

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**“DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES
MAYORITARIOS DEL ACEITE ESENCIAL DEL
CEDRÓN (*Aloysia triphylla*) MEDIANTE
DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR”**

**TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUÍMICO**

Bach. MARÍA BARDALES HUAMÁN
Bach. MARLON RONI FARFÁN CHAUPIS

Callao, Enero, 2018
PERÚ

Handwritten signature
Marlon R. Farfán

Handwritten signature

Handwritten signature

DEDICATORIA

A mis padres, por darme el ejemplo de tenacidad, constancia, por su paciencia y su infinito amor, a los profesores de mi querida casa de estudios, por sus enseñanzas compartidas en mi desarrollo profesional.

María Bardales Huamán

A Dios, por estar conmigo en cada momento de mi vida, por darme ánimos e inspirarme para seguir en el camino de lograr mis objetivos.

Marlon Roni Farfán Chaupis

AGRADECIMIENTO

A nuestra querida casa de estudios, la Universidad Nacional del Callao por brindarnos la formación profesional y los medios necesarios para nuestro desarrollo profesional.

A nuestra familia por su paciencia y ayuda que siempre nos brindan, desinteresadamente en todo momento para lograr nuestras metas personales y profesionales.

A nuestro asesor Ing. Fabio Manuel Rangel Morales por su apoyo y guía en las difíciles circunstancias del desarrollo de nuestra tesis.

Un especial agradecimiento a nuestros profesores Ing. Carmen Gilda Avelino Carhuaricra, Ing. Policarpio Agaton Suero Iquiapaza e Ing. Juan Taumaturgo Medina Collana, por sus enseñanzas, aportes y conocimientos transmitidos en todo nuestro proceso de aprendizaje.

Al profesor Dr. Oscar Juan Rodríguez Taranco por su gran apoyo en la elaboración final de esta tesis.

Al profesor Ing. Gumercindo Huamaní Taipe por su colaboración en brindarnos el laboratorio de Fisicoquímica.

Al profesor Ing. Ing. Bernardino Ramírez Durand por su colaboración en brindarnos el laboratorio de Química de Alimentos.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	1
TABLAS DE CONTENIDO	6
ÍNDICE DE FIGURAS	6
ÍNDICE DE TABLAS	7
ÍNDICE DE GRÁFICOS	8
ÍNDICE DE CUADROS	9
RESUMEN	10
ABSTRACT	11
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	12
1.1 Determinación del problema	12
1.2 Formulación del problema	13
1.3 Objetivos de la investigación	13
1.4 Justificación	14
II. MARCO TEÓRICO	15
2.1 Antecedente del estudio	15
2.2 Generalidades del Cedrón (<i>Aloysia triphylla</i>)	18
2.3 Actividad biológica de los componentes del Cedrón	19
2.4 Clasificación taxonómica de la planta del Cedrón	20
2.5 Composición química del aceite esencial del cedrón	21

2.5.1. Citral	21
2.5.2. Limoneno.....	23
2.6 Aceites esenciales	24
2.7 Clasificación de los aceites esenciales	25
2.8 Extracción de aceites esenciales.....	25
2.9 Métodos de extracción.....	26
2.10 Destilación por arrastre con vapor.....	27
2.11 Principio teórico de la destilación por arrastre con vapor seco	30
2.12 Aplicaciones de los aceites esenciales.....	33
2.13 Control de calidad de los aceites esenciales	34
2.14 Análisis instrumental para la detección de los componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón.....	36
2.15 Definición de términos básicos	38
III VARIABLES E HIPÓTESIS	40
3.1 Variables de la investigación.....	40
3.1.1 Variable dependiente.....	40
3.1.2 Variable independiente	40
3.2 Operacionalización de variables	40
3.2 Hipótesis General	42
3.3 Hipótesis Específicas.....	42
IV. METODOLOGÍA	43

4.1 Tipo de Investigación	43
4.2 Diseño de la Investigación	44
4.3 Población y Muestra	47
4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos	48
4.4.1 Lugar de ejecución.....	48
4.4.2 Materiales, reactivos y equipos.....	48
4.4.3 Método de experimentación.....	49
4.5 Procedimientos de recolección de datos.....	55
4.5.1 Fuente primaria:.....	55
4.5.2 Fuente secundaria:	55
4.6 Procesamiento estadístico y análisis de datos.....	55
4.6.1 Etapa I: Elección de la variable respuesta prioritaria	55
4.6.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos ...	56
4.6.3. Etapa III: Determinación de las Gráficas representativas	56
V. RESULTADOS	57
5.1 Caracterización física de la hoja de cedrón (aloesia triphylla)..	57
5.2 Acondicionamiento de la materia prima	60
5.3 Características fisicoquímicas del aceite esencial de cedrón ..	61
5.4 Extracción del cedrón (aloesia triphylla).....	62
5.5 Análisis cromatográfico por GC-MS del aceite esencial de cedrón (aloesia triphylla).....	72

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	76
6.1 Contrastación de hipótesis con los resultados	76
6.2 Comparación de los resultados obtenidos con los resultados de otras tesis	76
VII. CONCLUSIONES	80
VIII. RECOMENDACIONES	82
IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	83
X. ANEXOS	88
10.1 MATRIZ DE CONSISTENCIA.- "DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS DEL ACEITE ESENCIAL DEL CEDRÓN (ALOYSIA TRIPHYLLA) MEDIANTE DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR"	89
10.2 CONSTANCIA DE LA POSICIÓN TAXONÓMICA DEL CEDRÓN	90
10.3 Determinación de la Densidad por el método del picnómetro	91
10.4 Determinación del rendimiento de extracción de aceite esencial de cedrón	92
10.5 Determinación del índice de refracción (nd)	93
10.6 Informe técnico: Caracterización fisicoquímica del aceite esencial de cedrón	94

10.7 Boleta de venta del análisis del análisis cromatográfico	96 .
10.8 Norma Técnica determinación del Índice de Yodo.....	97
10.9 Norma Técnica Determinación Del Índice De Refracción	112
10.10 Norma Técnica Determinación De La Densidad	124
10.11 Norma Técnica Determinación De La Acidez	137

TABLAS DE CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS:	Pág.
Figura 2.1: PLANTA DE CEDRÓN (<i>Aloysia triphylla</i>).....	19
Figura 2.2: ISÓMERO TRANS- GERANIAL.....	22
Figura 2.3: ISÓMERO CIS-NERAL.....	22
Figura 2.4: LIMONENO.....	23
Figura 2.5: DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DESTILADOR POR ARRASTRE DE VAPOR.....	28
Figura 2.6: PRINCIPALES PARTES DE UN CROMATÓGRAFO GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS (GC-MS).....	36
Figura 2.7: CROMATÓGRAFO DE GASES ACOPLADO A ESPECTROMETRÍA DE MASAS MODELO GC-MS QP-2010 PLUS.....	37
Figura 4.1: EXTRACTOR DE ARRASTRE DE VAPOR.....	51
Figura 4.2: OBTENCIÓN DEL ACEITE EN EL FLORENTINO.....	52
Figura 4.3: ALMACENAMIENTO DEL ACEITE DE CEDRÓN.....	53
Figura 5.1 MUESTRA DE HOJAS FRESCAS DE CEDRÓN.....	57
Figura 5.2: BALANZA PARA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD.....	58
Figura 5.3: MUESTRA DE HOJAS DE CEDRÓN SECADO A TEMPERATURA AMBIENTE.....	59
Figura 5.4: MUESTRA DE HOJAS SECAS DE CEDRÓN.....	59
Figura 5.5: HOJAS DE CEDRÓN A DIFERENTES TAMAÑOS.....	60

Figura 5.6:	DIAGRAMA DE PROCESO ELABORADO COMO RESULTADO DE LA EXPERIMENTACIÓN	65
Figura 5.7	CROMATOGRAMAS OBTENIDOS DEL ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN.....	73
Figura 5.8:	RESULTADOS DE COMPOSICION DE ACEITE ESENCIAL DE CEDRON	74
Figura 5.9:	ESPECTRO DE IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES MAYORITARIOS VOLÁTILES DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN	75
Figura 10.1:	DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD POR EL MÉTODO DEL PICNÓMETRO	92
Figura 10.2:	REFRACTÓMETRO ABBE	93

ÍNDICE DE TABLAS:

	Pág.	
Tabla 2.1:	INDUSTRIAS USUARIAS DE PRODUCTOS AROMÁTICOS NATURALES Y ACEITES ESENCIALES.....	34
Tabla 2.2:	PARÁMETROS UTILIZADOS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE LOS ACEITES ESENCIALES.....	35
Tabla 3.1:	OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES	41

Tabla 4.1:	VARIABLES INDEPENDIENTES INVOLUCRADAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN.....	45
Tabla 4.2:	VARIABLES DEPENDIENTES INVOLUCRADAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN.....	45
Tabla 4.3:	MATRIZ DE EXPERIMENTOS	46
Tabla 4.4:	FACTORES CONSTANTES EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN.....	47
Tabla 5.1:	PROPIEDADES FÍSICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN.....	61
Tabla 5.2:	PROPIEDADES QUÍMICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN.....	61
Tabla 5.3:	FACTORES QUE INFLUYEN EN EL PROCESO DE DESTILACIÓN	62
Tabla 5.4:	VARIABLES QUE INFLUYEN EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN POR ARRASTRE DE VAPOR	63

ÍNDICE DE GRÁFICOS:

Gráfica 5.1.:	GRÁFICA DE INTERACCIÓN MASA DE CEDRÓN, TAMAÑO DE PARTÍCULA VS RENDIMIENTO	66
Gráfica 5.2:	GRÁFICA DE INTERACCIÓN MASA DE CEDRÓN, TAMAÑO DE PARTÍCULA VS ÍNDICE DE REFRACTACIÓN.....	68

Gráfica 5.3:	GRÁFICA DE CONTORNO DE RENDIMIENTO VS MASA CEDRON; TAMAÑO DE PARTÍCULA	70
Gráfica 5.4:	GRÁFICA DE CONTORNO DE INDICE DE REFRACCION VS TAMAÑO DE PARTICULA; MASA CEDRON.....	71

ÍNDICE DE CUADROS:

Cuadro: 5.1:	RESULTADOS DEL ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO POR GC-MS DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN.....	72
Cuadro 6.1:	COMPARACIÓN DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS OBTENIDOS CON LOS RESULTADOS DE OTRAS TESIS	79

RESUMEN

La presente tesis se enfocó en la determinación de los componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*) cultivado en la región de Tarma departamento de Junín, mediante cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas (GC-MS).

El desarrollo del proceso de extracción del aceite esencial del cedrón, se realizó en un equipo extractor de arrastre con vapor, utilizando como solvente extractor el agua desionizada, de tal manera que las extracciones se realizaron considerando el acondicionamiento de la materia prima: peso de muestra y tamaño de partícula.

Las pruebas fisicoquímicas realizadas al aceite esencial de cedrón extraído, dieron como resultado: Densidad (0.8705 g/cc), Índice de refracción (1.4852), Índice de acidez (1.08 mgKOH/g aceite), Índice de yodo (0.95 g de Yodo/100 g muestra), y el resultado de los análisis cromatográficos realizado en el laboratorio LABICER de la Universidad Nacional de Ingeniería a la muestra de aceite esencial de cedrón fue de 15 componentes volátiles, siendo los componentes mayoritarios: 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (E) (Geranial) (20,70%); 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (Z) (Neral) (18,53%) y D-Limonene (26.41%).

PALABRAS CLAVES: Cedrón, *Aloesia triphylla*, Destilación, Extracción, Equipo de arrastre de vapor, Aceite esencial, cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas (GC-MS), citral, limoneno.

ABSTRACT

The present thesis focused on the determination of the major components of the essential oil of cedron (*aloesia triphylla*) cultivated in the Tarma region of Junín department, by gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS).

The development of the extraction process of the essential oil of the cedron was carried out in a steam extractor, using as extractive solvent the deionized water, in such a way that the extractions were made considering the conditioning of the raw material: sample weight and particle size.

The physicochemical tests performed on extracted essential oil of cedron resulted in: Density (0.8705 g / cc), Refractive index (1.4852), Acidity index (1.08 mgKOH / g oil), Iodine index (0.95 g of Iodine / 100 g sample), and the result of the chromatographic analysis carried out in the LABICER laboratory of the National University of Engineering to the sample of essential oil of cedron was of 15 volatile components, being the majority components: 2,6-octadienal, 3, 7-dimethyl (E) (Geranial) (20.70%); 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (Z) (Neral) (18.53%) and D-Limonene (26.41%).

KEYWORDS: Cedron, *Aloesia triphylla*, Distillation, Extraction, Steam dragging equipment, Essential oil, gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS), citral, limonene.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Determinación del problema

Frente a la importancia que tienen los aceites esenciales en las diferentes industrias a nivel internacional y nacional, los aceites esenciales del cedrón provenientes de la zona central del Perú (Junín-Tarma).

Dentro de las operaciones unitarias de importancia en el mundo está la destilación por arrastre con vapor. Este tipo de operación tiene interés en la industria farmacéutica e industria de alimentos.

Por esta razón existe la necesidad de extracción de los aceites esenciales de la planta del cedrón por destilación con arrastre de vapor, por las diferentes aplicaciones en las industrias sobre todo en la industria farmacéutica e industria de los alimentos.

Dada la importancia del aceite esencial del cedrón, existe la necesidad de saber la composición de sus componentes mayoritarios para la industrialización y comercialización generándole un valor agregado como por ejemplo la aplicación del citral es utilizado para la conversión de iononas y para la síntesis de la vitamina A y el limoneno es utilizado como desengrasante natural.

Por lo tanto, existe la necesidad de conocer los componentes mayoritarios del aceite esencial del cedrón con la finalidad que sean productos comerciales para las distintas industrias.

1.2 Formulación del problema

Problema General

¿Cuáles son los componentes mayoritarios del aceite esencial del cedrón (*aloesia triphylla*) mediante destilación por arrastre de vapor?

Problemas específicos

- a) ¿Qué características físicas presenta el cedrón (*aloesia triphylla*)?
- b) ¿Cuál es el acondicionamiento de la materia prima, para la obtención de los componentes mayoritarios del aceite esencial del cedrón (*aloesia triphylla*)?
- c) ¿Cuáles son las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón (*aloesia triphylla*)?

1.3 Objetivos de la investigación

Objetivo General

Determinar los componentes mayoritarios del aceite esencial del cedrón (*aloesia triphylla*) mediante destilación por arrastre de vapor.

Objetivos Específicos

- a) Caracterizar las propiedades físicas de la hoja del cedrón (*aloesia triphylla*)
- b) Evaluar el acondicionamiento de la materia prima, para la obtención de los componentes mayoritarios del aceite esencial del cedrón (*aloesia triphylla*)

- c) Determinar las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón (*aloesia triphylla*)

1.4 Justificación

Las justificaciones para la presente investigación son las siguientes:

Teórica:

El proceso más estudiado y analizado para obtener aceites esenciales se desarrollan relacionados a procesos de destilación por arrastre de vapor, de tal forma que aumente su eficiencia en la extracción.

Tecnológica:

Debido al proceso de destilación por arrastre de vapor del aceite, la disponibilidad y necesidad tecnológica es justificable ya que intensificar en la tecnología no representaría variación considerable en la calidad del aceite.

Económica:

El alto costo que presentan otros procesos de obtención de aceites esenciales, relacionados con la capacidad y eficiencia, debido a que el proceso de extracción por arrastre de vapor del aceite nos da buenos resultados y los costos no son muy altos si lo comparamos con procesos más sofisticados.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedente del estudio

JESSICA THATIUSKA GARCÍA JARA (2017), desarrolló un trabajo de investigación titulado **“EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL POR FLUIDOS SUPERCRÍTICOS Y ARRASTRE CON VAPOR DE CEDRÓN (*Aloysia triphylla*) EN LA REGIÓN AREQUIPA”**. Donde se ha estudiado la extracción y caracterización del aceite esencial de cedrón (*Aloysia triphylla*) utilizando dos métodos de extracción; fluidos supercríticos y por arrastre con vapor, buscando la mejor calidad de sus constituyentes. Se logró identificar 36 compuestos que representan el 100%, el principal componente mayoritario es el Citronellal (27.30%) seguido del Geranial (17.72%), Neral (15.91%), Citronellool (8.96%) y el Limoneno (6.29%)

PAOLA DI LEO LIRA, (2016), realizó un trabajo de investigación titulado **“Caracterización fitoquímica del cedrón (*Aloysia citrodora* Paláu, Verbenáceas) en Argentina para su normalización”**, Para la extracción por hidrodestilación y determinación del contenido de AE se utilizó una trampa tipo Clevenger. Se determinó la composición química por cromatografía de gases acoplado a detector de masas (GC-MS) de las 135 muestras de AEC.

En función de la composición química típica del AEC, se establecieron los marcadores positivos, negativos y sus rangos de aceptación para ser incluidos en una norma de calidad: Marcadores positivos: limoneno 5-30%, neral 14-27%, geranial 17-36%, arcúrcumeno mayor a 1%. Marcadores negativos: 1,8-cineol menor a 1%, 6-metil-5hepten-2-ona menor a 3.5%, citronelal menor a 0.5%, α -tuyona + β -tuyona menor a 0.5%.

ROCÍO TERESITA GARCÍA (2014), desarrolló un trabajo de investigación titulado **“Obtención de aceite esencial de citronela (Cymbopogon winterianus) extraído por arrastre con vapor a escala piloto: estudio de la influencia de variables en el rendimiento y la calidad del aceite”**, donde se estudió la influencia de las variables cantidad de materia prima, tiempo de proceso y la estación del año en el rendimiento y la calidad del aceite esencial de citronela (Cymbopogon winterianus) extraído por arrastre con vapor a escala piloto. Se determinó las mejores condiciones de trabajo para el proceso de obtención de aceite de citronela, mayor rendimiento y calidad, medidos como porcentaje de aceite extraído y de citronelal presente en mismo. El aceite esencial se extrajo por arrastre con vapor de agua a escala piloto, su composición relativa se determinó por medio de GC-MS.

EVERT LEONIDAS AQUINO CRUZADO (2012), desarrolló un trabajo de investigación titulado **“Efecto de la presión de vapor y tiempo de extracción en el rendimiento y características fisicoquímicas de aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*)”**, donde los objetivos de esta investigación fueron evaluar por el método de Superficie de Respuesta el efecto de la presión y el tiempo en el rendimiento; y en las características fisicoquímicas: índice de refracción e índice de carbonilo del aceite de cedrón (*Aloysia triphylla*). Se determinó que sólo la variable presión ejerce un efecto significativo sobre el rendimiento de extracción, obteniéndose mayores rendimientos de 0.8 - 0.95 a presiones de 140-160 Kpa y tiempos de 95-100 minutos. Se logró obtener los rangos de presión y tiempo de extracción adecuados en el índice de refracción e índice de carbonilo, siendo el valor de la presión de 180 a 200 kpa y el tiempo de 80 a 100 minutos; y de 100 a 120 Kpa y 50 a 60 minutos respectivamente.

OLGA LILIANA DÍAZ FAJARDO (2007), desarrolló un trabajo de investigación titulado **“ESTUDIO COMPARATIVO DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA Y EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD ANTIOXIDANTE DEL ACEITE ESENCIAL DE *Aloysia triphylla* (L’Her) Britton, CULTIVADA EN TRES REGIONES DE COLOMBIA”**, donde se estudiaron los metabolitos secundarios volátiles de la especie *Aloysia triphylla*, recolectada en tres regiones

de Colombia, a saber: Rionegro (Antioquia), Rosal (Cundinamarca) y Bolívar (Santander), con el fin de evaluar el efecto del estado de desarrollo y lugar de procedencia de la planta, sobre la composición química del aceite. Los AE fueron obtenidos mediante la hidrodestilación asistida por la radiación con microondas (MWHD) y analizados por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS). El compuesto principal encontrado en todos los aceites, fueron el geranial (17-25%), neral (14-20%) y limoneno (6-10%), variando en proporción de acuerdo con su lugar de origen. El aceite esencial de *Aloysia triphylla*, presentó una baja capacidad antioxidante en comparación con sustancias estándar, como la vitamina E, BHA y BHT.

2.2 Generalidades del Cedrón (*Aloysia triphylla*)

La *Aloysia triphylla*, pertenece a la familia de las Verbenáceas y es también conocida botánicamente con los nombres de *Lippia citriodora* Kunth, *Lippia triphylla* Kuntze, *Aloysia citriodora*.

El cedrón apreciado como planta ornamental en los jardines y solarés, debido al intenso y agradable olor a limón que desprenden sus hojas. En la figura. 2.1 se ilustra la planta de cedrón (*aloyisia triphylla*). Es un arbusto perenne, que puede medir más de 1.50 m de altura. Su nombre "triphylla" se debe a que sus hojas simples, rugosas e insertadas en cada nudo, están reunidas en vértices de tres; sus flores

son pequeñas, blancas por fuera y violáceas por dentro. Es cultivada en México, Venezuela, Brasil, Perú, Uruguay, Chile, Estados Unidos e introducida en Europa y Norte de África.

Figura 2-1: PLANTA DE CEDRÓN (*Aloysia triphylla*)



2.3 Actividad biológica de los componentes del Cedrón

Los principales beneficios curativos de la planta del cedrón son:

- **Antiespasmódico:** el cedrón resulta muy útil para tratar casos de diarrea, tanto en niños como en adultos.
- **Carminativo:** recomendado para tratar casos de acumulación de gases, resultando muy indicado para flatulencias o meteorismo.
- **Sedante:** El cedrón es muy útil para controlar los nervios y reducir los niveles de ansiedad.

- **Antihistamínico:** Tiene propiedades que reducen los efectos causados por la liberación de histamina, por lo que es muy útil para tratar reacciones alérgicas.
- **Antiséptico:** El cedrón posee propiedades, que ayudan a evitar infecciones en heridas.
- **Analgésico local:** Por su composición el cedrón es sedante y analgésico, con lo cual reduce la sensación de dolor provocada por una herida o lesión.

2.4 Clasificación taxonómica de la planta del Cedrón

CLASIFICACIÓN TAXONÓMICA DEL CEDRÓN (ALOYSIA TRIPHYLLA) POR EL MUSEO DE HISTORIA NATURAL DE LA UNMSM

POSICIÓN TAXONÓMICA. -

DIVISION: MAGNOLIOPHYTA

CLASE: MAGNOLIOPSIDA

SUB CLASE: ASTERIDAE

ORDEN: LAMIACEAE

GENERO: ALOYSIA

ESPECIE: *Aloysia triphylla* (L'Hér)

Britton

Nombre vulgar: CEDRON

Fuente: Museo de historia natural de la UNMSM

2.5 Composición química del aceite esencial del cedrón

Dado que los aceites esenciales son las fracciones líquidas volátiles, generalmente destilables por arrastre con vapor de agua, que contienen las sustancias responsables del aroma de las plantas y que son importantes en la industria cosmética, de alimentos y farmacéutica.

2.5.1. Citral.-

Es una mezcla de dos aldehídos monoterpénicos isoméricos: geranial y neral.

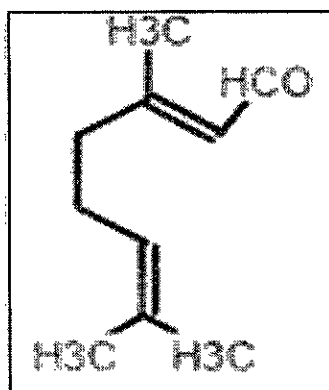
El isómero trans- Se conoce como “geranial” o “citral A” o (E)- 3,7-dimetil-2,6- octadienal. (Fig. 2.2)

El isómero cis- Se conoce como “neral” o “citral B” o (Z)- 3,7- dimetil- 2,6-octadienal. (Fig. 2.3)

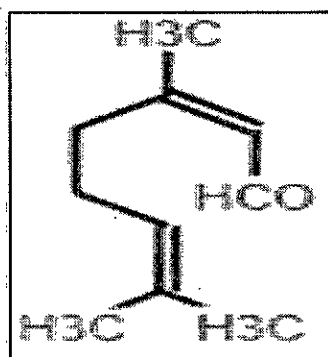
El citral es el componente mayoritario del aceite esencial de *Aloysia triphylla*, se caracteriza por un fuerte olor a limón; su sensibilidad a la exposición de la luz, calor, oxígeno y pH bajos o altos, provoca, con el paso del tiempo, un aumento en la densidad del aceite esencial; citral está presente en otras plantas como el lemon grass, jengibre, naranja y algunas variedades de albahaca. Este compuesto, es materia prima para la síntesis de iononas, vitaminas A y E, así como un ingrediente importante en la industria de alimentos y perfumes. Por ser un aldehído α , β -insaturado, el citral puede presentar reacciones de

hidrogenación con la formación de alcoholes insaturados, por ejemplo, el geraniol, nerol y citronelol; productos que son de gran interés como intermediarios en síntesis orgánica en la industria química, industrias de sabores y fragancias y la industria farmacéutica. Se considera, que los compuestos responsables por el olor "cítrico" del aceite esencial de esta especie son el citral, limoneno, geraniol y nerol. (García 2017).

**Figura 2.2: ISÓMERO
TRANS- GERANIAL**



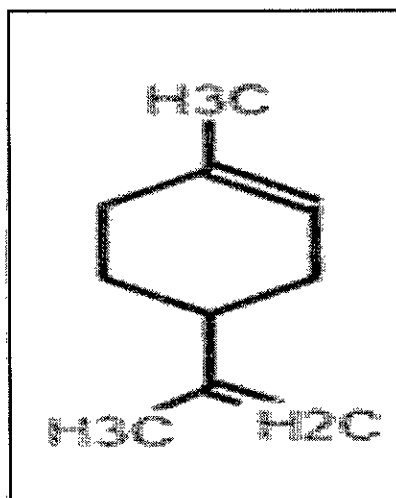
**Figura 2.3: ISÓMERO
CIS-NERAL**



2.5.2. Limoneno

El limoneno es el otro componente abundante en el aceite esencial de *Aloysia triphylla* (7-11%), es un monoterpeno de fórmula $C_{10}H_{16}$, presenta dos isómeros ópticos, el R-(+)-limoneno y el S-(-)-limoneno (Figura 4). Se encuentra abundante en muchos aceites esenciales, el (+) limoneno en la corteza de naranja y en el aceite de alcaravea, el (-) limoneno en las hojas de pino. Tiene una gran importancia en la industria, se emplea en la producción de p-cimeno, como disolventes de resinas, pigmentos, tintas, en la fabricación de adhesivos y en la obtención de la carvona. Últimamente, la demanda del compuesto se debe a su aplicación como disolvente biodegradable (García 2017).

Figura 2.4: LIMONENO



2.6 Aceites esenciales

Los aceites esenciales son compuestos naturales, líquidos, volátiles y de agradable aroma extraídos de las plantas mediante procesos de destilación. Es por esto que son productos químicos que forman las esencias odoríferas de un gran número de vegetales.

Son sustancias muy ligeras y de textura muy fina, se fabrican a partir de una amplia variedad de flora que va desde las plantas más modestas hasta las exóticas orquídeas, rosas y de algunas frutas, como la naranja y la manzana. En las diferentes partes de las plantas, las esencias son almacenadas, localizadas o sintetizadas en lugares bien precisos, especializados, /próximos a la superficie de la planta. Así es posible encontrar los aceites esenciales, retenidos en células especiales, en bolsillos, pelos o canales secretos.

Los aceites esenciales tienen una enorme cantidad de usos y se obtienen tanto de plantas cultivadas como de plantas silvestres FAO (1998), estima que existen alrededor de 3000 aceites esenciales conocidos a nivel mundial, de los cuales aproximadamente el 10% tienen importancia comercial. La mayoría de los aceites se usan en cosméticos, masajes, aromaterapia, alimentos o en productos de limpieza, otros son usados como repelentes de insectos tanto para el hombre como para el ganado y en medicina se aplican en el tratamiento de una amplia diversidad de afecciones.

2.7 Clasificación de los aceites esenciales.

Los aceites esenciales se clasifican en base a diferentes criterios como: consistencia, origen y naturaleza química de los componentes mayoritarios.

De acuerdo con su consistencia se clasifican en esencias fluidas, bálsamos y oleorresinas. Las esencias fluidas son líquidos volátiles a temperatura ambiente. Los Bálsamos son de consistencia más espesa, son poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización, por ejemplo: el bálsamo de copaiba, el bálsamo del Perú, Benjuí, bálsamo de Tolú, Estoraque, etc.

De acuerdo a su origen los aceites esenciales se clasifican como naturales, artificiales y sintéticos. 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.

Desde el punto de vista químico y a pesar de su composición compleja de diferentes tipos de sustancias, los aceites esenciales se pueden clasificar de acuerdo con el tipo de sustancias que son los componentes mayoritarios.

2.8 Extracción de aceites esenciales

Los aceites esenciales y extractos de plantas se han utilizado desde hace mucho tiempo para obtener aromas y sabores. En años recientes se han estudiado los extractos y aceites esenciales de condimentos y especias

desde un punto de vista funcional. Es decir, se ha estudiado si los extractos o aceites esenciales tienen actividad antimicrobiana, si actúan como agentes antioxidantes o si aportan nutrimentos.

Los métodos de obtención de los aceites esenciales determinan el uso de los mismos. El tipo de disolvente puede contaminarlos o limitar su uso, dependiendo de la toxicidad del disolvente y de las técnicas utilizadas para su eliminación. La composición de los aceites esenciales y extractos puede variar de acuerdo al método de extracción utilizado. Aunque estas variaciones pueden no ser importantes, son detectables por técnicas sensibles como la cromatografía de gases.

2.9 Métodos de extracción

Los aceites esenciales se pueden extraer de las muestras vegetales mediante diferentes métodos como: expresión, destilación con vapor de agua, extracción con solventes volátiles

a) **Expresión** el material vegetal es exprimido mecánicamente para liberar el aceite y este es recolectado y filtrado. Este método es utilizado para el caso de las esencias de cítricos. Por ejemplo, aceite esencial de limón.

b) **Extracción con solventes volátiles**, la muestra seca y molida se pone en contacto con solventes tales como alcohol, cloroformo, etc.

Estos solventes solubilizan la esencia, pero también extraen otras sustancias tales como grasas y ceras, obteniéndose al final una

esencia impura. Se utiliza a escala de laboratorio pues a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los solventes, porque se obtienen esencias impurificadas con otras sustancias, y además por el riesgo de explosión e incendio característicos de muchos solventes orgánicos volátiles.

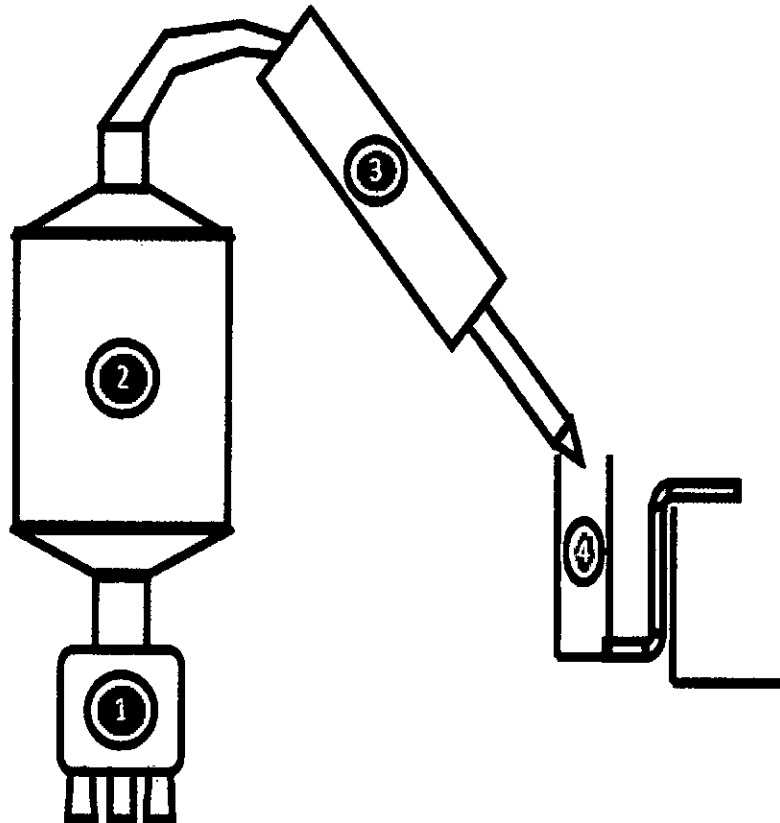
2.10 Destilación por arrastre con vapor.

Es un método de destilación en el cual se coloca la planta recomendablemente seca (por lo general depende del tipo de planta), pues fresca contiene mucilagos que enturbian el aceite y disminuyen su calidad, o parte que contenga el principio aromático en la caldera de un alambique de hierro, acero inoxidable, cobre o vidrio, y se cubre con agua (**Fig. 2.5**). Al calentar la caldera se evapora el agua y el aceite volátil, que se condensa en el refrigerante, reuniéndose con el agua en el colector, de la cual se separa al cabo de cierto tiempo por diferencia de densidades, y finalmente se aísla con un embudo provisto de un grifo en la parte más estrecha.

En el arrastre de vapor se debe tomar en cuenta la calidad de vapor: la presión de vapor, por experimentación se conoce que la presión en la cual se obtiene mayor rendimiento es a 40 psi, la temperatura de vapor; el área de la columna de destilación, la cantidad de material vegetal que se va a alimentar; las condiciones de condensación, la temperatura de condensación debe estar alrededor de los 40°C, para una mejor

separación del condensado: el flujo del agua de refrigeración; las condiciones de separación: diseño del vaso florentino, la temperatura del destilado.

Figura 2.5: DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DESTILADOR POR ARRASTRE DE VAPOR



MATERIAL: ACERO INOXIDABLE

1 = GENERADOR DE VAPOR

2 = ALAMBIQUE DESTILADOR, CAPACIDAD 20 L

3 = CONDENSADOR DE CASCO Y TUBO

4 = SEPARADOR FLORENTINO

a). - Generador de vapor

Se depositó 6 litros de agua en el generador según la experiencia realizada, el generador está previsto con una resistencia eléctrica de 2000 watts.

b). - Alambique destilador

Se cargó 500 g y 750 g Y 1000 g de cedrón previamente cortada en trozos según la experiencia, la distribución del cedrón en interior de la caldera debe ser correcta, para evitar aglomeraciones, se coloca telas metálicas que impiden los arrastres de materia sólida.

c). - Condensador de vapor

El condensador es de tipo tubular y enfriado con agua de caño. Los vapores sufren un enfriamiento proporcionado por el agua fría que circula dentro de los tubos en contracorriente

El condesado es una mezcla de agua y aceite. El tiempo de extracción es aproximadamente de 30 minutos cuando notamos la primera gota. La extracción será considerara concluida cuando el condensado es un liquido claro y notamos que ya es constante el aceite extraído, apuntamos el volumen de aceite obtenido

d). - Separador florentino

Del condensador sale una emulsión formada por el agua y aceite esencial, se separa luego que dejamos que reposo, esto pasa debido a la diferencia de pesos específicos que hay en ambas fases, en la parte superior tenemos al aceite esencial. Usamos un florentino que nos ayuda

a la separación, en la parte superior se junta el aceite esencial que es más liviano que el agua. Al tener cierta altura la emulsión en el separador el agua cae por un tubo lateral.

2.11 Principio teórico de la destilación por arrastre con vapor

seco

Cuando se quiere separar o purificar por destilación una solución homogénea (líquidos miscibles) como en el caso de agua-etanol, esta solución ideal binaria obedece la ley de Raoult:

$$P_{TOTAL} = P_A + P_B$$

(La presión de vapor total del sistema = presión parcial de vapor de A + presión parcial de vapor de B). Las presiones parciales de A y B son:

$$P_A = P_A^{\circ} * N_A$$

$$P_B = P_B^{\circ} * N_B$$

Por lo tanto, la presión total del sistema es:

$$P_{TOTAL} = P_A^{\circ} * N_A + P_B^{\circ} * N_B$$

Donde P total es la presión total del sistema, P° son las presiones de vapor de los líquidos puros (A y B) y N son las fracciones molares de A y B. Esta ecuación nos dice que la presión total del sistema depende de la concentración de A y B, y de las presiones de vapor de los líquidos puros.

También nos permite determinar la temperatura de ebullición (a presión atmosférica) de una mezcla binaria ideal. Las siguientes ecuaciones nos permiten calcular las concentraciones de A y B en el vapor:

$$N_A (\text{vapor}) = \frac{P_A}{P_{total}}$$

$$N_B (\text{vapor}) = \frac{P_B}{P_{total}}$$

Pero en nuestro caso se trata de una mezcla heterogénea de dos líquidos inmiscibles, donde la presión total del sistema es independiente de las concentraciones y sigue la Ley de Dalton sobre las presiones parciales, que dice: cuando dos o más gases o vapores que no reaccionan entre sí, se mezclan a temperatura constante, cada gas ejerce la misma presión como si estuviera sólo y la suma de las presiones de cada uno, es igual a la presión total del sistema. Su expresión matemática es la siguiente:

$$P_{total} = P_A^{\circ} + P_B^{\circ} + \dots + P_n^{\circ}$$

De la ley de Dalton se deduce que, al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles, su punto de ebullición será la temperatura a la cual la suma de las presiones de vapor es igual a la atmosférica. Esta temperatura será inferior al punto de ebullición del componente más volátil. Si uno de los líquidos es agua (destilación por arrastre con vapor de agua) y si se

trabaja a la presión atmosférica, se podrá separar un componente de mayor punto de ebullición que el agua a una temperatura inferior a 100 °C.

Esta mezcla ebulle a una temperatura menor que la temperatura de ebullición de cualquiera de los "n" líquidos puros. La explicación para este fenómeno es que la incompatibilidad que existe entre los dos líquidos inmiscibles hace que se comporten como un azeótropo mínimo. Esto es una gran ventaja, ya que, utilizando agua, es posible destilar compuestos orgánicos de alto punto de ebullición (de baja presión de vapor) a una temperatura menor de 100°C (el requisito es que el compuesto sea inmiscible en agua). Esto evita tener que calentar estos compuestos orgánicos a altas temperaturas, y por lo tanto, impide la descomposición térmica del compuesto a su temperatura de ebullición o cerca de ella. La siguiente ecuación permitirá calcular la cantidad de agua requerida para destilar una cantidad de compuesto o sustancia deseada:

$$\frac{g_{\text{compuesto}}}{g_{\text{agua}}} = \frac{P^{\circ}_{\text{compuesto}} * \text{Peso Mol}_{\text{compuesto}}}{P^{\circ}_{\text{agua}} * 18}$$

En general, esta técnica se utiliza cuando los compuestos cumplen con las condiciones de ser volátiles, inmiscibles en agua, tener presión de vapor baja y punto de ebullición alto.

2.12 Aplicaciones de los aceites esenciales

El tipo de aceite esencial y su calidad, determinan en qué producto final será incorporado un aceite. Los aceites esenciales son ampliamente utilizados como materia prima en diferentes tipos de industria, cosmética, alimenticia, bebidas, textil, etc., mientras que otras industrias pueden usar productos aislados de esencias, como es el caso de la industria farmacéutica. La siguiente **tabla 2.1** proporciona una visión general del uso del aceite esencial en las diferentes ramas de consumo.

Tabla 2.1: INDUSTRIAS USUARIAS DE PRODUCTOS AROMÁTICOS NATURALES Y ACEITES ESENCIALES

INDUSTRIAS	APLICACIONES
Alimenticia	Salsas, condimentos, bebidas refrescantes, alimentos procesados y enlatados
Licorera	Aperitivos y saborizantes
Cosmética	Perfumes, dentríficos, cremas, lociones
Farmacéutica	Veterinaria, antisépticos, analgésicos, aromaterapia y homeopatía
Uso doméstico	Desodorantes, desinfectantes del ambiente y jabones
Agroquímica	Bioinsecticidas
Textil	Elaboración de enmascadores de olores y tratamiento con mordientes después del teñido
Petroquímica y minería	Utiliza esencias o terpenos derivados de ellas como vehículos flotantes y lubricantes
Pinturas	Enmascadores de olores disolvente biodegradable
Química fina	Precursores químicos, por ejemplo citral, safrol, trementina.

Fuente: Díaz (2007)

2.13 Control de calidad de los aceites esenciales

Dentro de todos los niveles de la cadena productiva de aceites esenciales, el primer control que se realiza, es el de los parámetros organolépticos. Esta prueba se realiza para saber si el aceite esencial presenta adulteración, por ejemplo, la dilución, aunque en otros casos, el

comprador puede exigir un análisis químico con el fin de saber la proporción en la cual se encuentran sus componentes principales, o en el peor de los casos, exigirle a la empresa certificaciones en BPM, ISO, en la siguiente **tabla 2.2**, se observan los parámetros que más se utilizan en el control de calidad del aceite esencial.

Tabla 2.2: PARÁMETROS UTILIZADOS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE LOS ACEITES ESENCIALES

Determinaciones físicas	Densidad Miscibilidad en etanol Índice de refracción Poder rotatorio
Índices químicos	Índice de acidez Índice de fenoles Índice de éster Determinación de aldehídos y cetonas
Características Cromatográficas	Cuantificación de los componentes principales Análisis por cromatografía de gases (GC - MS)
Características espectroscópicas	Ultravioleta Infrarrojo

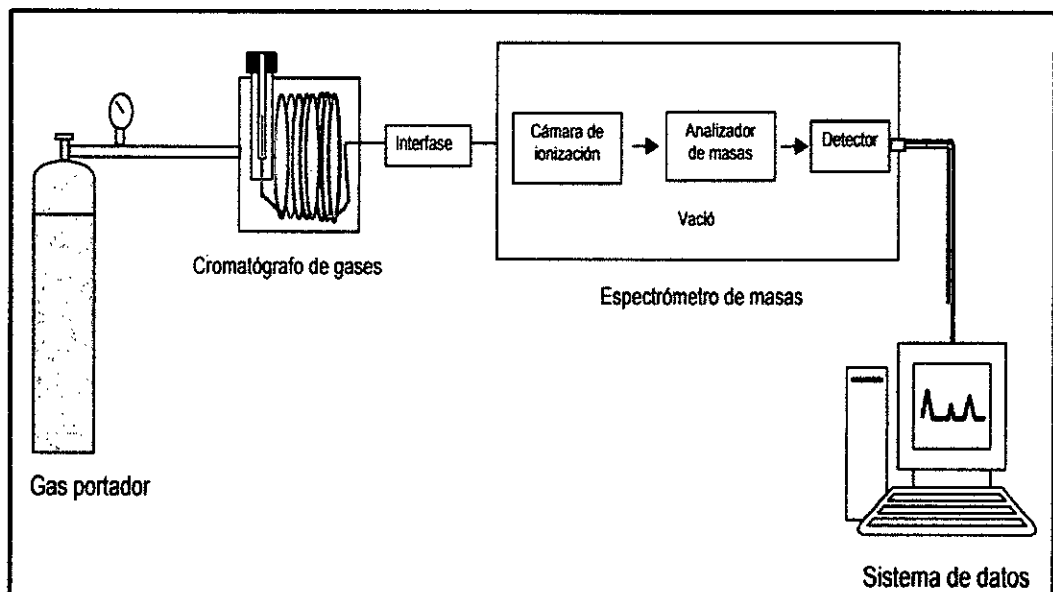
Fuente: Díaz (2007)

2.14 Análisis instrumental para la detección de los componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón

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

El acoplamiento de un cromatógrafo de gases a un espectrómetro de masas, permite hacer un análisis rápido y confiable, para el análisis cualitativo y cuantitativo de mezclas complejas. Este sistema de GC-MS consta de tres bloques: cromatógrafo de gases, espectrómetro de masas y un sistema de datos. En la Figura 2.6, se observan las principales partes del equipo GC-MS.

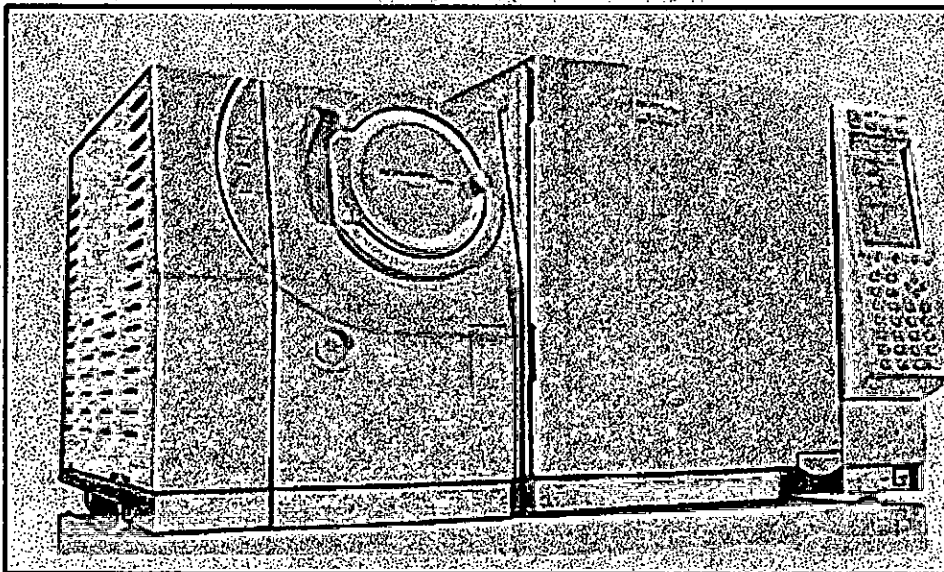
Figura 2.6: PRINCIPALES PARTES DE UN CROMATÓGRAFO GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS (GC-MS)



Fuente: Díaz (2007)

El sistema de datos, convierte las señales procedentes del estrómetro de masas, en cromatogramas y espectros de masas, permitiendo obtener información estructural de los componentes de la esencia, de acuerdo con el patrón de fragmentación del compuesto. Se observa en la Figura 2.7, cromatógrafo de gases acoplado a espectrometría de masas modelo GC-MS QP-2010 PLUS.

Figura 2.7: CROMATÓGRAFO DE GASES ACOPLADO A ESPECTROMETRÍA DE MASAS MODELO GC-MS QP-2010 PLUS



Fuente: <https://www.shimadzu.com/an/gcms/qp2010se.html>

2.15 Definición de términos básicos

- **Aceites esenciales:** son mezcla de varias sustancias químicas biosintetizadas por las plantas, que dan la maroma característica a algunas flores árboles y semillas. Son intensamente aromáticos, volátiles.
- **Aloysia triphylla:** Nombre científico del cedrón.
- **Cedrón:** conocida como cedrón, hierba luisa o verbena de Indias, es una planta de la familia Verbenaceae originaria de Suramérica. Se cultiva por su aroma similar al del limón
- **Cromatografía de gases:** es una técnica cromatográfica en la que la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatografía.
- **Destilación:** Es el proceso de separar las distintas sustancias que componen una mezcla líquida mediante vaporización y condensación selectivas.
- **Destilación por arrastre de vapor:** En la destilación por arrastre de vapor de agua se lleva a cabo la vaporización selectiva del componente volátil de una mezcla formada por éste y otros "no volátiles". Lo anterior se logra por medio de la inyección de vapor de agua directamente en el interior de la mezcla, denominándose este "vapor de arrastre", pero en realidad su función no es la de "arrastrar" el componente volátil, sino condensarse en el matraz formando otra fase inmiscible que cederá su calor latente a la

mezcla a destilar para lograr su evaporación. En este caso se tendrán la presencia de dos fases insolubles a lo largo de la destilación (orgánica y acuosa), por lo tanto, cada líquido se comportará como si el otro no estuviera presente. Es decir, cada uno de ellos ejercerá su propia presión de vapor y corresponderá a la de un líquido puro a una temperatura de referencia.

- **Extracción:** Es un procedimiento de separación de una sustancia que puede disolverse en dos disolventes no miscibles entre sí, con distinto grado de solubilidad y que están en contacto a través de una interface.
- **Isómeros:** Los isómeros son moléculas que tienen la misma fórmula molecular pero diferente estructura. Se clasifican en isómeros estructurales y estereo isómeros. Los isómeros estructurales difieren en la forma de unión de sus átomos y se clasifican en isómeros de cadena, posición y función.

III VARIABLES E HIPÓTESIS

3.1 Variables de la investigación

3.1.1 Variable dependiente

Los componentes mayoritarios del aceite de cedrón (*aloesia triphylla*) mediante destilación por arrastre con vapor.

3.1.2 Variable independiente

- ✓ Características físicas del cedrón (*aloesia triphylla*)
- ✓ Acondicionamiento de la materia prima
- ✓ Características fisicoquímicas del aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*)

3.2 Operacionalización de variables

$$Y = f(X_1, X_2, X_3)$$

Con la finalidad de probar la hipótesis formulada en el presente trabajo, someteremos a un proceso de operacionalización de las variables, identificando a los indicadores claves en cada una de ellas a fin de encontrar las marchas sistemáticas y tecnológicas que nos permitan recoger datos experimentales para modelar el proceso funcional o evaluar la curva característica de alguna función típica.

Tabla 3.1 : OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES

VARIABLE DEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	METODO
(Y) componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón mediante destilación por arrastre con vapor	-Cantidad de aceite esencial de cedrón obtenido. -análisis cromatográfico	-ml. de cada muestra obtenida por cada Kg de cedrón. - %	-Extracción por arrastre de vapor -Cromatografía de gases
VARIABLE INDEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	METODO
(X ₁) Características físicas del cedrón (aloesia triphylla)	- Humedad -Tamaño y forma de la hoja de cedrón	- %H - cm	-Revisión de publicaciones. -Determinación de humedad
(X ₂) Acondicionamiento de la materia prima	-Masa de cedrón (aloesia triphylla) -Tamaño de partícula	- g - cm.	- Experimental -Experimental
(X ₃) Características físicoquímicas del aceite esencial de cedrón	- Densidad. -Índice de refracción. - Índice de yodo. - Índice de acidez.	- g/ml - nD -g yodo/100g muestra - mgKOH/g	-NTP-ISO 279 -NTP-ISO-280 -NTP ISO3961:2012 -NTP 319.085.1974

3.2 Hipótesis General

Los componentes mayoritarios del aceite de cedrón (*aloesia triphylla*) mediante destilación por arrastre con vapor son el citral y el limoneno.

3.3 Hipótesis Específicas

- a) Las características físicas del cedrón son: humedad, tamaño y forma de la hoja del cedrón.
- b) El acondicionamiento de la materia prima, para la obtención de los componentes mayoritarios en la destilación por arrastre con vapor son cantidad de cedrón (g) y tamaño de partícula (cm).
- c) Las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón son densidad, índice de refracción, índice de yodo e índice de acidez.

IV. METODOLOGÍA

4.1 Tipo de Investigación

Los tipos de investigación que se realizarán en el presente trabajo de tesis son:

- ✓ **Por su finalidad.** Es del tipo aplicada, porque los resultados obtenidos sirven para poder utilizarlos en la práctica para posteriores trabajos de investigación.
- ✓ **Por su diseño interpretativo.** Es experimental, porque en el trabajo de investigación se realizará la observación, el registro y el análisis de las variables correspondientes.
- ✓ **Por el énfasis en la naturaleza de los datos manejados.** El presente proyecto es del tipo cualitativo por los resultados de rendimiento y calidad del aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*), proveniente del distrito de Tarma, ubicado en el departamento de Junín, a aproximadamente 230 km al este de la ciudad de Lima. Está situada a 3.050 msnm en el Valle de Tarma. El Valle de Tarma es famoso por su paisaje cultural, con amplias plantaciones de flores y hierbas aromáticas, por lo que es llamado el Valle de las flores.
- ✓ **Por el nivel de estudio.** Es de tipo aplicada, puesto que busca establecer propuesta para aplicarlas a la práctica.

4.2 Diseño de la Investigación

A) Definición del escenario de la investigación.

La investigación se realizó en el laboratorio de Investigación y Desarrollo y en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao y en el laboratorio LABICER de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

B) Elección del método de diseño.

Se realizó la experimentación en base al diseño factorial 3^2 , considerando 3 niveles y 2 factores, con lo cual se hicieron 9 corridas experimentales con vapor de agua, los resultados de la identificación y caracterización del aceite esencial extraído del cedrón a las condiciones óptimas con vapor de agua, con un volumen de solvente agua de 6L, a óptimas condiciones con material vegetal de cedrón de 1 Kg y tamaño de partícula de $\frac{1}{4}$ de hoja, según la **Tabla 4.3 y 4.4**, respectivamente.

Dado los fundamentos de diseño para la destilación, se trabajó con un equipo de arrastre con vapor, el cual nos ofrece una diversidad de ventajas que nos facilitan encontrar las condiciones favorables para la óptima extracción de aceite esencial de cedrón y una alta eficiencia de extracción.

C) Determinación de las variables del diseño.

Se han considerado las siguientes variables dependientes e independientes a controlar, las cuales se detallan en la **Tabla 4.1** y **4.2**, respectivamente.

Tabla 4.1 : VARIABLES INDEPENDIENTES INVOLUCRADAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN

N°	Variables Independientes	Notación	Unidades
1	Tamaño de hoja de cedrón	X_1	Centímetros (cm)
2	Cantidad de materia prima	X_2	Kilogramos (Kg)

Tabla 4.2 : VARIABLES DEPENDIENTES INVOLUCRADAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN

Variables dependientes	Definición	Unidades
Rendimiento de extracción	Gramos de aceite obtenido por cada gramo de cedrón.	Porcentaje (%)

Tabla 4.3 : MATRIZ DE EXPERIMENTOS

N° corridas	Masa de cedrón (Kg) (X ₁)	Tamaño de hoja (X ₂)	(Y)	
			Índice de refracción	Rendimiento
1	0.50	1	1.4329	0.087
2	0.50	½	1.4373	0.139
3	0.50	¼	1.4486	0.174
4	0.75	1	1.4532	0.186
5	0.75	½	1.4555	0.197
6	0.75	¼	1.4651	0.232
7	1.00	1	1.4701	0.235
8	1.00	½	1.4751	0.261
9	1.00	¼	1.4852	0.305

Tabla 4.4: FACTORES CONSTANTES EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN

Variables Independientes	Definición	Valor	Unidades
Presión	Presión de operación de la cámara extractora.	1	Atmósfera (atm)
Temperatura	Temperatura de operación de la cámara extractora.	98	Grados Celsius (°C)
Cantidad de agua en el calderín	Agua desionizada y esterilizada necesaria para el proceso	6	Litros (l)

4.3 Población y Muestra

Población

En el presente trabajo de investigación no se utilizó el criterio de población y muestra, lo que sí se utilizó fue el criterio de “muestra experimental”, por tanto, la investigación es del tipo experimental.

La muestra experimental estuvo conformada por hojas de cedrón (*aloesia triphylla*), cualitativamente proveniente del distrito de Tarma, ubicado en el departamento de Junín. Cuantitativamente está representada por 500 g., 750 g. y 1000 g de muestra de material vegetal (la capacidad limitante de nuestro equipo destilador fue de 1000g), secada a temperatura ambiente por 2 días bajo sombra, con un porcentaje de humedad de 19,11 %.

4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos

4.4.1 Lugar de ejecución.

El desarrollo de esta investigación fue realizado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOPU), perteneciente a la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao y en el laboratorio LABICER de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

4.4.2 Materiales, reactivos y equipos

a) Materia prima e insumos

- ✓ Cedrón
- ✓ Agua destilada

b) Materiales

- ✓ Florentino
- ✓ Vaso precipitado 250 mL y 500 mL
- ✓ Termómetro de mercurio
- ✓ Picnómetro

c) Equipos

- ✓ Destilador por arrastre con vapor
- ✓ Refractómetro ABBE
- ✓ Balanza para determinación de humedad
- ✓ Balanza digital
- ✓ Cromatógrafo de gases con detector de masas marca SHIMADZU, modelo GCMS-QP210 Ultra

4.4.3 Método de experimentación

A) Identificación de la materia prima

La materia prima utilizada fueron las hojas del cedrón (*aloesia triphylla*) las cuales fueron obtenidas de Tarma – Huancayo. Se tomaron 0,50 Kg.; 0,75 Kg. y 1.0 Kg de muestra de material vegetal (hojas) y según criterio práctico para la industrialización de los mismos.

B) Acondicionamiento de la materia prima

- ✓ **Lavado:** Una vez recepcionada la materia prima, se procedió a lavar con agua potable para eliminar las cantidades de tierra que puedan contener, teniendo en cuenta que el lavado no debe ser excesivo, porque algunos nutrientes solubles podrían perderse.

- ✓ **Secado:** Después del lavado se sometió a un proceso de secado natural, protegido del sol y del agua, en un lugar aireado por 2 días.

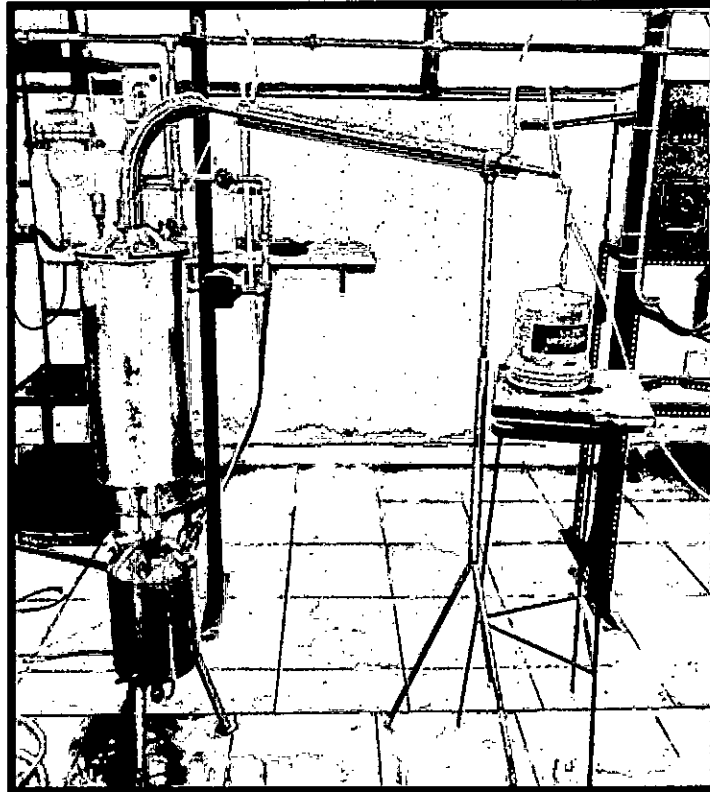
- ✓ **Picado:** Después del proceso de secado, el material vegetal se redujo a partes más pequeñas (1/4, 1/2. y hoja entera de cedrón)

C) Procesamiento de la materia prima

Extracción: Para la extracción se utilizaron 0,50 Kg.; 0,75 Kg. y 1.0 Kg de material vegetal (hojas) picado de cedrón (*aloesia triphylla*).

La extracción se llevó a cabo empleando el método destilación por arrastre de vapor de agua. Procedimiento por el cual la muestra vegetal es encerrada en una cámara inerte y sometida a una corriente de vapor de agua sobrecalentado, la esencia así arrastrada es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa, véase **Fig. 4.1**.

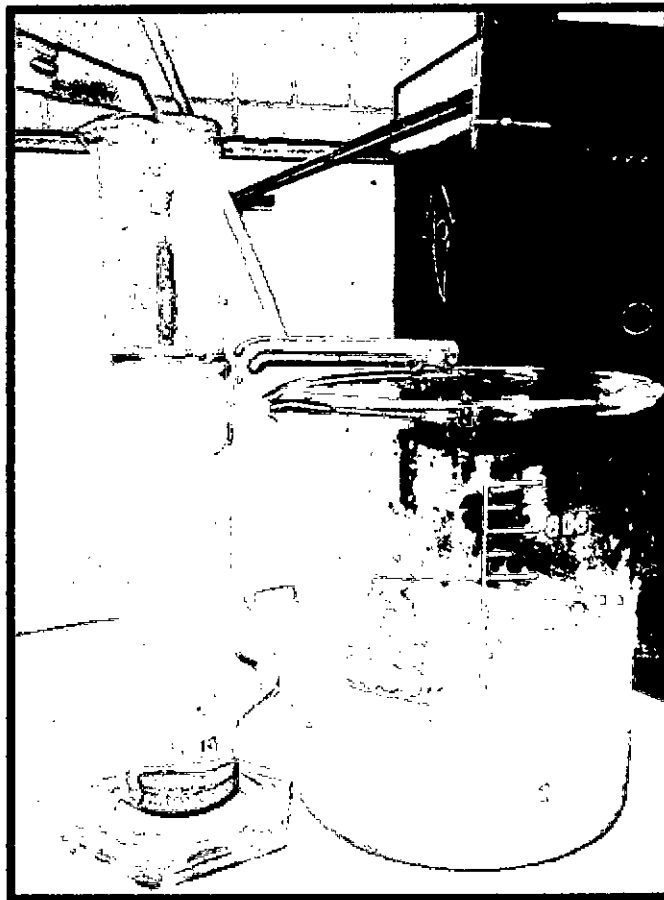
Figura 4.1: EXTRACTOR DE ARRASTRE DE VAPOR



Fuente: Laboratorio Operaciones y Procesos Unitarios (LOPU) de la Facultad de Ingeniería química de la UNAC

Separación: Al finalizar el tiempo para cada experimento se apagó el generador de vapor y se esperó que finalizara el goteo del condensador, logrando finalmente obtener el aceite contenido en el florentino, se midió la cantidad obtenida en una bureta, el aceite se separó de la fase acuosa mediante centrifugación. Véase Fig. 4.2.

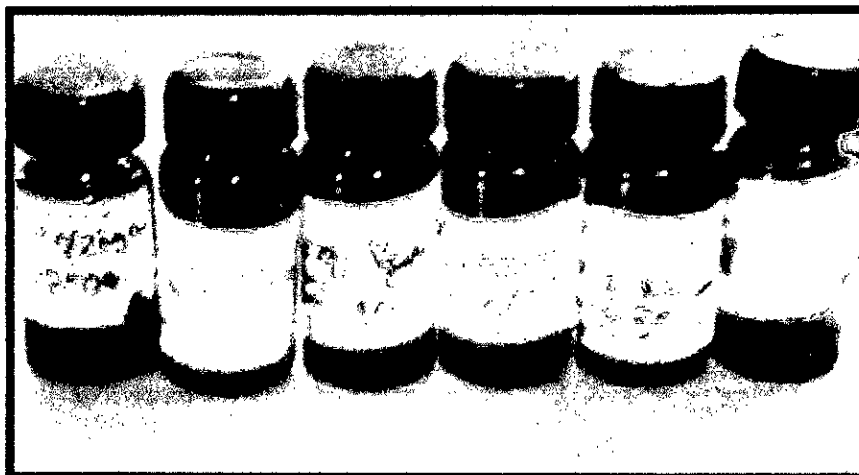
Figura 4.2: OBTENCIÓN DEL ACEITE EN EL FLORENTINO



Fuente: Laboratorio Operaciones y Procesos Unitarios (LOPU) de la Facultad de Ingeniería química de la UNAC

Almacenamiento: Se almacenó en un envase color ámbar y fue llevado a refrigeración para su mayor conservación como se observa en la Fig. 4.3.

Figura 4.3: ALMACENAMIENTO DEL ACEITE DE CEDRÓN



D) Caracterización fisicoquímica del aceite esencial de cedrón

Análisis fisicoquímicos

Determinación de la densidad

Esta determinación se llevó a cabo empleando la Norma Técnica Peruana NTP ISO279:2011 Rv. 2016, reportando el resultado en g/CC.

Determinación del Índice de Refracción

Esta determinación se realizó empleando la Norma Técnica Peruana NTP ISO 280:2011. 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.

Determinación del Índice de Yodo

La determinación de la solubilidad en etanol, empleando la Norma Técnica Peruana: NTP ISO 3961:2012. Es una medida del grado de insaturación, (número de dobles enlaces) de las grasas, define los gramos de yodo absorbidos por 100 g de grasa.

Determinación del Índice de Acidez

La determinación del Índice de Acidez, empleando la Norma Técnica Peruana: NTP 319 085:1974. Es la cantidad de miligramos de hidróxido de potasio necesario para neutralizar los ácidos libres contenidos en un gramo de aceite esencial.

Identificación y Cuantificación de los Componentes

Volátiles del Aceite Esencial de cedrón por Cromatografía de Gases – Espectrometría de Masas.

Esta técnica acoplada, permite obtener el espectro de masas de cada componente del aceite esencial con el cual se obtiene el peso molecular e información estructural. Se analiza mediante un Cromatógrafo de gases con detector de masas marca SHIMADZU, modelo GCMS-QP210 Ultra.

4.5 Procedimientos de recolección de datos

4.5.1 Fuente primaria:

Para la recolección de datos para el informe de la tesis, se realizaron las mediciones y los análisis respectivos tanto para el acondicionamiento del cedrón como para la extracción y caracterización del aceite esencial.

4.5.2 Fuente secundaria:

Se obtuvo información a partir de fuentes secundarias externas a través de artículos relacionado en base de datos y otras tesis revisadas, que contienen información relacionada y nos dan un amplio conocimiento con el tema de interés.

4.6 Procesamiento estadístico y análisis de datos

4.6.1 Etapa I: Elección de la variable respuesta prioritaria

En esta primera etapa se observaron los resultados del comportamiento del proceso de extracción sobre las variables de respuesta en estudio, Rendimiento y el índice de refracción, a través del acondicionamiento de la materia prima que se utilizó: peso de muestra y tamaño de partícula; para determinar la variable de respuesta prioritaria se realizó una comparación simple de los resultados de cada variable de respuesta.

4.6.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos

A través del software estadístico Minitab17, se obtuvo el análisis de la varianza (ANOVA) identificamos el análisis estadístico para dos factores en estudio con un nivel de significancia de 95% ($p < 0,05$). Asimismo, los niveles de los factores significativos elegidos fueron aquellos que proporcionaron los máximos valores del rendimiento del producto final.

4.6.3. Etapa III: Determinación de las Gráficas representativas

Los resultados de los tratamientos correspondientes a cada variable de respuesta en estudio, Rendimiento y el índice de refracción, que se obtuvieron se graficaron empleando Gráficas de contorno.

V. RESULTADOS

5.1 Caracterización física de la hoja de cedrón (*aloesia triphylla*)

A. **Humedad.** - Se determinó la humedad mediante el método gravimétrico mediante la balanza para determinación de humedad (Figura N°5.2).

% de materia seca = 100 - % de humedad.

$$\% \text{Humedad de la muestra} = \frac{\text{Peso inicial} - \text{Peso final}}{\text{Peso inicial}} * 100\%$$

- **Muestra de hojas frescas de cedrón,** se determinó la humedad de las hojas frescas de cedrón, Figura N°5.1.

$$\% \text{Humedad de la muestra} = \frac{2.229 - 0.68}{2.229} * 100\%$$

$$\% \text{Humedad de la muestra} = 69,49\%$$

Figura 5.1 MUESTRA DE HOJAS FRESCAS DE CEDRÓN

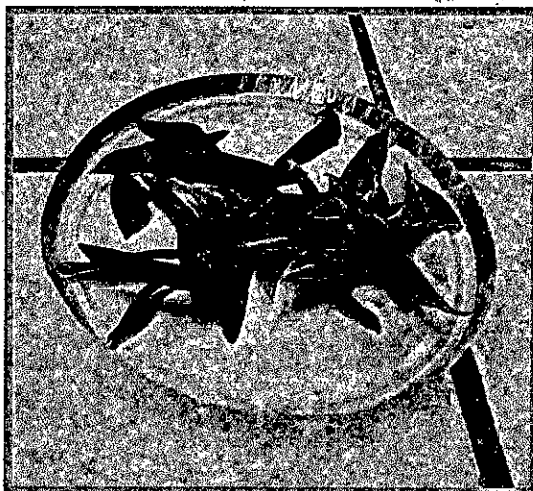
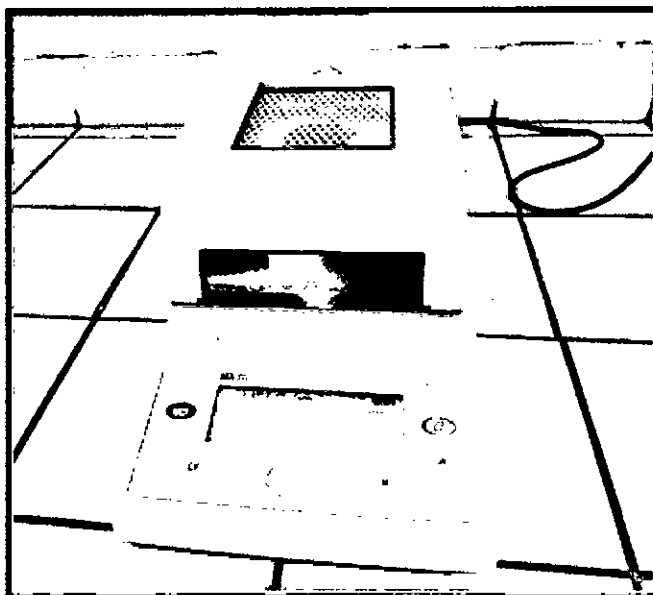


Figura 5.2: BALANZA PARA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD



Fuente: Laboratorio de química de alimentos de la Facultad de Ingeniería química de la UNAC

- **Muestra de hojas de cedrón después de secado a temperatura ambiente, se determinó la humedad de las hojas de cedrón después del secado a temperatura ambiente, Figura N°5.3 y N°5.4.**

$$\% \text{Humedad de la muestra} = \frac{0.5601 - 0.453}{0.5601}$$

$$\% \text{Humedad de la muestra} = 19.11\%$$

Figura 5.3: MUESTRA DE HOJAS DE CEDRÓN SECADO A TEMPERATURA AMBIENTE



Figura 5.4: MUESTRA DE HOJAS SECAS DE CEDRÓN



B. Tamaño y forma de la hoja de cedrón

Se observó que el tamaño de hoja del cedrón es de 5cm aproximadamente y la forma de la hoja lanceoladas, con el margen liso o muy finamente aserrado y un peciolo de color verde claro.

5.2 Acondicionamiento de la materia prima

El acondicionamiento de la hoja de cedrón tiene como factores la cantidad de cedrón (g) y el tamaño de partícula (cm). Como podemos observar en la Figura N° 5.5.

Figura 5.5: HOJAS DE CEDRÓN A DIFERENTES TAMAÑOS



Hoja entera de cedrón, con aprox.



$\frac{1}{2}$ hoja de cedrón, con aprox. 2.4cm



$\frac{1}{4}$ hoja de cedrón, con aprox. 1.2cm

5.3 Características fisicoquímicas del aceite esencial de cedrón

El análisis de la densidad e índice de refracción se realizó en el Laboratorio de fisicoquímica de la FIQ y los datos obtenidos se muestran en la tabla N°5.1.

Para el análisis del índice de yodo e índice de acidez se analizó en el Laboratorio Labicer de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería. Y los datos obtenidos se encuentran en la tabla N° 5.2.

Tabla 5.1: PROPIEDADES FÍSICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN

DENSIDAD (20°C)	0.8705 g/ml
INDICE DE REFRACCION (20°C)	1.4852

Fuente: Laboratorio de fisicoquímica de la FIQ

Tabla 5.2: PROPIEDADES QUÍMICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN

INDICE DE YODO	1.08 g Yodo absorbido/100 g de muestra
INDICE DE ACIDEZ	0.95 mg KOH/g aceite

Fuente: LABORATORIO LABICER - Facultad de Ciencias.
Universidad Nacional de Ingeniería.

5.4 Extracción del cedrón (*aloesia triphylla*)

Se llevó a cabo la extracción del cedrón (*aloesia triphylla*) empleando el método de arrastre de vapor; utilizando el cedrón seco y húmedo, y como solvente el agua. Las condiciones de extracción por arrastre de vapor fueron uniformes para lograr resultados precisos. Los factores y las variables a considerar se observan en la tabla 5.3 y 5.4. Las primeras gotas de aceite comenzaron a salir entre los 20 y 30 minutos e inmediatamente se dio la separación de fases.

Para determinar la cantidad óptima de muestra se realizó varios ensayos a diferentes cantidades y tiempos de secado.

Tabla 5.3: FACTORES QUE INFLUYEN EN EL PROCESO DE DESTILACIÓN

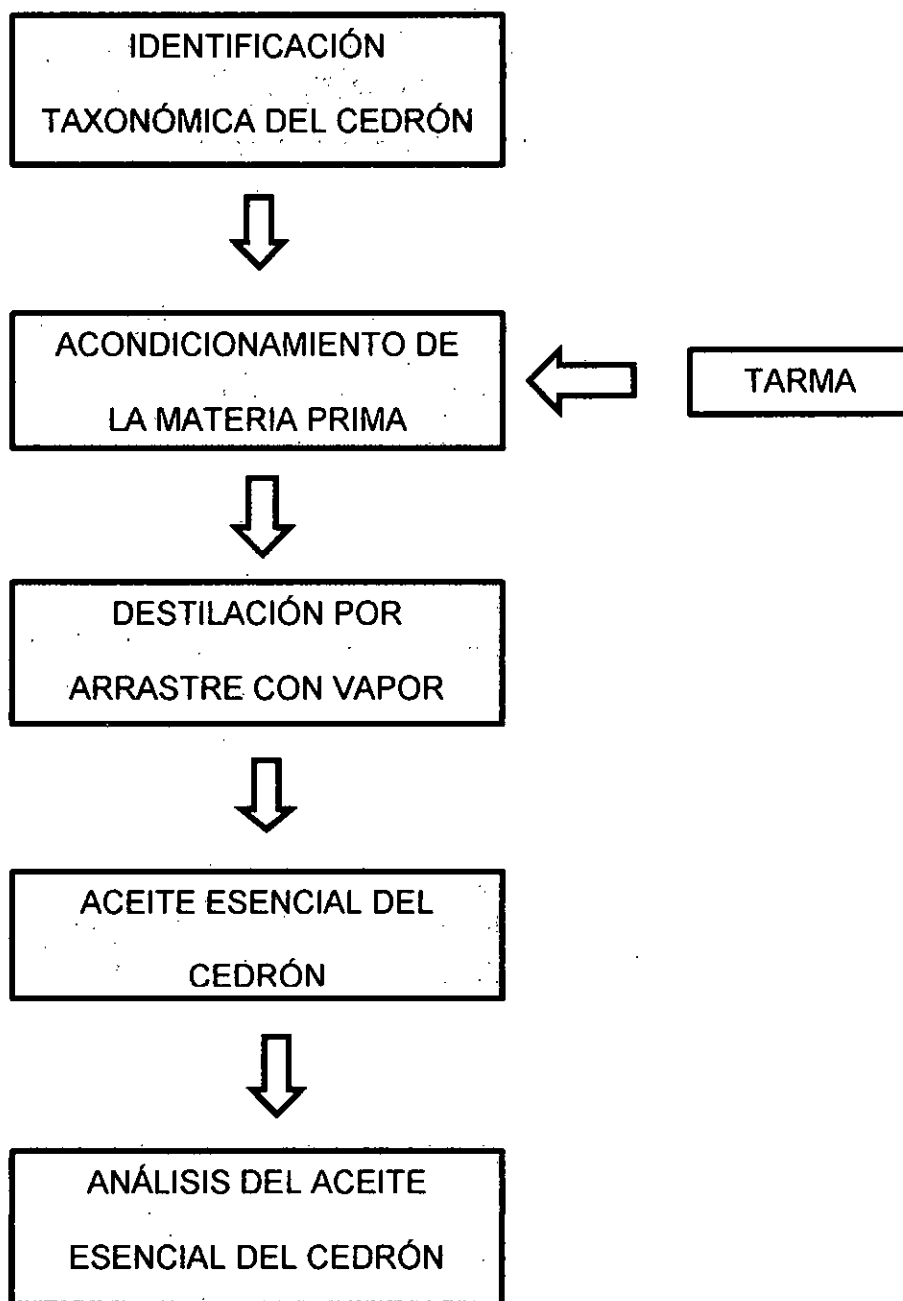
FACTOR	NIVEL INFERIOR	NIVEL INTERMEDIO	NIVEL SUPERIOR
CANTIDAD DE CEDRON (Kg)	0.5	0.75	1
TAMAÑO DE PARTICULA (cm)	1.2	2.4	4.8

Tabla 5.4: VARIABLES QUE INFLUYEN EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN POR ARRASTRE DE VAPOR

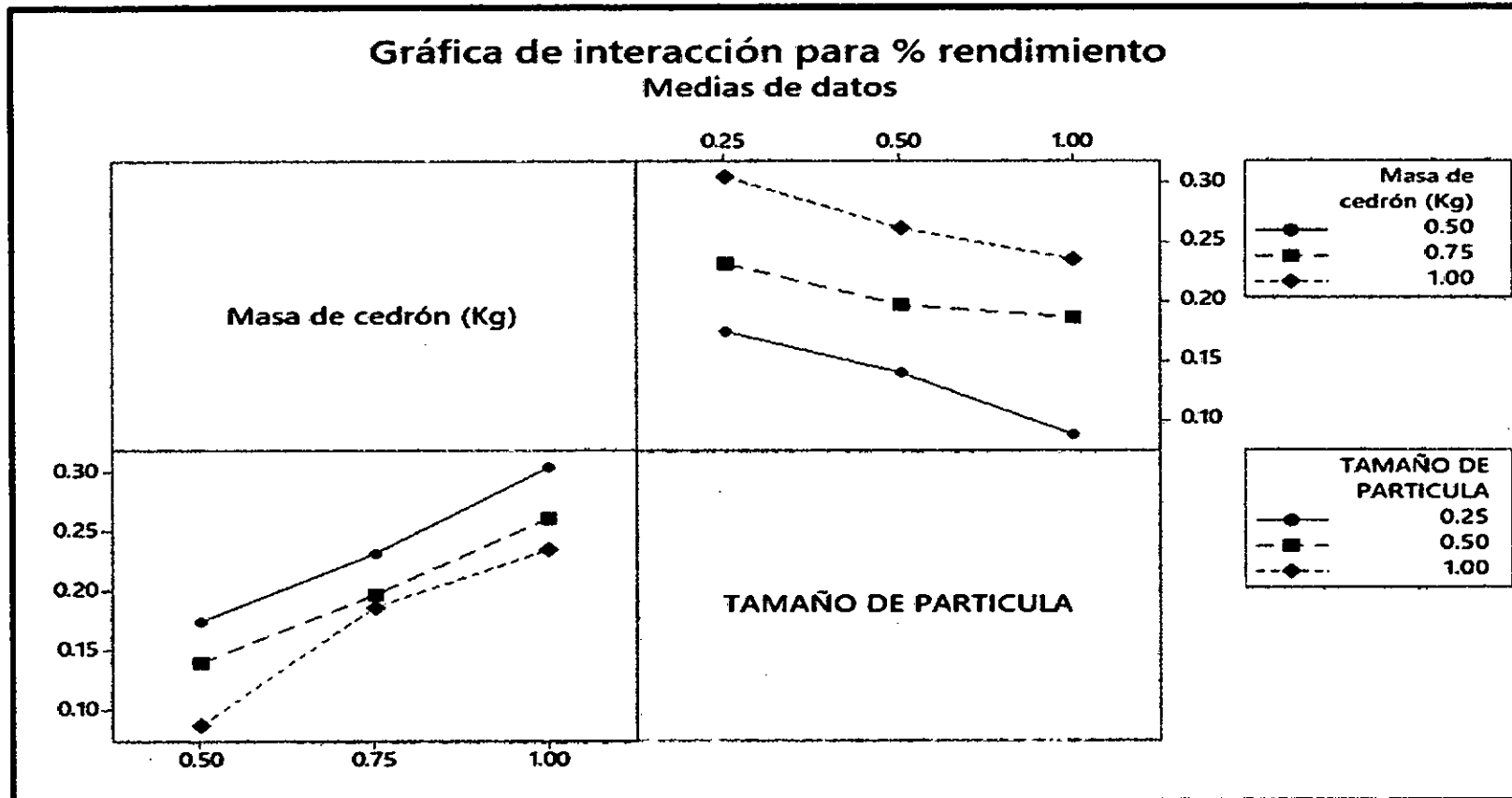
Nº corridas	Masa de cedrón (Kg)	Tamaño de hoja	Vector respuesta		
			Volumen Obtenido (ml)	% rendimiento	Índice de refracción
1	0.50	1	0.5	0.087	1.4329
2	0.50	½	0.8	0.139	1.4373
3	0.50	¼	1	0.174	1.4486
4	0.75	1	1.6	0.186	1.4532
5	0.75	½	1.7	0.197	1.4555
6	0.75	¼	2	0.232	1.4651
7	1.00	1	2.7	0.235	1.4701
8	1.00	½	3	0.261	1.4751
9	1.00	¼	3.5	0.305	1.4852

- ✓ En la figura N°5.6 se observa un diagrama de proceso elaborado como resultado de la experimentación.
- ✓ La gráfica N°5.1 de interacción masa de cedrón, tamaño de partícula vs rendimiento da como resultado un **Valor p** = $0.000 < 0.05$, por lo tanto, la masa de cedrón y el tamaño de partícula tiene incidencia sobre el rendimiento.
- ✓ La gráfica N°5.2 de interacción masa de cedrón, tamaño de partícula vs índice de refracción da como resultado un **Valor p** = $0.000 < 0.05$, por lo tanto, la masa de cedrón y el tamaño de partícula tiene incidencia sobre el índice de refracción.
- ✓ La Gráfica N°5.3 de contorno de rendimiento vs masa cedrón; tamaño de partícula da como resultado una intensidad de color para cada ensayo, y se aprecia que a mayor masa cedrón y tamaño de partícula existe una mayor intensidad de color.
- ✓ La Gráfica N°5.4 de contorno de índice de refracción vs tamaño de partícula; masa cedrón da como resultado una intensidad de color para cada ensayo, y se aprecia que a mayor tamaño de partícula; masa cedrón existe una mayor intensidad de color.

Figura 5.6: DIAGRAMA DE PROCESO ELABORADO COMO RESULTADO DE LA EXPERIMENTACIÓN



Gráfica 5.1.: GRÁFICA DE INTERACCIÓN MASA DE CEDRÓN, TAMAÑO DE PARTÍCULA VS RENDIMIENTO



MODELO LINEAL GENERAL: % RENDIMIENTO V. MASA DE CEDRÓN

(KG); TAMAÑO DE PARTICULA

Método

Codificación de factores (-1; 0; +1)

Información del factor

Factor Tipo Niveles Valores

Masa de cedrón (Kg) Fijo 3 0.50; 0.75; 1.00

TAMAÑO DE PARTICULA Fijo 3 0.25; 0.50; 1.00

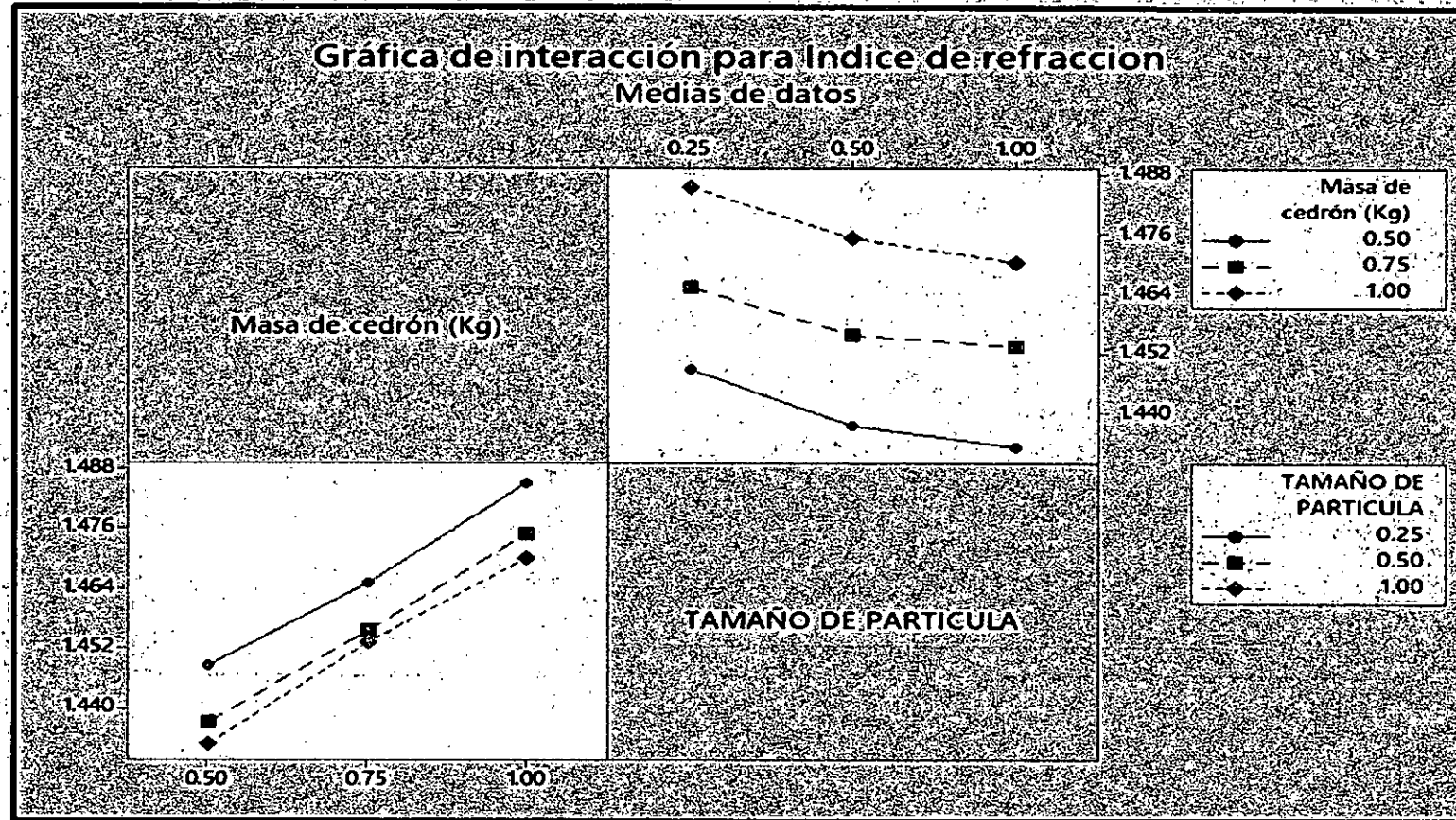
Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Masa de cedrón (Kg)	2	0.026771	0.013385	92.91	0.000
TAMAÑO DE PARTICULA	2	0.006906	0.003453	23.97	0.006
Error	4	0.000576	0.000144		
Total	8	0.034253			

$\rho = 0.000 < 0.05$, por lo tanto la masa de cedrón tiene incidencia sobre el rendimiento

$\rho = 0.006 < 0.05$, por lo tanto el tamaño de partícula tiene incidencia sobre el rendimiento

Gráfica 5.2: GRÁFICA DE INTERACCIÓN MASA DE CEDRÓN, TAMAÑO DE PARTÍCULA VS ÍNDICE DE REFRACCIÓN



MODELO LINEAL GENERAL: ÍNDICE DE REFRACCIÓN VS. MASA DE CEDRÓN (KG); TAMAÑO DE PARTICULA

Método

Codificación de factores (-1; 0; +1)

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Masa de cedrón (Kg)	Fijo	3	0.50; 0.75; 1.00
TAMAÑO DE PARTICULA	Fijo	3	0.25; 0.50; 1.00

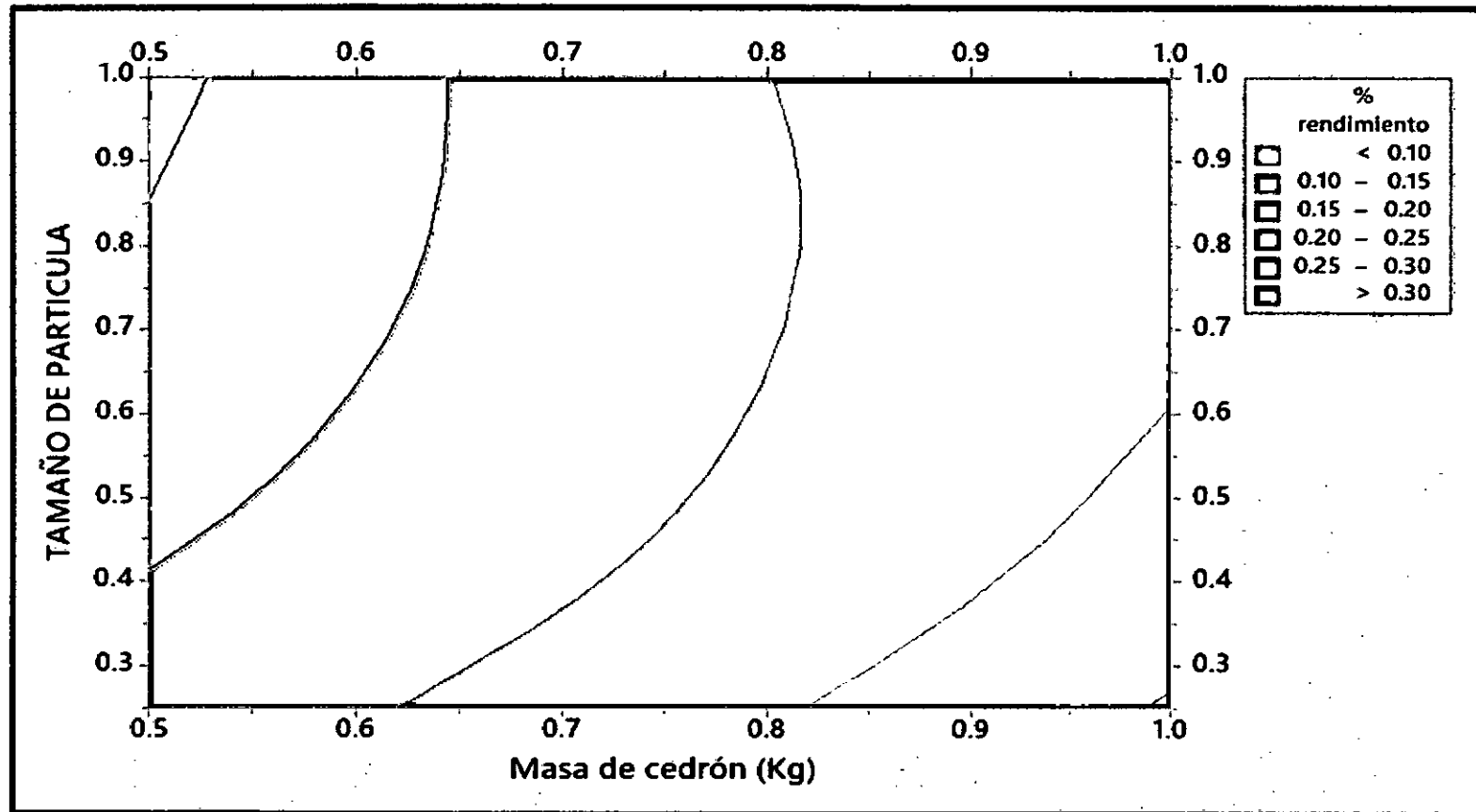
Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Masa de cedrón (Kg)	2	0.002076	0.001038	896.50	0.000
TAMAÑO DE PARTICULA	2	0.000325	0.000162	140.17	0.000
Error	4	0.000005	0.000001		
Total	8	0.002405			

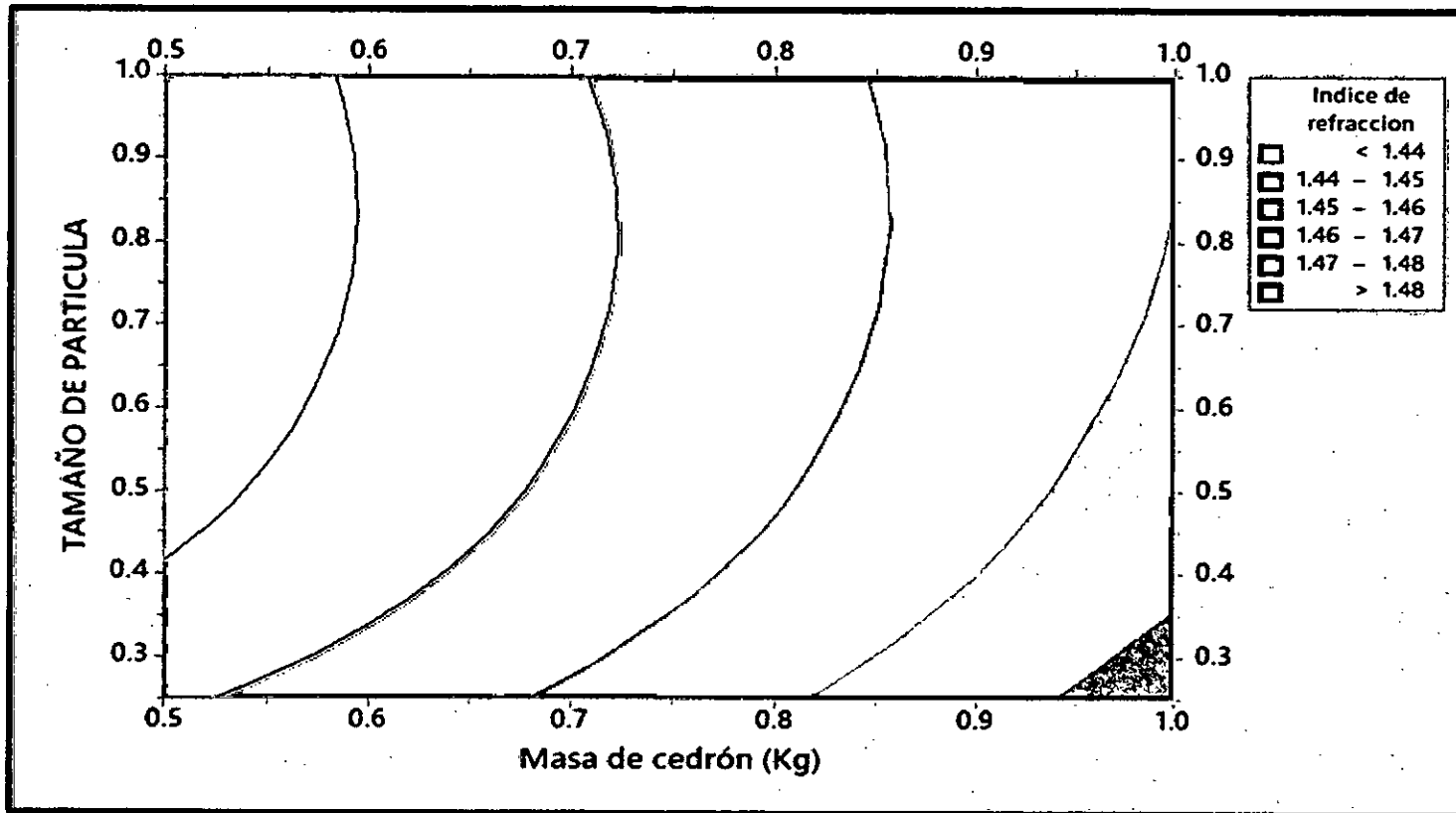
$\rho = 0.000 < 0.05$, por lo tanto la masa de cedrón tiene incidencia sobre el índice de refracción

$\rho = 0.000 < 0.05$, por lo tanto el tamaño de partícula tiene incidencia sobre el índice de refracción

Gráfica 5.3: GRÁFICA DE CONTORNO DE RENDIMIENTO VS MASA CEDRON; TAMAÑO DE PARTÍCULA



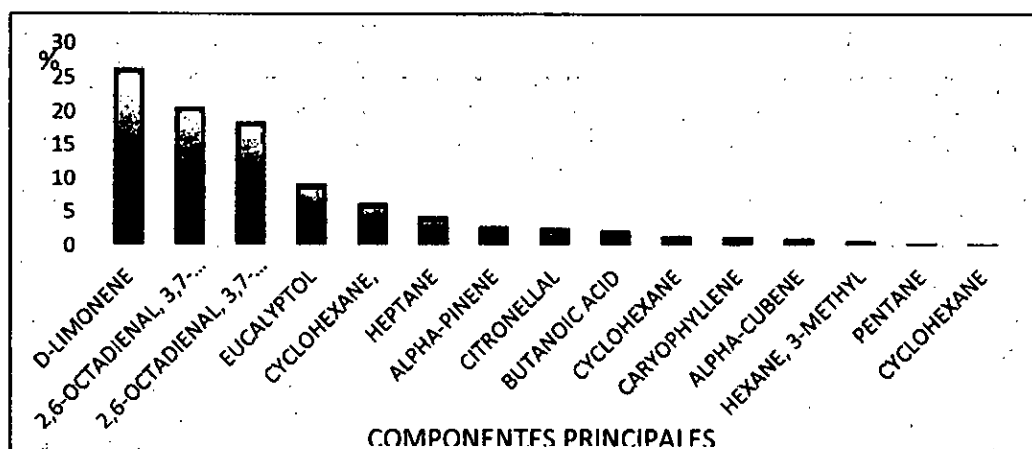
Gráfica 5.4: GRÁFICA DE CONTORNO DE INDICE DE REFRACCION VS TAMAÑO DE PARTICULA; MASA CEDRON



5.5 Análisis cromatográfico por GC-MS del aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*)

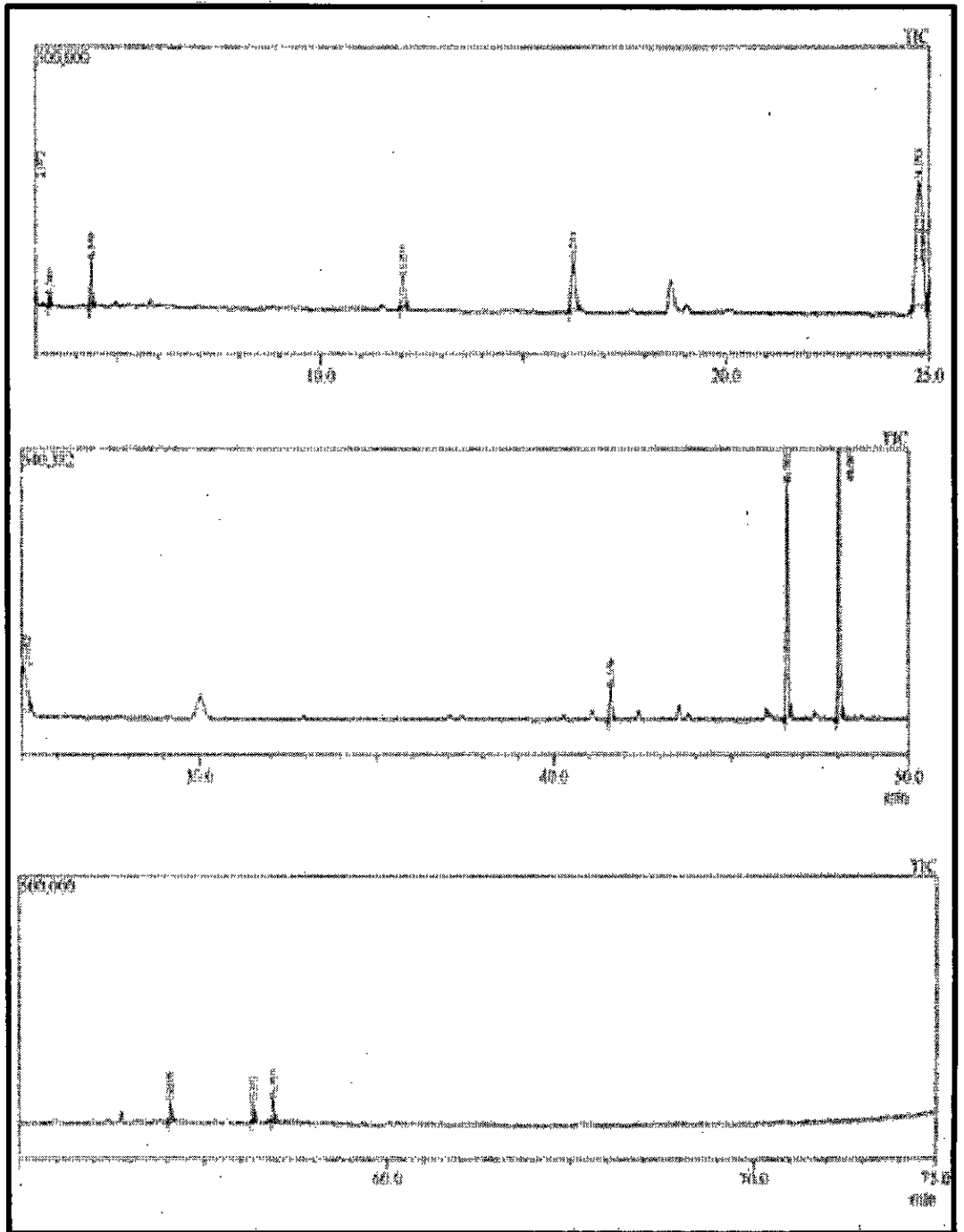
El método propuesto para el análisis de los componentes volátiles del aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*) es la cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas GC-MS, en el resultado del análisis cromatográfico se encontraron 15 componentes volátiles en la muestra de aceite esencial siendo los componentes mayoritarios: D-Limonene (26.41%), 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (E) (Geranial) (20,70%) y 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (Z) (Neral) (18,53%) =>Citral es Geranial + Neral igual a (39.23%), según se observa en el Cuadro N°5.1, y en las figuras N° 5.7, N° 5.8 y N° 5.9.

Cuadro: 5.1: RESULTADOS DEL ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO POR GC-MS DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN



Fuente: LABORATORIO LABICER - Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Ingeniería.

Figura 5.7 CROMATOGRAMAS OBTENIDOS DEL ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN



Fuente: LABORATORIO LABICER - Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Ingeniería.

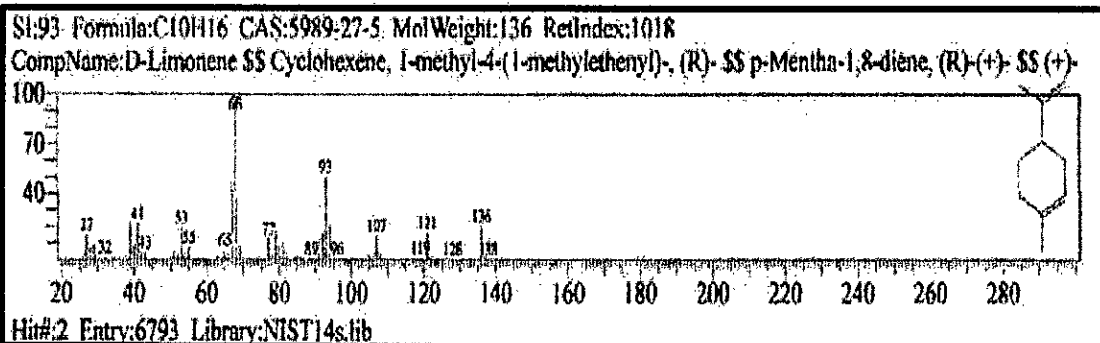
Figura 5.8: RESULTADOS DE COMPOSICION DE ACEITE ESENCIAL DE CEDRON

Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	2.546	38314	0.46	19774	1.10	Pentane, 3,3-dimethyl-
2	2.715	67846	0.82	36770	2.04	Hexene, 3-methyl-
3	2.972	367582	4.43	204178	11.34	Heptane
4	3.346	32643	0.39	17108	0.95	Cyclohexene, methyl-
5	4.369	203517	2.45	76908	4.27	Butanoic acid, 2-methyl-, methyl ester
6	12.039	250732	3.02	49819	2.77	alpha.-Pinene
7	16.231	533624	6.44	75235	4.18	Cyclohexene, 1-methylene-4-(1-methylether
8	24.753	2189829	26.41	203174	11.29	D-Limonene
9	25.052	773679	9.33	75717	4.21	Eucalyptol
10	41.596	231301	2.79	51862	2.88	Citronellal
11	46.582	1536618	18.53	411234	22.85	2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)-
12	48.047	1716179	20.70	474491	26.36	2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E)-
13	54.093	120227	1.45	35494	1.97	Caryophyllene
14	56.352	102251	1.23	29106	1.62	alpha.-Cubebene
15	56.903	127170	1.53	39007	2.17	Cyclohexene, 1-ethenyl-1-methyl-2-(1-methi
		8291512	100.00	1799877	100.00	

Fuente: LABORATORIO LABICER - Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Ingeniería.

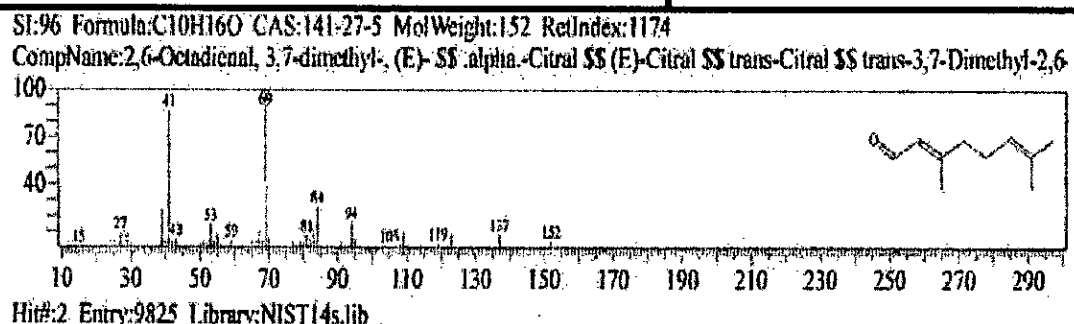
Figura 5.9: ESPECTRO DE IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES MAYORITARIOS VOLÁTILES DEL ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN

COMPUESTO: D-LIMONENE

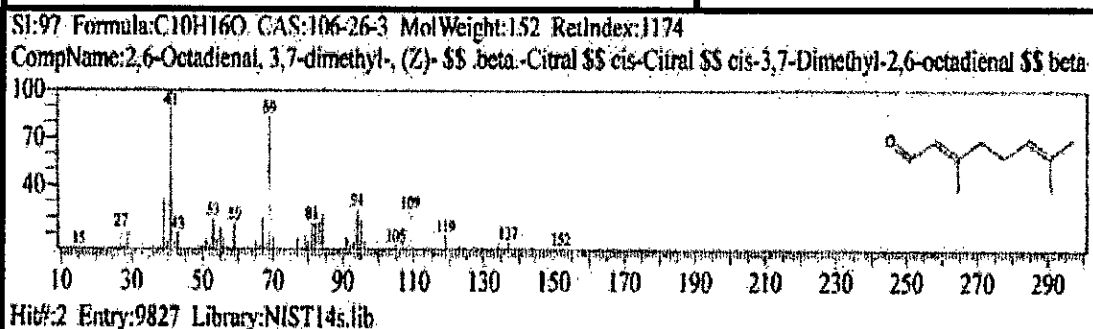


Fuente: LABORATORIO LABICER - Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Ingeniería.

COMPUESTO: CITRAL



COMPUESTO: GERANIAL



VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

6.1 Contrastación de hipótesis con los resultados.

Respecto a hipótesis general:

Según los resultados se cumple con la hipótesis de que se logró obtener los análisis cromatográficos del aceite esencial del cedrón (a diferente masa y tamaño de partícula), los resultados del análisis obtenidos en el laboratorio LABICER de la Universidad Nacional del Callao fueron: Se encontró 15 componentes volátiles en la muestra de aceite esencial siendo los componentes mayoritarios: D-Limonene (26.41%); Geranial: 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (E) (20,70%) y Neral 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (Z) (18,53%); (Siendo el citral = Geranial + Neral = 39.23%).

6.2 Comparación de los resultados obtenidos con los resultados de otras tesis.

Se revisó la tesis de los siguientes antecedentes de estudio:

✓ **“Extracción De Aceite Esencial Por Fluidos Supercríticos Y Arrastre Con Vapor De Cedrón (Aloysia Triphylla) En La Región Arequipa” Jessica Thatiuska García Jara (2017)**

Se estudió la extracción y caracterización del aceite esencial de cedrón (*Aloysia triphylla*) utilizando dos métodos de extracción; fluidos supercríticos y por arrastre con vapor, buscando la mejor

calidad de sus constituyentes. Se logró identificar 36 compuestos que representan el 100%, el principal componente mayoritario es el Citronellal (27.30%) seguido del Geranial (17.72%), Neral (15.91%), Citronellol (8.96%) y el Limoneno (6.29%)

✓ **“Caracterización fitoquímica del cedrón (*Aloysia citrodora* Paláu, Verbenáceas) en Argentina para su normalización”, Paola Di Leo Lira, 2016**, se utilizó el método de extracción por hidrodestilación mediante una trampa tipo Clevenger, se determinó la composición química por cromatografía de gases acoplado a detector de masas (GC-MS) de las 135 muestras de AEC. Siendo el resultado de los análisis: limoneno 5-30%, neral 14-27%, geranial 17-36%, arcurcumeno mayor a 1%. Marcadores negativos: 1,8-cineol menor a 1%, 6-metil-5hepten-2-ona menor a 3.5%, citronelal menor a 0.5%, α -tuyona + β -tuyona menor a 0.5%.

✓ **“Estudio Comparativo De La Composición Química Y Evaluación De La Actividad Antioxidante Del Aceite Esencial De *Aloysia Triphylla* (L’Her) Britton, Cultivada En Tres Regiones De Colombia”, Olga Liliana Díaz Fajardo (2007)**

Se estudiaron los metabolitos secundarios volátiles de la especie *Aloysia triphylla*, recolectada en tres regiones de Colombia, a saber: Rionegro (Antioquia), Rosal (Cundinamarca) y Bolívar (Santander),

con el fin de evaluar el efecto del estado de desarrollo y lugar de procedencia de la planta, sobre la composición química del aceite. Los AE fueron obtenidos mediante la hidrodestilación asistida por la radiación con microondas (MWHD) y analizados por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS). El compuesto principal encontrado en todos los aceites, fueron el geranial (17-25%), neral (14-20%) y limoneno (6-10%), seguidos por sesquiterpenos oxigenados como el espatulenol (4-10%) y óxido de cariofileno (2-7%), variando en proporción de acuerdo con su lugar de origen. El aceite esencial de *Aloysia triphylla*, presentó una baja capacidad antioxidante en comparación con sustancias estándar, como la vitamina E, BHA y BHT.

Tomando como fuente los antecedentes mencionados anteriormente líneas arriba, se concluye el siguiente cuadro comparativo descrito líneas abajo, cuadro N° 6.1

Cuadro 6.1: COMPARACIÓN DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS OBTENIDOS CON LOS RESULTADOS DE OTRAS TESIS

COMPONENTES	CEDRÓN TARMA	CEDRÓN AREQUIPA	CEDRÓN ARGENTINA	CEDRÓN COLOMBIA
D-LIMONENE	26.41	5.78	5 - 30	6 - 10
2,6- OCTADIENAL,3,7- DIMETYHL-(E) GERANIAL	20.7	18.1	17 - 36	17 - 25
2,6- OCTADIENAL,3,7- DIMETYHL-(Z) NERAL	18.53	14.62	14 - 27	14 - 20
EUCALYPTOL	9.33	-	-	-
ALPHA-PINENE	3.02	0.11	-	-
CITRONELLAL	2.79	25.68	-	-
CARYOPHYLLENE	1.45	1.74	-	-

VII. CONCLUSIONES

- a) Se encontró 15 componentes volátiles en la muestra de aceite esencial siendo los componentes mayoritarios: D-Limonene (26.41%), 2,6-octadien/al, 3,7-dimethyl (E) (Geranial) (20,70%) y 2,6-octadienal, 3,7-dimethyl (Z) (Neral) (18,53%); (Citral es Geranial + Neral igual a 39.23%)
- b) Se determinó que el porcentaje de humedad de la muestra fresca es 69,49%, y el %Humedad de la muestra seca es 9.11%, se observó que el tamaño de hoja del cedrón es de 5cm aproximadamente y la forma de la hoja lanceoladas, con el margen liso o muy finamente aserrado y un peciolo de color verde claro.
- c) Se determinó que el acondicionamiento óptimo de la materia prima es de 1 Kg de hojas de cedrón y tamaño de partícula de 1/4 hoja de cedrón.
- d) Se determinó que las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón son:
- a. Densidad (20°C) = 0.8705 g/ml
 - b. Índice de refracción (20°C) = 1.4852
 - c. Índice de yodo = 1.08 g yodo absorbido/100 g de
1. muestra
 - d. Índice de acidez = 0.95 mg koh/g aceite

- e) Se concluyó en esta investigación que el rendimiento del aceite esencial de cedrón depende del acondicionamiento de la materia prima, el cual nos dio como resultado un valor de 0.305%.

VIII. RECOMENDACIONES

- a) Debemos tener en cuenta que no se debe realizar un secado muy exhaustivo, ya que podemos ocasionar pérdida de componentes volátiles importantes en la composición del aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*).

- b) Realizar un estudio de factibilidad económica y de escalamiento industrial para la extracción de aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*).

- c) Extender el estudio de la determinación de los componentes mayoritarios mediante la destilación por arrastre por vapor del aceite esencial del cedrón mediante un fraccionamiento simultáneo para separar sus componentes mayoritarios y ser utilizados para diferentes industrias.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. JESSICA THATIUSKA GARCÍA JARA. **Extracción De Aceite Esencial Por Fluidos Supercríticos Y Arrastre Con Vapor De Cedrón (Aloysia Triphylla) En La Región Arequipa.** Tesis de pregrado. Arequipa. Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa. 2017
2. OLGA LILIANA DÍAZ FAJARDO. **Estudio Comparativo De La Composición Química Y Evaluación De La Actividad Antioxidante Del Aceite Esencial De Aloysia Triphylla (L'Her) Britton, Cultivada En Tres Regiones De Colombia.** Tesis de pregrado. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 2007
3. PAOLA DI LEO LIRA. **Caracterización fotoquímica del cedrón (Aloysia citrodora Paláu, Verbenáceas) en Argentina para su normalización.** Tesis doctoral. Buenos Aires. Universidad de Buenos Aires. 2016
4. ROCÍO TERESITA GARCÍA. **Obtención de aceite esencial de citronela (Cymbopogonwinterianus) extraído por arrastre con vapor a escala piloto: estudio de la influencia de variables en el rendimiento y la calidad del aceite.** Tesis de maestría. Resistencia. Universidad Tecnológica Nacional. 2014

5. **EVERT LEONIDAS AQUINO CRUZADO. Efecto de la presión de vapor y tiempo de extracción en el rendimiento y características fisicoquímicas de aceite esencial de cedrón (*aloesia triphylla*). Tesis de pregrado. Trujillo. Universidad Nacional de Trujillo. 2012**

6. **VERONICA VARGAS CORRALES . Elaboración de té aromático a base de plantas cedrón (*aloesiacitrodora*) y toronjil (*mellisaofficinalis*) procesado con stevia (*steviarebaudiana bertonii*) endulzante natural, utilizando el método de deshidratación. Tesis de pregrado. Latacunga. Universidad Técnica de Cotopaxi. 2012**

7. **MARÍA CAROLINA FLORES GUTIÉRREZ. Investigación de los aceites esenciales, sus características y finalidad de uso. análisis del estado de su regulación en Chile y el mundo. Tesis de pregrado. Santiago de Chile. Universidad de Chile. 2010.**

8. **CASTAÑEDA, M.L. Estudio de la composición química y la actividad biológica de los aceites esenciales de diez plantas aromáticas colombianas. Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander. 2007.**

9. CELIS, C.N. **Estudio comparativo de la composición y actividad biológica de los aceites esenciales extraídos de Lippia alba, Lippia organoides y Phyla (Lippia) dulcis, especies de la familia Verbenaceae.** Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander. 2007.
10. CHUN, S.S.; VATTEM. D.A.; LIN, Y.T.; SHETTY, K. **Phenolic antioxidants from clonal oregano (Origanum Vulgare) with antimicrobial activity against Helicobacter pylori.** *Process Biochem.* Volumen 40: 809 –816. 2005.
11. DOMINGUEZ, X.A. **Métodos investigación fitoquímica.** México D.F. Ed. Limusa. 1988.
12. ESQUIVEL, F.A.; VARGAS, P. **Uso de aceites esenciales extraídos por medio de fluidos supercríticos para la elaboración de alimentos funcionales.** *Technol.* Volumen 20: 41:50. Marzo 2007.
13. FERNÁNDEZ, Juan. **Extracción convencional de oleorresina de pimentón dulce y picante I.** Universidad Politécnica de Cartagena (UPCT). Departamento de Ingeniería de Alimentos y Equipamiento Agrícola. Cartagena. 2007.
14. LECONA, S; LOARCA, F.G.; ARCILA, C; DIAZ, C; OCAMPO, R. **Nutraceutical potential of Mexican oregano (Lippia Graveolens K.)** *IFT Annual Meeting.* Volumen 14E-28. 2003.

15. "Desarrollo de un sistema de extracción de aceites esenciales"
Diego Orlando Paredes y Fabián Danilo Quinatoa (2010).
16. ROCHA, N.E.; GALLEGOS, J.A.; GONZALEZ, R.F.; RAMOS, M.; RODRIGUEZ, M.E.; REYNOSO, R.; ROCHA, A.; ROQUE, M.R. **Antioxidant effect of oregano (*Lippia berlandieri* v. *Shauer*) essential oil and mother liquors.** *Food Chem.* Volumen 102: 330-335. 2007.
17. SANCHEZ, F.J. **Extracción de Aceites Esenciales.** Experiencia Colombiana. II Congreso Internacional de plantas medicinales y Aromáticas. Universidad Nacional de Colombia, Sede Palmira. 2006.
18. TOLOSA, L; CAÑIZARES, E. **Obtención, Caracterización Y Evaluación De La Actividad Antimicrobiana De Extractos De Propóleos De Campeche.** *Ars Pharmaceutica*, Volumen 43:1-2; 187 204, 2002.
19. PEREDO LUNA, PALOU GARCÍA y LÓPEZ MALO. **Aceites esenciales:** métodos de extracción. Disponible en:
[http://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) artículo web. Consultada el 20 de diciembre del 2017.

20. **INACAL. Normas Técnicas Peruanas.** Disponible en:
<https://www.inacal.gob.pe/principal/categoria/ntp>. Consultada el 18 de diciembre del 2017.
21. **JUAN ROJAS, OLGA PALACIOS y SERGIO RONCEROS. EFECTO DEL ACEITE ESENCIAL DE ALOYSIA TRIPHYLLA BRITTON (CEDRÓN) SOBRE EL TRYPANOSOMA CRUZI EN RATONES.** Rev Peru Med Exp Salud Publica. 2012;29(1):61-68. Febrero 2012
22. **TUS PLANTAS MEDICINALES. CEDRON.** Disponible en:
<http://www.tusplantasmedicinales.com/cedron-y-su-caracteristico-perfume-citrico>. artículo web. Consultada el 15 de noviembre del 2017.
23. **WIKIPEDIA ACEITE ESENCIAL.** Disponible en:
https://es.wikipedia.org/wiki/Aceite_esencial. artículo web.
Consultada el 15 de octubre del 2017.
24. **WIKIPEDIA. ALOYSIA CITRIODORA.** Disponible en:
https://es.wikipedia.org/wiki/Aloysia_citriodora. artículo web.
Consultada el 15 de octubre del 2017.

X. ANEXO

10.1 MATRIZ DE CONSISTENCIA.- “DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES MAYORITARIOS DEL ACEITE ESENCIAL DEL CEDRÓN (ALOYSIA TRIPHYLLA) MEDIANTE DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR”

PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPÓTESIS GENERAL	VARIABLE DEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	METODO
¿Cuáles son los componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón mediante destilación por arrastre con vapor?	Determinar los componentes mayoritarios del aceite de cedrón mediante destilación por arrastre de vapor.	Los componentes mayoritarios del aceite de cedrón mediante destilación por arrastre con vapor son el citral y el limoneno.	(Y) Componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón mediante destilación por arrastre con vapor	-Cantidad de aceite esencial de cedrón obtenido. -Análisis cromatográfico.	- ml. de cada muestra obtenida por cada Kg de cedrón. - %	-Extracción por arrastre de vapor -Cromatografía de gases
SUB – PROBLEMA	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	HIPÓTESIS ESPECÍFICAS	VARIABLE INDEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
a) ¿Qué características físicas presenta la hoja del cedrón?	a) Caracterizar las propiedades físicas de la hoja del cedrón (aloesia triphylla)	a) Las características físicas del cedrón son humedad y tamaño y forma de la hoja del cedrón	(X ₁) Características físicas del cedrón (aloesia triphylla)	- Humedad -Tamaño y forma de la hoja de cedrón	- %H - cm	-Determinación de humedad -Revisión de publicaciones.
b) ¿Cuál es el acondicionamiento de la materia prima para la obtención de los componentes mayoritarios del aceite esencial del cedrón (aloesia triphylla)?	b) Evaluar el acondicionamiento de la materia prima, para la obtención de los componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón (aloesia triphylla)	b)El acondicionamiento de la materia prima, para la obtención de los componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón es cantidad de cedrón (g) y tamaño de partícula (cm).	(X ₂) Acondicionamiento de la materia prima	-Masa de cedrón -Tamaño de partícula	- g -cm	-Experimental
c) ¿Cuáles son las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón?	c) Determinar las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón	c) Las características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón son densidad, índice de refracción, índice de yodo e índice de acidez.	(X ₃) Características fisicoquímicas del aceite esencial de cedrón	-Densidad. -Índice de refracción. -Índice de yodo. -Índice de acidez.	- g/ml - nD -g yodo/100g muestra -mg KOH/g muestra	-NTP-ISO 279 -NTP-ISO-280 -NTP-ISO-3961 2012 -NTP-319.085.1974

Relación de Variables $Y = f(X_1, X_2, X_3)$

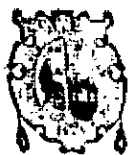
Y = Componentes mayoritarios del aceite esencial de cedrón mediante destilación por arrastre con vapor.

X₁ = Características físicas del cedrón.

X₂ = Acondicionamiento de la materia prima

X₃ = Características fisicoquímicas del aceite esencial del cedrón

10.2 CONSTANCIA DE LA POSICIÓN TAXONÓMICA DEL CEDRÓN



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



"Año de la Consolidación del Mar de Grau"

CONSTANCIA N° 45-USM-2016

LA JEFA DEL HERBARIO SAN MARCOS (USM) DEL MUSEO DE HISTORIA NATURAL, DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS, DEJÁ CONSTANCIA QUE:

La muestra vegetal (planta completa), recibida de **María BARDALES HUAMAN**, estudiante de la Universidad Nacional del Callao, ha sido estudiada y clasificada como: ***Aloysia triphylla*** (L'Hér) Britton.; y tiene la siguiente posición taxonómica, según el Sistema de Clasificación de Cronquist (1981):

DIVISION: MAGNOLIOPHYTA

CLASE: MAGNOLIOPSIDA

SUB CLASE: ASTERIDAE

ORDEN: LAMIALES

FAMILIA: LAMIACEAE

GENERO: *Aloysia*

ESPECIE: *Aloysia triphylla* (L'Hér) Britton

Nombre vulgar: "Cedrón".
Determinado por: Mag. Hamilton Beltrán S.

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

Fecha, 13 de abril de 2016




Dra. HAYDEE NONTOYA TERREROS
JEFA DEL HERBARIO SAN MARCOS (USM)

10.3 Determinación de la Densidad por el método del picnómetro

Llenar el picnómetro con agua destilada hasta muy cerca del borde, colocar el tapón dejando que entre sin apretar, debe salir líquido por la parte superior del tapón, presionar el tapón sin tocar la parte superior para ajustarlo. Secar perfectamente el picnómetro cuidando de no dejar pelos o fibras pegadas, por la parte superior se pasará un paño ligeramente húmedo una sola vez para evitar retirar humedad por capilaridad. Pesar el picnómetro lleno de agua destilada. La diferencia será la masa de agua destilada.

$$\text{Densidad aceite} = \frac{\text{masa aceite}}{\text{Volumen aceite}}$$

$$\text{Densidad agua} = 1\text{gr/ml} \Rightarrow \text{Masa agua} = \text{Volumen agua} = \text{Volumen picnómetro}$$

$$\text{Masa agua} = (\text{Masa picnómetro} + \text{agua}) - \text{Masa picnómetro}$$

$$\text{Masa picnómetro} = 20.567 \text{ gr}$$

$$\text{Volumen aceite} = \text{Volumen picnómetro} = \text{Volumen del agua} = 25.104$$

$$\text{Masa aceite} = (\text{Masa aceite} + \text{picnómetro}) - \text{Masa picnómetro}$$

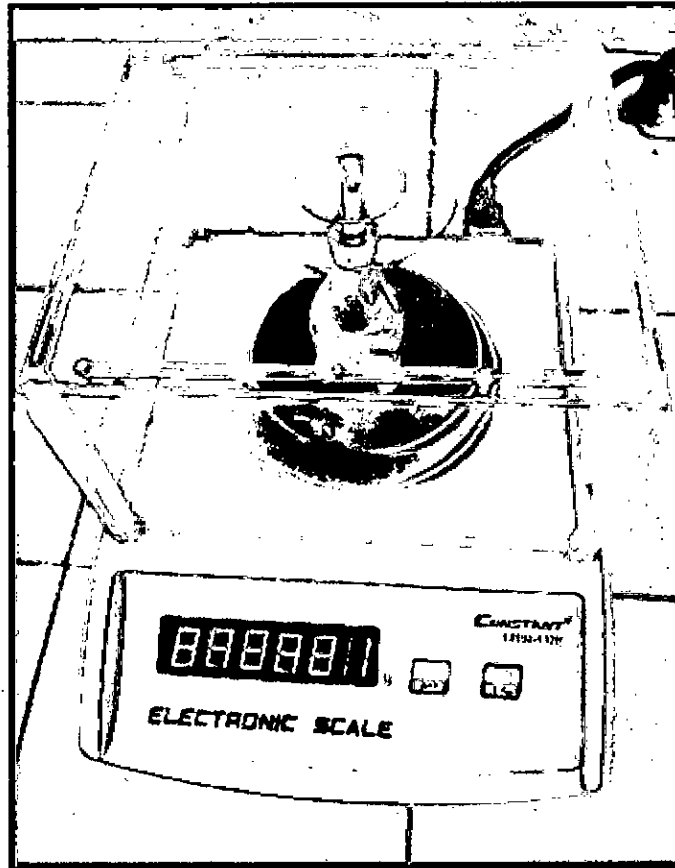
$$= 42.421 - 20.567$$

$$\text{Masa aceite} = 21.854$$

$$\text{Densidad aceite} = \frac{21.854}{25.104}$$

$$\text{Densidad aceite} = 0.8705\text{g/ml}$$

Figura 10.1: DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD POR EL MÉTODO DEL PICNÓMETRO



10.4 Determinación del rendimiento de extracción de aceite esencial de cedrón

Se calculó el rendimiento de extracción de aceite esencial de cedrón utilizando la siguiente fórmula:

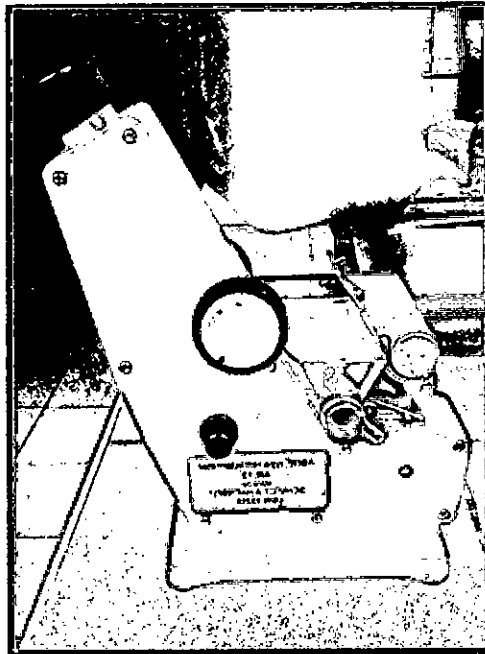
$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Cantidad de aceite esencial obtenido (ml)}}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

10.5 Determinación del índice de refracción (nd)

NORMA TÉCNICA PERUANA NTP-ISO 280 2011 (revisada el 2016)

Colocar la muestra de ensayo, preparada de acuerdo con el apartado en el refractómetro. Esperar hasta que la temperatura sea estable y hacer las mediciones.

Figura 10.2: REFRACTÓMETRO ABBE



Fuente: Laboratorio de fisicoquímica de la FIQ

10.6 Informe técnico: Caracterización fisicoquímica del aceite esencial de cedrón



UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA
FACULTAD DE CIENCIAS
LABICER (Laboratorio N° 12)
ANÁLISIS QUÍMICO, CONSULTORÍA E INVESTIGACIÓN

LABICER

INFORME TÉCNICO N° 1718 - 17 - LAB. 12


1. DATOS DEL SOLICITANTE
 - 1.1 NOMBRE DEL SOLICITANTE : MARÍA BARDALES HUAMÁN
 - 1.2 DNI : 41304315
2. CRONOGRAMA DE FECHAS
 - 2.1 FECHA DE RECEPCIÓN : 20 / 11 / 2017
 - 2.2 FECHA DE ENSAYO : 24 / 11 / 2017
 - 2.3 FECHA DE EMISIÓN : 27 / 11 / 2017
3. ANÁLISIS SOLICITADO : ANÁLISIS DE ACEITE ESENCIAL DE "CEDRÓN"
4. DATOS REFERENCIALES DE LA MUESTRA SEGÚN SOLICITANTE
 - 4.1 IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA : 01 MUESTRA DE ACEITE ESENCIAL DE CEDRÓN
5. LUGAR DE RECEPCIÓN : LABORATORIO LABICER - FACULTAD DE CIENCIAS
6. CONDICIONES AMBIENTALES : Temperatura: 22.5 °C; Humedad relativa: 59%
7. EQUIPOS UTILIZADOS
CROMATÓGRAFO DE GASES. SHIMADZU, GC-2010 Plus.
AUTOMUESTREADOR. SHIMADZU, AOC-8000.
Detector de espectrometría de masas: SHIMADZU, GCMS-QP210 Ultra.
COLUMNA GC: RESTEK, RTX-5MS, 30m x 0.25 mm ID x 0.25 µm df. Serial: 1346249.

8. RESULTADOS

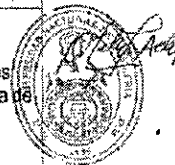
8.1. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS

ANÁLISIS	RESULTADOS	MÉTODO DE REFERENCIA
Índice de acidez, (mg KOH/g aceite)	1.08	NTP 319.085
Índice de yodo, (mg KOH/g aceite)	0.95	NTP 319.085

8.2. ANÁLISIS CUALITATIVO (COMPONENTES ORGÁNICOS VOLÁTILES DE ACEITES ESENCIALES)

MUESTRA	COMPONENTE PRINCIPAL	MÉTODO DE REFERENCIA
	<i>Análisis de Componentes Volátiles - Inyección por Headspace (HS)</i>	
Aceite esencial de cedrón	 Componente mayoritario: D-Limonene (26.41%)	Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas

**Ver en Anexos (Tabla N°1) la lista de compuestos de la muestra, obtenido por el software del equipo GCMSolution de SHIMADZU utilizando la librería NIST.*



9. OBSERVACIONES

Se encontraron 15 componentes volátiles en la muestra de aceite esencial siendo los componentes mayoritarios: D-Limonene (26.41%), 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl (E) (20.70%) y 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl (Z) (18.53%).

10. VALIDEZ DEL INFORME TÉCNICO

Los resultados de este Informe técnico son válido solo para la muestra proporcionada por el solicitante del servicio en las condiciones indicadas del presente informe técnico.

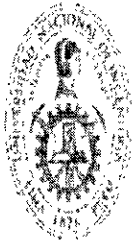

Bach. Jesús Utano Reyes
Analista
LABICER - UNI



MSc. Otilia Acha de la Cruz
Responsable de Análisis
Jefa de laboratorio
CQP 202

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

10.7 Boleta de venta del análisis del análisis cromatográfico



UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA UNI
 Oficina Central de Economía y Finanzas
 UNIDAD DE TESORERÍA
 DOMICILIO FISCAL:
 Av. Túpac Amaru N° 210 - Rimac - Lima - Lima
 TELF: 482-5072

R.U.C.: 20169004359

BOLETA DE VENTA
 ELECTRÓNICA

N° B004 - 00036060

SEÑORES) :	RARDALES HUAMAN MARIA	FECHA EMISIÓN :	2017-11-22
DN :	41304316	TIPO MONEDA :	SOLES
PRESUPUESTO :	SS LABORATORIO DE QUIMICA INORGANICA	MEDIO PAGO :	Efectivo
DEPENDENCIA :	CIENCIAS LAB DE INVESTIGACION Y CERTIFICACIONES (LABICER)		

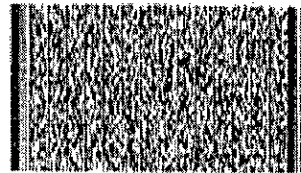
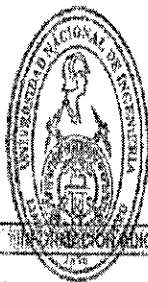
ITEM	CANT.	PARTIDA	DESCRIPCION	UNIDAD MEDIDA	PRECIO UNITARIO	VALOR UNITARIO	VALOR DE VENTA
1	1.00	13392302	ANALISIS LABORATORIO - FACULTAD	UNI	576.27	576.27	576.27

OP. GRAVADAS	OP. IMPECAS	OP. EXONERADAS	ANTICIPOS	IGV 18%	TOTAL A PAGAR
576.27	0.00	0.00	0.00	103.73	680.00

SON: SEISCIENTOS OCHENTA CON 00/100 SOLES

Incorporado al Régimen de Agentes de Retención de IGV (R.S. 135-2012) a partir del 01/11/2002

NOTA:



Representación impresa de la Boleta de Venta Electrónica
 Podrá ser consultado en <http://www.ucef.uni.edu.pe/webComprobantes>
 Autorizado mediante Resolución de Intendencia N° 0320050000852/SUNAT

ELABORADO POR: rchavez

10.8 Norma Técnica determinación del Índice de Yodo

**NORMA TÉCNICA
PERUANA**

**NTP-ISO 3961
2012**

Comisión de Normalización y de Vinculación de Normas Esenciales en Armonización-ENOVEN
Calle de La Florida 106, San Diego Centro, A11, Apartado 143 Lima, Perú

GRASAS Y ACEITES ANIMALES Y VEGETALES. Determinación del índice de yodo

ANIMALS AND VEGETABLES FATS AND OILS. Determination of iodine value

ISO/TC 34/SC 10/1:2009 Animals and vegetable fats and oils - Determination of iodine value

**2012-02-10
1ª Edición**

ISO 3961:2012, CEN-EN ISO 3961, Publicado el 2012-02-10

Prohibida su reproducción en su totalidad

ISO 3961:2012 (E)

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descripciones: Grasa, aceites, animal, vegetal, índice de yodo, índice, yodo

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

ÍNDICE

	página
ÍNDICE	i
PREFACTO	ii
1. ALCANCE	1
2. REFERENCIAS NORMATIVAS	1
3. TÉRMINOS Y DEFINICIONES	2
4. PRINCIPIO	2
5. REACTIVOS	2
6. APARATOS	3
7. MUESTREO	4
8. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE ENSAYO	4
9. PROCEDIMIENTO	4
10. EXPRESIÓN DE RESULTADOS	6
11. PRECISIÓN	7
12. INFORME DE ENSAYO	8
ANEXO A	9
BIBLIOGRAFÍA	11

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

PREFACIO

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización de Cacao y chocolate, mediante el sistema 3 o de Adopción, durante los meses de setiembre a octubre de 2011, utilizando como antecedente a la Norma ISO 3961:2009 *Animals and vegetable fats and oils - Determination of iodine value*.

A.2 El Comité Técnico de Normalización de Cacao y chocolate presentó a la Comisión de Normalización y de Fiscalización de Bazarros Comerciales no Aranceles (CNB), con fecha 2011-10-18, el NTP-ISO 3961:2011, para su revisión y aprobación, siendo sometido a la etapa de Diferencia Pública el 2011-11-29. No habiéndose presentado observaciones fue oficializado como **NTP-ISO 3961:2012 GRASAS Y ACEITES ANIMALES Y VEGETALES. Determinación del índice de yodo**, 1ª Edición, el 18 de febrero de 2012.

A.3 Esta Norma Técnica Peruana es una adopción de la ISO 3961:2009 y reemplaza a la NTP 208.035:2005 **PRODUCTOS DE CACAO. Manteca de cacao. Determinación del índice de yodo**. La presente Norma Técnica Peruana presenta cambios editoriales referidos principalmente a terminología empleada propia del idioma español y ha sido estructurada de acuerdo a las Guías Peruanas GP 001:1995 y GP 002:1995.

B. INSTITUCIONES QUE PARTICIPARON EN LA ELABORACIÓN DE LA NORMA TÉCNICA PERUANA

Secretaría	Comité de Industrias de la Sociedad Nacional de Industrias
Presidencia	Eduardo Montañez Urrutia - Cámara Peruana del Café y Cacao
Secretaría	Lupe Ojeda Solís

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

ENTIDAD	REPRESENTANTE
Industrias Alimenticias Cuzco	Gladya Taborda Chacón
Nestlé Perú S.A.	Ernesto Chávez Burgos
Asociación Peruana de Productores de Cacao	Zaira Suavedra Gómez
Cámara Peruana del Café y Cacao	Lourdes Córdova Maya
Ministerio de la Producción	Martha Gutiérrez Arriola
Fábrica de chocolates La Ibérica S.A.	Juan Viduarriaga Zimmermann
Compañía Nacional de Chocolates de Perú S.A.	María del Pilar Houssemann
NEGUSA CORP. S.A.	Giselle Herón Ferrero
Ministerio de Agricultura - Dirección General de Promoción Agraria	Carmen Rosa Chávez Hurtado Magno Meyhuay Mones
Romero Trading S.A.	Juan Carlos Ubillus
INASSA	Gina Centales Huaylla Fiorella Kobushigawa Villanada
CERPER S.A.	Esther Terrones
Comisión Nacional para el Desarrollo y Vida sin Drogas- DEVIDA	Carlos González Herrera
Universidad Nacional Agraria La Molina	Gabriela Chire Fajardo

---oooOooo---

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

iii

GRASAS Y ACEITES ANIMALES Y VEGETALES. Determinación del índice de yodo

1. ALCANCE

Esta Norma Técnica Peruana establece el método de referencia para determinar el índice de yodo en grasas y aceites animales y vegetales, de aquí en adelante denominados como grasas.

El Anexo A describe el método para el cálculo del índice de yodo de la data composicional de ácidos grasos. Este método no se aplica para aceites de pescado.

NOTA: El método en el Anexo A está basado en la Práctica Recomendada AOAC 94.05¹⁾

2. REFERENCIAS NORMATIVAS

Los siguientes documentos normativos son indispensables para la aplicación de esta norma. Para referencias fechadas, sólo la edición citada aplica. Para referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento normativo (incluyendo cualquier enmienda).

ISO 661	Grasas y aceites animales y vegetales - Preparación de la muestra de ensayo
ISO 3696	Agua para uso analítico de laboratorio - Especificación y métodos de ensayo

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

1. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Para las propiedades de esta Norma Técnica Peruana, se aplica la siguiente definición:

3.1 Índice de yodo (I_Y): Masa del hidrogeno, expresado como yodo, absorbido por la porción de ensayo ligada por procedimientos especificados, dividida por la masa de porción de ensayo.

NOTA: el índice de yodo es expresado en gramos por 100 g de masa.

4. PRINCIPIO

Se lleva en la liberación de una porción de ensayo en un solvente y la adición del reactivo de Wigg. Después de un tiempo especificado, se adiciona yodo de potasio y agua, y se trata el yodo liberado con una solución de tiosulfato de sodio.

NOTA: El ensayo se describe un método para el cálculo del índice de yodo de la data correspondiente de arriba girar. Sin embargo, caso no permite un método rápido, el método de dos resultados de un procedimiento analítico. El método volumétrico es el método preferido.

5. REACTIVOS

Se utilizan únicamente reactivos de grado analítico reconocido, y agua que cumple con el grado 3 de la ISO 3696.

ADVERTENCIA: Se debe tener en cuenta las regulaciones que especifican el manejo de sustancias peligrosas. Deben tomarse medidas de seguridad técnica, organizacional y personal.

5.1 Yoduro de potasio (KI), solución, concentración de masa, (KI) = 100 g/L que no contenga yodo o libre de yodo.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

5.2 **Solución de almidón:** Mezclar 5 g de almidón soluble en 30 ml de agua y adicionar a 1000 ml de agua hirviendo. Hervir por 3 minutos y dejar enfriar. Preparar solución de almidón todos los días.

5.3 **Tiosulfato de sodio:** Solución patrón volumétrica, cantidad de sustancia concentrada, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$, estandarizado como máximo 7 días antes de usar.

5.4 **Solvente:** Preparado por la mezcla de un volumen de ciclohexano y un volumen de ácido acético glacial (50 ml + 50 ml).

5.5 **Reactivo de Wijs** que contiene yoduro de mercurio en ácido acético.

La proporción I/Cl del reactivo de Wijs deberá estar dentro de los límites $1,10 \pm 0,1$.

Puede utilizarse el reactivo de Wijs disponible comercialmente, se debe tener en cuenta el tiempo de vida útil del mismo.

6. APARATOS

Aparatos comunes de laboratorio y en particular los siguientes:

6.1 **Cuchara de vidrio para pesar,** adecuado para la porción de ensayo y para ser insertado en los matraces (6.2).

6.2 **Matraces cónicos,** de 300 ml de capacidad, con tapones de vidrio esmerilados y completamente secos.

6.3 **Balanza analítica,** capacidad de pesada con una precisión de $\pm 0,001 \text{ g}$.

6.4 **Fisla,** capacidad de 1 000 ml, ISO 1042²²¹ clase A

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

6.5 Pipeta, capacidad de 25 ml, automática o ISO 648^[1] clase A equipada con una bombilla de succión.

7. MUESTREO

Es importante que el laboratorio reciba una muestra verdaderamente representativa y que no haya sido dañada o modificada durante el transporte o almacenamiento.

El muestreo no es parte del método especificado en esta NTP. Un método de muestreo recomendado está dado en la ISO 5555^[1].

8. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE ENSAYO

Preparar la muestra de acuerdo con la ISO 661.

9. PROCEDIMIENTO

9.1 Porción de ensayo y preparación de la solución en blanco

9.1.1 De acuerdo al índice de yodo esperado para la muestra, pesar con aproximación de 0,001 g, en una cuchara de vidrio para pesar (0,1), la masa de la porción de ensayo indicada en la Tabla 1.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Tabla 1 - Masa de la porción de ensayo

Índice de yodo esperado I_2 (g/100g)	Masa de la porción de ensayo (g)	Volumen del solvente (ml)
$I_2 < 1.5$	15.00	25
$1.5 \leq I_2 < 2.5$	10.00	25
$2.5 \leq I_2 < 5$	5.00	20
$5 \leq I_2 < 20$	1.00	20
$20 \leq I_2 < 50$	0.40	20
$50 \leq W_1 < 100$	0.20	20
$100 \leq W_1 < 150$	0.13	20
$150 \leq W_1 < 200$	0.10	20

NOTA: La porción de ensayo será tal que habrá un exceso del reactivo de Wijs entre 50 % y 60 % de la cantidad añadida, por ejemplo 100 % a 150 % de la cantidad absorbida.

9.2 Determinación

9.2.1 Colocar la cuchara de vidrio para pesar conteniendo la porción de ensayo en el matraz de 500 ml (6.2) y añadir el volumen del solvente (3.4) indicado en la Tabla 1. Añadir 25 ml del reactivo de Wijs (3.5) con la pipeta (6.5). Insertar el tapón, darle vueltas al contenido y colocar el matraz a oscuras.

NOTA: La oscuridad incrementa en el oscurar.

CUIDADO: No pipetear con la boca el reactivo de Wijs.

9.2.2 Preparar un blanco con el solvente y el reactivo como en 9.2.1 pero omitiendo la porción de ensayo.

9.2.3 Para muestras que contienen un índice de yodo por debajo de 150, dejar los matraces en la oscuridad por una hora.

Para muestras que contienen un índice de yodo sobre 150 y para productos polimerizados y aceites con ácidos grasos conjugados (como aceite de tung y aceite de cañar deshidratado) y cualquier aceite que contenga otros ácidos grasos (tales como algunos grados de aceites de cañar hidrogenados) y productos oxidados de una extensión considerable, dejar los matraces por 02 horas en la oscuridad.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

9.2.4 Al finalizar el tiempo de reacción (9.2.3) añadir 20 ml de yoduro de potasio (5.1) y 150 ml de agua.

Titular con solución estándar de tiosulfato de sodio (5.3) hasta que el color amarillo debido al yodo azul haya desaparecido. Añadir unas pocas gotas de solución de almidón (5.2) y continuar la titulación hasta que el color azul casi desaparezca después de una vigorosa agitación. Registrar el volumen, V_2 , de la solución de tiosulfato de sodio requerida para alcanzar el punto final. Notar que la determinación potenciométrica del punto final es permisible.

9.2.5 Simultáneamente realizar la determinación usando la solución en blanco (9.2.2). En la determinación en blanco, en 9.2.4, registrar el volumen de solución de tiosulfato de sodio requerido para alcanzar el punto final como V_1 .

10. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El índice de yodo, W_i , expresado en gramos por 100 g de grasa, está dado por la ecuación:

$$W_i = \frac{12,69 \times c (V_1 - V_2)}{m}$$

Donde:

c : es el valor numérico de la concentración de la solución de tiosulfato de sodio (5.3) en moles por litro;

V_1 : es el valor numérico del volumen, en mililitros, de solución de tiosulfato usado para la prueba del blanco;

V_2 : es el valor numérico del volumen, en mililitros de la solución de tiosulfato de sodio usado para la determinación;

m : es el valor numérico de la masa, de la porción de ensayo, en gramos.

El redondeo de los resultados se indica en la Tabla 2.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

TABLA 2 - Redondeo de los resultados
Valores en gramos por 100 g

W_f g/100g	Redondeo a
$W_f < 20$	0.1
$20 \leq W_f < 60$	0.5
$W_f \geq 60$	1

11. PRECISIÓN

11.1 General

Los valores dados pueden no ser aplicables a los rangos de concentración y matrices distintas de las citadas.

11.2 Repetibilidad (r)

La diferencia absoluta entre dos resultados de ensayos simples independientes, obtenida usando el mismo método con material de ensayo idéntico, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo, dentro de un corto intervalo de tiempo, no deberá ser mayor del valor r , indicado en la Tabla 3.

11.3 Reproducibilidad (R)

La diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo simple independientes, obtenida usando el mismo método en muestras idénticas en diferentes laboratorios con diferentes operadores, usando diferentes equipos, no deberá ser mayor que el valor de R indicado en la Tabla 3.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

TABLA 3 - Límites de repetibilidad y reproducibilidad

M_i (g/100 g)	Límite de repetibilidad r	Límite de reproducibilidad R
$M_i < 20$	0,2	0,7
$20 \leq M_i < 50$	1,3	3,0
$50 \leq M_i < 100$	2,0	3,0
$100 < M_i < 135$	3,5	5,0

12. INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo especificará al menos la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra;
- b) el método de acuerdo con el cual se efectúa el muestreo, si se conoce;
- c) el método usado con referencia a esta NTP;
- d) todos los detalles de operación no especificados en esta NTP o referidos como opcional, conjuntamente con detalles de cualquier incidente que pueda haber influenciado en los resultados del ensayo.
- e) los resultados de los ensayos obtenidos; o, si la repetibilidad ha sido verificada, remarcar el resultado final obtenido.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

ANEXO A
(INFORMATIVO)

ÍNDICE DE YODO CALCULADO

A.1 General

Este anexo describe un método para calcular el índice de yodo de aceites comestibles directamente de la composición de ácidos grasos determinada por cromatografía de gases de ésteres de metil de ácidos grasos. Es aplicable a triglicéridos y ácidos grasos libres y sus productos hidrogenados. Para aceites con un contenido insaponificable mayor a 0,5 % (ejemplo aceite de pescado), el cálculo tiende a producir subestimaciones, y por lo tanto no es aplicable.

IMPORTANTE: Si bien este procedimiento brinda un índice de yodo, no pretende ser un método rápido. El método da dos resultados de un análisis.

A.2 Procedimiento

A.2.1 Determinar la composición de ácidos grasos del aceite o mezcla de ácidos grasos.

A.2.2 Calcular el índice de yodo para grupos de componentes como se describe en los apartados A.2.2.1 y A.2.2.2.

NOTA: Los cálculos tienden a producir subestimaciones para materiales con bajo índice de yodo.

A.2.2.1 Triglicéridos

El índice de yodo para triglicéridos, $n_{1,1}$, está dado por:

$$n_{1,1} = (w_{16,1} \times 0,950) + (w_{18,1} \times 0,860) + (w_{20,1} \times 1,732) + (w_{22,1} \times 2,616) + (w_{24,1} \times 0,785) + (w_{26,1} \times 0,723)$$

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

A.2.2.2 Ácidos grasos libres

El índice de yodo para ácidos grasos libres, w_{I_2} , está dado por:

$$w_{I_2} = (w_{16:1} \times 0,9076) + (w_{18:1} \times 0,8986) + (w_{20:1} \times 1,010) + (w_{22:1} \times 1,121) + (w_{24:1} \times 0,9150) + (w_{26:1} \times 0,7497)$$

donde:

$w_{16:1}$ es la fracción de masa en porcentaje del ácido hexadecanoico

$w_{18:1}$ es la fracción de masa en porcentaje del ácido octadecanoico

$w_{20:1}$ es la fracción de masa en porcentaje del ácido eicosenoico

$w_{22:1}$ es la fracción de masa en porcentaje del ácido behénico

$w_{24:1}$ es la fracción de masa en porcentaje del ácido lignocárico

$w_{26:1}$ es la fracción de masa en porcentaje del ácido heicosárico

Los subíndices, en el formato n_1/n_{22} denota el número de átomos de carbono en la molécula, n_1 , seguido por el número de dobles enlaces, n_{22} .

El índice de yodo calculado basado en la determinación de ácidos grasos por cromatografía de gases (CG) de materiales lipídicos no triglicéridos, como ésteres parciales de glicerol, ésteres parciales de sorbitol/ sorbitan/ isosorbitide, ésteres parciales de polihexaetileno sorbitol/ sorbitan/ isosorbitide o glicerol, brinda el índice de yodo calculado solo de los ácidos grasos unidos para preparar los ésteres parciales. Para obtener el índice de yodo actual de los ésteres parciales con diluyentes puros de ácidos no grasos, el método índice de yodo que emplea reactivo clorado Wijs debería ser usado. El índice de yodo de ésteres parciales mediante el método de Wijs es más bajo que aquellos que se obtienen por cromatografía de gases debido a los efectos de la dilución con el poliol.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO 648, Material de vidrio para laboratorio - Pipetas de un solo volumen
- [2] ISO 1042, Material de vidrio para laboratorio - Fioles con una marca
- [3] ISO 5555, Grasas y aceites animales y vegetales - Muestreo
- [4] AOCS Prácticas recomendadas Ccl 1c-85, Índice de yodo calculado por cromatografía líquida de gases.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

10.9 Norma Técnica Determinación Del Índice De Refracción

**NORMA TÉCNICA
PERUANA**

**NTP-ISO 280
2011 (revisada el 2016)**

Dirección de Normatización - INACAL
Calle Las Cerechas 815, San Isidro (Lima 27)

Lima Perú

Aceites esenciales. Determinación del índice de refracción

ESSENTIAL OILS. Determination of refractive index.

(EQV. ISO 280:1998 Essential oils -- Determination of refractive index)

2016-07-18

1ª Edición

R.D. N° 015/2016-INACAL/IN. Publicada el 2016-07-22

Precio basado en 06 páginas

I.C.S.: 71.100.60

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descripción: Aceite esencial, aceite, índice, refracción

© ISO 1998 - © INACAL 2016

© ISO 1998

Todos los derechos son reservados. A menos que se especifique lo contrario, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por cualquier medio, electrónico o mecánico, incluyendo fotocopia o publicándolo en el Internet o intranet, sin permiso por escrito del INACAL, único representante de la ISO en territorio peruano.

© INACAL 2016

Todos los derechos son reservados. A menos que se especifique lo contrario, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por cualquier medio, electrónico o mecánico, incluyendo fotocopia o publicándolo en el Internet o intranet, sin permiso por escrito del INACAL.

INACAL

Calle Las Camelias 815, San Isidro

Lima - Perú

Tel.: +51 1 640.8820

administracion@inacal.gob.pe

www.inacal.gob.pe

© ISO 1998 - © INACAL 2016 - Todos los derechos son reservados

ÍNDICE

	página
INDICE	ii
PRÓLOGO (de revisión 2016)	iii
PRÓLOGO	iv
1 ALCANCE	1
2 REFERENCIAS NORMATIVAS	1
3 TÉRMINO Y DEFINICIÓN	1
4 PRINCIPIO	2
5 REACTIVOS	2
6 EQUIPOS	3
7 MUESTREO	3
8 PROCEDIMIENTO	4
9 DETERMINACIÓN	4
10 CÁLCULO	5
11 REPETIBILIDAD	5
12 INFORME DE ENSAYO	5
13 ANTECEDENTES	6

PRÓLOGO
(de revisión 2016)

A.1 La Norma Técnica Peruana NTP-ISO 280:2011 **Aceites esenciales. Determinación del índice de refracción**, 1ª Edición, se incluyó en el programa de actualización de Normas Técnicas Peruanas que cumplieron 05 años de vigencia.

A.2 La NTP referida, aprobada mediante resolución N° 0035-2011/CNB-INDECOPI, al no contar con ningún Comité Técnico de Normalización activo, fue revisada y puesta a consulta pública. No recibió observaciones por parte de los representantes de los sectores involucrados: producción, consumo y técnica.

A.3 La Dirección de Normalización (DN), procedió a mantener su vigencia, previa revisión final, aprobando la versión revisada el 18 de julio de 2016.

NOTA: Cabe resaltar que la revisión de la presente NTP se ha realizado con el objetivo de determinar su vigencia, más no su actualización.

A.4 Los métodos de ensayo y de muestreo cambian periódicamente con el avance de la técnica. Por lo cual, recomendamos consultar en el Centro de Información y Documentación del INACAL, la vigencia de los métodos de ensayo y de muestreo citados en esta NTP.

A.5 La presente Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP-ISO 280:2011 **ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de refracción**, 1ª Edición.

PRÓLOGO

A RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización de Tecnología Química, Subcomité de Accesos esenciales mediante el Sistema I o de Adopción, durante los meses de enero a mayo de 2011, utilizando como antecedente a la norma ISO 280:1998 Essential oils Determination of refractive index.

A.2 El Comité Técnico de Normalización de Tecnología Química, presente a la Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales No Arancelarias -CNB-, con fecha 2011-06-01, el PNTP-ISO 280:2011, para su revisión y aprobación, siendo sometido a la etapa de Discusión Pública el 2011-07-28. No habiéndose presentado observaciones fue oficializado como Norma Técnica Peruana NTP-ISO 280 ACCESOS ESSENCIALES, Determinación del índice de refracción, 2ª Edición, el 16 de diciembre de 2011.

A.3 Esta Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 319.075:1974 ACCESOS ESSENCIALES, Determinación del índice de refracción y es una adaptación de la ISO 280:1998. La presente Norma Técnica Peruana presenta cambios editoriales referidos principalmente a terminología empleada propia del idioma español y ha sido estructurada de acuerdo a las Guías Peruanas GP 001:1995 y GP 002:1995.

B INSTITUCIONES QUE PARTICIPARON EN LA ELABORACION DE LA NORMA TÉCNICA PERUANA

SECRETARÍA	Colégio de Químicos del Perú
SECRETARÍA CTN	Benny Chung Tong
PRESIDENTE SCTN	Fernando Anaya
SECRETARÍA SCTN	Raúl del Pilar Tavera

ENTIDAD	REPRESENTANTE
Universidad Peruana Cayetano Heredia	Gilma Fernandez Graciela Untiveros
Colegio de Químicos del Perú	Gloria Eva Tomás
Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L.	Luis Area
Plantex S.A.C.	Rossana Passoni
SENSORIA	María del Pilar Chávez
Esencias Químicas S.A.C.	Miguel Sarría A.
DIGEMID	Betty Vadillo

---0000000---

Acetres esenciales. Determinación del índice de refracción

1 ALCANCE

Esta Norma Técnica Peruana especifica un método para la determinación del índice de refracción de acetres esenciales.

2 REFERENCIAS NOMINATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Técnica Peruana. Las ediciones indicadas están en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda Norma esta sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones recientes de las normas citadas seguidamente. El Organismo Peruano de Normalización posee, en todo momento, la información de las Normas Técnicas Peruanas en vigencia.

Norma Técnica Internacional

ISO 356

Acetres esenciales - Preparación de muestras de prueba

3 TÉRMINO Y DEFINICIÓN

Para fines de esta Norma Técnica Peruana, se aplica el siguiente término y definición.

3.1

índice de refracción, n_D

Es la relación entre el seno del ángulo de incidencia y el seno del ángulo de refracción, cuando un rayo de luz de longitudes de onda definidas pasa desde el aire hacia el aceite esencial conservado a temperatura constante.

NOTA: La longitud de onda específica es 589,3 nm ± 0,3 nm que corresponde a las líneas D₁ y D₂ del espectro del sodio.

4 PRINCIPIO

De acuerdo al tipo de instrumento utilizado, ya sea por medida directa del ángulo de refracción o que el límite de reflexión total sea observado, siendo mantenido el aceite bajo condiciones de isotermia y transparencia.

5 REACTIVOS

5.1 Productos estándar, de grado refractométrico, para ajustar el refractómetro, como agua:

5.1.1 Agua destilada de índice de refracción 1,333 0 a 20 °C.

5.1.2 *p*-Climeno de índice de refracción 1,490 0 a 20 °C.

5.1.3 Benzilbenzoato de índice de refracción 1,568 5 a 20 °C.

5.1.4 1-Bromonafalina de índice de refracción 1,658 5 a 20 °C.

6 EQUIPOS

6.1 **Refractómetro** que permite lecturas directas de índices de refracción entre 1,300 0 y 1,700 0 a realizarse con una exactitud de $\pm 0,000 2$.

6.2 **Termostato o equipo para conservar la temperatura** que asegure la circulación de agua, a través del refractómetro, manteniendo así el instrumento a temperatura de referencia dentro de $\pm 0,2$ °C.

6.3 **Fuente de luz, luz de sodio.**

NOTA: La luz natural difusa o luz de una lámpara eléctrica puede usarse para refractómetros equipados con un compensador acromático.

6.4 **Placa de vidrio (opcional)** de índice de refracción conocido.

7 MUESTREO

Es importante que el laboratorio reciba una muestra representativa que no haya sido dañada o modificada durante el transporte o almacenamiento.

El muestreo no constituye una parte del método especificado en esta Norma Técnica Peruana. Un método de muestreo recomendado se proporciona en la Norma ISO 212¹.

¹ NTP-ISO 212 ACEITES ESENCIALES. Muestreo

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Preparación de la muestra de ensayo

Preparar la muestra de ensayo, de acuerdo con la ISO 356. Llevar la muestra de ensayo a la temperatura en la que se harán las mediciones.

8.2 Regulación del refractómetro

8.2.1 Regular el refractómetro (6.1) midiendo el índice de refracción de los productos estándares descritos en los apartados 5.1.1 a 5.1.4.

NOTA: Algunos instrumentos pueden ajustarse por medio de una placa de vidrio (6.4), de acuerdo con las indicaciones proporcionadas por el fabricante del instrumento.

8.2.2 Verificar que el refractómetro (6.1) se conserve a la temperatura en la que se harán las lecturas.

Esta temperatura no difiera de la temperatura de referencia por más de $\pm 0.2^\circ\text{C}$ durante el ensayo.

La temperatura de referencia es 20°C , excepto para aquellos aceites que no son líquidos a esta temperatura, en cuyo caso se usará una temperatura de 25°C ó 30°C , dependiendo del punto de fusión de esos aceites oscuros.

9 DETERMINACIÓN

Colocar la muestra de ensayo, preparada de acuerdo con el apartado 8.1, en el refractómetro. Esperar hasta que la temperatura sea estable y hacer las mediciones.

10 CALCULO

El índice de refracción n'_0 , a la temperatura especificada t , está dado por la ecuación:

$$n'_0 = n''_0 + 0,0004(t' - t)$$

donde:

n''_0 es la lectura tomada a la temperatura de trabajo, t' en la que fue realizada verdaderamente la determinación.

Expresar el resultado con 4 decimales.

11 REPETIBILIDAD

La diferencia absoluta entre 2 resultados independientes obtenidos de pruebas individuales usando el mismo método en un aceite esencial idéntico, en el mismo laboratorio y realizados por el mismo operador usando el mismo equipo con un intervalo como de tiempo, no será en más del 5 % de casos, mayor a $\pm 0,0002$.

12 INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo contendrá la siguiente información:

- Todos los detalles necesarios para la identificación completa del producto;
- El método de muestreo usado, si es conocido;
- El método de ensayo usado con referencia a esta Norma Técnica Peruana;

- Todos los detalles operativos, no especificados en esta Norma Técnica Peruana, o considerados opcionales, junto con detalles de todos los incidentes que pueden haber influenciado el resultado del ensayo;
- Los resultados obtenidos del ensayo;
- Si se ha verificado la repetibilidad, el resultado final obtenido.

13 ANTECEDENTES

13.1	ISO 280:1998	Essential oils – Determination of refractive index
13.2	NTP 319.075:1974	ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de refracción

10.10 Norma Técnica Determinación De La Densidad

**NORMA TÉCNICA
PERUANA**

**NTP-ISO 279
2011 (revisada el 2016)**

Dirección de Normalización - INACAL
Calle Las Carmelitas 815, San Isidro (Lima 27)

Lima Perú

Aceites esenciales. Determinación de la densidad relativa a 20 °C . Método de referencia

ESSENTIAL OILS. Determination of relative density at 20 °C . Reference method

(EQUIV. ISO 279:1998 Essential oils -- Determination of relative density at 20 °C -- Reference method)

**2016-07-18
1ª Edición**

R.D. N° 015-2016-INACAL/DN. Publicada el 2016.07.22

Precio basado en 67 páginas

I.C.S.: 71.109.99

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descriptor: Aceite esencial, aceites, densidad relativa, densidad, método, referencia

© ISO 1995 . © INACAL 2016

© ISO 1998

Todos los derechos son reservados. A menos que se especifique lo contrario, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por cualquier medio, electrónico o mecánico, incluyendo fotocopia o publicándolo en el Internet o intranet, sin permiso por escrito del INACAL, único representante de la ISO en territorio peruano.

© INACAL 2016

Todos los derechos son reservados. A menos que se especifique lo contrario, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por cualquier medio, electrónico o mecánico, incluyendo fotocopia o publicándolo en el Internet o intranet, sin permiso por escrito del INACAL.

INACAL

Calle Las Camelias 815, San Isidro

Lima - Perú

Tel: +51 1 650-8830

administracion@inacal.gob.pe

www.inacal.gob.pe

© ISO 1998 - © INACAL 2016 - Todos los derechos son reservados

ÍNDICE

	página
ÍNDICE	ii
PRÓLOGO (de revisión 2016)	iii
PREFACIO	iv
1 ALCANCE	1
2 REFERENCIAS NORMATIVAS	1
3 TÉRMINOS Y DEFINICIONES	1
4 PRINCIPIO	2
5 REACTIVOS	2
6 APARATOS	2
7 MUESTREO	3
8 ESPECIAL	3
9 PROCEDIMIENTO	4
10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS	5
11 INFORME DEL ENSAYO	5
12 ANTECEDENTES	6
BIBLIOGRAFÍA	7

PROLOGO
(de revisión 2016)

A.1 La Norma Técnica Peruviana NTP-ISO 279:2011 Aceites esenciales. Determinación de la densidad relativa a 20 °C. Método de referencia. 1ª Edición, se incluyó en el programa de actualización de Normas Técnicas Peruanas que cumplieron 05 años de vigencia.

A.2 La NTP referida, aprobada mediante resolución Normatización activa, fue revisada y puesta a consulta pública. No recibió observaciones por parte de los representantes de los sectores involucrados: producción, consumo y técnico.

A.3 La Dirección de Normalización (DN), procedió a mantener su vigencia, previa revisión final, aprobado la versión revisada el 18 de julio de 2016.

NOTA: Cabe señalar que la revisión de la norma NTP se ha realizado con el objetivo de determinar su vigencia, que no su actualización.

A.4 Los incluidos de ensayo y de muestreo cambian periódicamente con el avance de la técnica. Por lo cual, recomendamos consultar en el Centro de Información y Documentación del INACAL, la vigencia de los métodos de ensayo y de muestreo citados en esta NTP.

A.5 La presente Norma Técnica Peruviana reemplaza a la NTP-ISO 279:2011 Aceites Esenciales. Determinación de la densidad relativa a 20 °C. Método de referencia. 1ª Edición.

PREFACIO

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización de Tecnología química, Subcomité de Aceites esenciales mediante el Sistema I o de Adopción, durante los meses de enero a mayo de 2011, utilizando como antecedente a la norma ISO 279:1998 Essential oils –Determination of relative density at 20 °C – Reference method.

A.2 El Comité Técnico de Normalización de Tecnología química, presentó a la Comisión de Normalización y de Fiscalización de Bienes Comerciales No Arancelarias -CNB-, con fecha 2011-06-01, el PNTP-ISO 279:2011, para su revisión y aprobación, siendo sometido a la etapa de Discusión Pública el 2011-07-28. No habiéndose presentado observaciones fue oficializado como Norma Técnica Peruana NTP-ISO 279:2011 ACEITES ESENCIALES. Determinación de la densidad relativa a 20 °C . Método de referencia. 1ª Edición, el 16 de setiembre de 2011.

A.3 Esta Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 319081:1974 ACEITES ESENCIALES. Determinación de la densidad y de la densidad relativa y es una adopción de la ISO 279:1998. La presente Norma Técnica Peruana presenta cambios editoriales referidos principalmente a la terminología empleada propia del idioma español y ha sido estructurada de acuerdo a las Guías Peruanas GP 001:1995 y GP 002:1995.

B. INSTITUCIONES QUE PARTICIPARON EN LA ELABORACIÓN DE LA NORMA TÉCNICA PERUANA

SECRETARÍA	Colegio de Químicos del Perú
SECRETARIA CTN	Betty Chung Tong
PRESIDENTE SCTN	Fernando Anaya
SECRETARIA SCTN	Rocio del Pilar Tavera

ENTIDAD	REPRESENTANTE
Universidad Peruana Cayetano Heredia	Gilma Fernandez Graciela Univeros
Colegio de Químicos del Perú	Gloria Eva Tomás
Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L.	Luis Arca
Plantex S.A.C.	Rosana Passoni
SENSORIA	María del Pilar Chavez
Esencias Químicas S.A.C.	Miguel Sarria A.
DIGEMID	Betty Vodillo

—oooOooo—

Aceites esenciales. Determinación de la densidad relativa a 20 °C . Método de referencia

1 ALCANCE

La presente Norma Técnica Peruana especifica el método de referencia para la determinación de la densidad relativa de aceites esenciales a 20 °C .

NOTA: Si es necesario realizar el ensayo a una temperatura diferente como consecuencia de la naturaleza del aceite esencial, se debe mencionar la temperatura en la Norma Técnica apropiada al aceite esencial en cuestión. La corrección promedio en la región de 20 °C es de 0,000 7 a 0,000 8 por grado Celsius.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Técnica Peruana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda Norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones recientes de las normas citadas seguidamente. El Organismo Peruano de Normalización posee, en todo momento, la información de las Normas Técnicas Peruanas en vigencia.

Norma Técnica Internacional

ISO 356 Aceites esenciales - Preparación de muestras de prueba

3 TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Para efectos de la presente Norma Técnica Peruana se aplican los siguientes términos y definiciones:

3.1

Densidad relativa a 20 °C

Es la relación entre la masa de un volumen dado de aceite a 20 °C y la masa de un volumen igual de agua destilada a 20 °C .

NOTA: Esta cantidad es adimensional y su símbolo es d_{20}^{20} .

3.2

Densidad absoluta a 20 °C de un aceite esencial

Es la relación entre la masa de un volumen dado de aceite a 20 °C al mismo volumen.

NOTA: Esta cantidad se expresa en gramos por mililitro.

4 PRINCIPIO

Volumenes iguales de aceite esencial y agua, a 20 °C, son pesados sucesivamente en un picnómetro.

5 REACTIVOS

Agua destilada, recién hervida y posteriormente enfriada a aproximadamente 20 °C .

6 APARATOS

Aparatos de uso común en laboratorio y los siguientes.

6.1 Picnómetro de vidrio, de una capacidad nominal mínima de 5 ml.

NOTA 1: Existen instrumentos automáticos disponibles en el mercado para una medida exacta de la densidad relativa. Dichos instrumentos pueden ser utilizados para controles de rutina, pero en caso de dudar del resultado de medición es el método picnométrico.

NOTA 2: Los picnómetros apropiados son descritos en la norma ISO 3507 [2].

6.2 Baño maría, capaz de mantenerse a $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.3 Termómetro estandarizado, graduado de $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $30\text{ }^{\circ}\text{C}$, con divisiones de $0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ó $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.4 Balanza analítica, exactitud de 0.001 g.

7. MUESTREO

Es importante que el laboratorio reciba una muestra representativa que no haya sido dañada o alterada durante el transporte o almacenamiento.

El muestreo no es parte del método descrito en la presente Norma Técnica Peruana. Un método de muestreo recomendado se da en la norma ISO 212 [1].

8. ESPECIAL

Preparar la muestra de ensayo de acuerdo a la norma ISO 356.

Proceda como se indica en 9.2, reemplazando el agua por la muestra de prueba preparada según lo especificado en el capítulo 8.

Vaciar el picnómetro, luego lavarlo y secarlo como se especifica en el apartado 9.1.

9.3 Pesado del aceite esencial

Cuando se alcanza el equilibrio de temperatura entre la cámara de la balanza y el picnómetro, considerando su tapón, realizar el pesado al 1 mg más cercano, con un trapo seco o papel de filtro.

Sumergir el picnómetro en baño maría (6.2). Después de 30 min, llenar con agua hasta la marca, en caso sea necesario, borrar el tapón, si lo hubiere, y secar el exterior como antes.

Llenar el picnómetro con agua destilada (5.1).

9.2 Pesado del agua destilada

Cuando se alcanza el equilibrio de temperatura entre la cámara de la balanza y el picnómetro, considerando su tapón, realizar el pesado con una precisión de 1 mg.

Limpiar cuidadosamente el picnómetro (6.1) y luego enjuagarlo, por ejemplo, con etanol y secarlo, luego secar el interior con una corriente de aire seco. De ser necesario, limpiar el exterior con un trapo seco o un papel de filtro.

9.1 Preparación del picnómetro

9 PROCEDIMIENTO

10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

La densidad relativa, d_{20}^{20} , se da por la siguiente ecuación:

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3}$$

donde:

- m_1 es la masa, en gramos, del picnómetro vacío determinado en el apartado 9.1.
- m_2 es la masa, en gramos, del picnómetro llenado con agua, determinado conforme al apartado 9.2.
- m_3 es la masa, en gramos, del picnómetro llenado con aceite esencial, determinado conforme al apartado 9.3.

Expresar el resultado con tres decimales.

NOTA 1: En la práctica, no se realiza ninguna corrección para el empuje ascendente debido al aire.

NOTA 2: Los instrumentos electrónicos con frecuencia registran niveles más exactos.

Si se requiere la densidad absoluta del aceite esencial, multiplicar el valor obtenido para la densidad relativa por la densidad absoluta del agua a 20 °C (por ejemplo 0,998 23 g/ml).

11 INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo indicará:

- el método utilizado;
- el resultado obtenido; y
- si se ha verificado la repetibilidad del resultado final obtenido.

También deberá indicar cualquier condición operativa no descrita en la presente Norma Técnica Peruana, o considerada como opcional, así como cualquier circunstancia que podría haber influenciado en los resultados.

El informe del ensayo deberá incluir todos los detalles necesarios para la identificación completa de la muestra.

12 ANTECEDENTES

- | | | |
|------|------------------|--|
| 12.1 | ISO 279:1998 | Essential oils – Determination of relative density at 20 °C – Reference method |
| 12.2 | NTP 319.081:1974 | ACEITES ESENCIALES. Determinación de la densidad y de la densidad relativa |

BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO 212. Essential oils – Sampling
- [2] ISO 3507. Laboratory glassware – Pycnometers

10.11 Norma Técnica Determinación De La Acidez

**NORMA TÉCNICA
PERUANA**

**NTP 319.085
1974 (revisada el 2016)**

Dirección de Normatización - INACAL
Calle Las Comedias 815, San Isidro (Lima 17)

Lima Perú

**ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de
acidez**

ESSENTIAL OILS. Determination of acidity index

2016-07-18
1ª Edición

R.D. N° 015-2016-INACAL/DN. Publicada el 2016-07-22

Precio basado en 04 páginas

I.C.S.: 71.100.00

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descripción: Aceite esencial, acidez, índice, acidez

© INACAL 2016

PROHIBIDA SU REPRODUCCION TOTAL O PARCIAL

© INACAL 2016

Todos los derechos son reservados. A menos que se especifique lo contrario, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por cualquier medio, electrónico o mecánico, incluyendo fotocopiar o publicarlo en el internet o intranet, sin permiso por escrito del INACAL.

INACAL

Calle Las Camelias 815, San Isidro
Lima - Perú
Tel.: +51 1 640-8820
administracion@inacal.gob.pe
www.inacal.gob.pe

© INACAL 2016 - Todos los derechos son reservados

PRÓLOGO
(de revisión 2016)

A.1 La Norma Técnica Peruana NTP 319.085:1974 (Revisada el 2011) **ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de acidez. 1ª Edición**, se incluyó en el programa de actualización de Normas Técnicas Peruanas que cumplieron 05 años de vigencia.

A.2 La NTP referida, aprobada mediante resolución N° 0030-2011/CNII-INDECOPI al no contar con ningún Comité Técnico de Normalización activa, fue revisada y puesta a consulta pública. No recibió observaciones por parte de los representantes de los sectores involucrados: producción, consumo y técnico.

A.3 La Dirección de Normalización (DN), prosigió a mantener su vigencia, previa revisión final, aprobando la versión revisada el 18 de julio de 2016.

NOTA: Cabe resaltar que la revisión de la presente NTP se ha realizado con el objetivo de determinar su vigencia, mas no su actualización.

A.4 Los métodos de ensayo y de muestreo cambian periódicamente con el avance de la técnica. Por lo cual, recomendamos consultar en el Centro de Información y Documentación del INACAL la vigencia de los métodos de ensayo y de muestreo citados en esta NTP.

A.5 La presente Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 319.085:1974 (Revisada el 2011) **ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de acidez. 1ª Edición**.

A. RESENA HISTORICA

A.1 La presente Norma Técnica Permana se encuentra dentro de la relación de normas incluidas en el Plan de Revisión y Actualización de Normas Técnicas Permanas, aprobadas durante la gestión del TTINTEC (período 1966-1992).

A.2 La NTP 319.085.1974 fue aprobada mediante resolución R.D. N° 113.74 TTINTEC/DG/DN del 24.12.20 y el Comité Técnico de Normalización de Tecnología Química, Subcomité Técnico de Normalización de Aceites Esenciales, la revisó acordando en su sesión del 2011-06-27, manuscrita vigente.

A.3 La Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales no Arancelarias -CNA-, aprueba, mantener vigente la presente norma, oficializada como NTP 319.085.1974 (Revisada el 2011) ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de acidez, al 08 de agosto de 2011.

NOTA: Cabe resaltar que la norma de la presente NTP se ha redactado con el objetivo de generar no vigencia, más no su aplicación.

A.4 La presente Norma Técnica Permana reemplaza a la NTP 319.085.1974 ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de acidez. Las Normas Técnicas Permanas que hacen fealdad sin efecto no figuran en la presente edición.

B. INSTITUCIONES MIEMBROS DEL CTN DE TECNOLOGIA QUIMICA - SUBCOMITE DE ACEITES ESENCIALES

Secretaría	Colegio de Químicos del Perú
Secretaría CTN	Benny Chung Tang
Secretaría SCTN	Rocío Tavera
Presidente SCTN	Fernando Araya

ENTIDAD	REPRESENTANTE
Flavorist Senior - Seminario	Maria del Pilar Chávez
Esencias Químicas S.A.C.	Miguel Sarrin Gustavo Salazar
Plantex S.A.C.	Paola Lazo
DIGEMID	Betty Vadillo
Universidad Peruana Cayetano Heredia	Gilma Fernandez Graciela Univeros
PUCP	Ana Pachar Eric Cosio
Colegio de Químicos del Perú	Gloria Torres
Alex Stewart (Assayeta) del Perú S.R.L.	Luz Reyes Karyn Lazo

—oooOooo—

PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de acidez

NORMAS A CONSULTAR

NTP 319.077	ACEITES ESENCIALES. Preparación de la muestra para análisis
NTP 319.079	ACEITES ESENCIALES. Extracción de muestras
NTP 319.088	ACEITES ESENCIALES. Determinación del índice de éster

1 OBJETO

1.1 La presente Norma Técnica Peruana establece el método de determinación del índice de acidez de los aceites esenciales.

1.2 Este método no es aplicable a aquellas aceites esenciales que contengan lactona en proporciones apreciables.

2 DEFINICIONES Y CLASIFICACIÓN

índice de acidez del aceite esencial (I.A.): Es la cantidad de miligramos de hidróxido de potasio, necesario para neutralizar los ácidos libres contenidos en 1 g de aceite esencial.

3 EXTRACCIÓN DE MUESTRAS

La toma de muestras se realizará según la NTP 319.079.

4 MÉTODOS DE ENSAYO

4.2 Preparación de la muestra

4.2.1 La muestra se prepara según la NTP 319.077.

4.2 Principio del método

4.2.1 Se basa en la neutralización de los ácidos libres por una solución alcohólica de hidróxido de potasio.

4.3 Aparatos

4.3.1 Bureta de 25 ml, con llave, graduada al 0,1.

4.3.2 Pipeta volumétrica de 5 ml.

4.3.3 Dispositivos de saponificación formada por un balón de vidrio resistente a los álcalis de 100 ml a 300 ml de capacidad, al cual se puede adaptar con miras a la determinación ulterior del índice de éster, un tubo de vidrio que sirva de refrigerante a reflujo, con una longitud no menor de 1 m y con aproximadamente 1 cm de diámetro interno.

4.4 Reactivos

4.4.1 **Etanol:** Solución al 95 % (V/V) a 20 °C rípidamente neutralizado con la solución de hidróxido de potasio (apartado 4.4.2) en presencia de fenolftaleína (apartado 4.4.3) o de rojo de fenol (apartado 4.4.4), cuando el aceite esencial posee componentes que contienen grupos fenólicos.

4.4.2 **Hidróxido de potasio:** Solución de aproximadamente 0,4 g (o de normalidad indicada en la Norma específica del aceite esencial) en etanol, controlada diariamente.

4.4.3 **Fenolftaleína:** Solución de 2 g por litro en etanol al 95 % (V/V).

4.4.4 **Rojo de Fenol:** Solución de 0,4 g por litro en etanol al 20 % (V/V).

4.5 Procedimiento

4.5.1 Una vez pesada la muestra, ésta se introduce en el dispositivo de saponificación.

4.5.2 Se agregan 5 ml de etanol (apartado 4.4.1), 5 gotas de fenolftaleína (apartado 4.4.3) (excepto en el caso de aceites esenciales fenólicos en los cuales es necesario usar 5 gotas de rojo de fenol (apartado 4.4.4)) y se neutraliza la solución con hidróxido de potasio (apartado 4.4.2) hasta la aparición de una coloración que persista por algunos segundos.

4.5.3 Eventualmente, se reserva el balón y su contenido para la determinación del índice de éster (véase NTP 319.088).

¹ Esta indicación será considerada en la Norma de dichos aceites esenciales.

4.6 Expresión de los Resultados

4.6.1 Ses:

P El peso, en gramos, de la muestra ensayada;

V el volumen, en mililitros, de hidróxido de potasio (apartado 3.4.2) utilizado**

El índice de acidez se encuentra por la siguiente fórmula y se expresa con un decimal.

$$\frac{5.61 \times V}{P}$$

4.7 Precisión de los resultados

4.7.1 Para que los resultados puedan ser válidos, la diferencia entre dos determinaciones consecutivas efectuadas por el mismo operador, no debe ser mayor de 0.2.

4.7.2 Si la diferencia entre los resultados obtenidos por dos laboratorios diferentes no excede en 0.5, los resultados se consideran como concordantes.

4.8 Informe

4.8.1 El informe del ensayo debe mencionar, además de los resultados, el método empleado, el modo de expresión de resultados, cualquier particularidad observada durante las determinaciones y cualquier detalle no señalado en esta Norma Técnica Peruana o considerada como opcional, pero que pueda haber influido sobre los resultados.

** Si el número de mililitros de hidróxido de potasio es inferior a 2 ml ó a 3 ml, se vuelve a repetir el ensayo sobre una cantidad mayor de muestra.