Descripción general

El Hinojo (*Foeniculum vulgare*) puede llegar a medir hasta 250 cm, su tallo es erecto, estriado con restos fibrosos en la base y ramificado en su mitad superior. Las hojas de color verde intenso, largas y delgadas poseen un contorno triangular y peciolado (Castro viejo). El hinojo dulce la cual es objeto de nuestro estudio posee un olor dulce anisado debido a la presencia del anetol (Alonso, 2015)

C) Clasificación Taxonómica

La muestra vegetal ha sido estudiada y clasificada como **Foeniculum vulgare Mill** y tiene la siguiente posición taxonómica según el sistema de clasificación de Cronquist (1981),

- División : Magnoliophyta
- Clase : Magnoliopsida
- Subclase: Magnolidae

- Orden : Apiales
- Familia : Apiaceae o Umbelíferas
- Género : Foeniculum
- Especie: Foeniculum vulgare Mill.

El nombre vulgar es denominado "Hinojo", determinado por el Mg. Asunción A. Cano Echevarría, jefe del herbario de San Marcos como se hace constar con el certificado N° 29-USM-2017, otorgado en dicho lugar.

D) Composición química

Existen diversas investigaciones en relación a la composición química del aceite esencial del Hinojo estudiada en diferentes partes de la planta; tallo, hoja y semillas, Irene Marín, et al 2016 luego del estudio de toda la planta completa del Hinojo orgánico determinó diecisiete compuestos; el componente principal fue el limoneno (26,44%) seguido por el anetol (23,5%) y el fenchona (21,68%), y finalmente el beta - fenlandreno y el alfa - pineno (9,26% y 6,22% respectivamente). Viuda - Martos et al, 2011 determinó en el hinojo orgánico egipcio la presencia del trans-anetol (65,59%) como componente principal, seguido de metil-chavicol (13,11%), el limoneno y fenchona, también estuvieron presentes en el hinojo orgánico español (8.54% y 7.76%, respectivamente).

Telci et al, 2009 en el Hinojo turco determinó como componente principal de su aceite esencial el contenido similar de metil-chavicol, limoneno y fenchona. Politeo et al, 2006, estudiaron la composición química de doce aceites esenciales procedentes de Croacia, en las cuales determinaron que los principales componentes del aceite esencial del Hinojo son: 77,6% de trans-anetol, que está de acuerdo a lo señalado por Viuda- Martos et al y Telci et al respecto del 12,4% de fenchona estudió a toda la planta completa de Hinojo

E) Propiedades medicinales

El Hinojo es una hierba carminativa, tónica estomacal y digestiva. Como planta aromática, tiene propiedades para favorecer la digestión, abre el apetito y ayuda a disminuir el dolor del estómago. Se ha demostrado el efecto del hinojo contra los cólicos abdominales y en caso de inapetencia o anorexia (Alonso, 2015)

2.3.2 Aceites esenciales

Los aceites esenciales son una mezcla de varios compuestos naturales en estado líquido con aromas agradables que se encuentran situados en diversas partes de la planta, la forma de extracción depende del tipo de planta y del rendimiento de cada proceso. Se puede extraer mediante una corriente de vapor o mezclando con solventes específicos (Ortuño, 2016).

Los aceites esenciales generalmente son mezclas complejas de más de 100 componentes, en su gran mayoría son de olor agradable, aunque existen de olor relativamente desagradable como por ejemplo los componentes que forman parte de la fracción aromática de ajo y la cebolla, los cuales contienen compuestos azufrados (Albarracín, 2003).

A) Composición química de los aceites esenciales

La composición química de una esencia varía modificándose las proporciones de sus constituyentes debido a transformándose de unos constituyentes en otros según la parte de la planta, así como el momento de su desarrollo y el momento del día, influenciados por la luz, temperatura, presencia de enzimas (Albarracín 2003).

B) Clasificación de los aceites esenciales

Existen varios criterios de clasificación de los aceites esenciales, (Albarracín, 2003), propone una clasificación general, la que se menciona a continuación.

- **Por su consistencia**

Según su consistencia los aceites esenciales se clasifican en esencias fluidas, bálsamos y oleorresinas. Las esencias fluidas son volátiles a

temperatura ambiente. Los bálsamos son más espesos, son poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización por ejemplo el bálsamo de copaiba. Las oleorresinas tienen un aroma de las plantas en forma concentrada y son típicamente líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas como la oleorresina de paprika, pimienta negra y caucho.

- **Por su origen**

Pueden ser de origen natural, artificial o sintético.

Los naturales se obtienen directamente de la planta y no sufren modificaciones físicas ni químicas posteriores, debido a su rendimiento tan bajo son muy costosas.

Los artificiales se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de la misma esencia con uno o varios de sus componentes, por ejemplo la mezcla de esencias de rosa, geranio y jazmín enriquecida con linalol o la esencia de anís enriquecida con anetol.

Los aceites esenciales sintéticos como su nombre lo indica son los producidos por la combinación de sus componentes los cuales, la mayoría de las veces, se producen por procesos de síntesis química. Estos son más económicos y por lo tanto son mucho más utilizados como aromatizantes y saborizantes como la esencia de vainilla, limón (Albarracín 2003).

- **Por sus componentes mayoritarios**

Los aceites esenciales se pueden clasificar de acuerdo a los componentes mayoritarios que contiene, tales como:

- **Monoterpénicos:** estos poseen 10 átomos de carbono, por ejemplo los que contienen la hierbabuena, la albahaca y la salvia.

- **Sesquiterpénicos:** estos poseen 15 átomos de carbono como los de copaiba, pino y junípero.

- **Fenilpropanoides:** están ampliamente distribuidas en los vegetales caracterizadas por poseer un anillo aromático unido a una cadena de 3 carbonos y derivados biosintéticamente del ácido shikímico. El anillo aromático generalmente está sustituido en los carbonos 3, 4 y 5, siendo estos sustituyentes grupos hidroxilo, metoxilo o metiléndioxi, principalmente (Evans, 1991), como los clavo, canela y anís.

C) Propiedades de los aceites esenciales

Los aceites esenciales son líquidos y volátiles que se caracterizan por presentar un olor penetrante que generalmente es agradable salvo excepciones como es el caso del jengibre, ajo y cebolla. Poseen sabor cáustico, acre e irritante y a veces dulce, dependiendo del origen.

Son de aspecto oleoso ligeramente solubles en el agua, a la que le comunican sus aromas característicos (agua floral) pero solubles en alcohol absoluto y solventes apolares orgánicos como es en el sulfuro de carbono y éter de petróleo. Se oxidan al estar expuestos al medio ambiente libremente debido a la interacción con el oxígeno de aire, temperatura y la acción de la luz, volviéndose amarillos y oscuros, químicamente se oxidan formando otras sustancias, básicamente ocurre la transformación de los terpenos, razón por la cual se trata de eliminarlos obteniéndose esencias desterpenadas cuyo efecto es aumentar la solubilidad.

Para el control de la pureza y descartar adulteraciones y envejecimientos de los mismos se emplea su característica de refractar la luz polarizada, pues tienen por ello un índice de refracción característico así como un poder rotatorio característico debido a que están compuestos por numerosos compuestos ópticamente activos (Bandoni, 2000).

D) Usos de aceites esenciales

Su aplicación y su valor comercial de un aceite esencial están relacionado directamente con sus propiedades físico químicas y sobre todo con la composición química

.El consumo de aceites esenciales en la industria es muy variado y se emplean como aromatizantes, ambientadores y artículos de limpieza. Además se emplean en la elaboración de jabones, champús, licores, cremas, desodorantes y hasta de alimentos.

- **Industria Farmacéutica y Dental**

Esta es una de las ramas de la industria que más aceites esenciales emplea. Se utilizan en la fabricación de neutralizantes del sabor desagradable de muchos medicamentos. De otro lado, y gracias a su actividad antiséptica, los aceites esenciales son muy usados para problemas de las vías respiratorias; para infecciones urinarias; infecciones de la epidermis; en antisépticos bucales y en dentífricos. Además, tienen muchas propiedades saludables como las de ser antiinflamatorios, analgésicos, antibacterianos, antiespasmódicos, entre otras. En términos generales los aceites esenciales se emplean contra enfermedades y en aromaterapia, se utilizan en la producción de cremas dentales, artículos de tocador, de baño, y otros, (**SENA .edu.co**)

- **Industria alimentaria y de licores**

La industria alimentaria es una de las que más aceites esenciales requiere. Se encuentran en productos como aceites, vinagres, encurtidos y embutidos. En la confitería se utilizan para saborizar y aromatizar

productos como caramelos y chocolates. También se utilizan en la preparación de bebidas alcohólicas y no alcohólicas, en refrescos y helados. Otro de sus usos es como aditivos naturales: saborizantes, colorantes, antioxidantes o conservantes, **(SENA .edu.co)**

- **Industria cosméticos y de perfumería**

En productos cosméticos, los aceites esenciales no sólo se emplean para proporcionar aroma, sino que se aprovechan sus propiedades aromaterapéuticas. En esta industria también se aprovecha el efecto antiséptico de los aceites esenciales, donde se ha llegado a producir desodorantes elaborados exclusivamente con estos productos naturales.

Se estima que en la actualidad, el 85% de las sustancias aromatizantes empleadas en la industria del perfume y los cosméticos son productos de síntesis en los laboratorios y el 15% restante corresponde a productos naturales o aceites vegetales, extraídos de las plantas aromáticas, **(SENA .edu.co)**

- **Industria Tabacalera**

En los preparados en los cigarrillos a base de mentol.

- **Esencias Industriales**

Se desarrolla esencias para disimular el olor de algunos productos como el caucho, los plástico y en las pinturas. También se pueden apreciar el olor impregnados en los juguetes, En textilería, en los mordientes antes y después del teñido. En papelería para impregnar de fragancias cuadernos tarjetas, papel higiénico, toallas faciales.

- **Industria Fitosanitaria**

Los aceites y los hidrolatos obtenidos durante el proceso de extracción se utilizan para repeler y controlar plagas, con ellos se preparan herbicidas, insecticidas, fungicidas, nematicidas, acaricidas, desodorizantes, desinfectantes, (SENA .edu.co).

2.3.3 Análisis de la composición de los aceites esenciales

Los aceites esenciales son mezclas que pueden llegar a ser muy complejas, por lo que la identificación de sus componentes no es una tarea simple; Anteriormente, esta identificación se convertía en una larga y tediosa operación, que consumía muchísimo tiempo, ya que requería el aislamiento y purificación de cada componente (utilizando, por ejemplo, cromatografía en capa fina, cromatografía en columna, destilación fraccionada) y su posterior determinación estructural por métodos

tradicionales (obtención de derivados, reacciones de coloración, pruebas de grupos funcionales)

En las últimas décadas, el desarrollo de técnicas instrumentales de análisis y su acoplamiento a sistemas informáticos y bases de datos, ha cambiado sustancialmente el panorama, agilizando de forma notable la identificación de los componentes de las esencias, han contribuido especialmente a este cambio, el desarrollo de técnicas como:

- Técnicas cromatográficas de alta resolución, principalmente la cromatografía de gases con columnas capilares.
- Técnicas espectroscópicas, particularmente la espectrometría de masas (EM), la espectroscopia infrarroja (IR) y la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN).
- Sistemas cromatográficos acoplados a técnicas espectroscópicas, especialmente la cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas (CG-MS) y la cromatografía de gases acoplada a la espectroscopia infrarroja (CG-FTIR),(Bandoni 2000)

A) Cromatografía en fase gaseosa acoplada a espectrometría de masas

Durante las dos últimas décadas se ha demostrado que uno de los métodos más eficientes para el estudio de la composición de los aceites esenciales es la cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas (CG-EM). Es un método muy adecuado para la identificación debido a que los componentes del aceite son compuestos volátiles y de bajo peso molecular. La esencia se inyecta directamente en el cromatógrafo, sin ningún tratamiento previo, lo cual elimina posibles modificaciones en la composición de la muestra o en la estructura de sus constituyentes debidas a pre tratamiento. No se eliminan las alteraciones debidas a la temperatura de análisis, que puede afectar componentes termos sensibles. En el cromatógrafo, los componentes de la esencia se separan, tras lo cual penetran en el espectrómetro de masas, que permite registrar el correspondiente espectro de cada una de las sustancias separadas. Los constituyentes del aceite esencial se identifican gracias a los diferentes patrones de fragmentación que se observan en sus espectros de masas.

La CG-EM permite realizar en una sola operación, para una muestra del orden de 1 μL , un análisis cualitativo junto con una indicación de las proporciones en las que se encuentran componentes. Cuando se dispone

de sustancia patrón, la calibración del equipo permite un análisis cuantitativo exacto de la muestra.

Es posible determinar índices de retención en el CG-EM, pero estos pueden no ser comparables con los bibliográficos, que generalmente se han obtenido con cromatógrafos no acoplados a un espectrómetro, (Albarracín, 2003).

B) Características Organolépticas

Se describe el olor, color, sabor y aspecto de los aceites obtenidos, puesto que estas características físicas contribuyen a la definición de la calidad y además orientan sobre las posibles aplicaciones industriales.

C) Determinaciones Físicas

Se trata principalmente de la determinación de constantes físicas, entre las que se destacan la densidad, el índice de refracción y desviación Polarimétrica.

- **Determinación de la Densidad Relativa** La densidad relativa es la relación de la densidad del aceite esencial y la del agua destilada.
- **Determinación de la desviación polarimetría** Es el ángulo sobre el cual gira el plano polarización de la luz cuando esta atraviesa cierto espesor del aceite esencial en condiciones determinadas.

agua, que está constituida por ésteres de ácidos grasos o por hidrocarburos derivados del petróleo.

- **Antioxidante.-** Molécula capaz de retardar o prevenir la oxidación de otras moléculas.
- **Aceite esencial desterpenado.-** Se considera como aceite esencial desterpenado, aquel aceite esencial al que se le ha eliminado, como mínimo, 90% de los monoterpenos contenidos originalmente en el aceite esencial.
- **Destilado.-** Destilación es el proceso y el resultado es destilar. Este verbo refiere a filtrar o a hacer que gotee un líquido, o a lograr la separación de un componente respecto a otros a través de la aplicación del calor.
- **Destilación Simple.-** Se usa cuando existe solamente una sustancia volátil en la mezcla de productos líquidos, o bien cuando hay más de una.
- **Galactógena.-** Sustancia que estimula la secreción de la leche de las mujeres lactantes.
- **Granulometría.-** La granulometría es la medición de los granos de una formación sedimentaria y el cálculo de la abundancia de los correspondientes a cada uno de los tamaños previstos por una escala

granulométrica con fines de análisis tanto de su origen como de sus propiedades mecánicas.

- **Hidrolato.-** Es un elemento acuoso aromático recogido de la salida del alambique del que se separa, por decantación, el aceite esencial.
- **Planta carminativa.-** Son aquellas plantas con propiedades para combatir los dolores estomacales causados por cólicos, flatulencias o similares, ayudan a expulsar los gases estomacales del tubo digestivo.
- **Solvente.-** Es aquella sustancia o fase dispersa capaz de disolver los solutos por afinidades eléctricas.
- **Soluto.-** Es la sustancia que se dispersa en un medio dispersante debido a la afinidad eléctrica que puede presentar.
- **Solubilidad.-** Es una medida de la capacidad de disolverse de una determinada sustancia (solute) en un determinado medio (disolvente)

III. VARIABLES E HIPÓTESIS

3.1 Variables de Investigación

3.1.1 Variable Independiente

- Humedad de la muestra
- Granulometría
- Flujo de vapor
- Cantidad de Muestra

3.1.2 Variable dependiente

- Rendimiento de extracción del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo.

3.2 Operacionalización de las variables

VARIABLE DEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
Y: Rendimiento de extracción del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo	<ul style="list-style-type: none"> • Porcentaje de aceite esencial obtenido de la hoja ,tallo y semilla del Hinojo 	<ul style="list-style-type: none"> • Gramos de aceite esencial obtenido por Kg de Muestra de Hinojo. 	Arrastre de Vapor
VARIABLES INDEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
X1: cantidad de vapor suministrado. X2: Humedad de muestra X3: Granulometría de la muestra X4: Cantidad de muestra	<ul style="list-style-type: none"> • Variables de proceso • Variables de proceso • Variables de proceso • Variables de Proceso 	<ul style="list-style-type: none"> • Volumen del condensado obtenido • Contenido de humedad. • Tamaño de partícula • Cantidad de muestra 	<ul style="list-style-type: none"> • Determinación del Volumen condensado. • Determinación de humedad • Cortado de la muestra • Determinación de muestra obtenido
X=Componentes principales en la identificación en forma cualitativa, del aceite esencial extraído por arrastre de vapor de las semillas del hinojo .	Patrones empleados	Componentes identificados cualitativamente mediante la cromatografía de gases.	Análisis cromatográfico

3.3. Hipótesis de la Investigación

3.3.1 Hipótesis general

El rendimiento de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla de la planta del Hinojo será: hoja 0.26%, tallo 0.29% y semilla 2.10%.

3.3.2 Hipótesis específicas

- a.** Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial de la hoja del hinojo se darán a mayor cantidad de muestra de 600 grs. y en muestra seca.

- b.** Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial del tallo del Hinojo se darán a mayor flujo de vapor de 4.84 ml/min, a menor granulometría de 0.5 cm y poca humedad.

- c.** Los componentes principales en la identificación en forma cualitativa del aceite esencial extraído por arrastre de vapor de las semillas del Hinojo serán: trans-anetol, alfa-pineno, fenchona, estragol, limonemo, anetol.

IV. METODOLOGIA

4.1 Tipo de Investigación

Es de tipo experimental porque manipula una o más variable de estudio, como es la granulometría, humedad y flujo de vapor siendo la variable de respuesta el rendimiento de extracción del aceite esencial de Hinojo.

4.2 Diseño de la investigación.

4.2.1 Escenario de la investigación.

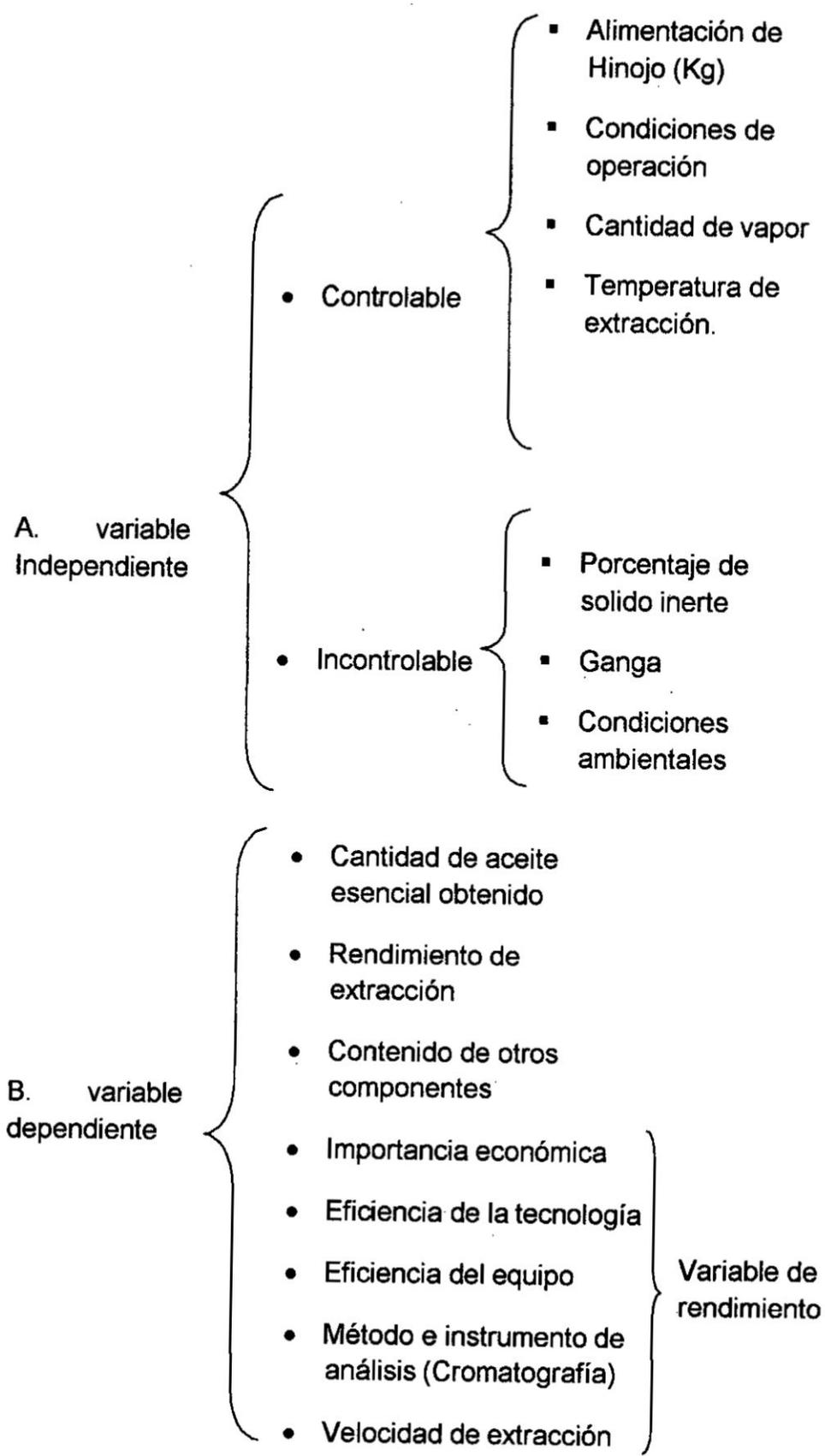
Se desarrolló la investigación sobre la extracción del aceite esencial del Hinojo mediante la extracción por arrastre de vapor en el laboratorio de investigación de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao, además se empleó el extractor semi-industrial del laboratorio de operaciones unitarias (LOPU) para pruebas preliminares.

4.2.2 Método o modelo de diseño.

El método empleado es la extracción por arrastre de vapor en hojas, tallo y semilla de la planta de Hinojo.

4.2.3 Determinación de las variables de diseño.

Con la finalidad de determinar las condiciones más óptimas de operación en la extracción del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo, se han identificado las siguientes variables cualitativas y cuantitativas.



A) Extracción del aceite esencial de hojas.

Con la finalidad de evaluar la influencia de la humedad en el rendimiento de extracción, se considera las siguientes variables de control y el vector de respuesta a evaluar fue el rendimiento de extracción

- **Variable 1:** Alimentación del Hinojo(Kg)
 - ✓ **Nivel 1:** 400g de alimentación
 - ✓ **Nivel 2:** 600g de alimentación

- **Variable 2:** Humedad de la muestra
 - ✓ **Nivel 1:** Fresco
 - ✓ **Nivel 2 :** seco

TABLA N° 4. 1

DISEÑO FACTORIAL DE $2^2= 4$ CORRIDAS PARA LA EXTRACCIÓN DE VAPOR DE ACEITE ESENCIAL EN HOJAS

N° de experiencias	Combinación de variables		Niveles	Vector de respuesta
	Cantidad	Humedad		Rendimiento
1	400	fresco	-, +	R1
2	400	Seco	-, -	R2
3	600	fresco	+, +	R3
4	600	Seco	+, -	R4

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

B) Extracción del aceite esencial del tallo

Con la finalidad de evaluar la humedad, granulometría y el flujo de vapor, se consideró las siguientes variables de control.

- **Variable 1: Granulometría**
 - ✓ **Nivel 1:** Cortado, el tallo del Hinojo fue cortado a 0.5 cm aproximadamente
 - ✓ **Nivel 2:** Entero
- **Variable 2: Humedad**
 - ✓ **Nivel 1:** seco, Se dejó secar por una semana el tallo previamente cortado
 - ✓ **Nivel 2:** fresco
- **Variable 3: Flujo de vapor**
 - ✓ **Nivel 1:** Flujo de vapor promedio 4,84ml/min suministrado por la cocinilla de resistencia (A)
 - ✓ **Nivel 2:** Flujo de vapor promedio 3,17ml/min suministrado por la cocinilla de plancha (B)

TABLA N° 4. 2

DISEÑO FACTORIAL DE $2^3 = 8$ CORRIDAS, PARA LA EXTRACCIÓN DE VAPOR DE ACEITE ESENCIAL EN TALLOS

N° de experiencias	Combinación de variables			Niveles	Vector de respuesta
	Granulometría	Humedad	Flujo de vapor		Rendimiento
1	cortado: -1	Fresco: 1	A:1	-, +, +	R1
2	entero: 1	Fresco: 1	A:1	+, +, +	R2
3	cortado: -1	Fresco: 1	B:-1	-, +, -	R3
4	entero: 1	Fresco: 1	B:-1	+, +, -	R4
5	cortado: -1	seco: -1	A:1	-, -, +	R5
6	entero: 1	seco: -1	A:1	+, -, +	R6
7	cortado: -1	seco: -1	B:-1	-, -, -	R7
8	entero: 1	seco: -1	B:-1	+, -, -	R8

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

C) Extracción de aceite esencial de semillas

Con la finalidad de evaluar el rendimiento de extracción del aceite esencial de semillas se avaluó dos cantidades, cada una por duplicado manteniendo constante demás variables.

TABLA N° 4. 3

**DISEÑO FACTORIAL DE $2^2 = 4$ CORRIDAS, PARA LA EXTRACCIÓN
DE VAPOR EN SEMILLAS DE HINOJO**

N° de experiencias	Cantidad de semilla	Vector de respuesta
		Rendimiento
1	50	R1
2	50	R2
3	100	R3
4	100	R4

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

4.3 Población y muestra

Se compraron 15 Kg de Hinojo de las cuales se separaron en tallos y hojas, se emplearon 1Kg de hojas frescas y 3,2Kg de tallos frescos para las pruebas con material fresco, el resto fue secado a condiciones ambientales durante una semana para las pruebas con material seco.

4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos

Para la recopilación de datos sobre los experimentos desarrollados como objeto de investigación se aplicaron los análisis físicos, cromatográfico y cálculos matemáticos de las muestras evaluadas.

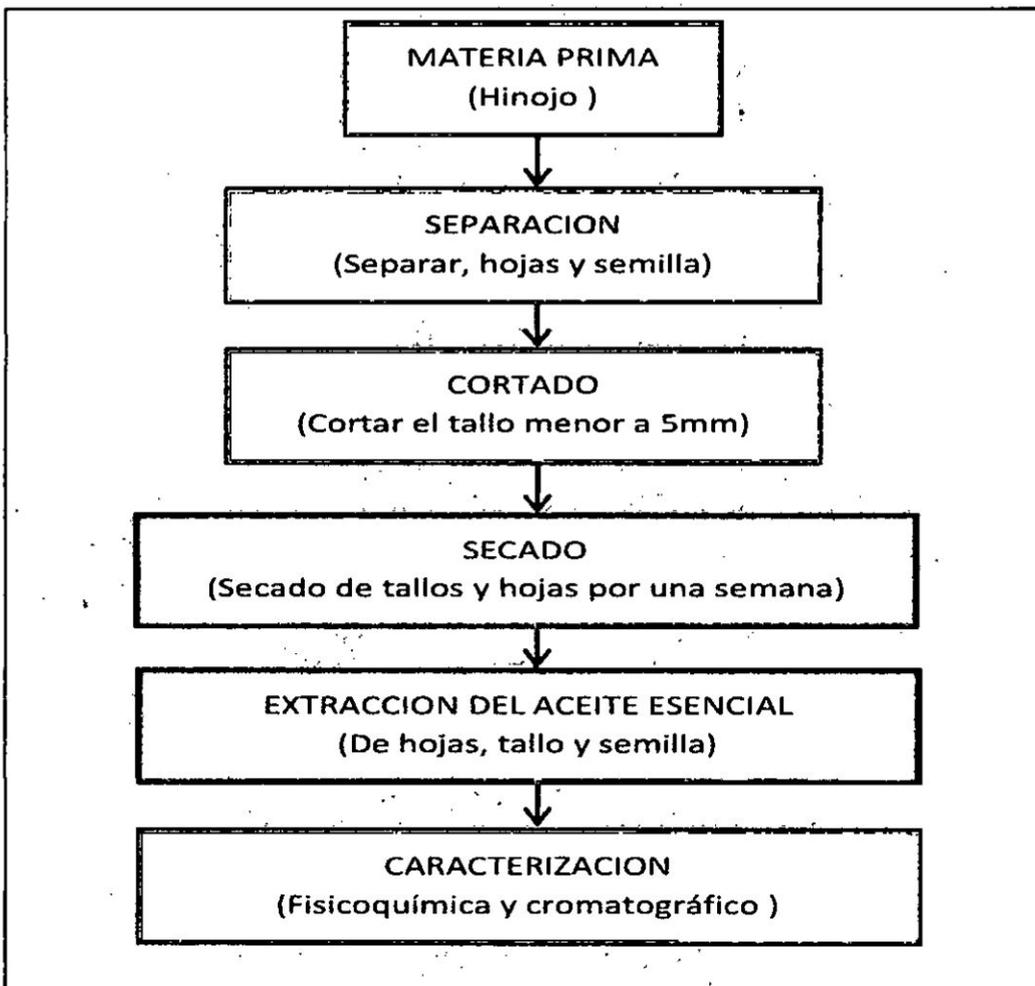
4.4.2 Metodología experimental

A) Etapas de la investigación

En LA figura N° 4.1 se presenta el esquema general del desarrollo experimental del proceso de extracción del aceite esencial del Hinojo y su caracterización.

FIGURA 4. 1

DIAGRAMA DE FLUJO PARA LA OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE HINOJO Y CARACTERIZACIÓN



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

Etapa 1: Se acondicionó la materia prima que consistió en la separación de hojas, tallos y determinación de humedad.

Etapa 2: Se determinaron las condiciones favorables de extracción del aceite esencial del Hinojo como es la granulometría, humedad y flujo de vapor y la caracterización del aceite esencial de la semilla del Hinojo

Etapa 3: Se efectuó el tratamiento estadístico de datos obtenidos en la etapa anterior para evaluar la influencia de las variables mencionadas respecto al rendimiento de extracción.

4.5 Procedimiento de recolección de datos

Para la recolección de datos se registraron los volúmenes de aceite esencial obtenidos en cada experimento así como el volumen de condensado en relación al tiempo con la finalidad de evaluar el tiempo de extracción y rendimiento. Los análisis físicos se determinaron por triplicado en relación a las muestras recolectadas.

4.5.1 Materiales y métodos

A) Lugar de ejecución

La investigación fue realizada en el laboratorio de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao cabe mencionar que las pruebas preliminares se desarrollaron en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOPU).

Laboratorio de investigación de la Universidad Nacional del Callao,
facultad de Ingeniería Química.

FIGURA N° 4. 2

PLANTA DE HINOJO EN ESTADO FRESCO



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 4. 3

SEMILLA DE HINOJO



Fuente: elaborado por los autores de la tesis

B) Caracterización de la materia prima

La caracterización de la materia prima fue realizada por separado; hojas, tallo y semilla determinándose:

- **Constantes físicas:** Se pesó toda la planta y determinó las dimensiones del tallo y hoja con regla y vernier.
- **Humedad:** Se determinó con la estufa a 103°C hasta registrar peso constante (Método gravimétrico)

C) Acondicionamiento de la materia prima

- **Separación de tallos y hojas:** Luego de la recepción de la muestra se procedió a separar las hojas de los tallos
- **Reducción de tamaño de la muestra:** El tallo fue reducido de tamaño a medio centímetro aproximadamente 3,2Kg de tallo y 1Kg de hojas de material fresco fue empleado para la ejecución de las pruebas experimentales correspondientes con material fresco y el resto se extendió para ser secado para las pruebas correspondientes con material seco.

FIGURA N° 4. 4

TALLO DE HINOJO REDUCIDO DE TAMAÑO A 0,5 cm.



Fuente: elaborado por los autores de la tesis

- **Secado de la muestra a condiciones ambientales:** Las hojas y tallos luego de ser reducida de tamaño fue extendida sobre la mesa para ser secada por una semana a condiciones ambientales para la ejecución de las pruebas correspondientes.

D) Desarrollo de pruebas preliminares

Se desarrollaron pruebas preliminares con la finalidad de identificar inconvenientes en el proceso de extracción del aceite esencial de Hinojo, las que sirvieron para tomar acciones para un desarrollo adecuado de las experiencias establecidas.

- **Ejecución de pruebas preliminar en LOPU**

Como experiencia preliminar se realizaron pruebas en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOPU) de la Facultad de Ingeniería química

empleando el equipo extractor semi industrial en la cual se cargaron 2 Kg de Hinojo seco y entero, obteniéndose un volumen de aceite esencial de 3,2 ml, luego de 2 horas medidos luego del encendido de la resistencia del calentador, durante el desarrollo del experimento identificamos los siguientes inconvenientes:

- Demasiado flujo de vapor, la cual originaba la dispersión de las partículas del aceite esencial en el condensado por ende el destilado obtenido no presentaba una capa de aceite esencial considerable.
- Pérdida de vapor por la salida del condensador, debido a deficiencias en el enfriamiento.
- Requerimiento de mayor muestra para completar las corridas experimentales que tendría como consecuencia el incremento en el costo del desarrollo de la investigación, razón por la cual nos llevó a realizar el experimento en el laboratorio de investigación de la facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao a menor escala.

FIGURA N° 4. 5

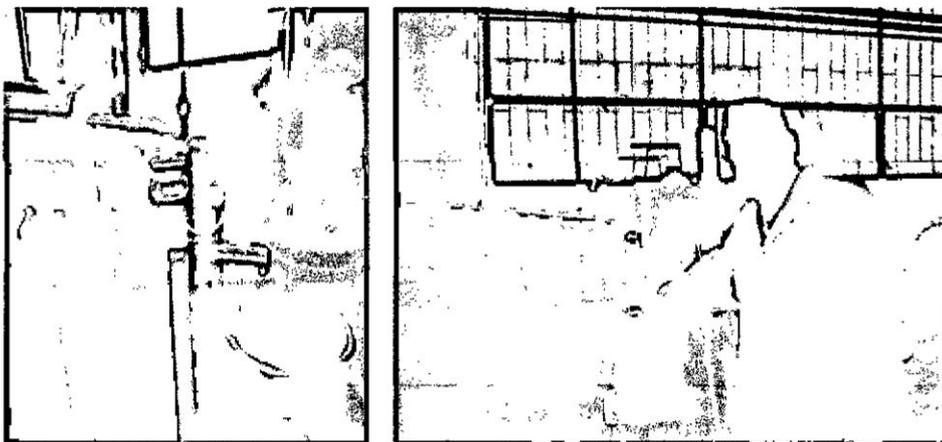
**ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA Y ARMADO DEL
EXTRACTOR SEMI INDUSTRIAL DEL LABORATORIO DE
OPERACIONES UNITARIAS**



Fuente: elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 4. 6

**DESARROLLO DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN POR ARRASTRE
CON VAPOR DEL ACEITE ESENCIAL DEL HINOJO**



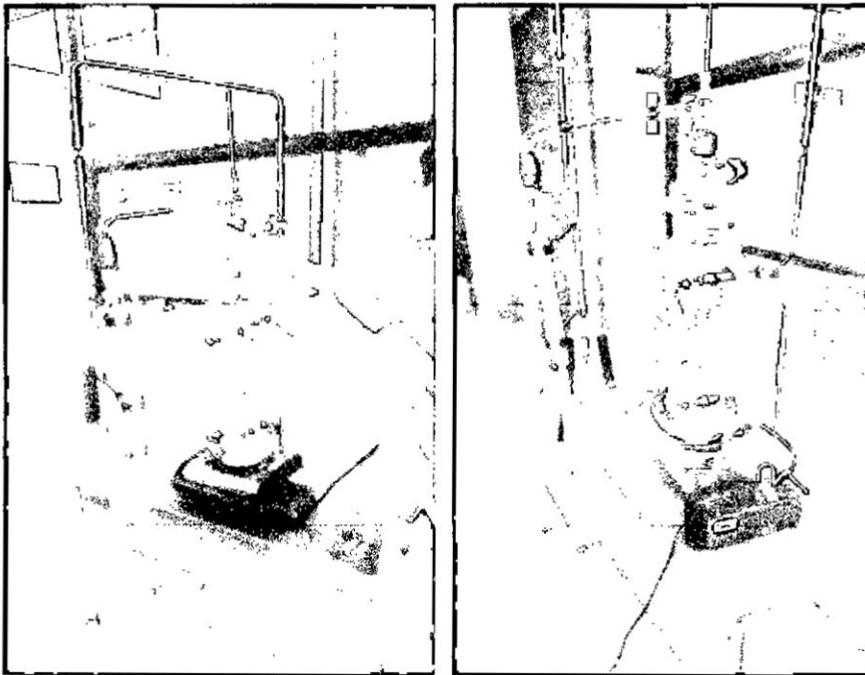
Fuente: elaborado por los autores de la tesis

- **Ejecución de pruebas preliminares en el laboratorio de investigación.**

Se procedió a armar el equipo de extracción, la cual consta de un balón inferior para el calentamiento de agua de 4000mL de capacidad, un balón de 6000mL con una entrada y una salida que contiene la muestra vegetal, a este sistema se acopló un condensador tipo Graham o de serpentín, para la recepción de la muestra se colocó un vaso florentino común de 30mL y un vaso precipitado de 500 mL para la recepción del condensado, la cocinilla empleada fue la de resistencia de nicrom de mayor potencia.

FIGURA N° 4. 7

ARMADO DEL EQUIPO PARA PRUEBA PRELIMINAR

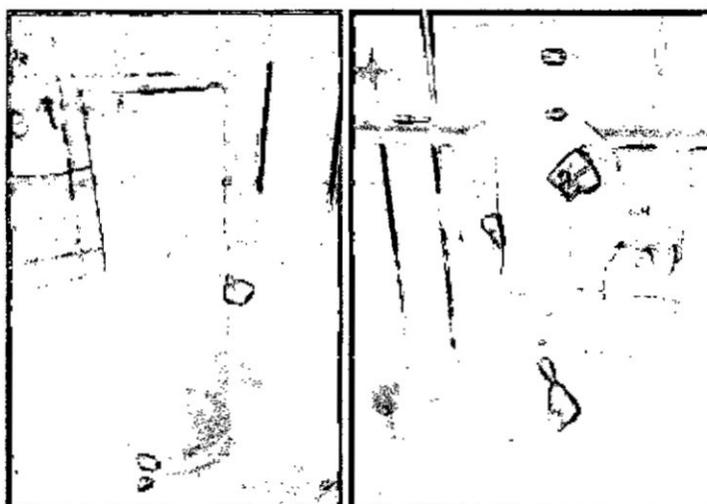


Fuente: elaborado por los autores de la tesis

En el desarrollo del experimento se observó la formación de condensados en la superficie del balón que contiene la muestra vegetal, debido a la mayor área superficial expuesta al medio ambiente, genera mayor resistencia al flujo de vapor-aceite esencial razón por la cual las moléculas se condensan en la superficie y retornan reduciendo el rendimiento de extracción.

Debido a los inconvenientes presentados de pérdida de calor y resistencia al flujo de vapor - aceite esencial, se decidió enchaquetar partes del sistema con mayor potencial de pérdida de calor como es balón esférico que contiene la muestra vegetal. Para reducir la resistencia al flujo de vapor, se diseñó una canastilla cilíndrica de dimensiones de 27.5cm de longitud y 9.5 cm de diámetro externo que permite crear un lecho de muestra vegetal en la misma dirección de flujo vapor.

FIGURA N° 4. 8
INSTALACIÓN DE LA CANASTILLA CILINDRICA PARA EL LECHO DE LA MUESTRA.



Fuente: elaborado por los autores de la tesis

E) Desarrollo del proceso de extracción del aceite esencial de

Hinojo

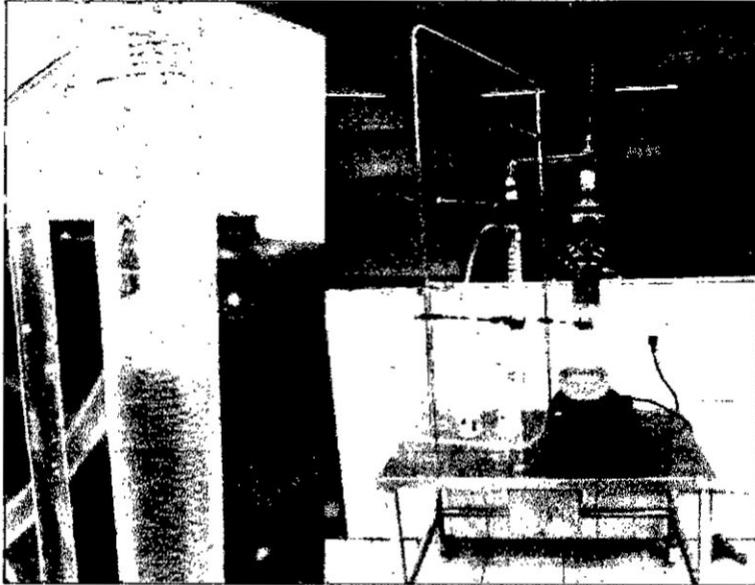
a. Extracción del aceite esencial de hojas

Se hicieron cuatro pruebas experimentales con la finalidad de evaluar el rendimiento de extracción del material fresco y seco de las hojas del Hinojo. Para el desarrollo de las cuatro pruebas se empleó la cocinilla de plancha marca FINEZZA con la finalidad mantener un flujo de vapor bajo, de tal forma que nos permitió visualizar la formación de la capa de aceite esencial.

Se registraron lecturas de volumen de condensado y de volumen de aceite esencial obtenido en función del tiempo con el objetivo de generar datos para evaluar la cinética de extracción, se desarrolló el experimento hasta donde no se aprecia la variación del volumen del aceite esencial obtenido y se asumió que se alcanzó el equilibrio.

FIGURA N°4. 9

DESARROLLO DE LA EXTRACCION DEL ACEITE ESENCIAL DE LAS HOJAS DEL HINOJO.



Fuente: elaborado por los autores de la tesis

b. Extracción de aceite esencial de tallos

Se realizaron las pruebas experimentales considerando como variables la granulometría, humedad y el flujo de vapor, manteniendo constante los demás factores que afectan el proceso. Todos los experimentos se realizaron con 400 gramos de muestra por un tiempo de 90 minutos contabilizados a partir de la primera gota de destilado

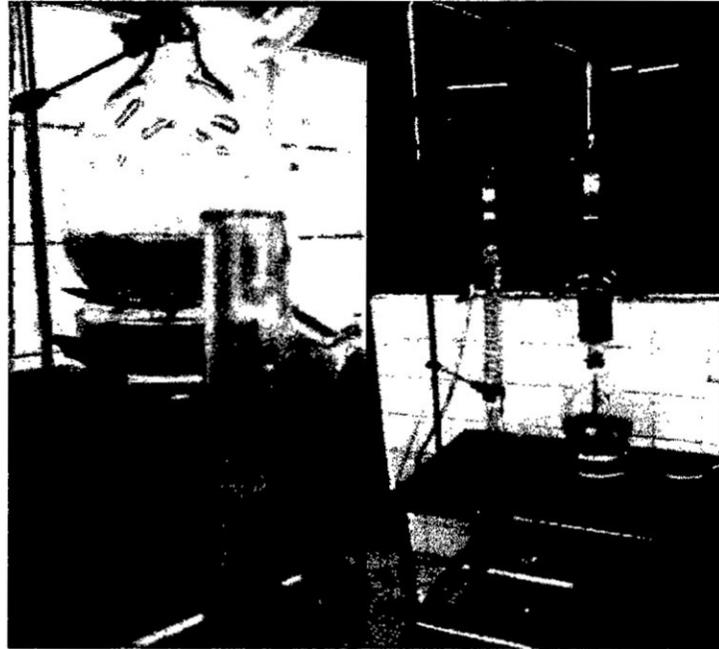
- **Granulometría.-** Consideramos que es un factor que influye en el rendimiento de extracción debido a que al estar cortado hay exposición de mayor área hacia el flujo de vapor, en este estudio hemos considerado la

categoría con mayor granulometría al tallo entero y con menor granulometría al tallo cortado a 0.5 cm.

- **Humedad.-** Es el otro factor que influyó en el rendimiento de extracción, se ha considerado la categoría de mayor humedad a la muestra en estado fresco y de menor humedad a la muestra luego de haber secado a intemperie por una semana.

- **Flujo de vapor.-** Se midió el caudal del agua floral por volumetría, en vez del vapor saturado, porque es más preciso y tiene menor fluctuación que el otro, debido a la condensación del vapor en las paredes del sistema de extracción así como menciona Cerpa, 2007. Se asumió una relación directa entre el caudal del agua floral y el del vapor afluyente al equipo. El mayor flujo de vapor fue suministrado por la cocinilla de resistencia de Nicrom, cuyo valor promedio calculado fue 4,84mL/min y para el menor flujo de vapor se usó la cocinilla de plancha marca FINEZZA cuyo valor promedio calculado del flujo de vapor suministrado fue 3,17 mL/min.

FIGURA N° 4. 10
EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DEL TALLO CON MAYOR
FLUJO DE VAPOR



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

c. Extracción de aceite esencial de semillas

La extracción de aceite esencial de semilla se realizó bajo otra configuración de la extracción por arrastre de vapor de agua, en la cual se utilizó el balón que contiene el agua para colocar en ella la muestra de semilla de hinojo que está dentro de una canastilla cilíndrica, una parte de la muestra está en contacto con el agua debido a la ebullición, razón por la cual a esta experiencia lo hemos categorizado como hidrodestilación. Se realizaron experimentos de 50 y 100 gramos de semilla cada una por duplicado con la finalidad de evaluar el rendimiento de extracción.

F) Caracterización del aceite esencial

✓ Características Organolépticas

El aceite esencial del Hinojo presentó un aspecto ligeramente amarillento y sabor dulce anisado, característico del anetol, así como menciona (AENOR, 2004).

✓ Determinación de la Densidad Relativa.

La densidad relativa es la relación de la densidad del aceite esencial y la del agua destilada. Se determinó empleando la Norma Técnica Peruana NTP 319.081:1974.

✓ Determinación de Índice de Refracción

El Índice de Refracción de un aceite esencial es la relación del seno del ángulo de incidencia al del ángulo de refracción, de un rayo luminoso de longitud de onda determinada que pasa del aire al aceite esencial, manteniendo una temperatura constante. Esta determinación se realizó según la Norma Técnica Peruana NTP 319.075:1974.

✓ Caracterización cromatografía del aceite esencial de la semilla del hinojo

La caracterización cromatográfica fue realiza en la empresa "Enviromental Testing Laboratory S.A.C" en su calidad de laboratorio de ensayo acreditado por el Instituto Nacional de Calidad (INACAL), para ello se

empleó un cromatógrafo de gases Agilent modelo 7890A (Serie CN 10846056) acoplado a un detector de masas modelo 7000A de serie (US 84430012) y un automuestreador 7693 (Serie CN 10470295).

4.6 Procesamiento estadístico de datos

Los datos obtenidos del desarrollo de los ocho experimentos desarrollados para la extracción del aceite esencial del tallo del Hinojo aplicando el diseño experimental del tipo Diseño factorial de dos niveles y tres variables (2^3) fueron evaluados mediante el análisis de varianza (ANOVA), donde las variables independientes consideradas son la Humedad, Granulometría y Flujo de vapor, siendo el vector de respuesta o variable dependiente el rendimiento de extracción.

El análisis estadístico se realizó en base al análisis de la varianza (ANOVA) empleando para ello software MINITAB 17 y el Excel 2010.

- **Análisis de varianza (ANOVA)**

Es una herramienta estadística de gran utilidad que se aplica en el tratamiento de datos estadísticos. La finalidad del ANOVA es comparar diversos valores medios para determinar si alguno de ellos difiere

Significativamente del resto. Se trata de disponer en una tabla ciertos valores que conducen a un valor F_c .

Este modelo es apropiado en aquellas situaciones donde se tiene un solo factor o variable independiente con "c" niveles o tratamientos. En este diseño nos interesa probar las siguientes hipótesis:

H_0 : Las medias de las c poblaciones son iguales

H_1 : No todas las medias de las c poblaciones son iguales

También se puede plantear la hipótesis en función de los efectos de los tratamientos así:

H_0 : Los tratamientos no producen efecto

H_1 : Alguno de los tratamientos produce efecto

Para probar esta hipótesis se toma una muestra aleatoria de cada una de las c poblaciones y se examina la cantidad de variación dentro de cada una de estas muestras en relación con la cantidad de variación entre las muestras. Si no se rechaza H_0 entonces las medias de las c poblaciones son iguales; es decir, no existe ningún efecto de los tratamientos sobre la variable respuesta.

TABLA N° 4. 4
CUADRO DE ENSAYOS ANOVA

TABLA ANOVA				
Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrados Medios	F _c
Tratamientos	c-1	SCTr	$CMT_r = \frac{SCT_r}{c-1}$	$F_c = \frac{CMT_r}{CME}$
Error	n-c	SCE	$CME = \frac{SCE}{n-c}$	
Total	n-1	SCT		

Fuente: Herramientas estadísticas, 2005

Para un análisis de varianza vamos a considerar las pruebas de cola derecha utilizando una distribución F con grados de libertad $\nu_1 = (c - 1)$ y $\nu_2 = (n - c)$. Se toma la decisión contrastando el estadístico de prueba con el valor crítico, una vez que se ha completado la tabla y se ha calculado el estadístico de prueba, se compara el F_c con el F_t. Si F_c > que F_t rechazo H₀, lo que indica que alguna de las medias difiere o que alguno de los tratamientos está produciendo algún efecto.

V. RESULTADOS.

Con el objeto de disponer de datos experimentales del proceso de extracción del aceite esencial del Hinojo y caracterización de la muestra vegetal, así como del aceite esencial obtenido, se muestran a continuación los resultados de los ensayos efectuados.

5.1 Caracterización de la materia prima

Luego del acondicionamiento de la muestra de Hinojo se determinó la Humedad relativa por triplicado para cada caso y los resultados fueron:

TABLA N° 5. 1

CONTENIDO DE HUMEDAD DEL MATERIAL FRESCO DE HINOJO

Numero de muestra	Porcentaje de Humedad	
	Hoja	Tallo
1	81.23%	82.46%
2	79.74%	80.74%
3	80.94%	81.56%
Promedio	80.64%	81,59%

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

Los cálculos de humedad sólo se efectuaron para generar datos referenciales para otras investigaciones ya que los reportes de rendimiento se reportaron en base húmeda.

5.2 Resultados experimentales

5.2.1 Extracción del aceite esencial de hojas

Según el diseño factorial planteado, se efectuaron las corridas experimentales para la extracción del aceite esencial de hojas del Hinojo obteniendo los siguientes resultados.

TABLA N° 5. 2

RESULTADO DE LA EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL EN HOJAS DEL HINOJO.

N° de experiencias	Combinación de variables		Niveles	Vector de respuesta
	Cantidad	Humedad		Rendimiento
1	400	Fresco	-, +	0.263%
2	400	Seco	-, -	0.275%
3	600	Fresco	+, +	0.255%
4	600	Seco	+, -	0.279%

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

Se registraron el volumen de condensado o de agua floral recolectado y el volumen de aceite esencial obtenido en función del tiempo, los datos obtenidos se muestran en las siguientes tablas.

TABLA N° 5. 3**DATOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE HOJAS
FRESCAS DE HINOJO**

Hojas frescas	600g muestra	
Experiencia 01		
Tiempo	Volumen de aceite	Agua floral recolectada
0	0	0
10	0.2	30
15	0.4	45
20	0.6	63
30	0.8	88
40	0.8	122
50	1	150
60	1.2	172
70	1.4	196
75	1.4	218
80	1.6	245
85	1.6	275
90	1.6	296
100	1.6	320

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

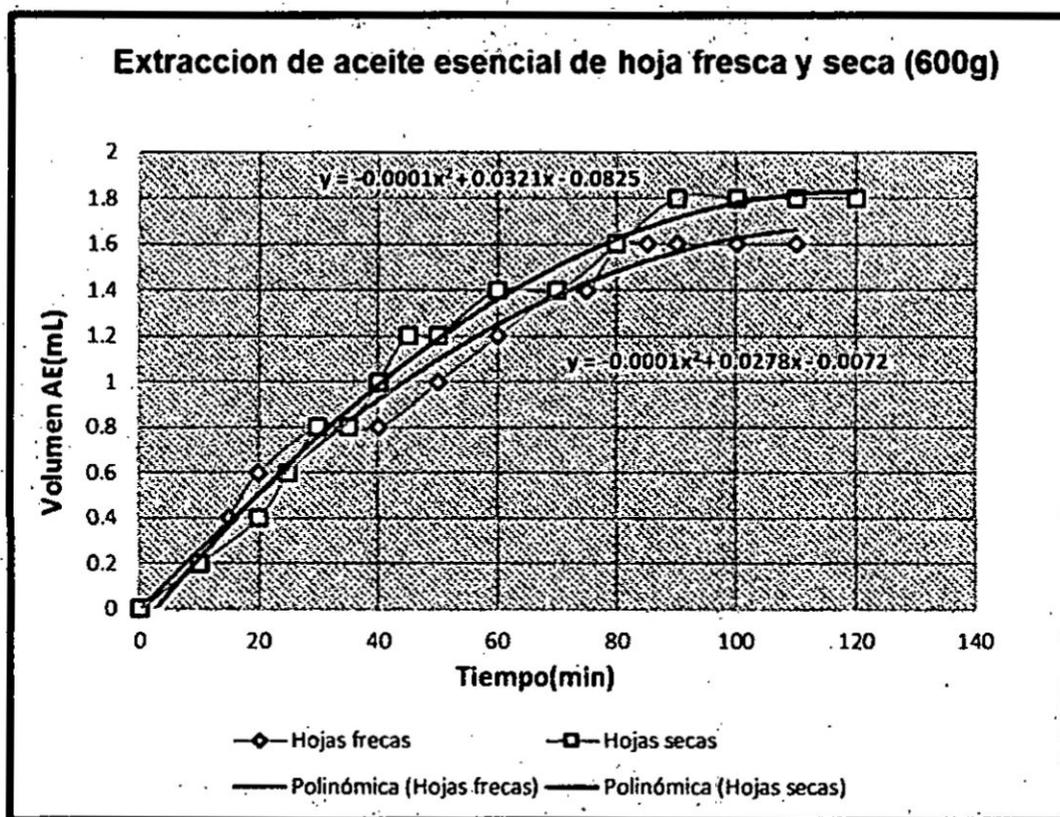
TABLA 5. 4**DATOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL EN HOJAS SECAS
DE HINOJO**

Hojas secas	600g muestra	
	Experiencia 03	
Tiempo	Volumen de aceite	Agua floral recolectada
0	0	0
10	0.2	34
20	0.4	52
25	0.6	63
30	0.8	78
35	0.8	92
40	1	115
45	1.2	128
50	1.2	145
60	1.4	186
70	1.4	215
80	1.6	250
90	1.8	320
100	1.8	330
110	1.8	355
120	1.8	380

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

Los datos obtenidos en la ejecución de las pruebas experimentales permitieron la construcción de la curva de extracción; donde se visualiza el volumen de aceite esencial obtenido en función del tiempo, así como la regresión polinómica de segundo para material fresco y seco.

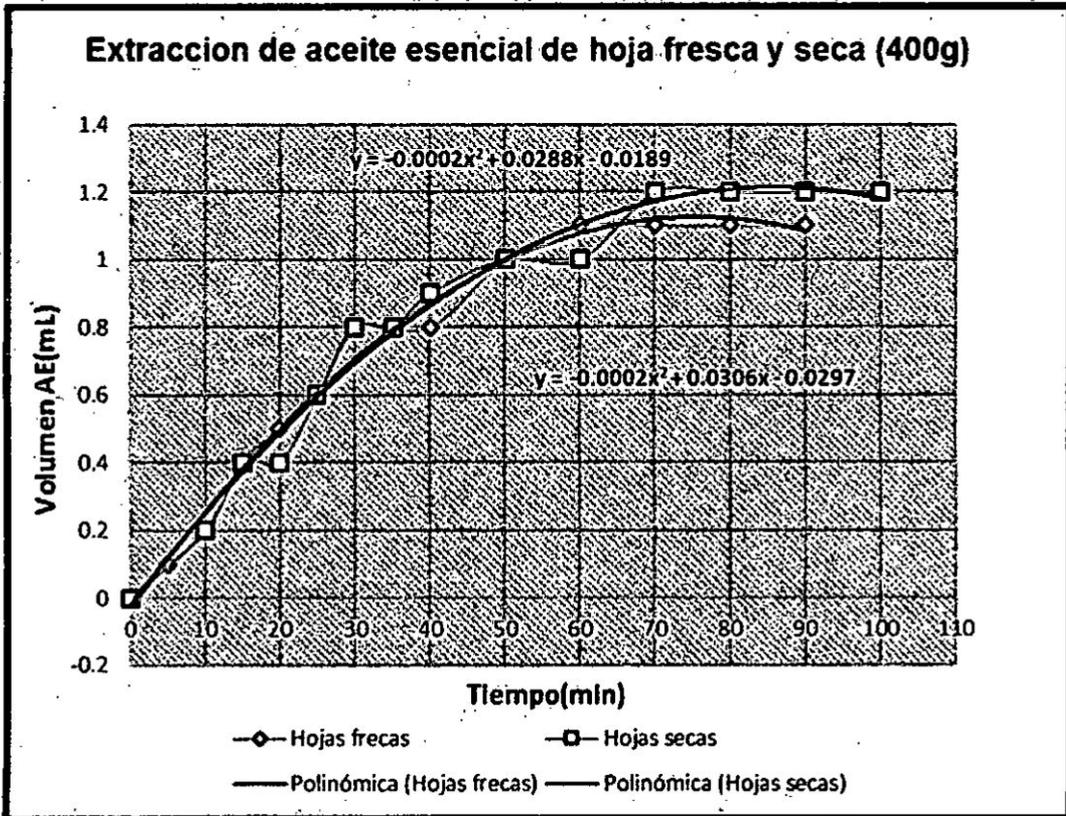
FIGURA N° 5. 1
CURVA DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL EN HOJA FRESCA
Y SECA EN 600g. DE MUESTRA



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 5. 2

CURVA DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL EN HOJA
FRESCA Y SECA EN 400g DE MUESTRA



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

5.2.2 Extracción de aceite esencial del tallo.

Se muestran los resultados de las corridas experimentales exploratorias desarrolladas considerando las tres variables como es la humedad, granulometría y flujo de vapor.

Los corridas experimentales fueron desarrolladas con 400g de tallo

de Hinojo fresco y seco, cortado y entero, con flujos promedios de vapor de 4,84mL/min y 3,17 mL/min, por un espacio de 90 minutos contabilizados a partir de la primera gota de agua floral que cae al vaso florentino.

TABLA N° 5. 5

**TABLA DE RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL ACEITE
ESENCIAL DEL TALLO DEL HINOJO.**

N° de experiencias	Combinación de variables			Niveles	Vector de respuesta
	Granulometría	Humedad	Flujo de vapor		Rendimiento
1	cortado: -1	Fresco: 1	A:1	-, +, +	0.266%
2	entero: 1	Fresco: 1	A:1	+, +, +	0.169%
3	cortado: -1	Fresco: 1	B:-1	-, +, -	0.194%
4	entero: 1	Fresco: 1	B:-1	+, +, -	0.145%
5	cortado: -1	seco: -1	A:1	-, -, +	0.290%
6	entero: 1	seco: -1	A:1	+, -, +	0.194%
7	cortado: -1	seco: -1	B:-1	-, -, -	0.242%
8	entero: 1	seco: -1	B:-1	+, -, -	0.121%

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

5.2.3 Extracción del aceite esencial de la semilla

Los resultados de las cuatro experiencias realizadas para la extracción del aceite esencial de la semilla del Hinojo se muestran a continuación.

TABLA N° 5. 6

**TABLA DE RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL ACEITE
ESENCIAL DE LA SEMILLA DEL HINOJO.**

N° de experiencias	Cantidad de semilla	Vector de respuesta
		Rendimiento
1	50	2.322%
2	50	1.935%
3	100	2.032%
4	100	2.129%

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

5.2.4 Caracterización del aceite esencial obtenido de la Semilla.

Los resultados de la determinación de la densidad relativa e índice de refracción y caracterización cromatográfica se muestran a continuación.

TABLA Nº 5. 7

RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA E ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE LA SEMILLA DEL HINOJO

	Densidad relativa	Índice de refracción
Medida 1	0.968	1.52
Medida 2	0.955	1.48
Medida 3	0.967	1.54
Promedio	0.963	1.513

Fuente: elaborado por los autores de la tesis

FIGURA Nº 5. 3

RESULTADOS DE CARACTERIZACIÓN CROMATOGRÁFICA DEL ACEITE ESENCIAL DE LA SEMILLA DEL HINOJO

I. Resultados			
Código de Laboratorio		170400-01	
Código de Cliente		H-1	
Fecha de Muestreo		11/02/2017	
Hora de Muestreo (h)		10:10	
Descripción de la Estación de Muestreo		Laboratorio FIO (UNAC)	
Tipo de Producto		Aceite Esencial	
Tipo Ensayo	CAS	Unidad	Resultado
Cromatografía			
Caracterización del <i>Foeniculum vulgare</i> Mill.			
α-pineno	80-09-8	Presente	Presente
Camfeno	79-02-6	Presente	Presente
Beta-pineno	127-91-3	Presente	Presente
Limoneno	138-00-3	Presente	Presente
γ-terpineno	99-84-3	Presente	Presente
p-cimeno	99-07-6	Presente	Presente
Fenchona	1195-79-6	Presente	Presente
Alcanfor	76-22-2	Presente	Presente
Estragol	140-67-0	Presente	Presente
Trans-anetol	4180-23-8	Presente	Presente
Anisaldehído	123-11-6	Presente	Presente

Leyenda: CAS = Chemical Abstracts service.

II - Métodos y Referencias		
Tipo Ensayo	Nombre Referencia	Título
Cromatografía	ISSN 2066-5073/Int. J. Sci. Eng. Vol. 3(2) 12-14, October 2012. Astrita Demojani and Eto	Essential Oil Extraction of Fennel Seed (<i>Foeniculum vulgare</i>) Using Steam Distillation

DOI: 10.1080/10407054.2012.708888

Fuente: elaborado por los autores de la tesis

5.3 Análisis estadístico de resultados

Se efectuaron los análisis de varianza para los rendimientos obtenidos según las variables analizadas en la extracción por arrastre de vapor del aceite esencial del tallo del Hinojo.

FIGURA N° 5. 4

ANALISIS DE VARIANZA DE RENDIMIENTO VERSUS FLUJO DE VAPOR GRANULOMETRIA Y HUMEDAD

Analysis of Variance					
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	3	0.023023	0.007674	21.31	0.006
Flujo vapor	1	0.005886	0.005886	16.34	0.016
Granulometria	1	0.016471	0.016471	45.74	0.002
Humedad	1	0.000666	0.000666	1.85	0.245
Error	4	0.001440	0.000360		
Total	7	0.024464			

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

Para el análisis del rendimiento de EXTRACCIÓN del aceite esencial del tallo del Hinojo se observa que el p-valor es $>$ a 0.05 en la variable Humedad, por lo tanto se acepta la HIPÓTESIS nula y se puede concluir que la influencia de la húmeda no tiene efecto significativo sobre el rendimiento de EXTRACCIÓN. El análisis de regresión realizado con los valores obtenidos generó la siguiente ecuación polinomial de segundo orden.

FIGURA N° 5. 5

ECUACION DE REGRESION DE SEGUNDO ORDEN

Model Summary			
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.0189770	94.11%	89.70%	76.45%

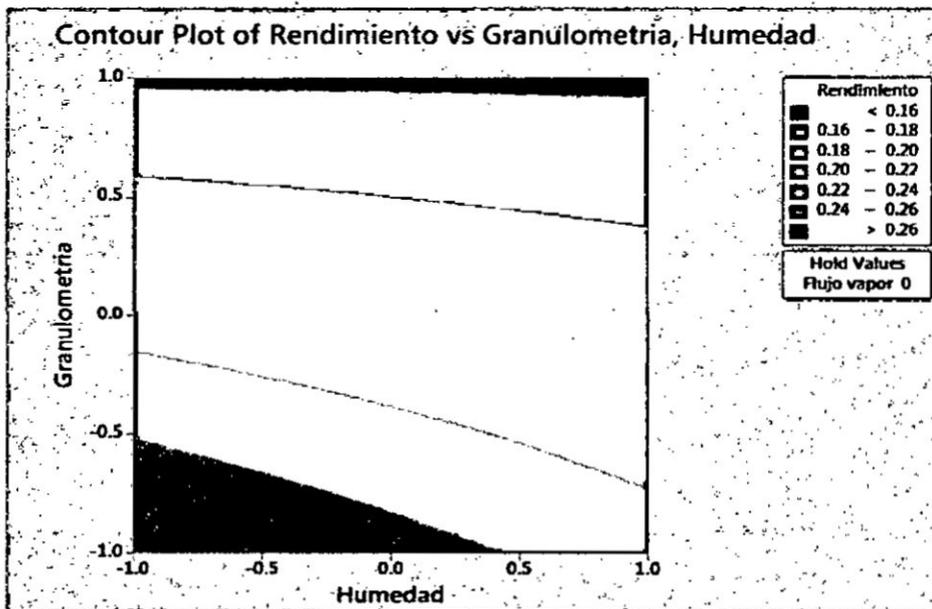
Regression Equation

Rendimiento = 0.20263 + 0.02713 Flujo vapor - 0.04537 Granulometria - 0.00912 Humedad

Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 5. 6

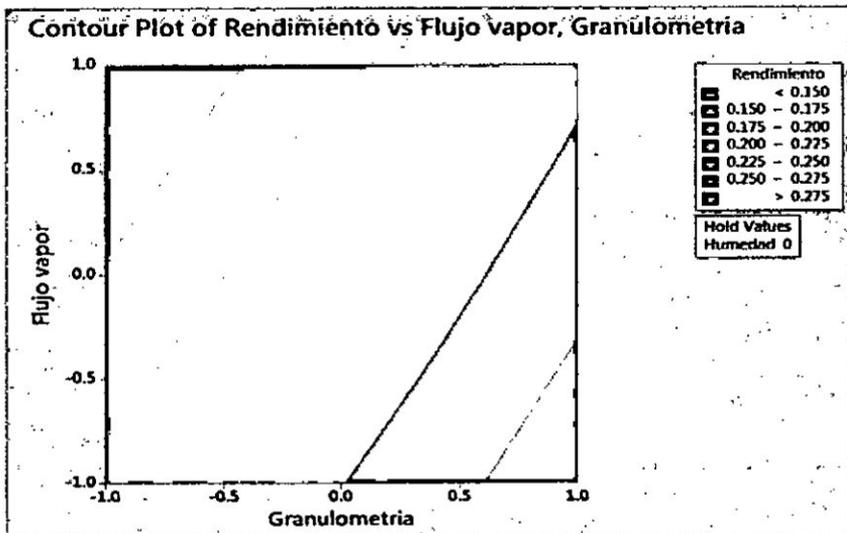
CURVA DE CONTORNO DEL RENDIMIENTO VERSUS
GRANULOMETRIA Y HUMEDAD



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 5. 7

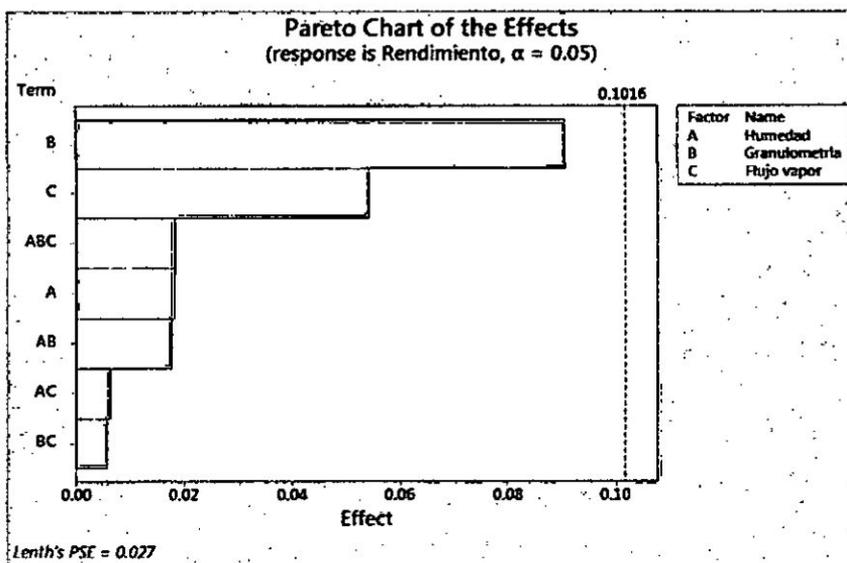
CURVA DE CONTORNO DEL RENDIMIENTO VERSUS GRANULOMETRIA Y HUMEDAD



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 5. 8

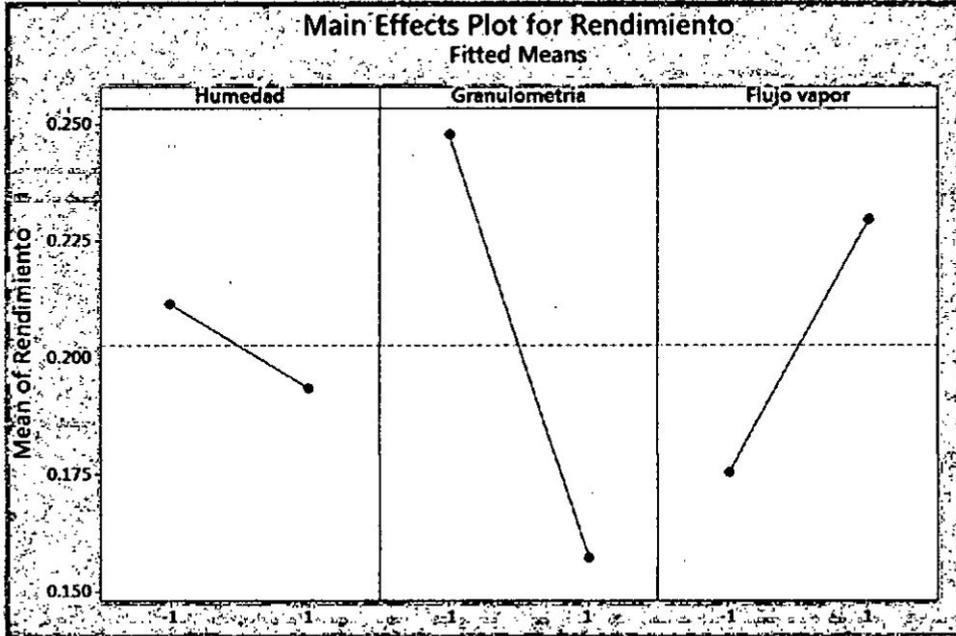
GRAFICO DE PARETO DE LOS EFECTOS



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

FIGURA N° 5. 9

GRÁFICO DE EFECTOS DE LA GRANULOMETRIA, HUMEDAD Y FLUJO DE VAPOR SOBRE EL RENDIMIENTO.



Fuente: Elaborado por los autores de la tesis

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

6.1 Contratación de la hipótesis con los resultados

- **Hipótesis general**

Ho: El rendimiento de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del hinojo será hoja de 0.26%, tallo 0.29% y de semilla 2.10%.

H1: Se obtiene menor rendimiento de extracción por arrastre de vapor en la hoja, tallo y semilla de la planta del Hinojo.

En el desarrollo experimental se ha demostrado que las semillas del Hinojo proporcionan mayor rendimiento de extracción (2,10%) en relación a la hoja y tallo donde se obtuvieron un rendimiento de 0,26% y 0,29% respectivamente, cumpliéndose el objetivo.

- **Hipótesis específica 1**

Ho: Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial de la Hoja del hinojo se darán a mayor cantidad de muestra de 600 grs. y en muestra seca.

H1: Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial de la hoja del hinojo no se darán a mayor cantidad de muestra y en muestra seca.

En el desarrollo experimental se obtuvo un rendimiento de extracción de las hojas seca del 0.26%, en 600 grs de muestra seca, mientras que el rendimiento para las hojas frescas resulto de 0.24% en 600 grs de muestra fresca, la cual indica que la humedad tiene una ligera influencia en el rendimiento de extracción por arrastre de vapor .cumpliéndose el objetivo.

- **Hipótesis específica 2**

Ho: Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial del tallo del Hinojo se darán a mayor flujo de vapor de 4.84 ml/min, menor granulometría de 0.5 cm y poca humedad.

H1: Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial del tallo del Hinojo no se dan a mayor flujo de vapor, menor granulometría y poca humedad.

En el desarrollo experimental se obtuvo un rendimiento de 0.29% en la extracción del aceite esencial del tallo del Hinojo a menor granulometría de 0.5 cm, mayor flujo de vapor de 4,84 ml/min y poca humedad. Por lo tanto se acepta la hipótesis nula planteada (Ho). Cumpliéndose el objetivo.

- **Hipótesis específica 3**

Ho: Los componentes principales en la identificación cualitativa del aceite esencial extraído por arrastre vapor de vapor de las semillas del Hinojo serán: trans-anetol, fenchona, estragol.

H1: Los componentes principales en la identificación cualitativa del aceite esencial extraído por arrastre vapor de vapor de las semillas del Hinojo no son: trans-anetol, fenchona, estragol.

Los resultados de la caracterización cromatográfica indica que los compuestos principales identificados son el α -pineno, canfeno, β -pineno, Limonemo, γ -terminemo, p-cimeno, Fenchona, Alcanfor, Estragol, Trans-anetol, Anisaldehido. Por lo tanto se acepta la hipótesis nula planteada (H_0), cumpliéndose el objetivo.

6.2 Contrastación de resultados con otros estudios similares

- Si comparamos el rendimiento promedio de extracción de hojas (0.268%), el rendimiento promedio de extracción del tallo (0.203%) con referencia a lo señalado por (Stefanini, et al, 2006) quien obtuvo un rendimiento de extracción de hojas y tallos juntos de 0.26% en Verano,

0.28% en Otoño y 0.3% en Invierno, observamos una ligera diferencia en los datos reportados que debió ser por las condiciones de extracción.

- El rendimiento de extracción de las semillas del hinojo dulce obtenido fue de 2.104% ligeramente mayor al rendimiento obtenido por (Astrilia Damayanti, et al 2012) cuyo valor obtenido fue 2.0041% quien empleó la extracción por arrastre de vapor de las semillas del Hinojo en un equipo semi-industrial.
- Los compuestos principales identificados en forma cualitativa por cromatografía de gases demuestran que en el aceite esencial de la semilla del Hinojo están presentes el trans – anetol, Fenchona y estragol tal como menciona Alonso, 2015 en su investigación titulada “El Hinojo (*Foeniculum vulgare Mill*) en las ciencias farmacéuticas”, por otra parte Übler et al, 2012 al realizar la extracción del aceite esencial de las semillas del Hinojo por arrastre de vapor y su caracterización cromatográfica concluye que el 81% representa al trans-anetol, 16% de estragol y 3% de fenchona.

VII. CONCLUSIONES

- El rendimiento de extracción promedio de las hojas secas resultó 0.26%, mientras que el rendimiento para las hojas frescas resultó 0.24%, la cual indica que la humedad tiene una ligera influencia en el rendimiento de extracción del Hinojo aplicando el Método de arrastre de vapor de agua.
- Según los datos obtenidos de rendimiento de aceites esenciales, se concluye que la semilla posee mayor contenido de aceite esencial que demás partes de la planta analizadas en esta investigación, cuyo valor promedio obtenido fue de 2.10% de rendimiento.
- Los análisis de densidad relativa e índice de refracción efectuadas a la muestra del aceite esencial de la semilla del hinojo obtenido por arrastre de vapor fue de 0.963 y 1.513 respectivamente.
- La caracterización cromatográfica en la identificación en forma cualitativa de la muestra de aceite esencial extraído por arrastre de vapor de la semilla del Hinojo indica que los compuestos principales identificados son; α -pineno, canfeno, β - pineno, Limonemo, γ -terminemo, p-cimeno, Fenchona, Alcanfor, Estragol, Trans-anetol, Anisaldehido

VIII. RECOMENDACIONES

- Para favorecer el rendimiento de extracción a nivel de laboratorio, es recomendable enchaquetar partes esenciales del equipo, ya que los vapores se condensan en la superficie del equipo y retornan, la cual es desfavorable en el rendimiento.
- Si el objetivo es graficar la cinética de no se recomienda emplear flujo de vapor alto ya que el aceite esencial obtenido se dispersa en el agua floral formando un coloide y no permite la formación de la capa de aceite esencial obtenido.
- Se recomienda para posteriores estudios a realizar sobre esta planta, efectuar los análisis químicos de índice acidez, índice de saponificación las cuales no se pudieron concretar por la poca muestra disponible.
- Se recomienda efectuar en los próximos estudios de esta planta, efectuar la cuantificación cromatografía, la cual no se pudo concretar debido inconvenientes en el equipo.

IX REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. ALONSO ESTEBAN Ignacio, **El hinojo en las ciencias farmacéuticas**, Tesis, Universidad Complutense. España. 2005.
2. ALBARRACÍN MONTOYA, G. y otros. **“Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando PIPER ADUNCUM (Cordoncillo) procedente de la zona cafetera”** Tesis Título. Universidad Nacional de Colombia. 2003.
3. BANDONI, Arnaldo. **Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica**. Argentina. Editorial CYTED2000. Edición ilustrada.2000.
4. CERPA, CHAVEZ, Manuel Guillermo **“Hidrodestilación de aceites esenciales: Modelado y Caracterización”**, Tesis doctoral. Valladolid. Universidad de Valladolid. 2007.
5. CAMAQUI MENDOZA. **Plantas medicinales. La experiencia de tinguipaya**. La Paz. Editorial Gente Común. 2da Edición. 2009.
6. COSTA José. **Curso de Ingeniería Química: Introducción a los procesos de Operaciones Unitarias y los fenómenos de Transporte** .España Editorial. Reverte. 1998.

7. DAMAYANTI. A y otros. **Essential oil extraction of fennel see (foeniculum vulgare) using steam distillation.** en International journal of science and engineering. Vol.3 (2): 12-14. 2012.
8. DE LOS ANGELES MARQUEZ Lerayne. **Extracción del aceite esencial de la mandarina (citrus reticulata) utilizando dióxido de carbono en condición supercrítica como solvente.** Tesis de grado. Caracas. Universidad Central de Venezuela. 2003
9. GAMARRA MACEDO, **Obtención de sustancias Aromáticas por fraccionamiento del aceite esencial del molle.** Tesis, UNASAM de Huaraz. 2010.
10. GAÑAN A. Nicolás, **Extracción y fraccionamiento de biocidas de Origen natural mediante uso de fluidos supercríticos,** Tesis doctoral. Bahía Blanca .Universidad Nacional del Sur. 2014.
11. KAPAS Arpad y otros. **The kinetic of essential oil separation from fennel by mwhd.** en scientific bulletin serie b. vol.73: 113-120. 2011.
12. LUQUE, M. y otros. **Extracción con fluidos supercríticos en el proceso analítico.** Barcelona. Editorial Reverté.1993.
13. MÉRIDA REYES Max, **Estudio del rendimiento y composición del aceite esencial de diferentes poblaciones silvestres de**

- Lippia chiapasensis Loes. Del altiplano occidental guatemalteco** .Tesis, titulo .Universidad de Guatemala. 2012.
14. MUÑOZ LOPEZ DE BUSTAMANTE. **Plantas medicinales y aromáticas: Estudio, cultivo y procesado**. Madrid. Ediciones. Mundi-Prensa, Madrid. 4ta Edición .2003.
 15. MARÍN Irene, SAYAS-BARBERÁ y otros. **Chemical Composition, Antioxidant and Antimicrobial Activity of Essential Oils from Organic Fennel, Parsley, and Lavender from Spain**, Marzo. 2016.
 16. MARTINEZ, A. **Aceites esenciales**. Disponible en: http://farmacia.udea.edu.co/~ff/esencias_2001b.pdf _articulo web. Consultada el 28 de enero del 2017
 17. ORTUÑO SANCHEZ M. **Manual Práctico de Aceites esenciales, aromas y perfumes**. España. Editorial Aiyana (asociación).2006.
 18. PEREDO-LUNA M.A. y otros. **Temas selectos de Ingeniería de Alimentos**. Disponible en: [www.udlap.mx/WP/tsia/files/No3-Vol-1/TSIA-3\(1\)-Peredo-Luna-et-al-2009.pdf](http://www.udlap.mx/WP/tsia/files/No3-Vol-1/TSIA-3(1)-Peredo-Luna-et-al-2009.pdf) _articulo _web. Consultada el 28 de enero del 2017.
 19. PEREIRA, C.G., Meireles, M.A.A. **Supercritical fluid extraction of bioactive compounds: Fundamentals, applications and economic perspectives**. en Food Bioprocess Technology 3. 340 a 372. Abril 2010.

20. POLITEO, O.; y otros. **Chemical composition and antioxidant activity of essential oils of twelve spice plants.** en Croat. Chem. Vol., 79: 545 a 552. Marzo 2006.
21. PEREZ PORTO J. y otros. **Definición de destilación.** Disponible en: <http://definicion.de/destilacion/>.pdf. Artículo web. Consultada el 28 de enero del 2017.
22. ROJAS-OLIVOS Alejandra **“Hidrodestilación y caracterización del aceite esencial de las plantas medicinales de Santa María Huitepec, Oaxaca” Tesis Maestría. Oaxaca.** Instituto Politécnico Nacional. 2009.
23. RAQUEL QUIROGA P. **Evaluación de aceites esenciales y mono terpenos como agentes conservantes de las propiedades químicas y sensoriales de los alimentos.** Tesis doctoral. Córdoba. Universidad Nacional de Cordova. 2013.
24. STASHENKO Elena, **Aceites esenciales,** Colombia. Universidad Industrial de Santander, 1era Edición. 2009.
25. STEFANINI M.B. y otros. **Essential oil constituents of different organs of fennel (Foeniculum vulgare Var),** en Bras. Pl Med, Botucatu. VOL.8:193 a 198. Julio 2006.
26. TELCI, I y otros. **Variation in plant properties and essential oil composition of sweet fennel.(foeniculum vulgare mill.) fruits**

- during stages of maturity.** en *Ind. Crops Prod.*, Vol.30: 126 a 130. Julio 2009.
27. TERCI c. y otros. **Variability of essential oil content and composition of different Iranian fennel (*foeniculum vulgare mill*). Accessions in relation to some morphological and climatic factors.** en *Journal of agricultural science and technology*. Vol.16: 1365 a 1379. 2009.
28. ULLA-MAIJA Grace, **Aromaterapia para practicantes**, México. Editorial Grupo Editorial tomo s.a. 2001.
29. UBLER Martin y otros. **Steam distillation of fennel oil from fennel seed.** en *Advanced Practical course in organic chemistry ws 2012/2013*. 1 a 5. Octubre 2012.
30. IUDA-MARTOS, y otros. **In vitro antioxidant and antibacterial activities of essentials oils obtained from Egyptian aromatic plants.** en *Food Control* .Vol. 22: 1715 a 1722. Noviembre 2011.
31. WANG, L. y otros. **“Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants.** en *Food Science & Technology”*, Vol. 20: 1 a 13. 2006.
32. WILSON, G. M. **Vapor-liquid equilibrium. XI. A new expression for the excess free energy of mixing. J. of the American Chemical Society** 86. 127 a 130. 1964.

ANEXO

**TITULO: EXTRACCIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR DEL ACEITE ESENCIAL DEL HINOJO
(*Foeniculum vulgare*) Y SU CARACTERIZACIÓN.**

PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPÓTESIS GENERAL	VARIABLE DEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	METODO
a. ¿Cuáles es el rendimiento de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semilla del Hinojo	a. Determinar el rendimiento de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial de la hoja, tallo y semillas del Hinojo.	El rendimiento de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial hoja, tallo y semilla del hinojo será: hoja 0.26 %, tallo 0.29% y semilla 2.10%.	Y= Rendimiento de extracción del aceite esencial del tallo, hoja y semillas del Hinojo.	Porcentaje de aceite esencial obtenido.	Gramos de aceite esencial obtenido por Kg de muestra de Hinojo.	Arrastre de vapor
SUB – PROBLEMA	OBJETIVOS ESPECIFICOS	HIPÓTESIS ESPECIFICA	VARIABLES INDEPENDIENTES	DIMENSIONES	INDICADORES	METODO
a. ¿Cuáles deben ser las condiciones más favorables de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja del Hinojo?	a. Determinar las condiciones más favorables de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial de la hoja del Hinojo.	a. Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial de la hoja del hinojo se dará a mayor cantidad de muestra de 600 grs. y muestra seca.	X1= cantidad de muestra X2= humedad de muestra	Variables de proceso	-Volumen de condensado obtenido -Contenido de humedad	-Determinación de volumen de condensado.
b. ¿Cuáles deben ser las condiciones más favorables de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial del tallo del Hinojo?	b. Determinar las condiciones más favorables de extracción por arrastre de vapor del aceite esencial del tallo de Hinojo.	b. Las condiciones más favorables de extracción del aceite esencial del tallo del Hinojo se darán a mayor flujo de vapor de 4.84 ml/min, menor granulometría de 0.5 cm y poca humedad.	X1=Flujo de vapor X2= Humedad de la muestra X3= Granulometría	Variables de proceso	-Volumen de condensado obtenido -Contenido de humedad -Tamaño de partícula	-Determinación de volumen de condensado -Determinación de la humedad. -Cortado de la muestra
c. ¿Cuáles son los componentes principales en la identificación cualitativa del aceite esencial extraído por arrastre de vapor de las semillas del Hinojo?	c. Determinar los componentes principales en la identificación cualitativa del aceite esencial extraído por arrastre con vapor de las semillas del Hinojo.	c. Los componentes principales en la identificación cualitativa del aceite esencial de la semilla del Hinojo serán: tras- anetol, metil cahvicol, fenchone.	X=Componentes principales del aceite esencial extraído por arrastre con vapor de las semillas del hinojo	Patrones empleados	Número de componentes identificados cualitativamente mediante cromatografía de gases.	Análisis cromatográficos

MÉTODOS DE ANALISIS EMPLEADOS

NORMAS TECNICAS DE ITINTEC

Preparación de la muestra para análisis (INDECOPI P.319077)

1.-Objeto

La presente norma establece los métodos de preparación de las muestras de aceites esenciales destinadas al laboratorio para su análisis.

2.- Procedimiento

Se Introduce en un matraz Erlenmeyer seca, que se encuentra a la misma temperatura del aceite esencia, una cantidad de aceite no mayor a los 2/3 partes de la capacidad del matraz.

Se añade una cantidad de sulfato de magnesio recién desecado neutro, igual a más o menos el 10% del peso del aceite esencial.

Se agita a intervalos durante una o dos horas y luego se filtra.

Este tratamiento vuelve a la muestra inadecuada para determinar su tenor en agua.

Densidad Relativa (INDECOPI P.319081)

La densidad relativa se encontró a una temperatura de 20 °C y viene hacer la relación de la densidad del aceite esencial y la del agua destilada.

1.-Procedimiento.

Para realizar la determinación de la densidad se contó con un Picnómetro de 5ml de capacidad. Este Picnómetro se lavó, luego se enjuago con

alcohol, secándolo en estufa por espacio de 15 minutos a una temperatura de 80°C. Se pesa el picnómetro en la balanza analítica obteniendo **P**.

Se saca el picnómetro y se llena de agua destilada que tiene una temperatura de más o menos de 20°C evitando burbujas de aire en el interior.

Se coloca el picnómetro en baño de agua a 20 °C durante 15 minutos y se enrasa hasta la marca.

Se inserta el tapón del picnómetro, se cesa la parte exterior y se lo coloca en la balanza durante 15 minutos, luego se pesa obteniendo **P1**.

Se vacía el agua del picnómetro, se lava con alcohol y se seca en la estufa.

Se saca y se lo llena con aceite, que debe de tener una temperatura de 20°C aproximadamente, evitando burbujas de aire en el interior.

Se vuelve a colocar el picnómetro en el baño de agua durante 15 minutos. Se enrasa con aceite.

Se inserta el tapón, se seca y se lo coloca en la balanza durante 15 minutos, se pesa obteniendo **P2**.

2.- Resultados

P: Peso del picnómetro vacío.

P1: Peso del picnómetro con agua

P2: Peso del picnómetro con aceite esencial.

La densidad relativa se da por la siguiente fórmula:

$$D_{20}^{20} = \begin{bmatrix} p_2 & -p \\ p_1 & -p \end{bmatrix}$$

D_{20}^{20} : Densidad a 20 °C tanto del aceite como del agua .Esta se expresa con tres cifras decimales por lo menos.

Determinación de la Desviación Polarimétrica (INDECOPI P 8319076)

La presente norma, establece el método de la determinación de la desviación Polarimétrica de un aceite esencial al natural.

1.-Definición

La desviación Polarimétrica de un aceite esencial es el ángulo, sobre el cual gira el plano de polarización, de la luz cuando esta atraviesa cierto espesor de aceite esencial en condiciones determinadas. Por convección en la presente norma, la desviación Polarimétrica es aquella que se mide a través de un espesor diferente convertido a un decímetro: dicha desviación se expresa en grados y minutos, temperatura conocida en relación a una longitud de onda de luz señalada.

La longitud de onda generalmente corresponde a la línea D del sodio.

2.-Procedimiento.

Se enciende el dispositivo de iluminación y se espera hasta obtener una buena luminosidad. Se regula el polarímetro con el tubo de observación vacío.

Se llena el tubo de observación con aceite esencial que debe tener una temperatura especificada.

Se debe de asegurar que el tubo también este a la misma temperatura.

Se verifica que no haya burbuja alguna en el interior.

Se coloca el tubo en el polarímetro y se mide la rotación Polarimétrica dextrógira o levógira del aceite esencial.

Se realiza varias mediciones y se asegura que los resultados de tres muestras no difieran entre ellas más de 5 minutos. Se calcula el promedio de estos tres valores.

3.- Resultados

La desviación Polarimétrica se expresa en grados y minutos está dada por la siguiente fórmula.

$$d^{20} = \frac{A}{L}$$

Dónde: A: valor del ángulo de rotación en grados y minutos

L: longitud del tubo en decímetros.

Determinación del Índice de refracción (INDECOPI P.319075)

1.-Definición

El índice de refracción de un aceite esencial es la relación del seno del ángulo de incidencia al del ángulo de refracción, de un rayo luminoso de longitud de onda determinada, que pasa del aire a aceite esencial, manteniendo una temperatura constante.

2.-Principio del Método

Consiste en la medición del ángulo de refracción del aceite esencial, mantenido en condiciones de transparencia e isotropismo, siendo la longitud de onda de 589.3 mili micrones, que corresponde a la línea D del sodio y siendo la temperatura de 20 °C.

3.- Procedimiento

Se verifica que la temperatura a la cual se efectúan las mediciones, no difieran mas de 2 °C de la temperatura de referencia y que se mantenga constante durante el tiempo de operación.

Se lleva el aceite esencial a una temperatura aproximadamente igual a aquella en que se debe hacer la medición y colocando el dispositivo en el aparato.

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

4.- Resultados

Son $N_D^{t_1}$ el valor de la lectura de la temperatura t_1 el índice de refracción N_d a la temperatura de referencia t , es:

$$N_d^t = N_d^{t_1} - a(t_1 - t)$$

En general salvo indicaciones contrarias, se menciona 4 decimales.

Determinación de solubilidad en Etanol (INDECOPI P.319084)

1.- Objeto

La presente norma establece el método de determinación de la solubilidad de aceite esencial en diluciones de alcohol.

2.-Definicion

Es aquella cuya solución clara volúmenes de alcohol de graduación dada t , permanece igual después de la adición posterior de alcohol de la misma concentración, hasta completar un total de 20 volúmenes del alcohol empleado.

Hay dos variantes "se enturbia y permanece así hasta un total de v1 volúmenes de etanol v 20 ml.

3.-Principio del Método

A la temperatura de 20 °C se adiciona progresivamente, al aceite esencial, una solución acuosa de etanol de concentración adecuada y conocida y se observa el grado de solubilidad.

4.- Procedimiento

Dentro de una Probeta se coloca 1 ml. De aceite esencial.

Se coloca la probeta en baño de agua a 20°C

Usando la bureta se va añadiendo la solución de alcohol de concentración conocida (debe tener una temperatura de 20°C), en incrementos de 0,1 ml. De alcohol, hasta que el aceite se disuelva completamente, se agita frecuente y vigorosamente, durante la adición del solvente. Cuando la solución se completamente clara se anota la cantidad de alcohol añadido.

Se sigue añadiendo la solución en incremento de 0.5 ml., hasta llegar a una opalescencia. Si es que se tuviera una opalescencia hasta llegar antes de agregar los 20 ml. de alcohol, se levanta el volumen en el momento que aparece las turbidas y el momento que desaparece esta. Si no se tiene una solución clara después de añadir los 20 ml. De alcohol, se repite el procedimiento con una concentración mayor de alcohol.

Determinación del Residuo de Evaporación. (INDECOPI P.319089)

1.-Principio del Método.

Se basa en pesar el residuo de la fracción volátil del aceite esencial

después de la evaporación a baño maría.

2.-Procedimiento

Se pesa una muestra de aceite esencial y se coloca en una capsula previamente tapada. Generalmente es de 1 g. de muestra. Se coloca al baño maría sin interrupción, durante 2 horas a temperatura de 70°C. Se deja enfriar el contenido en un desecador y luego se pesa.

3.- Resultados.- Sea

P: peso en gramos del aceite esencial

P1: peso en gramos del residuo de evaporación.

Rev. : Residuo de evaporación se expresa en %

Rev. = $(p1 / p) \times 100$; se expresa con cifras que tenga un decimal.

Determinación del Índice de Acidez (INDECOPI P. 319085)

1.-Definición

Es la cantidad de miligramos de hidróxido de potasio, necesario para neutralizar los ácidos libres contenidos en 1 g. de aceite esencial.

2.- Procedimiento

Se pesa una muestra de 1 g. de aceite esencial.

Se coloca en un dispositivo de saponificación, se agrega 5 ml. de alcohol al 95% (v/v) a 20°C neutralizado con rojo fenol. Luego se le agrega 5 gotas de rojo fenol para luego neutralizar la muestra con hidróxido de potasio hasta la aparición de una coloración que persista por algunos segundos.

3.- Resultados

Sea: P: peso de la muestra en g.

Y: volumen en mililitros de hidróxido de potasio.

La fórmula es la siguiente:

$$IA = \frac{5.61 \times Y}{P}$$

Determinación del Índice de Ester (INDECOPI P. 319088)

1.-Objetivo

Determinar el índice de Ester de los aceites esenciales.

2.- Definición

Es el número de miligramos de hidróxido de potasio necesario para neutralizar los ácidos liberados por hidrolisis de los esteres contenidos en una muestra (1 g) de aceite esencial.

3.- Procedimiento

Se pesa 2 g. más o menos de aceite esencial. Se coloca en un dispositivo de saponificación conteniendo unos fragmentos de cristal, se añade 25 ml. de hidróxido de potasio. Se lleva a ebullición por espacio de 10 minutos. Luego se deja enfriar agregando después 20 ml de agua destilada y 5 gotas de rojo fenol. Se neutraliza la solución obtenida con el ácido clorhídrico, Paralelamente con la solución obtenida de la determinación del índice de acidez se realiza una prueba en blanco. Esta prueba en blanco se la aplica al mismo procedimiento que la muestra problema.

4.-Resultados

P: peso de la muestra tomada

V: el volumen en mililitros del ácido clorhídrico. Utilizado para la determinación

V1: volumen en mililitros de ácido clorhídrico, utilizado para la prueba en blanco.

I.E.: índice de Ester.

$$I.E = \frac{28.05 (v1- v)}{p}$$

El índice de Ester se debe expresar con dos cifras significativas si es inferior a 100 y con tres cifras significativas si es igual o superior a 100.

Determinación del contenido de Fenoles (INDECOPI P. 319091)

1.- Principio del Método.

Se basa en transformación de los fenoles contenidos en un volumen conocido de aceite esencial, en fenatos alcalinos y la posterior medición de la fracción de aceite no transformado.

2.- Procedimiento

Se trata la muestra de aceite esencial con ácido tartárico, con el fin de evitar la formación de una intercapa emulsionada en el momento de titulación. Se toma una muestra superior a los 10 ml. Se añade ácido tartárico a razón de 0,02 g. x mililitro de aceite esencia y se agita vigorosamente. Se filtra la muestra y se extrae una muestra de 10 ml. y

se introduce en un matraz graduado para aldehydos el que se debe contener:

Solución de hidróxido de sodio (solución acuosa al 3% exenta de sílice y alúmina).

Se agita la mezcla durante media hora a intervalos de 5 minutos a temperatura ambiente.

Mediante una nueva adición de hidróxido de sodio(3%) se hace que la fracción de aceite no transformable llegue al cuello graduado del matraz, se desprende cuidadosamente las gotas adheridos a la paredes del matraz, para esto se le imprime movimiento rotativo entre las manos y se le golpea con precaución.

Después de una hora de reposo se añade 2 ml. de xileno se destruye la capa emulsionada por medio de un agitador capilar se deja en reposo y si no hay emulsión se lee el volumen de aceite transformado .Para la medición del aceite no transformado se le quita los 2 ml. de xileno añadido.

3.-Resultados

V. volumen del aceite no transformado del aceite esencial.

Formula: $10(10 - V)$

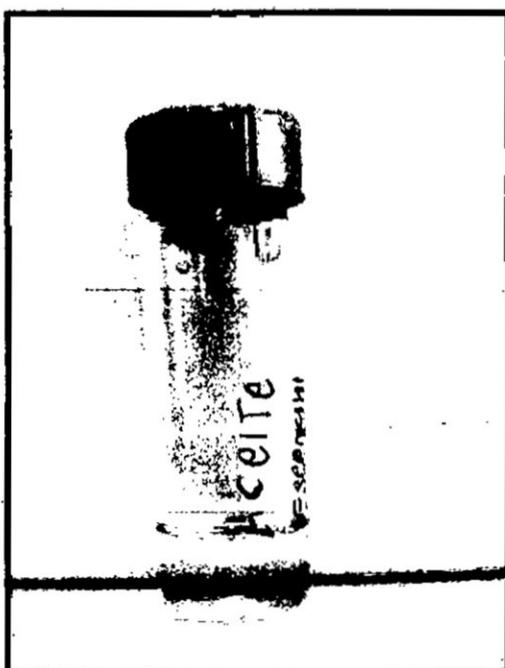
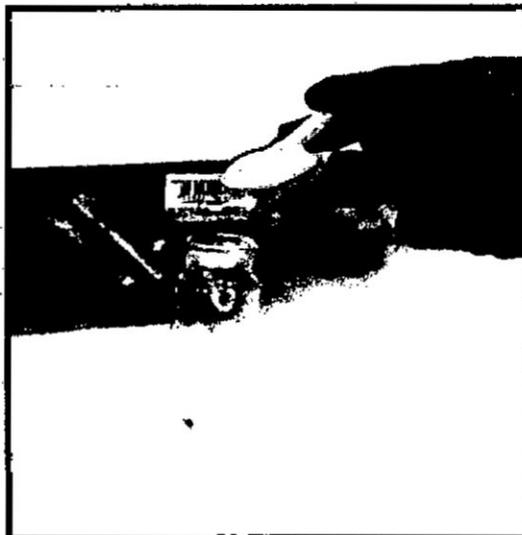
El contenido de fenoles se expresa en números enteros.

**ANALISIS CROMATOGRAFICO:
Del aceite esencial de la
semilla del hinojo.**

Tratamiento Previo:

Al Aceite Esencial de la semilla del hinojo se le realizo un tratamiento previo como:

Secado: Adiciono a la muestra Sulfato de Sodio para separar las trazas de agua existentes en el aceite a analizar.



Extrayendo el aceite esencial de la semilla del hinojo con una jeringa y obteniendo aceite esencial sin contenido de agua como se muestra.

Método de Corrida:

Para la caracterización de la muestras del aceite esencial de la semilla del hinojo se utilizó el equipo: Cromatógrafo de Gases Marca Agilent Modelo 7890A (serie CN10846056) acoplado a un Detector de Masas modelo 7000A (serie US 84430012) y con automuestreador 7693 (Serie CN10470295), el cual operó a las siguientes condiciones cromatográficas:

Volumen de Muestra: 2ul

Temperatura del inyector: 225°C

Modo: Splitless Pulseado (Presión de pulso 50 psi hasta 3 min, flujo de purga para venteo Split 80ml/min en 0.75 min)

Columna utilizada: SLB TM -5MS Supelco 30m x 0.25mm x 0.25 um (espesor de película), Modelo: 28471-U, Serie: 55609-04B. Flujo de columna: 1ml/min (flujo constante).

Rampa de Temperatura del Horno:

50°C(1 min) a velocidad de 15°C/min hasta 270°C, luego a velocidad de 10°C/min hasta llegar a la temperatura de 315°C(10min).

Las condiciones del detector de masas fueron las siguientes:

Temperatura de la interfase: 250°C.

Modo Scan, rango de masa: 35-550 uma.

Energía del electrón: 70 Ev.

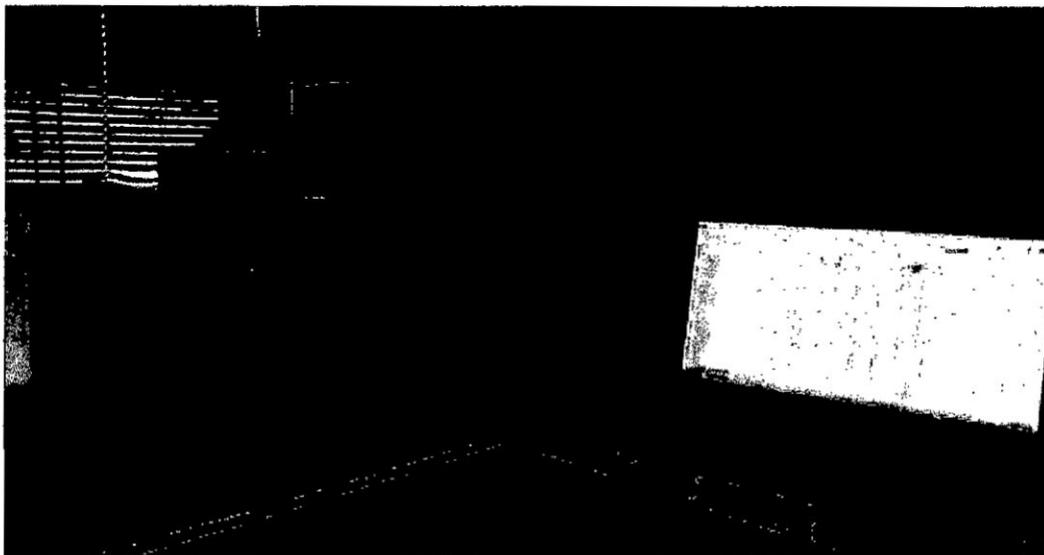
Modo de Ionización: Impacto electrónico.

Solvent delay: 3.8 min.

Temperatura de fuente: 250°C

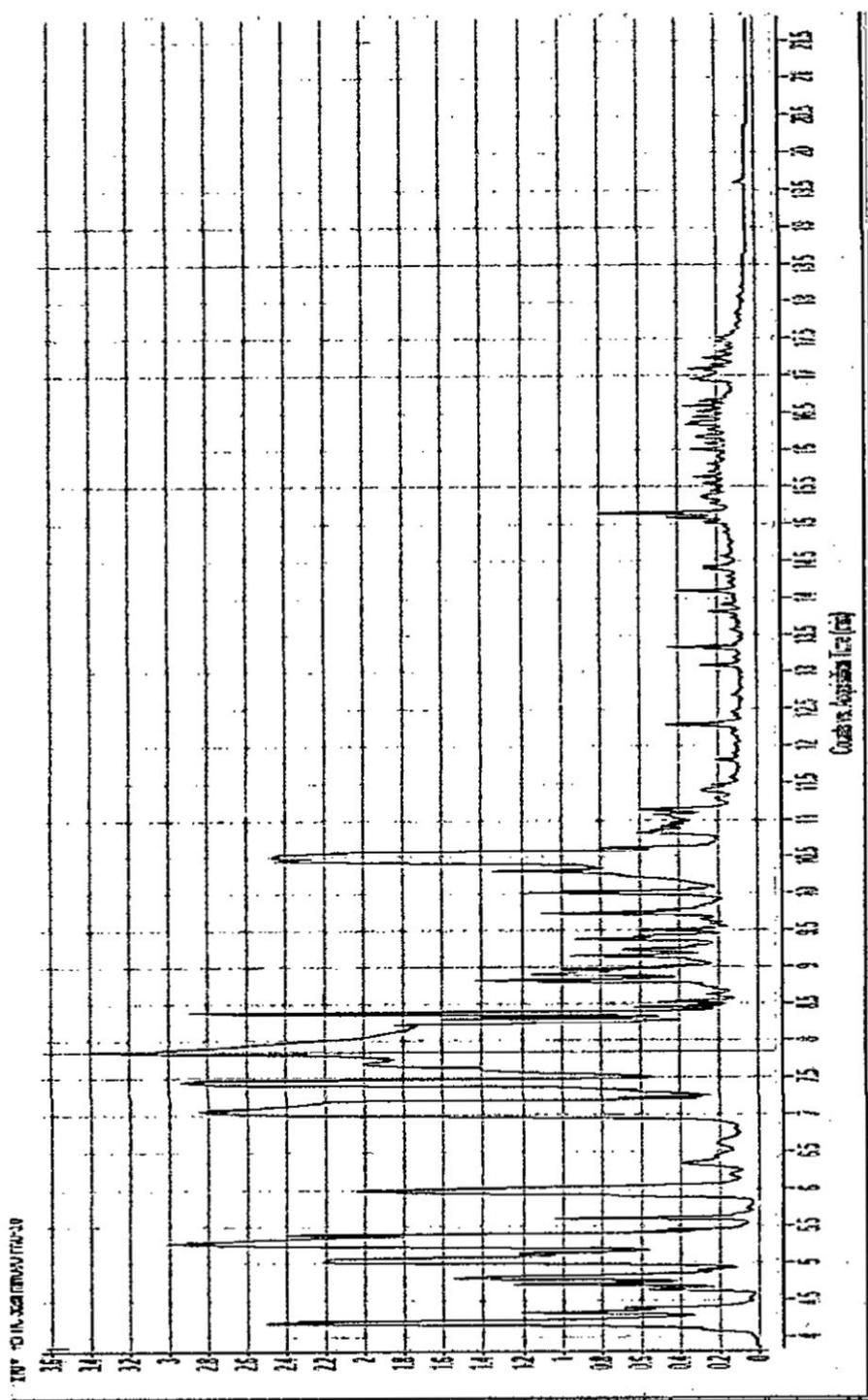
Temperatura del cuadrupolo:

150°

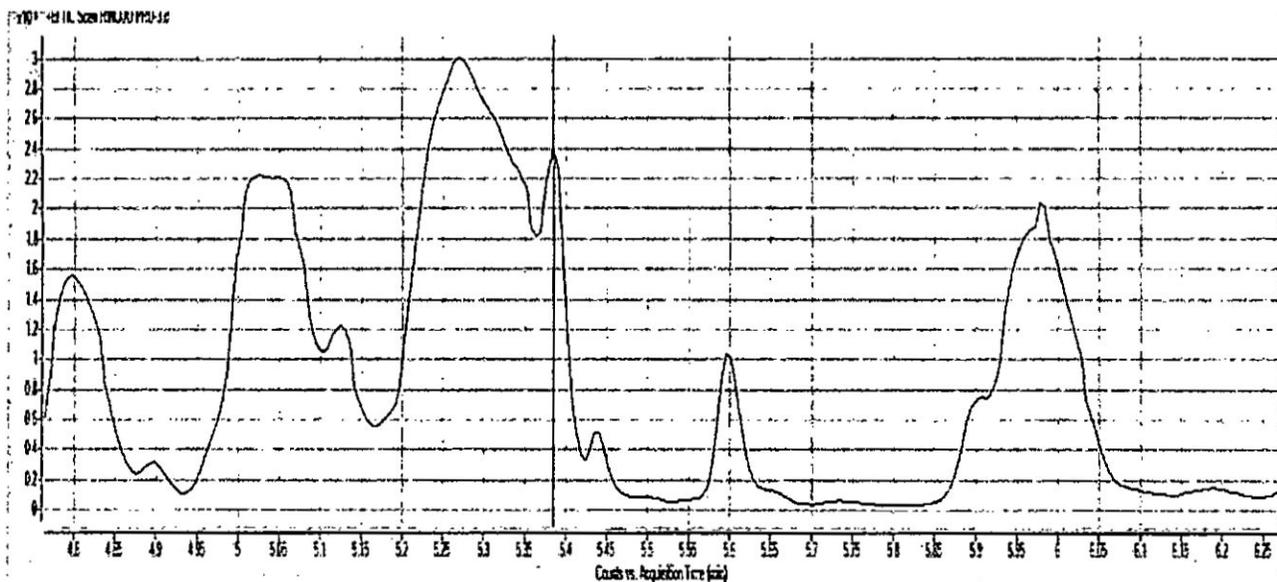


Caracterización de la Muestra del aceite esencial en la semilla del Hinojo:

El Cromatograma obtenido es el siguiente:

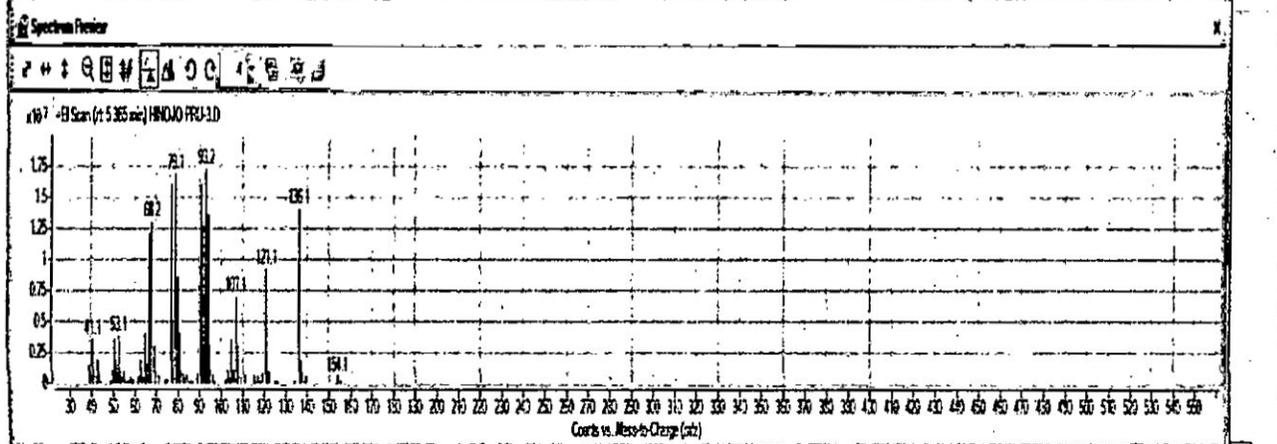


Luego de ello se procedió a la caracterización, obteniéndose los siguientes resultados:



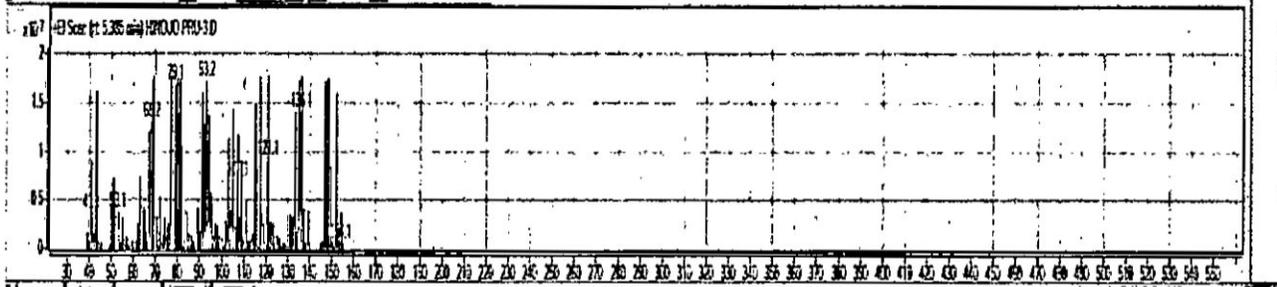
Spectral Difference Results

Spectrum Preview

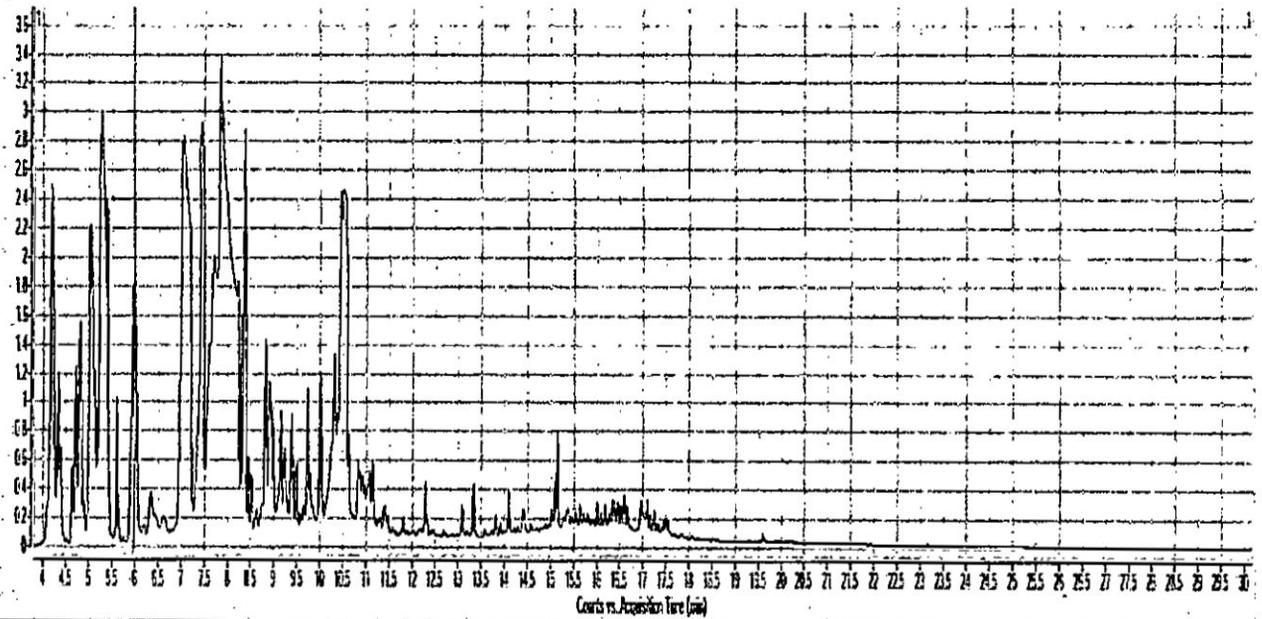


MS Spectrum Results

MS Spectrum Results



x10⁴ -B TIC Scan (MNOVO PRU-14)



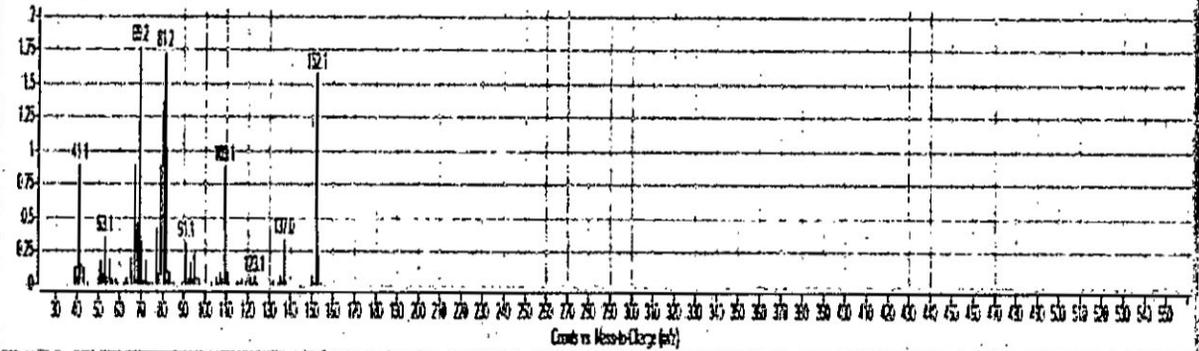
Spectral Difference Results

100

100

100

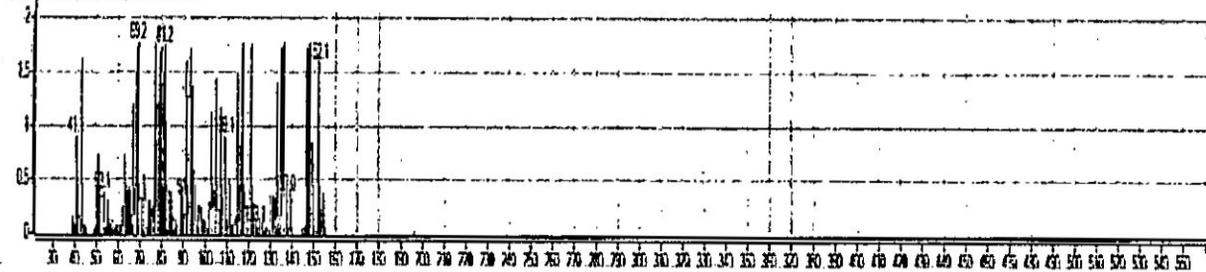
x10⁷ -B Scan (1.997 min) (MNOVO PRU-10)

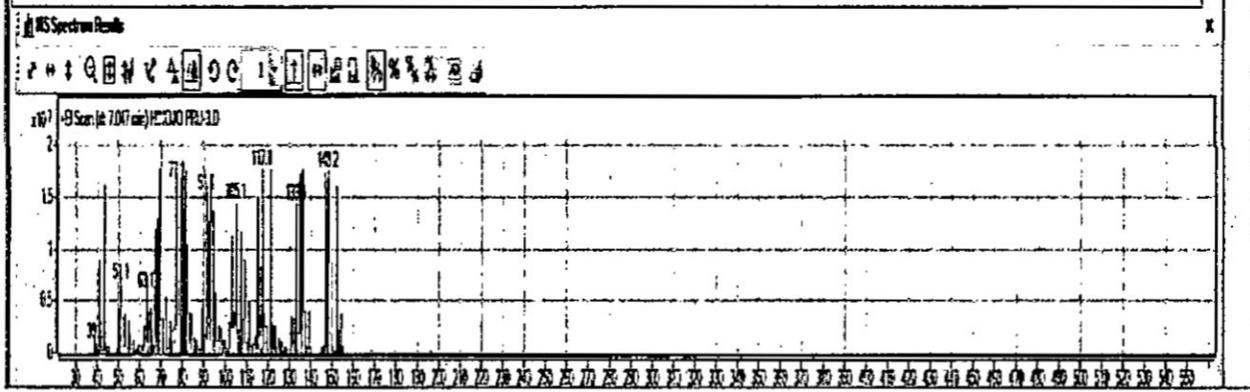
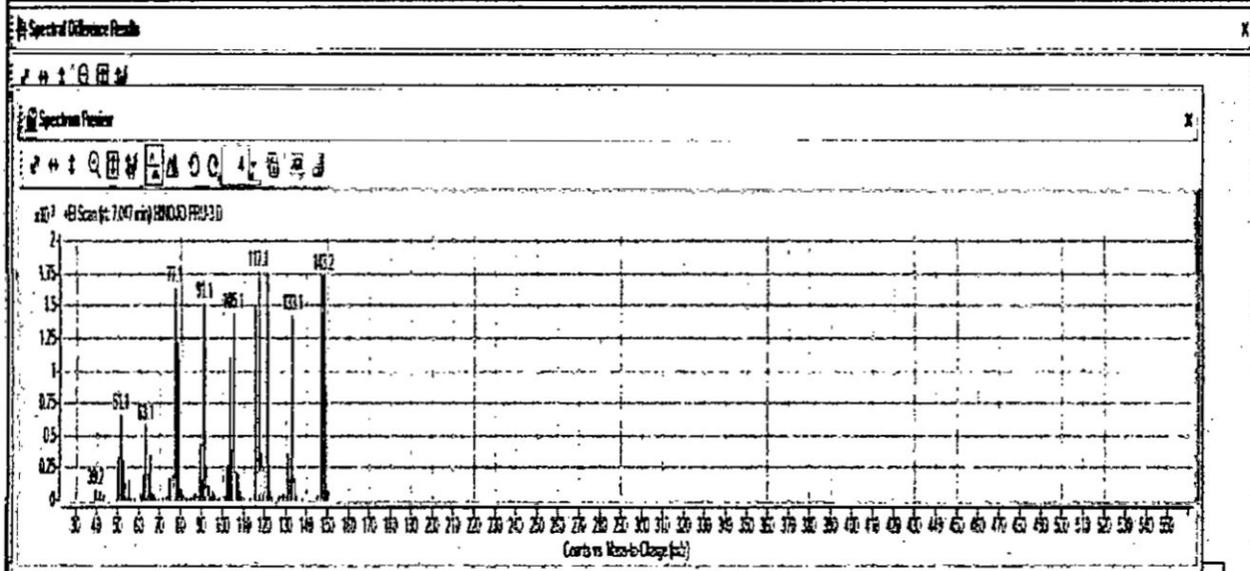
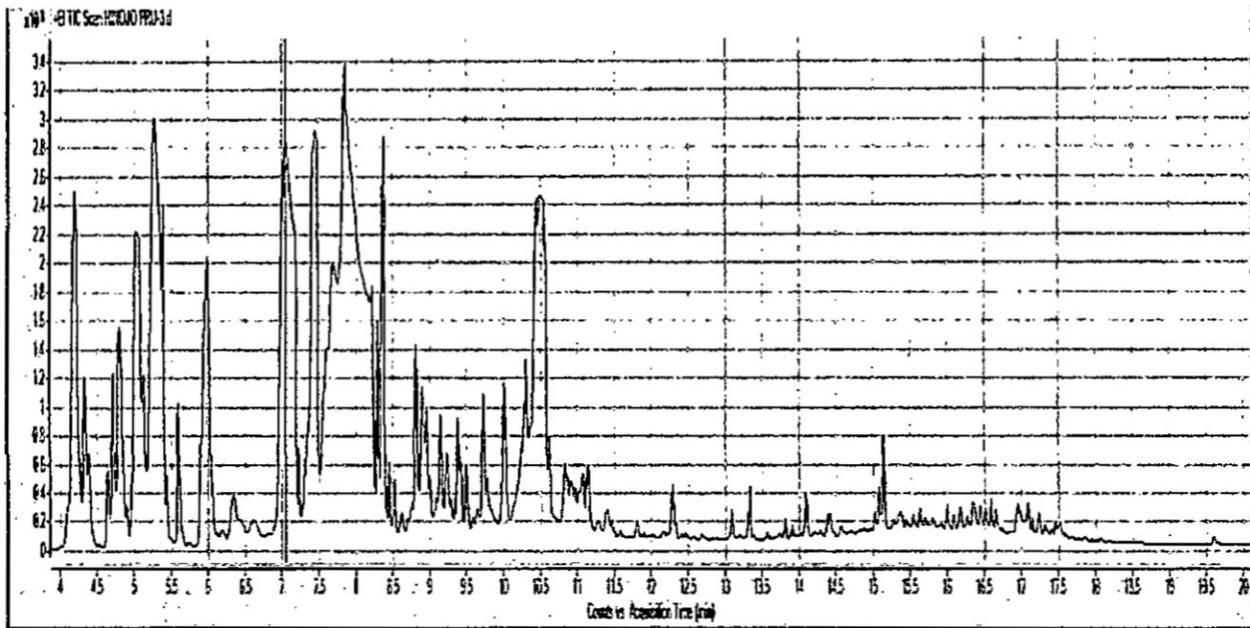


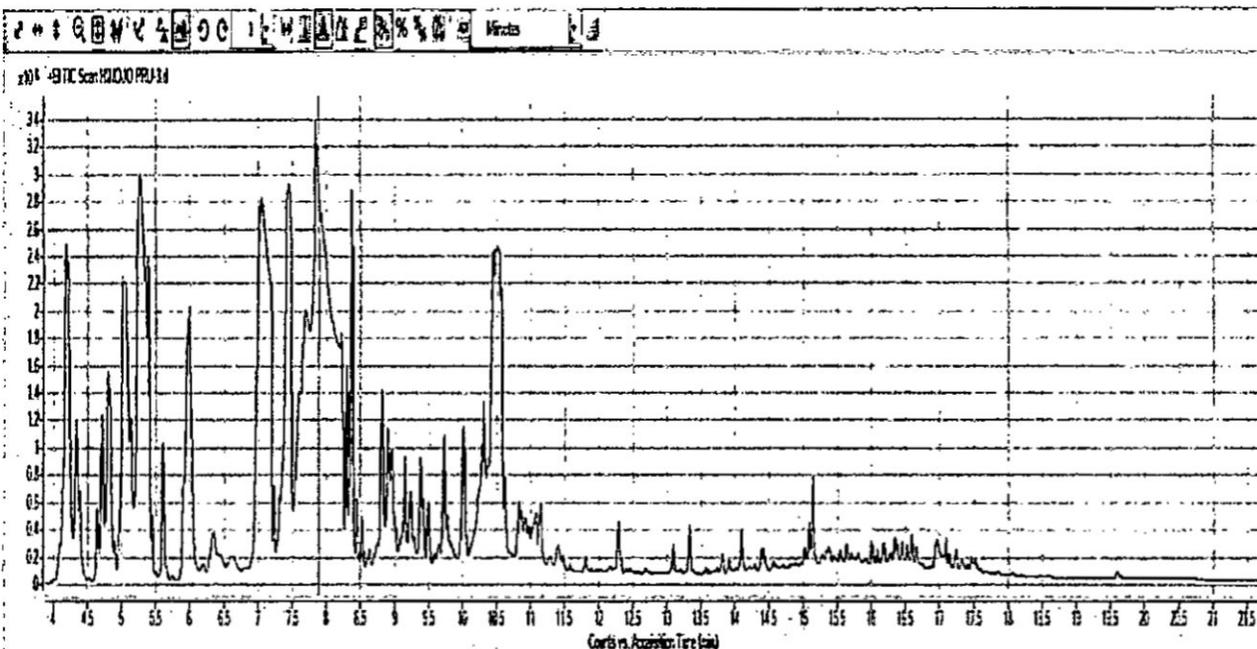
MS Spectral Results

100

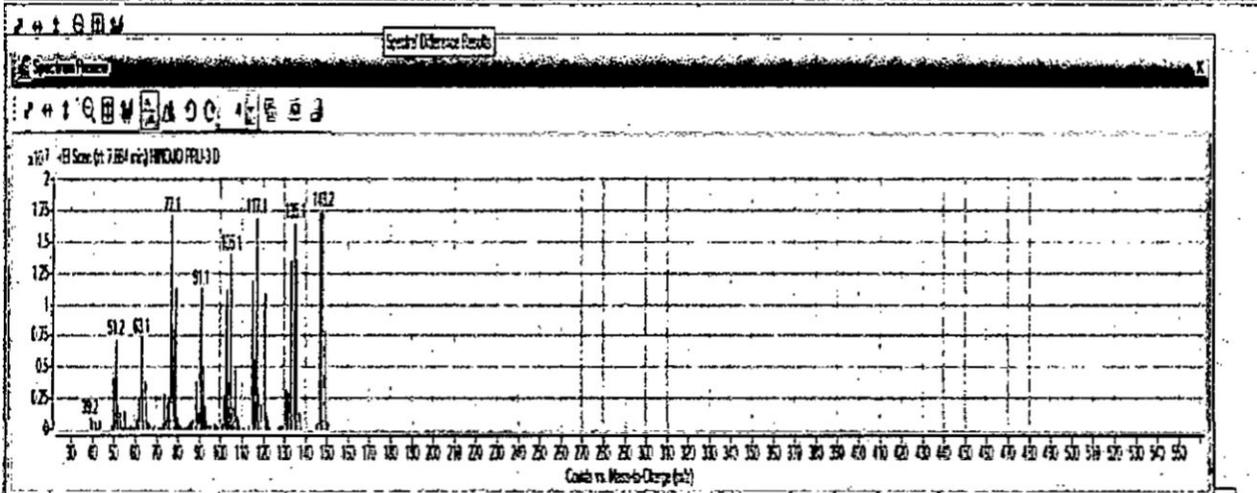
x10⁷ -B Scan (1.997 min) (MNOVO PRU-10)



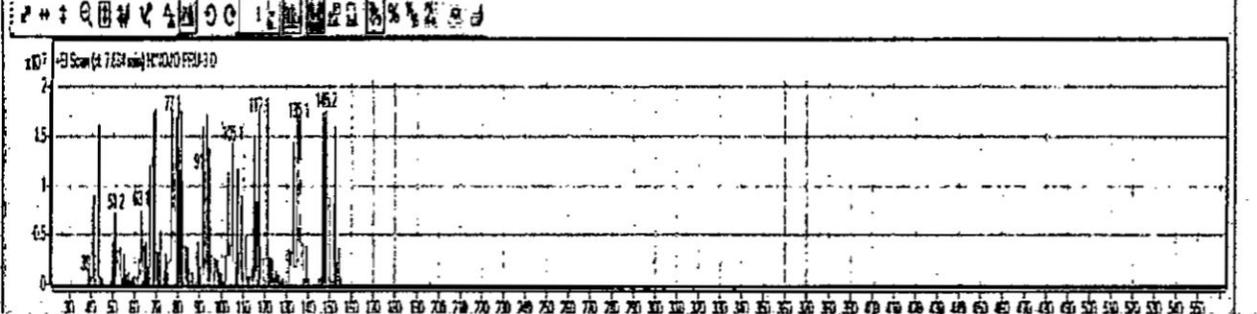




Spectral Difference Results



MS Spectrum Results





UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS
 Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA
 MUSEO DE HISTORIA NATURAL



"Año del Buen Servicio al Ciudadano"

CONSTANCIA N° 029 -USM-2017

EL JEFE DEL HERBARIO SAN MARCOS (USM) DEL MUSEO DE HISTORIA NATURAL, DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS, DEJA CONSTANCIA QUE:

La muestra vegetal (rama estéril), recibida de HIJAR RODRIGUEZ LOMBARDO, alumno de la Facultad de Ingeniería Química, de la Universidad Nacional de Callao, ha sido estudiada y clasificada como: *Foeniculum vulgare* Mill.; y tiene la siguiente posición taxonómica, según el Sistema de Clasificación de Cronquist (1981):

DIVISION: MAGNOLIOPHYTA

CLASE: MAGNOLIOPSIDA

SUB CLASE: MAGNOLIDAE

ORDEN: APIALES

FAMILIA: APIACEAE

GENERO: *Foeniculum*

ESPECIE: *Foeniculum vulgare* Mill.;

Nombre vulgar: "hinojo".

Determinado por: Mg. Asunción A. Cano Echevarría.

Se extiende la presente constancia a solicitud de la parte interesada, para fines de estudios.

Fecha, 15 de febrero de 2017

Mag. ASUNCIÓN A. CANO ECHEVARRÍA
 JEFE DEL HERBARIO SAN MARCOS (USM)



ACE/ddb

INFORME DE ENSAYO
N° 170400

Nombre del Cliente : LENIN WILDER ARTICA GALARZA
 Dirección : Calle Camino Real N° 136 Urb. Reyes del Sol - Chosica
 Solicitado Por : Sr. Lenin Wilder Artica Galarza
 Referencia : Cotización N° 441-17
 Proyecto : Análisis Requerido de los Testigos
 Procedencia : Laboratorio FIO (UNAC)
 Muestra Realizado Por : LENIN WILDER ARTICA GALARZA
 Cantidad de Muestra : 1
 Producto : Aceite Esencial
 Fecha de Recepción : 2017/02/11
 Fecha de Ensayo : 2017/02/11 al 2017/02/17
 Fecha de Emisión : 2017/02/16

La muestra fue recibida en buenas condiciones

I. Resultados

Código de Laboratorio	170400-01
Código de Cliente	H-1
Fecha de Muestra	11/02/2017
Horas de Muestra (h)	10-10
Asignación de la Estación de Muestra	Laboratorio FIO (UNAC)
Tipo de Producto	Aceite Esencial

Tipo Ensayo	CAS	Unidad	Resultado
Caracterización del Foeniculum vulgare Mill			
α-bisano	80-90-6	Presencia	Presencia
Camfeno	79-82-6	Presencia	Presencia
Beta-bisano	127-61-0	Presencia	Presencia
Limoneno	136-48-3	Presencia	Presencia
γ-bisano	99-84-8	Presencia	Presencia
δ-bisano	95-67-6	Presencia	Presencia
Fenchona	1185-79-6	Presencia	Presencia
Alcedol	78-22-2	Presencia	Presencia
Estreol	140-67-0	Presencia	Presencia
Trans-anéol	4180-23-8	Presencia	Presencia
Anisaldehído	125-11-0	Presencia	Presencia

Legend: CAS = Chemical Abstracts service

II - Métodos y Referencias

Tipo Ensayo	Norma Referencia	Título
Caracterización del Foeniculum vulgare Mill	ISSN 2086-0223 / PE J. Sci. Eng. Vol. 3(7) 13-14, Octubre 2012 Astrita Derjanyani and Edo	Essential Oil Extraction of Fenel Seed (Foeniculum Vulgare) Using Steam Distillation

DOI: 10.1080/20860223.2012.703112

INFORME DE ENSAYO
N° 170400


Alfonso Vilca M.
OCSSA
C.O.P. N° 587

Los resultados presentados corresponden sólo a la muestra indicada, según la cartela de calidad correspondiente.
Estos resultados no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas del producto.
El tiempo de custodia de la muestra es de un mes calendario desde el ingreso de la muestra al Laboratorio.
El tiempo de prescibilidad de la muestra está en función a lo declarado en los métodos normalizados de ensayo y rige desde la toma de muestra.
Está prohibido la reproducción parcial del presente documento, salvo autorización de Envirotest S.A.C.

“ FIN DEL INFORME ”

Certificado



INACAL
Instituto Nacional
de Calidad
Acreditación

La Dirección de Acreditación del Instituto Nacional de Calidad - INACAL, en ejercicio de las atribuciones conferidas por Ley N° 30224, Ley de Creación del INACAL, y conforme al Reglamento de Organización y Funciones del INACAL, aprobado por DS N° 004-2015-PRODUCE y modificado por DS N° 008-2015-PRODUCE, **OTORGA** la presente Renovación de la Acreditación a:

ENVIRONMENTAL TESTING LABORATORY S.A.C.

En su calidad de **Laboratorio de Ensayo**

Con base en el cumplimiento de los requisitos establecidos en la norma NTP-ISO/IEC 17025:2006 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración, para el alcance de la acreditación contenido en el formato DA-acr-05P-17F, facultándolo a emitir Informes de Ensayo con Valor Oficial.

Sede Acreditada: Calle B Mz. C Lt. 40, Urb. Habilitación Industrial Panamericana Norte, distrito de San Martín de Porres, provincia de Lima y departamento de Lima

Fecha de Renovación: 30 de abril del 2014
Fecha de Vencimiento: 30 de abril del 2018

Registro N° LE - 056
Fecha de emisión: 07 de septiembre de 2015
DA-acr-01P-02M Ver. 00


Augusto Mello Romero
Director - Dirección de Acreditación

