

TESIS DOCTORAL

ESTUDIOS EN ACEITES ESENCIALES ESPAÑOLES

ESENCIA DE ROMERO

Rafael Barranco Barranco

2/38
R. 18909

ESTUDIOS EN ACEITES ESENCIALES ESPAÑOLES
ESENCIA DE ROMERO

Por

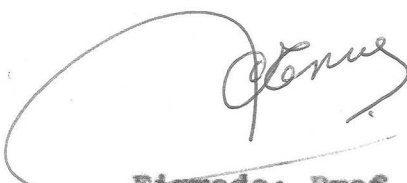
Rafael Barranco Barranco

BIBLIOTECA UNIVERSITARIA
GRANADA
N.º Documento 613415815
N.º Copia 15353722

Visado en Granada a 20 de
diciembre de 1968
EL DIRECTOR DE LA TESIS

Trabajo presentado para aspirar
al grado de DOCTOR EN CIENCIAS,
Sección de Químicas.

Granada, 15 de noviembre de 1968



Firmado: Prof. Dr.D. Je
sús Cabo Torres. Catedrá
tico de la Facultad de -
Farmacia de esta Univer-
sidad.



Firmado: Rafael Barranco Barranco. Licenciado en Ciencias. Secci
ción de Químicas.

Deseo expresar mi más profundo agradecimiento al Prof. Dr. J. Cabo Torres, director de este trabajo, por el constante aliento que me ha prestado y sin cuya continua y paciente ayuda no hubiera sido posible la realización del mismo.

Mi gratitud a mi compañero en la industria J. Carrasco Garcia.

Gracias muy especiales a Cristina Gomez por su incondicional ayuda.

Mi gratitud a la Facultad de Ciencias de la Universidad de Granada por ser la fuentes de mi formación humana y científica.

Mi agradecimiento también a la Dirección de Destilaciones Garcia de la Fuente, S.A. con cuya ayuda ha sido posible la realización de este trabajo.

A todos ellos mi más profunda gratitud.

A mis padres.

I N D I C E

	<u>Página</u>
I.- OBJETO DEL TRABAJO	1
II.- REVISION BIBLIOGRAFICA	5
II.1 Historia	5
II.2 Botánica	18
II.3 Distribución y Regiones	21
II.4 Recolección de las plantas	23
II.5 Destilación	27
II.6 Producción de Aceite Esencial	31
II.7 Propiedades Fisico-Químicas	32
II.8 Composición Química	33
III.- PARTE EXPERIMENTAL	37
III.1 Introducción	37
III.2 Métodos de Cálculo	40
III.3 Determinación cuantitativa de aceite esencial en planta seca	44
III.4 <u>Análisis Olfativo</u>	51
III.4.1 Método Experimental	53
III.4.2 Discusión General	55
III.5 <u>Densidad</u>	56
III.5.1 Método Experimental	62
III.5.2 Datos y discusión de resulta dos por regiones	64
III.5.3 Discusión general de resulta dos	83

	<u>Página</u>
III.6 <u>Rotación</u>	86
III.6.1 Método Experimental	90
III.6.2 Datos y discusión de resulta- dos por regiones	92
III.6.3 Discusión general de resulta- dos	112
III.7 <u>Refracción</u>	115
III.7.1 Método Experimental	119
III.7.2 Datos y discusión de resulta- dos por regiones	121
III.7.3 Discusión general de resulta- dos	141
III.8 <u>Solubilidad</u>	143
III.8.1 Método Experimental	146
III.8.2 Datos y discusión de resulta- dos por regiones	148
III.8.3 Discusión general de resulta- dos	169
III.9 <u>Esteres</u>	172
III.9.1 Método Experimental	177
III.9.2 Datos y discusión de resulta- dos por regiones	179
III.9.3 Discusión general de resulta- dos	200
III.10 <u>Alcoholes</u>	202
III.10.1 Método Experimental	212
III.10.2 Datos y discusión por regio- nes alc. libre	214

	<u>Página</u>
III.10.3 <u>Discusión general de resultados alc. libre</u>	234
III.10.4 <u>Datos y discusión por regiones alc. total</u>	237
III.10.5 <u>Discusión general resultados alc. total</u>	257
III.11 <u>Cineol</u>	260
III.11.1 <u>Método Experimental</u>	264
III.11.2 <u>Datos y discusión por regiones</u>	268
III.11.3 <u>Discusión general de resultados sobre Cineol</u>	277
III.12. <u>Análisis cromatografico en fase gaseosa</u>	280
III.12. 1 <u>Método Experimental</u>	285
III.12.2 <u>Cromatogramas</u>	289
III.12.3 <u>Discusión general</u>	290
IV.- <u>COMPARACION Y DISCUSION DE DATOS ANALITICOS</u>	294
V.- <u>CONCLUSIONES</u>	299
VI.- <u>BIBLIOGRAFIA</u>	306

I.- OBJETO DEL TRABAJO

1. OBJETO DEL TRABAJO

Existe muy poca bibliografía que trate de los aceites esenciales españoles. Aún en su escasez se encuentran grandes diferencias, lo que induce al estudioso a confusiones. De aquí que las Farmacopeas de los distintos países sean tan dispares.

La razón de que obras de importancia mundial, muy utilizadas por todos los químicos de aceites esenciales, como son: "The Essential Oils" de E. Guenther y "Die Atherischen Ole" de Gildemeister y Hoffmann, no concuerden y además estén lejos de la realidad; es porque en sus análisis han partido: o de muy pocas muestras, generalizando sobre unos casos aislados o muy particulares que no pueden ser extendidos al aceite español; o parten de muestras comerciales, no siempre genuinas, unas veces adulteradas adrede por los propios exportadores y otras provenientes de un lugar determinado que no corresponde en su composición a su propia región y aún menos al país completo.

A través de un estudio metódico de seis años de las regiones de Albacete, Granada, Murcia y Jaén-Ciudad Real, que son las de producción industrial, (las de otras provincias no las tenemos en cuenta por ser muestras de ensayo), y con gran número de muestras (370) totalmente genuinas, hemos llegado a determinar los límites verdaderos de las constantes del aceite esencial de romero en dichas regiones y las del romero español, que como se

puede ver comparándolas con la bibliografía actual las -
diferencias son acentuadas.

Además en los dos últimos años hemos determinado -
los límites del contenido de cineol en romero, que no -
existen en la bibliografía a excepción del trabajo de -
Gil Montero (37), que sólo dá un valor, sin descripción/
de método ni número de determinaciones.

Nuestro estudio, aunque es en particular del aceite
esencial de romero español, debido a que desempeña un im
portante papel dentro de la economía española y más sin-
gularmente sobre la balanza del comercio exterior con -
más de 50 millones de pesetas anuales, lo hemos planifi-
cado en forma sistemática, no para un aceite esencial da
do, sino para todos los existentes con las modificaciones
correspondientes para el análisis de los componentes de
cada uno,.

La razón del porqué hemos determinado el cineol sólo
en los dos últimos años de los seis de nuestro estudio,-
es la siguiente:

España era el principal país productor del aceite -
esencial de Romero, las producciones de otros países eran
pequeñas y su competencia en el mercado mundial no era -
importante, más en los últimos años han aumentado grande
mente su producción los países africanos, principalmente
Túnez, por lo cual la competencia con España se ha hecho
notar apreciablemente.

En la comparación de éste romero africano con el es
pañol, aparece una gran diferencia en el contenido de ci

neol, llegando aquél al 45% (35) del total, mientras que el español no alcanzaba más del 25% (37). Nosotros hemos querido comprobar este dato y hacer la comparación de las distintas regiones españolas entre sí. En ese momento no disponíamos de otras muestras más que del año 1965 y 1966, por tanto este estudio lo hemos efectuado basándonos en estos dos últimos años.

Como el aceite esencial de Romero tiene su principal uso en jabonería y en esto lo principal es la permanencia de los perfumes. (Existen unas tablas publicadas (23-b) de persistencia en las cuales aparece el cineol - en los menos persistentes), por ello aquella esencia que contenga mayor porcentaje de este producto será menos -- persistente.

Persistencia de olor en algunos productos de perfumería

(23-b)

	<u>Horas</u>		<u>Horas</u>
<u>Cineol</u>	<u>2</u>	Nerol	120
Salicilato Metilo ..	3	Ac.Es. Mejorana ...	120
Anetol	24	Geraniol	192
Alcohol n-octílico .	24	Formiato Geranilo .	216
<u>Borneol</u>	<u>48</u>	Patchouly	324
Terpineol	48	Sándalo	672
Acetato Bornilo	48	<u>Romero</u>	<u>1032</u>
Mentol	48	Arnica	5640
Nerolina	72	Cumarina	384

Los números referentes al período de tiempo, es la duración del olor característico de un producto dado, - impregnado en una tirita de papel y expuesta al aire hasta la "completa volatilización de dicho olor".

De aquí que el aceite esencial de romero español - tenga mayor persistencia que el africano y por ello sea más aceptado en el mercado mundial.

II.- REVISION BIBLIOGRAFICA

II.1. HISTORIA DE LOS ACEITES ESENCIALES

Hablar del desarrollo de la industria de los aceites esenciales, exige referirse al progreso de la perfumería y de la química orgánica y a su evolución al correr de los tiempos. No en vano la perfumería absorbe mayoritariamente la producción de aquella industria.

Y hablar del progreso de la perfumería significa referirse a la historia de las civilizaciones. Así expresada, esta afirmación parece excesivamente ambiciosa, pero la verdad es que la historia de las sociedades está también marcada por el uso de los perfumes a través de milenios, desde las supersticiones más primitivas, pasando por la austeridad de las religiones en la Edad Media, hasta nuestros días.

Las esencias (aromáticas), las especias y los ungüentos han sido unas veces la causa y otras el resultado de grandes descubrimientos geográficos y están en el origen de sangrientas batallas y afanes colonialistas. Las rutas de las especias permitieron abrir un Nuevo Mundo a la humanidad.

En principio, el uso de las esencias obedecía a motivos distintos de los actuales. Hace miles de años los perfumes se utilizaban en las ceremonias religiosas y estuvieron íntimamente relacionados con las artes medicinales. Aún perduran algunas de estas aplicaciones y en nuestras propias iglesias se sahuman los inciensos, así como ciertas plantas y ciertos aceites esenciales -

II.1. HISTORIA DE LOS ACEITES ESENCIALES

Hablar del desarrollo de la industria de los aceites esenciales, exige referirse al progreso de la perfumería y de la química orgánica y a su evolución al correr de los tiempos. No en vano la perfumería absorbe mayoritariamente la producción de aquella industria.

Y hablar del progreso de la perfumería significa referirse a la historia de las civilizaciones. Así expresada, esta afirmación parece excesivamente ambiciosa, pero la verdad es que la historia de las sociedades está también marcada por el uso de los perfumes a través de milenios, desde las supersticiones más primitivas, pasando por la austeridad de las religiones en la Edad Media, hasta nuestros días.

Las esencias (aromáticas), las especias y los ungüentos han sido unas veces la causa y otras el resultado de grandes descubrimientos geográficos y están en el origen de sangrientas batallas y afanes colonialistas. Las rutas de las especias permitieron abrir un Nuevo Mundo a la humanidad.

En principio, el uso de las esencias obedecía a motivos distintos de los actuales. Hace miles de años los perfumes se utilizaban en las ceremonias religiosas y estuvieron íntimamente relacionados con las artes medicinales. Aún perduran algunas de estas aplicaciones y en nuestras propias iglesias se sahuman los inciensos, así como ciertas plantas y ciertos aceites esenciales -

siguen teniendo cabida en las farmacopeas.

El sol sale por el Este. Así se simbolizó al Oriente como cuna de la civilización. También de Oriente --- arranca la historia de los aceites esenciales, especialmente en Egipto, Persia (81) y en la India (50). Sería sin embargo, en Occidente, como en tantos otros aspectos del progreso humano, donde, al correr de los tiempos, esta industria se desarrollaría y alcanzaría su plenitud. Si el pensamiento oriental prende la llama, la perseverancia y el esfuerzo de la técnica occidental la mantiene viva.

De aquellos lejanos tiempos sólo nos han llegado - datos muy vagos y confusos, además de escasos, sobre los métodos, objetivos, y resultados de la destilación. El historiador griego Herodoto (484-425 a.C.), mencionaba ya el aceite de trementina, fórmulas y métodos para su obtención. Más tarde, el naturalista romano Plinio (23-79) y su contemporáneo Dioscorides dan también parcial información sobre este aceite. Del último autor se aprecia todavía su tratado "De Materia Médica", que ejerció gran influencia en el campo médico por más de 1.500 años; en los capítulos 81, 82 y 83 del libro tercero, trata del género de las Libanotis. Las dos primeras plantas son umbelíferas y la tercera es la Libanotis coronaria, éste es el Romero. Dioscorides se expresa como sigue: "El Romero del que suelen hacer guirnaldas, llamado rosmarinus por los latinos, produce unos ramos sutiles y rodeados de ciertas hojas menudas, es-

pesas, luengas, delgadas, blancas por el envés, por la haz verdes y de muy grave olor".

Andrés de Laguna hace los siguientes comentarios a esta tercera especie: "Es el coronario Romero tan conocido y vulgar que, en muchas partes de Francia y España, calientan con él los hornos. Florece dos veces al año, por la primavera y el otoño. Tiene la flor azul y algún tanto descolorida, la cual, por gran excelencia, suele llamarse en las boticas, simplemente anthes, que significa flor. Su sahumerio sirve admirablemente a la tos, catarro y al romadizo; preserva la casa del aire corrupto y de la pestilencia. Comida su flor, conforta el cerebro, el corazón y el estómago".

El nombre latino de *rosmarinus*, se le creyó formado de *ros*, rocío, y *marinus*, marino; porque, siendo el romero una planta mediterránea, que no suele alejarse mucho de las costas se creía que venía a expresar precisamente éste fenómeno. Pero actualmente, existe gran inclinación a favor de otra interpretación según la cual, *ros* sería la misma voz griega *rhops*, que significa arbusto, y *marinus* derivaría de *myrinos*, es decir, aromático.

Los indicios de una cultura perfumista se dan en Chipre, isla que siempre fué rica en plantas aromáticas, y a la que los antiguos llamaban "la ciudad que huele bien". Ya Homero cantó la hermosa fragancia de la isla. Allí nace una escuela de perfumes que ha perdurado hasta nuestros días.

La perfumería era por aquellos entonces y fué por mucho tiempo un arte de brujería, en manos de alquimistas y de curanderos. Así sabemos de una fórmula manuscrita de un perfume de Chipre que data del siglo XIV y que es posiblemente la más antigua que se conoce. El perfume contenía Romero y Bergamota, junto con trocitos de cuero aromatizados con hojas de rosa y con partes del cuerpo de serpientes y de otros reptiles. Es obvia, pues, la influencia de los alquimistas en aquellas técnicas.

Hasta el comienzo de la Edad Media, e incluso después, el arte de la destilación se usó para la preparación de aguas destiladas, y consideraban el aceite como un subproducto y lo despreciaban.

La Edad Media conoció un activo comercio de aceites aromáticos y unguentos. Bien es verdad que estas materias no pueden ser consideradas como aceites esenciales ni que tampoco se obtenían mezclando estos últimos con grasas, sino tomando como base una grasa de fina calidad a la que se añadían flores, hojas, raíces, etc. - Estas mezclas se introducían luego en recipientes de vidrio que se exponían a la acción de los rayos solares - para, al final, separar el aceite aromático de los constituyentes sólidos. Según otros procedimientos, las flores se maceraban en vino antes de incorporar la grasa y el producto obtenido por solución era filtrado y después hervido hasta darle una consistencia pastosa.

Tenemos noticias de estas técnicas elementales gra

cias al "Grabadín", escrito de Joan Mesue, publicado - probablemente, hacia mediados del siglo XIII. Este libro tuvo amplia divulgación.

Dícese que fué un español, el físico catalán Arnaldo de Villanova (94) que probablemente vivió desde el año 1.235 hasta el 1.311, el primero que obtuvo la esencia de Romero en disolución alcohólica, hacia el año -- 1.300. En el libro de medicina llamado "Tesoro de Pobres" (pag. 145) el autor (bajo el nombre de Maese Julián) -- nos habla de una medicina "que es igual al bálsamo", y de la manera de prepararla, en los términos siguientes: "Dicen los maestros Avicena, Hipócrates, y Galeno, que si quieres hacer unguentos muy precisos para todos los males y llagas que sean en los cuerpos de los hombres, -- que tomes una redoma de vidrio y echas dentro el más fino aceite que hallares de olivas; y toma la flor del Romero, si la pudieses hallar, donde no, las hojas verdes, y échalas dentro de la redoma de esta manera: una parte de aceite, y las dos de las hojas o de la flor de Romero. Llena la redoma de esta manera hasta el cuello y -- ponla enterrada en el estiércol más caliente que hallares dentro de un establo y en lo más podrido que pueda haber, de manera que esté allí cuarenta días y cuarenta noches continuamente, sácalo y hallarás un unguento muy precioso y muy virtuoso y obtendrás maravillosas curas en cualquier dolor, por grave que sea. Y cuando lo pusieres a cocer, la redoma muy bien tapada con masa o -- con cera, de manera que no salte fuera al tiempo que --

hirviere. Si esta medicina hicieras con la flor del Romero sola una gota valdrá por ciento, que el Romero y su hoja es muy virtuoso, pero la flor es para esto muy especial; y aún la hoja y el romero cocido en agua, y con aquel agua haciendo baños al cuaternario, lo remediarás."

También es a Arnaldo de Villanova a quién debemos la primera descripción de la destilación de aceites esenciales que hoy podemos llamar verdaderos. Puede considerársele como introductor de la ciencia de la destilación.

No está suficientemente claro si los aceites de Romero y Salvia citados en la edición veneciana de 1505 de su "Opera Omnia", habrían sido mencionados ya en el manuscrito original escrito unos 200 años antes, o bien si se incluyeron después. Conviene advertir además que el término destilación, tal como se usaba en los viejos escritos, difiere de la significación exacta que hoy -- tiene. Debe entenderse como un término común que se aplicaba a la preparación, (o a la separación) de extractos vegetales y animales, según unas reglas generalizadas por aquellos técnicos.

No obstante, sin detenerse ahora a pensar si efectivamente Villanova preparó o nó aceites esenciales, lo que sí es evidente es que sus alabanzas a las cualidades terapéuticas que encerraban, estimularon a los técnicos de forma que el proceso de la destilación viniese a ser una especialidad artísticamente ejecutada y sujeta a investigaciones y a comprobaciones así como a las

teorías de la época.

Siendo la destilación un medio de separar la esencia del aceite crudo, con la ayuda del fuego, se llega de una forma casi ideal a la definición de un proceso "químico", válido hasta fines del siglo XVII y al que dió impulso el suizo, reformador y médico, Bombastus Paracelsus von Hohenheim (1493-1541) (85), quien sostuvo que en toda droga existe una fracción, la última posible, la más sublime y eficaz, la "Quinta essentia" cuyo aislamiento deberá ser la meta de la farmacia. Sin duda alguna, en esta teoría está la base de la investigación en el campo de los aceites esenciales.

Existe además otra evidencia de que la producción y uso de aceites volátiles no se generalizará hasta la segunda mitad del siglo XVI. El físico Hieronymus Brunschwig (1450-1534) publica en 1500 y en 1507, en Estrasburgo, los dos volúmenes del famoso "Liber de Arte Distillandi". Aunque en su obra pretende abarcar todas las técnicas y todos los productos de destilación, sólo menciona cuatro aceites esenciales, el de trementina (conocido desde la antigüedad), el aceite de madera de enebro, y los de Romero y espliego.

En 1551, en Francfort del Main, aparece el "Krauterbuch" de Adam Lonicer (1528-1586). Estamos ante un momento estelar de la historia de los aceites esenciales. Es un documento fundamental para la comprensión de su naturaleza y para el reconocimiento de su importancia. Lonicer realiza el valor medicinal de "muchos maravillo-

ses y eficientes aceites esenciales y semillas", y destaca que el arte de la destilación es muy reciente y era desconocido por los físicos de la antigua Grecia y de Roma que nunca los habían usado.

Nuevos avances en los métodos de preparación y en el conocimiento de la naturaleza de los aceites esenciales, los aportó el libro "De Artificioſis Extractionibus", escrito por el físico alemán Valerius Cordus (1514-1544) y editado en 1561 en Estrasburgo por el naturalista suizo Conrad Gesner (1516-1565). Es significativo -- que Cordus basase sus argumentos en los experimentos -- que llevó a cabo en la farmacia de su tío Johannes Ralla, en Leipzig, quién le asesoró en la redacción del libro. Por su parte Gesner contribuyó al progreso de esta disciplina con su "Thesaurus Eponymii Philiatrī", publicado por él mismo en Zurich bajo el pseudónimo de Eponymus Philiatrus.

La más importante publicación sobre aceites esenciales aparecida en aquel período nos viene de la pluma de uno de los más prolíferos y concienzudos escritores de todas las épocas, el napolitano Giovanni Battista -- della Porta (1537-1615) (15), quién no sólo establece -- la diferencia y los rasgos distintivos de los ya conocidos aceites grasos y los aceites esenciales, sino que -- describe su preparación y la forma de separar los aceites volátiles del agua e incluso los aparatos apropiados.

En 1607, en su "Pharmacopoea Dogmaticorum Restitu-

ta", aparecida en Francfort, el físico francés Joseph - Du Chesne (1544-1609), un decidido seguidor de Paracelso, proclamó que "la preparación de los aceites esencia les, era ya bien conocida de todos, incluso de los apren dices". Afirmó que cualquier preparación química, incli dos los aceites esenciales, podrá ser obtenida en las - farmacias.

Las farmacopeas oficiales han sido siempre más o - menos conservadoras y en ellas sólo se han admitido aque - llas drogas previamente aceptadas por el uso. Así no es extraño que en el "Dispensatorium Pharmacopolarum" de Va lerius Cordus, editado oficialmente en la ciudad impe - rial de Nuremberg en 1546, sólo sean citados tres acei - tes esenciales a pesar de los extensos estudios del au - tor sobre la materia.

Durante el siglo XVI, empezó a prepararse el Agua de la Reina de Hungría (64), destilando con alcohol -- las sumidades floridas de Romero. Se le atribuyeron -- grandes virtudes cósméticas, para conservar a las da -- mas entradas en años perennemente fresca la piel y po - co menos que a una eterna juventud. También formó par - te todavía de numerosas preparaciones medicinales, co - mo el vino de Ajenjos, que provoca el menstruo; el fo - mento contra dislocaciones y contusiones; los Bálsamos de Aparicio, de Opodeldoc, Bálsamo de Romero o de Pe -- rras, Aceite antirreumático del Fraile, Bálsamo tran -- quilo, etc.

En los siglos XVII y XVIII, fueron sobre todo los

farmacéuticos quienes mejoraron los métodos de destilación y llevaron a cabo valiosas investigaciones sobre la naturaleza de los aceites esenciales. De especial importancia fueron los trabajos de los farmacéuticos franceses M. Charas (1618-1698), N. Lemery (1645-1715), A. J. Geoffroy (1685-1752), G. Fr. Rouelle (1703-1770), J. F. Demachy (1728-1803), y A. Baumé (1728-1804); de sus colegas alemanes Kaspar Neumann (1683-1737), S. Ch. Wiegand (1732-1800) y F. A. C. Gren (1760-1798); el ruso-germano J. J. Bindheim (1750-1825). También deben ser mencionados el holandés H. Boerhave (1668-1738) (4) y F. Hofmann (1660-1743); sin olvidar al hombre que puede ser considerado como uno de los primeros grandes químicos industriales, el alemán J. R. Glauber (1604)-(1670).

El estudio del aceite de Romero lo llevaron a cabo Cl. J. Geoffroy (1720) (30), Th. de Saussure (1837) (71) y R. Kane (1734) (59).

La revolución de las ciencias químicas, que se inició a fines del siglo XVIII con la obra de A. Lavoisier (1743-1794), nos llevó a un nuevo e iluminado enfoque para la investigación de la naturaleza de los aceites esenciales.

Puede decirse que el estudio sistemático de los aceites esenciales empezó con el análisis de un determinado número de estereoptenos por el gran químico francés J. B. Dumas (1800-1884) (19) que inició su carrera como farmacéutico. Publicó su primer tratado sobre los aceites esenciales.

De considerable importancia para el ulterior desarrollo de la química de los aceites volátiles fueron -- las aportaciones del eminente francés M. Berthelot (1827-1907) (2) interesado en principio por los hidrocarburos contenidos en dichos cuerpos. Hacia 1866 el nombre de Terpeno es mencionado en un libro de texto firmado -- por Fr. A. Kekulé (1829-1896) quién, al parecer, acuñó este término. En 1875 uno de los más reputados químicos ingleses procedente del campo de la farmacia, W. Tilden (1842-1925) (89) introdujo el cloruro nítróxico como -- reactivo de los terpenos, consiguiendo tan perfecta reacción que se usó extensamente y con tan excelentes resultados en manos del químico alemán O. Wallach (1847-1931) que un renombrado especialista en farmacognosia, el suizo Fr. A. Flückiger (1828-1894) pudo llamar a Wallach -- el Mesías de los Terpenos.

Este esfuerzo investigador tan activo y de tan largo alcance fué el resultado al propio tiempo que la causa de la gran difusión del uso de los aceites esencia-- les, durante la segunda mitad del siglo XIX y se hace difícil delimitar que fué primero, el resultado o la -- causa. El uso de los aceites esenciales desbordó los -- estrechos límites de la farmacia y descubrió nuevos te-- rrenos en la perfumería y en la industria de la alimentación. La obra de O. Wallach y sus discípulos, sobre -- los terpenos (96) y sus derivados, abrió las puertas a una época que pudiera ser llamada con propiedad la edad de oro de la industria de los aceites esenciales.

Los descubrimientos se sucedieron, uno tras otro, los aceites esenciales fueron rigurosamente investigados y se estableció su naturaleza y composición. Todo el posterior desarrollo de la industria de las esencias aromáticas ha sido posible gracias al trabajo de aquellos insignes exploradores: Ascham, Gildemeister, Walbaun, Bertram, Hese, Klebor, Kremers, Barbier, Bouveault, Charabot. Sus nombres están indiscutiblemente unidos a investigaciones básicas que aún son seguidas con excelentes resultados por los mejores científicos contemporáneos, por L. Ruzicka en Zurich, por J. L. Simonsen en Londres, sin mencionar las eminencias que trabajan en los Estados Unidos, Inglaterra, Rusia, Suiza, Francia, Alemania y Japón.

"De las virtudes del Romero se puede escribir un libro entero", afirma el refrán, pero forzoso será resumir las principales, diciendo que se le tiene por estimulante, antiespásmico y ligeramente diurético; actúa así mismo como colagoso, esto es, sobre la secreción biliar. Los herbolarios levantinos lo recomiendan para "rebajar la sangre".

Al exterior se emplea como vulnerario para combatir los dolores articulares así como para tonificar el cuerpo fatigado por los trabajos violentos o por haber andado demasiado.

Mala es la llaga que el romero no la sana, ya se comprende que ha de hacer un buen papel como vulnerario. Para lavar las llagas se utiliza la infusión de sumida-

des floridas, en la proporción de una onza por litro de agua hirviendo. Las llagas y heridas deben lavarse un par de veces al día con esta agua, preparada de nuevo cada vez. Luego se cubre la herida con gasa estéril que se protege con algodón y una buena venda.

Para uso externo también se emplea el espíritu o alcohol de Romero, que se puede preparar con 10 gr. de esencia de Romero y 11 de alcohol fuerte, de 95°. Este espíritu sirve para friccionarse las partes doloridas; después de un baño o de una ducha, estas fricciones le dejan a uno como nuevo.

Los que deseen preparar por sí mismos este espíritu de Romero a partir de la planta, tomarán por lo menos, 9 o 10 onzas de las sumidades floridas, lo más recientes posible, pero bien secas; y colocadas en una botella de 2 litros, les añadirán un litro de alcohol de 95° y dejarán las hojas en maceración en él durante un novenario, cuidando de que la botella quede bien tapada y de agitarla suavemente todos los días, transcurridos los cuales se pasa el alcohol por un papel de filtro, o a través de un lienzo.

Para uso interno se prepara la infusión antedicha, en la proporción de una onza de las sumidades de romero por cada litro de agua hirviendo. De ésta infusión se toman 3 o 4 tazas al día, antes de las comidas. Es tónica y aperitiva, y facilita la curación de la ictericia.

II.2.- BOTANICA

La denominación vulgar dada en varios países al --
Rosmarinus Officinalis es la siguiente:

Romero (Español), Rosemary (Inglés), Romarin (Fran
cés), Rosmarin (Alemán), Rosmarino (Italiano), Alecrim
(Portugés), Rozemariju (Holandés), Rusmari (Indio), Bi-
beriyé (Turco) y Mi-tieh-hsiang (Chino) (87).

El *Rosmarinus officinalis* L., nativo de los países
mediterráneos (24), es un arbusto verde todo el año, de
0.5 a 1 m. de altura, aunque puede alcanzar los 2 metros,
apreciado desde la antigüedad por su agradable olor, le-
vemente alcanforado. Las hojas y partes superiores, con-
tienen un aceite volátil que puede ser aislado por des-
tilación a vapor.

El Romero es una especie polimorfa donde la hibri-
dación desempeña papel importante (29); es muy ramifica-
do, con hojas de 2-3 cm. de longitud y 3 mm. de anchu-
ra, lisas y verdes sobre la superficie lanoral y blanque-
cinas por debajo, con el nervio medio muy abultado. Las
flores de color azul pálido, con manchas violáceas, alargadas,
cáliz ovoideo-campanulado, bilabiado con dos -
lóbulos en el labio superior y tres en el inferior (37).
Limbo bilabiado, el labio superior derecho comprimido -
lateralmente, escotado o bifido; el labio inferior po-
tente bilobulado, y el lóbulo intermedio grande, cóncavo,
declinado o colgante. El pistilo cuenta de dos car-
pelos cerrados, formando el ovario que está dividido en

cuatro cavidades. Sus frutos son unos aquenios lisos y secos. Se propaga por semilla y por hijuelos.

La bótanica del Romero es muy complicada, porque existen, de acuerdo con Turrill (92), varias especies con numerosas variedades y formas.

Rosmarinus officinalis L. var. genuina Turrill, aparece en los principales países mediterráneos, las Islas Canarias, Azores y Madera.

R.O var. genuina forma erectus Pasq. Países Mediterráneos.

R.O var. genuina forma humilis Ten. En Italia, Dalmacia y otros lugares.

R.O var. genuina forma albiflorus Beg. Igual que el anterior.

R.O var. rígidos Car. y Saint Lag. Crece en el suroeste de Francia, Italia y España.

R.O var. angustifolius Guss. En el suroeste de Francia, Italia y Córcega.

R.O var. Latifolius Beg. En Francia e Italia.

R.O var. pubescens. Pamp. En Trípoli.

R.O var. " " forma roseus Pamp. Trípoli.

R. Lavandulascens de Noé. En Argelia.

R. Laxiflorus de Noé, en Argelia, España y Tunes.

R. Tournefortii de Noé. En Argelia y Marruecos.

La existencia de estas variedades y formas del Rosmarinus officinalis, puede explicar el hecho (42) de que los aceites de Romero, de variados orígenes geográficos, poseen claras variantes en las propiedades organolépti-

cas y físico-químicas. Sin embargo, tales variaciones - pueden también ser causadas por las condiciones locales del suelo, clima, altitud, exposición al sol, por el -- tiempo de cosecha, etc.

El *Rosmarinus officinalis* contiene tanino, un principio amargo, 0.15% de saponina ácida y pequeñas cantidades de un glucosido. Pero el más importante de sus componentes, aparte de una pequeña cantidad de resina, es el Acceite esencial que se obtiene de las hojas y sumidades floridas en cantidades variables, según las localidades en que crece y la época en que se recolecta.

II.3. DISTRIBUCION Y REGIONES

El Romero florece casi todo el año, no se cultiva a no ser con fines ornamentales, crece silvestre en extensas áreas, laderas y collados de tierra baja; mayormente en terrenos calizos, por lo general acompañado de encinas y otros matorrales; nace a unas alturas comprendidas entre el nivel del mar y 1.500 metros, especialmente en España, Dalmacia, Túnez, Marruecos, y sureste de Francia.

El aceite de Romero, se produjo originalmente en Francia, pero la industria ha desaparecido casi totalmente, aunque experimentó un resurgimiento temporal durante la guerra civil española.

Algunos años después de Francia, Dalmacia (yugoeslavia) llegó a ser un gran productor de este aceite. -- Sin embargo, durante la I guerra mundial, por falta de mano de obra, no pudo exportar a los países aliados; España puso en marcha la destilación asumiendo gradualmente una posición de primacía. El monopolio español permaneció hasta que estalló la guerra civil; la escasez del aceite español, elevó grandemente los precios, animando a Túnez y Marruecos a producir este aceite.

Actualmente, la mayoría del aceite de Romero procede otra vez de España, con Dalmacia, Túnez y Marruecos, exportando pequeñas cantidades. En los últimos tres años, Túnez ha incrementado grandemente su producción haciendo gran competencia al aceite español.

En España, el Romero se encuentra en casi toda la península, a excepción de las comarcas del Norte y Noroeste, pero se destila principalmente en las provincias de Murcia, Albacete, Granada y Jaén, y en pequeñas escalas en otras provincias.

El centro de mayor producción está en la provincia de Murcia (91) (Lorca, Caravaca, Calasparra, y Cieza); - en Albacete, (Socovos y Hellín); en Granada, (Albuñuelas, La Puebla de D. Fadrique, Baza y Caniles); en Jaén (Quesada y Segura de la Sierra).

II.4. RECOLECCION DE PLANTAS

El Romero crece en gran cantidad, sobre extensas áreas. Se produce de marzo a octubre, aunque se para la recolección durante el período de la siega de las gramíneas, pues los jornales son más elevados en éstas labores. En la eventualidad de una gran demanda, el aceite esencial se destila también durante el invierno.

Las plantas son cortadas con la hoz a media altura, a fin de asegurar el rebrote y de evitar el destrezo en caso de lluvias intensas que arrastrarían la tierra no fijada por las raíces; aunque en muchas ocasiones los recolectores cortan hasta las raíces para aumentar el peso y obtener mayor ganancia dando lugar a un empobrecimiento de los romerales.

Las plantas cortadas son hechas gavillas y con ellas se forman los pesados haces, que son seguidamente transportados por todos los medios posibles; sobre la espalda de los recolectores o con asnos, mulos, etc., a varios kilómetros, por caminos empinados, a los puestos de destilación más cercanos. Al no existir buenas carreteras, no pueden ser conducidos en carros o camiones a los centros de destilación.

Las calderas de destilación se instalan cerca de los lugares donde crecen las plantas, generalmente a las orillas de los arroyos, a fin de obtener fácilmente el agua necesaria para la refrigeración, limpieza de los aparatos y evacuación de los desperdicios.

El aceite esencial de Romero, como la mayoría de los aceites esenciales de España, es producido por gran des comerciantes y exportadores, además de por un gran número de agricultores que junto con sus actividades re gulares de agricultura destilan la planta ellos mismos ayudados por su familia, por lo que el costo es siempre bajo y los exportadores pueden comprar este aceite esen cial más barato que el producido por sus propias organi zaciones de destilación.

La organización de una pequeña compañía de destila ción, antes de la cosecha, es una verdadera operación de estrategia; cuidadosa selección de lugares adecuados, que aseguren abundante suministro de plantas, arrendamiento del monte en condiciones razonables; ésto siempre selace por contrata de las subastas publicadas en los boletines provinciales; personal idóneo y honesto en cada puesto, transporte de cientos de calderas de destilación, bidones, etc.

El problema se agrava por la circunstancia de que, en muchas regiones, varias organizaciones de destila ción, compiten por el suministro de plantas, elevando el precio del material a destilar, puesto que lo único que se compra en contrata es el aprovechamiento de las plantas, del monte y los hombres que transportan las plantas, "los materos", son trabajadores independientes sin ningún lazo con las organizaciones y llevan la plan ta al lugar que mejor la pagan, por lo que en ocasiones se producen verdaderos robos al llevar la planta del destilador

monte perteneciente a una organización, a los centros de destilación de otra distinta.

Una vez establecidos los puestos de destilación, se llevan las calderas y las colocan obreros especializados, generalmente el encargado y obreros que lo tienen a su cargo, y que permanecen durante semanas o meses junto a las calderas en una choza fabricada por ellos mismos, con las plantas destiladas, sin ninguna comodidad o distracción. El trabajo es casi sin interrupción, para poder destilar toda la planta que llega en la campaña.

La misión del encargado es, además de controlar la producción del aceite esencial, la de pesar las plantas y extender al "matero" un recibo, "vale", con el número de arrobas y el precio de las mismas, vale que el "matero" cobrará en el pueblo más próximo de una persona, "pagador", de confianza de la organización.

El precio de la "mata", varía durante la campaña; los precios son más bajos al comienzo y van aumentando poco a poco, a medida que la planta va escaseando, o se encuentra más lejos de la caldera. Por tanto los precios más altos que se llegan a pagar corresponden a los últimos días de la destilación y son los que se dan en el llamado rebusque, plantas aisladas y bastante separadas que no les resultaba económico segarlas a los "materos" cuando el precio era bajo.

Una vez pesada la mata la colocan en el sitio más llano que haya en los alrededores de la caldera, forman

de pilas alargadas con una altura máxima de 1 m. pues - como la caldera no puede destilar todo lo que le llega al día, tienen que estar dichas plantas varios días y algunas veces varias semanas amontonadas; si no tienen buena ventilación y poca altura se recuecen y fermentan, perdiendo gran parte de su valor, y el rendimiento en la destilación se ve grandemente disminuido.

II.5. DESTILACION

Se utiliza la destilación por arrastre de vapor, - de las dos formas usuales; la utilizada en casi todas - partes de España, es la llamada de "fuego directo". Se utilizan calderas de vapor para la destilación sólo en casos muy aislados; tenemos que tener en cuenta, que to do el trabajo se hace en el campo y el desplazamiento - de esta maquinaria es costoso a no ser que se utilicen baterías de muchos destiladores.

Un puesto de destilación consiste generalmente en uno, dos o cuatro alambiques. Estos aparatos son muy - simples comprendiendo las cuatro partes clásicas.

El hogar suele estar construido de mampostería y - se reduce a una hornilla situada debajo de la caldera - con una boca para alimentar el fuego y una chimenea en la parte opuesta. Las dimensiones del mismo suelen ser de 1.5 x 1.5 m., por un metro de altura.

La cucurbita se compone de una caldera cilíndrica de 1.30m. de ancha y 2 m. de alta, aunque estas medi-- das son variables, casi siempre en dos cuerpos para -- que su transporte sea más fácil, ya que una vez termi-- nada la destilación se retira del monte hasta que empie-- ce la campaña del año siguiente. Una rejilla de chapa perforada, reposa sobre una cantonera de metal a 30 cm. del fondo de la caldera, evitando que la planta esté - junto al agua, y sobre todo, para que no se quemé debido al contacto directo del fondo y las paredes bajas con la

llama. Tienen una capacidad de 40 a 60 arrobas, y en algunas ocasiones pueden llegar a las 100 arrobas. Están medio metidas en tierra, generalmente en un declive, con el hogar debajo.

La tapadera es una cubierta de metal en forma troncocónica de 0.40 de alto. Las muy antiguas, tenían en su centro un orificio por donde se conectaba la alargadera. En los tiempos actuales, la conexión de la alargadera se hace por un orificio lateral de 15 cm. de diámetro, en la parte superior de la cucurbita. La unión de la tapadera con la caldera tiene un reborde en forma de asiento, en donde ponen barro y, con unos hierros en forma de U, comprimen los dos rebordes contra el barro, haciendo un cierre bastante hermético; cuando el vapor interior rompe la unión y se produce un escape de gases, lo tapan nuevamente con barro; es un sistema muy rústico, pero muy sencillo y económico.

La alargadera es un tubo metálico de una longitud aproximada de 2 a 2.5 m. y un diámetro bastante ancho, que se va reduciendo, un poco inclinado hacia el refrigerante donde el diámetro es menor.

El refrigerante o condensador debe ser de gran dimensión para evitar las altas temperaturas y por tanto las pérdidas de aceite esencial vaporizado. Existen dos modelos, el clásico que consta de un depósito con un tubo en espiral interior por donde pasan los vapores que son condensados por el agua fría que llena el depósito, teniendo éste una entrada de agua por la parte inferior

y la salida por la superior; de ésta forma el agua caliente es desplazada.

El condensador más usado actualmente por su mayor comodidad de instalación y transporte, está constituido por tubos de hierro de un diámetro de 70 mm. y de 2.5 a 3 m. de longitud, unidos por "codos", (tubos en ángulo recto); se utilizan normalmente de 5 a 8 tubos, teniendo una longitud total de 12 a 24 metros; éstos tubos se su mergen en los arroyos o se hace un pequeño estanque en la tierra por donde corre el agua. En otros casos, el estanque es de cemento y sus dimensiones varían en función inversa al caudal de agua. El final del condensador sale fuera del estanque y va a parar al vaso florentino, en donde se realiza la separación de la esencia y el agua en función de sus distintas densidades.

El florentino es un depósito con una entrada en la parte superior y dos salidas, una muy alta y otra en el fondo, pero de forma que salga a una cierta altura, aproximadamente a $2/3$ del fondo. La esencia queda flotando en la parte superior y el agua debajo y va saliendo por el desagüe inferior manteniéndose siempre el mismo nivel.

Los aparatos se cargan con 200 litros de agua, hasta llenar el espacio entre el fondo y la parrilla (chapa perforada) y se llena con los haces de plantas, pisándolas fuertemente para cargar la mayor cantidad posible.

La destilación completa dura de tres a cuatro ho--

ras, contando el tiempo de carga y descarga que aproximadamente es de una hora a hora y media, se destilan de 100 a 150 l. de agua (unos quince cubos). Usando como combustible las plantas destiladas y secadas al sol. Al calentar la caldera se produce vapor que atraviesa toda la planta y arrastra la esencia hacia el serpentín que condensa los vapores; éste líquido va al separador florentino donde, por decantación, se separa el aceite del agua. De aquí se pasa la esencia a bidones (castrado), que una vez llenos se transportan a los almacenes del pueblo más cercano o a fábricas en la ciudad.

II.6. PRODUCCION DE ACEITE ESENCIAL

La producción varía considerablemente con las estaciones, las condiciones atmosféricas y el estado de la planta. El rendimiento medio es más elevado en primavera que en otoño, variando entre 0,75% y el 0,45% (65) - en peso de planta.

Es bastante posible que esta producción pueda ser incrementada con alambiques más eficientes y modernos, de vapor directo, etc. El tiempo de destilación se acortaría sensiblemente y se evitaría que las plantas de la parte inferior se empapen de agua formando una dura masa, a través de la cual el vapor no puede penetrar uniformemente y no extrae toda la esencia. Además, se evitaría la pérdida por solubilidad en la gran cantidad de agua que se trabaja, aunque el aceite esencial de Romero, es muy poco soluble. También se evitaría que el --- aceite salga en algunas ocasiones quemado por defecto - de agua, cosa que ocurre en muchas destilaciones, actualmente.

II.7. PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS

Como ya hemos dicho anteriormente, las propiedades del aceite esencial de Romero español varían según la región productora (20), estaciones, condiciones atmosféricas, estado de la planta, etc.

Hasta ahora, en España, ningún servicio oficial o paraoficial asegura el control cualitativo de la esencia de Romero antes de su exportación. Este control se efectúa por los mismos productores y por los compradores -- que se hacen siempre enviar muestras de la esencia, antes de pasar el pedido.

Las constantes fisico-químicas de una esencia de Romero son:

Densidad a 15 ó 20 °C

Rotación Óptica

Índice de Refracción

Solubilidad en alcohol de 80°

Contenido de esteres, como Acetato Bornilo

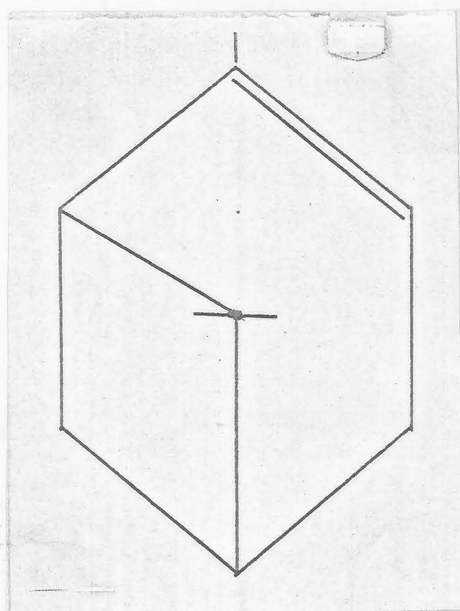
"	de alcohol libre	} como Borneol
"	de alcohol total	
"	de Cineol	

De todas estas constantes hablaremos extensamente en la parte experimental, comparándolas con los datos obtenidos en nuestro trabajo.

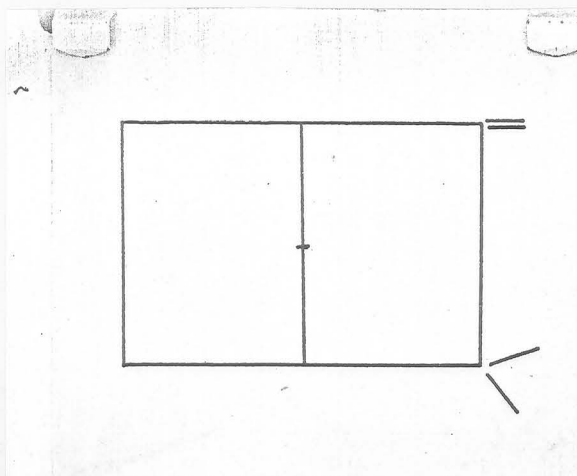
II.8. COMPOSICIÓN QUÍMICA

La composición química del romero *oficinalis*, varía según la localidad, forma de destilación, época del año en que se obtiene la esencia, etc., y es la siguiente:

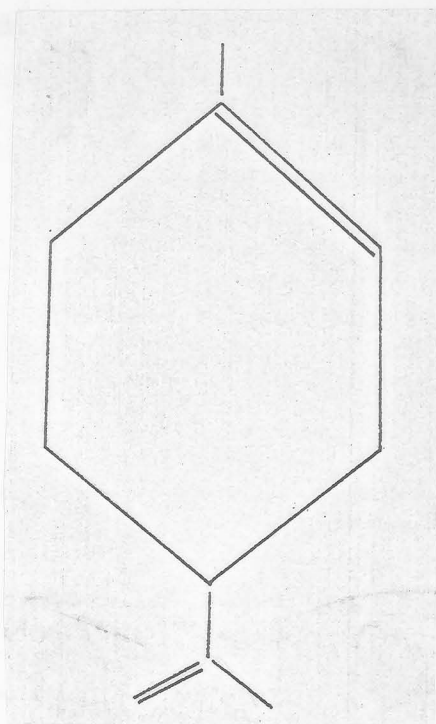
De los hidrocarburos térpenicos, el más importante es el α -pineno (31) como mezcla de sus dos isómeros ópticos, d- α -pineno y l- α -pineno,



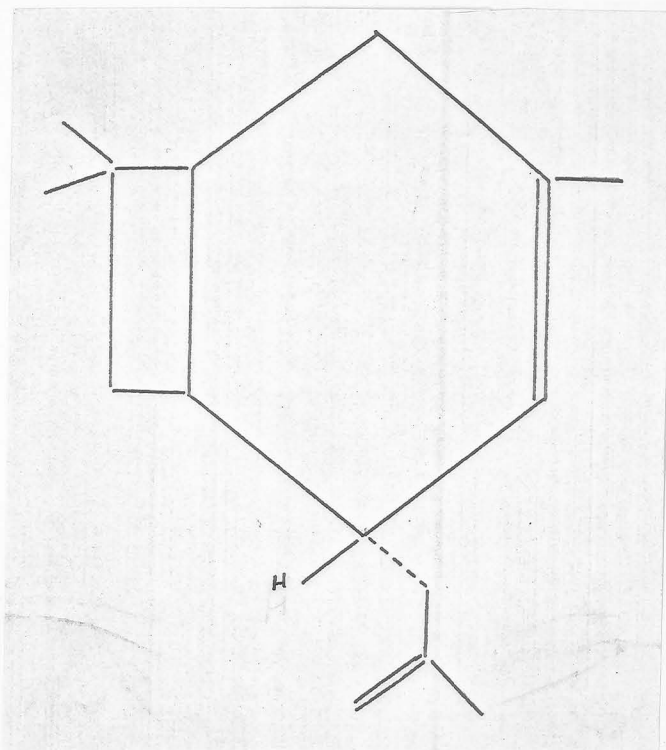
apareciendo en primavera en mayor proporción el α -pineno levógiro y en otoño predomina más el dextrógiro (32); el d-l canfeno (31)



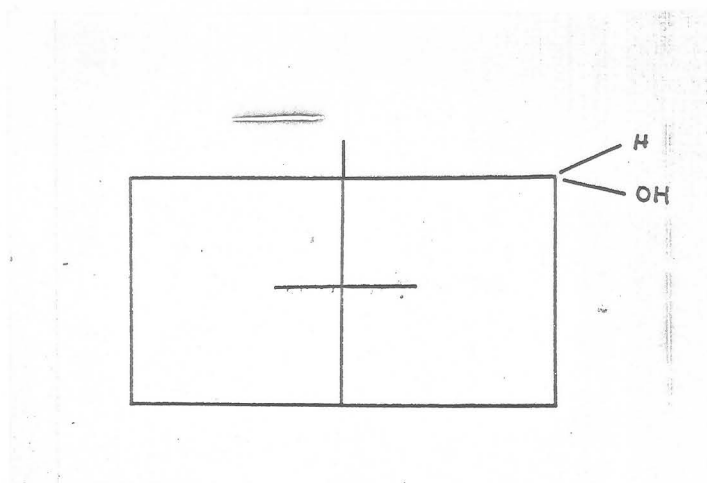
y también probablemente el dipenteno, que es la forma opticamente inactiva (racemica) del limoneno (97)



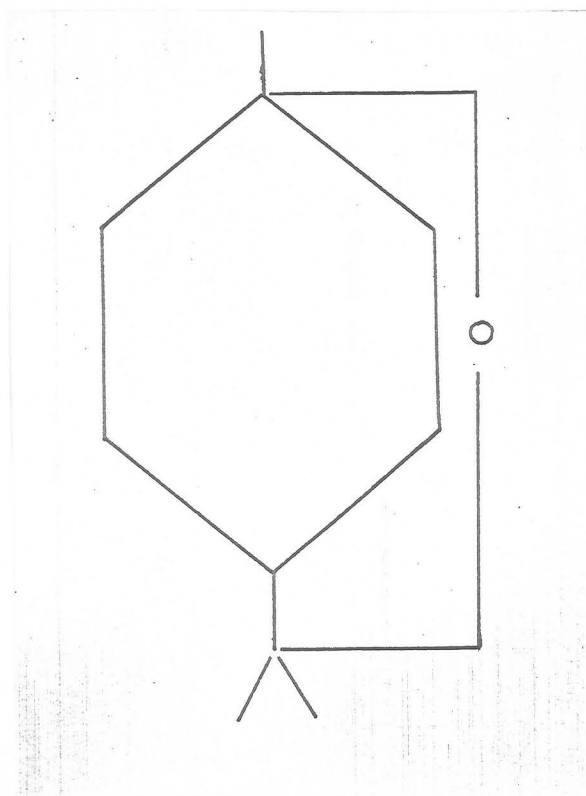
y el cariofileno (48) en sus dos stereo-isómeros β y γ .



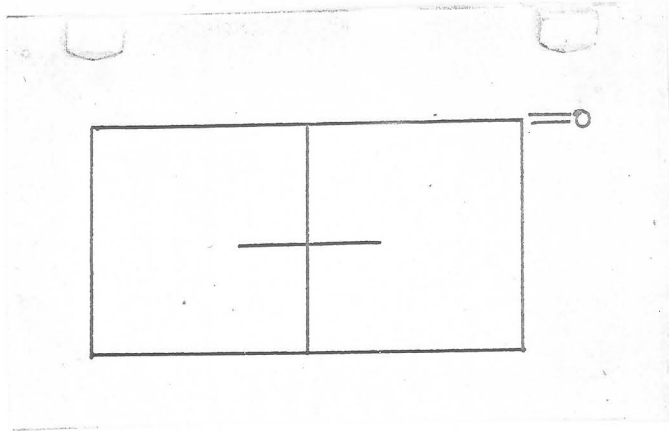
De los alcoholes terpénicos, el principal es el borneol (9) que se encuentra en el estado libre y combinado, en forma de ésteres (acetato, valerianato, etc.).



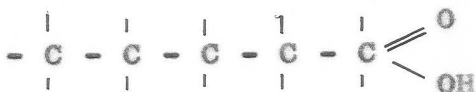
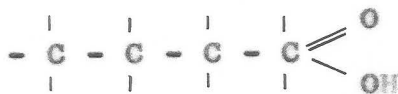
De los éter-oxidos: el cineol (38) o eucaliptol.



De las cetonas: el alcanfor (61) en sus dos formas
d- y l- con predominio de la primera.



De los ácidos: el acético, butírico, valeriánico,
isovaleriánico, etc.



III.- PARTE EXPERIMENTAL

III.1. I N T R O D U C C I O N

La adopción por la industria de las esencias, de los métodos físicos y químicos de análisis, le supuso una gran ventaja, muy especialmente para las transacciones comerciales de los aceites esenciales y productos químicos definidos.

El químico de aceites esenciales trabaja en un campo muy especializado, que requiere habilidad analítica inventiva y un sentido muy desarrollado del olfato y gusto. Siempre debe estar alerta para los adulterantes e impurezas conocidas y para nuevos y hasta ahora adulterantes no tratados. Sobre todo, debe tener suficiente conocimiento químico y experiencia, para poder interpretar los resultados de sus análisis.

El estudio del olor y sabor sugiere a menudo la presencia de adulterantes, que se pueden confirmar por medio de pruebas físicas o químicas especiales. También los adulterantes indicados por los análisis pueden confirmarse por medio de su estudio en olor y sabor. Por tanto, tiene gran importancia tanto la determinación de las propiedades físicas y químicas de un aceite dado, como su olor, y deberían determinarse siempre para todos los aceites esenciales como un asunto rutinario.

Comparando estos resultados con análisis previos y con datos publicados en la bibliografía, el químico puede obtener una indicación de la pureza y calidad de aceite esencial.

La cifra analítica obtenida en un producto tan complejo como es un ac. esencial, no representa a menudo los porcentajes verdaderos de los constituyentes simples, por ejemplo, en el caso de la determinación de un éster/ todo el producto saponificable se calcula como un éster/ determinado, sin tener en cuenta el hecho de que sin duda otros ésteres también se encuentran presentes, o que otros constituyentes diferentes son capaces de saponificar. Los datos obtenidos, sin embargo, no son menos valiosos para fines prácticos. Es de suma importancia que los procedimientos se sigan rígidamente, con objeto de asegurar resultados reproducibles.

Modernamente ha dado un gran avance el análisis cromatográfico en fase vapor, que ha dado al analista una gran ayuda para detectar impurificaciones que no eran sensibles en los análisis anteriores. En este tipo de análisis se ha de trabajar siempre en las mismas condiciones y a ser posible comparar los cromatogramas con un patrón, que es una muestra auténticamente genuina de la región en estudio.

Nosotros seguiremos el estudio sistemático que tradicionalmente se utiliza en la industria de los aceites esenciales y en su mismo orden, que es el siguiente:

Análisis Olfativo

Densidad
Rotación
Índice de Refracción
Solubilidad en Alc.
Esteres

Análisis Físico-Químico

Alcoholes
Cineol

Análisis Cromatográfico en Fase Vapor

En donde cada uno independientemente tiene el máximo valor, de tal forma, que al ser rechazado uno sólo de ellos, no importa cual, aunque estén bien en los otros - dos, el aceite esencial no es aceptado. Por tanto, todo/ producto ha de pasar necesariamente estos tres análisis/ para dar la conformidad de su autenticidad.

Seguiremos un mismo método de exposición para cada uno de estos análisis y que es como sigue:

Revisión Bibliográfica

Método Experimental Utilizado

Datos y Discusión por Regiones

Discusión General de Resultados

Independientemente hemos determinado cuantitativa-- mente el contenido de aceite esencial del romero español en la planta seca.

Posteriormente haremos una comparación de nuestros resultados con los bibliográficos y terminaremos con las conclusiones generales.

III.2. MÉTODOS DE CÁLCULO

Comenzamos nuestro estudio hallando sólo la media aritmética y su desviación media; de aquí obtenemos --- las variaciones medias. Pensando en la mayor ortodoxia posible en cuanto al criterio para estudiar los numerosos datos con que operamos, nos planteamos el problema de si sería suficiente el cálculo de las desviaciones medias o, en aras de una mayor precisión, debíamos calcular las desviaciones típicas. Tengase en cuenta a este respecto que se trata de operar con cerca de 3.000 - datos válidos.

Para darnos cuenta de cual de los caminos era oportuno seguir, hemos elegido dos series al azar, calculando en cada una de ellas la desviación media y la desviación típica, y haciendo un recuento de los datos que, - sumando y restando dichas desviaciones típicas a la media, quedaban comprendidos en los límites obtenidos por la suma algebraica de la desviación media a la media y los que quedaban fuera de ellos por exceso o por defecto.

Para aclarar ésto ponemos a continuación lo obtenido en las dos series. En una de ellas, el número de determinaciones con que trabajamos es pequeño y en la --- otra muy grande; obteniendo en la primera una desvia--- ción típica que apenas difería de la desviación media; - en la segunda se diferenciaba notablemente.

1º) Esteres Romero Jaén-Ciudad Real

riaciones típicas 1,85% ----- 3,35% y además no existe ninguna determinación experimental comprendida entre los límites de estas dos variaciones, es decir entre:

1,85% y 1,9%
3,3% y 3,35%

Por ello, es totalmente correcto utilizar las desviaciones medias.

2º) Esteres Romero Murcia.

<u>Determinaciones</u>	<u>Media</u>	<u>Desv.Medias</u>	<u>Desv.Típica</u>
167	2,2%	± 0,6	± 0,75

De la misma forma anterior hemos calculado estos datos.

Vemos también que aunque la diferencia entre las dos desviaciones es apreciable, 0'15, es inferior al error experimental 0'2.

Como en el caso anterior obtenemos:

Límites variaciones medias 1,6% ----- 2,8%

" " típicas 1,45% ----- 2,95%

apareciendo diferencias entre ellos, Si hacemos el recuento de las determinaciones experimentales comprendidas entre los límites de las variaciones inferiores

1,45% ----- 1,6%

y las superiores

2,8% ----- 2,95%

obtenemos:

3 Determin. equivalentes a 1,8% en variaciones inferiores

4 " " " 2,4% " " superiores

<u>Determinaciones</u>	<u>Media</u>	<u>Desv.Mediana</u>	<u>Desv.Típica</u>
27	2,6%	$\pm 0,7$	$\pm 0,75$

Hemos calculado la desviación típica de la siguiente forma:

Si llamamos d a las desviaciones de cada resultado, la desviación típica viene dada por $\sigma = \sqrt{\frac{\sum |d|^2}{n}}$

Siendo n el número de determinaciones.

Vemos que los valores de la desviación típica y media $\pm 0,75$, $\pm 0,70$ difieren muy poco, pues sólo tenemos en cuenta la primera cifra decimal, ya que el error operatorio es superior a ella.

El error operatorio lo hemos comprobado al determinar en la misma muestra los ésteres cinco veces, obteniendo los siguientes resultados:

<u>Muestra</u>	<u>cc.Gastados</u>	<u>% Esteres</u>
1	1,45	2,84%
2	1,5	2,94%
3	1,45	2,84%
4	1,5	2,94%
5	1,55	3,04%

Por lo que podemos tener una determinación de 2,84% a 3,04%, diferencia que es cuatro veces superior a la existente entre la desviación media y la típica de 0,7 a 0,75.

Como los límites obtenidos para las variaciones medias 1,9% ----- 3,3% son casi iguales a los de las va-

La diferencia obtenida en ambos casos es tan pequeña, inferior al error experimental, que prácticamente se puede despreciar, y desde el punto de vista industrial no tiene valor alguno.

(Ver en el estudio de los estereros del Romero Murcia y Jaén-Ciudad Real los datos correspondientes)

Por todo lo expuesto se llega a la conclusión de -- que se puede trabajar exclusivamente con las desviaciones medias y obtener unos resultados prácticamente correctos que no se separan de la realidad.

III.9. DETERMINACION CUANTITATIVA DEL ACEITE ESENCIAL DE ROMERO EN PLANTA SECA

Utilizamos el Método de Clevenger (12), modificado por Cabo Torres (11), que consiste en la obtención de la esencia en pequeña escala y medición directa del volumen obtenido. Conocida la densidad del aceite esencial fácilmente se puede calcular el peso de dicho volumen.

El aparato consiste en una especie de bureta, bien calibrada y graduada en 1/100 de ml., provista de dos tubuladuras laterales que se prolongan después en una común, que se conecta a un matraz de un litro, y en la parte superior un refrigerante a bolas.

En el tubo graduado es recogido el aceite esencial de Romero juntamente con el agua que destila, pero ésta vuelve nuevamente al matraz de destilación por el tubo lateral, lo que hace que el aparato sea de destilación continua.

Es interesante que el refrigerante esté dispuesto de forma que el pico del mismo, toque en la pared interna del colector, para que el líquido condensado resbale a lo largo de dicha pared y no gotee directamente sobre el tubo graduado. (Ello tiende a fraccionar la columna de esencia recogida, dificultando la lectura de su volumen y haciendo muy imprecisa la determinación).

Hemos hecho dos series de determinaciones, una con 25 gr. de planta seca completa, y la otra con 15 gr. de

hoja s olamente. Introducidas en el matraz le hemos a a-
 dido 200 ml. de agua destilada con cloruro s odico y unos
 trozos de porcelana para favorecer la ebullici on. Comen-
 zamos la destilaci on calentando con un mechero Bunsen.-
 De media en media hora leemos el volumen de la esencia
 y damos la destilaci on por terminada cuando coinciden -
 dos lecturas consecutivas. La operaci on dura aproximada-
 mente de dos y media a tres horas. Antes de terminar la
 destilaci on se corta el agua del refrigerante y se con-
 tinua destilando alg un tiempo para recoger las gotas de
 esencia que quedan en el refrigerante. El volumen total
 del aceite esencial de Romero lo tomamos despu es de cin-
 co minutos de terminarse la destilaci on.

Calculamos el rendimiento de aceite esencial de Ro-
 mero por medio de la siguiente ecuaci on:

$$\% \text{ de Esencia} = \frac{V \cdot D \cdot 100}{P}$$

Siendo:

V= el volumen final medido.

D= la densidad del aceite esencial de Romero.

(tomamos la medida espa ola que es 0,905).

P= peso de planta seca.

a)

En el primer estudio, trabajamos con la planta com-
 pleta, seca y troceada, partimos de 25 gr. de dicha plan-
 ta y 200 cc. de agua con cloruro s odico.

Anotamos las lecturas de media en media hora desde

el comienzo de la destilación.

Determinación 1ª

1ª lectura	-----	0,37 ml.
2ª "	-----	0,46 "
3ª "	-----	0,47 "
4ª "	-----	0,48 "
5ª "	-----	0,48 "

Resultado final ----- 0,44 ml.

Por tanto el rendimiento en aceite esencial, es como sigue:

$$\begin{aligned} \% \text{ de Esencia de Romero} &= \frac{V.D.100}{P} = \frac{0,44 \times 0,905 \cdot 100}{25} = \\ &= 1,59\% \end{aligned}$$

De esta misma forma hacemos todo el estudio, par--
tiendo siempre de la misma cantidad de planta y el mis-
mo método de destilación, obteniendo los siguientes re-
sultados finales.

<u>Determ.</u>	<u>Vol.final</u>	<u>Riqueza</u>	<u>Media</u>	<u>Desviación</u>	<u>Desv. Cuadrado</u>
1	0,44 ml.	1,59%		0,03	0,0009
2	0,45 "	1,63%		0,01	0,0001
3	0,45 "	1,63%		0,01	0,0001
4	0,45 "	1,63%		0,01	0,0001
5	0,45 "	1,63	1,62%	0,01	0,0001
6	0,44 "	1,59%		0,03	0,0009
7	0,43 "	1,56%		0,06	0,0036
8	0,47 "	1,70%		0,08	0,0064
9	0,44 "	1,59%		0,03	0,0009
10	0,45 "	1,63%		0,01	0,0001

Si calculamos la desviación típica, obtenemos:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum |d|^2}{n}} = \sqrt{\frac{0,0132}{10}} = 0,036$$

Siendo:

σ = desviación típica

d = desviación de cada uno con la media

n = número de determinaciones

De esta serie obtenemos una riqueza media en aceite esencial de Romero de 1,62% y una desviación típica de $\pm 0,036$.

Luego las variaciones son: $1,62 \pm 0,036$

1,59% ----- 1,66%

b)

En este segundo estudio, trabajamos de la planta seca de Romero solo las hojas. Partimos de 15 gr. de estas hojas y los 200 ml. de agua con cloruro sódico y unos trozos de porcelana para regular la ebullición.

Anotamos igualmente las lecturas del volumen de media en media hora desde el comienzo de la destilación.

1º Determinación

1º lectura	-----	0,30 ml.
2º "	-----	0,38 "
3º "	-----	0,39 "
4º "	-----	0,41 "
5º "	-----	0,43 "
6º "	-----	0,44 "

7ª lectura ----- 0,44 ml.

Resultado final ----- 0,38 ml.

El rendimiento en aceite esencial de Romero es el siguiente:

$$\% \text{ de Esencia de Romero} = \frac{0,38 \cdot 0,905 \cdot 100}{15} = 2,29\%$$

De esta misma forma hacemos todo el estudio, partiendo siempre de la misma cantidad de hojas y el mismo método, de destilación, obteniendo la serie siguiente

<u>Determ.</u>	<u>Vol.final</u>	<u>Riqueza</u>	<u>Media</u>	<u>Desviación</u>	<u>Esq. Cuadrado</u>
1	0,38 ml.	2,29%		0,02	0,0004
2	0,38 "	2,29%		0,02	0,0004
3	0,39 "	2,35%		0,08	0,0064
4	0,38 "	2,29%		0,02	0,0004
5	0,37 "	2,23%	2,27%	0,04	0,0016
6	0,38 "	2,29%		0,02	0,0004
7	0,37 "	2,23%		0,04	0,0016
8	0,38 "	2,29%		0,02	0,0004
9	0,38 "	2,29%		0,02	0,0004
10	0,36 "	2,16%		0,11	0,0121

Si hacemos el mismo cálculo anterior

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum |d|^2}{n}} = \sqrt{\frac{0,0241}{10}} = 0,049$$

Obteniendo una riqueza media en aceite esencial de Romero de 2,27% y una desviación típica de $\pm 0,049$

Luego las variaciones son: $2,27 \pm 0,049$

2,22% ----- 2,32%

Tendremos como ya es sabido y se comprueba fácilmente al estudiar estas dos series, que el aceite esencial está localizado principalmente en las hojas de las plantas (18).

La diferencia obtenida se cifra en un 40% de aumento en el rendimiento al pasar de planta completa a sólo hojas.

Como ya hemos visto anteriormente el rendimiento industrial en aceite esencial de Romero era sólo del 0,45% al 0,75%, dependiendo de si la destilación se hacía en otoño o primavera respectivamente. Estos rendimientos están más o menos en línea con los obtenidos por nosotros cuantitativamente a partir de la planta completa, 1,62%, si tenemos en cuenta que industrialmente se parte de plantas verdes y éstas al llevarlas al estado de sequedad pierden del orden de un 55% en peso.

Ensayos de humedad sobre planta completa verde en estufa a 80° C.

Determinación

1º	humedad	54,3%
2º	"	55,4%
3º	"	57,2%
4º	"	54,9%

Humedad media 55,4%

Si los rendimientos industriales los transformamos al estado de planta completa seca obtenemos:

<u>Planta completa verde</u>		<u>Planta completa seca</u>
0,45%	corresponde al	1,0%
0,75%	" "	1,70%

Por tanto la relación entre estos resultados y los obtenidos en el laboratorio es acentuada, lo que nos dá gran confianza en poder afirmar la certeza de los datos obtenidos.

La técnica de Clevenger según la modificación de - Cabo Torres, se revela como buen método de determinación de esencias en planta seca. Operando con cantidades de la misma correspondientes entre 15 y 25 gr. para riquezas del orden de 1,6% a 2,3%, las desviaciones en el caso del romero, son del orden de $\pm 2\%$ de la media.

Por otra parte, la técnica citada constituye un método muy interesante en el plano industrial, por cuanto los datos obtenidos constituyen una orientación muy real de los rendimientos verdaderos al destilar una planta aromática.

III.4. ANÁLISIS OLFATIVO

De acuerdo con todos los perfumistas y técnicos en aceites esenciales, el análisis olfativo debe preceder a todo otro análisis; porque si el olor no es satisfactorio, poco puede importar que las constantes físico-químicas sean exactas; el producto es rechazado.

Este análisis olfativo, en comparación con una muestra patrón (a ser posible obtenida en el propio campo) es de tanta más utilidad cuanto que, con los progresos de la química orgánica, se ha llegado a producir una esencia falsificando los caracteres físicos y químicos de un aceite esencial puro. También se debe conducir esta prueba con todo el rigor sistemático de una dimensión científica.

Hace bastantes lustros, no se conocía nada más que el examen olfativo como método de control de la calidad de los aceites esenciales y perfumes. Se encuentran entonces narices célebres cuya reputación se conocía en todas partes y gracias a las cuales se edificaron fortunas.

Sin embargo, la dependencia exclusiva a este sistema de análisis, de marcado carácter personal, implica una escasez de medios de investigación que presenta graves inconvenientes; subordina la técnica y los negocios a la presencia indispensable de una nariz árbitro, y los interrumpe en caso de ausencia o indisponibilidad. Esto es poco conciliable con las exigencias actuales de la industria.

Los grandes progresos realizados por la química orgánica, el estudio de los constituyentes de los aceites esenciales y la determinación de sus constantes, han proporcionado a los técnicos armas preciosas para combatir el fraude y controlar las apreciaciones, otras veces definitivas, de sus nervios olfativos.

Algunos desprecian todavía estas preciosas garantías; otros las exageran y no dan al olfato garantía alguna. Ambos están en un gran error pues los dos procesos se complementan; pero el examen organoléptico no tendrá todo su valor, nada más que si se efectúa metódicamente y con la máxima atención, condición que está lejos de ser siempre aplicada.

Para el análisis olfativo hace falta al químico, además de sus conocimientos técnicos, un sentido del olfato sumamente desarrollado y además muy entrenado. Se necesitan como mínimo cinco años de estudio práctico para poder desarrollar esta actividad.

Dominando esta técnica se pueden detectar fácilmente las adulteraciones, tan usuales en los aceites esenciales, así como los componentes y en algunos casos el lugar de origen de dicho producto. De aquí la gran importancia de éste método en las transacciones comerciales.

III.4.1. METODO EXPERIMENTAL

La técnica a emplear es la siguiente: se utilizan - unas tiritas de papel secante algo satinado, de unas dimensiones de 140 mm. de largo por 5 mm. de ancho, que absorba el aceite esencial, pero no totalmente.

Es conveniente hacer la comparación del aceite esencial a examinar con uno de referencia completamente genuino, el cual debe conservarse en frascos oscuros totalmente llenos, al abrigo de la luz y de la humedad, y a una temperatura media estable. Además estas muestras patrón deben ser renovadas con cierta frecuencia.

En las tiritas de papel, ponemos en uno de sus ex--tremos el nombre del producto y la fecha; el otro extre--mo lo introducimos unos 20 mm. en el aceite esencial y se escurre en el mismo frasco y rápidamente se huele con aspiraciones medias y se intenta descubrir los componen--tes más volátiles "nota de cabezas", que se anotan. Lue--go colocamos la tirita en un portatiritas especial tipo - pinza, etc.

Después se la huele de nuevo; las sucesivas aprecia--ciones olfativas se pueden realizar de hora en hora, de dos en dos horas, y después a intervalos mayores. Se apre--cia de esta forma la sucesión de los distintos componen--tes "nota de cuerpo" y se efectúa, por así decirlo, un análisis por fraccionamiento, siguiendo su mayor o menor grados de volatilidad.

Finalmente y después de 24 horas, como término medio y dependiendo del producto, se detectan los componentes finales que forman la "nota de fondo".

La determinación de la potencia se hace siempre por comparación con un tipo conocido.

Existe una terminología especial para diferenciar los olores, siendo distinta en cada escuela de perfumaría; así se usan términos que no tienen ni el sentido ni el valor de su etimología, como pueden ser: nota verde, ocre, mantecosa, metálica, dulce, alcanforacea, etc., -- además de los nombres propios de productos químicos definidos.

Esta diversidad de denominaciones hace aún más difícil el estudio de ésta técnica en la que interviene tantos factores subjetivos y objetivos; de aquí lo anteriormente expuesto de la necesidad de un largo adiestramiento, así como un continuo ejercicio nasal. Como mínimo se debe oler una o dos horas diarias para tener la memoria olfativa bien desarrollada.

III.4.2. DISCUSION GENERAL

De las cuatro provincias estudiadas como fuentes de origen de aceite esencial de Romero, encontramos, que olfativamente, existe semejanza entre Albacete - Murcia, y entre Granada - Jaén - Ciudad Real, en el sentido de - que las dos primeras tienen la nota cineólica más acen--tuada y la nota "mantecosa en mayor proporción en la de Murcia que en la de Albacete, teniendo ambas en fondo la nota típica a "caldera" que como la "mantecosa se acen--túa más en Murcia. En las de Granada y Jaén la nota cinólica es más débil, apareciendo una nota algo "verde" que va siendo envuelta por la "alcanforacea; en fondo son algo más potentes que las anteriores predominando la nota alcanforácea, igual que en los de Murcia - Albacete, estas notas se acentúan más en Granada que en Jaén.

III.5. DENSIDAD O PESO ESPECIFICO

El peso específico o densidad es un criterio importante de la calidad y pureza de un aceite esencial. En general, con algunas pocas excepciones, la densidad es menor de 1.000. Los límites en los aceites esenciales, varían de 0,696 a 1.188 a 15°C (33). Para cada aceite particular, los límites son mucho más estrechos y en la mayoría de los casos, han sido establecidos durante el curso de los años.

El peso específico de un aceite esencial a 15°/15° (21 b) se puede definir como la relación entre el peso de un volumen dado de aceite a 15°, con el peso de un volumen igual de agua a 15°.

La densidad de un líquido es el peso de un volumen unidad. De este modo la densidad se puede expresar por ml. A 3,98° (que es la temperatura a la cual el agua pura libre de aire tiene la máxima densidad), 1 ml de agua pesa 0,999973 gr...; por lo que a ésta temperatura un ml. de agua pesa exactamente 1 gr.

Puesto que el coeficiente de expansión del agua es pequeño, la densidad de un líquido expresado en gr. por ml., corresponde prácticamente al peso específico. Sin embargo, la diferencia fundamental en los dos conceptos se debe comprender perfectamente.

Para la determinación de esta propiedad física, es necesario al menos una precisión en la tercera cifra decimal (55). Se utilizan corrientemente dos tipos de apa

ratos, el picnómetro y la balanza de Mohr-Westphal. El primero ofrece el método más conveniente aunque tiene la desventaja de que es muy lento y laborioso; la balanza de Mohr da menor precisión pero es muy rápida y cómoda, aunque tiene la particularidad de requerir cantidades relativamente grandes de aceite esencial para una determinación. Otros tipos de balanzas han sido creadas, que requieren menos cantidad y dan resultados satisfactorios.

Vamos a describir prácticamente su fundamento y forma de operar.

a) BALANZA DE MOHR-WESTPHAL.- Es una balanza hidrostática. Se puede nivelar mediante un tornillo, cuya punta forma uno de los tres pies de la base de la misma; el brazo más largo lleva en su extremo un gancho del que, mediante un delgado hilo de platino, se suspende un flotador cilíndrico de vidrio, que ordinariamente contiene también un termómetro; este brazo está graduado en diez partes iguales, marcadas por muescas; estando el flotador suspendido del gancho, el aparato debe estar equilibrado. Introduciéndolo el flotador en un líquido el equilibrio queda destruido; para restablecerlo se hace uso de una serie de pesas "reiters" de cuatro tamaños, colocándolas en una determinada división del brazo gradual. Las pesas del primer tamaño son iguales al peso de agua destilada a 15° desalojada por el flotador; de aquí que una de ellas, suspendida del extremo del brazo cuando el flotador está sumergido en agua a es

ta temperatura, el aparato está de nuevo en equilibrio. Si el flotador está sumergido en otro líquido, distinto del agua a la misma temperatura, se restablecerá el equilibrio colocando, por tanteos, diversas pesas, empezando por las mayores, en diversas divisiones del brazo. - De la disposición de las diferentes pesas, colocadas sobre la cruz de la balanza para establecer el equilibrio, se deducirá el peso específico del líquido considerado a 15°, respecto al agua a la misma temperatura; teniendo presente que los pesos del primer tamaño representan unidades de la primera cifra decimal y que los pesos de los sucesivos tamaños indican unidades de la segunda, - tercera y cuarta cifra decimal del peso específico.

Al proceder a la determinación del peso específico del líquido, hay que procurar que el flotador esté siempre igualmente hundido y a la misma longitud del hilo de platino dentro del líquido, observando que no haya burbuja alguna de aire adherida al flotador. Para verifi--car las observaciones se hace oscilar libremente la cruz hasta que se detiene en el punto de equilibrio.

b) PICNOMETRO.- Consta de un recipiente de vidrio - de cuello delgado provisto de una señal de enrase. Para determinar el peso específico de un líquido con el picnometro, se pesa primero el aparato vacío (P), después lleno de agua hasta la señal (P') y por fin lleno del - líquido cuyo peso específico se quiere determinar (P''); antes de hacer exactamente el enrase, hay que tener el picnometro con el líquido a la temperatura de 15°. Si -

P, P' y P'' son los pesos hallados, P'' - P y P' - P se ran los pesos de volúmenes iguales del líquido en exa-- men y de agua a la misma temperatura, y por lo tanto el peso específico del líquido vendrá dado por el cociente:

$$\frac{P'' - P}{P' - P} = d$$

Existen muy diversos tipos de picnómetros, el de W. Ostwald, H. Sprengel, etc. El procedimiento de todos -- ellos es el mismo; se limpia el picnómetro, llenándolo con mezcla crómica y dejándolo reposar durante unas tres horas. Se vacía el picnómetro y se enjuaga con agua des-- tilada, una vez limpio se llena con agua destilada a -- 15°, ajustando el nivel hasta la señal del brazo capi-- lar, separando cualquier exceso con un papel secante se pesa exactamente. Se vacía y se enjuaga varias veces -- con alcohol y finalmente con éter, se quitan los vapo-- res de éter con ayuda de una corriente de aire, se deja secar enteramente y se pesa exactamente. El peso del -- agua se halla restando el peso del picnómetro vacío de su peso cuando está lleno.

El picnómetro limpio y seco se llena con el aceite previamente puesto a 15°, se enrasa al nivel adecuado y se pesa con exactitud.

El peso del aceite contenido en el picnómetro divi-- dido por el peso del agua equivalente dá el peso especí-- fico del aceite a 15°/15°.

Para un picnómetro dado, el peso del agua equivalen-- te necesita ser determinado una sola vez, por lo tanto,

es importante que esta determinación sea realizada con gran cuidado y exactitud.

Para un trabajo científico, la determinación debería hacerse exactamente a 15° de temperatura. Sin embargo, para análisis rutinarios, se permite determinar la densidad de un aceite a temperatura ambiente, comparando con agua a 15° y después reducir este valor a una temperatura de 15°/15° usando, un factor de corrección adecuado. Numerosos investigadores han determinado factores de corrección para varios aceites y han recomendado un valor general de 0,00042 (49) a 0,00084 (82) por grado. Sin embargo como Bosart (5) puntualizó, no sería satisfactorio tomar la cifra media obtenida de una variedad de aceites y aplicarla a un aceite particular, cuando hay una diferencia de opinión sobre cual debería ser esa cifra.

En la investigación llevada a cabo por Bosart, se obtuvieron valores oscilando entre 0,00070 a 0,00099 -- por grado para los cuarenta y dos aceites esenciales -- que examinó. Por lo tanto no es justificable usar un -- factor de corrección medio si deben obtenerse datos -- exactos.

Valores en la variación de la densidad en algunos aceites esenciales españoles (21):

Ac. Es. Cade	0,00074
" " Espliego	0,00082
" " Eucaliptus	0,00084

Ac. Es. Lavanda	0,00082
" " Limón	0,00077
" " Menta	0,00076
" " Naranja	0,00078
" " Origanum	0,00076
" " Peleco	0,00078
" " Romero	0,00081
" " Tomillo	0,00079

La corrección adecuada debe añadirse si la temperatura a la cual se hizo la determinación es superior a 15°; contrariamente debe ser restada si la temperatura es inferior. Estos factores de corrección pueden resultar -- también de uso para convertir densidades dadas en la literatura a temperaturas diferentes de 15° cuando se comparan con las mismas a 15°. La United States Pharmacopeia y The National Formulary (107) especifican la temperatura a 25°/25°, y la The British Pharmacopeia (103) especifican a 15°/15°.

III.5.1. METODO EXPERIMENTAL

En este trabajo hemos utilizado siempre la balanza hidrostática de Mohr-Westphal a la temperatura ambiente. Primeramente hemos nivelado con el tornillo que forma uno de los piés, estando el flotador suspendido del gancho al aire.

Comprobamos los reiters, para ello llenamos de agua destilada la probeta de la balanza, manteniéndola a 15° , sumergimos el flotador en dicha agua y suspendemos a este del extremo del brazo, muesca n $^{\circ}$ 10, el reiter mayor (5 gr.) y se restablece el equilibrio, hacemos igual poniendo el reiter mayor en la muesca n $^{\circ}$ 9, la segunda en orden (0.5 gr.) también en el n $^{\circ}$ 9 y la tercera (0.05 gr.) en la muesca 10, el equilibrio se vuelve a restablecer.

Secamos la probeta y la llenamos con el aceite esencial de Romero, trabajamos a temperatura ambiente, introducimos el flotador en el líquido y colocamos, por tanteos, los diversos reiters en el brazo graduado, hasta alcanzar el equilibrio, normalmente el mayor se pone en la división 8 o 9, y los otros dependiendo de aquel, sabemos de antemano que la densidad es sobre 0,900. Comprobamos la temperatura y si es superior a 15° C., le agregamos a la lectura obtenida directamente por la suma de las distintas posiciones de los reiters, el factor de corrección 0,00080 (25) por grados centígrados, y si es inferior a esta temperatura se lo restamos. Obteniéndolo

de esta forma la densidad del aceite esencial a 15° C., respecto al agua a la misma temperatura.

Hemos de tener en cuenta en todas las determinaciones que el flotador esté siempre a la misma altura en el líquido, centrado y que no tenga burbujas de aire adheridas. Con la mano hacemos oscilar el brazo de la balanza para que vuelva a la posición de equilibrio, confirmando nos la observación.

21-1	*	aceite	0,970	0,970
21-2	*	aceite	0,970	0,970
21-3	*	aceite	0,970	0,970
21-4	*	aceite	0,970	0,970
21-5	*	aceite	0,970	0,970
21-6	*	aceite	0,970	0,970
21-7	*	aceite	0,970	0,970
21-8	*	aceite	0,970	0,970
21-9	*	aceite	0,970	0,970
21-10	*	aceite	0,970	0,970
21-11	*	aceite	0,970	0,970
21-12	*	aceite	0,970	0,970
21-13	*	aceite	0,970	0,970
21-14	*	aceite	0,970	0,970
21-15	*	aceite	0,970	0,970
21-16	*	aceite	0,970	0,970
21-17	*	aceite	0,970	0,970
21-18	*	aceite	0,970	0,970
21-19	*	aceite	0,970	0,970
21-20	*	aceite	0,970	0,970
21-21	*	aceite	0,970	0,970
21-22	*	aceite	0,970	0,970
21-23	*	aceite	0,970	0,970
21-24	*	aceite	0,970	0,970
21-25	*	aceite	0,970	0,970
21-26	*	aceite	0,970	0,970
21-27	*	aceite	0,970	0,970
21-28	*	aceite	0,970	0,970
21-29	*	aceite	0,970	0,970
21-30	*	aceite	0,970	0,970

III.5.2. DETERMINACIONES FISICAS

DENSIDAD A 15°
 ++++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Hellin	0,902		0,002
61-4	"	"	0,904		0,000
61-5	"	Lietor	0,900		0,004
61-6	"	Socovos	0,900		0,004
61-17	"	Hellin	0,907		0,003
61-18	"	"	0,901		0,003
61-19	"	"	0,905		0,001
61-23	"	Socovos	0,905		0,001
61-25	"	Hellin	0,909		0,005
61-27	"	Socovos	0,904		0,000
61-32	"	"	0,901		0,003
61-33	"	Hellin	0,9035		0,0005
62-3	1.962	Socovos	0,905	0,904	0,001
62-7	"	"	0,9045		0,0005
62-12	"	"	0,903		0,001
62-17	"	Hellin	0,905		0,001
62-24	"	"	0,904		0,000
62-25	"	Socovos	0,904		0,000
62-37	"	Hellin	0,901		0,003
62-46	"	Socovos	0,9015		0,0015
62-53	"	Hellin	0,905		0,001
63-4	1.963	"	0,908		0,004
63-5	"	"	0,905		0,001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-8	1.963	Ayna	0,904		0,000
63-9	"	Elche Sier.	0,902		0,002
63-11	"	Hellin	0,9045		0,0005
63-12	"	"	0,905		0,001
63-15	"	Elche Sier.	0,902		0,002
63-17	"	Socovos	0,905		0,001
63-20	"	"	0,905		0,001
63-21	"	Hellin	0,9045		0,0005
63-30	"	"	0,906		0,002
63-42	"	Socovos	0,903		0,001
63-43	"	Elche Sier.	0,906		0,002
63-51	"	Hellin	0,9025		0,0015
63-52	"	Elche Sier.	0,902		0,002
63-53	"	Hellin	0,905	0,904	0,001
63-54	"	"	0,9035		0,0005
63-56	"	Socovos	0,901		0,003
64-2	1.964	Hellin	0,904		0,000
64-3	"	"	0,9075		0,0035
64-4	"	Socovos	0,900		0,004
64-5	"	Elche Sier.	0,905		0,001
64-9	"	Hellin	0,904		0,000
64-20	"	"	0,903		0,001
64-21	"	"	0,9035		0,0005
64-28	"	Socovos	0,903		0,001
64-29	"	Elche Sier.	0,9035		0,0005
64-30	"	Socovos	0,905		0,001
64-31	"	Hellin	0,902		0,002
64-36	"	"	0,905		0,001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-42	1.964	Socovos	0,9025		0,0015
64-77	"	Elche Sier.	0,902		0,002
64-80	"	" "	0,9025		0,0015
64-81	"	" "	0,903		0,001
64-84	"	" "	0,903		0,001
64-85	"	Socovos	0,901		0,003
65-3	1.965	Elche Sier.	0,9055		0,0015
65-4	"	Hellin	0,9045		0,0005
65-6	"	"	0,909		0,005
65-9	"	Lieter	0,907		0,003
65-10	"	Socovos	0,905		0,001
65-11	"	Elche Sier.	0,903		0,001
65-14	"	Hellin	0,905		0,001
65-15	"	Yeste	0,905	0,904	0,001
65-17	"	Nerpio	0,9055		0,0015
65-26	"	Yeste	0,9045		0,0005
65-32	"	Hellin	0,908		0,004
65-36	"	"	0,904		0,000
65-37	"	"	0,904		0,000
65-38	"	"	0,906		0,002
66-1	1.966	Elche Sier.	0,901		0,003
66-2	"	Yeste	0,9035		0,0005
66-8	"	Hellin	0,9065		0,0025
66-10	"	Elche Sier.	0,902		0,002
66-13	"	" "	0,904		0,000
66-16	"	Socovos	0,903		0,001
66-19	"	"	0,9015		0,0025
66-21	"	Elche Sier.	0,902		0,002

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-22	1.966	Hellin	0,9045		0,0005
66-24	"	Elche Sier.	0,901		0,003
66-37	"	Socovos	0,9025		0,0015
66-38	"	"	0,904	0,904	0,000
66-39	"	Yeste	0,903		0,001
66-41	"	Ayna	0,900		0,004

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>DENSIDAD MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
85	0,904	± 0,002

Las variaciones medias son: 0,904 ± 0,002

0,902 ----- 0,906

Las determinaciones extremas experimentales son:

0,900 ----- 0,909

Por lo que haciendo el cálculo del porcentaje, de las densidades inferiores y superiores a las variaciones medias obtenemos los siguientes resultados:

11 Determinaciones corresponden 12,9% inferior a 0,902

7 " " 8,2% superior a 0,906

78,9% Dentro de los límites

Como su porcentaje es alto, se puede por lo tanto dar como límites para el aceite esencial de Romero de la provincia de Albacete, en lo que se refiere a la densidad a 15°C., las variaciones medias obtenidas que son:

0,902 ----- 0,906

Sin que esta conclusión sea terminante, cuando una

esencia esté fuera de estos límites, es necesario prestar gran atención a las demás constantes, ya que una sola, no la excluye, puesto que se dan anomalías en los aceites esenciales, ya que no son compuestos químicos, sino una mezcla, en la cual puede variar la composición, debido a factores externos, tal como la humedad, temperatura, la forma de destilación, etc.

DETERMINACIONES FISICAS

DENSIDAD A 15°

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-2	1.961	Las Terrer.	0,900		0,006
61-13	"	Olias	0,903		0,003
61-22	"	Albuñuelas	0,904		0,002
61-29	"	"	0,896		0,010
61-31	"	Restabal	0,907		0,001
61-34	"	Albuñuelas	0,896		0,010
62-20	1.962	"	0,905		0,001
62-21	"	Olias	0,910		0,004
62-23	"	Tablones	0,9105		0,0045
62-32	"	Baza	0,898		0,008
62-35	"	Albuñuelas	0,9005		0,0055
62-38	"	"	0,907	0,906	0,001
62-40	"	Fornes	0,877		0,029 +
62-42	"	Zújar	0,9125		0,0065
62-43	"	Orgiva	0,907		0,001
62-45	"	Albuñuelas	0,9005		0,0055
62-48	"	Zújar	0,909		0,003
62-49	"	Restabal	0,911		0,005
63-24	1.963	Orgiva	0,905		0,001
63-37	"	Zújar	0,913		0,007
63-44	"	Albuñuelas	0,904		0,002
63-45	"	Las Terrer.	0,891		0,015
63-46	"	Huescar	0,908		0,002

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-10	1.964	Restabal	0,911		0,005
64-11	"	Pueb. D. F.	0,9065		0,0005
64-16	"	" " "	0,9065		0,0005
64-23	"	Restabal	0,911		0,005
64-41	"	Pueb. D. F.	0,906		0,000
64-48	"	" " "	0,909		0,003
64-52	"	Caniles	0,897		0,008
64-53	"	Restabal	0,910		0,004
64-58	"	La Peza	0,885		0,031 +
64-59	"	Baza	0,9075		0,0015
64-61	"	"	0,899		0,007
64-64	"	Pueb. D. F.	0,913		0,007
64-66	"	Restabal	0,9075		0,0015
64-67	"	Zújar	0,907	0,906	0,001
64-69	"	Pueb. D. F.	0,9065		0,0005
64-71	"	" " "	0,9065		0,0005
65-23	1.965	" " "	0,902		0,004
65-27	"	Restabal	0,9115		0,0055
65-28	"	Zújar	0,916		0,010
65-29	"	Pueb. D. F.	0,910		0,004
65-30	"	Caniles	0,904		0,002
65-35	"	Pueb. D. F.	0,908		0,002
65-41	"	Faucón	0,885		0,031 +
65-42	"	Caniles	0,9035		0,0025
65-44	"	Pueb. D. F.	0,9115		0,0055
65-47	"	Restabal	0,903		0,003
65-48	"	Caniles	0,903		0,003

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D₁₅</u>	<u>D₁₅ MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-52	1.965	Pueb. D. F.	0,910		0,004
65-53	"	" " "	0,910		0,004
65-57	"	Caniles	0,901		0,005
65-60	"	Restabal	0,903	0,906	0,003
65-62	"	Pueb. D. F.	0,9075		0,0015
65-64	"	Restabal	0,908		0,002
66-30	1.966	Caniles	0,9005		0,0055
66-35	"	Restabal	0,9125		0,0065

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>DENSIDAD MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
58	0,906	$\pm 0,004$

Se hizo un primer estudio con todas las determinaciones obtenidas, dando una D_{15} media de 0,905, calculamos las desviaciones respectivas, para obtener la desviación media de 0,005. Hacemos los cálculos de las muestras 62-40, 64-58 y 65-41, y resulta que su diferencia con la media es superior a cuatro veces la desviación media. Por esta razón se anulan estas tres muestras y hacemos los cálculos nuevamente.

Las variaciones medias son $0,906 \pm 0,004$

0,902 ----- 0,910

Las determinaciones extremas experimentales 0,891 y 0,916 son algo sospechosas pues solo se dan en un solo caso, las que le siguen se repiten y se pueden dar por válidas

0,896 ----- 0,913

Si hacemos el cálculo del porcentaje de las determinaciones inferiores y superiores a las variaciones me

dias obtenemos:

10 Determinaciones corresponden 18,1% inferior a 0,902
 9 " " " 16,3% superior a 0,910
 65,6% Dentro de los límites.

Se puede por lo tanto dar como límites en la densi-
 dad del aceite esencial de Romero de la provincia de --
 Granada las variaciones medias obtenidas:

0,902 ----- 0,910

Pero no olvidando que los valores experimentales ex
 tremos válidos son: 0,896 y 0,913

Una esencia que esté fuera de los límites pero den-
 tro de los extremos experimentales válidos no se debe -
 rechazar, a no ser que las demás constantes le indiquen,
 pues puede ser perfectamente genuina.

DETERMINACIONES FISICAS

DENSIDAD A 15°

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-3	1.961	P.Lumbreras	0,901		0,002
61-7	"	Lorca	0,902		0,001
61-8	"	Sabinar	0,902		0,001
61-9	"	Caravaca	0,903		0,000
61-11	"	Murcia	0,903		0,000
61-12	"	Caravaca	0,903		0,000
61-16	"	"	0,899		0,004
61-20	"	Murcia	0,903		0,000
61-21	"	Caravaca	0,900		0,003
61-26	"	"	0,904		0,001
61-30	"	"	0,9025		0,0005
61-35	"	"	0,905		0,002
61-36	"	Cehegin	0,903		0,000
61-37	"	Caravaca	0,905	0,903	0,002
62-1	1.962	"	0,904		0,001
62-2	"	"	0,905		0,002
62-4	"	"	0,906		0,003
62-5	"	Lorca	0,9035		0,0005
62-6	"	"	0,901		0,002
62-8	"	P.Lumbreras	0,9035		0,0005
62-9	"	Ferez	0,9035		0,0005
62-10	"	Cimbre	0,899		0,004
62-11	"	Murcia	0,904		0,001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-13	1.962	Lorca	0,9035		0,0005
62-14	"	"	0,901		0,002
62-15	"	"	0,900		0,003
62-16	"	Archiver	0,905		0,002
62-18	"	"	0,904		0,001
62-22	"	"	0,902		0,001
62-26	"	Cimbre	0,9035		0,0005
62-27	"	Lorca	0,905		0,002
62-28	"	"	0,9005		0,0025
62-29	"	"	0,900		0,003
62-30	"	"	0,902		0,001
62-31	"	Cimbre	0,899		0,004
62-33	"	Murcia	0,901		0,002
62-34	"	Caravaca	0,903	0,903	0,000
62-36	"	"	0,903		0,000
62-41	"	Cehegin	0,896		0,007
62-47	"	Caravaca	0,901		0,002
62-50	"	Lorca	0,902		0,001
62-51	"	"	0,903		0,000
62-52	"	"	0,904		0,001
62-54	"	Cehegin	0,900		0,003
62-55	"	Caravaca	0,902		0,001
62-56	"	Lorca	0,906		0,003
62-57	"	Caravaca	0,9025		0,0005
62-58	"	Lorca	0,895		0,008 +
62-59	"	"	0,902		0,001
63-1	1.963	Murcia	0,9035		0,0005

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-2	1.963	Lorca	0,904		0,001
63-3	"	"	0,9035		0,0005
63-6	"	"	0,902		0,001
63-7	"	Totana	0,9035		0,0003
63-10	"	Calasparra	0,9085		0,0055
63-13	"	Lorca	0,839		0,004
63-14	"	"	0,901		0,002
63-16	"	Caravaca	0,903		0,000
63-19	"	Murcia	0,899		0,004
63-22	"	Caravaca	0,9055		0,0025
63-23	"	"	0,903		0,002
63-26	"	Murcia	0,9005		0,0025
63-27	"	Lorca	0,8995		0,0035
63-28	"	Archivel	0,906	0,903	0,003
63-29	"	Caravaca	0,9065		0,0035
63-31	"	"	0,505		0,002
63-32	"	Archivel	0,505		0,002
63-34	"	Caravaca	0,504		0,001
63-35	"	"	0,505		0,000
63-36	"	Mayreca	0,9065		0,0035
63-39	"	Cehegin	0,9045		0,0015
63-40	"	Caravaca	0,905		0,002
63-41	"	Moratalia	0,905		0,002
63-47	"	Caravaca	0,905		0,002
63-48	"	Culebrina	0,900		0,003
63-49	"	Caravaca	0,9055		0,0025
63-50	"	Cehegin	0,903		0,000

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-55	1.963	Caravaca	0,9015		0,0015
64-1	1.964	"	0,902		0,001
64-6	"	Moratalla	0,905		0,002
64-7	"	Lorca	0,907		0,004
64-8	"	P.Lumbreras	0,9045		0,0015
64-12	"	Caravaca	0,905		0,002
64-13	"	Lorca	0,9065		0,0035
64-14	"	"	0,907		0,004
64-15	"	"	0,9025		0,0005
64-17	"	Caravaca	0,9065		0,0035
64-18	"	"	0,9055		0,0025
64-19	"	"	0,906		0,003
64-22	"	Lorca	0,9025		0,0005
64-24	"	La Hoya	0,907	0,903	0,004
64-25	"	Lorca	0,902		0,001
64-26	"	Calasparra	0,906		0,003
64-27	"	Caravaca	0,908		0,003
64-32	"	Lorca	0,9025		0,0005
64-33	"	Caravaca	0,9025		0,0005
64-34	"	"	0,906		0,003
64-37	"	"	0,908		0,003
64-38	"	Calasparra	0,906		0,003
64-39	"	Caravaca	0,9025		0,0005
64-40	"	"	0,903		0,000
64-43	"	"	0,9015		0,0015
64-44	"	"	0,9065		0,0035
64-45	"	Lorca	0,9015		0,0015

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-46	1.964	Lorca	0,898		0,005
64-47	"	P.Lumbreras	0,9025		0,0005
64-49	"	Lorca	0,902		0,001
64-50	"	"	0,898		0,005
64-51	"	Caravaca	0,9005		0,0025
64-55	"	Lorca	0,901		0,002
64-57	"	Cehegin	0,903		0,000
64-62	"	Murcia	0,902		0,001
64-68	"	Moratalla	0,9035		0,0005
64-72	"	Caravaca	0,9035		0,0005
64-73	"	"	0,9055		0,0025
64-75	"	Lorca	0,8995		0,0035
64-76	"	Caravaca	0,902		0,001
64-78	"	"	0,902	0,903	0,001
64-82	"	"	0,905		0,002
64-83	"	"	0,9035		0,0005
65-1	1.965	Lorca	0,906		0,003
65-2	"	Calasparra	0,908		0,005
65-5	"	Caravaca	0,906		0,003
65-7	"	Lorca	0,906		0,003
65-8	"	"	0,905		0,002
65-12	"	Calasparra	0,909		0,006
65-13	"	Otos	0,905		0,002
65-16	"	Lorca	0,904		0,001
65-18	"	Calasparra	0,9065		0,0035
65-19	"	Lorca	0,9025		0,0005
65-20	"	"	0,904		0,001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-21	1.965	Calasparra	0,9055		0,0025
65-22	"	Caravaca	0,9035		0,0005
65-24	"	Lorca	0,904		0,001
65-33	"	Caravaca	0,903		0,000
65-34	"	Calasparra	0,9065		0,0035
65-39	"	Lorca	0,9015		0,0015
65-40	"	"	0,902		0,001
65-43	"	Caravaca	0,9055		0,0025
65-49	"	Lorca	0,902		0,001
65-51	"	"	0,905		0,002
65-55	"	"	0,905		0,002
65-63	"	Archiver	0,9055		0,0025
65-65	"	Lorca	0,901		0,002
65-67	"	Caravaca	0,903	0,903	0,000
65-68	"	"	0,8995		0,0035
66-3	1.966	Ayna	0,900		0,003
66-4	"	Ceje	0,903		0,000
66-5	"	Caravaca	0,902		0,001
66-6	"	Lorca	0,9055		0,0025
66-7	"	"	0,9005		0,0025
66-9	"	Totana	0,9005		0,0025
66-11	"	Caravaca	0,902		0,001
66-12	"	"	0,903		0,000
66-14	"	Lorca	0,899		0,004
66-15	"	"	0,8995		0,0035
66-17	"	Totana	0,901		0,002
66-18	"	Caravaca	0,904		0,001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-20	1.966	Caravaca	0,9045		0,0015
66-23	"	Calasparra	0,906		0,003
66-25	"	Caravaca	0,9035		0,0005
66-29	"	"	0,9045		0,0015
66-31	"	"	0,9045	0,903	0,0015
66-32	"	"	0,904		0,001
66-33	"	"	0,904		0,001
66-36	"	"	0,904		0,001
66-40	"	"	0,904		0,001

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>DENSIDAD MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
167	0,903	$\pm 0,002$

Hemos anulado la determinación 62-58, porque su diferencia con la media es cuatro veces la desviación media y no se modifica el cálculo pues una determinación - entre 167 no tiene influencia en el resultado final.

Las variaciones medias son: $0,903 \pm 0,002$

0,901 ----- 0,905

Las determinaciones extremas experimentales 0,896 y 0,909 son algo sospechosas pues sólo hay un caso en ambas las que le siguen se repiten y se pueden dar por válidas.

0,899 ----- 0,908

Por lo que haciendo el cálculo del porcentaje de - las determinaciones inferiores y superiores a las variaciones medias obtenemos:

17 Determinaciones equivalentes 10,5% inferior a 0,901

23 " " 14,5% superior a 0,905

77,0% Dentro de los límites

Por tanto podemos dar como límites para la densidad del aceite esencial de Romero de la provincia de Murcia, las siguientes variaciones medias:

0,901 -----0,905

Como el porcentaje es elevado, dentro de estos límites, toda esencia que esté fuera de éstos, se debe tener por sospechosa y hacer un examen a fondo para su anulación.

DETERMINACIONES FISICAS

DENSIDAD A 15°

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-10	1.961	Quesada (J)	0,908		0,001
61-15	"	" "	0,906		0,001
61-28	"	" "	0,9085		0,0015
62-19	1.962	" "	0,909		0,002
62-39	"	" "	0,905		0,002
63-18	1.963	" "	0,9055		0,0015
63-25	"	Ruidera (CR)	0,908		0,001
63-33	"	Quesada (J)	0,905		0,002
63-38	"	Ruid. (CR)	0,9065		0,0005
64-35	1.964	Quesada (J)	0,9075		0,0005
64-54	"	Ruid. (CR)	0,903		0,004
64-56	"	S.Elena (J)	0,8815		0,0255 +
64-60	"	Valdep. "	0,912		0,005
64-63	"	Ruid. (CR)	0,904	0,907	0,003
64-70	"	Solana "	0,9065		0,0005
64-74	"	Ruid. "	0,906		0,001
65-31	1.965	Quesada (J)	0,910		0,003
65-45	"	Ruid. (CR)	0,907		0,000
65-46	"	Quesada (J)	0,9025		0,0045
65-50	"	Ruid. (CR)	0,909		0,002
65-56	"	Segura S. (J)	0,9145		0,0075
65-59	"	Ruid. (CR)	0,908		0,001
65-61	"	" "	0,902		0,005

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>D_{15°}</u>	<u>D_{15°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-26	1.966	Quesada (J)	0,9085		0,0015
66-27	"	Ruid. (CR)	0,908		0,001
66-28	"	Solana "	0,909	0,907	0,002
66-34	"	Ruidera"	0,909		0,002

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>DENSIDAD MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
27	0,907	± 0,002

Hemos anulado la determinación 64-65 porque su diferencia con la densidad media es superior a cuatro veces el valor de la desviación media.

Las variaciones medias son: $0,907 \pm 0,002$

0,905 ----- 0,909

Las variaciones extremas experimentales son:

0,902 ----- 0,9145

Haciendo el cálculo del porcentaje de las determinaciones inferiores y superiores a las variaciones medias obtenemos:

4 Determinaciones corresponden a 15,3% inferior a 0,905

3 " " a 11,5% superior a 0,909

73,2% Dentro de los límites

Por tanto podemos dar como límites para la densidad del aceite esencial de Romero de las provincias de Jaén-Ciudad Real, las variaciones medias que son:

0,905 ----- 0,909

Todo aceite esencial que esté fuera de estos límites hay que confrontarla con las de más constantes para su rechazamiento o aprobación.

III.5.3. ACEITE ESENCIAL DE ROMERO ESPAÑOL

DENSIDAD A 15°C

Hemos hecho 337 determinaciones de la densidad de esta esencia, han sido anuladas 5 ya explicadas anteriormente en las distintas provincias. Los años que comprenden estas muestras son 1.961 a 1.966.

Densidades Medias		Desviaciones Medias
Albacete	0,904	± 0,002
Granada	0,906	± 0,004
Murcia	0,903	± 0,002
Jaén-C.Real	0,907	± 0,002

Las Determinaciones experimentales válidas son:

Albacete	0,900	-----	0,909
Granada	0,896	-----	0,913
Murcia	0,899	-----	0,908
Jaén-C-R	0,902	-----	0,9145

Tomando los límites de cada provincia que en este caso coinciden con las variaciones medias, tenemos:

Albacete	0,902	-----	0,906
Granada	0,902	-----	0,910
Murcia	0,901	-----	0,905
Jaén-C Real	0,905	-----	0,909

Y calculando la media de éstos límites, nos dá el siguiente resultado

0,9025 ----- 0,9075

Haciendo el cálculo del porcentaje de determinaciones inferiores y superiores a la media obtenemos:

58 Determinaciones corresponden a 17,4% inferior 0,9025

28 " " a 8,4% superior 0,9075

74,2% Dentro de los límites.

Se podrían dar por su alto porcentaje estos datos como límites para esta constante, pero no debemos tomar para ello las media al ser distintas regiones españolas estudiadas, si no los datos extremos, es decir el valor más bajo y más alto de los límites de todas las provincias.

De esta forma los límites para el aceite esencial del Romero Español en cuanto a su Densidad son los siguientes.

0,901 ----- 0,910

Si hacemos nuevamente el cálculo del porcentaje dentro de estos límites, obtenemos un 86,4%, valor suficientemente alto para que estos resultados sean correctos.

Y por tanto, toda esencia que esté fuera de estos límites, se considera sospechosa, y debe ser confrontada con las otras constantes para rechazarla.

Haciendo el estudio de los resultados parciales, expresando para cada provincia por separado, vemos que existe una aparente influencia por su origen geográfico.

En el sentido de que las esencias de la región andaluza tendrían una densidad ligeramente superior a las levantinas.

Sin embargo no puede admitirse tal observación como hecho concluyente, puesto que al tomar en cuenta las respectivas desviaciones medias, se advierte que las diferencias entre la media superior (Jaén $D_{15} = 0,907 \pm 0,02$) y la inferior (Murcia $D_{15} = 0,903 \pm 0,02$) no son totalmente significativas. En efecto, poseen una frontera común en 0,905.

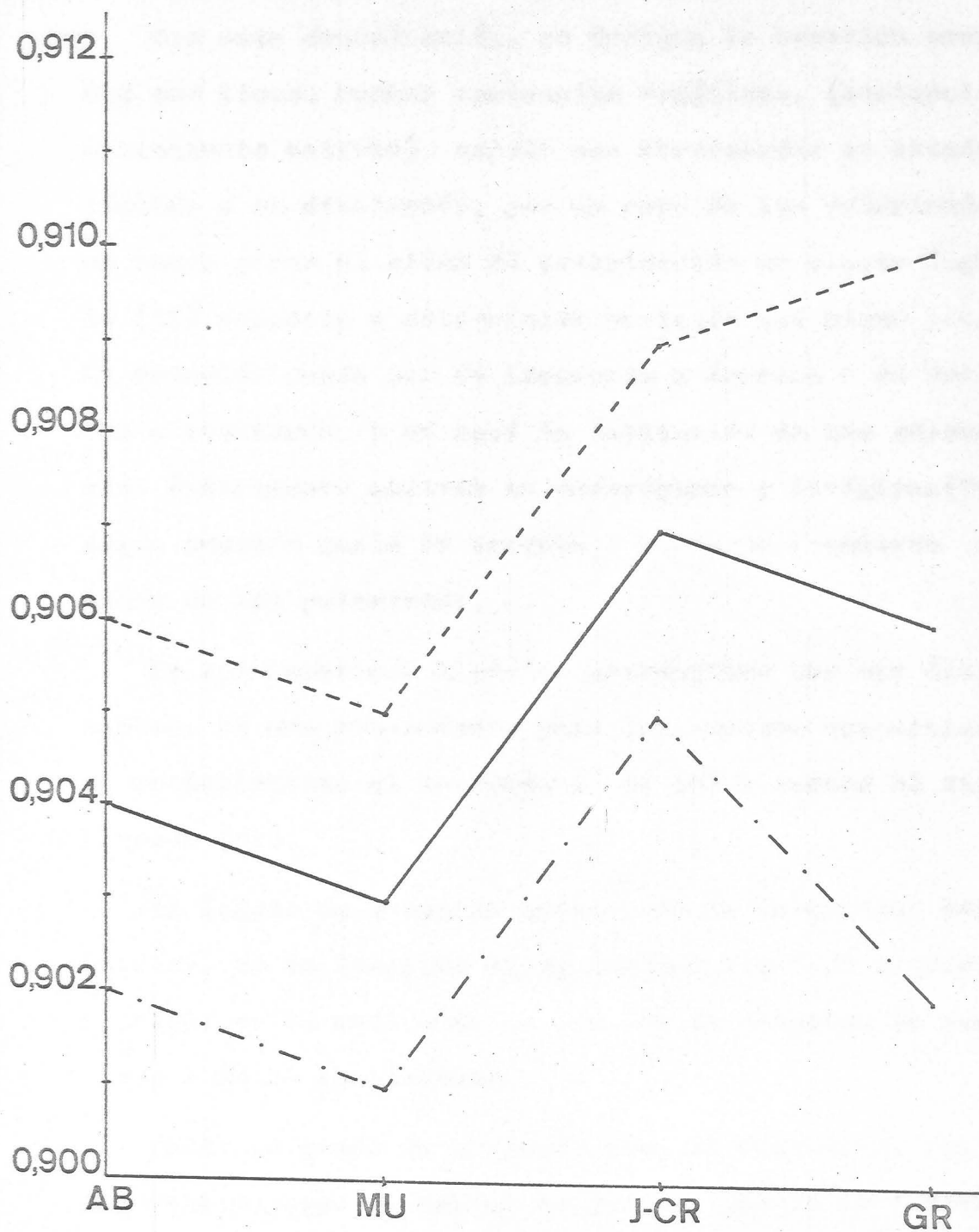
Lo cierto es que las series de datos de Albacete y Murcia muestran una incuestionable homogeneidad al considerar las medias y desviaciones respectivas.

Albacete $0,904 \pm 0,02$

Murcia $0,903 \pm 0,02$

Y que las series de muestras de Granada son las que poseen mayor dispersión en sus datos de densidad, según se desprende de su desviación ($\pm 0,04$), doble de las restantes ($\pm 0,02$)

DENSIDAD A 15°C.



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LIMITES
— VALORES MEDIOS DE LAS PROVINCIAS
-.- VALORES INFERIORES DE LOS LIMITES

GRAFICA 1

III.6. PODER ROTATORIO

Con esta denominación, se designa la conocida propiedad que tienen muchas sustancias orgánicas, (sustancias ópticamente activas), cuando son atravesadas en estado líquido o en disolución, por un rayo de luz polarizada, de hacer girar el plano de polarización un cierto ángulo (52) respecto a determinada posición del mismo plano. La rotación puede ser de izquierda a derecha o de derecha a izquierda, y de aquí la distinción de las sustancias ópticamente activas en dextrógiras y levógiras (79), según desvién hacia la derecha o hacia la izquierda el plano de luz polarizada.

De los numerosos tipos de polarímetros que hay disponibles, el más conveniente para los aceites esenciales es probablemente el instrumento de media sombra el tipo Lippich (62).

El ángulo de rotación depende de la naturaleza del líquido, de la longitud de la columna llena de líquido a través de la cual pasa la luz, de la longitud de onda usada y de la temperatura.

Tanto el grado de rotación como su dirección, son importantes como criterios de pureza. Cuando se indican rotaciones es usual marcar la dirección por medio del signo más (+), para indicar la dextrorotación (rotación a la derecha) y el signo menos (-) para indicar la levorotación (rotación a la izquierda).

Puesto que la lectura de la escala, para un líquido ópticamente activo, es directamente proporcional a la longitud de la columna que contiene el líquido, es preciso usar un tubo Standard; éste es el de 100 mm. de longitud. Si por cualquier razón se utiliza un tubo más corto o más largo (56), se deberá calcular la rotación para el tubo Standard. Las rotaciones para aceites esenciales dadas en la literatura pueden suponerse para este tubo Standard de 100 mm., a menos que se especifique una longitud diferente. Se ha hecho usual en el trabajo polarimétrico utilizar la luz monocromática de sodio, obtenida por medio de una lámpara de vapores de sodio.

Se adopta usualmente una temperatura Standard de 20°C (43), para los aceites esenciales expresados en la literatura, La Farmacopea y Formulario Nacional americanos, expresan la temperatura de 25° como oficial. Para la mayoría de estos aceites, el cambio en la rotación óptica por variaciones de temperatura, es muy pequeño; por lo tanto en análisis rutinarios, las lecturas se toman generalmente a temperaturas ambiente y no se hacen correcciones para variaciones de temperatura, a no ser en casos especiales como los aceites cítricos, que contienen grandes cantidades de terpenos muy activos ópticamente.

El procedimiento a seguir es que el aceite debe estar libre de materias en suspensión. A menudo, los aceites están opalinos, debido a la presencia de pequeñas cantidades de agua y otras impurezas; se deben secar --

con sulfato sódico anhidro y filtrar, antes de hacer la determinación.

El polarímetro Laurent (23) consta de un pié que sostiene un tubo metálico horizontal, cuya parte media está dispuesta a manera de canal semicilíndrico, provisto de tapa con charnela, que permite instalar y cubrir el tubo que contiene el líquido a examen. Este canal lleva en un extremo el aparato polarizador y en el otro el -- analizador. El primero consta de una lente destinada a recoger los rayos procedentes de una luz monocromática de sodio, de un nicol polarizador y de una delgada lámina de cuarzo, cortada paralelamente al eje óptico del cristal y fijada a un diafragma circular, de modo que -- ocupe exactamente la mitad de la abertura. El aparato -- analizador consta de un nicol analizador y de un anteojo ocular y puede girar alrededor de su propio eje, mediante un botón, junto con un nonius que recorre un círculo graduado. El espesor de la lámina es tal que cuando el nonius está en el cero, las dos mitades, derecha e izquierda del campo ocular, aparecen iluminadas con igual intensidad. Por esto, antes de usar el aparato -- hay que calibrarlo.

Se coloca el tubo del polarímetro de 100 mm. que contiene el aceite bajo examen dentro del aparato; se gira lentamente el analizador hasta que ambas mitades del -- campo, vistas a través del ocular, muestren intensidades de iluminación iguales; en éste lugar, una pequeña desviación a la derecha o la izquierda causará inmediata--

mente una pronunciada desigualdad en las intensidades de iluminación de las dos mitades del campo.

Si el analizador se gira en sentido contrario de las agujas de un reloj, desde la posición de cero para obtener la lectura final, la rotación es levo; si es en el mismo sentido que las agujas es dextro.

Algunos aceites son demasiado oscuros en color para una determinación exacta de la rotación y por tanto no se pueden utilizar el tubo de 100 mm. En tales casos, se utiliza un tubo de 50 mm (22), o incluso un tubo de 25 mm.. Puesto que la rotación se considera para los tubos de 100 mm, se debe multiplicar por dos para un tubo de 50 mm. y por cuatro para un tubo de 25 mm., y por ello el error experimental queda multiplicado igualmente. Con tratamente se se examina un aceite muy claro y que es muy ligeramente activo, se pueden utilizar tubos más -- largos, de 200 mm., lo que es ventajoso, pues la rotación observada se divide por dos y cualquier error experimen tal también se divide por dos.

III.6.1. METODO EXPERIMENTAL

En nuestro estudio hemos utilizado un polarímetro - del tipo Laurent, marca Winkel-Zeiss de Gottingen; el - círculo graduado está dividido en 360° , teniendo idénti- co valor el 0° que el 180° . Cada grado se divide a su - vez en 10 partes por medio del nonius adjunto.

El aceite esencial de Romero lo secamos previamente con sulfato sódico anhidro y filtramos, llenando el tubo de 100 mm, evitando que queden burbujas de aire que en- torpecerían la visión, aunque todos los tubos polaríme- tros tienen en un extremo una especie de bulbo para que en el caso de que pequeñas burbujas de aire queden den- tro se alejen en esta cavidad y no interfieran en el - análisis.

Calibramos el polarímetro poniéndolo en el cero, co- nectando la lámpara de luz monocromática de radio, y ob- servando por el ocular que las dos mitades del campo apa- rezcan iluminadas con la misma intensidad. Colocamos el tubo que contiene el aceite esencial de Romero en exa- men en el interior del aparato, giramos el analizador en uno y otro sentido hasta que en ambas mitades del campo las intensidades de iluminación sean parecidas; en este momento se gira muy lentamente hasta que sean totalmen- te iguales; éste es el punto en que tomamos la lectura.

Para cada determinación hacemos tres lecturas, las cuales no deben diferir en más de $\pm 0.3^\circ$, y tomamos la - media aritmética de estas lecturas para obtener el va--

lor real de esta determinación polarimétrica; será dextrogira si hemos girado el analizador en el sentido de las agujas del reloj y levogira al contrario.

La temperatura a que operamos es la del medio ambiente y no hacemos corrección alguna puesto que el error cometido es muy inferior al propio error instrumental.

III.6.2. DETERMINACIONES FISICAS

ROTACION

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Hellin	-2,0º		1,1
61-4	"	"	-0,6º		2,5
61-5	"	Lieter	-2,0º		1,1
61-6	"	Socovos	-1,8º		1,3
61-17	"	Hellin	+2,3º		0,6
61-18	"	"	+3,3º		0,4
61-19	"	"	+0,4º		2,5
61-23	"	Socovos	+3,1º		0,2
61-25	"	Hellin	+5,9º		3,0
61-27	"	Socovos	+4,5º		1,6
61-32	"	"	+3,2º	+2,9º	0,3
61-33	"	Hellin	+3,2º		0,3
62-3	1.962	Socovos	-0,5º	-3,1º	2,6
62-7	"	"	-4,5º		1,4
62-12	"	"	-3,3º		0,2
62-17	"	Hellin	-4,9º		1,8
62-24	"	"	-4,7º		1,6
62-25	"	Socovos	-2,0º		1,1
62-37	"	Hellin	-2,0º		1,1
62-46	"	Socovos	-1,0º		2,1
62-53	"	Hellin	+3,5º		0,6
63-4	1.963	"	-6,0º		2,9
63-5	"	"	-2,0º		1,1

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-8	1.961	Ayna	-2,4°		0,7
63-9	"	Elche Sie.	-3,4°		0,3
63-11	"	Hellin	-2,5°		0,6
63-12	"	"	-4,5°		1,4
63-15	"	Elche Sie.	-2,5°		0,6
63-17	"	Socovos	-0,7°		2,4
63-20	"	"	+3,0°		0,1
63-21	"	Hellin	+1,1°		1,8
63-30	"	"	+5,5°		2,6
63-42	"	Socovos	+3,2°		0,3
63-43	"	Elche Sie.	+3,4°		0,5
63-51	"	Hellin	+2,5	+2,9°	0,4
63-52	"	Elche Sie.	-1,1°		2,0
63-53	"	Hellin	-0,8°	-3,1°	2,3
63-54	"	"	+2,7°		0,2
63-56	"	Socovos	+2,5°		0,4
64-2	1.964	Hellin	-5,0°		1,9
64-3	"	"	-4,7°		1,6
64-4	"	Socovos	+1,8°		1,1
64-5	"	Elche Sie.	-4,7°		1,6
64-9	"	Hellin	-7,0		3,9
64-20	"	"	-5,4°		2,3
64-21	"	"	-5,3°		2,2
64-28	"	Socovos	-1,8°		1,3
64-29	"	Elche Sie.	-3,5°		0,4
64-30	"	Socovos	-1,9°		1,2
64-31	"	Hellin	-1,8°		1,3

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT.MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-36	1.964	Hellin	-2,9°		0,2
64-42	"	Socovos	+2,8°		0,1
64-77	"	Elche Sie.	-1,6°		1,5
64-80	"	" "	-2,4°		0,7
64-81	"	" "	-2,1°		1,0
64-84	"	" "	-3,0°		0,1
64-85	"	Socovos	+2,1°		0,8
65-3	1.965	Elche Sie.	-5,0°		1,9
65-4	"	Hellin	-5,8°		2,7
65-6	"	"	-4,4°		1,3
65-9	"	Lietor	-5,1°		2,0
65-10	"	Socovos	-3,0°		0,1
65-11	"	Elche Sie.	-4,6°	+2,9°	1,5
65-14	"	Hellin	-3,4°		0,3
65-15	"	Yeste	-0,8°	-3,1°	2,3
65-17	"	Nerpio	-2,4°		0,7
65-26	"	Yeste	+1,1°		1,8
65-32	"	Hellin	-5,8°		2,7
65-36	"	"	-4,4°		1,3
65-37	"	"	-1,0°		2,1
65-38	"	"	-1,8°		1,3
66-1	1.966	Elche Sie.	-1,9°		1,2
66-2	"	Yeste	+3,1°		0,2
66-8	"	Hellin	+5,8		2,9
66-10	"	Elche Sie.	-2,7°		0,4
66-13	"	" "	-3,2°		0,1
66-16	"	Socovos	-0,1°		3,0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT.MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-19	1.966	Socovos	+0,9°		2,0
66-21	"	Elche Sie.	-5,0°		1,9
66-22	"	Hellin	+2,1°	+2,9°	0,8
66-24	"	Elche Sie.	-5,1°		2,0
66-37	"	Socovos	-2,8°		0,3
66-38	"	"	-1,7°	-3,1°	1,4
66-39	"	Yeste	-0,9°		2,2
66-41	"	Ayna	-3,7°		0,6

<u>Nº Determ.</u>	<u>Rot.(+)Med.</u>	<u>Desv.(+)</u>	<u>Rot.(-)Med.</u>	<u>Desv.(-)</u>
85	+2,9	± 1,0	-3,1	± 1,4

De las 85 determinaciones experimentales de rotación obtenemos 60 determinaciones negativas (levo), 25 positivas (dextro) y cero ópticamente inactivas, lo que representa:

70'6% Determinaciones levo

29'4% " dextro

0'0% " Ópticamente inactivas

Las variaciones medias son:

Levogiras	-3,1 ± 1,4	-1,7 -----	-4,5
Dextrogiras	+2,9 ± 1,0	+1,9 -----	+3,9

Si tomamos los extremos (valores más altos) de las variaciones levogiras y dextrogiras, obtenemos la variación media total:

-4,5 ----- +3,9

Las determinaciones extremas experimentales son -7,0 y +5,9, el valor levogiro es algo sospechoso, más sólo se

dá en un caso, le sigue -6,0 del que también hay un solo caso, pero como le sigue -5,9 y -5,8, y el error instrumental es superior a $\pm 0,2$ podemos tomar el valor -6,0 como válido. Por tanto los límites experimentales válidos son:

$$-6,0 \text{ ----- } +5,9$$

Haciendo el cálculo del porcentaje de las rotaciones inferiores y superiores a las variaciones medias totales obtenemos:

4 determinaciones equivalentes a 4,7% superior a +3,9
 16 " " " 18,8% inferior a -4,5
 76,5% Dentro de los límites

Por lo que se podrían dar como límites las variaciones medias totales:

$$-4,5 \text{ ----- } +3,9$$

Pero como hemos obtenido una proporción superior al 70% de determinaciones levogiras, las esencias de tipo medio para esta región pueden considerarse en las rotaciones negativas.

Por ello los límites del aceite esencial de romero de la provincia de Albacete son los siguientes:

$-1,7 \text{ ----- } -4,5$

Se ve claramente que las esencias destiladas en esta región son predominantemente levogiras, aunque si aparece alguna de signo positivo en los límites +1,9 -- +3,9 no debe ser rechazada, sino después de comprobar las demás constantes y que estas también indiquen que no es genuina de esta región.

DETERMINACIONES FISICAS

ROTACION

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT.MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-2	1.961	Las Terror.	-1,9º		0,8
61-13	"	Olias	+1,0º		5,3
61-22	"	Albuñuelas	+3,5º		2,7
61-29	"	"	+9,0º		2,7
61-31	"	Restabal	+2,7º		3,6
61-34	"	Albuñuelas	+9,0º		2,7
62-20	1.962	"	-0,5º		0,6
62-21	"	Olias	+3,7º		2,6
62-23	"	Tablones	+3,0º		3,3
62-32	"	Baza	+0,4º		5,9
62-35	"	Albuñuelas	+1,6º		4,7
62-38	"	"	+2,8º	+6,3º	3,5
62-40	"	Fornes	+19,0º		12,7 +
62-42	"	Zújar	+12,0º		5,7
62-43	"	Orgiva	+5,5º	-1,1º	0,8
62-45	"	Albuñuelas	+6,5º		0,2
62-48	"	Zújar	+12,0º		5,7
62-49	"	Restabal	+5,4º		0,9
63-24	1.963	Orgiva	+3,9º		2,4
63-37	"	Zújar	+11,0º		4,7
63-44	"	Albuñuelas	+5,0º		1,3
63-45	"	Las Terror.	+2,7º		3,6
63-46	"	Huescar	+7,9º		1,6

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-10	1.964	Restabal	-1,0º		0,1
64-11	"	Pueb. D. F.	+0,3º		6,0
64-16	"	" " "	+8,1º		1,8
64-23	"	Restabal	+0,6º		5,7
64-41	"	Pueb. D. F.	+8,0º		1,7
64-48	"	" " "	+6,3º		0,0
64-52	"	Caniles	+5,3º		1,0
64-53	"	Restabal	+2,6º		3,7
64-58	"	La Peza	+10,0º		3,7
64-59	"	Baza	+9,3º		3,0
64-61	"	"	+3,5º		2,8
64-64	"	Pueb. D. F.	+12,3º		6,0
64-66	"	Restabal	+4,9º	+6,3º	1,4
64-67	"	Zújar	+9,4º		3,1
64-69	"	Pueb. D. F.	+9,5º	-1,1º	3,2
64-71	"	" " "	+10,3º		4,0
65-23	1.965	" " "	+0,9º		5,4
65-27	"	Restabal	+1,7º		4,6
65-28	"	Zújar	+8,6º		2,3
65-29	"	Pueb. D. F.	+6,3º		0,0
65-30	"	Caniles	-1,0º		0,1
65-35	"	Pueb. D. F.	+7,2º		0,9
65-41	"	Faucena	+13,7º		7,4
65-42	"	Caniles	+4,8º		1,5
65-44	"	Pueb. D. F.	+10,0º		3,7
65-47	"	Restabal	+7,0º		0,7
65-48	"	Caniles	+8,0º		1,7
65-52	"	Pueb. D. F.	+8,5º		2,2

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT/MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-53	1.965	Pueb.D.F.	+9,3°		3,0
65-57	"	Caniles	+4,3°		2,0
65-60	"	Restabal	+11,0°	+6,3°	4,7
65-62	"	Pueb.D.F.	+9,1°		2,8
65-64	"	Restabal	+8,2°		1,9
66-30	1.966	Caniles	+2,8°	-1,1°	3,5
66-35	"	Restabal	+4,0°		2,3

<u>NºDeterm.</u>	<u>Rot.(+)Med.</u>	<u>Desv.(+)</u>	<u>Rot.(-)Med.</u>	<u>Desv.(-)</u>
58	+6,3	± 3,0	-1,1	± 0,4

De las 58 determinaciones anulamos una, la 62-40, - porque su diferencia con la media es superior a cuatro - veces la desviación media.

Como sólo hay cuatro determinaciones negativas y -- ninguna inactiva en el total, ello representa:

93,3% Determinaciones dextro

6,8% " " levo

0,0% " " Opticamente inactivas

Las variaciones medias son:

Dextrogiras +6,3 ± 3,0 +3,3 ----- +9,3

Levogiras -1,1 ± 0,4 -0,7 ----- -1,5

Luego la variación media total, tomando los valores máximo levo y dextro es:

-1,5 ----- +9,3

Las determinaciones experimentales extremas - son: -1,9 y +13,7, el valor dextro es algo sospechoso, - pués sólo se dá en un caso, aunque el lvo también es un caso por su alto porcentaje en el total de las determinau

ciones leve no lo despreciamos, el anterior pasa a 12,3 y este a 12,0 que está repetido y lo podemos utilizar, luego los extremos experimentales son:

-1,9 ----- +2,0

Si hacemos el cálculo del porcentaje de las determinaciones superiores e inferiores a la media total obtenemos:

1 Determinación equivalente a 1,8% inferior (-) 1,5
 11 Determinaciones " " 18,9% superior (+) 9,3
 79,3% dentro de los límites

Se puede por lo tanto dar con garantías, como límites en la rotación del romero de la provincia de Granada los valores (-)1,5 y (+)9,3.

Pero como hemos visto que las determinaciones dextro giras representan el 93,2%. Podemos dar como límites reales del aceite esencial de Romero Granada los valores dextro que son:

+3,3 ----- +9,3

Y toda esencia que esté fuera de éstos límites, debe ser tenida por sospechosa hasta que no se comprueben las demás constantes para su rechazamiento o aprobación

D E T E R M I N A C I O N E S F I S I C A S

R O T A C I O N
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-3	1.961	P.Lumbreras	-4,5º		1,1
61-7	"	Lorca	-3,1º		0,3
61-8	"	Sabinar	+2,0º		1,9
61-9	"	Caravaca	-3,0º		0,4
61-11	"	Murcia	-2,6º		0,8
61-12	"	Caravaca	+1,0º		2,9
61-16	"	"	+2,0		1,9
61-20	"	Murcia	-1,5º		1,9
61-21	"	Caravaca	+2,0º		1,9
61-26	"	"	+1,9º		2,0
61-30	"	"	+5,6º		1,7
61-35	"	"	+5,0º	+3,9º	1,1
61-36	"	Cehegin	-1,0º		2,4
61-37	"	Caravaca	+7,0º		3,1
62-1	1.962	"	+4,0º	-3,4º	0,1
62-2	"	"	+4,3º		0,4
62-4	"	"	+3,3º		0,6
62-5	"	Lorca	-5,0º		1,6
62-6	"	"	-5,0º		1,6
62-8	"	P.Lumbreras	-5,0º		1,6
62-9	"	Ferez	-0,8º		2,6
62-10	"	Cimbre	-6,9º		3,5
62-11	"	Murcia	-5,2º		1,8

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-13	1.962	Lorca	-4,9º		1,5
62-14	"	"	-4,5º		1,1
62-15	"	"	-6,2º		2,8
62-16	"	Archiver	0,0º		...
62-18	"	"	-0,6º		2,8
66-22	"	"	+1,2º		2,7
62-26	"	Cimbre	-4,6º		1,2
62-27	"	Lorca	-5,4º		2,0
62-28	"	"	-7,2º		3,8
62-29	"	"	-6,3º		2,9
62-30	"	"	-4,0º		0,6
62-31	"	Cimbre	-5,6º		2,2
62-33	"	Murcia	-4,5º	+3,9º	1,1
62-34	"	Caravaca	-2,5º		0,9
62-36	"	"	-0,9º		2,5
62-41	"	Cehegin	0,0º	-3,4º	...
62-47	"	Caravaca	+6,3º		2,4
62-50	"	Lorca	+6,1º		2,2
62-51	"	"	-1,0º		2,4
62-52	"	"	-4,5º		1,1
62-54	"	Cehegin	+0,5º		3,4
62-55	"	Caravaca	+5,0º		1,1
62-56	"	Lorca	-1,0		2,4
62-57	"	Caravaca	+3,0º		0,9
62-58	"	Lorca	-5,5º		2,1
62-59	"	"	-2,3º		1,1
63-1	1.963	Murcia	-3,1º		0,4
63-2	"	Lorca	-4,0º		0,6

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-3	1.963	Lorca	-5,5º		2,1
63-6	"	"	-5,3º		1,9
63-7	"	Totana	-4,6º		1,2
63-10	"	Calasparra	-1,2º		2,2
63-13	"	Lorca	-3,0º		0,4
63-14	"	"	-2,8º		0,6
63-16	"	Caravaca	+0,2º		3,7
63-19	"	Murcia	-3,9º		0,5
63-22	"	Caravaca	+4,1º		0,2
63-23	"	"	+3,9º		0,0
63-26	"	Murcia	-0,4º		3,0
63-27	"	Lorca	-1,6º		1,8
63-28	"	Archivel	+7,2º	+3,9º	3,3
63-29	"	Caravaca	+3,8º		0,1
63-31	"	"	+4,1º	-3,4º	0,2
63-32	"	Archivel	+7,6º		3,7
63-34	"	Caravaca	+6,0º		2,1
63-35	"	"	+3,0º		0,9
63-36	"	Mayreua	+4,3º		0,4
63-39	"	Cehegin	-0,9º		2,5
63-40	"	Caravaca	+8,0º		4,1
63-41	"	Moratalla	+5,3º		1,4
63-47	"	Caravaca	+5,7º		1,8
63-48	"	Culebrina	-3,4º		0,0
63-49	"	Caravaca	+3,2º		0,7
63-50	"	Cehegin	-2,7º		0,7
63-55	"	Caravaca	+6,6º		2,7
64-1	1.964	"	+4,7º		0,8

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-6	1.964	Moratalla	+2,6°		1,3
64-7	"	Lorca	-4,4°		1,0
64-8	"	P.Lumbreras	-4,3°		0,9
64-12	"	Caravaca	+5,5°		1,6
64-13	"	Lorca	-3,6°		0,2
64-14	"	"	-4,4°		1,1
64-15	"	"	-4,7°		1,3
64-17	"	Caravaca	-1,3°		2,1
64-18	"	"	+2,0°		1,9
64-19	"	"	+6,1°		2,2
64-22	"	Lorca	-4,3°		0,9
64-24	"	La Hoya	-0,7°		2,7
64-25	"	Lorca	-5,2	+3,9°	1,8
64-26	"	Calasparra	-0,9°		2,5
64-27	"	Caravaca	+1,7°	-3,4°	2,2
64-32	"	Lorca	-1,9°		1,5
64-33	"	Caravaca	-4,2°		0,8
64-34	"	"	0,0°		...
64-37	"	"	+3,1°		0,8
64-38	"	Calasparra	+0,2°		3,7
64-39	"	Caravaca	+3,5°		0,4
64-40	"	"	-1,1°		2,3
64-43	"	"	+3,8°		0,1
64-44	"	"	+4,3°		0,4
64-45	"	Lorca	-2,3°		1,1
64-46	"	"	-4,0°		0,6
64-47	"	P.Lumbreras	-3,9°		0,5
64-49	"	Lorca	-4,0°		0,6

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-50	1.964	Lorca	-0,6°		2,8
64-51	"	Caravaca	+4,0°		0,1
64-55	"	Lorca	-5,5°		2,1
64-57	"	Cehegin	-2,8°		0,6
64-62	"	Murcia	-1,1°		2,3
64-68	"	Moratalla	+6,5°		2,6
64-72	"	Caravaca	+7,5°		3,6
64-73	"	"	+8,8°		4,9
64-75	"	Lorca	0,0°		...
64-76	"	Caravaca	+4,5°		0,6
64-78	"	"	+4,6°		0,7
64-82	"	"	+6,2°	+3,9°	2,3
64-83	"	"	+6,0°		2,1
65-1	1.965	Lorca	-6,3°	-3,4°	2,9
65-2	"	Calasparra	-3,4°		0,0
65-5	"	Caravaca	-2,4°		1,0
65-7	"	Lorca	-5,2°		1,8
65-8	"	"	-5,1°		1,7
65-12	"	Calasparra	0,0°		...
65-13	"	Otos	+2,5°		1,4;
65-16	"	Lorca	-5,0°		1,6
65-18	"	Calasparra	-1,9°		1,5
65-19	"	Lorca	-8,5°		5,1
65-20	"	"	-5,4°		2,0
65-21	"	Calasparra	-2,8°		0,6
65-22	"	Caravaca	+0,3°		3,6
65-24	"	Lorca	-4,8°		1,4
65-33	"	Caravaca	+3,0°		0,9

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-34	1.965	Calasparra	+0,4º		3,5
65-39	"	Lorca	-2,1º		1,3
65-40	"	"	-2,8º		0,6
65-43	"	Caravaca	0,0º		...
65-49	"	Lorca	-1,0º		2,4
65-51	"	"	-2,1º		1,3
65-55	"	"	-3,8º		0,4
65-63	"	Archiver	+7,0º		3,1
65-65	"	Lorca	-2,0º		1,4
65-67	"	Caravaca	+2,9º		1,0
65-68	"	"	+2,8º		1,1
66-3	1.966	Ayna	0,0º		...
66-4	"	Ceje	+2,4	+3,9º	1,5
66-5	"	Caravaca	+2,6		1,3
66-6	"	Lorca	-1,0º		2,4
66-7	"	"	-1,6º	-3,4º	1,8
66-9	"	Totana	-1,5º		1,9
66-11	"	Caravaca	+4,0º		0,1
66-12	"	"	+3,3º		0,6
66-14	"	Lorca	-2,5º		0,9
66-15	"	"	-3,2º		0,2
66-17	"	Totana	-3,2º		0,2
66-18	"	Caravaca	-1,1º		2,3
66-20	"	"	+0,8º		3,1
66-23	"	Calasparra	+0,8º		3,1
66-25	"	Caravaca	+0,2º		3,7
66-29	"	"	+2,6º		1,3
66-31	"	"	+2,5º		1,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-32	1.966	Caravaca	+2,4º		1,5
66-33	"	"	+3,8º	+3,9º	0,1
66-36	"	"	+3,2º	-3,4º	0,7
66-40	"	"	-1,2º		2,2

<u>N. Determ.</u>	<u>Rot.(+)Med.</u>	<u>Desv.(+)</u>	<u>Rot.(-)Med.</u>	<u>Desv.(-)</u>
167	+3,9	$\pm 1,7$	-3,4	$\pm 1,6$

De las 167 determinaciones, 90 son levo, 70 dextro y 7 cero; lo que representa:

53,9% Determinaciones levo

41,9% " dextro

4,2% " Opticamente inactivas

Las desviaciones medias levo y dextro, han sido obtenidas, sin tener en cuenta las determinaciones opticamente inactivas, por su pequeña proporción.

Las variaciones medias son:

Dextrogiras +3,9 $\pm 1,7$ +2,2 ----- +5,6

Levogiras -3,4 $\pm 1,6$ -1,8 ----- -5,0

Por tanto la desviación media total resultante, tomando los extremos es:

-5,0 ----- +5,6

Las determinaciones extremas experimentales son: -- -8,5 y +8,8, estos extremos son sospechosos pues sólo hay una determinación de cada caso, pasando a -7,2 - +7,6 que aunque no se repiten tienen valores muy próximos, pudiendo darlos por tanto válidos.

Haciendo el cálculo del porcentaje de las desviaciones medias totales tenemos:

17 Determinaciones equivalentes a 10,1% inferior (-)5,0
 16 " " " 9,5% superior (+)5,6

80,4% dentro de los límites

Luego los límites del aceite esencial de Romero de
 la provincia de Murcia son:

(-)5,0 ----- (+)5,6

Como el porcentaje de determinaciones levo y dextro
 es algo parecido, no podemos inclinarnos por ninguna de
 ellas, sino que las comprende a ambas con centro el +0,0.

Y por tanto, toda esencia que esté fuera de estos -
 límites se debe tener por sospechosa y comprobarla.

DETERMINACIONES FISICAS

ROTACION
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NUMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-10	1.961	Quesada (J)	+7,8°		0,4
61-15	"	"	+10,3°		2,9
61-28	"	"	+9,5°		2,1
62-19	1.962	"	+7,6°		0,2
62-39	"	"	+8,0°		0,6
63-18	1.963	"	+7,1°		0,3
63-25	"	Ruider.(CR)	+7,0°		0,4
63-33	"	Quesada (J)	+1,8°		5,6
63-38	"	Ruider.(CR)	+7,6°		0,2
64-35	1.964	Quesada (J)	+8,0°		0,6
64-54	"	Ruider.(CR)	+8,4°		1,0
64-56	"	S.Elena (J)	+14,8°		7,4 +
64-60	"	Valdepr. "	+6,4°	+7,4°	1,0
64-63	"	Ruider.(CR)	+7,5°		0,1
64-70	"	Solana "	+6,6°		0,8
64-74	"	Ruider. "	+7,9°		0,5
65-31	1.965	Quesada (J)	+9,3°		1,9
65-45	"	Ruider.(CR)	+6,8°		0,6
65-46	"	Quesada (J)	+9,1°		1,7
65-50	"	Ruider.(CR)	+7,1°		0,3
65-56	"	Segura S.(J)	+12,5°		5,1
65-59	"	Ruider.(CR)	+6,5°		0,9
65-61	"	"	+8,1°		0,7

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ROTAC.</u>	<u>ROT. MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-26	1.966	Quesada (J)	+7,7°		0,3
66-27	"	Ruider.(CR)	+2,8°	+7,3°	4,6
66-28	"	Solana "	+4,5°		2,9
66-34	"	Ruider."	+6,3°		1,1

<u>N° Determ.</u>	<u>Anuladas</u>	<u>Rotación Media</u>	<u>Desviación Media</u>
27	1	+7,4	<u>± 1,4</u>

De las 27 determinaciones, anulamos la 64-56, por ser su diferencia con la media superior a cuatro veces la desviación media. Como todas las determinaciones son dextro, hacemos una sola desviación media.

Las variaciones medias son: +7,4 ± 1,4

+6,0 ----- +8,8

Las determinaciones extremas son:

+1,8 ----- +12,5

No obstante la determinación extrema de +1,8 es sospechosa, pues además de haber una sola muestra, la siguiente en orden creciente, salta ya a 2,8, ésta a su vez corresponde también a una sola muestra, presentando un salto con el valor siguiente de 4,8 y pasa a 6,3, aunque no las despreciamos ya que al haber pequeño número de determinaciones, una sola representa 4%.

Calculando los porcentajes dentro de los límites de las variaciones medias obtenemos:

3 Determinaciones equivalentes a 11,5% inferior (+)6,0

5 " " " 19,2% superior (+)8,8

69,3% dentro de los límites

Luego los límites para el aceite esencial de romero

de las provincias de Jaén-Ciudad Real son:

(+)6,0 ----- (+)8,8

Lo que nos indica que en estas provincias el aceite esencial es dextrogiro y que toda esencia que esté fuera de éstos límites ha de ser examinada muy a fondo antes de aceptarla, y rechazarla si también está fuera de las determinaciones extremas.

III.6.3. ACEITE ESENCIAL ROMERO ESPAÑOL

ROTACION

Hemos hecho 337 determinaciones, cada una de ellas se ha repetido 3 veces para obtener la media del resultado, lo que supone 1.011 determinaciones experimentales.- Hemos anulado 2 ya explicadas en cada caso.

<u>Provincias</u>	<u>Medias obtenid.</u>		<u>Desv.Med.</u>	<u>VARIACIONES</u>	
	<u>Levo</u>	<u>Dextro</u>			
Albacete	(-)3,1	...	± (-)1,4	-1,7	--- -4,5
	...	(+)2,9	± (+)1,0	+1,9	--- +3,9
Granada	(-1,1	...	± (-)0,4	-0,7	--- -1,5
	...	(+)6,3	± (+)3,0	+3,3	--- +9,3
Murcia	(-)3,4	...	± (-)1,6	-1,8	--- -5,0
	...	(+)3,9	± (+)1,7	+2,2	--- +5,6
Jaén-C.Real	Ninguna	(+)7,4	± (+)1,4	+6,0	--- +8,8

Experimentales

-6,0	-----	+5,9
-1,9	-----	+12,0
-7,2	-----	+7,6
+1,8	-----	+12,5

Tomando los datos, dados en cada provincia en sus resultados finales, es decir los límites aceptados de cada una de ellas obtenemos:

Albacete	(-)1,7	-----	(-)4,5
Granada	(+)3,3	-----	(+)9,3
Murcia	(-)5,0	-----	(+)5,6
Jaén-C. Real	(+)6,0	-----	(+)8,8

No obtenemos la media pués sus valores no son indicativos, ya que en los extremos levo existen también dextro y como las provincias españolas tienen respecto a la rotación diferencias acentuadas, para que tengamos unos límites representativos hay que dar los valores inferiores y superiores a aquellas que sean la más alta y baja de todas, obteniéndolo como límites:

-5,0 ----- +9,3

que si hacemos el cálculo del porcentaje de las determinaciones que están dentro de estos límites obtenemos:

22 Determinaciones equivalentes a 6,5 inferior -5,0
13 " " " " 4,0% superior +9,3

89,5% dentro de los límites.

Por tanto los límites en rotación del aceite esencial de romero español son:

-5,0 ----- +9,3

Obtenemos un porcentaje muy elevado, lo que nos dá gran certeza de los resultados. Por lo que toda esencia que esté fuera de ellos se considera sospechosa y hay -- que confrontarla con el resto de las constantes para su anulación.

Si hacemos el estudio de los resultados parciales, expresándolos para cada provincia por separado, vemos -- que los de Albacete son predominantemente levogiros (70%) además con valores medios ligeramente más elevados que los dextro. Por el contrario las esencias de Granada son

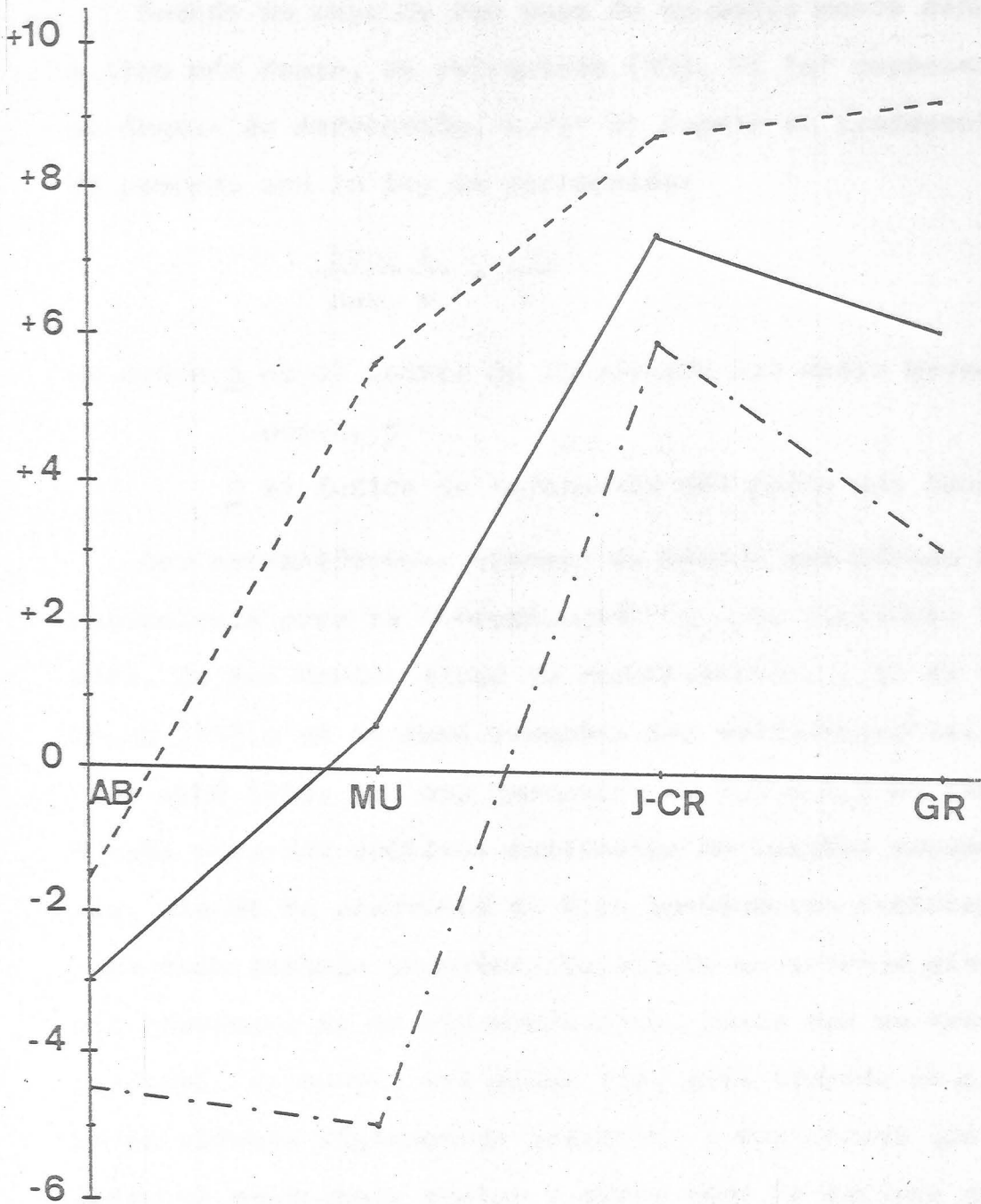
dextrogiras con mayor probabilidad (93%) y mucho más elevado valor (+6°,3) que las anteriores levo (-3°,1). Los de Jaén-Ciudad Real vienen a adherirse al dato medio aportado por las de Granada; observese en efecto que, la clara inclinación al valor dextro en las esencias granadinas se subraya rotundamente en las de Jaén con la totalidad de las 27 muestras ensayadas que dan desviaciones de signo positivo.

Murcia era la provincia llamada a aportar mayor claridad al dilema planteado por los datos de Albacete, Granada y Jaén Respectivamente. Ello debido a ser Murcia la mayor productora y ser también considerablemente mayor el número de muestras estudiadas (167, frente a las 85 de Albacete, 58 Granada y 27 de Jaén-Ciudad Real; prácticamente tantas como todas las demás juntas que suman 170).

Más he ahí que nada aportan las esencias de Murcia a la discusión de resultados de los restantes orgígenes. En todo caso, un atisbo de predominio en lo ecológico. - Parece que las zonas más meridionales (Granada-Jaén) producen esencias dextro, mientras que algo más al norte -- (Albacete), el predominio es de tipo levo; la región Murciana, intermedia, dá prácticamente tantas muestras de tipo levo, como dextro, con ligero predominio de aquel. - Y en cuante a los valores absolutos, las medias respectivas de los dextro y levo, vienen a ser un tanto semejantes.

Por tanto el poder rotatorio en las esencias de Romero españolas presentan un amplísimo margen de variabilidad.

ROTACION



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LIMITES

— VALORES MEDIOS DE LAS PROVINCIAS

-.- VALORES INFERIORES DE LOS LIMITES

GRAFICA 2

III.7. INDICE DE REFRACCION

Cuando un rayo de luz pasa de un medio menos denso a otro más denso, es refractado (53). Si "e" representa el ángulo de refracción, e "i" el ángulo de incidencia de acuerdo con la ley de refracción:

$$\frac{\text{Sen. } i}{\text{Sen. } e} = \frac{N}{n}$$

de donde n es el índice de refracción del medio menos denso, y

N el índice de refracción del medio más denso.

Los refractómetros ofrecen un método muy rápido y conveniente para la determinación de esta constante física. De los varios tipos de refractómetros, el de Pulfrich (14) o el de Abbé resultan muy satisfactorios. El tipo Abbé (26), con una extensión de 1,3 a 1,7 se recomienda para los análisis rutinarios de aceites esenciales, siendo la exactitud de éste instrumento suficiente para todo trabajo práctico. Consta de un anteojo giratorio alrededor de un eje horizontal, junto con un sector graduado. Alrededor del mismo eje, gira también un sistema de prismas rígidamente enlazados a una aliada que recorre el mencionado sector y sirve para la lectura de la graduación. La parte inferior está constituida por un tambor graduado giratorio alrededor de su propio eje (por medio de un tornillo) y que contiene un compensador, para eliminar la dispersión que se produce empleando de la luz blanca. El pie del aparato lleva un espejo mó

vii.

El sistema está formado por dos prismas que se ajustan formando un paralelepípedo. Entre ellos se pone una gota del líquido en examen, de modo que, reuniendo de nuevo ambos prismas la gota se esparce y forma un velo líquido entre ellos.

Se coloca el instrumento en tal posición que se pueda obtener iluminación, luz del día difundida o alguna forma de luz artificial. Se hace circular a través de los dos prismas una corriente de agua a 20°. Se limpian cuidadosamente los prismas del instrumento con alcohol y después con éter. Se carga el aparato abriendo el doble prisma por medio de un tornillo y se colocan unas pocas gotas de la muestra sobre el prisma o, si se prefiere, se abren los prismas ligeramente girando el tornillo y vertiendo unas pocas gotas de muestra dentro de la abertura en forma de túnel entre los prismas. Se cierran los prismas firmemente apretando el tornillo; durante unos minutos se deja inmóvil el aparato, antes de hacer la lectura, a fin de que la muestra y el instrumento estén a la misma temperatura. Se mueve la aliada hacia atrás o hacia adelante hasta que el campo de visión se divide en una porción clara y otra oscura. La línea que divide estas porciones en la línea del borde, y como regla, no será una línea aguda sino una banda de color. Los colores se eliminan girando el tornillo del compensador hasta que se obtiene una línea aguda sin color. Se ajusta la línea borde con objeto de que caiga sobre

el punto de intersección del retículo en forma de aspa. Se lee el índice de refracción de la substancia directamente en la escala del sector. Se toma una segunda lectura unos pocos minutos después para asegurarse de que se ha alcanzado el equilibrio de temperatura.

Se debe tener mucho cuidado, cuando se determinan índices de refracción durante tiempo húmedo y cálido, puesto que la humedad en el aire puede condensarse sobre los prismas enfriados. Esto resultará en una línea borrosa e indistinta de separación entre los campos claros y oscuros si el aceite entre los prismas no disuelve la humedad condensada; si el aceite disuelve la humedad la línea divisoria será aguda pero el índice observado será bajo.

Todas las observaciones deberían hacerse a 20° (57). El uso de factores de corrección para reducir las lecturas a 20° no es recomendable (66). Varios investigadores, notablemente Bosart (6), han indicado el cambio de índice de refracción con temperaturas para numerosos aceites. Según los descubrimientos de Bosart, los valores de los 45 aceites examinados permanecen entre los límites de 0,00038 y 0,00049 por grado centígrado.

Valores en la variación del índice de refracción en algunos aceites esenciales españoles (44).

Ac. Es. E _g pliego	0,00045
" " Eucaliptus	0,00044
" " Hinojo	0,00047
" " Lavanda	0,00043

Ac. Es. Limón	0,00046
" " Naranja	0,00045
" " Origanum	0,00042
" " Poleo	0,00042
" " Romero	0,00044
" " Tomillo	0,00044

Estas tablas se pueden usar convenientemente para -
 convertir valores dados en la literatura a otra tempera-
 tura diferente de los 20°. Si un aceite se ve que no es-
 tá en la tabla, el uso de un factor de corrección de --
 0,00045 por grado dará aproximadamente resultados co---
 rrectos. Si el índice de refracción se refiere a una -
 temperatura superior a 20° debe añadirse la corrección
 adecuada, contrariamente si se dá a menos de 20° la co-
 rrección debe sustraerse.

III.7.1. METODO EXPERIMENTAL

Nosotros hemos utilizado en nuestro trabajo un refractómetro tipo Abbé marca Carl Zeiss, Jena, que tiene una escala de 1,3 a 1,7, suficientemente amplia para el análisis de los aceites esenciales; trabajamos exclusivamente a temperatura constante de 20° C, por lo cual el refractómetro está conectado a un termóstato muy sensible (error $< \pm 1^\circ \text{C}$) marca Colera.

Primeramente calibramos el aparato, para ello colocamos en los prismas bien limpios, unas gotas de un líquido de índice de refracción conocido (normalmente todo refractómetro lleva un frasco con un producto de índice marcado), ponemos en la escala del sector el valor de dicho índice, dejamos el aparato inmóvil durante unos minutos, el termóstato está conectado a 20° C. Una vez que tanto el líquido como el instrumento están a la misma temperatura, con una llave especial giramos el tornillo de calibrado, (antes con el compensador hemos eliminado la banda de color), hasta que la línea borde caiga sobre el punto de intersección del retículo en forma de aspa.

Abrimos los prismas, lavamos primero con alcohol, y después con éter que dejamos evaporar, ponemos unas gotas de la muestra de aceite esencial de Romero secada y filtrada, y cerramos los prismas, esperando que se estabilice la temperatura a 20° C. Movemos la alidada en uno u otro sentido, hasta que el campo se divida en una zo-

na clara y oscura,; eliminamos con el compensador en la línea del borde la banda de color, moviendo nuevamente la alidada, ajustamos la línea sobre el punto de intersección del retículo, leyendo el índice de refracción directamente en la escala del sector.

Para cada determinación hacemos siempre tres lecturas que no difieran entre ellas más de $\pm 0,0005$, dando como valor real la media aritmética

III.7.2. DETERMINACIONES FISICAS

INDICE DE REFRACCION
 ++++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20}</u>	<u>n_{D-20} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Hellin	1,4673		0,0000
61-4	"	"	1,4692		0,0019
61-5	"	Lieter	1,4701		0,0028
61-6	"	Socoves	1,4700		0,0027
61-17	"	Hellin	1,4693		0,0020
61-18	"	"	1,4666		0,0007
61-19	"	"	1,4665		0,0008
61-23	"	Socovos	1,4702		0,0029
61-25	"	Hellin	1,4679		0,0006
61-27	"	Socovos	1,4665		0,0008
61-32	"	"	1,4698		0,0027
61-33	"	Hellin	1,4680	1,4673	0,0007
62-3	1.962	Socovos	1,4674		0,0001
62-7	"	"	1,4691		0,0018
62-12	"	"	1,4698		0,0025
62-17	"	Hellin	1,4698		0,0025
62-24	"	"	1,4696		0,0023
62-25	"	Socovos	1,4698		0,0025
62-37	"	Hellin	1,4694		0,0021
62-46	"	Socovos	1,4675		0,0002
62-53	"	Hellin	1,4614		0,0059 +
63-4	1.963	"	1,4647		0,0026
63-5	"	"	1,4665		0,0008

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°}⁹MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-8	1.963	Ayna	1,4647		0,0026
63-9	"	Elche Sier.	1,4655		0,0018
63-11	"	Hellin	1,4665		0,0008
63-12	"	"	1,4647		0,0026
63-15	"	Elche Sier.	1,4648		0,0025
63-17	"	Socovos	1,4658		0,0015
63-20	"	"	1,4664		0,0009
63-21	"	Hellin	1,4655		0,0018
63-30	"	"	1,4662		0,0011
63-42	"	Socovos	1,4663		0,0010
63-43	"	Elche Sier.	1,4667		0,0006
63-51	"	Hellin	1,4658		0,0015
63-52	"	Elche Sier.	1,4656		0,0017
63-53	"	Hellin	1,4656		0,0017
63-54	"	"	1,4662	1,4673	0,0011
63-56	"	Socovos	1,4662		0,0011
64-2	1.964	Hellin	1,4664		0,0009
64-3	"	"	1,4671		0,0002
64-4	"	Socovos	1,4656		0,0017
64-5	"	Elche Sier.	1,4662		0,0011
64-9	"	Hellin	1,4667		0,0006
64-20	"	"	1,4661		0,0012
64-21	"	"	1,4659		0,0014
64-28	"	Socovos	1,4655		0,0018
64-29	"	Elche Sier.	1,4654		0,0019
64-30	"	Socovos	1,4660		0,0013
64-31	"	Hellin	1,4655		0,0018

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{p-200}</u>	<u>n_{p-200}</u>	<u>NEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-36	1.964	Hellin	1,4662			0,0011
64-42	"	Socovos	1,4673			0,0000
64-77	"	Elche Sier.	1,4670			0,0003
64-80	"	" "	1,4671			0,0002
64-81	"	" "	1,4678			0,0005
64-84	"	" "	1,4669			0,0004
64-85	"	Socovos	1,4679			0,0006
65-3	1.965	Elche Sier.	1,4680			0,0007
65-4	"	Hellin	1,4679			0,0006
65-6	"	"	1,4680			0,0007
65-9	"	Lieter	1,4671			0,0002
65-10	"	Socovos	1,4671			0,0002
65-11	"	Elche Sier.	1,4670			0,0003
65-14	"	Hellin	1,4679			0,0006
65-15	"	Yeste	1,4680	1,4673		0,0007
65-17	"	Nerpio	1,4681			0,0008
65-26	"	Yeste	1,4676			0,0003
65-32	"	Hellin	1,4682			0,0009
65-36	"	"	1,4680			0,0007
65-37	"	"	1,4670			0,0003
65-38	"	"	1,4685			0,0012
65-	1.966	Elche Sier.	1,4670			0,0003
66-2	"	Yeste	1,4680			0,0007
66-8	"	Hellin	1,4682			0,0009
66-10	"	Elche Sier.	1,4673			0,0000
66-13	"	" "	1,4677			0,0004
66-16	"	Socovos	1,4679			0,0006

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20}</u>	<u>n_{D-20} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-19	1.966	Socovos	1,4671		0,0002
66-21	"	Elche Sie.	1,4678		0,0005
66-22	"	Hellin	1,4680		0,0007
66-24	"	Elche Sie.	1,4671		0,0002
66-37	"	Socovos	1,4679	1,4673	0,0006
66-38	"	"	1,4679		0,0006
66-39	"	Yeste	1,4680		0,0007
66-41	"	Ayna	1,4668		0,0005

<u>Nº Determin.</u>	<u>Refracción Media</u>	<u>Desviación Media</u>
85	1,4673	$\pm 0,0011$

Hemos anulado la determinación 62-53, porque su diferencia con la n_{D-20} media, es superior a cuatro veces el valor de la desviación media, debiendo hacer nuevamente los cálculos, pues variaba la n_{D-20} .

Las variaciones medias son: $1,4673 \pm 0,0011$

1,4662 ----- 1,4684

Las determinaciones extremas experimentales son: -
1,4647 y 1,4702.

Pero la superior es sospechosa, pues sólo está en un caso, la siguiente en orden es: 1.4701, de la que -- hay también una sólo muestra; pasando a 1.4698 que se repite, por tanto las determinaciones experimentales válidas son:

1,4647 ----- 1,4698

Haciendo el cálculo del porcentaje de los índices

de refracción inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

16 Determin. equivalentes a 19,0% inferior 1,4662

12 " " " " 14,2% superior 1,4684

66,8% dentro de los límites

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de Romero de la provincia de Albacete, en cuanto a su índice de refracción a 20° C., las variaciones medias obtenidas.

1,4662 ----- 1,4684

Pero no olvidando que los valores experimentales - válidos extremos son: 1,4647 y 1,4698.

Una esencia de ésta provincia que esté fuera de -- los límites de las variaciones medias, pero dentro de los extremos experimentales, no se debe rechazar, a no+ ser que otras constantes fisico-químicas así lo indiquen; pues puede ser perfectamente genuina.

DETERMINACIONES FISICAS

INDICE DE REFRACCION
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-2	1.961	Las Terrer.	1,4675		0,0004
61-13	"	Olias	1,4664		0,0015
61-22	"	Albuñuelas	1,4668		0,0011
61-29	"	"	1,4661		0,0018
61-31	"	Restabal	1,4685		0,0006
61-34	"	Albuñuelas	1,4678		0,0001
62-20	1.962	"	1,4699		0,0020
62-21	"	Olias	1,4700		0,0021
62-23	"	Tablones	1,4699		0,0020
62-32	"	Baza	1,4696		0,0017
62-35	"	Albuñuelas	1,4693		0,0014
62-38	"	"	1,4695		0,0016
62-40	"	Fornes	1,4705	1,4679	0,0026
62-42	"	Zújar	1,4694		0,0005
62-43	"	Orgiva	1,4687		0,0008
62-45	"	Albuñuelas	1,4674		0,0005
62-48	"	Zújar	1,4680		0,0001
62-49	"	Restabal	1,4674		0,0005
63-24	1.963	Orgiva	1,4662		0,0017
63-37	"	Zújar	1,4668		0,0011
63-44	"	Albuñuelas	1,4667		0,0012
63-45	"	Las Terrer.	1,4645		0,0034 +
63-46	"	Huescar	1,4678		0,0001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>\bar{n}_{B-20}</u>	<u>\bar{n}_{D-20}</u>	<u>MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-10	1.964	Restabal	1,4670			0,0009
64-11	"	Pueb. D. F.	1,4668			0,0011
64-16	"	" " "	1,4664			0,0015
64-23	"	Restabal	1,4668			0,0011
64-41	"	Pueb. D. F.	1,4680			0,0001
64-48	"	" " "	1,4672			0,0007
64-52	"	Caniles	1,4667			0,0012
64-53	"	Restabal	1,4675			0,0004
64-58	"	La Peza	1,4666			0,0013
64-59	"	Baza	1,4684			0,0005
64-61	"	"	1,4667			0,0012
64-64	"	Pueb. D. F.	1,4682			0,0003
64-66	"	Restabal	1,4679			0,0000
64-67	"	Zújar	1,4680	1,4679		0,0001
64-69	"	Pueb. D. F.	1,4680			0,0001
64-71	"	" " "	1,4682			0,0003
65-23	1.965	" " "	1,4686			0,0007
65-27	"	Restabal	1,4680			0,0001
65-28	"	Zújar	1,4684			0,0005
65-29	"	Pueb. D. F.	1,4685			0,0006
65-30	"	Caniles	1,4683			0,0004
65-35	"	Pueb. D. F.	1,4681			0,0002
65-41	"	Faucena	1,4683			0,0004
65-42	"	Caniles	1,4680			0,0001
65-44	"	Pueb. D. F.	1,4682			0,0003
65-47	"	Restabal	1,4662			0,0017
65-48	"	Caniles	1,4677			0,0002

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-52	1.965	Pueb. d. F.	1,4680		0,0001
65-53	"	" " "	1,4678		0,0001
65-57	"	Caniles	1,4690		0,0011
65-60	"	Restabal	1,4677		0,0002
65-62	"	Pueb. D. F.	1,4681	1,4679	0,0002
65-64	"	Restabal	1,4672		0,0007
66-30	1.966	Caniles	1,4680		0,0001
66-35	"	Restabal	1,4683		0,0004

<u>Nº Determinac.</u>	<u>Indice de Refracción Media</u>	<u>Desv. Med.</u>
58	1,4679	$\pm 0,0008$

Hemos anulado la determinación 63-45, porque su diferencia con la media es superior a 4 veces la desviación media y los cálculos no se han modificado por no tener influencia sobre ellos.

Las variaciones medias son: $1,4679 \pm 0,0008$

1,4671 ----- 1,4687

Las determinaciones extremas experimentales son: - 1,4661 y 1,4705, son sospechosas, pues sólo se dan en una sola muestra en ambas, la siguiente es 1,4662 y 1,4700 la inferior se repite y la superior no, pasa esta última a 1,4699, que se repite, luego las determinaciones - experimentales extremas válidas son:

1,4662 ----- 1,4699

Haciendo el cálculo de resultados inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los siguien

tes:

14 Determinac. equivalentes a 24,5% inferior 1,4671

9 " " " " 17,5% superior 1,4687

58% Dentro de los límites

Por el bajo porcentaje no se pueden dar las variaciones medias, sino que hemos de dar las determinaciones experimentales válidas como límites para el Índice de Refracción del aceite esencial de Romero Granada, que son:

1,4662 ----- 1,4699

Y toda esencia que esté fuera de éstos límites ha de considerarse sospechosa y muy cuidadosamente confrontarla con las otras constantes para rechazarla, si lo confirman

DETERMINACIONES FISICAS

INDICE DE REFRACCION
 ++++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-3	1.961	P.Lumbreras	1,4680		0,0003
61-7	"	Lorca	1,4662		0,0015
61-8	"	Sabinar	1,4670		0,0007
61-9	"	Caravaca	1,4688		0,0011
61-11	"	Murcia	1,4661		0,0016
61-12	"	Caravaca	1,4664		0,0013
61-16	"	"	1,4685		0,0008
61-20	"	Murcia	1,4677		0,0000
61-21	"	Caravaca	1,4685		0,0008
61-26	"	"	1,4684		0,0007
61-30	"	"	1,4702		0,0025
61-35	"	"	1,4685		0,0008
61-36	"	Cehegin	1,4700	1,4677	0,0023
61-37	"	Caravaca	1,4660		0,0017
62-1	1.962	"	1,4694		0,0017
62-2	"	"	1,4693		0,0016
62-4	"	"	1,4695		0,0018
62-5	"	Lorca	1,4701		0,0024
62-6	"	"	1,4698		0,0021
62-8	"	P.Lumbreras	1,4706		0,0029
62-9	"	Ferez	1,4690		0,0013
62-10	"	Cimbre	1,4699		0,0022
62-11	"	Murcia	1,4697		0,0020

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-13	1.962	Lorca	1,4700		0,0023
62-14	"	"	1,4693		0,0016
62-15	"	"	1,4698		0,0021
62-16	"	Archiver	1,4694		0,0017
62-18	"	"	1,4693		0,0016
62-22	"	"	1,4696		0,0019
62-26	"	Cimbre	1,4697		0,0020
62-27	"	Lorca	1,4698		0,0021
62-28	"	"	1,4693		0,0016
62-29	"	"	1,4696		0,0019
62-30	"	"	1,4698		0,0021
62-31	"	Cimbre	1,4703		0,0026
62-33	"	Murcia	1,4692	1,4677	0,0015
62-34	"	Caravaca	1,4700		0,0023
62-36	"	"	1,4691		0,0014
62-41	"	Cehogin	1,4695		0,0018
62-47	"	Caravaca	1,4668		0,0009
62-50	"	Lorca	1,4667		0,0010
62-51	"	"	1,4679		0,0002
62-52	"	"	1,4675		0,0002
62-54	"	Cehogin	1,4674		0,0003
62-55	"	Caravaca	1,4673		0,0004
62-56	"	Lorca	1,4672		0,0005
62-57	"	Caravaca	1,4672		0,0005
62-58	"	Lorca	1,4683		0,0006
62-59	"	"	1,4673		0,0004
63-1	1.963	Murcia	1,4665		0,0012

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-2	1.963	Lorca	1,4672		0,0005
63-3	"	"	1,4668		0,0009
63-6	"	"	1,4678		0,0001
63-7	"	Totana	1,4668		0,0009
63-10	"	Calasparra	1,4666		0,0011
63-13	"	Lorca	1,4663		0,0014
63-14	"	"	1,4662		0,0015
63-16	"	Caravaca	1,4654		0,0023
63-19	"	Murcia	1,4662		0,0015
63-22	"	Caravaca	1,4658		0,0019
63-23	"	"	1,4662		0,0015
63-26	"	Murcia	1,4665		0,0012
63-27	"	Lorca	1,4666		0,0011
63-28	"	Archivel	1,4658	1,4677	0,0019
63-29	"	Caravaca	1,4663		0,0014
63-31	"	"	1,4667		0,0010
63-32	"	Archivel	1,4661		0,0016
63-34	"	Caravaca	1,4657		0,0020
63-35	"	"	1,4663		0,0014
63-36	"	Mayrena	1,4662		0,0015
63-39	"	Cehegin	1,4662		0,0015
63-40	"	Caravaca	1,4670		0,0007
63-41	"	Meratalla	1,4667		0,0010
63-47	"	Caravaca	1,4667		0,0010
63-48	"	Culebrina	1,4670		0,0007
63-49	"	Caravaca	1,4673		0,0004
63-50	"	Cehegin	1,4666		0,0011
63-55	"	Caravaca	1,4662		0,0015

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-1	1.964	Caravaca	1,4664		0,0013
64-6	"	Moratalla	1,4658		0,0019
64-7	"	Lorca	1,4673		0,0004
64-8	"	P.Lumbreras	1,4681		0,0004
64-12	"	Caravaca	1,4660		0,0017
64-13	"	Lorca	1,4668		0,0009
64-14	"	"	1,4668		0,0009
64-15	"	"	1,4664		0,0013
64-17	"	Caravaca	1,4664		0,0013
64-18	"	"	1,4662		0,0015
64-19	"	"	1,4660		0,0017
64-22	"	Lorca	1,4662		0,0015
64-24	"	La Hoya	1,4673		0,0004
64-25	"	Lorca	1,4672	1,4677	0,0005
64-26	"	Calasparra	1,4668		0,0009
64-27	"	Caravaca	1,4675		0,0002
64-32	"	Lorca	1,4643		0,0034 +
64-33	"	Caravaca	1,4657		0,0020
64-34	"	"	1,4657		0,0020
64-37	"	"	1,4670		0,0007
64-38	"	Calasparra	1,4665		0,0012
64-39	"	Caravaca	1,4666		0,0011
64-40	"	"	1,4674		0,0003
64-43	"	"	1,4678		0,0001
64-44	"	"	1,4675		0,0002
64-45	"	Lorca	1,4684		0,0007
64-46	"	"	1,4683		0,0006

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-47	1.964	P.Lumbreras	1,4692		0,0015
64-49	"	Lorca	1,4668		0,0009
64-50	"	"	1,4677		0,0000
64-51	"	Caravaca	1,4674		0,0003
64-55	"	Lorca	1,4687		0,0010
64-57	"	Cehegin	1,4670		0,0007
64-62	"	Murcia	1,4668		0,0009
64-68	"	Moratalia	1,4679		0,0002
64-72	"	Caravaca	1,4680		0,0003
64-73	"	"	1,4681		0,0004
64-75	"	Lorca	1,4690		0,0013
64-76	"	Caravaca	1,4679		0,0002
64-78	"	"	1,4680	1,4677	0,0003
64-82	"	"	1,4681		0,0004
64-83	"	"	1,4675		0,0002
65-1	1.965	Lorca	1,4680		0,0003
65-2	"	Calasparra	1,4681		0,0004
65-5	"	Caravaca	1,4679		0,0002
65-7	"	Lorca	1,4680		0,0003
65-8	"	"	1,4680		0,0003
65-12	"	Calasparra	1,4671		0,0006
65-13	"	Otos	1,4670		0,0007
65-16	"	Lorca	1,4680		0,0003
65-18	"	Calasparra	1,4680		0,0003
65-19	"	Lorca	1,4686		0,0009
65-20	"	"	1,4680		0,0003
65-21	"	Calasparra	1,4680		0,0003

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-22	1.965	Caravaca	1,4681		0,0004
65-24	"	Lorca	1,4680		0,0003
65-33	"	Caravaca	1,4680		0,0003
65-34	"	Calasparra	1,4680		0,0003
65-39	"	Lorca	1,4687		0,0010
65-40	"	"	1,4682		0,0005
65-43	"	Caravaca	1,4680		0,0003
65-49	"	Lorca	1,4679		0,0007
65-51	"	"	1,4668		0,0009
65-55	"	"	1,4682		0,0005
65-63	"	Archiver	1,4677		0,0000
65-65	"	Lorca	1,4689		0,0012
65-67	"	Caravaca	1,4679		0,0002
65-68	"	"	1,4673		0,0004
66-3	1.966	Ayna	1,4668	1,4677	0,0009
66-4	"	Ceje	1,4680		0,0003
66-5	"	Caravaca	1,4680		0,0003
66-6	"	Lorca	1,4683		0,0006
66-7	"	"	1,4680		0,0003
66-9	"	Totana	1,4689		0,0012
66-11	"	Caravaca	1,4674		0,0003
66-12	"	"	1,4682		0,0005
66-14	"	Lorca	1,4672		0,0005
66-15	"	"	1,4680		0,0003
66-17	"	Totana	1,4687		0,0010
66-18	"	Caravaca	1,4681		0,0004
66-20	"	"	1,4680		0,0003

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20}</u>	<u>n_{D-20}^{MEDIA}</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-23	1.966	Calasparra	1,4681		0,0004
66-25	"	Caravaca	1,4676		0,0001
66-29	"	"	1,4680		0,0003
66-31	"	"	1,4681		0,0004
66-32	"	"	1,4681	1,4677	0,0004
66-33	"	"	1,4678		0,0001
66-26	"	"	1,4681		0,0004
66-40	"	"	1,4687		0,0010

<u>Nº Determinac.</u>	<u>Refracción Media</u>	<u>Desviación Media</u>
167	1,4677	<u>±</u> 0,0010

Hemos anulado la determinación 64-32, porque su --
diferencia con la n_{D-20} Media, es equivalente a cuatro --
veces la desviación media; no hacemos nuevamente los --
cálculos, ya que no sufren modificación al anular un re--
sultado.

Las variaciones medias son: 1,4677 ± 0,0010

1,4667 ----- 1,4687

Las variaciones extremas obtenidas experimentalmen--
te 1,4654 y 1,4706, son sumamente sospechosas, pues só--
lo se dan en un caso en ambos valores, pasando a 1,4657
y 1,4703, el primero se repite y del valor superior sólo
hay un caso, pasando igual a los dos valores que le si--
guen en orden descendiente, hasta llegar a 1,4700 que se
repite, por lo que se pueden dar como valores experimen--
tales válidos

1,4657 ----- 1,4700

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los índices de Refracción inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

35 Determinaciones equivalentes a 21% inferior 1,4667
 31 " " " 18,9% superior 1,4687

60,1% dentro de los límites.

Por el bajo porcentaje no se pueden tomar estos valores de las variaciones medias. Por lo que debemos tomar como límites del aceite esencial de Romero Murcia - en cuanto a su índice de Refracción las determinaciones extremas válidas que son:

1,4657 ----- 1,4700

Y toda esencia que esté fuera de éstos valores hay que tenerla muy en cuenta para su confrontación, y rechazamiento

DETERMINACIONES FISICAS

INDICE DE REFRACCION
 ++++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20°}</u>	<u>n_{D-20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-10	1.961	Quesada (J)	1,4675		0,0006
61-15	"	" "	1,4681		0,0000
61-28	"	" "	1,4700		0,0019
62-19	1.962	" "	1,4704		0,0023
62-39	"	" "	1,4709		0,0028
63-18	1.963	" "	1,4662		0,0019
63-25	"	Ruider.(CR)	1,4667		0,0014
63-33	"	Quesada (J)	1,4661		0,0020
63-38	"	Ruider.(CR)	1,4667		0,0014
64-35	1.964	Quesada (J)	1,4673		0,0008
64-54	"	Ruider.(CR)	1,4663		0,0018
64-56	"	S.Elena (J)	1,4698	1,4681	0,0017
64-60	"	Valdepeñ. "	1,4680		0,0001
64-63	"	Ruider.(CR)	1,4660		0,0021
64-70	"	Solana "	1,4688		0,0007
64-74	"	Ruider. "	1,4681		0,0000
65-31	1.965	Quesada (J)	1,4687		0,0006
65-45	"	Ruider.(CR)	1,4678		0,0003
65-46	"	Quesada (J)	1,4675		0,0006
65-50	"	Ruider.(CR)	1,4682		0,0001
65-56	"	Segura S(J)	1,4698		0,0017
65-59	"	Ruider.(CR)	1,4682		0,0001

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>n_{D-20}</u>	<u>n_{D-20} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-61	1.965	Ruider.(CR)	1,4675		0,0006
66-26	1.966	Quesada (J)	1,4689		0,0008
66-27	"	Ruider.(CR)	1,4689	1,4681	0,0008
66-28	"	Solana "	1,4686		0,0005
66-34	"	Ruidera "	1,4687		0,0006

<u>Nº Determinac.</u>	<u>Refracción Media</u>	<u>Desviación Media</u>
27	1,4681	$\pm 0,0011$

Las variaciones medias son: $1,4681 \pm 0,011$

1,4670 ----- 1,4692

Las variaciones extremas obtenidas experimentalmente son:

1,4660 ----- 1,4709

Aunque hay un sólo caso en las dos determinaciones no las podemos rechazar, puesto que el número de muestras es relativamente bajo.

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los índices de Refracción inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los resultados siguientes:

6 Determinaciones equivalentes a 22,2% inferior 1,4670

5 " " a 18,5% superior 1,4692

59,3% Dentro de los límites.

Por el bajo porcentaje de determinaciones que obtenemos entre las variaciones medias, tenemos que atenernos a los valores experimentales extremos.

Por tanto los límites del aceite esencial de Romero Jaén-Cidudad Real, en cuanto a su Índice de Refracción son los siguientes:

1,4660 ----- 1,4709

Y toda esencia que esté fuera de éstos valores ha de ser rechazada si otra constante lo confirma.

III.7.3. ACEITE ESENCIAL DE ROMERO ESPAÑOL

INDICE DE REFRACCION A 20° C.

En las 337 muestras analizadas (1.011 determinaciones) en el índice de refracción de la esencia de romero, hemos anulado tres, por los motivos expuestos anteriormente; los años que comprenden estas muestras son 1.961 al 1.966.

<u>Provincias</u>	<u>Medias</u>	<u>Desviaciones</u>	<u>Variaciones</u>
Albacete	1,4673	$\pm 0,0011$	1,4662 - 1,4684
Granada	1,4679	$\pm 0,0008$	1,4671 - 1,4687
Murcia	1,4677	$\pm 0,0010$	1,4667 - 1,4687
Jaén-C.Real	1,4681	$\pm 0,0011$	1,4670 - 1,4692

Experimentales

1,4647 - 1,4698

1,4662 - 1,4699

1,4657 - 1,4700

1,4660 - 1,4709

Como quiera que los datos que hemos calculado sólo pueden tomarse en consideración los de Albacete por tener un elevado tanto por ciento dentro de los límites, y no así los restantes cuyo número es inferior, por lo que tomamos los experimentales. Los resultados finales son los siguientes:

Albacete	1,4662	-----	1,4684
Granada	1,4662	-----	1,4699
Murcia	1,4657	-----	1,4700
Jaén-C.Real	1,4660	-----	1,4709

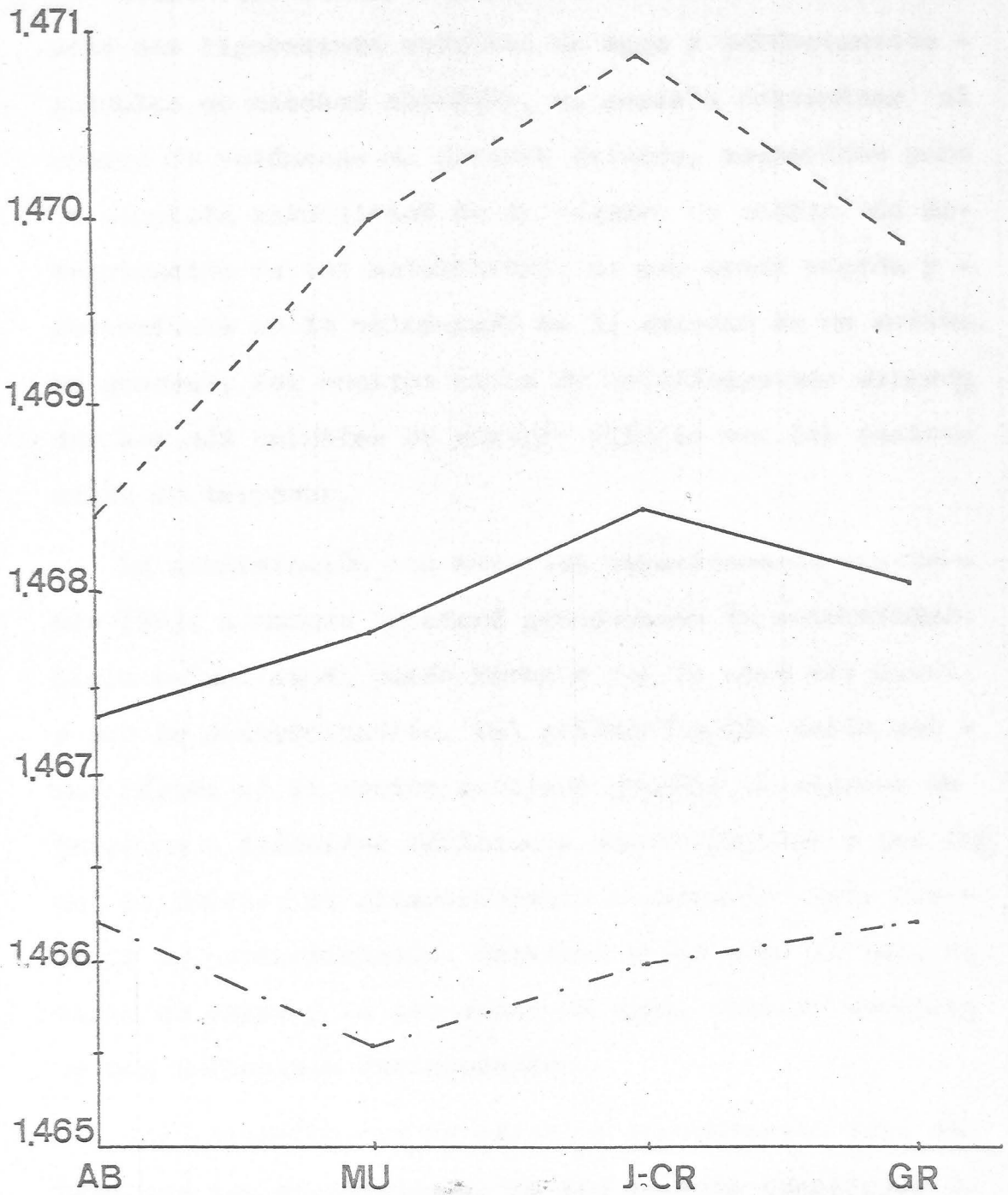
Por tanto, tomando los valores inferiores y superior de los resultados finales, obtenemos los límites del aceite esencial de romero en cuanto a su índice de refracción a 20°, que son:

1,4657 ----- 1,4709

Englobando un 95% del total de los resultados. Por lo que todo aceite esencial que esté fuera de estos resultados debe tenerse por sospechoso y confrontarlo con otras constantes para su rechazamiento.

Haciendo el estudio de los resultados parciales de los índices de refracción expresados para cada provincia por separado, vemos que no son indicativos y que no existe gran influencia por su origen geográfico, ya que tanto en la región Andaluza como Levantina, sus resultados son muy parecidos. Aunque si observamos los valores medios de cada provincia, vemos que existe una ligera diferencia, en el sentido de que Albacete y Murcia son un poco inferiores a Granada-Jaén Ciudad Real, Pero no podemos decir que estas diferencias sean significativas, pues son inferiores al propio error instrumental.

INDICE DE REFRACCION



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LIMITES
— " MEDIOS DE LAS PROVINCIAS
-.- " INFERIORES DE LOS LIMITES

GRAFICA 3

III.8. SOLUBILIDAD

Puesto que la mayor parte de los aceites esenciales sólo son ligeramente solubles en agua y perfectamente solubles en alcohol absoluto, es posible determinar el número de volúmenes de alcohol diluido, requeridos para la completa solubilidad de un volumen de aceite. La determinación de tal solubilidad, es una ayuda rápida y conveniente en la valoración de la calidad de un aceite. En general, los aceites ricos en constituyentes oxigenados son más solubles en alcohol diluido que los aceites ricos en terpenos.

La adulteración con material relativamente insoluble (58), a menudo afectará grandemente la solubilidad. Dicha solubilidad, puede cambiar con la edad del mismo, y por la polimerización. Tal polimerización puede ser muy rápida si el aceite contiene grandes cantidades de terpenos e aléhdicos fácilmente resinificables o que formen polímeros. El almacenamiento inadecuado puede acelerar la polimerización. Factores tales como la luz, el aire, el calor y la presencia de agua, ejercen usualmente una influencia desfavorable.

Los alcoholes que se utilizan generalmente para determinar las solubilidades de los aceites esenciales tienen las siguientes graduaciones.

60% - 65% - 70% - 80% - 90% - 95%

Estos son porcentajes en volumen a 15.5°/159.5

Se opera de la siguiente forma: se echa en un tubo de ensayo un volumen de aceite esencial exactamente medido, se agrega gota a gota, por medio de una bureta -- graduada, el alcohol exactamente titulado (a la 1/10 de grado), hasta obtener una solución clara. Se agita constantemente a cada adición de alcohol y se opera a la temperatura de 20°. Cuando esta mezcla está perfectamente clara, se anota el volumen de alcohol utilizado, después se continúa agregando alcohol, porque las esencias destiladas a fuego directo, y las esencias viejas, forman a veces un enturbiamiento en la dilución. Si después de haber agregado 10 volúmenes de alcohol, la solución es siempre clara, es inútil ir más lejos.

En el caso de que no se obtenga una solución clara en ningún punto durante la adición del alcohol, repetir la determinación usando un alcohol de mayor graduación.

Puesto que la solubilidad depende de la temperatura, todas las determinaciones deberían hacerse a 20°.- Debe notarse sin embargo que la "Farmacopea de los Estados Unidos" (100) y el Formulario Nacional (109) especifican una temperatura oficial de 25°. La temperatura adecuada se puede mantener por frecuente inmersión del tubo de ensayo en un baño María previamente ajustado a la temperatura deseada. La Farmacopea Británica, - especifica una temperatura de 15.5° (104)

Si un aceite esencial no es claramente soluble en los alcoholes diluidos, se aconseja describir más ampliamente la apariencia de la prueba de solubilidad.

Los siguientes términos que son relativos y enteramente empíricos, se usan en los laboratorios (28) para describir el aspecto de la solución

Claramente soluble

Ligeramente opalino

Opalino

Ligeramente turbio

Insoluble

Como hemos dicho anteriormente agregándole un máximo de 10 ml.

Alcohol 95%	Sigla Destilada	Alcohol 95%
53,33	16,75	2,916

por medio del alcoholímetro de Gay-Lussac... las gradas y lecturas la correspondiente... de con la siguiente tabla que tiene abscisa las lecturas... y ordenadas gradas alcoholílicas.

	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
11	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5	64,5
12	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5
13	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5	78,5
14	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5	85,5
15	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5
16	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5	99,5

Y por último, agregando alcohol de 95% a agua...

III.8.1. METODO EXPERIMENTAL

Como ya hemos dicho anteriormente, la solubilidad es una magnitud subjetiva y no se puede calcular por -- tanto una media matemática, además se utilizan unos tér-- minos relativos y empíricos para describir el aspecto -- de la solución.

Primeramente preparamos el alcohol de 80° a 15° C.- de la siguiente forma: Partimos de alcohol de 96° y agua destilada, por medio de las tablas de riqueza alcohóli- ca obtenemos los porcentajes de cada uno que son:

<u>% Alcohol 96°</u>	<u>% Agua destilada</u>	<u>D₁₅ Alcohol 80°</u>
83,3%	16,7%	0,8636

per medio del alcoholímetro de Gay-Lusac comprobamos -- los grados y hacemos la corrección conveniente de acuer-- do con la siguiente tabla que tiene abscisas las tempera-- turas y ordenadas grados alcohólicos.

	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
79	79	78,6	78,2	77,9	77,5	77,1	76,8	76,4	76	75,6	75,3
80	80	79,6	79,2	78,9	78,5	78,1	77,8	77,4	77	76,6	76,3
81	81	80,6	80,2	79,9	79,5	79,1	78,8	78,4	78	77,6	77,3
82	82	81,6	81,2	80,9	80,5	80,1	79,7	79,4	79	78,6	78,3
83	83	82,6	82,2	81,9	81,5	81,2	80,8	80,4	80,1	79,7	79,3
84	84	83,6	83,2	82,9	82,5	82,2	81,8	81,4	81,1	80,7	80,3

Y por tanteos , agregando alcohol de 96° o agua -

destilada, llegamos a obtener el alcohol de 80° a 15° C.

La determinación la hacemos a una temperatura de 20° C. por frecuentes immersiones del tubo de ensayo en un termostato a la temperatura deseada.

Ponemos 1 ml. de aceite esencial de Romero en el tubo de ensayo y agregamos gota a gota el alcohol de 80° -- (agitando continuamente la mezcla) por medio de una pipeta de 10 ml. de volumen, graduada en 1/10, hasta obtener una solución clara, después de comprobar que la temperatura está a 20°C., tomamos la lectura y continuamos añadiendo alcohol hasta totalizar los 10 ml., para comprobar si continua igual. En el caso de que la solución no sea clara (soluble) tomamos como dato de su opalinidad ó turbidez, aquella adición de alcohol que la modifica y no hay más cambio al agregar hasta los 10 ml., en que damos la operación por terminada.

Nosotros utilizaremos los siguientes términos expresándolos de la forma siguiente, anotando el valor más bajo en que es soluble u opalino y que continúe en la misma forma, hasta agregar un máximo de 10 volúmenes.

Soluble, no ponemos nada	-----	ejm.	6,0/80°
Opalino, ponemos una x	-----	"	6,0/80° x
Turbio, " " o	-----	"	6,0/80° o
Insoluble " Insol.	-----	"	Insol.

III.8.2. DETERMINACIONES FISICAS

SOLUBILIDAD A 20°

ALCOHOL ETILICO DE 80° G.L.

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Hellin	7,7/80°		1,9
61-4	"	"	8,0/80° x		0,8 x
61-5	"	Liotor	8,0/80° o		0,1 o
61-6	"	Socovos	8,0/80° x		0,8 x
61-17	"	Hellin	6,5/80°		0,7
61-18	"	"	6,9/80° x		0,3 x
61-19	"	"	7,0/80°		1,2
61-23	"	Socovos	7,5/80°		1,7
61-25	"	Hellin	8,0/80° o	5,8/80°	0,1 o
61-27	"	Socovos	7,3/80°		1,5
61-32	"	"	5,0/80°	7,2/80° x	0,8
61-33	"	Hellin	5,5/80°		0,3
62-3	1.962	Socovos	7,5/80° x	7,9/80° o	0,3 x
62-7	"	"	8,0/80°		2,2
62-12	"	"	8,0/80° o		0,1 o
62-17	"	Hellin	8,5/80° x		1,3 x
62-24	"	"	6,2/80°		0,4
62-25	"	Socovos	6,2/80°		0,4
62-37	"	Hellin	6,0/80°		0,2
62-46	"	Socovos	8,5/80° x		1,3 x
62-53	"	Hellin	7,0/80°		1,2

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-4	1.963	Hellin	5,5/80°		0,3
63-5	"	"	6,0/80°		0,2
63-8	"	Ayna	6,0/80°		0,2
63-9	"	Elche Sier.	6,2/80°		0,4
63-11	"	Hellin	6,5/80° x		0,7 x
63-12	"	"	5,5/80°		0,3
63-15	"	Elche Sier.	6,0/80°		0,2
63-17	"	Socovos	6,0/80°		0,2
63-20	"	"	6,0/80° x		1,2 x
63-21	"	Hellin	6,0/80° x		1,2 x
63-30	"	"	7,0/80° x		0,2 x
63-42	"	Socovos	6,0/80°		0,2
63-43	"	Elche Sier.	3,5/80°	5,8/80°	2,3
63-51	"	Hellin	6,0/80°		0,2
63-52	"	Elche Sier.	5,0/80°	7,2/80° x	0,8
63-53	"	Hellin	4,0/80°		1,8
63-54	"	"	5,5/80°	7,9/80° o	0,3
63-56	"	Socovos	6,5/80° x		0,7 x
64-2	1.964	Hellin	6,3/80°		0,5
64-3	"	"	6,0/80°		0,2
64-4	"	Socovos	7,5/80° x		0,3 x
64-5	"	Elche Sier.	4,4/80°		1,4
64-9	"	Hellin	7,5/80° o		0,4 o
64-20	"	"	5,3/80°		0,5
64-21	"	"	4,5/80°		1,3
64-28	"	Socovos	4,8/80°		1,0
64-29	"	Elche Sier.	4,5/80°		1,3

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-30	1.964	Socovos	4,0/80°		1,8
64-31	"	Hellin	5,0/80°		0,8
64-36	"	"	4,5/80° x		2,7 x
64-42	"	Socovos	4,5/80°		1,3
64-77	"	Elche Sier.	4,9/80°		0,9
64-80	"	" "	4,8/80°		1,0
64-81	"	" "	5,7/80°		0,1
64-84	"	" "	5,3/80°		0,5
64-85	"	Socovos	8,0/80° o		0,1 o
65-3	1.965	Elche Sier.	5,0/80°		0,8
65-4	"	Hellin	6,8/80°		1,0
65-6	"	"	5,5/80°		0,3
65-9	"	Lieter	7,0/80° o	5,8/80°	0,9 o
65-10	"	Socovos	5,8/80°		0,0
65-11	"	Elche Sier.	5,7/80°	7,2/80° x	0,1
65-14	"	Hellin	6,0/80°		0,2
65-15	"	Yeste	6,5/80°	7,9/80° o	0,7
65-17	"	Nerpio	9,0/80° x		1,8 x
62-26	"	Yeste	6,0/80° x		1,2 x
65-32	"	Hellin	7,0/80°		1,2
65-36	"	"	5,5/80°		0,3
65-37	"	"	5,5/80° o		2,4 o
65-38	"	"	4,7/80°		1,1
66-1	1.966	Elche Sier.	5,5/80°		0,3
66-2	"	Yeste	9,0/80° x		1,8 x
66-8	"	Hellin	10,0/80°		4,2
66-10	"	Elche Sier.	6,2/80°		0,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-13	1.966	Elche Sier.	5,8/80°		0,0
66-16	"	Socovos	7,5/80° x		0,3 x
66-19	"	"	6,8/80° x		0,4 x
66-21	"	Elche Sier.	6,5/80°		0,7
66-22	"	Hellin	5,3/80°	5,8/80°	0,5
66-24	"	Elche Sier.	5,3/80°	7,2/80° x	0,5
66-37	"	Socovos	10,0/80° o		2,1 o
66-38	"	"	6,0/80°	7,9/80° o	0,2
66-39	"	Yeste	7,0/80° x		0,2 x
66-41	"	Ayna	9,0/80° o		1,1 o

<u>Deter.</u>	<u>Med.Sol.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Op.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Turb</u>	<u>Desv.</u>
85	5,8/80	<u>±</u> 0,8	7,2/80	<u>±</u> 0,8	7,9/80	<u>±</u> 0,8

Las variaciones medias de la solubilidad son:

SOLUBLES	5,8 <u>±</u> 0,8	5,0/80°	-----	6,6/80°
OPALINOS	7,2 <u>±</u> 0,8	6,4/80°	-----	8,0/80°
TURBIOS	7,9 <u>±</u> 0,8	7,1/80°	-----	8,7/80°

Las determinaciones extremas experimentales son:

SOLUBLES	3,5/80°	-----	10,0/80°
OPALINOS	4,5/80°	-----	9,0/80°
TURBIOS	5,5/80°	-----	10,0/80°

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los términos que utilizamos en la solubilidad obtenemos los siguientes resultados:

67,1%	Determinaciones	Solubles
22,3%	"	Opalinas

10,6% Determinaciones Turbias

Como el porcentaje de las determinaciones solubles - es muy elevado, podríamos tomarlo como válido y calcular - las determinaciones inferiores y superiores a las varia-- ciones medias, y obtenemos:

11 Determinaciones equivalentes a 19,3% inferior a 5,0/80°
 9 " " " " 15,7% superior a 6,6/80°
 65% Dentro de los límites.

Podríamos dar estos valores, pues tienen un 65% pero, para más exactitud tomaremos como límites también los opa- linos, tomando los valores extremos de las variaciones me- dias, obteniendo un 87,3% determinaciones (67,1 solubles y 23,3 opalinas).

Por tanto los límites del aceite esencial de Romero Albacete en cuanto a su solubilidad son:

5,0/80°	-----	8,0/80°
---------	-------	---------

tanto soluble como ligeramente opalino.

Toda esencia que esté fuera de estos límites debe ser - tenida por sospechosa y rechazarla totalmente si es inso- luble.

DETERMINACIONES FISICAS

SOLUBILIDAD A 20°

ALCOHOL ETILICO DE 80° G.L.

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Las Terrer.	7,8/80°		3,8
61-13	"	Olias	8,0/80°		4,0
61-22	"	Albuñuelas	6,8/80°		2,8
61-29	"	"	8,0/80° x		0,3 x
61-31	"	Restabal	5,5/80°		1,5
61-34	"	Albuñuelas	8,0/80° x		0,3 x
62-20	1.962	"	7,0/80°		3,0
62-21	"	Olias	5,2/80°	4,0/80°	1,2
62-23	"	Tablones	5,0/80°		1,0
62-32	"	Baza	6,7/80°	8,3/80° x	2,7
62-35	"	Albuñuelas	7,4/80°		3,4
62-38	"	"	4,0/80°	9,5/80° o	0,0
62-40	"	Fernes	Insolub.		Ins.
62-42	"	Zújar	1,4/80°		2,6
62-43	"	Orgiva	3,7/80°		0,3
62-45	"	Albuñuelas	8,5/80° x		0,2 x
62-48	"	Zújar	4,5/80°		0,5
62-49	"	Restabal	1,5/80°		2,5
63-24	1.963	Orgiva	6,0/80°		2,0
63-37	"	Zújar	1,0/80°		3,0
63-44	"	Albuñuelas	6,0/80°		2,0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S₂₀</u>	<u>S₂₀MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-45	1.963	Las Terror.	Insolb.		Ins.
63-46	"	Huescar	7,5/80°		3,5
64-10	1.964	Restabal	4,8/80°		0,8
64-11	"	Pueb. D. F.	4,8/80°		0,8
64-16	"	" " "	6,5/80°		2,5
64-23	"	Restabal	1,0/80°		3,0
64-41	"	Pueb. D. F.	1,0/80°		3,0
64-48	"	" " "	1,0/80°		3,0
64-52	"	Caniles	4,7/80°		0,7
64-53	"	Restabal	1,1/80°		2,9
64-58	"	La Peza	9,0/80° o		0,5 o
64-59	"	Baza	1,0/80°	4,0/80°	3,0
64-61	"	"	8,0/80° x		0,3 x
64-64	"	Pueb. D. F.	0,9/80°		3,1
64-66	"	Restabal	4,0/80°	8,3/80° x	0,0
64-67	"	Zújar	4,5/80°		0,5
64-69	"	Pueb. D. F.	1,2/80°	9,5/80° o	2,8
64-71	"	" " "	3,0/80° x		0,3 x
65-23	1.965	Pueb. D. F.	10,0/80° o		0,5 o
65-27	"	Restabal	4,0/80°		0,0
65-28	"	Zújar	0,9/80°		3,1
65-29	"	Pueb. D. F.	1,0/80°		3,0
65-30	"	Caniles	7,0/80°		3,0
65-35	"	Pueb. D. F.	1,2/80°		2,8
65-41	"	Faucón	10,0/80° x		1,7 x
65-42	"	Caniles	7,0/80°		3,0
65-44	"	Pueb. D. F.	1,0/80°		3,0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-47	1.965	Restabal	7,0/80°		3,0
65-48	"	Caniles	5,0/80°		1,0
65-52	"	Pueb. D. F.	1,2/80°	4,0/80°	2,8
65-53	"	" " "	1,2/80°		2,8
65-57	"	Caniles	8,0/80° x	8,3/80° x	0,3 x
65-60	"	Restabal	8,0/80° x		0,3 x
65-62	"	Pueb. D. F.	1,2/80°		2,8
65-64	"	Restabal	8,0/80°	9,5/80° o	4,0
66-30	1.966	Caniles	7,0/80°		3,0
66-35	"	Restabal	1,2/80°		2,8

<u>Deter.</u>	<u>Med.Sol.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Op.</u>	<u>Desv.</u>
58	4,0/80°	± 2,3	8,3/80°	± 0,5

Las variaciones medias de la solubilidad son:

SOLUBLES	4,0 ± 2,3	1,7/80°	-----	6,3/80°
OPALINOS	8,3 ± 0,5	7,8/80°	-----	8,8/80°

Las determinaciones extremas experimentales son:

SOLUBLES	0,9/80°	-----	8,0/80°
OPALINOS	8,0/80°	-----	10,0/80°

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los términos que utilizamos en la solubilidad, obtenemos los siguientes resultados:

79,3%	Determinaciones	Solubles
13,7%	"	Opalinas
3,4%	"	Turbias
3,4%	"	Insolubles

También podemos hacer el cálculo del porcentaje en los solubles de las determinaciones inferiores y superiores a las variaciones medias, y obtendremos los siguientes

S O L U B L E S

18 Determinaciones equivalentes a 39,1% inferior a 1,7/80°
 13 " " " a 28,2% superior a 6,3/80°
 32,7% Dentro de los límites.

Por su bajo porcentaje en las solubles, no podemos tomar las variaciones medias, sino sus valores experimentales extremos.

Por tanto podemos decir con gran certeza que el aceite esencial de Romero Granada, es soluble en alcohol de 80° en el límite de las determinaciones experimentales:

SOLUBLE

0,9/80° ----- 8,0/80°

Toda esencia que esté fuera de estos límites, debe ser mirada como sospechosa, y confrontada con las demás constantes.

DETERMINACIONES FISICAS

S O L U B I L I D A D A 20°
 ++++++

ALCOHOL ETILICO DE 80° G.L.

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC/</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-3	1.961	P.Lumbreras	7,9/80°		1,7
61-7	"	Lorca	8,0/80° x		0,2 x
61-8	"	Sabinar	4,0/80°		2,2
61-9	"	Caravaca	8,3/80° x		0,5 x
61-11	"	Murcia	7,4/80°		1,2
61-12	"	Caravaca	8,0/80° o		0,9 o
61-16	"	"	8,0/80°		1,8
61-20	"	Murcia	6,5/80°		0,3
61-21	"	Caravaca	7,2/80°	6,2/80°	1,0
61-26	"	"	7,0/80°		0,8
61-30	"	"	5,5/80°		0,7
61-35	"	"	7,8/80° x	7,8/80° x	0,0 x
61-36	"	Cehegin	8,0/80°		1,8
61-37	"	Caravaca	6,0/80°	7,1/80° o	0,2
62-1	1.962	"	8,0/80° x		0,2 x
62-2	"	"	7,0/80°		0,8
62-4	"	"	6,5/80° x		1,3 x
62-5	"	Lorca	7,9/80°		1,7
62-6	"	"	8,9/80°		2,7
62-8	"	P.Lumbreras	Insolub.		Ins.
62-9	"	Ferez	8,0/80° o		0,9 o

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-10	1.962	Cimbre	8,5/80°		2,3
62-11	"	Murcia	8,0/80° x		0,2 x
62-13	"	Lorca	8,0/80°		1,8
62-14	"	"	7,8/80°		1,6
62-15	"	"	8,3/80° x		0,7 x
62-16	"	Archiver	7,7/80°		1,5
62-18	"	"	7,5/80° o		0,4 o
62-22	"	"	5,5/80°		0,7
62-26	"	Cimbre	7,0/80° x		0,8 x
62-27	"	Lorca	6,8/80°		0,6
62-28	"	"	8,0/80° x		0,2 x
62-29	"	"	9,0/80° x	6,2/80°	1,2 x
62-30	"	"	6,2/80°		0,0
62-31	"	Cimbre	8,5/80°	7,8/80° x	2,3
62-33	"	Murcia	6,0/80°		0,2
62-34	"	Caravaca	8,2/80°	7,1/80° o	2,0
62-36	"	"	7,0/80°		0,8
62-41	"	Cehegin	9,0/80° x		1,2 x
62-47	"	Caravaca	8,0/80°		1,8
62-50	"	Lorca	8,0/80° o		0,9 o
62-51	"	"	7,2/80°		1,0
62-52	"	"	6,0/80°		0,2
62-54	"	Cehegin	7,0/80°		0,8
62-55	"	Caravaca	8,0/80° x		0,2 x
62-56	"	Lorca	Insolub.		Ins.
62-57	"	Caravaca	9,5/80°		3,3
62-58	"	Lorca	10,0/80° o		2,9 o

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20º}</u>	<u>S_{20º} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-59	1.962	Lorca	6,5/80º		0,3
63-1	1.963	Murcia	6,5/80º x		1,3 x
63-2	"	Lorca	6,0/80º		0,2
63-3	"	"	6,0/80º		0,2
63-6	"	"	6,8/80º		0,6
63-7	"	Totana	6,2/80º		0,0
63-10	"	Calasparra	5,5/80º		0,7
63-13	"	Lorca	7,5/80º		1,3
63-14	"	"	10,0/80º		3,8
63-16	"	Caravaca	6,0/80º x		1,8 x
63-19	"	Murcia	10,0/80º x		2,2 x
63-22	"	Caravaca	6,0/80º x		1,8 x
63-23	"	"	7,0/80º	6,2/80º	0,8
63-26	"	Murcia	10,0/80º x		2,2 x
63-27	"	Lorca	8,5/80º x	7,8/80º x	0,7
63-28	"	Archiver	5,5/80º x		2,3 x
63-29	"	Caravaca	4,0/80º	7,1/80º o	2,2
63-31	"	"	5,5/80º x		2,3 x
63-32	"	Archiver	1,0/80º		5,2
63-34	"	Caravaca	5,5/80º		0,7
63-35	"	"	6,0/80º x		1,8 x
63-36	"	Mairena	5,0/80º		1,2
63-39	"	Cehegin	5,5/80º		0,7
63-40	"	Caravaca	6,0/80º x		1,8 x
63-41	"	Moratalla	6,0/80º x		1,8 x
63-47	"	Caravaca	6,5/80º x		1,3 x
63-48	"	Gulebrina	9,0/80º x		1,2 x

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-49	1.963	Caravaca	8,8/80°		2,6
63-50	"	Cehegin	6,0/80°		0,2
63-55	"	Caravaca	7,0/80°		0,8
64-1	1.964	"	6,3/80°		0,1
64-6	"	Moratalla	4,6/80°		1,6
64-7	"	Lorca	5,8/80°		0,4
64-8	"	P.Lumbreras	7,5/80°		1,3
64-12	"	Caravaca	3,9/80°		2,3
64-13	"	Lorca	10,0/80° x		2,2 x
64-14	"	"	5,9/80°		0,3
64-15	"	"	5,3/80°		0,9
64-17	"	Caravaca	4,5/80°		1,7
64-18	"	"	4,8/80°	6,2/80°	1,4
64-19	"	"	1,3/80°		4,9
64-22	"	Lorca	4,8/80°	7,8/80° x	1,4
64-24	"	La Hoya	4,5/80°		1,7
64-25	"	Lorca	4,5/80°	7,1/80° o	0,3
64-26	"	Calasparra	5,5/80°		0,7
64-27	"	Caravaca	4,5/80° x		3,3 x
64-32	"	Lorca	4,5/80°		1,7
64-33	"	Caravaca	5,3/80°		0,9
64-34	"	"	7,0/80°		0,8
64-37	"	"	1,3/80°		4,9
64-38	"	Calasparra	4,0/80°		2,2
64-39	"	Caravaca	5,0/80°		1,2
64-40	"	"	7,5/80° x		0,3 x
64-43	"	"	6,0/80° x		1,8 x

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-44	1.964	Caravaca	4,5/80°		1,7
64-45	"	Lorca	5,5/80°		0,7
64-46	"	"	6,7/80° x		1,1 x
64-47	"	P.Lumbreras	6,0/80° x		1,8 x
64-49	"	Lorca	5,5/80° x		2,3 x
64-50	"	"	5,0/80°		1,2
64-51	"	Caravaca	6,5/80° x		1,3 x
64-55	"	Lorca	8,0/80° x		0,2 x
64-57	"	Cehegin	1,0/80°		5,2
64-62	"	Murcia	7,5/80° x		0,3 x
64-68	"	Moratalla	10,0/80° x		2,2 x
64-72	"	Caravaca	9,0/80° x	6,2/80°	1,2 x
64-73	"	"	8,0/80° x		0,2 x
64-75	"	Lorca	10,0/80° x	7,8/80° x	2,2 x
64-76	"	Caravaca	10,0/80° x		2,2 x
64-78	"	"	8,0/80° x	7,1/80° o	0,2 x
64-82	"	"	4,5/80°		1,7
64-83	"	"	5,5/80° x		2,3 x
65-1	1.965	Lorca	5,5/80°		0,7
65-2	"	Calasparra	5,6/80°		0,6
65-5	"	Caravaca	6,0/80°		0,2
65-7	"	Lorca	5,5/80°		0,7
65-8	"	"	6,6/80°		0,4
65-12	"	Calasparra	5,1/80°		1,1
65-13	"	Otos	8,0/80°		1,8
65-16	"	Lorca	9,0/80° x		1,2 x
65-18	"	Calasparra	5,5/80°		0,7

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S₂₀</u>	<u>S₂₀ MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-19	1.965	Lorca	7,0/80°		0,8
65-20	"	"	5,7/80°		0,5
65-21	"	Calasparra	7,0/80°		0,8
65-22	"	Caravaca	8,0/80° x		0,2 x
65-24	"	Lorca	6,5/80°		0,3
65-33	"	Caravaca	7,0/80° x		0,8 x
65-34	"	Calasparra	5,5/80° o		1,6 o
65-39	"	Lorca	10,0/80° x		2,2 x
65-40	"	"	10,0/80° x		2,2 x
65-43	"	Caravaca	7,0/80° x		0,8 x
65-49	"	Lorca	10,0/80° o		2,9 o
65-51	"	"	5,0/80° o	6,2/80°	2,1 o
65-55	"	"	5,0/80° o		2,1 o
65-63	"	Archiver	5,0/80° o	7,8/80° x	2,1 o
65-65	"	Lorca	Insolub.		Ins.
65-67	"	Caravaca	10,0/80° x	7,1/80° o	2,2 x
65-68	"	"	8,0/80°		1,8
66-3	1.966	Ayna	9,0/80° x		1,2 x
66-4	"	Ceje	8,0/80° x		0,2 x
66-5	"	Caravaca	10,0/80° x		2,2 x
66-6	"	Lorca	Insolub.		Ins.
66-7	"	"	10,0/80° x		2,2 x
66-9	"	Totana	8,0/80° x		0,2 x
66-11	"	Caravaca	8,0/80° x		0,2 x
66-12	"	"	9,0/80°		2,8
66-14	"	Lorca	7,0/80° x		0,8 x
66-15	"	"	Insolub.		Ins.

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-17	1.966	Totana	7,5/80°		1,3
66-18	"	Caravaca	7,5/80° x		0,3 x
66-20	"	"	6,5/80° x		1,3 x
66-23	"	Calasparra	4,5/80°		1,7
66-25	"	Caravaca	5,5/80° o	6,2/80°	1,6 o
66-29	"	"	7,0/80° o		0,1 o
66-31	"	"	7,0/80° o	7,8/80° x	0,1 o
66-32	"	"	7,5/80° o		0,4 o
66-33	"	"	7,0/80° o	7,1/80° o	0,1 o
66-36	"	"	8,0/80° o		0,9 o
66-40	"	"	7,0/80° o		0,1 o

<u>Deter.</u>	<u>Med.Sol.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Op.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Turb.</u>	<u>Desv.</u>
167	6,2/80°	± 1,4	7,8/80°	± 1,3	7,1/80°	± 1,2

Las variaciones medias de la solubilidad son:

SOLUBLES	6,2 ± 1,4	4,8/80°	-----	7,6/80°
OPALINOS	7,8 ± 1,4	6,5/80°	-----	9,1/80°
TURBIOS	7,1 ± 1,2	5,9/80°	-----	8,3/80°

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los términos que utilizamos en la solubilidad, obtenemos los siguientes resultados:

52,1%	Determinaciones	Solubles
34,7%	"	Opalinos
10,2%	"	Turbios
3,0%	"	Insolubles

Las determinaciones extremas experimentales son:

SOLUBLES	1,0/80°	-----	10,0/80°
OPALINOS	4,5/80°	-----	10,0/80°
TURBIOS	5,0/80°	-----	10,0/80°

También podemos hacer el cálculo del porcentaje en los solubles y opalinos de las determinaciones inferiores y superiores a las variaciones medias y obtenemos los siguientes datos:

S O L U B L E S

15 Determinaciones equivalentes a 17,2% inferior 4,8/80°
 18 " " a 20,6% superior 7,6/80°
 62,2% Dentro de los límites

O P A L I N O S

12 Determinaciones equivalentes a 20,6% inferior 6,5/80°
 10 " " a 17,2% superior 9,1/80°
 62,2% Dentro de los límites.

Por tanto podemos decir que los límites del aceite esencial de Romero Murcia con respecto a la solubilidad son los siguientes: Como el porcentaje de los solubles es relativamente bajo, no se pueden dar como tales límites, sin embargo, la suma del porcentaje de los solubles y de los opalinos es muy elevado $52,1\% + 34,7\% = 86,8\%$, por lo que se pueden dar conjuntamente los dos, de esta forma tenemos que los límites tomando los extremos de las variaciones medias:

4,8/80° ----- 9,1/80°

Bien totalmente solubles o ligeramente opalinos, los que no cumplan esta constante deben ser tenidos por sospechosos.

NUMERO	AGE	LOCALIDAD
61-01	1.361	Guatemala (1)
61-02	*	"
61-03	*	"
62-01	1.362	"
62-02	*	"
63-01	1.363	"
63-02	*	Guatemala (2)
63-03	*	Guatemala (3)
64-01	*	Guatemala (4)
64-02	*	Guatemala (5)
64-03	*	Guatemala (6)
64-04	*	Guatemala (7)
64-05	*	Guatemala (8)
64-06	*	Guatemala (9)
64-07	*	Guatemala (10)
64-08	*	Guatemala (11)
64-09	*	Guatemala (12)
64-10	*	Guatemala (13)
64-11	*	Guatemala (14)
64-12	*	Guatemala (15)
64-13	*	Guatemala (16)
64-14	*	Guatemala (17)
64-15	*	Guatemala (18)
64-16	*	Guatemala (19)
64-17	*	Guatemala (20)
64-18	*	Guatemala (21)
64-19	*	Guatemala (22)
64-20	*	Guatemala (23)
64-21	*	Guatemala (24)
64-22	*	Guatemala (25)
64-23	*	Guatemala (26)
64-24	*	Guatemala (27)
64-25	*	Guatemala (28)
64-26	*	Guatemala (29)
64-27	*	Guatemala (30)
64-28	*	Guatemala (31)
64-29	*	Guatemala (32)
64-30	*	Guatemala (33)
64-31	*	Guatemala (34)
64-32	*	Guatemala (35)
64-33	*	Guatemala (36)
64-34	*	Guatemala (37)
64-35	*	Guatemala (38)
64-36	*	Guatemala (39)
64-37	*	Guatemala (40)
64-38	*	Guatemala (41)
64-39	*	Guatemala (42)
64-40	*	Guatemala (43)
64-41	*	Guatemala (44)
64-42	*	Guatemala (45)
64-43	*	Guatemala (46)
64-44	*	Guatemala (47)
64-45	*	Guatemala (48)
64-46	*	Guatemala (49)
64-47	*	Guatemala (50)
64-48	*	Guatemala (51)
64-49	*	Guatemala (52)
64-50	*	Guatemala (53)
64-51	*	Guatemala (54)
64-52	*	Guatemala (55)
64-53	*	Guatemala (56)
64-54	*	Guatemala (57)
64-55	*	Guatemala (58)
64-56	*	Guatemala (59)
64-57	*	Guatemala (60)
64-58	*	Guatemala (61)
64-59	*	Guatemala (62)
64-60	*	Guatemala (63)
64-61	*	Guatemala (64)
64-62	*	Guatemala (65)
64-63	*	Guatemala (66)
64-64	*	Guatemala (67)
64-65	*	Guatemala (68)
64-66	*	Guatemala (69)
64-67	*	Guatemala (70)
64-68	*	Guatemala (71)
64-69	*	Guatemala (72)
64-70	*	Guatemala (73)
64-71	*	Guatemala (74)
64-72	*	Guatemala (75)
64-73	*	Guatemala (76)
64-74	*	Guatemala (77)
64-75	*	Guatemala (78)
64-76	*	Guatemala (79)
64-77	*	Guatemala (80)
64-78	*	Guatemala (81)
64-79	*	Guatemala (82)
64-80	*	Guatemala (83)
64-81	*	Guatemala (84)
64-82	*	Guatemala (85)
64-83	*	Guatemala (86)
64-84	*	Guatemala (87)
64-85	*	Guatemala (88)
64-86	*	Guatemala (89)
64-87	*	Guatemala (90)
64-88	*	Guatemala (91)
64-89	*	Guatemala (92)
64-90	*	Guatemala (93)
64-91	*	Guatemala (94)
64-92	*	Guatemala (95)
64-93	*	Guatemala (96)
64-94	*	Guatemala (97)
64-95	*	Guatemala (98)
64-96	*	Guatemala (99)
64-97	*	Guatemala (100)

DETERMINACIONES FISICAS

SOLUBILIDAD A 20°

ALCOHOL ETILICO DE 80° G.L.

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°}MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-10	1.961	Quesada (J)	8,0/80°		3,2
61-15	"	" "	7,5/80°		2,7
61-28	"	" "	8,0/80°		3,2
62-19	1.962	" "	5,2/80°		0,4
62-39	"	" "	8,5/80°		3,7
63-18	1.963	" "	10,0/80° x		1,4 x
63-25	"	Ruider.(CR)	5,8/80°		1,0
63-33	"	Quesada (J)	9,5/80° x	4,8/80°	0,9 x
63-38	"	Ruider.(CR)	4,5/80°		0,3
64-35	1.964	Quesada (J)	3,0/80°	8,6/80° x	1,8
64-54	"	Ruider.(CR)	1,1/80°		3,7
64-56	"	S.Elena (J)	8,5/80° x	5,9/80° o	0,1 x
64-60	"	Valdeps;(CR)	0,9/80°		3,9
64-63	"	Ruidera "	3,5/80°		1,3
64-70	"	Solana "	8,9/80° x		0,3 x
64-74	"	Ruidera "	1,2/80°		3,6
65-31	1.965	Quesada (J)	1,2/80°		3,6
65-45	"	Ruider.(CR)	6,0/80° x		2,6 x
65-46	"	Quesada (J)	Insolub.		Ins.
65-50	"	Ruider.(CR)	1,2/80°		3,6
65-56	"	Segura S(J)	1,8/80°		3,0
65-59	"	Ruider.(CR)	5,5/80° o		0,4 o

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>S_{20°}</u>	<u>S_{20°} MEDIA</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-61	1.965	Ruider.(CR)	6,5/80° o		0,6 o
66-26	1.966	Quesada (J)	5,5/80° o		0,4 o
66-27	"	Ruider.(CR)	1,2/80°	4,8/80°	3,6
66-28	"	Solana "	1,1/80°	8,6/80° x	3,7
66-34	"	Ruidera "	1,1/80°	5,9/80° o	3,7

<u>Deter.</u>	<u>Med.Sol.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Op.</u>	<u>Desv.</u>	<u>Med.Turb.</u>	<u>desv.</u>
27	4,8/80°	± 2,8	8,6/80°	± 1,1	5,9/80°	± 0,5

Las variaciones medias de la solubilidad son:

SOLUBLES	4,8 ± 2,8	2,0/80°	-----	7,6/80°
OPALINOS	8,6 ± 1,1	7,5/80°	-----	9,7/80°
TURBIOS	5,9 ± 0,5	5,4/80°	-----	6,4/80°

Las determinaciones extremas experimentales son:

SOLUBLES	0,9/80°	-----	8,0/80°
OPALINOS	6,0/80°	-----	10,0/80°
TURBIOS	5,5/80°	-----	6,5/80°

Si hacemos el cálculo del porcentaje de las materias que utilizamos en la solubilidad, obtendremos los siguientes resultados:

66,7%	Determinaciones	Solubles
18,5%	"	Opalinos
11,1%	"	Turbios
3,7%	"	Insolubles

También podemos hacer el cálculo del porcentaje de los solubles y opalinos de las determinaciones inferiores

y superiores a las variaciones medias y obtener lo siguiente:

S O L U B L E S

9 Determinaciones equivalentes a 50% inferior a 2,0/80°
 3 " " " a 16,6% superior a 7,6/80°
 33,4% Dentro de los límites

O P A L I N O S

1 Determinación equivalente a 20% inferior a 7,5/80°
 1 " " " a 20% superior a 9,7/80°
 60% Dentro de los límites

El porcentaje de los solubles es suficiente para tomarlo como válido, más nosotros tomamos también los valores opalinos obteniendo 85,2% y tomando como límites las determinaciones extremas experimentales solubles y opalinos.

Luego los límites del Romero Jaén-Ciudad Real en cuanto a su solubilidad son:

0,9/80° ----- 10,0/80°

bien solubles u opalinos y toda esencia que esté fuera de estos límites ha de ser comprobada con mucha atención, con el resto de las constantes para ver si debe ser rechazada.

III.8.3. ACEITE ESENCIAL DE ROMERO ESPAÑOL

SOLUBILIDAD A 20°

Hemos hecho 337 determinaciones de la solubilidad, en el aceite esencial de romero español. Los años que se estudiaran son de 1961 al 1966.

	<u>PROVINCIAS</u>	<u>MEDIAS OBTENIDAS</u>	<u>DESV.MEDIA</u>
SOLUBLES	Albacete	5,8/80°	± 0,8
	Granada	4,0/80°	± 2,3
	Murcia	6,2/80°	± 1,4
	Jaén-C.Real	4,8/80°	± 2,8
OPALINOS	Albacete	7,2/80°	± 0,8
	Granada	8,3/80°	± 0,5
	Murcia	7,8/80°	± 1,4
	Jaén-C.Real	8,6/80°	± 1,1
TURBIOS	Albacete	7,9/80°	± 0,8
	Granada	9,5/80°	± 0,5
	Murcia	7,1/80°	± 1,2
	Jaén-C.Real	5,9/80°	± 0,5

Las determinaciones extremas obtenidas experimentalmente son:

SOLUBLES	Albacete	3,5/80°	-----	10,0/80°
	Granada	0,9/80°	-----	8,0/80°
	Murcia	1,0/80°	-----	10,0/80°
	Jaén-C. Real	0,9/80°	-----	8,0/80°

OPALINOS	Albacete	4,5/80º	-----	9,0/80º
	Granada	8,0/80º	-----	10,0/80º
	Murcia	5,0/80º	-----	10,0/80º
	Jaén-C.Real	6,6/80º	-----	10,0/80º
TURBIOS	Albacete	5,5/80º	-----	10,0/80º
	Granada	9,0/80º	-----	10,0/80º
	Murcia	5,0/80º	-----	10,0/80º
	Jaén-C.Real	5,5/80º	-----	6,5/80º

Si tenemos en cuenta que el porcentaje de los cuatro grupos es el siguiente:

<u>Localidad</u>	<u>Solubles</u>	<u>Opalinos</u>	<u>Turbios</u>	<u>Insolub.</u>
Albacete	67,1%	22,3%	10,6%	0,0%
Granada	79,3%	13,7%	3,4%	3,4%
Murcia	52,1%	34,7%	10,2%	3,0%
Jaén-Ç.Real	66,7%	18,5%	11,1%	3,7%
TOTAL	66,3%	22,3%	8,9%	2,5%

Como se puede apreciar el valor de las determinaciones solubles es lo suficientemente alto para tomarlo como válido, aunque nosotros tomaremos también los opalinos y despreciaremos los turbios e insolubles por ser muy raros, obteniendo 88,6% de porcentaje.

Tomando los datos en cada provincia en sus resultados finales, es decir, los límites en cada una de ellos obtenemos:

SOLUBLES U OPALINOS	Albacete	5,0/80º	-----	8,0/80º
	Granada	0,9/80º	-----	8,0/80º
	Murcia	4,8/80º	-----	9,1/80º
	Jaén-C.Real	0,9/80º	-----	10,0/80º

Por tanto los límites del aceite esencial del romero español con respecto a la solubilidad son:

0,9/80° ----- 10,0/80°

Por tanto toda esencia soluble u opalina dentro de estos límites es aceptable, aquella que sea turbia se debe considerar sospechosa, y la insoluble se debe rechazar.

Haciendo el estudio de los resultados parciales, expresados para cada provincia por separado, vemos que no existe una notable influencia por su origen geográfico, la región andaluza, y principalmente Granada, son algo más solubles que la región levantina y Albacete, y son las únicas esencias que tienen una solubilidad inferior o igual a la unidad, cosa que no se da en las otras provincias - (En la de Murcia hay 4 casos; dos 1 y dos 1,3 en 167, porcentaje inferior al 2,4% por lo que no se tiene en cuenta.

III.9. DETERMINACION DE ESTERES

La determinación del contenido de éster, expresado por su índice o por el tanto por ciento, es de gran importancia en la valoración de muchos aceites esenciales. El contenido en éster de un determinado aceite esencial no es siempre constante; por ello su índice o tanto por ciento puede variar entre límites más o menos amplios. Pero la determinación de este valor tiene gran importancia en el análisis de los aceites esenciales, ya sea para su identificación, ya para descubrir falsificaciones, o también para juzgar la calidad de las esencias. En algunos los ésteres representan el principio oloroso de ellas; por ejemplo el acetato de linalilo en el aceite esencial de Bergamota. Por tanto de la cantidad de ésteres contenida en dichas esencias, se puede deducir su valor.

Como la mayoría de los ésteres que entran como constituyentes normales de los aceites esenciales son de ésteres de ácidos monobásicos, el proceso de saponificación puede representarse por la siguiente reacción:



Donde R y R' pueden ser un radical alifático, aromático o cíclico (R también puede ser un átomo de hidrógeno)

Vamos a describir los métodos más generalmente utilizados para los aceites esenciales.

Determinación por saponificación en caliente. Es el método más general y de más amplia utilización en los aceites esenciales.

Procedimiento (45). Dentro de un matraz de saponificación de 100 ml. resistente al álcali, se pesan exactamente de 1 a 5 gr. del aceite, se añaden 10 ml. de alcohol neutro de 96% y 3 gotas de una solución alcohólica al 1% de fenolftaleína (98), se neutralizan los ácidos libres con solución acuosa 0,1 N de hidróxido de sodio, lo que requiere usualmente no más de 5 gotas del álcali 0,1 N. Entonces se añaden 10 ml. de solución alcohólica 0,5 N de hidróxido de potasio, medida exactamente con una pipeta y 3 ó 4 trozos de porcelana ó vidrio para favorecer la ebullición. Se une al matraz un condensador a reflujo.

Se pone a hervir la mezcla durante una hora sobre baño de María (74). Se enfría a temperatura ambiente y se valora el exceso de álcali con ácido clorhídrico acuoso 0,5 N. (45). Con objeto de determinar la cantidad de álcali consumida, se lleva a cabo una determinación en blanco, observando las mismas condiciones pero omitiendo el aceite. La diferencia en las cantidades de ácido 0,5 N usado en valorar la verdadera determinación y el ensayo en blanco, da la cantidad de álcali usada para la saponificación de los ésteres.

Si se usa un exceso insuficiente de álcali, se obtendrán resultados que son demasiado bajos. Por lo que hay que repetir la operación con 20 ó 30 ml. de solu---

ción 0,5 N de KOH.

El contenido de éster se puede calcular a partir de la fórmula siguiente.

$$\text{Tanto por ciento de éster} = \frac{a \cdot m}{20p}$$

donde:

a = cantidad de ml. de hidróxido de potasio 0,5 N usado en la saponificación

m = peso molecular del éster

p = peso de la muestra en gramos.

Esta fórmula supone que el éster es monobásico, para esteres de ácidos dibásicos y alcoholes con dos grupos hidróxilos; el contenido de éster se divide por 2; para ácidos tribásicos y alcoholes trihidróxilos por 3. Esto se basa en la suposición de que el éster es neutro; en el caso de ácidos di- y tribásicos y que todos los grupos alcohólicos han sido esterificados en el caso de ésteres de alcoholes di- y trihidróxilos.

El éster también se puede expresar por el índice de éster que se define como: el número de miligramos de hidróxido de potasio requerido para saponificar los esteres presentes en 1 gr. de aceite. El uso del índice de éster es especialmente conveniente cuando el éster presente en el aceite se desconoce, puesto que el conocimiento del peso molecular del éster no es necesario, -- también se usa frecuentemente en los aceites que contienen pequeñas cantidades de esteres

$$\text{Índice de Ester} = \frac{28'05 a}{p}$$

El índice de ester se puede convertir prontamente en tanto por ciento de éster, por la siguiente fórmula, si el radical del ácido del éster es monobásico.

$$\text{Tanto por ciento del Ester} = \frac{n(\text{N}^\circ \text{ de ester})}{561,04}$$

Si el ácido es dibásico o el radical de alcohol -- contiene dos grupos hidroxilos, el resultado debe dividirse por 2, si es tribásico o son tres grupos de hidroxilos por 3.

Ciertos ésteres no se saponifican completamente, en un período de 1 hora por el procedimiento descrito anteriormente, por ejemplo, el acetato de terpenilo requiere 4 horas, el acetato de mentilo 6 horas, el acetato de Cedrilo 4 horas, etc. Se recomienda para ésteres difícilmente saponificables utilizar el KOH en un disolvente de alto punto de ebullición (tipo glicol) (86). Se debe tener mucha precaución en este método, pues las altas temperaturas pueden tener un efecto adverso sobre algunos constituyentes de los aceites esenciales.

En el caso de aceites que contienen grandes cantidades de ésteres, bien de bajo peso molecular, o de ácidos dibásicos o tribásicos, es necesario disminuir la cantidad de la muestra y aumentar la cantidad de álcali empleado, usando 20 ó 30 ml.

También se requieren muestras relativamente pequeñas en el caso de ciertos aceites oscuramente coloreados Y usar timolftaleína (en lugar de fenolftaleína) como -

indicador (72).

La timolftaleína cambia de un azul profundo a incoloro en el punto de pH 9,3 a pH 10,5.

La determinación del contenido de éster por saponificación no produce resultados satisfactorios si el aceite contiene apreciables cantidades de aldehidos, a me--nos que los aldehidos sean separados y el aceite resi--dual saponificado, además que ciertos fenoles pueden --también interferir la determinación del éster.

Determinación por saponificación en frío. Como procedimiento analítico, la saponificación en frío no es -aplicable generalmente. En la mayoría de los casos, se requieren grandes períodos de tiempo para completar el proceso; además, ocurren frecuentemente reacciones se--cundarias que dan lugar a resultados equívocos o incompletos.

La saponificación en frío tiene un valor definido para la determinación de aquellos ésteres que se saponifican con mucha facilidad; esto ocurre particularmente para ciertos formiatos.

El procedimiento a seguir es exactamente igual a -los anteriores con la única diferencia de que hay que -valorar inmediatamente después de haber agregado los 10 ml. de solución alcohólica de KOH 0,5 N, y el valor que dé es el contenido de formiato.

III.9.1 METODO EXPERIMENTAL

Nosotros utilizamos la determinación por saponificación en caliente.

En un matraz de saponificación de 250 ml., que es un matraz de fondo plano y cuello corto, pesamos exactamente 5 gr. de aceite esencial de Romero. En otro matraz exactamente igual, pero sin el aceite esencial, hacemos el ensayo en blanco. Añadiendo a ambos 20 ml. de alcohol neutro de 96° y cinco gotas de solución alcohólica al 1% de Fenolftaleína. Neutralizamos la acidez libre con solución acuosa 0,1 N de NaOH. Después añadimos 10 ml. -- exactamente medidos con una pipeta de doble aforo, de solución alcohólica de KOH 0,5 N; se agregan unos trozos de vidrio para que la ebullición sea homogénea. Se conecta al matraz un tubo de vidrio de 1m. de longitud y 15 mm., de diámetro que contiene un pequeño refrigerante de agua.

Hervimos la mezcla de ambos exactamente durante una hora al baño María. Se enfrían a temperatura ambiente y valoramos el exceso de KOH con solución acuosa de HCl 0,5 N. La diferencia en las cantidades de ácido 0,5 N -- que hemos usado en valorar la determinación y el ensayo en blanco, nos da la cantidad de álcali gastado en la saponificación de los ésteres del Romero.

Calculamos el contenido de ésteres, suponiendo que todos los ésteres presentes son de acetato de bornilo, por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de acetato de berrilo} = \frac{196,28 a}{100}$$

Siendo a los ml. de KOH 0,5 N empleados en la saponificación.

Reactivos empleados

Hidróxido sódico 0,1 N acuoso contrastado con ftalato ácido de potasio como patrón.

Hidróxido potásico 0,5 N alcohólico; lo hacemos -- aproximadamente de esta normalidad, con solución saturada de KOH, acuosa, no contrastamos con un patrón, puesto que al utilizar el ensayo en blanco no es necesario.

Acido clorhídrico 0,5 N acuoso: haciendo contraste indirecto con el hidróxido sódico 0,1 N de fáctor conocido.

III.9.2. DETERMINACIONES QUIMICAS

E.S.T.E.R.E.S
 ++++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u>		<u>DESVIAC.</u>
			<u>Ac. Bornilo</u>	<u>Ac. Bornilo</u>	
61-1	1.961	Hellin	2,3%		0,0
61-4	"	"	2,7%		0,4
61-5	"	Liotor	2,9%		0,6
61-6	"	Socovos	1,8%		0,5
61-17	"	Hellin	3,6%		1,3
61-18	"	"	1,4%		0,9
61-19	"	"	2,1%		0,2
61-23	"	Socovos	1,1%		1,2
61-25	"	Hellin	1,8%		0,5
61-27	"	Socovos	1,4%		0,9
61-32	"	"	1,2%		1,1
61-33	"	Hellin	1,5%	2,3%	0,8
62-3	1.962	Socovos	2,0%		0,3
62-7	"	"	2,3%		0,0
62-12	"	"	3,8%		1,5
62-17	"	Hellin	3,7%		1,4
62-24	"	"	3,3%		1,0
62-25	"	Socovos	3,3%		1,0
62-37	"	Hellin	2,2%		0,1
62-46	"	Socovos	3,3%		1,0
62-53	"	Hellin	1,8%		0,5
63-4	1.963	"	3,0%		0,7

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>Ac. Bornilo</u>	<u>ESTERES MED.</u> <u>Ac. Bornilo</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-5	1.963	Hellin	3,1%		0,8
63-8	"	Ayna	1,9%		0,4
63-9	"	Elche Sier.	2,7%		0,4
63-11	"	Hellin	2,7%		0,4
63-12	"	"	3,1%		0,8
63-15	"	Elche Sier.	2,4%		0,1
63-17	"	Socovos	2,5%		0,2
63-20	"	"	2,3%		0,0
63-21	"	Hellin	2,3%		0,0
63-30	"	"	1,6%		0,7
63-42	"	Socovos	1,0%		1,3
63-43	"	Elche Sier.	1,0%		1,3
63-51	"	Hellin	1,0%		1,3
63-52	"	Elche Sier.	0,8%	2,3%	1,5
63-53	"	Hellin	1,0%		1,3
63-54	"	"	1,0%		1,3
63-56	"	Socovos	1,0%		1,3
64-2	1.964	Hellin	2,0%		0,3
64-3	"	"	3,5%		1,2
64-4	"	Socovos	3,8%		1,5
64-5	"	Elche Sier.	2,0%		0,3
64-9	"	Hellin	3,5%		1,2
64-20	"	"	3,5%		1,2
64-21	"	Elche Sier.	3,1%		0,8
64-28	"	Socovos	2,3%		0,0
64-29	"	Elche Sier.	2,7%		0,4
64-30	"	Socovos	3,3%		1,0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES Ac.Bornilo</u>	<u>ESTERES MED. Ac.Bornilo</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-31	1.964	Hellin	2,7%		0,4
64-36	"	"	3,1%		0,8
64-42	"	Socovos	2,3%		0,0
64-77	"	Elche Sier.	0,8%		1,5
64-80	"	" "	0,8%		1,5
64-81	"	" "	1,2%		1,1
64-84	"	" "	0,8%		1,5
64-85	"	Socovos	1,0%		1,3
65-3	1.965	Elche Sier.	2,0%		0,3
65-4	"	Hellin	3,1%		0,8
65-6	"	"	3,3%		1,0
65-9	"	Lieter	2,8%		0,5
65-10	"	Socovos	2,9%		0,6
65-11	"	Elche Sier.	2,9%	2,3%	0,6
65-14	"	Hellin	2,9%		0,6
65-15	"	Yeste	2,3%		0,0
65-17	"	Nerpio	2,3%		0,0
65-26	"	Yeste	2,0%		0,3
65-32	"	Hellin	2,0%		0,3
65-36	"	"	2,7%		0,4
65-37	"	"	2,5%		0,2
65-38	"	"	3,1%		0,8
66-1	1.966	Elche Sier.	1,0%		1,3
66-2	"	Yeste	2,3%		0,0
66-8	"	Hellin	2,7%		0,4
66-10	"	Elche Sier.	1,1%		1,2
66-13	"	" "	1,9%		0,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES Ac.Bornilo</u>	<u>ESTERES MED. Ac.Bornilo</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-16	1.966	Socovos	2,0%		0,3
66-19	"	"	1,4%		0,9
66-21	"	Elche Sier.	3,1%		0,8
66-22	"	Hellin	3,1%		0,8
66-24	"	Elche Sier.	2,9%	2,3%	0,6
66-37	"	Socovos	2,5%		0,2
66-38	"	"	2,5%		0,2
66-39	"	Yeste	2,2%		0,1
66-41	"	Ayna	2,2%		0,1

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ESTERES MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
85	2,3%	$\pm 0,8$

Las variaciones medias de los esteres calculados en Acetato de Bornilo son: $2,3\% \pm 0,8\%$

1,5% ----- 3,1%

Las determinaciones extremas obtenidas experimentalmente son: $0,8\% --- 3,8\%$, el valor superior de estas de terminaciones extremas es sumamente sospechoso, pues sólo hay dos casos y uno para el siguiente $3,7\%$ que pasa $3,5\%$ que si se repite; por ello podemos tomar como determinaciones extremas experimentales las siguientes:

$0,8\% ----- 3,5\%$

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los ésteres superiores e inferiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

19 Determinaciones corresponden a 22,3% inferior 1,6%
 12 " " a 14,1% superior 3,1%
 63,6 Dentro de los límites.

Por tanto no se deben dar como límites para el Aceite esencial de Romero de la provincia de Albacete estas medias, pues su porcentaje es inferior al 65%.

De aquí que los límites para el aceite esencial de Romero Albacete, encuaneto a su contenido de esteres, calculados como Acetato de bornilo, sean las determinaciones experimentales válidas, con un porcentaje $\geq 95\%$

0,8% ----- 3,5%

Y toda esencia que esté fuera de éstos límites, se debe rechazar.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ESTERES
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERG - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>Ac. Bornilo</u>	<u>ESTERES MED.</u> <u>Ac. Bornilo</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-2	1.961	Las Terrer.	1,6%		1,0
61-13	"	Olias	2,7%		0,1
61-22	"	Albuñuelas	3,4%		0,8
61-29	"	"	2,0%		0,6
61-31	"	Restabal	2,6%		0,0
61-34	"	Albuñuelas	2,0%		0,6
62-20	1.962	"	3,9%		1,3
62-21	"	Olias	4,2%		1,6
62-23	"	Tablones	4,1%		1,5
62-32	"	Baza	3,5%		0,9
62-35	"	Albuñuelas	4,3%		1,7
62-38	"	"	3,9%	2,6%	1,3
62-40	"	Fornes	3,3%		0,7
62-42	"	Zújar	1,6%		1,0
62-43	"	Orgiva	2,2%		0,4
62-45	"	Albuñuelas	2,8%		0,2
62-48	"	Zújar	1,6%		1,0
62-49	"	Restabal	1,8%		0,8
63-24	1.963	Orgiva	3,3%		0,7
63-37	"	Zújar	1,3%		1,3
63-44	"	Albuñuelas	2,1%		0,5
63-45	"	Las Terrer.	2,3%		0,3

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>Ac. Bernilo</u>	<u>ESTERES MED.</u> <u>Ac. Bernilo</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-46	1.963	Huescar	1,7%		0,9
64-10	1.964	Restabal	4,3%		1,7
64-11	"	Pueb. D. F.	2,0%		0,6
64-16	"	" " "	1,8%		0,8
64-23	"	Restabal	4,1%		1,5
64-41	"	Pueb. D. F.	2,6%		0,0
64-48	"	" " "	2,2%		0,4
64-52	"	Caniles	1,6%		1,0
64-53	"	Restabal	3,1%		0,5
64-58	"	La Peza	3,9%		1,3
64-59	"	Baza	1,8%		0,8
64-61	"	"	2,9%		0,3
64-64	"	Pueb. D. F.	1,4%		1,2
64-66	"	Restabal	1,8%	2,6%	0,8
64-67	"	Zújar	1,4%		1,2
64-69	"	Pueb. D. F.	1,2%		1,4
64-71	"	" " "	1,4%		1,2
65-23	1.965	" " "	3,0%		0,4
65-27	"	Restabal	3,9%		1,3
65-28	"	Zújar	3,1%		0,5
65-29	"	Pueb. D. F.	3,1%		0,5
65-30	"	Caniles	2,9%		0,3
65-35	"	Pueb. D. F.	2,7%		0,1
65-41	"	Faucena	2,9%		0,3
65-42	"	Caniles	2,6%		0,0
65-44	"	Pueb. D. F.	2,2%		0,4
65-47	"	Restabal	3,7%		1,1

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES Ac. Bornilo</u>	<u>ESTERES MED. Ac. Bornilo</u>	<u>DESVI/</u>
65-48	1.965	Caniles	2,5%		0,1
65-52	"	Pueb. D.F.	2,2%		0,4
65-53	"	" " "	2,6%		0,0
65-57	"	Caniles	1,9%		0,7
65-60	"	Restabal	3,1%	2,6%	0,5
65-62	"	Pueb. D.F.	1,4%		1,2
65-64	"	Restabal	1,8%		0,8
66-30	1.966	Caniles	2,4%		0,2
66-35	"	Restabal	3,3%		0,7

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ESTERES MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
58	2,6%	$\pm 0,8$

Las variaciones medias en acetato de bornilo son:

$$2,6 \pm 0,8$$

$$1,8\% \text{ ----- } 3,4\%$$

Las determinaciones extremas obtenidas experimentalmente 1,2% --- 4,3%, son algo sospechosas, pues sólo se dan en un solo caso en el inferior y dos en el superior, pasando a los valores 1,3% y 4,2% que se da en ambos en un solo caso, el valor que le sigue es 1,4% y 4,1%, que se podrían dar como valores extremos válidos, puesto que se reipten

$$1,4\% \text{ ----- } 4,1\%$$

Haciendo el cálculo de los valores inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos:

10 Determinaciones corresponden a 17,2% inferior a 1,8%
 10 " " a 17,2% superior a 3,4%
 65,6% Dentro de los límites.

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de romero Granada en cuanto a su contenido en és teres, calculados como acetato de bornilo, las variaciones medias que son:

1,8%	-----	3,4%
------	-------	------

Pero no olvidando que los valores experimentales extremos válidos son: 1,4% --- 4,1%. Una esencia de esta provincia que esté fuera de los límites de las variaciones medias, pero dentro de los extremos experimentales válidos, no debe ser rechazada a no ser que las demás constantes lo indiquen, pues puede ser perfectamente genuina.

DETERMINACIONES QUIMICAS

E S T E R E S
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>A.Born.</u>	<u>MEDIA</u> <u>A.Bor.</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Media</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Cuadrado</u>
61-3	1.961	P.Lumbrer.	2,1%		0,1	0,01
61-7	"	Lorca	1,7%		0,5	0,25
61-8	"	Sabinar	1,4%		0,8	0,64
61-9	"	Caravaca	1,4%		0,8	0,64
61-11	"	Murcia	1,8%		0,4	0,16
61-12	"	Caravaca	1,8%		0,4	0,16
61-16	"	"	1,8%		0,4	0,16
61-20	"	Murcia	1,6%		0,6	0,36
61-21	"	Caravaca	1,9%		0,3	0,09
61-26	"	"	1,9%		0,3	0,09
61-30	"	"	1,7%	2,2%	0,5	0,25
61-35	"	"	1,8%		0,4	0,16
61-36	"	Cehegin	1,0%		1,2	1,44
61-37	"	Caravaca	1,1%		1,1	1,21
62-1	1.962	"	2,0%		0,2	0,04
62-2	"	"	1,9%		0,3	0,09
62-4	"	"	2,3%		0,1	0,01
62-5	"	Lorca	2,9%		0,7	0,49
62-6	"	"	2,5%		0,3	0,09
62-8	"	P.Lumbrer.	5,7%		3,5 +	nulo
62-9	"	Ferez	3,7%		1,5	2,25
62-10	"	Cimbre	3,3%		1,1	1,21

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>A.Born.</u>	<u>MEDIA</u> <u>A.Bor.</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Media</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Cuadrado</u>
62-11	1.962	Murcia	3,9%		1,7	2,89
62-13	"	Lorca	3,3%		1,1	1,21
62-14	"	"	3,5%		1,3	1,69
62-15	"	"	3,5%		1,3	1,69
62-16	"	Archiver	4,0%		1,8	3,24
62-18	"	"	3,7%		1,5	2,25
62-22	"	"	3,5%		1,3	1,69
62-26	"	Cimbre	2,5%		0,3	0,09
62-27	"	Lorca	3,1%		0,9	0,81
62-28	"	"	3,1%		0,9	0,81
62-29	"	"	3,7%		1,5	2,25
62-30	"	"	3,3%		1,1	1,21
62-31	"	Cimbre	3,7%		1,5	2,25
62-33	"	Murcia	3,9%	2,2%	1,7	2,89
62-34	"	Caravaca	3,7%		1,5	2,25
62-36	"	"	2,7%		0,5	0,25
62-41	"	Cehegin	2,9%		0,7	0,49
62-47	"	Caravaca	1,9%		0,3	0,09
62-50	"	Lorca	1,8%		0,4	0,16
62-51	"	"	1,6%		0,6	0,36
62-52	"	"	1,4%		0,8	0,64
62-54	"	Cehegin	1,2%		1,0	1,00
62-55	"	Caravaca	1,4%		0,8	0,64
62-56	"	Lorca	2,0%		0,2	0,04
62-57	"	Caraveca	1,7%		0,5	0,25
62-58	"	Lorca	2,3%		0,1	0,01
62-59	"	"	1,4%		0,8	0,64

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>A.Born.</u>	<u>MEDIA</u> <u>A.Bor.</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Media</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Cuadrado</u>
63-1	1.963	Murcia	2,0%		0,2	0,04
63-2	"	Lorca	1,8%		0,4	0,16
63-3	"	"	2,7%		0,5	0,25
63-6	"	"	2,3%		0,1	0,01
63-7	"	Totana	1,6%		0,6	0,36
63-10	"	Calasparra	1,9%		0,3	0,09
63-13	"	Lorca	2,3%		0,1	0,01
63-14	"	"	2,2%		0,0	0,00
63-16	"	Caravaca	2,3%		0,1	0,01
63-19	"	Murcia	2,2%		0,0	0,00
63-22	"	Caravaca	2,3%		0,1	0,01
63-23	"	"	2,1%		0,1	0,01
63-26	"	Murcia	1,2%		1,0	1,00
63-27	"	Lorca	1,8%	2,2%	0,4	0,16
63-28	"	Archivel	1,7%		0,5	0,25
63-29	"	Caravaca	1,0%		1,2	1,44
63-31	"	"	1,2%		1,0	1,00
63-23	"	Archivel	0,8%		1,4	1,86
63-34	"	Caravaca	1,4%		0,8	0,64
63-35	"	"	1,1%		1,1	1,21
63-36	"	Mayrena	1,1%		1,1	1,21
63-39	"	Cehegin	1,4%		0,8	0,64
63-40	"	Caravaca	1,4%		0,8	0,64
63-41	"	Moratalla	1,4%		0,8	0,64
63-47	"	Caravaca	1,5%		0,7	0,49
63-48	"	Culebrina	2,2%		0,0	0,00
63-49	"	Caravaca	2,0%		0,2	0,04

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES A.Born.</u>	<u>MEDIA A.Bor.</u>	<u>DESVIAC. Media</u>	<u>DESVIAC. Cuadrado</u>
63-50	1.963	Cehegin	1,4%		0,8	0,64
63-55	"	Caravaca	1,0%		1,2	1,44
64-1	1.964	"	1,0%		1,2	1,44
64-6	"	Moratalla	1,2%		1,0	1,00
64-7	"	Lorca	1,4%		0,8	0,64
64-8	"	P.Lumbreras	2,2%		0,0	0,00
64-12	"	Caravaca	1,2%		1,0	1,00
64-13	"	Lorca	3,1%		0,9	0,81
64-14	"	"	3,1%		0,9	0,81
64-15	"	"	3,1%		0,9	0,81
64-17	"	Caravaca	3,0%		0,8	0,64
64-18	"	"	2,0%		0,2	0,04
64-19	"	"	2,5%		0,3	0,09
64-22	"	Lorca	2,7%	2,2%	0,5	0,25
64-24	"	La Hoya	2,4%		0,2	0,04
64-25	"	Lorca	2,4%		0,2	0,04
64-26	"	Calasparra	2,7%		0,5	0,25
64-27	"	Caravaca	2,9%		0,7	0,49
64-32	"	Lorca	2,3%		0,1	0,01
64-33	"	Caravaca	3,1%		0,9	0,81
64-34	"	"	2,3%		0,1	0,01
64-37	"	"	3,1%		0,9	0,81
64-38	"	Calasparra	2,7%		0,5	0,25
64-39	"	Caravaca	2,3%		0,1	0,01
64-40	"	"	2,2%		0,0	0,00
64-43	"	"	2,7%		0,5	0,25
64-44	"	"	3,1%		0,9	0,81

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>A.Born.</u>	<u>MEDIA</u> <u>A.Bor.</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Media</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Cuadrado</u>
64-45	1.964	Lorca	2,2%		0,0	0,00
64-46	"	"	2,3		0,1	0,01
64-47	"	P.Lumbrer.	2,4%		0,2	0,04
64-49	"	Lorca	2,2%		0,0	0,00
64-50	"	"	1,6%		0,6	0,36
64-51	"	Caravaca	2,0%		0,2	0,04
64-55	"	Lorca	1,0%		1,2	1,44
64-57	"	Cehegin	1,9%		0,3	0,09
64-62	"	Murcia	2,8%		0,6	0,36
64-68	"	Moratalla	1,5%		0,7	0,49
64-72	"	Caravaca	1,2%		1,0	1,00
64-73	"	"	1,4%		0,8	0,64
64-75	"	Lorca	1,8%		0,4	0,16
64-76	"	Caravaca	1,4%	2,2%	0,8	0,64
64-78	"	"	1,4%		0,8	0,64
64-82	"	"	0,8%		1,4	1,96
64-83	"	"	0,8%		1,4	1,96
65-1	1.965	Lorca	3,1%		0,9	0,81
65-2	"	Calasparra	3,0%		0,8	0,64
65-5	"	Caravaca	2,6%		0,4	0,16
65-7	"	Lorca	2,7%		0,5	0,25
65-8	"	"	2,6%		0,4	0,16
65-12	"	Calasparra	3,9%		1,7	2,89
65-13	"	Otos	2,0%		0,2	0,04
65-16	"	Lorca	2,9%		0,7	0,49
65-18	"	Calasparra	3,3%		1,1	1,21
65-19	"	Lorca	2,4%		0,2	0,04

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES A.Born.</u>	<u>MEDIA A.Bor.</u>	<u>DESVIAC. Media</u>	<u>DESVIAC. Cuadrado</u>
65-20	1.965	Lorca	2,4%		0,2	0,04
65-21	"	Calasparra	3,4%		1,2	1,44
65-22	"	Caravaca	2,6%		0,4	0,16
65-24	"	Lorca	2,3%		0,1	0,01
65-33	"	Carvaca	2,3%		0,1	0,01
65-34	"	Calasparra	2,7%		0,5	0,25
65-39	"	Lorca	2,2%		0,0	0,00
65-40	"	"	2,5%		0,3	0,09
65-43	"	Caravaca	2,2%		0,0	0,00
65-49	"	Lorca	1,5%		0,7	0,49
65-51	"	"	1,2%		1,0	1,00
65-55	"	"	1,4%		0,8	0,64
65-63	"	Archiver	1,4%		0,8	0,64
65-65	"	Lorca	2,5%	2,2%	0,3	0,09
65-67	"	Caravaca	2,3%		0,1	0,01
65-68	"	"	1,2%		1,0	1,00
66-3	1.966	Ayna	2,2%		0,0	0,00
66-4	"	Ceje	2,3%		0,1	0,01
66-5	"	Caravaca	2,0%		0,2	0,04
66-6	"	Lorca	3,2%		1,0	1,00
66-7	"	"	1,3%		0,9	0,81
66-9	"	Totana	1,7%		0,5	0,25
66-11	"	Caravaca	1,0%		1,2	1,44
66-12	"	"	2,2%		0,0	0,00
66-14	"	Lorca	1,9%		0,3	0,09
66-15	"	"	2,5%		0,3	0,09
66-17	"	Totana	2,0%		0,2	0,04

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>A.Born.</u>	<u>MEDIA</u> <u>A.Bor</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Media</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Cuadrado</u>
66-18	1.966	Caravaca	2,7%		0,5	0,25
66-20	"	"	2,3%		0,1	0,01
66-23	"	Calasparra	2,7%		0,5	0,25
66-25	"	Caravaca	2,1%		0,1	0,01
66-29	"	"	2,3%		0,1	0,01
66-31	"	"	2,0%	2,2%	0,2	0,04
66-32	"	"	3,1%		0,9	0,81
66-33	"	"	2,2%		0,0	0,00
66-36	"	"	2,5%		0,3	0,09
66-40	"	"	2,5%		0,3	0,09

<u>DETERMIN.</u>	<u>ESTERES MED.</u>	<u>DESV.MEDIA</u>	<u>DESV.TÍPICA</u>
167	2,2%	$\pm 0,6$	$\pm 0,75$

Hemos anulado la determinación 62-8, porque su diferencia con la media es superior a cuatro veces la desviación media, no hemos repetido los cálculos, pues no tiene influencia.

Las variaciones medias son: $2,2 \pm 0,6$

1,6% ----- 2,8%

Cálculo de la desviación típica

$$e = \sqrt{\frac{d}{n}} = \sqrt{\frac{94,9}{166}} = \sqrt{0,57} = 0,75$$

Las variaciones típicas son: $2,2 \pm 0,75$

1,45% ----- 2,95%

Las determinaciones extremas experimentales son:

0,8% ----- 4,0%

Estas determinaciones son sospechosas, pues del valor inferior hay tres casos y uno sólo de la superior, -- por lo que se deben tomar como válidos

1,0% ----- 3,9%

que se repiten.

Haciendo el cálculo del porcentaje de los ésteres inferiores y superiores a las variaciones medias obtenemos:

37 Determinaciones corresponden a 22,3% inferior a 1,6%

30 " " " a 18,1% superior a 2,8%

59,6% Dentro de los límites.

Si hacemos el cálculo independientemente de las determinaciones entre los valores inferiores y superiores de las variaciones medias y típicas nos da:

1) Valores inferiores

1,6% ----- 1,45%

obtenemos 3 determinaciones lo que representa 1,8%.

2) Valores superiores

2,8% ----- 2,95%

obteniéndolo 4 determinaciones lo que representa 2,4%.

La diferencia obtenida en ambos casos es tan pequeña desde el punto de vista industrial, que prácticamente se puede despreciar y hacer todo el estudio trabajando con las desviaciones medias.

Como hemos obtenido un porcentaje bajo dentro de los límites de las variaciones medias, tenemos que recurrir a las determinaciones experimentales válidas.

Por tanto los límites del aceite esencial de romero Murcia, en cuanto a su contenido en ésteres, calculados - como acetato de bornilo son los siguientes:

1,0% ----- 3,9%

Por lo que hay que tener gran precaución en aquellas esencias que estén fuera de estos límites.

21-20			2,25		2,4	2,30
22-19	1,90		2,75		2,3	2,70
23-18			2,25		2,7	2,30
24-17	1,70		2,25		2,3	2,30
25-16		Quercina (C)	2,25		2,4	2,40
26-15		Quercina (C)	2,25		2,3	2,40
27-14		Quercina (C)	2,25		2,3	2,40
28-13	2,00	Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
29-12		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
30-11		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
31-10		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
32-09		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
33-08		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
34-07		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
35-06		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
36-05		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
37-04		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
38-03		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
39-02		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30
40-01		Quercina (C)	2,25		2,3	2,30

DETERMINACIONES QUIMICAS

ESTERES

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES</u> <u>A.Born.</u>	<u>MEDIA</u> <u>A.Bor</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Media</u>	<u>DESVIAC.</u> <u>Cuadrado</u>
61-10	1.961	Quesada(J)	2,9%		0,3	0,09
61-15	"	" "	3,0%		0,4	0,16
61-28	"	" "	3,2%		0,6	0,36
62-19	1.962	" "	3,9%		1,3	1,69
62-39	"	" "	3,3%		0,7	0,49
63-18	1.963	" "	2,9%		0,3	0,09
63-25	"	Ruidera(CR)	2,0%		0,6	0,36
63-33	"	Quesada (J)	3,9%		1,3	1,69
63-38	"	Ruidera(CR)	1,4%		1,2	1,44
64-35	1.964	Quesada (J)	2,3%		0,3	0,09
64-54	"	Ruidera(CR)	2,0%		0,6	0,36
64-56	"	S.Elena (J)	2,0%	2,6%	0,6	0,36
64-60	"	Valdepeñas(J)	1,8%		0,8	0,64
64-63	"	Ruidera (cr)	2,3%		0,3	0,09
64-70	"	Solana (CR)	3,1%		0,5	0,25
64-74	"	Ruidera "	1,0%		1,6	2,56
65-31	1.965	Quesada (J)	3,4%		0,8	0,64
65-45	"	Ruidera(CR)	2,2%		0,4	0,16
65-46	"	Quesada (J)	2,6%		0,0	0,00
65-50	"	Ruidera(CR)	2,0%		0,6	0,36
65-56	"	Segura S.(J)	2,7%		0,1	0,01
65-59	"	Ruidera(CR)	1,5%		1,1	1,21

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ESTERES A.Born.</u>	<u>MEDIA A.Bor</u>	<u>DESVIAC. Media</u>	<u>DESVIAC. Cúadrado</u>
65-61	1.965	Ruidera(CR)	1,8%		0,8	0,64
66-26	1.966	Quesada (J)	3,1%		0,5	0,25
66-27	"	Ruidera(CR)	3,6%	2,6%	1,0	1,00
66-28	"	Solana "	2,9%		0,3	0,09
66-34	"	Ruidera "	2,2%		0,4	0,16

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ESTERES MED.</u>	<u>DESVIAC.MED.</u>	<u>DESV.TIP.</u>
27	2,6%	$\pm 0,7$	$\pm 0,75$

Las variaciones medias son: $2,6 \pm 0,7$

1,9% ----- 3,3%

Cálculo de la desviación típica

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum |d|^2}{n}} = \sqrt{\frac{15,1}{27}} = \sqrt{0,56} = 0,75$$

Las variaciones típicas son: $2,6 \pm 0,75$

1,85% ----- 3,35%

Las determinaciones extremas experimentales son:

1,0% ----- 3,9%

Aunque estos valores se dan en un sólo caso en ambas determinaciones, no podemos decir que son sospechosas, -- pues el número de determinaciones totales es pequeño, y una de ellas representa un valor cercano al 4%.

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los valores inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

3 Determinaciones corresponden 11,1% inferior a 1,9%

3 " " " 11,1% superior a 3,3%

77,8% Dentro de los límites

No hacemos el cálculo de las determinaciones entre los valores de las desviaciones media y típica, pues no existe ninguna, ya que la diferencia de 0,05 no se acusa y es bastante inferior al propio error instrumental, por lo tanto no tendremos en cuenta la desviación típica.

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de romero de las provincias de Jaén-Ciudad Real, en cuanto a los ésteres calculados como acetato de bornilo, las variaciones medias, puesto que el porcentaje de determinaciones dentro de los límites es muy elevado, y son:

1,9% ----- 3,3%

Teniendo gran cuidado cuando aparezca una esencia fuera de éstos límites de confrontar con los demás análisis.

III.9.3. ACEITE ESENCIAL DE ROMERO ESPAÑOL

ESTERES

Hemos hecho 337 determinaciones de los ésteres, calculados como acetato de bornilo, en el aceite esencial de romero español, de la que hemos anulado una, por los motivos expuestos anteriormente. Los años que se estudian son de 1961 al 1966.

<u>Provincias</u>	<u>Medias obt.</u>	<u>Desv. Med.</u>	<u>Variación</u>
Albacete	2,3%	± 0,8	1,5 - 3,1
Granada	2,6%	± 0,8	1,8 - 3,4
Murcia	2,2%	± 0,6	1,6 - 2,8
Jaén-C.Real	2,6%	± 0,7	1,9 - 3,3

EXPERIMENTALES

0,8% - 3,5%

1,4% - 4,1%

1,0% - 3,9%

1,0% - 3,9%

Tomando los datos para los ésteres en cada provincia, en sus resultados finales, es decir los límites de cada una de ella obtenemos los siguientes valores:

Albacete	0,8% -----	3,5%
Granada	1,8% -----	3,4%
Murcia	1,0% -----	3,9%
Jaén-C.Real	1,9% -----	3,3%

Vistas las desviaciones que corresponden a la media de cada provincia o región, no parece que las variaciones

de una media a otra, sean significativas, por lo que en principio el aspecto ecológico no manifiesta influencia - en el contenido cuantitativo total de ésteres, determinados mediante la técnica seguida (con pequeñas variaciones una técnica usual en este tipo de determinaciones).

Por lo que tomamos como límites las determinaciones más bajas y más altas de los resultados finales de todas las provincias estudiadas.

Luego los límites para el aceite esencial de romero español en cuanto a su contenido de ésteres calculados como acetato de bornilo son los siguientes:

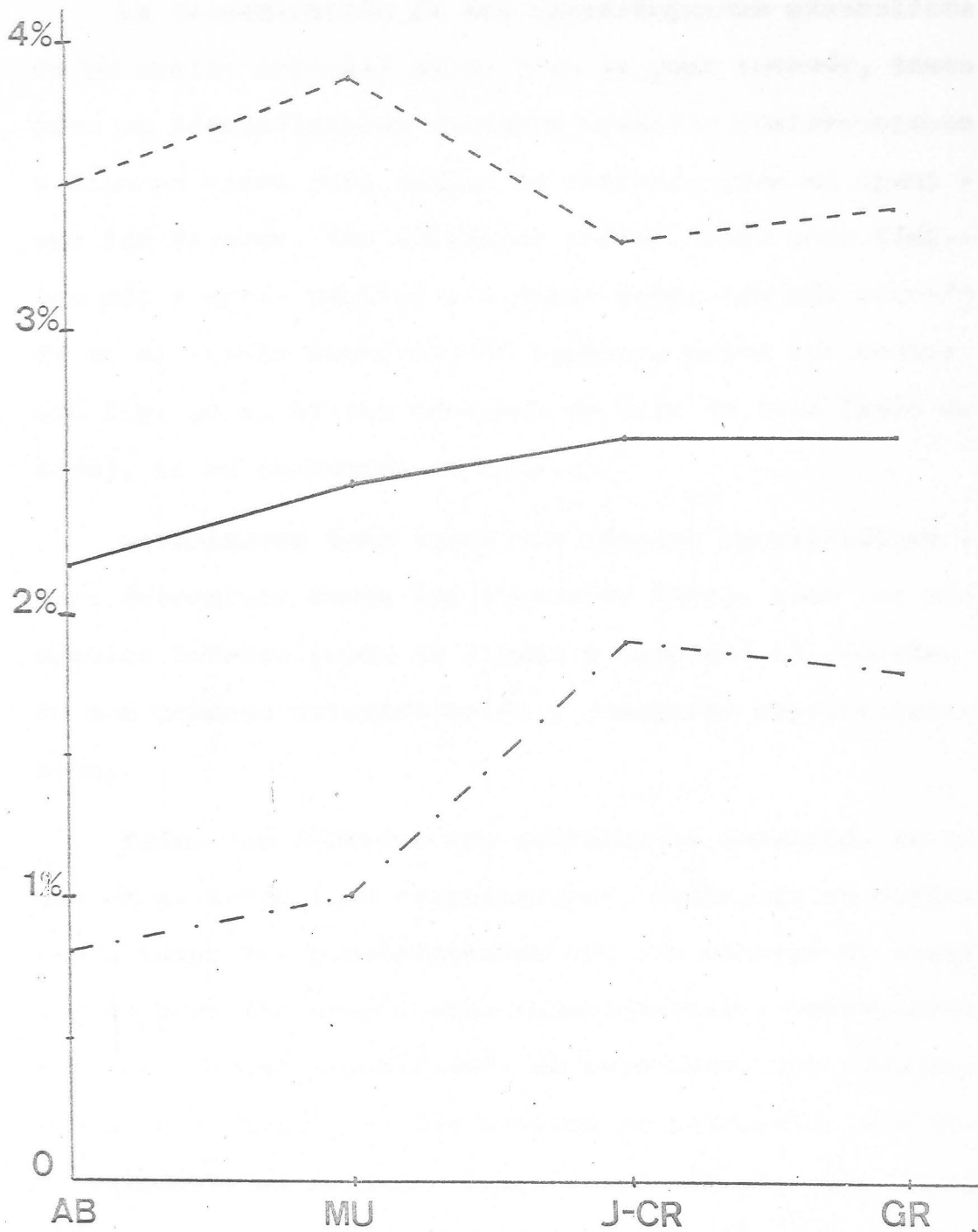
0,8% ----- 3,9%

Si hacemos el cálculo del porcentaje de determinaciones dentro de estos límites obtenemos un 98% valor, suficientemente alto para que estos resultados sean exactos.

Y por tanto, toda esencia que esté fuera de estos límites, se considera sospechosa, y debe ser confrontada -- con las otras constantes, y si alguna otra lo confirma, - debe ser rechazada, no considerándola como natural.

ESTERES

ACETATO DE BORNIOLO



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LIMITES

— " MEDIOS DE LAS PROVINCIAS

-.- " INFERIORES DE LOS LIMITES

GRAFICA 4

III.10. DETERMINACION DE ALCOHOLES

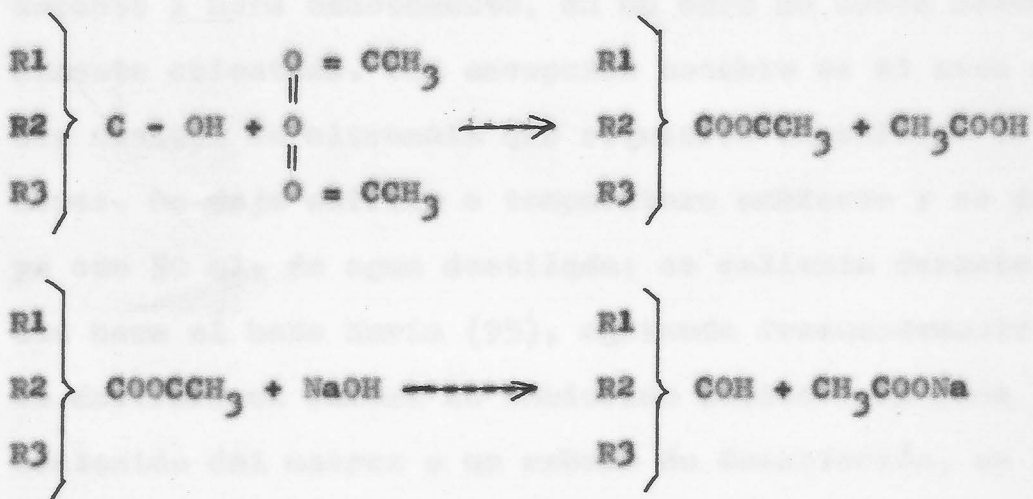
La determinación de los constituyentes alcoholicos de un aceite esencial es un dato de gran interés, tanto para su identificación como para detectar adulteraciones y algunas veces para juzgar la calidad, pues al igual que los ésteres, los alcoholes varían entre unos límites más o menos amplios y a mayor contenido más apreciado es el aceite esencial. Un ejemplo, entre los muchos que hay, es el aceite esencial de Palo de Rosa (Bois de Rose), en su contenido de linalol.

Normalmente casi todos los métodos cuantitativos para determinar tanto los alcoholes libres como los alcoholes totales (suma de libres y combinados), constan de una primera esterificación y posterior saponificación.

Todas las fórmulas que calculan el resultado de una acetilación como "porcentajes", realmente se refieren a todos los constituyentes que son capaces de acetilación bajo las condiciones experimentales, "calculados como un alcohol específico". De este modo, por ejemplo, el "alcohol total" en los aceites de citronela incluye no solamente el geraniol libre y como éster, sino también todos los demás constituyentes acetilables y sus ésteres tales como borneol, citronol, alcoholes sesquiterpénicos, y entre los aldehidos, el citronal, (todos calculados como geraniol). Estas fórmulas suponen además que el alcohol es un compuesto monohidroxilo.

Para aceites que no se han investigado enteramente y cuyos constituyentes alcohólicos no se conocen bien, es con frecuencia conveniente dar el resultado como índice de éster acetilado.

El proceso químico básico implicado en estas determinaciones, tomando como ejemplo la acetilación, se puede resumir por la siguiente ecuación (41)



donde R1, R2 y R3 pueden ser un átomo de hidrógeno, un radical alifático, aromático o cíclico.

Vamos a describir los métodos más utilizados en aceites esenciales.

Determinación por acetilación. Los constituyentes alcohólicos de un aceite esencial se determinan por acetilación, es decir, el aceite se acetila con anhídrido acético y el contenido de éster del aceite resultante es determinado; a partir de este valor el porcentaje de alcohol en el aceite original se puede calcular (80).

Para esta determinación se emplea un matraz de acetilación especial, de aproximadamente 125 ml. de capaci

dad. A este matraz se acopla un condensador a reflujo, con objeto de evitar la pérdida de constituyentes volátiles.

Procedimiento. Se introduce en un matraz de acetilación de 125 ml. de capacidad, 10 ml. del aceite, 10 ml del anhídrido acético y 2 gr. de acetato de sodio; se une al condensador y se hierve el contenido del matraz durante 1 hora exactamente, en un baño de arena adecuadamente calentado. Una excepción notable es el caso de los aceites de citronela que requieren un reflujo de 2 horas. Se deja enfriar a temperatura ambiente y se diluye con 50 ml. de agua destilada; se calienta durante media hora al baño María (95), agitando frecuentemente para destruir el exceso de anhídrido acético. Se pasa el contenido del matraz a un embudo de decantación, se lava el matraz con dos porciones de 10 ml. de agua destilada, añadimos estos enjuagues al embudo de decantación; una vez separado el aceite acetilado del líquido, se lava esta esencia repetidas veces con agua y solución al 5% de carbonato sódico hasta reacción neutra, se seca el aceite resultante con sulfato sódico anhidro y se filtra. Del aceite acetilado preparado se pesan 2 gr. y se saponifican con 30 ml. de solución alcohólica de KOH 0,5 N, en baño María, hirviendo durante 1 hora. De la mezcla enfriada se valora el exceso de álcali con ácido clorhídrico 0,5 N, usando fenolftaleína como indicador. Es exactamente el mismo método que el indicado anteriormente en la determinación de ésteres.

Si el aceite original contiene una cantidad despreciable de constituyentes saponificables, el alcohol libre se puede calcular por la siguiente fórmula:

Porcentaje del alcohol en el aceite original =

$$= \frac{am}{20 (s - 0,021 a)}$$

donde/

a = número de ml. de solución 0,5 N de hidróxido de potasio, requerida para la saponificación del aceite acetilado.

s = peso del aceite acetilado en gr. usado en la saponificación.

m = peso molecular del alcohol.

El índice de éster acetilado es numericamente igual al número de miligramos de hidróxido de potasio requeridos para saponificar los ésteres presentes en 1 gr. del aceite acetilado, se expresa con la fórmula siguiente:

$$\text{Índice de Ester Acetilado} = \frac{28,05 a}{s} \quad (34)$$

Si el aceite original contiene una cantidad apreciable de ésteres, el porcentaje de alcohol libre se puede estimar por la siguiente fórmula:

Porcentaje del alcohol libre en el Aceite Original =

$$= \frac{dm}{561,04 - 0,42 d} \quad (11 b)$$

donde:

d = índice de éster acetilado menos el índice de éster.

Aunque esta expresión no es matemáticamente exacta, sin embargo si le es suficientemente para todo trabajo práctico y se ha usado tradicionalmente por los químicos de aceites esenciales.

Para la valoración de aceites esenciales, es deseable a menudo saber el porcentaje del alcohol total, es decir el porcentaje del alcohol libre, más el porcentaje del alcohol combinado como éster presente en el aceite original.

$$\text{Porcentaje de alcohol total en el aceite original} = \left[\frac{am}{20(s - 0,021 a)} \right] \left[1 - \frac{42,04 c}{100(m + 42,04)} \right] \quad (46)$$

donde:

c = al tanto por ciento de éster.

Esta fórmula supone que todo el alcohol esterificado presente en el aceite original, está combinado como acetato.

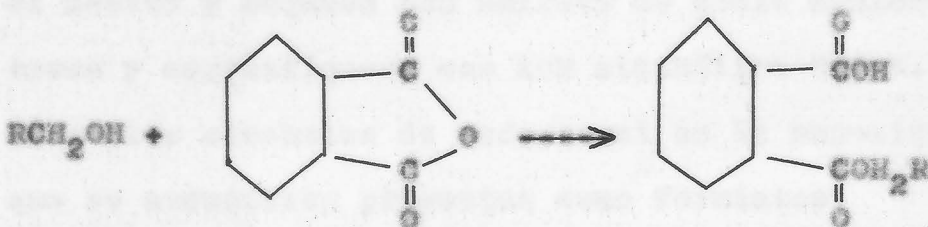
Limitaciones y modificaciones del procedimiento general.- Como se ha anunciado anteriormente, el anhídrido acético empleado en las condiciones experimentales reaccionará con ciertos compuestos de los aceites esenciales además de los alcoholes. Los fenoles serían cuantitativamente convertidos en acetatos. Ciertos aldehídos y cetonas se acetilan parcialmente y parcialmente se destruyen, o se convierten en otros compuestos que son capaces de acetilación (63).

Además algunos alcoholes terciarios no se convier-

ten cuantitativamente en el acetato, pues la mayoría su fren una deshidratación cuando se tratan con anhídrido acético. Los alcoholes más importantes en esta clase -- son el terpineol y linalol (77).

Vamos a describir algunos métodos utilizados para evitar estos inconvenientes.

Determinación de Alcoholes primarios..- El anhídrido ftálico (75) reacciona con alcoholes primarios formando un ester ácido ftálico



Esta reacción tiene lugar rápidamente a una temperatura de unos 100° (88), en el caso de alcoholes primarios; para alcoholes secundarios el tiempo requerido para esterificarlos se aumenta grandemente; para alcoholes terciarios, no ocurre ninguna reacción apreciable.

Es importante que el anhídrido ftálico no contenga ácido ftálico libre.

Metodo de Glichitch (40)..- El método de Glichitch de formilación para la valoración de alcoholes fácilmente deshidratables (70) ha sido empleado con éxito para la formilación de linalol y terpineol.

Se introducen 15 ml. de reactivo aceto-fórmico en

un Erlenmeyer de 125 ml. de capacidad. Enfriamos en baño de hielo a temperatura inferior a 15° C. y añadimos lentamente 10 ml. del aceite que debe analizarse. Dejamos reposar la mezcla durante 72 horas a temperatura de 20-22° C. Al final de este intervalo se vierte el contenido del matraz en un embudo de decantación. Se agita bien con 50 ml. de agua fría a +1° C y se deja reposar durante 2 horas. Se separa el aceite y se lava sucesivamente -- con 50 ml. de una solución al 5% de bicarbonato sódico, y después con dos porciones de 50 ml. de agua. Sepárese el aceite y séquese con sulfato de sodio anhidro. Fíltrese y saponifíquese con KOH alcohólica 0,5 N. Se calculan los alcoholes de modo usual en la suposición de que se encuentren presentes como formiatos.

El reactivo aceto-fórmico se prepara de la siguiente forma. A 2 volúmenes de anhídrido acético, previamente enfriados por lo menos a 0°; añada lentamente 1 volumen de ácido fórmico 100%. Mezcle enteramente y después caliente a 50° durante 15 minutos y enfríe en un baño de hielo inmediatamente.

Método de Boulez (7)..- El método de Boulez de acetilación usa un diluyente con el objeto de disminuir el efecto deshidratante del anhídrido acético. El período de acetilación, sin embargo, debe prolongarse. Esto da resultados satisfactorios para el linalol y terpineol si las condiciones prescritas se siguen rígidamente

El método original ponía aceite de trementina como

disolvente en la proporción de 1 parte del aceite bajo examen y 5 partes de aceite de trementina. (8). Schimmel (76) modificó el procedimiento sustituyendo xileno como disolvente en la proporción de 1:4. El período de acetilación es muy importante; para el terpineol se requieren 5 horas, periodos más largos, o más cortos dan valores bajos, para el linalol 7 hora.

Este procedimiento modificado da datos reproducibles. Debe tenerse mucho cuidado durante la determinación, puesto que cualquier error que la afecte se multiplicará por 5 en el resultado final.

Métodos de deshidratación.- Los métodos de deshidratación se basan en la descomposición catalítica de alcoholes terciarios y la separación de agua. La cantidad de agua obtenida se determina a partir de lo cual se puede calcular el porcentaje de alcohol terciario.

Tal método ha sido descrito por Ikeda y Takeda,--- (54), usando cloruro de zinc.

Método de dimetilaniлина. Cloruro de acetilo.- Este método, originalmente descrito por Fiore (27), da resultados excepcionalmente conformes y satisfactorios en el caso de aceites que contienen linalol. Experimentos preliminares con terpineol y otros alcoholes terpénicos terciarios indican que este puede resultar un método valioso para muchos alcoholes terciarios.

Procedimiento.- Se introducen 10 ml. de linalol o aceite esencial que contenga linalol, previamente seca-

do con sulfato de sódico, en un Erlenmeyer con tapón de cristal, enfriado con hielo y agua. Al aceite enfriado se le añaden 20 ml. de dimetil anilina (libre de monometil) y se mezcla enteramente el contenido, entonces se añaden 8 ml. de cloruro de acetilo y 5 ml. de anhídrido acético, sirviendo el anhídrido como disolvente para evitar la cristalización de la masa de reacción. La mezcla se enfria durante unos pocos minutos y se deja reposar a la temperatura ambiente durante hora y media, después de cuyo tiempo el matraz se sumerge en un baño de agua mantenido a $40^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ}$ durante 5 horas. Al final de este tiempo el aceite acetilado se lava tres veces con 75 ml. de agua fría a 0° , después se lava varias veces con 25 ml. de ácido sulfúrico al 5%, hasta que la capa ácida reposada deje de liberar cualquier color a dimetil anilina cuando se hace alcalina, el aceite acetilado se lava con 10 ml. de solución de carbonato sódico al 10% y lavado finalmente con agua.

El aceite se separa, se seca sobre sulfato sódico anhidro y se filtra, y la cantidad de éster es determinada en la forma usual. El contenido de linalol puede obtenerse de este modo directamente a partir de la fórmula siguiente:

Porcentaje de linalol =

$$= \frac{\text{KOH N/2} \times 154.14}{20 \text{ (peso de muestra KOH N/2} \times 0.021)}$$

Como esta fórmula debe usarse además para otros aceites que contienen linalol, además del propio lina-

101, es necesario un factor de corrección con aceites - que contienen importantes cantidades de ésteres. Para - tales aceites, la siguiente fórmula "standard" es recomendable.

$$\text{Porcentaje de Linalol total} = \frac{a \times 77,07}{P - (a \cdot 0,021)} \times [1 - (E \times 0,0021)]$$

donde:

a = ml. de alcalí 0,5 N, requeridos para saponificación

p = peso de la muestra

E = porcentaje de ésteres calculados como acetato de linalilo en el aceite original.

Método de anhídrido acético - piridina.- (68). Este método es recomendable para la determinación de alcoholes libres en aceites esenciales que contienen alcoholes primarios y secundarios en pequeña cantidades.

III.10.1. METODO EXPERIMENTAL

Nosotros utilizamos en el aceite esencial de Romero la determinación por acetilación.

En un matraz de acetilación de 100 ml. agregamos - 10 ml. de aceite esencial de Romero, 10 ml. de anhídrido acético y 2 gr. de acetato sódico anhidro, lo conectamos a un condensador, que consta de una columna vigreux y un pequeño refrigerante de agua. Hervimos la mezcla - sobre un baño de arena durante una hora. Se enfria a - temperatura ambiente, agregamos 50 ml. de agua destilada y se calienta durante media hora al baño María agitando a intervalos.

Pasamos el contenido del matraz a un embudo de decantación, en donde separamos la fase acuosa, el aceite acetilado se lava en el mismo embudo tres veces con la solución acuosa de carbonato sódico al 5% y después con agua destilada, secamos el aceite resultante con sulfato sódico anhidro y filtramos sobre papel.

Del aceite acetilado se pesa exactamente 1 gr. que saponificamos con 10 ml. de solución alcohólica de hidróxido de potasio 0,5 N. en baño María durante una hora; método exactamente igual al descrito en la determinación de ésteres.

Determinamos el contenido de alcoholes calculándolos todos como borneol.

El alcohol libre del aceite original, lo obtenemos por la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Alcohol libre} = \frac{154,25 d}{561,04 - 0,42 d}$$

donde:

d = índice de éster acetilado menos el índice de éster.

Índice de éster acetilado = 28,05 b

Índice de éster = 5,61 a

Siendo b y a los ml. gastados respectivamente en la saponificación del aceite acetilado y sin acetilar.

El alcohol total del aceite esencial de Romero lo obtenemos de la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Alcohol total} = \left[\frac{154,25 b}{20(1 - 0,021 b)} \right] \left[1 - \frac{42,04 c}{19629} \right]$$

donde:

c es el tanto por ciento de éster en el aceite original

III.10.2. DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL LIBRE

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Hellin	7,5%		0,0
61-4	"	"	9,3%		1,8
61-5	"	Lieter	17,2%		9,7 +
61-6	"	Socovos	7,2%		0,3
61-17	"	Hellin	8,1%		0,6
61-18	"	"	8,0%		0,5
61-19	"	"	7,3%		0,2
61-23	"	Socovos	7,5%		0,0
61-25	"	Hellin	6,1%		1,4
61-27	"	Socovos	11,7%		4,2
61-32	"	"	7,7%		0,2
61-33	"	Hellin	8,3%	7,5%	0,8
62-3	1.962	Socovos	10,1%		2,6
62-7	"	"	10,0%		2,5
62-12	"	"	7,1%		0,4
62-17	"	Hellin	7,9%		0,4
62-24	"	"	12,2%		4,7 +
62-25	"	Socovos	12,2%		4,7 +
62-37	"	Hellin	11,6%		4,1
62-46	"	Socovos	7,9%		0,4
62-53	"	Hellin	6,4%		1,1
63-4	1.963	"	7,9%		0,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-5	1.963	Hellin	8,8%		1,3
63-8	"	Ayna	6,3%		1,2
63-9	"	Elche Sierra	7,3%		0,2
63-11	"	Hellin	12,0%		4,5 +
63-12	"	"	8,3%		0,8
63-15	"	Elche Sierra	5,6%		1,9
63-17	"	Socovos	8,4%		0,9
63-20	"	"	6,6%		0,9
63-21	"	Hellin	6,7%		0,8
63-30	"	"	8,2%		0,7
63-42	"	Socovos	6,9%		0,6
63-43	"	Elche Sierra	7,8%		0,3
63-51	"	Hellin	6,8%		0,7
63-52	"	Elche Sierra	7,9%	7,5%	0,4
63-53	"	Hellin	8,7%		1,2
63-54	"	"	7,7%		0,2
63-56	"	Socovos	6,3%		1,2
64-2	1.964	Hellin	8,2%		0,7
64-3	"	"	7,8%		0,3
64-4	"	Socovos	5,5%		2,0
64-5	"	Elche Sierra	8,6%		1,1
64-9	"	Hellin	7,4%		0,1
64-20	"	"	7,1%		0,4
64-21	"	Elche Sierra	6,9%		0,6
64-28	"	Socovos	6,0%		1,5
64-29	"	Elche Sierra	8,0%		0,6
64-30	"	Socovos	7,6%		0,1

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-31	1.964	Hellin	6,4%		1,1
64-36	"	"	7,8%		0,3
64-42	"	Socovos	6,6%		0,9
64-77	"	Elche Sierra	7,9%		0,4
64-80	"	" "	7,1%		0,4
64-81	"	" "	7,6%		0,1
64-84	"	" "	7,9%		0,4
64-85	"	Socovos	6,9%		0,6
65-3	1.965	Elche Sierra	7,4%		0,1
65-4	"	Hellin	7,0%		0,5
65-6	"	"	8,2%		0,7
65-9	"	Lietor	6,3%		1,2
65-10	"	Socovos	6,2%		1,3
65-11	"	Elche Sierra	5,4%	7,5%	2,1
65-14	"	Hellin	5,4%		2,1
65-15	"	Yeste	8,3%		0,8
65-17	"	Nerpio	7,6%		0,1
65-26	"	Yeste	6,8%		0,7
65-32	"	Hellin	8,9%		1,4
65-36	"	"	7,3%		0,2
65-37	"	"	6,0%		1,5
65-38	"	"	8,3%		0,8
66-1	1.966	Elche Sierra	7,1%		0,4
66-2	"	Yeste	7,7%		0,2
66-8	"	Hellin	6,8%		0,7
66-10	"	Elche Sierra	7,7%		0,2
66-13	"	" "	7,5%		0,0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-16	1.966	Socovos	6,8%		0,7
66-19	"	"	9,5%		2,0
66-21	"	Elche Sierra	5,2%		2,3
66-22	"	Hellin	6,5%		1,0
66-24	"	Elche Sierra	5,4%	7,5%	2,1
66-37	"	Socovos	8,4%		0,9
66-38	"	"	7,8%		0,3
66-39	"	Yeste	7,7%		0,2
66-41	"	Ayna	6,1%		1,4

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ALC. LIBRE MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
85	7,5%	$\pm 1,0$

Las variaciones medias en borneol son: 7,5% \pm 1,0

6,5% ----- 8,5%.

Hemos anulado las determinaciones 61-5, 61-27, 62-24 62-25 y 63-11 porque su diferencia con el alcohol libre - medio es superior a cuatro veces la desviación media; hemos tenido que repetir todos los calculos, ya que ha variado la media de 7,8% a 7,5%.

Las determinaciones extremas experimentales 5,2% ---- 11,6% son sumamente sospechosas, pues sólo se dan en un - sólo caso en ambos valores, pasando a 5,4% y 10,1%, el -- primero se repite varias veces y sólo tenemos una del superior, pasando este último a 10,0% que ocurre igual que el anterior y pasa a 9,5%. Por lo que se pueden dar como determinaciones extremas válidas los valores siguientes:

5,4% ----- 9,5%

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los alcoholes libres inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos:

16 Determinaciones corresponden a 19,7% inferior a 6,5%

8 " " " " 9,8% superior a 8,5%

71,5 Dentro de los límites.

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de romero Albacete, en cuanto a su contenido de alcohol libre, calculado como borneol, las variaciones medias que son:

6,5%	-----	8,5%
------	-------	------

Como el porcentaje de determinaciones dentro de estos límites es elevado, la certeza de estas variaciones es grande.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL LIBRE

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE</u> <u>BORNEOL</u>	<u>MEDIA</u> <u>BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-2	1.961	Las Terreras	8,5%		0,8
61-13	"	Olias	10,1%		0,8
61-22	"	Albuñuelas	10,4%		1,1
61-29	"	"	14,7%		5,4
61-31	"	Restabal	11,3%		2,0
61-34	"	Albuluelas	12,5%		3,2
62-20	1.962	"	12,2%		2,9
62-21	"	Olias	12,9%		3,6
62-23	"	Tablones	12,6%		3,3
62-32	"	Baza	13,6%		4,3
62-35	"	Albuñuelas	11,6%		2,3
62-38	"	"	11,1%	9,3%	1,8
62-40	"	Fornes	7,7%		1,6
62-42	"	Zújar	9,1%		0,2
62-43	"	Orgiva	11,2%		1,9
62-45	"	Albuñuelas	9,2%		0,1
62-48	"	Zújar	10,3%		1,0
62-49	"	Restabal	13,7%		4,4
63-24	1.963	Orgiva	8,2%		1,1
63-37	"	Zújar	7,5%		1,8
63-44	"	Albuñuelas	10,2%		0,9
63-45	"	Eas Terreras	6,1%		3,2

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-46	1.963	Huescar	7.7%		1,6
64-10	1.964	Restabal	10,7%		1,4
64-11	"	Puebla D.Fadr.	7,9%		1,4
64-16	"	" " "	8,5%		0,8
64-23	"	Restabal	9,3%		0,0
64-41	"	Puebla D.Fadr.	8,1%		1,2
64-48	"	" " "	6,1%		3,2
64-52	"	Caniles	7,3%		2,0
64-53	"	Restabal	8,3%		1,0
64-58	"	La Peza	11,1%		1,8
64-59	"	Baza	8,8%		0,5
64-61	"	"	7,8%		1,5
64-64	"	Puebla D.Fadr.	9,1%		0,2
64-66	"	Restabal	13,3%	9,3%	4,0
64-67	"	Zújar	10,7%		1,4
64-69	"	Puebla D.Fadr.	9,5%		0,2
64-71	"	" " "	8,4%		0,9
65-23	1.965	" " "	6,2%		3,1
65-27	"	Restabal	9,5%		0,2
65-28	"	Zújar	7,7%		1,6
65-29	"	Puebla D.Fadr.	6,9%		2,4
65-30	"	Caniles	5,4%		3,9
65-35	"	Puebla D.Fadr.	8,3%		1,0
65-41	"	Faucena	7,8%		1,5
65-42	"	Caniles	6,4%		2,9
65-44	"	Puebla D.Fadr.	7,7%		1,6
65-47	"	Restabal	7,8%		1,5

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-48	1.965	Caniles	8,2%		1,1
65-52	"	Puebla D.Fadr.	7,7%		1,6
65-53	"	" " "	6,2%		0,1
65-57	"	Caniles	9,4%		0,1
65-60	"	Restabal	10,2%	9,3%	0,9
65-62	"	Puebla D.Fadr.	9,2%		0,1
65-64	"	Restabal	8,4%		0,9
66-30	1.966	Caniles	7,8%		1,5
66-35	"	Restabal	8,7%		0,6

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ALC. LIBRE MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
58	9,3%	$\pm 1,7\%$

Las variaciones medias en borneol son: $9,3\% \pm 1,7\%$

7,6% ----- 11,0%

Las determinaciones extremas experimentales 5,4% --- 14,7% son sospechosas, pues sólo se dan en un caso en ambos valores, pasando a 6,1% y 13,7% del primero hay dos casos y uno solo del segundo, de este último se pasa a -- 13,6% que le ocurre igual que al anterior y pasa a 13,3%; por lo que se pueden dar como determinaciones extremas válidas estas:

6,1% ----- 13,3%

Haciendo el cálculo de los resultados inferiores y superiores a las variaciones medias obtenemos:

8 Determinaciones corresponden a 13,7% inferior a 7,6%
 11 " " a 18,9% superior a 11,0%
 67,4% Dentro de los límites.

Por tanto se pueden dar como límites, para el aceite esencial de romero de la provincia de Granada, en cuanto a su contenido en alcohol libre, calculado como borneol, las variaciones medias que son:

7,6% ----- 11,0%

Aunque teniendo en cuenta que las determinaciones experimentales son: 6,1% y 13,3%, y antes de rechazar una esencia hay que confrontar con las demás constantes.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL LIBRE
 ++++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-3	1.961	P.Lumbreras	12,5%		4,7 +
61-7	"	Lorca	7,3%		0,5
61-8	"	Sabinar	8,3%		0,5
61-9	"	Caravaca	7,8%		0,0
61-11	"	Murcia	6,8%		1,0
61-12	"	Caravaca	6,9%		0,9
61-16	"	"	8,2%		0,4
61-20	"	Murcia	7,7%		0,1
61-21	"	Caravaca	7,4%		0,4
61-26	"	"	10,0%		2,2
61-30	"	"	9,6%		1,8
61-35	"	"	10,6%	7,8%	2,8
61-36	"	Cehegin	9,6%		1,8
61-37	"	Caravaca	7,7%		0,1
62-1	1.962	"	7,8%		0,0
62-2	"	"	10,3%		2,5
62-4	"	"	10,0%		2,2
62-5	"	Lorca	8,5%		0,7
62-6	"	"	8,4%		0,6
62-8	"	P.Lumbreras	9,7%		1,9
62-9	"	Ferez	7,3%		0,5
62-10	"	Cimbre	8,2%		0,4

<u>noMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-11	1.962	Murcia	7,6%		0,2
62-13	"	Lorca	9,0%		1,2
62-14	"	"	7,8%		0,0
62-15	"	"	7,5%		0,3
62-16	"	Arhiver	5,3%		2,5
62-18	"	"	9,7%		1,9
62-22	"	"	12,3%		4,5
62-26	"	Cimbres	8,9%		1,1
62-27	"	Lorca	12,5%		4,7 +
62-28	"	"	10,9%		3,1
62-29	"	"	11,5%		3,7
62-30	"	"	13,1%		5,3 +
62-31	"	Cimbres	13,4%		5,6 +
62-33	"	Murcia	9,8%	7,8%	2,0
62-34	"	Caravaca	7,8%		0,0
62-36	"	"	11,3%		3,5
62-41	"	Cehegin	7,9%		0,1
62-47	"	Caravaca	8,8%		1,0
62-50	"	Lorca	5,8%		2,0
62-51	"	"	6,4%		1,4
62-52	"	"	6,1%		1,7
62-54	"	Cehegin	8,5%		0,7
62-55	"	Caravaca	7,4%		0,4
62-56	"	Lorca	7,8%		0,0
62-57	"	Caravaca	9,0%		1,2
62-58	"	Lorca	6,6%		1,2
62-59	"	"	7,8%		0,0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-1	1.963	Murcia	7.3%		0.5
63-2	"	Lorca	9.5%		1.7
63-3	"	"	8.7%		0.9
63-6	"	"	9.0%		1.2
63-7	"	Totana	11.5%		3.7
63-10	"	Calasparra	8.8%		1.0
63-13	"	Lorca	6.6%		1.2
63-14	"	"	7.7%		0.1
63-16	"	Caravaca	8.5%		0.7
63-19	"	Murcia	9.1%		1.3
63-22	"	Caravaca	6.7%		1.1
63-23	"	"	7.2%		0.6
63-26	"	Murcia	7.9%		0.1
63-27	"	Lorca	6.3%	7.8%	1.5
63-28	"	Archiver	6.6%		1.2
63-29	"	Caravaca	9.0%		1.2
63-31	"	"	7.6%		0.2
63-32	"	Archiver	8.9%		1.1
63-34	"	Caravaca	12.4%		4.6
63-35	"	"	6.9%		0.9
63-36	"	Mayrena	7.5%		0.3
63-39	"	Cohegin	9.2%		1.4
63-40	"	Caravaca	6.6%		1.2
63-41	"	Moratalla	7.4%		0.4
63-47	"	Caravaca	7.8%		0.0
63-48	"	Culebrina	6.7%		2.1
63-49	"	Caravaca	7.8%		0.0

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-50	1.963	Cehegin	8,4%		0,6
63-55	"	Caravaca	6,9%		0,9
64-1	1.964	"	6,8%		1,0
64-6	"	Moratalla	7,9%		0,1
64-7	"	Lorca	8,7%		0,9
64-8	"	P.Lusbreras	10,5%		2,7
64-12	"	Caravaca	7,6%		0,2
64-13	"	Lorca	8,0%		0,2
64-14	"	"	7,0%		0,8
64-15	"	"	7,9%		0,1
64-17	"	Caravaca	6,5%		1,3
64-18	"	"	7,8%		0,0
64-19	"	"	6,5%		1,3
64-22	"	Lorca	7,8%	7,8%	0,0
64-24	"	La Hoya	6,5%		1,3
64-25	"	Lorca	7,6%		0,2
64-26	"	Calasparra	5,6%		2,2
64-27	"	Caravaca	9,1%		1,3
64-32	"	Lorca	6,8%		1,0
64-33	"	Caravaca	8,4%		0,6
64-34	"	"	7,6%		0,2
64-37	"	"	7,0%		0,8
64-38	"	Calasparra	8,0%		0,2
64-39	"	Caravaca	8,4%		0,6
64-40	"	"	8,5%		0,7
64-43	"	"	6,4%		1,4
64-44	"	"	6,9%		0,9

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-45	1.964	Lorca	7,7%		0,1
64-46	"	"	6,6%		1,2
64-47	"	P.Lumbreras	7,8%		0,0
64-49	"	Lorca	8,3%		0,7
64-50	"	"	8,2%		0,4
64-51	"	Caravaca	7,4%		0,4
64-55	"	Lorca	10,2%		2,4
64-57	"	Cehégia	12,8%		3,0 +
64-62	"	Murcia	6,7%		1,1
64-68	"	Moratalla	9,3%		1,5
64-72	"	Caravaca	7,6%		0,2
64-73	"	"	9,2%		1,4
64-75	"	Lorca	8,0%		0,2
64-76	"	Caravaca	6,6%	7,8%	1,2
64-78	"	"	7,1%		0,7
64-82	"	"	7,6%		0,2
64-83	"	"	7,6%		0,2
65-1	1.965	Lorca	5,2%		2,6
65-2	"	Calasparra	7,8%		0,0
65-5	"	Caravaca	7,4%		0,4
65-7	"	Lorca	7,3%		0,5
65-8	"	"	5,8%		2,0
65-12	"	Calasparra	6,4%		1,4
65-13	"	Otos	6,2%		1,6
65-16	"	Lorca	6,0%		1,8
65-18	"	Calasparra	7,2%		0,6
65-19	"	Lorca	7,5%		0,3

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-20	1.965	Lorca	5,9%		1,9
65-21	"	Calasparra	6,7%		1,1
65-22	"	Caravaca	6,4%		1,4
65-24	"	Lorca	6,6%		1,2
65-33	"	Caravaca	6,5%		1,3
65-34	"	Calasparra	7,3%		0,5
65-39	"	Lorca	6,7%		1,1
65-40	"	"	7,5%		0,3
65-43	"	Caravaca	6,1%		1,7
65-49	"	Lorca	6,2%		1,6
65-51	"	"	6,7%		1,1
65-55	"	"	8,4%		0,6
65-63	"	Archiver	7,4%		0,4
65-65	"	Lorca	8,2%	7,8%	0,4
65-67	"	Caravaca	6,0%		1,8
65-68	"	"	5,9%		1,9
66-3	1.966	Ayna	7,8%		0,0
66-4	"	Ceje	6,6%		1,2
66-5	"	Caravaca	6,3%		1,5
66-6	"	Lorca	7,7%		0,1
66-7	"	"	6,7%		1,1
66-9	"	Totana	9,6%		1,8
66-11	"	Caravaca	6,9%		0,9
66-12	"	"	7,7%		0,1
66-14	"	Lorca	10,4%		2,6
66-15	"	"	7,5%		0,3
66-17	"	Totana	8,1%		0,3

<u>NUMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-18	1.966	Caravaca	8,7%		0,9
66-20	"	"	8,3%		0,5
66-23	"	Calasparra	6,8%		1,0
66-25	"	Caravaca	6,1%		1,7
66-29	"	"	7,1%		0,7
66-31	"	"	7,8%	7,8%	0,0
66-32	"	"	8,3%		0,5
66-33	"	"	6,1%		1,7
66-36	"	"	7,5%		0,3
66-40	"	"	6,3%		1,5

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ALC. LIBRE MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
167	7,8%	$\pm 1,1$

Hemos anulado las determinaciones 61-3, 62-27, 62-30 62-31 y 64-57, porque su diferencia con la media es superior a cuatro veces la desviación media, y hemos tenido que repetir todos los cálculos, pues había variaciones -- sensibles.

Las variaciones medias en Borneol son: $7,8\% \pm 1,1$

6,7% ----- 8,9%

Las determinaciones extremas experimentales 5,2% --- 12,4% como las que le siguen en orden 5,3% y 12,3%, 5,6% y 11,5% y 5,8% y 11,3% son sospechosas pues sólo existen en un sólo caso de cada uno de ellos, y como máximo en -- dos en alguno particular, le siguen los valores 5,9% y - 10,9% que se repiten y pueden darse como determinaciones extremas experimentales válidas.

5,9% ----- 10,4%

Haciendo el cálculo del porcentaje del alcohol libre inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos:

26 Determinaciones corresponden a 16% inferior a 6,7%
 25 " " a 15,4% superior a 8,9%
 68,6% Dentro de los límites.

Por tanto los límites del aceite esencial de romero de la provincia de Murcia, en cuanto a su alcohol libre, - calculado como borneol, son las variaciones medias obtenidas:

6,7% ----- 8,9%

No olvidando que en algún caso particular se pueden dar los valores fuera de estos límites; sin que la esencia por ello, no sea genuina, cosa que hay que comprobar con el resto de las constantes.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL LIBRE

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-10	1.961	Quesada (J)	7,3%		1,3
61-15	"	" "	9,3%		0,7
61-28	"	" "	9,8%		1,2
62-19	1.962	" "	10,3%		1,7
62-39	"	" "	10,1%		1,5
63-18	1.963	" "	9,3%		0,7
63-25	"	Ruidera(CR)	9,0%		0,4
63-33	"	Quesada (J)	7,4%		1,2
63-38	"	Ruidera(CR)	8,4%		0,2
64-35	1.964	Quesada (J)	10,7%		2,1
64-54	"	Ruidera(CR)	7,8%		0,8
64-56	"	S.Elena (J)	7,4%	8,6%	1,2
64-60	"	Valdepñ. "	11,3%		2,7
64-63	"	Ruidera(CR)	8,3%		0,3
64-70	"	Solana "	7,0%		1,6
64-74	"	Ruidera "	10,1%		1,5
65-31	1.965	Quesada (J)	9,1%		0,5
65-45	"	Ruidera(CR)	9,8%		1,2
65-46	"	Quesada (J)	7,4%		1,2
65-50	"	Ruidera(CR)	8,6%		0,0
65-56	"	Segura S. (J)	8,0%		0,6
65-59	"	Ruidera(CR)	7,4%		1,2
65-61	"	" "	6,8%		1,8

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL LIBRE BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-26	1.966	Quesada (J)	7,3%		1,3
66-27	"	Ruidera (CR)	6,2%		2,4
66-28	"	Solana "	10,6%	8,6%	2,0
66-34	"	Ruidera "	8,6%		0,0

<u>DETERMINACIONES</u>	<u>ALC. LIBRE MEDIA</u>	<u>DESVIACION MEDIA</u>
27	8,6%	$\pm 1,2$

Las variaciones medias en borneol son: $8,6\% \pm 1,2$

7,4% ----- 9,8%

Determinaciones extremas experimentales:

6,2% ----- 11,3%

Aunque estos valores se dan en un sólo caso, tanto en la determinación inferior como la superior, no podemos decir que sean sospechosas, pues el número de determinaciones experimentales obtenidas, es pequeño, y una sola de ellas representa un valor cercano al 4% del total.

Si hacemos el cálculo de los porcentajes de los valores superiores e inferiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

3 Determinaciones corresponden a 11,1% inferior a 7,4%

6 " " a 22,2% superior a 9,8%

66,7% Dentro de los límites

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de romero de las provincias de Jaén y Ciudad Real, en cuanto a los alcoholes libres, calculados como -

borneol, a las variaciones medias, puesto que el porcentaje dentro de los límites de estas es correcto y son:

7,4% ----- 9,8%

En el caso de una esencia que esté fuera de los límites pero dentro de las experimentales, antes de emitir juicio sobre la bondad de la esencia hay que cotejarlos con el resto de las constantes.

Provincia	Medias %	Desv. Est.	Intervalos
Albacete	7,35	± 1,0	6,3 - 8,3
Granada	9,25	± 1,7	7,5 - 11,0
Sevilla	7,25	± 1,1	6,1 - 8,3
Jaén	8,55	± 1,5	7,0 - 10,0

Resumen

7,4% ----- 9,8%

6,15 ----- 13,35

1,25 ----- 10,75

5,35 ----- 11,75

Tras de los datos dados para los diferentes tipos de cada provincia se han resultado líneas de nivel de la misma de cada uno de ellos, obteniendo los siguientes datos:

Albacete	6,35 ----- 8,35
Granada	7,55 ----- 11,05
Sevilla	5,15 ----- 8,35
Jaén	7,05 ----- 10,05

III.10.3. ACEITE ESENCIAL DE ROMERO ESPAÑOL

ALCOHOLES LIBRES

BORNEOL

Hemos hecho 337 determinaciones de los alcoholes libres, calculados como borneol, en el aceite esencial de Romero español, de los que hemos anulado 10, por los motivos expuestos anteriormente. Los años que se estudian son de 1961 al 1966.

<u>Provincias</u>	<u>Medias obt.</u>	<u>Desv.Med.</u>	<u>Variaciones</u>
Albacete	7,5%	± 1,0	6,5 - 8,5
Granada	9,3%	± 1,7	7,6 - 11,0
Murcia	7,8%	± 1,1	6,6 - 8,9
Jaén-C.Real	8,6%	± 1,2	7,4 - 9,8

Experimentales

5,4% -- 9,5%
 6,1% -- 13,3%
 5,9% -- 10,9%
 6,2% -- 11,3%

Tomando los datos dados para los alcoholes libres en cada provincia en sus resultados finales, es decir los límites de cada una de ella, obtenemos los siguientes valores:

Albacete	6,5% -----	8,5%
Granada	7,6% -----	11,0%
Murcia	6,7% -----	8,9%
Jaén-C.Real	7,4% -----	9,8%

Damos como límites, en el inferior, el valor más bajo de todas las provincias, en sus valores finales, y en el superior el más alto, obteniendo los siguientes valores:

6,5% ----- 11,0%

A los que de nuevo calculamos el porcentaje en que está dentro de estos límites.

38 Determinaciones corresponden inferior 6,5%
 18 " " superior 11,0%
 82,6% Dentro de los límites.

Por consiguiente obtenemos como límites para el aceite esencial de romero español, en cuanto a su contenido en alcohol libre, como borneol, las determinaciones extremas de los límites de todas las provincias, lo que nos da un alto porcentaje y gran validez a estos datos que son:

6,5% ----- 11,0%

Si observamos estos límites, comprobaremos que el inferior corresponde a las provincias levantinas y el superior generalmente a las andaluzas, lo que pudiera indicar que el alcohol libre se vé influenciado por el origen geográfico del aceite esencial, en el sentido de que los de la región andaluza, y sobre todo Granada, presentan un más alto contenido de borneol. Sin embargo los resultados cuantitativos no permiten elevar dicha observación a afirmación categórica. En efecto, observese que las medias del alcohol libre de las provincias que dieron los datos más

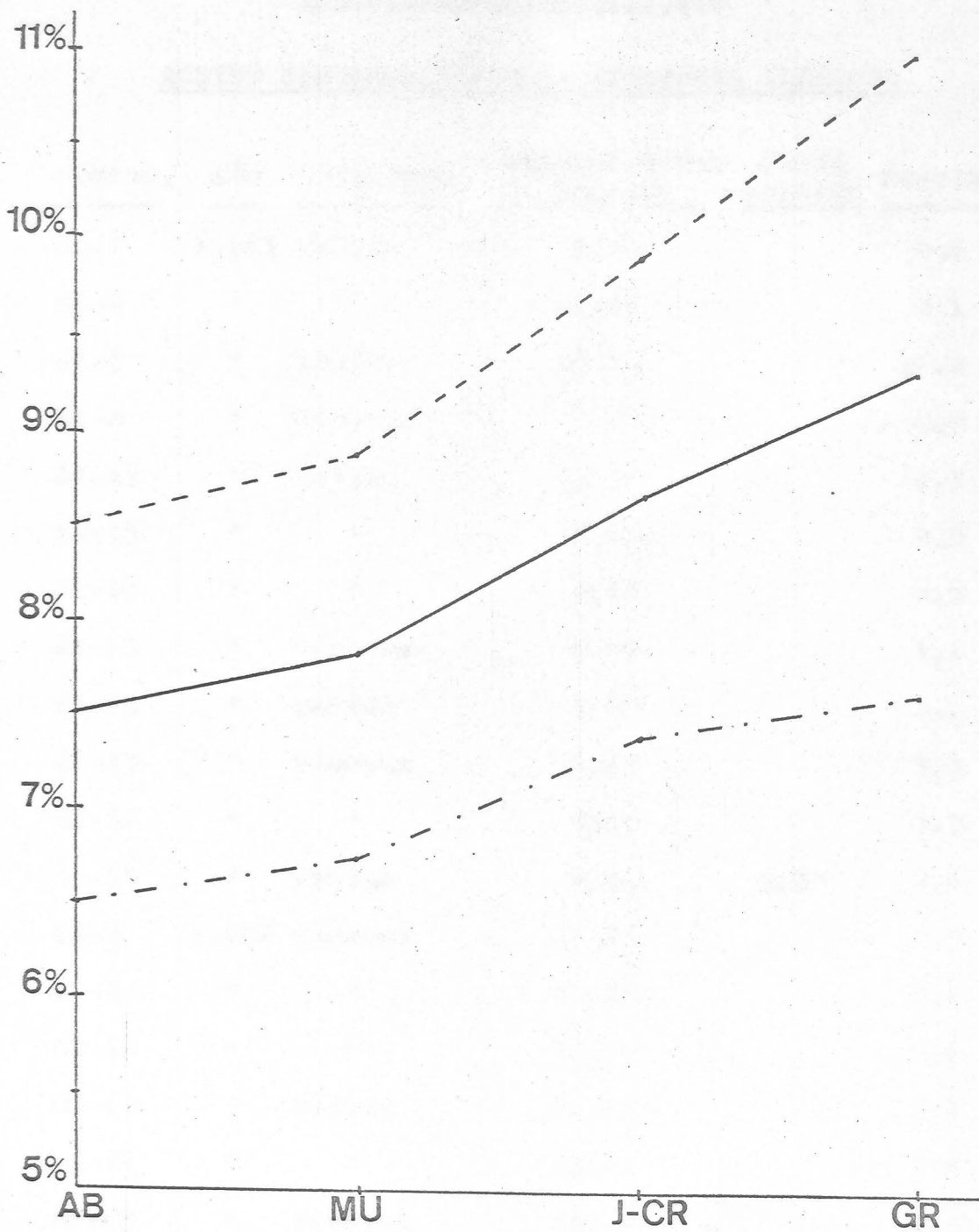
altos y más bajos (Granada y Albacete respectivamente) -- aunque notablemente diferentes, no parece serlo significativamente al tener en cuenta las desviaciones medias respectivas.

Granada 9,3% \pm 1,7 ----- 7,6% ----- 11,0%

Albacete 7,5% \pm 1,0 ----- 6,5% ----- 8,5%

ALCOHOL LIBRE

BORNEOL



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LÍMITES

— " " MEDIOS DE LAS PROVINCIAS

- · - · " " INFERIORES DE LOS LÍMITES

GRAFICA 5

III.10.4. DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL TOTAL

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-1	1.961	Hellin	9,4%		0,1
61-4	"	"	11,6%		2,1
61-5	"	Lieter	19,7%		10,2 +
61-6	"	Socovos	8,8%		0,7
61-17	"	Hellin	11,2%		1,7
61-18	"	"	9,2%		0,3
61-19	"	"	9,2%		0,3
61-23	"	Socovos	8,4%		1,1
61-25	"	Hellin	7,4%		2,1
61-27	"	Socovos	12,8%		3,3
61-32	"	"	8,8%		0,7
61-33	"	Hellin	9,5%	9,5%	0,0
62-3	1.962	Socovos	11,8%		2,3
62-7	"	"	11,9%		2,4
62-12	"	"	10,3%		0,8
62-17	"	Hellin	11,1%		1,6
62-24	"	"	15,0%		5,5 +
62-25	"	Socovos	15,0%		5,5 +
62-37	"	Hellin	13,6%		4,1
62-46	"	Socovos	10,7%		1,2
62-53	"	Hellin	7,9%		1,6
63-4	1.963	"	10,5%		1,0
63-5	"	"	11,5%		2,0

<u>NUMERO.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-8	1.963	Ayna	7,9%		1,6
63-9	"	Elche Sierra	9,5%		0,0
63-11	"	Hellin	14,4%		4,9 +
63-12	"	"	11,1%		1,6
63-15	"	Elche Sierra	7,9%		1,6
63-17	"	Socovos	10,3%		0,8
63-20	"	"	8,7%		0,8
63-21	"	Hellin	8,8%		0,7
63-30	"	"	9,5%		0,0
63-42	"	Socovos	7,9%		1,6
63-43	"	Elche Sierra	8,7%		0,8
63-51	"	Hellin	8,0%		1,5
63-52	"	Elche Sierra	8,7%		0,8
63-53	"	Hellin	9,5%	9,5%	0,0
63-54	"	"	8,7%		0,8
63-56	"	Socovos	7,1%		2,4
64-2	1.964	Hellin	10,0%		0,5
64-3	"	"	10,7%		1,2
64-4	"	Socovos	8,7%		0,8
64-5	"	Elche Sierra	10,3%		0,8
64-9	"	Hellin	10,3%		0,8
64-20	"	"	10,0%		0,5
64-21	"	Elche Sierra	9,5%		0,0
64-28	"	Socovos	7,8%		1,7
64-29	"	Elche Sierra	10,3%		0,5
64-30	"	Socovos	10,3%		0,8
64-31	"	Hellin	8,7%		0,8

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-36	1.964	Hellin	10,3%		0,8
64-42	"	Socovos	8,7%		0,8
64-77	"	Elche Sierra	8,7%		0,8
64-80	"	" "	7,9%		1,6
64-81	"	" "	8,7%		0,8
64-84	"	" "	8,7%		0,8
64-85	"	Socovos	7,9%		1,6
65-3	1.965	Elche Sierra	9,1%		0,4
65-4	"	Hellin	9,5%		0,0
65-6	"	"	11,1%		1,6
65-9	"	Lietor	8,7%		0,8
65-10	"	Socovos	8,7%		0,8
65-11	"	Elche Sierra	7,9%		1,6
65-14	"	Hellin	7,9%	9,5%	1,6
65-15	"	Yeste	10,3%		0,8
65-17	"	Nerpio	9,5%		0,0
65-26	"	Yeste	8,7%		0,8
65-32	"	Hellin	10,7%		1,2
65-36	"	"	9,5%		0,0
65-37	"	"	7,9%		1,6
65-38	"	"	11,1%		1,6
66-1	1.966	Elche Sierra	8,0%		1,5
66-2	"	Yeste	9,5%		0,0
66-8	"	Hellin	9,1%		0,4
66-10	"	Elche Sierra	8,7%		0,8
66-13	"	" "	9,0%		0,5
66-16	"	Socovos	8,7%		0,8

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-19	1.966	Socoves	10,7%		1,2
66-21	"	Elche Sbrra	7,9%		1,6
66-22	"	Hellin	9,1%		0,4
66-24	"	Elche Sierra	8,3%		1,5
66-37	"	Socoves	10,3%	9,5%	0,8
66-38	"	"	9,9%		0,4
66-39	"	Yeste	9,5%		0,0
66-41	"	Ayna	7,9%		1,6

<u>Determinaciones</u>	<u>Alcohol Total Med.</u>	<u>Desviación Med.</u>
85	9,5%	$\pm 1,2$

Hemos anulado las determinaciones 61-5, 62-24, 62-25 y 63-11, porque su diferencia con el alcohol total - medio es superior a cuatro veces la desviación media; - habiendo tenido que repetir nuevamente los cálculos, -- puesto que dá lugar a diferentes resultados.

Las variaciones medias en alcohol total, calculadas como borneol son: $9,5\% \pm 1,2$

8,3% ----- 10,7%

Las determinaciones extremas experimentales son: - 7,1% --- 13,6% son sumamente sospechosas, pues sólo se/ dan en un solo caso, en ambos valores, pasando a 7,4% - y 12,8% de los que también hay un solo caso, y pasan a 7,9% y 11,9%, el primero se repite muchas veces, del se gundo hay un sólo caso, pero como existen los valores - 11,8%, 11,6%, 11,5%, se puede dar aquel, pues el error operatorio es superior a 0,1; por tanto se pueden dar - como límites de los valores experimentales válidos.

7,9% ----- 11,9%

Haciendo el cálculo del porcentaje de los alcoholes totales inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

17 determinaciones equivalentes a 20,9% inferior a 8,3%
 11 " " " " 13,5% superior a 10,7%
 65,6% dentro de los límites

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de romero Albacete, en cuanto a su contenido de alcohol total, calculado como borneol, las variaciones medias

8,3% ----- 10,7%

Pero no podemos olvidar que las determinaciones extremas válidas son:

7,9% ----- 11,9%

Lo que hay que tener en cuenta antes de rechazar un resultado.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL TOTAL

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-2	1.961	Las Terreras	9,9%		1,6
61-13	"	Olias	12,2%		0,7
61-22	"	Albuñuelas	13,3%		1,8
61-29	"	"	16,3%		4,8
61-31	"	Restabal	13,4%		1,9
61-34	"	Albuñuelas	14,3%		2,8
62-20	1.962	"	15,6%		4,1
62-21	"	Olias	16,3%		4,8
62-23	"	Tablones	16,1%		4,6
62-32	"	Baza	16,9%		5,4
62-35	"	Albuñuelas	15,2%		3,7
62-38	"	"	14,4%	11,5%	2,9
62-40	"	Fornes	10,3%		1,2
62-42	"	Zájar	10,3%		1,2
62-43	"	Orgiva	13,1%		1,6
62-45	"	Albuñuelas	11,6%		0,1
62-48	"	Zájar	11,6%		0,1
62-49	"	Restabal	15,2%		3,7
63-24	1.963	Orgiva	11,1%		0,4
63-37	"	Zájar	8,7%		2,8
63-44	"	Albuñuelas	11,9%		0,4
63-45	"	Las Terreras	8,0%		3,5
63-46	"	Huescar	9,1%		2,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-10	1.964	Restabal	14,4%		2,9
64-11	"	Puebla D.Fad.	9,8%		1,7
64-16	"	" " "	10,0%		1,5
64-23	"	Restabal	12,7%		1,2
64-41	"	Puebla D.Fad.	10,3%		1,2
64-48	"	" " "	7,9%		3,6
64-52	"	Caniles	8,7%		2,8
64-53	"	Restabal	11,1%		0,4
64-58	"	La Peza	14,4%		2,9
64-59	"	Baza	10,3%		1,2
64-61	"	"	10,3%		1,2
64-64	"	Puebla D.Fad.	10,3%		1,2
64-66	"	Restabal	14,8%		3,3
64-67	"	Zújar	11,9%	11,5%	0,4
64-69	"	Puebla D.Fad.	10,3%		1,2
64-71	"	" " "	9,5%		2,0
65-23	1.965	" " "	8,7%		2,8
65-27	"	Restabal	12,7%		1,2
65-28	"	Zújar	10,3%		1,2
65-29	"	Puebla D.Fad.	9,5%		2,0
65-30	"	Caniles	7,9%		3,6
65-35	"	Puebla D.Fad.	10,7%		0,8
65-41	"	Faucena	10,3%		1,2
65-42	"	Caniles	8,7%		2,8
65-44	"	Puebla D.Fad.	9,5%		2,0
65-47	"	Restabal	11,1%		0,4
65-48	"	Caniles	10,3%		1,2

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-52	1.965	Puebla D.Fad.	9,5%		2,0
65-53	"	" " "	8,3%		3,2
65-57	"	Caniles	11,1%		0,4
65-60	"	Restabal	12,7%		1,2
65-62	"	Puebla D.Fad.	10,7%	11,5%	0,8
65-64	"	Restabal	9,9%		1,6
66-30	1.966	Caniles	9,9%		1,6
66-35	"	Restabal	11,5%		0,0

<u>Determinaciones</u>	<u>Alcohol Total Med.</u>	<u>Desviación Med.</u>
58	11,5%	$\pm 2,0$

Las variaciones medias en alcohol total calculado como borneol son: $11,5\% \pm 2,0$

9,5% ----- 13,5%

Las determinaciones extremas experimentales 7,9% - 16,9%, son sospechosas, pues el inferior se dá en dos casos y el superior en uno, pasando a 8,0% - 16,3%, que le ocurre exactamente igual pero invertido, uno del primero y dos del segundo pasan a 8,3% - 16,1% que se dan en un caso pasando 8,7% - 15,6%, el primero se repite del segundo sólo hay uno solo y pasa 15,2%; por lo que se pueden dar como válidos los siguientes:

8,7% ----- 15,2%

Si hacemos el cálculo del porcentaje, de las variaciones medias obtenemos:

9 determinaciones equivalentes a 15,5% inferior a 9,5%
 12 " " " " 20,6% superior a 13,5%
 63,9% dentro de los límites

Por tanto no se deben dar como límites del romero Granada, en el alcohol total, las variaciones medias, - puesto que su porcentaje es inferior al 65%.

Si hacemos el cálculo del porcentaje inferior y superior a los valores extremos válidos experimentales obtenemos:

4 determinaciones equivalentes a 7% inferior a 8,7%
 5 " " " " 8,6% superior a 15,2%
 84,4% dentro de los límites

Por tanto los límites del aceite esencial del romero Granada en alcohol total calculados como borneol, -- son sus valores extremos válidos experimentales:

8,7% ----- 15,2%

Lo que nos indica que toda esencia fuera de estos límites debe ser tomada como sospechosa para su posterior comprobación con las demás constantes para rechazarla.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL...TOTAL

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>ANO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL</u> <u>BORNEOL</u>	<u>MEDIA</u> <u>BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-3	1.961	P.Lumbreras	14,4%		4,7
61-7	"	Lorca	8,8%		0,9
61-8	"	Sabinar	9,4%		0,3
61-9	"	Caravaca	8,9%		0,8
61-11	"	Murcia	8,3%		1,4
61-12	"	Caravaca	8,4%		1,3
61-16	"	"	9,6%		0,1
61-20	"	Murcia	9,0%		0,7
61-21	"	Caravaca	9,0%		0,7
61-26	"	"	11,6%		1,9
61-30	"	"	11,1%		1,4
61-35	"	"	12,1%	9,7%	2,4
61-36	"	Cehegin	10,4%		0,7
61-37	"	Caravaca	8,7%		1,0
62-1	1.962	"	9,5%		0,2
62-2	"	"	11,8%		2,1
62-4	"	"	11,9%		2,2
62-5	"	Lorca	11,1%		1,4
62-6	"	"	10,3%		0,6
62-8	"	P.Lumbreras	14,4%		4,7
62-9	"	Ferez	10,3%		0,6
62-10	"	Cimbro	11,1%		1,4
62-11	"	Murcia	11,1%		1,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
62-13	1.962	Lorca	12,7%		3,0
62-14	"	"	10,3%		0,6
62-15	"	"	10,3%		0,6
62-16	"	Archiver	8,7%		1,0
62-18	"	"	12,7%		3,0
62-22	"	"	15,2%		5,5 +
62-26	"	Cimbre	11,1%		1,4
62-27	"	Lorca	15,2%		5,5 +
62-28	"	"	13,6%		3,9
62-29	"	"	14,6%		4,9
62-30	"	"	15,9%		6,2 +
62-31	"	Cimbre	16,6%		6,9 +
62-33	"	Murcia	13,0%		3,3
62-34	"	Caravaca	11,1%	9,7%	1,4
62-36	"	"	13,6%		3,9
62-41	"	Cehegin	10,3%		0,6
62-47	"	Caravaca	10,3%		0,6
62-50	"	Lorca	7,1%		2,6
62-51	"	"	7,9%		1,8
62-52	"	"	7,1%		2,6
62-54	"	Cehegin	9,5%		0,2
62-55	"	Caravaca	7,4%		2,3
62-56	"	Lorca	9,5%		0,2
62-57	"	Caravaca	10,3%		0,6
62-58	"	Lorca	8,7%		1,0
62-59	"	"	9,0%		0,7
63-1	1.963	Murcia	9,0%		0,7

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
63-2	1.963	Lorca	11,1%		1,4
63-3	"	"	11,1%		1,4
63-6	"	"	11,1%		1,4
63-7	"	Totana	12,7%		3,0
63-10	"	Calasparra	10,3%		0,6
63-13	"	Lorca	8,7%		1,0
63-14	"	"	9,5%		0,2
63-16	"	Caravaca	10,3%		0,6
63-19	"	Murcia	11,1%		1,4
63-22	"	Caravaca	8,8%		0,9
63-23	"	"	8,9%		0,8
63-26	"	Murcia	9,0%		0,7
63-27	"	Lorca	7,9%		1,8
63-28	"	Archiver	8,2%	9,7%	1,5
63-29	"	Caravaca	9,9%		0,2
63-31	"	"	8,7%		1,0
63-32	"	Archiver	9,5%		0,2
63-34	"	Caravaca	13,6%		3,9
63-35	"	"	7,9%		1,8
63-36	"	Mayrena	8,5%		1,2
63-39	"	Cehegin	10,3%		0,6
63-40	"	Caravaca	7,9%		1,8
63-41	"	Moratalla	8,7%		1,0
63-47	"	Caravaca	9,0%		0,7
63-48	"	Culebrina	8,7%		1,0
63-49	"	Caravaca	9,5%		0,2
63-50	"	Cehegin	9,5%		0,2

<u>NOMENCL.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>MEDIA</u>
63-55	1.963	Caravaca	7,9%		1,8
64-1	1.964	"	7,8%		1,9
64-6	"	Merstalla	9,0%		0,7
64-7	"	Lorca	9,9%		0,2
64-8	"	P.Luntrerias	12,3%		2,6
64-12	"	Caravaca	8,7%		1,0
64-13	"	Lorca	10,7%		1,0
64-14	"	Lorca	9,5%		0,2
64-15	"	"	10,3%		0,6
64-17	"	Caravaca	9,1%		0,6
64-18	"	"	9,5%		0,2
64-19	"	"	8,7%		1,0
64-22	"	Lorca	10,0%		0,3
64-24	"	La Hoya	8,7%	9,7%	1,0
64-25	"	Lorca	9,5%		0,2
64-26	"	Calasparra	7,9%		1,8
64-27	"	Caravaca	11,6%		1,9
64-32	"	Lorca	8,7%		1,0
64-33	"	Caravaca	11,1%		1,4
64-34	"	"	9,5%		0,2
64-37	"	"	9,5%		0,2
64-38	"	Calasparra	10,3%		0,6
64-39	"	Caravaca	10,3%		0,6
64-40	"	"	10,3%		0,6
64-43	"	"	8,7%		1,0
64-44	"	"	9,5%		0,2
64-45	"	Lorca	9,5%		0,2

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
64-46	1.964	Lorca	8,7%		1,0
64-47	"	P.Lumbreras	9,9%		0,2
64-49	"	Lorca	10,3%		0,6
64-50	"	"	9,5%		0,2
64-51	"	Caravaca	9,1%		0,6
64-55	"	Lorca	11,1%		1,4
64-57	"	Cegehin	14,4%		4,7
64-62	"	Murcia	9,1%		0,6
64-68	"	Moratalla	10,3%		0,6
64-72	"	Caravaca	8,7%		1,0
64-73	"	"	10,3%		0,6
64-75	"	Lorca	9,5%		0,2
64-76	"	Caravaca	7,9%		1,8
64-78	"	"	8,3%	9,7%	1,4
64-82	"	"	8,3%		1,4
64-83	"	"	8,3%		1,4
65-1	1.965	Lorca	7,9%		1,8
65-2	"	Calasparra	10,3%		0,6
65-5	"	Caravaca	9,5%		0,2
65-7	"	Lorca	9,5%		0,2
65-8	"	"	7,9%		1,8
65-12	"	Calasparra	9,5%		0,2
65-13	"	Otos	7,9%		1,8
65-16	"	Lorca	8,3%		1,4
65-18	"	Calasparra	9,9%		0,2
65-19	"	Lorca	9,5%		0,2
65-20	"	"	7,9%		1,8

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-21	1.965	Calasparra	9,5%		0,2
65-22	"	Caravaca	8,7%		1,0
65-24	"	Lorca	8,7%		1,0
65-33	"	Caravaca	8,5%		1,2
65-34	"	Calasparra	9,5%		0,2
65-39	"	Lorca	8,7%		1,0
65-40	"	"	9,5%		0,2
65-43	"	Caravaca	7,9%		1,8
65-49	"	Lorca	7,2%		2,5
65-51	"	"	7,9%		1,8
65-55	"	"	9,5%		0,2
65-63	"	Archiver	8,7%		1,0
65-65-	"	Lorca	10,3%		0,6
65-67	"	Caravaca	7,9%	9,7%	1,8
65-68	"	"	6,7%		3,0
66-3	1.966	Ayna	9,5%		0,2
66-4	"	Ceje	8,7%		1,0
66-5	"	Caravaca	8,0%		1,7
66-6	"	Lorca	10,3%		0,6
66-7	"	"	7,9%		1,8
66-9	"	Totana	11,1%		1,4
66-11	"	Caravaca	7,8%		1,9
66-12	"	"	9,5%		0,2
66-14	"	Lorca	11,9%		2,2
66-15	"	"	9,5%		0,2
66-17	"	Totana	9,9%		0,2
66-18	"	Caravaca	11,1%		1,4

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-20	1.966	Caravaca	10,3%		0,6
66-23	"	Calasparra	9,1%		0,6
66-25	"	Caravaca	7,8%		1,9
66-29	"	"	9,1%		0,6
66-31	"	"	9,5%	9,7%	0,2
66-32	"	"	11,1%		1,4
66-33	"	"	7,9%		1,8
66-36	"	"	9,5%		0,2
66-46	"	"	8,3%		1,4

<u>Determinaciones</u>	<u>Alcohol Total Med.</u>	<u>Desviación Med.</u>
167	9,7%	$\pm 1,3$

Hemos anulado las determinaciones 62-22, 62-27, - 62-30 y 62-31 porque su diferencia con la media es superior a cuatro veces la desviación media, habiendo tenido que repetir todos los cálculos, pues las diferencias eran apreciables.

Las variaciones medias son: $9,7\% \pm 1,3$

8,4% ----- 11,0%

Las determinaciones experimentales extremas 6,7% - 14,6% son totalmente sospechosas, pues sólo existen en un solo caso en ambos valores, le siguen 7,1% - 14,4% - de los que hay dos casos para el inferior y uno del superior, los siguientes son 7,2% - 13,6% que los ocurre exactamente igual, pasando a 7,4% - 13,0% que no se repiten en las 167 determinaciones experimentales, los siguientes valores son 7,9% - 12,7% que se repiten, por lo que se pueden dar como valores experimentales válidos.

dos los valores

7,9% ----- 12,7%

Haciendo el cálculo de los porcentajes de los alcoholes totales inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos:

25 determinaciones equivalentes a 15,3% inferior 8,4%

18 " " " 11,0% superior 11,0%

73,7% dentro de los límites

Por tanto los límites de la esencia de romero de la provincia de Murcia, en cuanto a su contenido de alcohol total, calculado como berneol, son las variaciones medias:

8,4% ----- 11,0%

Como el porcentaje de las determinaciones dentro de los límites de las variaciones medias, es bastante elevado, esto nos dá una gran garantía de los resultados.

DETERMINACIONES QUIMICAS

ALCOHOL TOTAL

AGBITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIAS JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
61-10	1.961	Quesada (J)	9,8%		1,0
61-13	"	" "	11,8%		1,0
61-20	"	" "	12,4%		1,6
62-19	1.962	" "	13,6%		2,8
62-39	"	" "	12,7%		1,9
63-18	1.963	" "	11,9%		1,1
63-23	"	Ruidera (CR)	10,8%		0,0
63-33	"	Quesada (J)	10,6%		0,2
63-38	"	Ruidera (CR)	9,5%		1,3
64-35	1.964	Quesada (J)	12,7%		1,9
64-54	"	Ruidera (CR)	9,5%		1,3
64-56	"	S. Elena (J)	9,1%	10,8%	1,7
64-60	"	Valdepeñas (J)	12,7%		1,9
64-63	"	Ruidera (CR)	10,3%		0,5
64-70	"	Solana "	9,5%		1,3
64-74	"	Ruidera "	11,1%		0,3
65-31	1.965	Quesada (J)	11,9%		1,1
65-45	"	Ruidera (CR)	11,9%		1,1
65-46	"	Quesada (J)	9,5%		1,3
65-50	"	Ruidera (CR)	10,3%		0,5
65-56	"	Segura S. (J)	10,3%		0,5
65-59	"	Ruidera (CR)	8,7%		2,1

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>ALCOHOL TOTAL BORNEOL</u>	<u>MEDIA BORNEOL</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-61	1.965	Ruidera(CR)	8,3%		2,5
66-26	1.966	Quesada (J)	9,9%		0,9
66-27	"	Ruidera(CR)	9,1%	10,8%	1,7
66-28	"	Solana "	12,7%		1,9
66-34	"	Ruidera "	10,3%		0,5

<u>Determinaciones</u>	<u>Alcohol Total Med.</u>	<u>Desviación Med.</u>
27	10,8%	$\pm 1,3$

Las variaciones medias son: 10,8% \pm 1,3

9,5% ----- 12,1%

Las determinaciones experimentales extremas son:

8,3% ----- 13,6%

Aunque estas determinaciones extremas, sólo se dan en un sólo caso, no se puede decir que sean sospechosas, pues el número total de determinaciones es relativamente pequeño, y una sola determinación representa un valor no despreciable.

Si hacemos el cálculo del porcentaje de los valores inferiores y superiores a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

4 determinaciones equivalentes a 14,8% inferior a 9,5%

6 " " "22,2% superior a 12,1%

63,0% dentro de los límites

Por tanto no se debe dar como límites para el aceite esencial de romero de las provincias de Jaén-Ciudad Real, en cuanto a su alcohol total, las variaciones medias, puesto que su porcentaje dentro de los límites es inferior al 65%

Por lo que si tomamos las determinaciones experimentales extremas, como representan al 100% dentro de los límites, podemos decir que toda esencia que esté fuera de estos extremos:

8,3% ----- 13,6%

debe ser rechazada por no ser genuina, siempre haciendo una confrontación previa del resto de sus constantes y que lo confirmen.

III.10.5. ACEITE ESENCIAL ROMERO ESPAÑOL

ALCOHOL TOTAL

Hemos hecho 337 determinaciones de los alcoholes - totales, calculados como borneol, en el aceite esencial de romero español, de los que hemos anulado 8, por los motivos expuestos anteriormente. Los años que se estudian son de 1961 a 1966.

<u>Provincias</u>	<u>Medias Obt.</u>	<u>Desv. Med.</u>	<u>Variaciones</u>
Albacete	9,5%	± 1,2	8,3% - 10,7%
Granada	11,5%	± 2,0	9,5% - 13,5%
Murcia	9,7%	± 1,3	8,4% - 11,0%
Jaén-C. Real	10,8%	± 1,3	9,5% - 12,1%

Experimentales

7,9%	-----	11,9%
8,7%	-----	15,2%
7,9%	-----	12,7%
8,3%	-----	13,6%

Tomando los datos en cada provincia en sus resultados finales, es decir los límites en cada una de ellas, obtenemos:

Albacete	8,3%	-----	10,7%
Granada	8,7%	-----	15,2%
Murcia	8,4%	-----	11,0%
Jaén-C. Real	8,3%	-----	13,6%

Si observamos estos datos comprobamos que los de - Granada y Jaén-Ciudad Real corresponden a las determina

ciones experimentales y los de Albacete y Murcia a las variaciones medias, lo que nos indica que la región andaluza existe una mayor variabilidad de datos que en la levantina.

Por ser el análisis de regiones españolas muy dispares, no debemos tomar la media de los resultados finales aunque su porcentaje sea muy elevado, como límites reales.

Por lo que siguiendo un mayor rigor científico, debemos tomar como límites para el aceite esencial de romero español en cuanto a su contenido de alcoholes totales, calculados como borneol, las determinaciones más bajas y más altas de los límites de todas las provincias, lo que nos daría el resultado:

8,3% ----- 15,2%

Su porcentaje sería, en las muestras analizadas, sin tener en cuenta las seis rechazadas del 85%. Valor suficientemente alto para poder dar con gran certeza estos límites como válidos.

Toda esencia que esté fuera de éstos límites, se considera sospechosa, y se debe tener en cuenta confrontarla con el resto de las constantes fisico-químicas, para confirmar esta determinación, si lo confirma debe ser rechazada, por no corresponder a una esencia típicamente genuina.

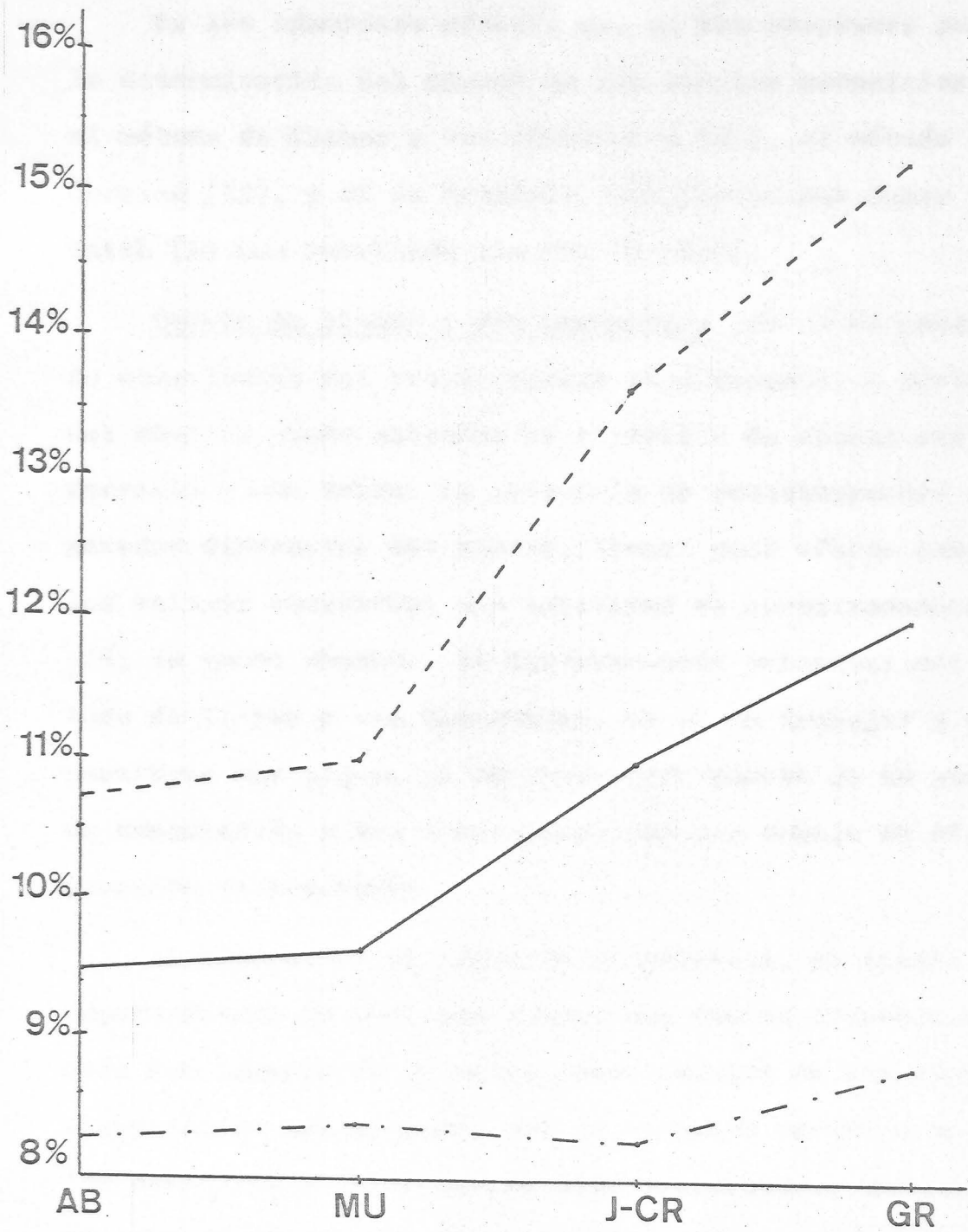
Haciendo el estudio de los resultados parciales, expresados para cada provincia por separado, refleja en

ALCOHOL TOTAL

cada caso (como se ha visto), una cierta uniformidad a los alcoholes totales. Por ello parecería en principio sorprendentes las cifras anteriores. La conclusión de ello, es que las cifras de los alcoholes totales, se ve notablemente influenciadas por el origen geográfico en el sentido de que la región andaluza (especialmente la provincia de Granada), poseen un mayor porcentaje en alcohol total, expresado en borneol, de aquí los resultados obtenidos.

ALCOHOL TOTAL

BORNEOL



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LIMITES

— " MEDIOS DE LAS PROVINCIAS

-.- " INFERIORES DE LOS LIMITES

GRAFICA 6

III.11. DETERMINACION DEL CINEOL

De los numerosos métodos que se han propuesto para la determinación del Cineol en los aceites esenciales, - el método de Kleber y Von Rechemberg (60), el método de Cocking (13), y el de Scammell, ⁽⁷³⁾ modificado por Baker y - Smith (1) han resultado los más valiosos.

Metodo de Kleber y Von Rechemberg (78).- El punto de congelación del propio aceite se determina, a partir del cual se puede calcular el contenido de cineol por referencia a una tabla. La presencia de constituyentes oxigenados diferentes del cineol, tienen poco efecto sobre los valores obtenidos; una exactitud de aproximadamente +1%, se puede obtener. El inconveniente principal del método de Kleber y von Rechemberg, es el de trabajar a temperaturas muy bajas. La determinación exacta de un punto de congelación a una temperatura muy por debajo de 0°, - presenta dificultades.

Al determinar el punto de congelación, el aceite es superenfriado de modo que ocurre una rápida cristalización con liberación de calor. Esto resulta en una rápida elevación de temperatura, que se aproxima pronto a un valor constante y permanece en esta temperatura, durante un período de tiempo. Este punto se conoce como punto de congelación. Con un porcentaje creciente de producto cristalizabile, el punto de congelación se acercará a un máximo. Por lo tanto, esta propiedad física es un buen criterio del porcentaje de tal producto;.

Antes de analizar el aceite debe ser secado con sulfato sódico anhidro, puesto que la presencia de pequeñas cantidades de agua harán bajar a menudo el punto de congelación.

No es recomendable utilizar el cloruro cálcico anhidro para secar el aceite esencial, por la posibilidad de formación de productos adicionales con alcoholes prima--rios que pueden estar presentes

En la determinación del punto de congelación el tubo de ensayo conteniendo el aceite enfriado debe ser aislado con aire (39). Esto es de gran importancia, puesto que el punto de congelación, está muy por debajo de la -temperatura ambiente. Se recomienda el uso del aparato -de Beckman.

Método de Cocking.- ó método del complejo orto-cresol-cineol (13). Ofrece ciertas ventajas, puesto que el punto de congelación está por encima de la temperatura ambiente, y se simplifica mucho la determinación. Los re--sultados se reproducen fácilmente. La exactitud es aproximadamente $\pm 3\%$ en el caso de eucaliptus y aceites de cayeput.

Para formar el complejo cineol-ortocresol, se mez--clan en un tubo de ensayo 2,1 gr. de O-cresol seco, limpio y líquido cuyo punto de fusión no sea inferior a --30,5° C. y 3 gr. de aceite esencial limpio y seco. Por -el punto de congelación de esta mezcla se determina el -porcentaje de cineol que corresponde a dicho aceite esencial por medio de tablas.

Debe notarse que en ambos métodos un contenido de cineol relativamente alto, dá resultados analíticos más exactos. Por lo tanto si el contenido de cineol del aceite es bajo, la determinación se lleva a cabo mejor sobre una mezcla de partes iguales en peso de aceite esencial y cineol puro. Se sigue este procedimiento en el método de Kleber y von Rechenberg, si el contenido de cineol es inferior al 65%, y en el de Cocking, si es inferior al 50%. El contenido de cineol del aceite original se puede calcular entonces por medio de la fórmula siguiente:

$$\text{Porcentaje de Cineol en aceite original} = 2 \times (\% \text{ de cineol en mezcla} - 50) \quad (35)$$

Método de Scammell..- El método de ácido fosfórico de Scammell, como el modificado por Baker y Smith (84), se basa en la formación de un compuesto sólido, molecular de cineol y ácido fosfórico, a partir del cual se puede regenerar el cineol por la adición de agua.

Se tratan 10 ml. de aceite esencial con 4 ml de ácido fosfórico. Si el contenido de cineol es inferior al 30%, se utiliza sólo 3 ml de ácido fosfórico; para que la formación del compuesto adicional de ácido fosfórico-cineol sea completa. Se descomponen el compuesto adicional con agua caliente, y se mide la cantidad de cineol.

Si el contenido de cineol es superior al 60%, se diluye con pineno recientemente destilado, o aceite de trementina: 3 volúmenes de aceite más 1 volumen de pineno. Haciendo la corrección necesaria en el cálculo del por-

III.11.1. METODO EXPERIMENTAL

Nosotros hemos utilizado para la determinación del Cineol en el aceite esencial de Romero, los métodos de Cocking en los análisis del año 1965 y el de Kleber y -- Von Rechenberg en los del año 1966.

Procedimiento del complejo ortocresol-Cineol.- (Método de Cocking). En un tubo de ensayo de 16 mm. de diámetro y 180 mm. de longitud, pesamos exactamente 1,5 gr. de aceite esencial de Romero, 1,5 gr. de Cineol purísimo (Eucaliptol 100%) y 2,1 grs. de ortocresol seco y de punto de fusión superior a 30,5° C.

Agitamos hasta congelar la mezcla (en verano es necesario enfriar para que cristalice) introducimos un termómetro de escala 0 - +50° C., dividido en 1/10. Calentamos suavemente hasta que todo esté en estado líquido, y lo ponemos en baño de aire, y lo dejamos enfriar muy lentamente hasta que comience la cristalización o hasta que la temperatura baje aproximadamente a +30° (Dato conocido experimentalmente que es 3 a 5 grados por debajo del punto de congelación supuesto), si no ha cristalizado antes. Entonces frotamos vigorosamente las paredes del tubo con el termómetro y aparece una rápida cristalización de toda la masa, colocado el termómetro en el centro del tubo y teniendo cuidado de que el bulbo no toque el fondo; la temperatura comienza a subir rápidamente al principio y lentamente después, llega a un punto máximo en que se es

taciona durante breve tiempo y comienza a descender; esta temperatura más alta es la que se toma como punto de congelación. Repetimos este mismo test tres veces, eligiendo los resultados más concordantes.

Con este dato, pasamos a las tablas que nos dan el porcentaje total de cineol de la mezcla cineol-romero.

	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
30	53,4	53,5	53,7	53,8	53,9	54,1	54,2	54,3	54,4	54,6
31	54,7	54,8	55,0	55,1	55,2	55,4	55,5	55,6	55,7	55,9
32	56,0	56,1	56,3	56,4	56,5	56,7	56,8	56,9	57,0	57,2
33	57,3	57,4	57,5	57,7	57,8	58,0	58,1	58,2	58,3	58,5
34	58,6	58,7	58,9	59,0	59,1	59,3	59,4	59,5	59,6	59,8
35	59,9	60,0	60,2	60,3	60,4	60,6	60,7	60,8	60,9	61,1
36	61,2	61,3	61,5	61,6	61,7	61,9	62,0	62,1	62,2	62,4
37	62,5	62,6	62,8	62,9	63,0	63,2	63,3	63,4	63,5	63,7
38	63,8	63,9	64,1	64,2	64,4	64,5	64,6	64,8	64,9	65,1
39	65,2	65,4	65,5	65,7	65,8	66,0	66,2	66,3	66,5	66,6
40	66,8	67,0	67,2	67,3	67,5	67,7	67,9	68,1	68,2	68,4

A cada grado termométrico le corresponde un % de cineol.

Por medio de la siguiente fórmula obtenemos el contenido de cineol del aceite esencial.

% de cineol en Romero = $2(\text{Porcentaje cineol en mezcla} - 50)$

Procedimiento del punto de Congelación.- (Método de Kleber). En un tubo de ensayo de 20 mm. de diámetro y

y 180 mm. de longitud, pesamos exactamente 2,5 gr. de acei
te esencial de Romero, secado previamente con sulfato só
dico anhidro y 7,5 gr. de Eucaliptol 100%. Este tubo se
introduce en otro tubo de ensayo de diámetro superior pa
ra obtener baño de aire, éste acoplamiento lo sumerjimos
en un ultratermostato marca COLORA tipo NB, que va conec
tado a un refrigerante marca COLORA tipo TK 64 con esca
la de +0° a -40° C.

El ultratermostato lo mantenemos a -20° C., comien
za a descender la temperatura de la mezcla Romero-Euca--
liptol cuando el termómetro introducido en la mezcla, --
que está graduado en 1/10 de -25° a +30°, marque de -12°
a -15° (que son de 3° a 5° por debajo del punto de conge
lación previsto), esto se determina en un ensayo previo,
introducimos un cristal de eucaliptol y frotamos vigoro
samente las paredes de arriba abajo en la mezcla, causan
do así una rápida y completa cristalización, con la sub
siguiente liberación de calor, por lo que la temperatura
del termómetro comienza a elevarse rápidamente al princi
pio, después más lenta, hasta estacionarse en un valor -
máximo durante un breve espacio de tiempo, pasado el ---
cual comienza a descender, ésta temperatura máxima es el
valor que se toma como punto de congelación de la mezcla.
Repetimos este mismo proceso tres veces para asegurarnos
de que el valor tomado es el verdadero.

Con este dato pasamos a la tabla de contenido de Ci
neol por punto de Congelación.

	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
-7	83,7	83,5	83,4	83,2	83	82,9	82,7	82,5	82,3	82,2
-8	82	81,1	81,7	81,5	81,3	81,2	81	80,8	80,6	80,5
-9	80,3	80,1	79,9	79,8	79,6	79,4	79,2	79	78,9	78,7
-10	78,5	78,3	78,1	77,9	77,7	77,5	77,3	77,1	76,9	76,7
-11	76,5	76,4	76,3	76,1	76	75,9	75,8	75,7	75,5	75,4

Del porcentaje total de Cineol de la mezcla, deducimos el contenido en cineol del aceite esencial de Romero por medio de la fórmula siguiente:

$$\% \text{ Cineol en Romero} = \left(\frac{A - 75}{25} \right) 100$$

Siendo A el porcentaje total de Cineol en la mezcla.

III.11.2. DETERMINACIONES QUIMICAS

C I N E O L
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA ALBACETE

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>CINEOL</u>	<u>CINEOL MED.</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-1	1.966	Elche Sierra	21,5%		1,3
66-2	"	Yeste	19,9%		2,9
66-8	"	Hellin	23,4%		0,6
66-10	"	Elche Sierra	22,2%		0,6
66-13	"	" "	21,8%		1,0
66-16	"	Socovos	25,8%		3,0
66-19	"	"	24,3%	22,8%	1,5
66-21	"	Elche Sierra	22,2%		0,6
66-22	"	Hellin	23,0%		0,2
66-24	"	Elche Sier.	21,8%		1,0
66-37	"	Socovos	23,6%		0,8
66-38	"	"	24,2%		1,4
66-39	"	Yeste	20,5%		2,3
66-41	"	Ayna	25,4%		2,6

<u>Nº Determinaciones</u>	<u>Cineol Media</u>	<u>Desviación Media</u>
14	22,8%	+ 1,4

Las variaciones medias de cineol son: 22,8% \pm 1,4

21,4% ----- 24,2%

Las determinaciones extremas experimentales son:

19,9% ----- 25,8%

Si hacemos el cálculo del porcentaje del cineol superior e inferior a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

2 Determinaciones que equivalen a 14,3% inferior a 21,4%
 2 " " " " " 14,3% superior a 24,2%
 71,4% dentro de los límites

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de Romero de la provincia de Albacete, en cuanto a su contenido de Cineol, las variaciones medias que son:

21,4% ----- 24,2%

Como el porcentaje de las determinaciones dentro de los límites de las variaciones medias, es bastante elevado, nos dan gran garantía los resultados, y toda esencia que esté fuera de estos límites hay que tomarla como sospechosa y refrendarla con las demás constantes.

DETERMINACIONES QUIMICAS

C I N E O L
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA GRANADA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>CINEOL</u>	<u>CINEOL MED.</u>	<u>DESVIAC/</u>
65-23	1.965	Puebla D.F.	19,2%		0,3
65-27	"	Restabal	17,0%		1,9
65-28	"	Zújar	18,6%		0,3
65-29	"	Puebla D.F.	20,1%		1,2
65-30	"	Caniles	17,4%		1,5
65-35	"	Puebla D.F.	21,0%		2,1
65-41	"	Faucens	29,5%		10,6 +
65-42	"	Caniles	23,8%		4,9
65-44	"	Puebla D.F.	20,2%		1,3
65-47	"	Restabal	19,8%	18,9%	0,9
65-48	"	Caniles	16,5%		2,4
65-52	"	Puebla D.F.	20,3%		1,4
65-53	"	" " "	19,4%		0,5
65-57	"	Caniles	18,6%		0,3
65-60	"	Restabal	19,0%		0,1
65-62	"	Puebla D.F.	15,6%		3,3
65-64	"	Restabal	17,8%		1,1
66-30	1.966	Caniles	16,3%		2,6
66-35	"	Restabal	18,9%		0,0

<u>Nº Determinaciones</u>	<u>Cineol Media</u>	<u>Desviación Media</u>
19	18,9%	+ 1,5

Hemos anulado la determinación 65-41, porque su di
ferencia con la media es superior a cuatro veces la des

viación media, repetimos cálculos, pues tiene influencia en los resultados.

Las variaciones medias de Cineol son: $18,9\% \pm 1,5$

17,4% ----- 20,4%

Las determinaciones extremas experimentales son:

15,6% ----- 23,8%

Si hacemos el cálculo del porcentaje del cineol superior e inferior a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados:

4 determinaciones equivalentes a 22,2% inferior a 17,4%

2 " " " 11,1% superior a 20,4%

66,7% dentro de los límites

Por tanto se pueden dar como límites para el aceite esencial de romero de la provincia de Granada, en cuanto a su contenido de cineol las variaciones medias que son:

17,4% ----- 20,4%

No hay que olvidar que las determinaciones extremas son:

15,6% ----- 23,8%

Por lo que si hay una muestra que esté fuera de los límites, pero dentro de la experimental, no se debe rechazar, sino hacer la comparación con las demás constantes para ver si lo confirma.

DETERMINACIONES QUIMICAS

C I N E O L

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA MURCIA

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>CINEOL</u>	<u>CINEOL MED.</u>	<u>DESVIAC.</u>
66-3	1.966	Ayna	24,3%		2,7
66-4	"	Coje	19,9%		1,7
66-5	"	Caravaca	23,5%		1,9
66-6	"	Lorca	16,7%		4,9
66-7	"	"	23,8%		2,2
66-9	"	Totana	20,6%		1,0
66-11	"	Caravaca	22,2%		0,6
66-12	"	"	21,5%		0,1
66-14	"	Lorca	22,6%		1,0
66-15	"	"	21,2%		0,4
66-17	"	Totana	19,8%	21,6%	1,8
66-18	"	Caravaca	19,0%		2,6
66-20	"	"	21,5%		0,1
66-23	"	Calasparra	23,2%		1,6
66-25	"	Caravaca	19,5%		2,1
66-29	"	"	23,5%		1,9
66-31	"	"	19,5%		2,1
66-32	"	"	23,5%		1,9
66-33	"	"	25,4%		3,8
66-36	"	"	20,6%		1,0
66-40	"	"	22,6%		1,0

<u>Nº Determinaciones</u>	<u>Cineol Media</u>	<u>Desviación Media</u>
21	21,6%	+ 1,7

Las variaciones medias de Cineol son: $21,6\% \pm 1,7$

19,9% ----- 23,3%

Las determinaciones extremas experimentales son:

16,7% ----- 25,4%

Aunque de estas determinaciones extremas hay un só lo caso en ambas, no se puede decir que sean sospecho--sas, puesto que el número total de determinaciones es -pequeño.

Si hacemos el cálculo del porcentaje del cineol su perior e inferior a las variaciones medias, obtenemos - los siguientes resultados:

4 determinaciones equivalentes a 19,0% inferior a 19,9%
6 " " " " 28,5% superior a 23,3%
52,5% dentro de los límites

Es digno de observación que el porcentaje de las - variaciones medias de 52,5% es inferior al dato requeri--do de 65%, pero el mayor porcentaje fuera de los límites - 28,5% es precisamente las determinaciones experimenta--les superiores a la variación más elevada, 23,3%, lo que nos confirma que esta localidad tiene u. contenido de - cineol muy elevado.

Por tanto, por su bajo porcentaje, no se pueden - dar como límites para el aceite esencial de romero las variaciones medias, sino las determinaciones extremas - experimentales. De esta forma, los límites para el acei--te esencial de romero Murcia en cuanto a su contenido - de Cineol, son los siguientes:

16,7% ----- 25,4%

Toda esencia que esté dentro de estos límites es considerada como genuina, rechazando los resultados que no se relejan de estos límites, y sean confirmados por otras constantes.

DETERMINACIONES QUIMICAS

C I N E O L
+++++

ACEITE ESENCIAL ROMERO - PROVINCIA JAEN-CIUDAD REAL

<u>NOMENC.</u>	<u>AÑO</u>	<u>LOCALIDAD</u>	<u>CINEOL</u>	<u>CINEOL MED.</u>	<u>DESVIAC.</u>
65-31	1.965	Quesada (J)	20,1%		1,0
65-45	"	Ruidera (CR)	19,6%		0,5
65-46	"	Quesada (J)	16,6%		2,5
65-50	"	Ruidera (CR)	19,8%		0,7
65-56	"	Segura S. (CR)	22,4%		3,3
65-59	"	Ruidera (CR)	18,7%	19,1%	0,4
65-61	"	" "	19,1%		0,0
66-26	1.966	Quesada (J)	17,8%		1,3
66-27	"	Ruidera (CR)	17,8%		1,3
66-28	"	Solana "	18,9%		0,2
66-34	"	Ruidera "	19,2%		0,1

<u>Nº Determinaciones</u>	<u>Cineol Media</u>	<u>Desviación Media</u>
11	19,1%	$\pm 1,0$

Las variaciones medias de Cineol son: $19,1\% \pm 1,0$

18,1% ----- 20,1%

Las determinaciones extremas experimentales son:

16,6% ----- 22,4%

Si hacemos el cálculo del porcentaje del cineol superior e inferior a las variaciones medias, obtenemos los siguientes resultados.

3 determinaciones que equivalen a 27,2% inferior 18,1%

1 " " " " 9,0% superior 20,1%

63,8% dentro de los límites

Es también digno de observación que el porcentaje de las variaciones medias de 63,8% es inferior al dato requerido 65%, pero el mayor porcentaje fuera de los límites, 27,2% es precisamente las determinaciones experimentales inferiores a la variación más baja, 18,1%, lo que nos confirma que esta localidad tiene un contenido de cineol bastante bajo, contrariamente a lo que le ocurre a la región murciana.

Por tanto no se deben dar como límites para el aceite esencial de romero, las variaciones medias, ya que su porcentaje es inferior al 65%.

Luego los límites del aceite esencial de romero de las provincias de Jaén-Ciudad Real, en cuanto a su contenido de cineol son las determinaciones experimentales extremas:

16,6% ----- 22,4%

Lo que nos indica que toda esencia fuera de estos límites, debe ser tenida como sospechosa, para su posterior comprobación con las otras constantes.

III.11.3. ACEITE ESENCIAL ROMERO ESPAÑOL

C I N E O L

Hemos hecho 65 determinaciones del contenido en cineol, en el aceite esencial de romero español, de las que hemos anulado 1 determinación por los motivos expuestos anteriormente. Los años estudiados son 1965-1966 para las muestras de Granada y Jaén-Ciudad Real, y sólo el 1966 para las otras provincias.

<u>Provincias</u>	<u>Medias obt.</u>	<u>Desv.Med.</u>	<u>Variaciones</u>
Albacete	22,8%	± 1,4	21,4% - 24,2%
Granada	18,9%	± 1,5	17,4% - 20,4%
Murcia	21,6%	± 1,7	19,9% - 23,3%
Jaén-C.Real	19,1%	± 1,0	18,1% - 20,1%

Experimentales

19,9%	-----	25,8%
15,6%	-----	23,8%
16,7%	-----	25,4%
16,6%	-----	22,4%

Tomando los datos del cineol en cada provincia en sus resultados finales, es decir los límites en cada una de ellas obtenemos:

Albacete	21,4%	-----	24,2%
Granada	17,4%	-----	20,4%
Murcia	16,7%	-----	25,4%
Jaén-C.Real	16,6%	-----	22,4%

Tomamos como límites para el aceite esencial de Romero español en cuanto a su contenido de Cineol, las de terminaciones más bajas y más altas de los límites de cada provincia en conjunto, lo que nos dá como resultado:

16,6% ----- 25,4%

Haciendo el cálculo del porcentaje de las determinaciones superiores e inferiores a estos valores obtenemos:

3 determinaciones equivalentes a 4,7% inferior a 16,6%
 1 " " " " 1,6% superior a 25,4%

93,7% dentro de los límites

Valor suficientemente alto para que podamos dar con gran garantía estos datos como ciertos.

Toda Esencia que esté fuera de estos límites, se debe considerar en principio como sospechosa, y se debe tener en cuenta de confrontarla con las demás constantes, y si alguna otra lo confirma, debe ser rechazada, por no corresponder a una esencia pura.

Haciendo el estudio de los resultados parciales, expresando para cada provincia por separado, vemos que existe una influencia (como ya hemos visto anteriormente en otras constantes) por su origen geográfico, en el sentido de que la región andaluza y más acusada Granada, tienen un menor contenido de cineol que las regiones levantinas, especialmente Albacete.

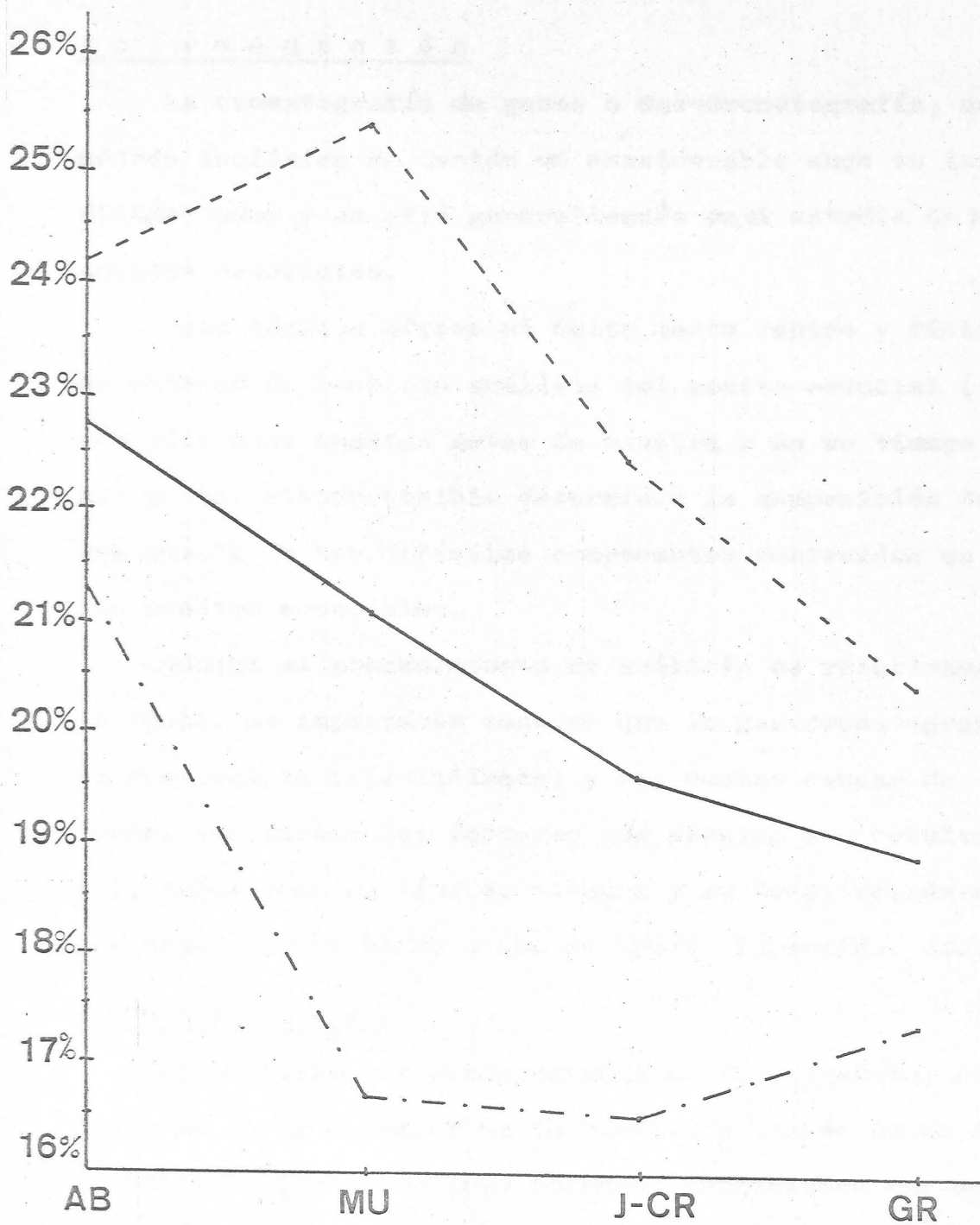
Se observa al estudiar comparativamente los resultados medios de cineol y alcoholes (borneol), una corre

lación inversa respecto a los orígenes geográficos. En efecto, por el contenido medio de alcoholes (totales y libres) expresados en borneol y de cineol, el orden de mayor a menor es, respectivamente

	<u>Borneol</u>	<u>Cineol</u>
1	GR	AB
2	J-CR	NU
3	NU	J-CR
4	AB	GR

Este hecho parece apuntar una relación biosintética en el quimismo de la planta entre ambos tipos de compuestos. Esta circunstancia observada que, tímidamente exponemos como esbozo de posible conclusión futura, estimamos que sería interesante tema de investigación tanto farmacognóstica como bioquímica y fisiológica vegetal.

CINEOL



--- VALORES SUPERIORES DE LOS LIMITES

— .. MEDIOS DE LAS PROVINCIAS

-.- .. INFERIORES DE LOS LIMITES

GRAFICA 7

III.12. ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO EN FASE GASEOSA

I n t r o d u c c i ó n

La cromatografía de gases o Gas-Cromatografía, como método analítico ha tenido un considerable auge en los últimos años y se está generalizando en el estudio de los aceites esenciales.

Esta técnica ofrece el único medio rápido y fácil de obtener un completo análisis del aceite esencial (100) con sólo unas cuantas gotas de muestra y en un tiempo muy corto, siendo posible determinar la composición de una mezcla de tan difíciles componentes contenidos en los aceites esenciales.

Aunque el procedimiento de análisis es relativamente fácil, es importante conocer que la gas-Cromatografía es una técnica especializada; y hay muchas causas de error. Son muchos los factores que afectan los resultados (3), tales como el tipo de columna y su longitud, detector usado, temperatura a que se opere, inyección, etc.

F u n d a m e n t o

El análisis por cromatografía en fase gaseosa, consiste en pasar el vapor de la muestra a través de un tubo estrecho (conocido como columna) conteniendo una sustancia llamada "fase estacionaria". Esta es usualmente un producto líquido de volatilidad despreciable absorbido en un sólido poroso inerte (consistente normalmente en una arena fina o Kieselghur) conocido como "sólido soporte". La columna se mantiene a una temperatura determi

nada y el vapor de la muestra es transportado a través de ella por medio de una corriente continua, de un gas apropiado (el gas portador). Cuando la muestra pasa a través de la columna sus componentes son retardados selectivamente, debido a diferencias en su afinidad para la fase estacionaria (proceso de elución). Son pues separados unos de otros y emergen de la columna después de diferentes períodos de tiempo.

Un ingenio detector instalado en la parte exterior de la columna registra el paso de cada componente y su cantidad relativa, dando una señal eléctrica que es registrada y amplificada en un gráfico. Un registro típico consiste en una serie de picos cuyas áreas son proporcionales a la cantidad de los componentes de la muestra bajo test.

Tipos de Instrumentos. Son muy variados, dependiendo de las casas constructoras.

Calentamiento de la Columna. Por camisa de vapor de un líquido de apropiado punto de ebullición, por calentamiento eléctrico con control termoestático, horno de aire caliente, o bloque de metal calentado (69), etc.

Detectores. Existen muchos tipos, cada uno de ellos tiene sus ventajas e inconvenientes (93).

Catarómetro

Termistor

Detector de llama de ionización

Captura electrónica

etc., etc.

Es preciso tener en cuenta que los cromatogramas ob

tenidos usando una clase de detector, no habrán necesariamente de coincidir con aquellos obtenidos con otros y se observaran claras diferencias.

Inyector. Es un dispositivo que permite la introducción de la muestra en la corriente de gas-portador. Existen gran variedad, según el tipo de muestra que se trate de analizar; el más usual es el inyector de líquidos. Se trata de una cámara situada a la entrada de la columna y calentada independientemente de ésta (a T. superior al P.E. de la muestra).

Fase Estacionaria. Existen tablas muy amplias de productos que pueden ser usados como fase estacionaria, cada fabricante de aparatos dá sus propias tablas. Los más utilizados son los ésteres de los poliglicoles (67) y los aceites de silicona que se venden en el mercado con nombres comerciales.

Medida de los gráficos. Hay tres métodos principales para medir los gráficos de análisis cuantitativos por cromatografía de gas líquido.

- 1) El empleo de un planímetro para medir las áreas/ de los picos.
- 2) Medida de las áreas de los picos por triangulación.
- 3) Comparación del producto de la altura del pico por el tiempo de emergencia, para los picos individuales.

El segundo método es el más usual y entraña la construcción de un triángulo con dos lados a lo largo de los lados del pico, estando el tercero formado por la prolon-

gación de la línea de base (es decir la línea recta trazada por la pluma registradora, cuando no está pasando ninguna muestra por el detector). El área de cada triángulo es medida entonces. Adoptando este procedimiento para todos los picos, y asumiendo que el área de cada pico es proporcional a la cantidad de un componente particular presente, es posible obtener una media aproximada de la composición de la mezcla (99).

Aunque los anteriores resultados dan una guía muy buena para la composición de la mezcla (71), es importante recordar que la seguridad de los resultados puede ser afectada por alguno de los siguientes factores:

- (1) Grado de Separación
- (2) Tipo de fase estacionaria empleada
- (3) Tipo de detector empleado

Identificación de Compuestos. Con una columna particular bajo condiciones dadas de temperatura y salida de gas, cada compuesto químico tiene su propio y característico "tiempo de emergencia"; es decir el tiempo que transcurre entre la inyección de la muestra y la aparición del máximo del pico. Los componentes de una muestra desconocidos son identificados en el cromatograma, o bien comparando sus tiempos de emergencia con aquellos de unas muestras tipos de los compuestos que son conocidos o que se suponen están presentes. No obstante, debe ser notado -- que los tiempos de emergencia de una columna dada pueden cambiar apreciablemente con las edades de la columna, y así pues, no se debe dar demasiado período de tiempo entre el test del producto desconocido y el de las muestras tipo; preferentemente, todo debe ser cromatografiado en

el mismo día.

Ocurre a veces que hay presentes dos compuestos que tienen casi idénticos tiempos de emergencia bajo un particular juego de condiciones (16); en tales casos puede ser necesario alterar la temperatura de la columna o cambiar a una fase estacionaria diferente en orden a sepa--rar e identificar los compuestos.

Es importante recordar que una materia no es necesariamente un compuesto puro si dá solamente un pico en -- unas particulares condiciones gas-cromatográficas. La pureza puede ser presumida solamente si en dos, o preferiblemente tres fases estacionarias diferentes, la muestra todavía dá un sólo pico. Por otra parte, es posible obtener más de un pico en una muestra pura si el material - que está bajo test sufre un cambio químico en la columna. Tal cambio puede ser debido a una descomposición térmica o a una descomposición catalítica resultante de, por ejemplo, la formación de unas condiciones ligeramente alcalinas o ácidas en la columna. Similarmente, las trazas de impurezas en la muestra pueden causar descomposición -- cuando la muestra pasa a través de la columna. La mayor parte de estos defectos son usualmente revelados por -- test con muestras tipo, lo que puede ser repetido en frecuentes intervalos.

III.12.1 METODO EXPERIMENTAL

Hemos utilizado un aparato de Cromatografía en fase vapor de la casa Perkin-Elmer que creemos el más aconsejable para el estudio de los aceites esenciales, y es el modelo Fraktometer 880.

En nuestro estudio hemos utilizado las siguientes condiciones de trabajo:

- Cromatógrafo: Fraktometer 880
- Columna: acero inox. de 6 pies long. 1/8" ϕ ext.
- Sólido soporte: chromosorb G, A2-DMCS 80/100
- Fase estacionaria: carbowax K-20 M (polietilenglicol) en porcentaje 10% (Temper. max. trabajo - 225° C.
- Gas portador: nitrogeno. Flujo: 20 ml./min.
- Otros gases: hidrogeno. " " "
- y Aire purificado. Flujo 500 ml/min.
- Detector: Llama de ionización
- Temperatura columna: programada 80-180° C.
- Atenuación: 0,500 K.
- Registrador automático: Hitachi-Perkin Elmer
- Velocidad registro: 10 mm./min.

El cromatografo lo hemos tenido en marcha a una temperatura en columna de 190° y un flujo aproximado de -- 18 ml/min. de nitrogeno durante 12 hr., estando los extremos finales de las columnas desconectados del detector para evitar su contaminación, de esta forma hemos es

tabilizado dichas columnas quedando dispuestas para su -
estabilización. Elevamos el flujo a las condiciones de -
trabajo, la medición de dicho flujo lo hacemos con el --
flujometro tipo burbuja, midiendo el tiempo que tarda en
desplazarse una burbuja entre dos marcas precisadas, con
un cronómetro especial que dá directamente el flujo en -
mm. por min., de la misma forma se mide el flujo de los
otros gases, pero teniendo en cuenta que el del aire pu
rificado hay que conectarlo en el flujometro a la rama
de mayor diámetro.

Conectamos las columnas y hacemos el balance a cero
de forma que la línea base sea constante; se hace a la -
temperatura máxima de trabajo y con el flujo de nitróge-
no solamente, ponemos el mando de atenuación en posición
10 K y giramos el mando de balance hasta que el desplaza
miento de la línea base sea mínimo (valor nulo) al cam--
biar de columna. Conectamos los flujos de hidrógeno y ai
re purificado poniendo el mando de atenuación en posición
0,01 K y pulsamos durante unos segundos el botón de igni
ción, la llama queda encendida.

Los gases que utilizamos, nitrógeno, hidrógeno y ai
re purificado son de tipo comercial, en botellas de ace-
ro a las que conectamos los manoreductores correspondientes.

A continuación volvemos la aguja del registrador a -
la posición inicial (cero) que se habia desplazado al enen
cender la llama; esto lo hacemos con los mandos "coarse
cero" y "fine cero". Enfriamos hasta la temperatura ini-
cial de trabajo que en nuestro caso es de 80° C. Ponemos

el inyector a 175° y el detector a 140°, ponemos el programa y atenuación necesarios y estamos en condiciones de comenzar a cromatografiar.

El aceite es. de romero en estudio, lo hemos secado con sulfato sódico anhidro y filtrado sobre papel para así evitar la contaminación de las columnas.

Utilizamos para la inyección una micro-jeringa Hamilton de 1 microlitro, la cual la limpiamos perfectamente con un disolvente (acetona), la dejamos secar y después la lavamos con el aceite esencial en estudio tres o cuatro veces hasta que no quede rastro del disolvente. Tomamos dicha micro-jeringa 0,2 microlitros de aceite esencial de romero e inyectamos en el aparato, tardando aproximadamente 20 min. en terminar el cromatograma.

Identificación de compuestos. Como en nuestro trabajo hemos llegado a la conclusión de que los contenidos medios de borneol y cineol están en correlación inversa a sus orígenes geográficos, nos hemos circunscrito exclusivamente a estos dos elementos.

Hemos determinado en el cromatograma tanto el cineol como el borneol por los siguientes procedimientos:

a) Inyectamos una solución del producto puro, borneol o cineol en las mismas condiciones de trabajo que la esencia de romero, obtenemos un cromatograma que en el producto puro tiene su pico con el mismo tiempo de emergencia (tiempo de retención) que el determinado en el romero como cineol (cromatograma nº 1) o como el borneol (cromatograma nº 2).

b) Hacemos nuevo cromatograma del aceite esencial - de romero variando las condiciones de trabajo y en estas mismas hacemos otro de la solución de cineol y borneol - obteniendo picos que tienen distinto tiempo de emergencia a los cromatogramas anteriores, pero que son idénticos, tanto el del cineol como el borneol, al del aceite esencial.

c) Al aceite esencial de romero de cromatografía conocida le agregamos un 10% de cineol o borneol puro y hacemos nuevamente los dos cromatogramas en las mismas condiciones que el aceite es. sin mezcla, obteniendo entonces en el primer caso el pico que nosotros identificamos como cineol aumentado aproximadamente en esa proporción, e igualmente observamos en el otro cromatograma con el borneol.

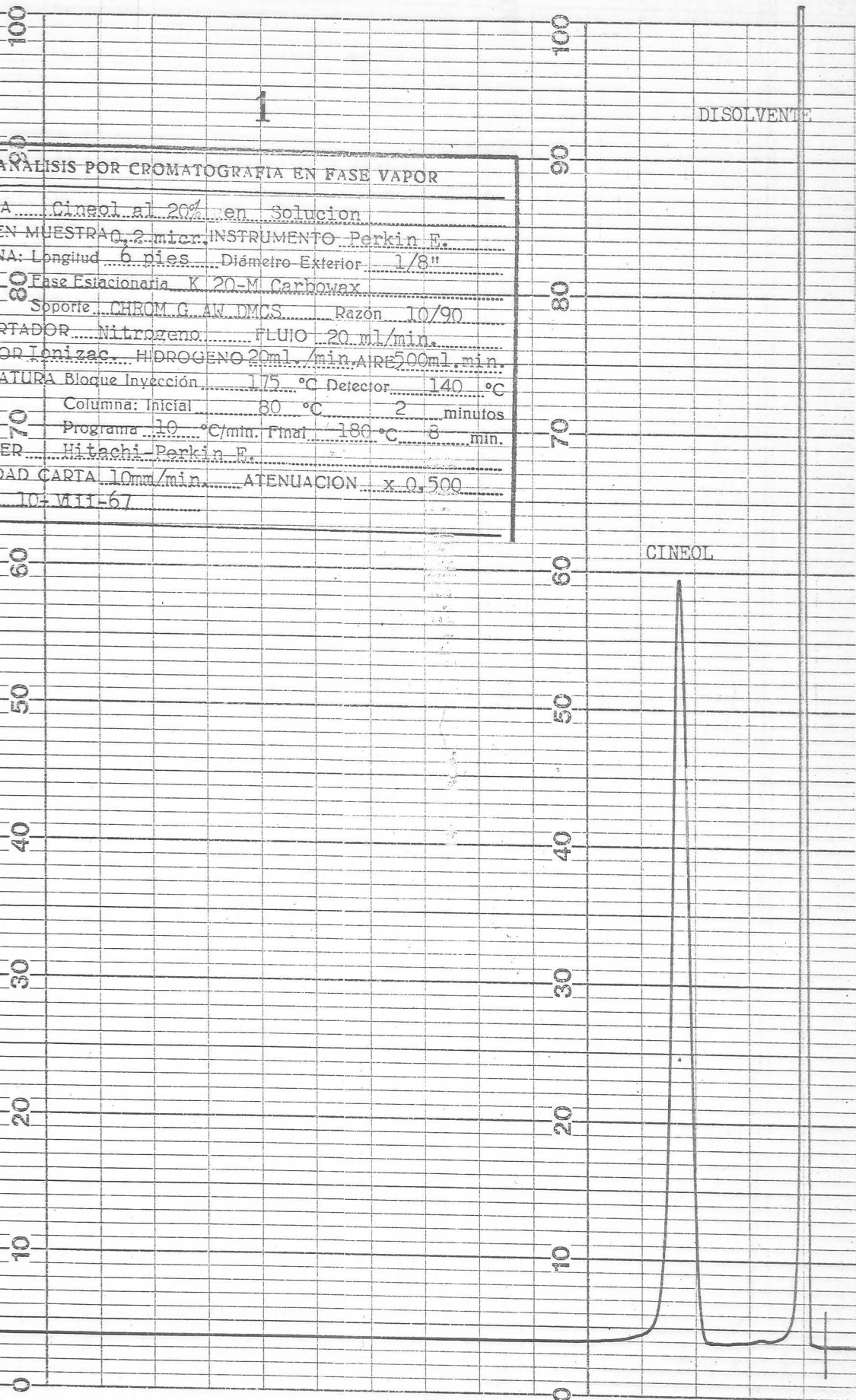
Muestras estudiadas. Es prácticamente imposible hacer la cromatografía de todas las muestras en estudio, - pues serían interminable y monótono; tampoco se podría hacer el estudio de unas muestras en particular de las distintas regiones españolas, ya que nos darían unos resultados que no serían representativos de la región en estudio, por ello hemos creído más conveniente tomar de las regiones estudiadas, no un caso particular, sino el conjunto de cada una de ellas por separado. Para ello hemos tomado los conjuntos completos de cada región con la producción total de un año (1965), de esta forma las muestras son prácticamente la media de cada región, representando en cada caso la calidad típicamente genuina de las cuatro regiones españolas estudiadas.

A continuación presentamos seis cromatogramas, sien
do los dos primeros soluciones de los productos puros em
pleados, y los cuatro restantes los cromatogramas de las
regiones de Albacete, Granada, Murcia y Jaén-Ciudad Real.
Que estudiaremos seguidamente por separado.

1

ANÁLISIS POR CROMATOGRAFÍA EN FASE VAPOR

MUESTRA Cineol al 20% en Solucion
 VOLUMEN MUESTRA 0.2 micr. INSTRUMENTO Perkin E.
 COLUMNA: Longitud 6 pies Diámetro Exterior 1/8"
 Fase Estacionaria K 20-M Carbowax
 Soporte CHROM. G. AW DMCS Razón 10/90
 GAS PORTADOR Nitrogeno FLUJO 20 ml/min.
 DETECTOR Ionizac. HIDROGENO 20ml./min. AIRE 500ml./min.
 TEMPERATURA Bloque Inyección 175 °C Detector 140 °C
 Columna: Inicial 80 °C 2 minutos
 Programa 10 °C/min. Final 180 °C 8 min.
 RECORDER Hitachi Perkin E.
 VELOCIDAD CARTA 10mm/min. ATENUACION x 0,500
 FECHA 10-III-67



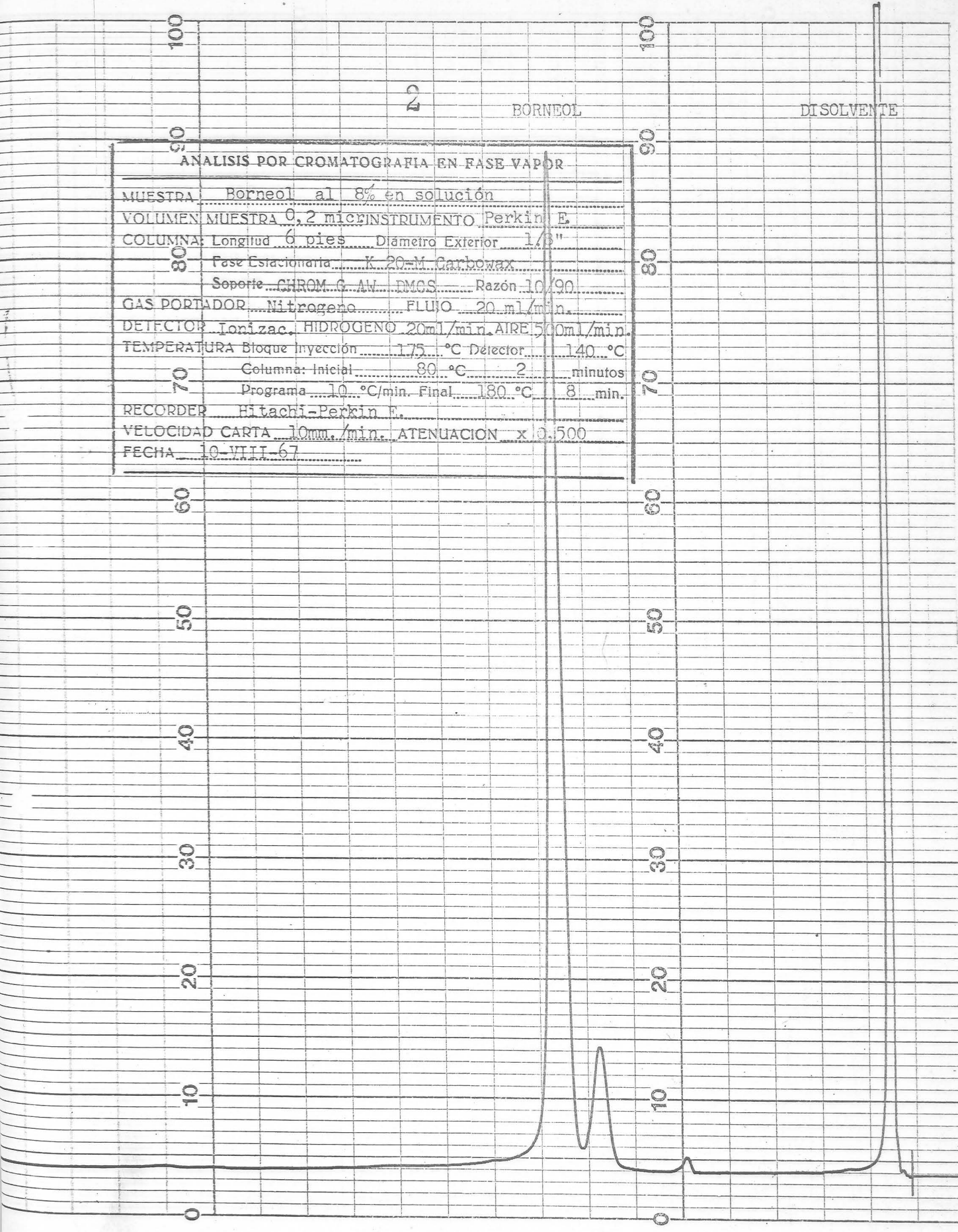
2

BORNEOL

DISOLVENTE

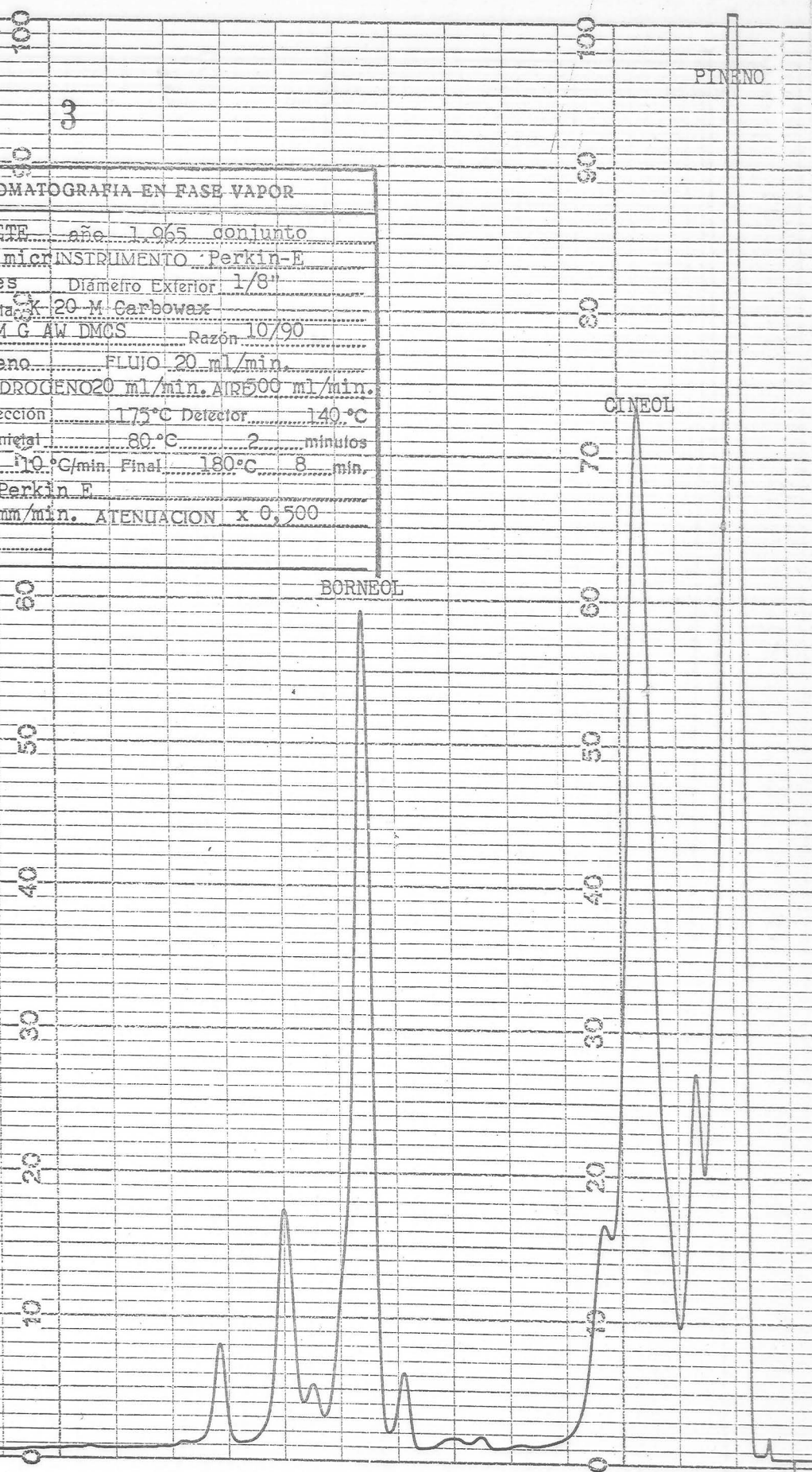
ANALISIS POR CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR

MUESTRA	Borneol al 8% en solución		
VOLUMEN MUESTRA	0,2 microlitros	INSTRUMENTO Perkin E.	
COLUMNA:	Longitud	6 pies	Díametro Exterior 1/8"
	Fase Estacionaria	K 20-M Carbowax	
	Soporte	CHROM. G. AV. DMCS	Razón 10/90
GAS PORTADOR	Nitrogeno	FLUJO 20 ml/min.	
DETECTOR	Ionizac.	HIDROGENO 20ml/min.	AIRE 500ml/min.
TEMPERATURA	Bloque Inyección	175 °C	Detector 140 °C
	Columna: Inicial	80 °C	2 minutos
	Programa	10 °C/min.	Final 180 °C 8 min.
RECORDER	Hitachi-Perkin E.		
VELOCIDAD CARTA	10mm./min.	ATENUACION x 0,500	
FECHA	10-VIII-67		



ANALISIS POR CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR

MUESTRA ROMERO ALBACETE año 1965 conjunto
 VOLUMEN MUESTRA 0,2 microlitros INSTRUMENTO Perkin-E
 COLUMNA: Longitud 6 pies Diámetro Exterior 1/8"
 Fase Estacionaria K 20-M Carbowax
 Soporte CHROM G AW DMCS Razón 10/90
 GAS PORTADOR Nitrogeno FLUJO 20 ml/min.
 DETECTOR Ionizac. HIDROGENO 20 ml/min. AIR 500 ml/min.
 TEMPERATURA Bloque Inyección 175°C Detector 140°C
 Columna: inicial 80°C 2 minutos
 Programa 10°C/min Final 180°C 8 min.
 RECORDER Hitachi-Perkin E
 VELOCIDAD CARTA 10 mm/min. ATENUACION x 0,500
 FECHA 11 - VIII - 67



X

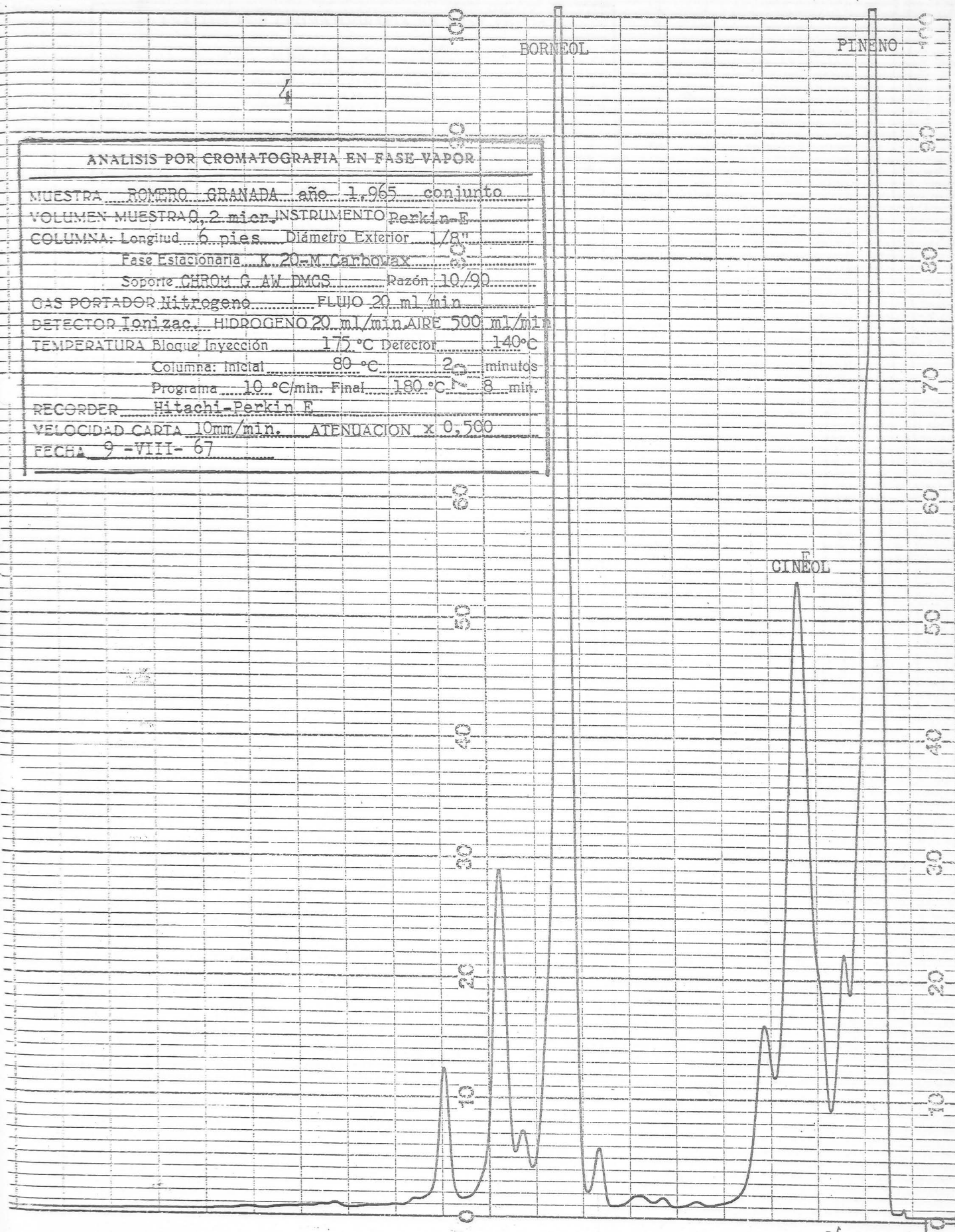
ANÁLISIS POR CROMATOGRAFÍA EN FASE VAPOR

MUESTRA ROMERO GRANADA año 1.965 conjunto
 VOLUMEN MUESTRA 0.2 micr. INSTRUMENTO Perkin-E
 COLUMNA: Longitud 6 pies Diámetro Exterior 1/8"
 Fase Estacionaria K. 20-M. Carbowax
 Soporte CHROM. G. AW. DMCS. Razón 10/90
 GAS PORTADOR Nitrogeno FLUJO 20 ml/min
 DETECTOR Ionizac. HIDROGENO 20 ml/min. AIRE 500 ml/min
 TEMPERATURA Bloque Inyección 175 °C Detector 140 °C
 Columna: Inicial 80 °C 2 minutos
 Programa 10 °C/min. Final 180 °C 8 min.
 RECORDER Hitachi-Perkin E
 VELOCIDAD CARTA 10mm/min. ATENUACION x 0.500
 FECHA 9-VIII-67

BORNEOL

PINENO

CINEOL



7

ANALISIS POR CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR

MUESTRA ROMERO MURCIA año 1.965 conjunto
VOLUMEN MUESTRA 0,2 micr. INSTRUMENTO Perkin-E.
COLUMNA: Longitud 6 pies Diámetro Exterior 1/8"
Fase Estacionaria K-20-M-Carbowax
Soporte CHROM G AW DMCS Razon 10/90
GAS PORTADOR Nitrogeno FLUJO 20 ml/min
DETECTOR Ionizac. HIDROGENO 20 ml/min AIRE 500 ml/min.
TEMPERATURA Bloque Inyección 175 °C Detector 140 °C
Columna: Inicial 80 °C 2 minutos
Programa 10 °C/min. Final 180 °C 8 min.
RECORDER Hitachi-PerkinE
VELOCIDAD CARTA 10 mm/min. ATENUACION x 0.500
FECHA 10-VIII-67

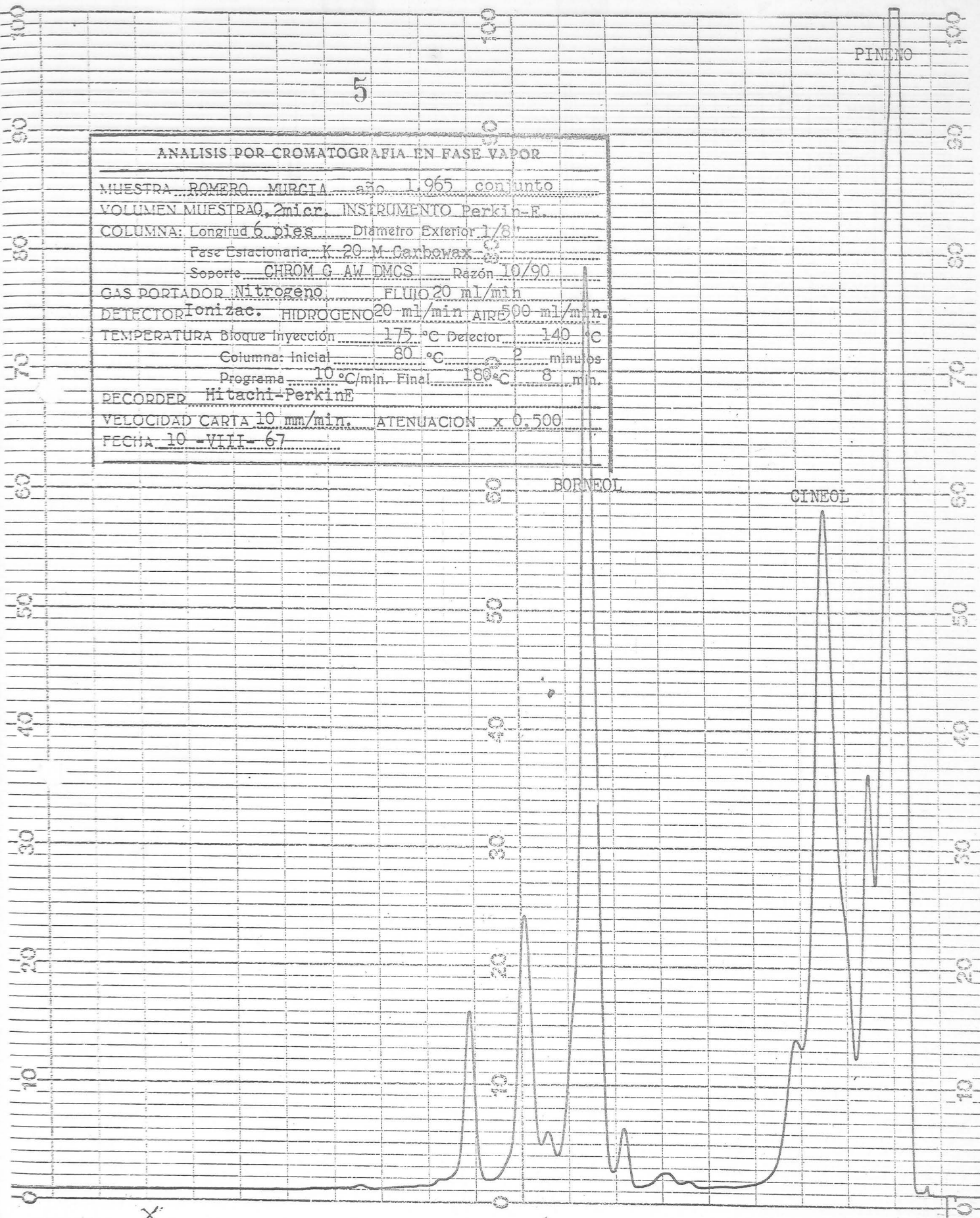
5

PINENO

BORNEOL

CINEOL

X

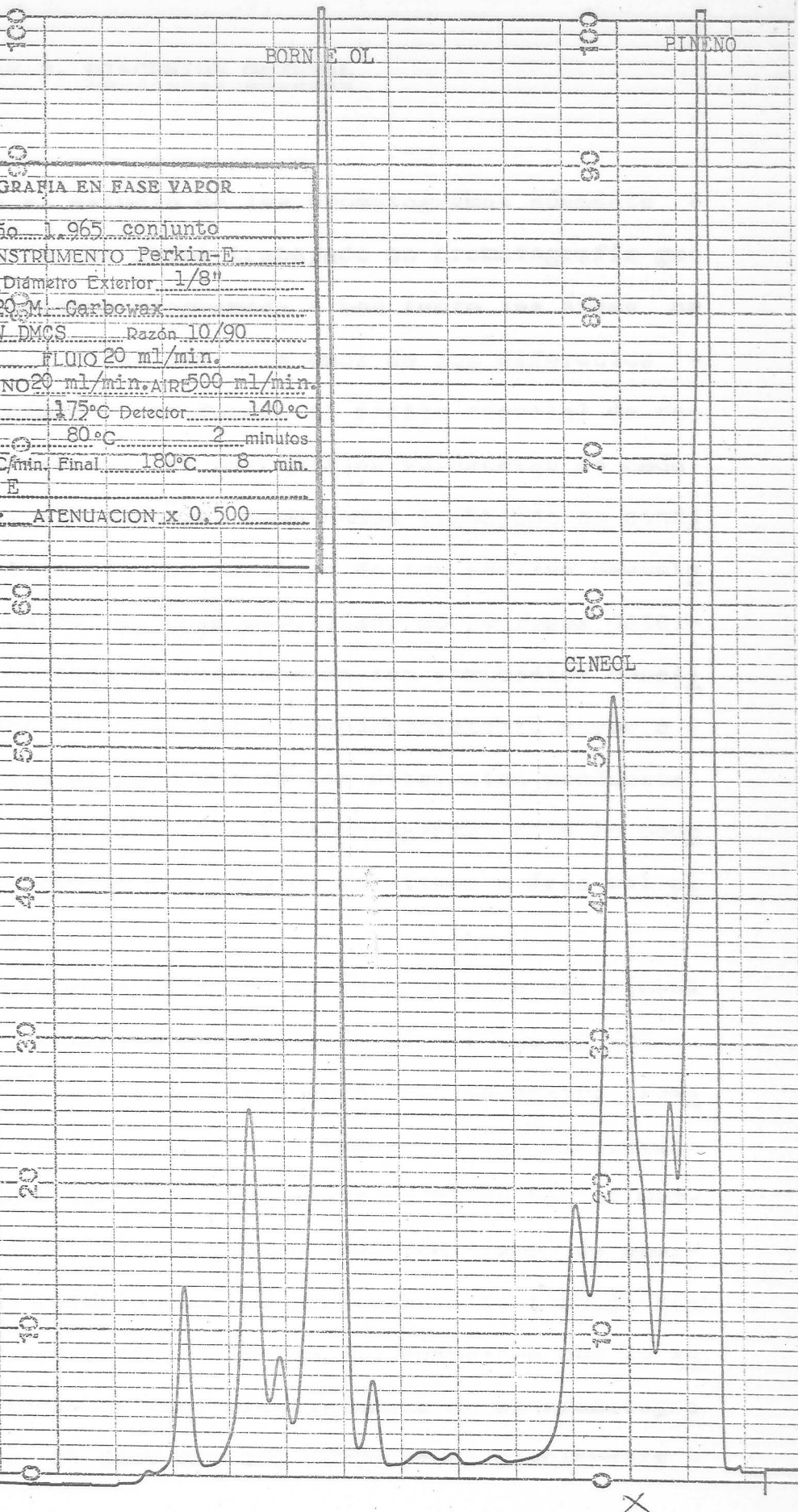


BORN E OL

PINENO

ANALISIS POR CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR

MUESTRA ROMERO JAEN año 1965 conjunto
 VOLUMEN MUESTRA 0,2 micr. INSTRUMENTO Perkin-E
 COLUMNA: Longitud 6 pies Diámetro Exterior 1/8"
 Fase Estacionaria K-20 M. Carbowax
 Soporte CHROM G AW DMCS Razón 10/90
 GAS PORTADOR Nitrogeno FLUJO 20 ml/min.
 DETECTOR Ionizac. HIDROGENO 20 ml/min. AIRE 500 ml/min.
 TEMPERATURA Bloque Inyección 175°C Detector 140°C
 Columna: Inicial 80°C 2 minutos
 Programa 10°C/min. Final 180°C 8 min.
 RECORDER Hitachi-Perkin E
 VELOCIDAD CARTA 10 mm/min. ATENUACION x 0,500
 FECHA 9-VIII-67



CINECL

X

III.12.3. DISCUSION GENERAL

Haremos el estudio de los cromatogramas s6icamente - cualitativo, ya que hemos trabajado en cromatograf3a gaseosa a temperatura programada y por tanto las 3reas de cada uno de los picos que obtenemos de los diferentes - compuestos qu3micos que forman el aceite esencial de romero, no representan los porcentajes verdaderos de cada uno de ellos; sin embargo, como hemos trabajado en condiciones id3nticas con las muestras de los aceites esenciales de las cuatro regiones espa1olas, no podremos determinar el porcentaje de cada uno de los compuestos constituyentes, pero s3, cual tiene comparativamente mayor o - menor contenido de cada uno de los diferentes productos que aparecen como picos en el cromatograma; esto lo podemos hacer por simple medici3n de la altura o 3rea del pico en estudio.

El cromatograma n9 1 nos muestra el pico del cineol (eucaliptol), obtenido por soluci3n alcoh3lica al 20% - del producto puro. Si lo comparamos con los cuatro cromatogramas del aceite esencial de romero de las distintas regiones, vemos que coinciden en todos ellos con el marcado como cineol, ya que tienen id3ntico tiempo de emergencia; hemos cuidado que las condiciones de trabajo sean id3nticas en todos ellos; lo que nos demuestra con lo ex- puesto anteriormente que, efectivamente en el cromatograma del romero, el pico marcado corresponde exactamente - al cineol.

Al estudiar este compuesto químico en los cromatogramas del romero de las cuatro regiones españolas, podemos apreciar, como la de Albacete (cromatograma nº 3), tiene el mayor contenido. En segundo lugar está la región Murciana (cromatograma nº 5) y después Jaén Ciudad Real (cromatograma nº 6), siendo la de menor contenido la de Granada (cromatograma nº 4), que coincide exactamente con lo obtenido en el análisis físico-químico.

El cromatograma nº 2 nos muestra el pico del borneol, obtenido por solución alcohólica al 8% del producto puro. Si lo comparamos con las del aceite esencial de romero, vemos que como en el caso del cineol, coinciden exactamente, por lo que el pico marcado en los cromatogramas de las cuatro regiones es el del borneol.

Como en el caso anterior hacemos la comparación de los cuatro cromatogramas del aceite esencial de romero y obtenemos los siguientes resultados: a Granada le corresponde el mayor contenido, le sigue en orden decreciente Jaén-Ciudad Real, después va Murcia, y por último la menor es la de Albacete. Si observamos los resultados obtenidos, en el análisis químico de los alcoholes, calculados como borneol, vemos que dan exactamente el mismo resultado.

Hemos tomado las soluciones de cineol y borneol al 20% y 8% respectivamente por ser estos porcentajes aproximadamente la media de dichos componentes en el aceite esencial de romero español, calculados anteriormente por análisis físico-químico.

Al hacer la comparación del pico del cineol del cro

matograma nº 1 con las del aceite esencial por regiones, observamos que prácticamente coinciden con el de la región de Murcia, lo que nos indica que esta provincia tiene un contenido medio en cineol del orden del 20%, lo que nos ratifica los análisis físico-químicos (contenido medio en cineol 21%). Igualmente en el caso del borneol, cromatograma nº 2; el pico de dicho producto no coincide en altura con ninguna región, sino que está comprendido entre las provincias de Murcia y Jaén-Ciudad Real, por tanto el porcentaje del 8% es superior a la primera e inferior a la segunda región; esta también nos confirma los análisis químicos que daban como media para Murcia 7,8% y para Jaén-Ciudad Real 8,6% en contenido en borneol como alcohol libre.

Si hacemos el estudio cromatográfico conjuntamente del cineol y el borneol, obtenemos que si el aceite esencial de romero de la provincia de Albacete le corresponde el mayor contenido en cineol y al de la provincia de Granada el menor contenido, inversamente ocurre en cuanto al contenido de borneol, en donde Granada muestra un mayor porcentaje, siendo la última en dicho porcentaje precisamente Albacete; las otras dos provincias, Murcia y Jaén-Ciudad Real son intermedias, pero ocurriéndole igual que a las anteriores, la que tiene mayor contenido de un producto tiene menor del otro y viceversa. Por tanto -- existe una exacta correlación inversa entre cineol y borneol con respecto a los orígenes geográficos.

	GRANADA	JAEN-C.REAL	MURCIA	ALBACETE
Cineol	+	++	+++	++++
Borneol	++++	+++	++	+

Este cuadro nos muestra el contenido mayor o menor de dichos compuestos en las distintas regiones españolas dándoles el signo (++++) al más alto porcentaje, y siguiendo el orden decreciente hasta el signo (+) al de más bajo contenido.

IV.- COMPARACION

Y DISCUSION DE DATOS ANALITICOS

COMPARACION DE DATOS ANALITICOS

Si hacemos el estudio comparativo de las constantes obtenidas experimentalmente por nosotros con las bibliográficas, obtendremos los resultados siguientes:

Primeramente trataremos las provincias individualmente, comenzando por Albacete y después lo haremos con el tipo español.

Aceite esencial de romero Albacete (tabla nº 3). Solamente hemos encontrado cita bibliográfica de sus constantes en la separata de Segura y Martínez (83) que las da también iguales para Murcia. Tanto la densidad como la rotación tienen valores excesivamente bajos y por el contrario los ésteres y alcoholes valores muy altos, siendo el límite superior obtenido por nosotros, prácticamente el inferior de esta cita; además existe un error apreciable pues con los valores dados para los ésteres y los alcoholes libres no pueden darse matemáticamente los que tienen los alcoholes totales. Es más, estas constantes están totalmente fuera, no sólo del aceite esencial de romero de la provincia de Albacete, sino de todas las demás regiones, e igualmente fuera de los límites del romero español.

Por ello creemos que se ha partido de muestras que no son de un genuino romero.

Aceite esencial de romero Granada (tabla nº 4). En esta provincia la bibliografía es bastante más extensa, integrada por Guenther (47), Torner Ochoa (90) y Dorron-

soro (17). El primero hace el estudio de una sola muestra y sus constantes están todas dentro de los límites obtenidos por nosotros, por lo que dicha muestra corresponde perfectamente a esta provincia.

Torner Ochoa da los límites superiores de la densidad, índice de refracción, alcohol libre y total excesivamente elevados por lo que creemos que ha partido de -- muestras muy antiguas y mal conservadas, lo que hace que hayan sufrido polimerización y descomposición, y se eleven por tanto los valores de estas constantes, esto lo confirma que los ésteres den un límite inferior muy bajo; lo podríamos ver fácilmente si tuvieramos el dato de la acidez.

También dá el límite inferior para la rotación elevado, que no corresponde; y bajo para ésteres y alcoholes.

Por ello creemos que aunque en su estudio haya partido de muestras de esta región no ha podido obtener datos verdaderos por estar en mal estado.

Dorronsoro ha estudiado un número muy pequeño de -- muestras de la región granadina y por ello no es posible obtener los límites extremos; prácticamente y con muy pocas diferencias estas constantes están comprendidas entre los límites marcados por nuestro estudio. Debemos hacer la aclaración en la solubilidad de que nosotros cuando en un máximo de 10 volúmenes de alcohol de 80° no era soluble, le denominamos opalino, turbio, etc. Dorronsoro sin embargo, diluye más y por tanto si es soluble 14/80° para nosotros será, por ejemplo, 8/80° opalino.

Aceite esencial de romero Murcia (tabla nº 5). En

esta región nuevamente aparecen Guenther, Dorrnsoro, y Segura-Martinez, estos últimos no los tendremos en cuenta por lo explicado en la región de Albacete.

Guenther ha estudiado pocas muestras de esta región (exactamente 3), por lo que no puede obtener límites extremos; las constantes están todas dentro de nuestros límites, a excepción del límite inferior dado por este autor para la densidad, que creemos cierto, pero que sólo aparece en casos muy raros, cuando por cualquier factor/ externo: humedad, suelo, sol, etc., etc., dan tal variación anormal.

Dorrnsoro en el análisis de una sólo muestra, da unas constantes que están dentro de nuestros límites, a excepción del índice de refracción por exceso, y alcoholes por defecto.

Aceite esencial de romero Jaén-Ciudad Real (tabla nº 6): Los tres autores mencionados sólo han analizado una sólo muestra que comparada con nuestros límites dá: bien rotación, solubilidad, ésteres, alcohol libre y alcohol/total (Dorrnsoro). Densidad: bien Guenther, en el límite superior; Dorrnsoro (la diferencia es inferior al error instrumental), y mal Segura y Martinez; índice de refracción altos, sobre todo Dorrnsoro; por lo que hemos visto anteriormente estos autores dan siempre esta constante muy alta, no sabemos a que es debido. Diferencias entre sus muestras años 1911/16 y las muestras 1961/66. En alcohol total Guenther dá un valor alto en su análisis.

Aceite Esencial de romero español (tabla nº 7). El estudio de conjunto nos muestra en primer lugar que exis

ten grandes diferencias entre las distintas citas bibliográficas, con el dato en común de que todos dan unos límites excesivamente amplios, acogiendo por ello a todas las muestras, que en algunos casos pueden estar adulteradas, o no ser genuinas. Los límites de un aceite esencial localizado a escala industrial como el caso del romero - en regiones próximas no debe tener, y no tiene según el estudio presente tal margen de amplitud, debido principalmente a este motivo fué por lo que escogimos este tema de trabajo

Al estudiar cada constante por separado vemos/

Densidad: límite inferior, bien Guenther (47), N.F. XII (108) y U.S.P. XI (101); bajos en orden decreciente Gildemeister (36), SNFINEPAN (110), B.P. Codex 63 (105), Farmac. Española (106) y DAB VI (102). Límite superior todos muy altos.

Rotación: Límite inferior, con algunas diferencias no muy grandes, prácticamente bien en todas, a excepción de Guenther, que dá como límites $-0,6$ y $+11,3$, no siendo posible el primer dato, ya que en el caso de la región de Murcia da un valor inferior a este $(-2,3)$ por lo que hemos llegado a la conclusión de que deben ser los mismos límites de Gildemeister $(-6,0$ y $+11,3)$ pero ha existido un error de imprenta en donde han bailado los números $-0,6$ en vez de $-6,0$. Los límites superiores algo más altos y sobre todo en los dos últimos.

Índice de Refracción: Límite inferior: altos Guenther y Gildemeister, y bajos N.F. XII y U.S.P. XI; resto en línea. Límites superior, en todos muy alto con diferencias apreciables.

Solubilidad: Límites estrechos, a excepción de Gildemeister

Esteres: Bien en Guenther,; límites superior fuera en -- Gildemeister, SNFIHEPAN y B.P. Codex, el resto no da límites.

Alcohol Libre: Estudiado sólo en el SNFIHEPAN y da muy - alto.

Alcohol Total: Guenther y Gildemeister en línea. Resto - no dá límites, N.F. XII y U.S.P. XI, sólo dan el dato de: superior a 8%-10%, que -- está dentro de los nuestros.+

Cineol: No estudiado por ninguno, sólo el B.P. Codex dá el dato de inferior a 33%.

Creemos que con el presente trabajo aportamos un estudio fidedigno, apoyado en un número de muestras genuinas muy amplio, por lo que los límites obtenidos son verdaderos, impidiendo que aquellos aceites esenciales de - romero no genuinos sean detectados con facilidad y no admitidos; y la industria española de los aceites esenciales tenga un punto de apoyo para defender la pureza de - este producto.

ACEITE ESENCIAL DE ROMERO
=====

CONSTANTES FISICOQUIMICAS EXPERIMENTALES

	<u>ALBACETE</u>	<u>GRANADA</u>
D ₁₅	0,902 --- 0,906	0,902 --- 0,910
R	- 1,7 --- - 4,5	+ 3,3 --- + 9,3
n _D	1,4662 -- 1,4684	1,4662 -- 1,4699
S	5,0/80° - 8,0/80°	0,9/80° - 8,0/80°
Est.	0,8% ---- 3,5%	1,8% ---- 3,4%
Al.L.	6,5% ---- 8,5%	7,6% ---- 11,0%
Al.T.	8,3% ---- 10,7%	8,7% ---- 15,2%
Cineol	21,4% --- 24,2%	17,4% --- 20,4%

	<u>MURCIA</u>	<u>JAEN-CIUDAD REAL</u>
D ₁₅	0,901 --- 0,905	0,905 --- 0,909
R	- 5 ---- + 5,6	+ 6,0 --- + 6,8
n _D	1,4657 -- 1,4700	1,4660 -- 1,4709
S	4,8/80° - 9,1/80°	0,9/80° - 10,0/80°
Est.	1,0% ---- 3,9%	1,9% ---- 3,3%
Al.L.	6,7% ---- 8,9%	7,4% ---- 9,8%
Al.T.	8,4% ---- 11,0%	8,3% ---- 13,6%
Cineol	16,7% --- 25,4%	16,6% --- 22,4%

LIMITES ACEITE ESENCIAL DE ROMERO ESPAÑOL
 =====

<u>Const.</u>			<u>PORCENTAJE (g)</u>
D15	0,901	--- 0,910	86,4%
R	-5°,0	--- +9°,3	89,5%
n _D	1,4657	--- 1,4709	95,2%
S	0,9/80°	--- 10,0/80°	94,6% (+)
Est.	0,8%	--- 3,9%	98%
Al.L.	6,5%	--- 11,0%	82,6%
Al.T.	8,3%	--- 15,2%	85%
Cineol	16,6%	--- 25,4%	93,7%
			<hr/>
			90,6%

(g) Porcentaje de determinaciones experimentales dentro de los límites

(+) Tanto esencias solubles como opalinas

ACEITE ESENCIAL ROMERO

ALBACETE

<u>CONST.</u>	<u>EXPERIMENTALES</u>		<u>S.SEGURA Y MARTINEZ</u> (83)
D ₁₅	0,902	---- 0,906	0,890
R	-1,7	---- -4,5	-10°
n _D	1,4662	---- 1,4684	1,4680
S	5/80°	---- 8,0/80°	
Est.	0,8%	---- 3,5%	3,01% --- 8,48%
Al.L.	6,5%	---- 8,5%	8,94% --- 13,58%
Al.T.	8,3%	---- 10,7%	9,77% --- 14,99%
Cineol	2,4%	---- 24,2%	

ACEITE ESENCIAL ROMERO

GRANADA

<u>CONST.</u>	<u>EXPERIMENTALES</u>		<u>GUENTHER</u> (47)
D ₁₅	0,902	--- 0,910	0,905
R	+3,3	--- +9,3	+4,4
n _D	1,4662	--- 1,4699	
S	0,9/80°	--- 8,0/80°	10/80°
Est.	1,8%	--- 3,4%	2,9%
Al.L.	7,6%	--- 11,0%	
Al.T.	8,7%	--- 15,2%	15,1%
Cineol	17,4%	--- 20,4%	

<u>CONST.</u>	<u>TOERNER OCHOA</u> (90)		<u>DORRONSORO</u> (17)	
D ₁₅	0,900	-- 0,929	0,898	-- 0,908
R	+7,5	-- +9,5	+2,4	-- +3,4
n _D	1,4660	- 1,4728	1,4684	-- 1,4702
S			0,5/80°	--- 14/80°
Est.	1,09%	-- 3,19%	2,7%	-- 3,9%
Al.L.	4,6%	-- 16,0%	8,4%	-- 10,5%
Al.T.	6,8%	-- 17,1%	11,5%	-- 15,9%
Cineol				

ACEITE ESENCIAL ROMERO

MURCIA

<u>CONST.</u>	<u>EXPERIMENTALES</u>		<u>GUENTHER</u> (47)	
D ₁₅	0,901	- 0,905	0,903	- 0,895
R	- 5°	- +5,6	-2,3	- -0,3
n _D	1,4657	- 1,4700		
S	4,8/80°	- 9,1/80°	5,5/80°	- 10/80°
Est.	1,0%	- 3,9%	2,6%	- 2,8%
Al.L.	6,7%	- 8,9%		
Al.T.	8,4%	- 11,0%	10,4%	- 10,9%
Cineol	16,7%	- 25,4%		

<u>CONST.</u>	<u>S. SEGURA Y MARTINEZ</u> (83)		<u>DORRONSORO</u> (17)
D ₁₅		0,890	0,900
R		-10°	-3,4
n _D		1,4680	1,4725
S			15/80°
Est.	3,01%	-- 8,48%	3,0%
Al.L.	8,94%	-- 13,58%	5,4%
Al.T.	9,77%	-- 14,99%	7,9%

ACEITE ESENCIAL ROMERO

JAEN - CIUDAD REAL

<u>CONST.</u>	<u>EXPERIMEN.</u>	<u>GÜENTHER</u> (47)	<u>SEG/MART.</u> (83)	<u>DORRONS.</u> (17)
D ₁₅	0,905 -- 0,909	0,905	0,918	0,910
R	+6,0 -- +8,8	+4,5	+8,05	+6,6
n _D	1,4660 -- 1,4709		1,4715	1,4728
S	0,9/80° - 10,0/80°	6/80°		12/80°
Est.	1,9% -- 3,3%	2,8%		1,6%
Al.L.	7,4% -- 9,8%			8,5%
Al.T.	8,3% -- 13,6%	14,8%		10,1%
Cineol	16,6% -- 22,4%			

ACEITE ESENCIAL ROMERO ESPAÑOL

<u>CONST/</u>	<u>EXPERIMENTALES</u>	<u>GUENTHER</u> (47)	<u>GILDEMEISTER</u> (36)	<u>S.N.F.I.H.E.P.A.N</u> (110)	<u>NAT.FORMULARY XII</u> (108)	<u>U.S.P. XI</u> (101)	<u>B.P. COD. EX 1.963</u> (105)	<u>FARMAC.ESPAÑ. IX</u> (106)	<u>D.A.B. IV ALEM.</u> (102)	<u>CONST/</u>
D ₁₅	0,901 --- 0,910	0,900 --- 0,917	0,898 --- 0,920	0,896 --- 0,919	0,901 --- 0,919	0,901 --- 0,919	0,896 -- 0,913	0,895 --- 0,920	0,895 --- 0,915	D ₁₅
R	-5,0 --- +9,3	-0,6 --- +11,3	-6° --- +11,3	-7° --- +11,3	-5° --- +10°	-5° --- +10°	-5° -- +10°	-6° --- +15°	-5° --- +12°	R
n _D	1,4657 -- 1,4709	1,4682 -- 1,4712	1,4680 -- 1,4730	1,4670 -- 1,4730	1,4640 -- 1,4760	1,4640 -- 1,4760	1,4660 - 1,4740	1,4670 -- 1,4720		n _D
S	0,9/80° - 10/80°	4,5/80° - 10/80°	1/80° -- 8/80°	4/80° --- 10/80°		10/80°		8/80°		S
Est.	0,8% --- 3,9%	1,0% --- 3,9%	0,8% --- 7%	0,6% --- 7%	superior 1,5%	superior 2,5%	2% --- 5%			Ester.
Al.L.	6,5% --- 11,0%			8% -- 18%						Alc. L.
Al.T.	8,3% --- 15,2%	8,7% --- 15,6%	8,5% --- 14,3%		superior 8%	superior 10%	10% -- 18%			Alc. T.
Cineol	16,6% --- 25,4%						inferior 33,2%			Cineol

V.- CONCLUSIONES

V. CONCLUSIONES

Determinación de esencia en planta seca

1. La modificación de Cabo Torres a la ya clásica técnica de Clevenger se revela una vez más, como buen método de determinación de esencias en planta seca en el laboratorio.
2. Para el romero, operando con planta seca, sobre cantidades de 15-25 gr. y rendimientos de 1,6-2,3%, las desviaciones típicas equivalen al $\pm 2\%$ de la media.
3. Además de la precisión muy aceptable de la técnica, podemos subrayar que es sumamente veraz respecto a rendimientos reales de esencia en planta, por lo que constituye una valiosa orientación previa desde el punto de vista industrial.

Análisis olfativo

4. La mayor acentuación de algunas "notas" aromáticas comunes - especialmente la "cineólica" y la "mantecosa" - permite establecer pequeñas analogías y diferencias olfativas entre las cuatro provincias productoras de esencias de romero, que han sido estudiadas.
5. Existen en efecto, analogías olfativas entre:
 - Albacete-Murcia: nota "cineólica" y "mantecosa" más -
acentuada, ésta última aún más en esen-
cias murcianas
 - Granada-Jaén-C.R.: "nota cineólica" más debil, apare--

ciendo una nota algo "verde" y canforacea que se acentua en Granada.

Densidad

6. Las 674 determinaciones sobre 337 muestras analizadas permiten establecer, previo sencillo razonamiento estadístico, que la densidad, para esencias de romero - españolas, flúctua entre:

$$0,901 \text{ --- } 0,910$$

debiendo considerar sospechoso todo dato fuera de dichos límites.

7. Una posible influencia ecológica, reflejada en la densidad de las respectivas esencias de las regiones andaluza y murciana, no resulta concluyente puesto que la diferencia entre las medias está en la frontera de lo significativo: $0,907 \pm 0,02$ (Jaén) y $0,903 \pm 0,02/$ (Murcia).

Rotación

8. Respecto al poder rotatorio, las esencias de romero español presentan un amplio margen de variabilidad, tanto respecto a valores absolutos como al signo de la desviación.
9. De la anterior conclusión dan idea los datos que se resumen.

Vease cuadro pagina siguiente:

	<u>LEVO</u>		<u>DEXTRO</u>		<u>INACT.</u>
	<u>%</u>	<u>Valor medio</u>	<u>%</u>	<u>Valor medio</u>	<u>%</u>
Albacete	70%	-3,1	30	+2,9%	0
Granada	7%	-1,1	93	+6,3%	0
Jaén-C.Real	0%		100	+7,4%	0
Murcia	53,9%	-3,4	41,9	+3,9%	4,2%

Este esquema y resumen de datos permite a su vez puntualizar que las 1.011 determinaciones realizadas sobre numerosas muestras de esencias de romero españolas afirman sin lugar a dudas que los 2/3 del total (66,2%) son dextro, 1/3 (32,7%) levo y sólo pequeña proporción (1,1%) inactivas.

10. Pudiera aventurarse la hipótesis -sujeta a posterior comprobación- de que dichas amplias variaciones en el poder rotatorio de la esencia de romero no parecen surgir anárquicamente, sino que muestran una coincidencia con lo ecológico; Parece que las zonas más meridionales producirían esencia dextro, mientras que algo más al norte (albacete) el predominio es de tipo levo; la región Murciana intermedia da prácticamente valores intermedios.

Indice de Refracción

11. Con una seguridad del 95% puede afirmarse que el índice de refracción para nuestras esencias de romero fluctúan entre 1,4659 - 1,4709, considerable dispersión dentro de lo relativamente poco variable que es-

te dato suele ser para un mismo grupo de sustancias ;
unicamente las muestras de Albacete dieron resultados
muy constantes.

12. En esta constante no se aprecia diferencia significativa alguna, imputable al origen geográfico.

Solubilidad

13. Los estudios de las solubilidades en las muestras analizadas resultan sorprendentes en una primera discusión de los resultados, pues su enorme dispersión se sale del marco de lo cuantitativo para entrar en lo cualitativo.
14. Ampliación de la anterior conclusión es el hecho de que aproximadamente el 67% de las muestras son solubles en alc. 80° en cantidades variables (0,9/80 a 10/80), el 22% no llegan a la total solubilidad (opalinos), un 9% dan una emulsión francamente turbia y el 2% son insolubles. Es pues concluyente que la solubilidad en alc. 80° de las esencias naturales no es una constante sino una característica.
15. Los % de muestras totalmente solubles en cada provincia varia considerablemente de unas a otras, desde cerca del 80% que dá Granada hasta poco más del 50% de Murcia. Si, en argo, totalizando tantos % de solubles y opalinos, los resultados se igualan, dando el máximo siempre Granada con 93% y el mínimo de 85% -- Jaén-C.Real. Ello nos mueve a proponer la admisión de los dudosos datos de opalinidad y el rechace como sol

pechosa de toda esencia de romero insoluble

Esteres (Borneol combinado)

16. La determinación de ésteres (expresados como acetato de bornilo) y el estudio y discusión de resultados, - permite establecer como límites admisibles 0,8 - 3,9% aunque las medias de cada provincia sólo fluctúan entre 2,2 y 2,6%. Esta pequeña variación entre las medias máxima y mínima y la considerable dispersión de los resultados aislados, demuestran claramente la ausencia de influencia del aspecto ecológico en el contenido cuantitativo de ésteres.

Alcohol Libre (Borneol)

17 Los límites de alcohol libre expresado en Borneol para el aceite esencial de Romero Español se establecen en 6,5% --- 11,0%.

Alcohol Total (Borneol libre + combinado)

18. Los límites admisibles para alcoholes totales, expresados en Borneol se establecen entre 8,3% -- 15,2% - aunque -como ocurría en el borneol combinado (conclusión 16)- las medias fluctuaran poco: 9,5% ± 1,2 y - 11,5% ± 2. Lo demás corre también paralelo (ausencia de influjo de lo ecológico).

Cineol

19. Las medias provinciales del cineol han variado entre

18,9% - 22,8%, pero un adecuado estudio y discusión de resultados, como viene haciendo, aboga por establecer como límites admisibles para los aceites esenciales de romeros españoles

16,6% --- 25,4%

20. Escalonando los datos de las muestras de cada provincia en orden de sus valores, no llevan a la admisión de una paulatina o gradual influencia del origen geográfico. Pero la diferencia entre la que da el máximo (Albacete) y la que da el mínimo (Jaén-C Real) si muestra cierta significación.
21. Pese a que las diferencias escalonadas no sean matemáticamente significativas, lo cierto es que, estudiando comparativamente los resultados medios de cineol y de alcoholes (borneol), se observa una correlación inversa entre ambas series, respecto a los orígenes geográficos, de esta forma: Alcoholes (borneol): (GR)-(J-C.R.)-(MU)-(AB); Cineol: (AB)-(MU)-(J-C.R.)-(GR).

Cromatografía Gaseosa

22. El estudio realizado mediante cromatografía gaseosa, sobre "conjuntos" de las cuatro áreas geográficas, - empleando también borneol y cineol puros, han permitido detectar, sin lugar a dudas, dichos componentes en las esencias de romero.
23. Una apreciación semi-cuantitativa de los cromatogramas obtenidos permite concluir que los contenidos me

dios de ambos componentes, son del orden establecido mediante los límites analíticos usuales.

24. También corrobora la cromatografía gaseosa la correlación inversa apuntada en la conclusión 21 entre los contenidos en borneol y cineol de las cuatro provincias estudiadas. Basados en dicha observación ratificada ahora, nos permitimos emitir la hipótesis de la posible existencia de una relación biosintética en el quimismo vegetal, entre cineol y borneol. La confirmación incuestionable de tal hipótesis que tímidamente emitimos ahora, sería interesante tema de investigación, tanto farmacognóstica como bioquímica y fisiológica vegetal.

Comparación Analítica

25. Como se ha podido comprobar en la comparación analítica, las diferencias entre los distintos autores es grande, bien por trabajar con pequeño número de muestras o ser estas no genuinas. Por tanto, creemos que con el presente trabajo aportamos un estudio fidedigno, apoyado en un número de muestras genuinas muy amplio, por lo que los límites obtenidos son verdaderos, haciendo que aquellos aceites esenciales de romero no genuinos sean detectados con facilidad y no admitidos; y la industria española de los aceites esenciales tenga un punto de apoyo para defender la pureza de este producto.

VI.- BIBLIOGRAFIA

VI. B I B L I O G R A F I A

1. BAKER Y SMITH.- Eucalyptus and their Essential Oil, -
364, 2, Ed. Sydney (1921).
2. BERTHELOT M.- Sceances Acad. Sci. 55, 496, 544 (1862)
3. BOAKE A. ROBERTS.- Gas líquido cromatography, E. 15,-
London.
4. BOERHAVE H.- Lugdur Batavoru, Londini (1732), Veneti,
(1746).
5. BOSART.- Ind. Eng. Chem. 28, 867 (1936).
6. BOSART.- Perfum. Ess. Oil Record, 28, 95 (1937).
7. BOULEZ.- Bull. Soc. Chim. 4, 1, 117, (1907).
8. BOULEZ.- Bull. Soc. Chim. 4, 35, 419, (1924).
9. BRUYLANTS.- Pharm.Chim IV, 29, 508, (1879)
10. BURCHFIELD M.P. Y STORRS E.E.- Biochemical Applicatio
ons of Gas Chromatography, 5, 371, Lon-
don (1962).
11. CABO TORRES Y PARDO GARCIA.- Guia de Prácticas de -
Farmacognosia, 144, 2Ed., Granada (1962)
- 11b. CHARABOT. E.- Bull. Soc. Chim., III, 23, 187 France
(1900).
12. CLEVINGER J.F.- J. Amer. Pharm. Ass., 17, 345 (1935)
13. COCKING T.- Perf. Ess. Oil Record, 11, 281 (1920).
14. DANIELS, MATHEWS AND WILLIANS.- Experimental Physi--
cal Chemistry, 44, New York (1941).
15. DELLA PORTAE J.B.- Magiae naturalie libri XX. Liber
de destillatione, 385.
16. DESTY D.N. Y MARBOURN C.L.A.- Vapour Phase Chromato-
graphy, 317, London (1956).

17. DORRONSORO B.- Estudio químico de esencias naturales españolas, 124, Madrid (1919).
18. DORIA R.- Las plantas ¿ como forman los aceites esenciales? Dragoco Report, 209, IX, (1965).
19. DUMAS J.B.- Liebigs Ann.Chem., 6, 245 (1833).
20. DURVELLE J.P.- Fabrication des essences et des parfums, 352, París (1908).
21. DURVELLE J.P.- Fabrication des essences et des Parfums, 12, 159 París (1908).
22. DURVELLE J.P.- Fabricacion des essences et des Parfums, 165, París (1908).
23. DURVELLE J.P.- Fabrication des essences et de parfums, 163, París (1908).
- 23b. ELLMER W.- Soap, Perfumery and Cosmetic, VI, 544, - London (1965).
24. FENAROLI G. Sostanza Aromatiche Naturali, I, 875, Milano (1963).
25. FENAROLI G./- Sostanza Aromatiche Naturali, I, 168, - Milano (1963).
26. FINDLAY.- Introducci3n to Physical Chemistry, 103, - (1933).
27. FIORE.- Ess. Oil Association of USA, I, 15 (1943).
28. FRITZSCHE BROTHERS.- Manual de Laboratorio, Dr. Guenther
29. GARCIA ARAEZ H.- Esencias naturales, 255, Madrid - (1953).
30. GEOFFROY J.- Memoires de L'Academie des Sciences de París, 163, (1721).

31. GILDEMEISTER E. Y STEPHAN K.- Arch. Pharm., 235, 586
Leipzig (1879).
32. GILDEMEISTER E. Y STEPHAN K.- Die Atherischen Ole, -
III, 446, Leipzig (1916).
33. GILDEMEISTER E. Y HOFFMANN.- Die Atherischen Ole, II,
34, Leipzig (1960),
34. GILDEMEISTER E Y HOFFMAN.- Die Atherischen Ole, II,-
198, Leipzig, (1960).
35. GILDEMEISTER E. Y HOFFMANN.- Die Atherische Ole, II,
262, Leipzig (1960).
36. GILDEMEISTER E. Y HOFFMANN.- Die Atherischen Ole, VII
16, Leipzig (1960).
- 37 y 38. GIL MONTERO J.- Ion, 698, Madrid (1956).
39. GIVAUDAN.- Index II Ed. 362, New York (1961).
40. GLICHITICH.- Bull. Soc. Chim., 4, 33, 1284 (1923).
41. GRANADOS R.- Introducción al estudio de los compuestos
orgánicos, 316, 351, Valladolid (1956).
42. GUENTHER E.- The Ess. Oils, III, 696, New York (1948).
43. GUENTHER E.- The Ess. Oils, I, 243, New York (1948).
44. GUENTHER E. The Ess. Oils, I, 246, New York (1948).
45. GUENTHER E.- The Ess. Oils, I, 265, New York (1948).
46. GUENTHER E.- The Ess. Oils, I, 273, New York (1948).
47. GUENTHER E.- The Ess. Oils, III, 698, New York (1949).
48. HALLER A.C.R.- Sceances Acad. Sci. 108, 1398 (1889).
49. HARVEY T.F.- J Soc. Chem.Ind. 24, 717 (1905).
50. HESSLER FR.- Sri Madhusuadana-Gupata Calenta (1835).
51. HOLNESS B.A. J. Soc. Cosmetic Chem. Xi, 7, 371, (1961)
52. HOBEN WYL.- Methoden d. Organ. Chemie, 411, Stuttgart
(1955).

53. HOBEN WYL.- Methoden D. Organ. Chemie, 429, Stuttgart (1955).
54. IKEDA Y TAKEDA.- J.Chem. Soc., 57, 442, Japan (1963).
55. JEANCARD P.- Les parfums Chimie et Industrie, 59 ,Pa
ris
56. JEANCARD P.- Les parfums Chimie et Industrie, 63, Pa
ris (1927),
57. JEANCARD P.- Les Parfums Chimie et Industrie, 63, Pa
ris (1927).
58. JEANCARD P.- Les Parfums Chimie et Industrie, 64, Pa
ris (1927).
59. KANE R/ J.- Pracktk. Chem., 15, 156, (1838)
60. KLEBER Y VON RECHEMBERG J.- Prakt. Chem. II, 101, 171
(1921).
61. LALLEMAND A.- Liebigs. Ann. Chem 114, 197 (1860).
62. LANDOLT H.- The optical rotatif power of organic sub
stances and its appractical application,
Easton, (1902).
63. LONDAM M.- American Perfumer, 297, (1951).
64. MAS GUINDAL J.- Plantas con esencias y resinas, 60 -
(1944).
65. MONROE H.J.- Soap, Perfumery and Cosmetics, 12, 6, -
23, (1936).
66. NACH K. IRK.- Pharmz. Zentralhalle, 55, 789, (1914).
67. NEGRI RICO G.- Afinidad, Nov.-Dic. (1961).
68. PATIN J. Y VIGNAM M.- Ind. perfumerie, 4. 257 (1949).
69. PERKIN ELMER.- Instrumts. news, I, (1959),
70. SABETAY S.- Bull.Soc. Chim IV, 33, 1285 France (1923).
71. SANSSURE TH.- Ann.Chim et de Phys. II, 13, 278 (1820).

72. SAXL E. J.- Chemist Analyst, 32, 11, (1943).
73. SCAMEN Y HELBINGS.- Pharmacological Record XXIV, London (1893).
74. SCHIMMEL.- Ber. Schimmel, 93, (1917).
75. SCHIMMEL.- Ber. Schimmel, 39, (1912).
76. SCHIMMEL.- Ber. Schimmel, 128, (1907).
77. SCHIMMEL.- Ber. Schimmel, 38, (1893).
78. SCHIMMEL.- Ber. Schimmel, 25, (1921), 51, (1926).
79. SCHELENK W.- J. Analyst, 77, 867, (1925).
80. SCLENK W.- Tratado de Química Orgánica, I, 124, Madrid (1943).
81. SCHMIEDER G.- Geschichte der Alchimie, 34, Halle - (1832).
82. SCHENEIDER Y DAWNER.- Pharm. Arch., 4, 167, (1936).
83. SEGURA Y MARTINEZ.- Separata, 23, Madrid (1936).
84. SHAPTER R. E.- Perf. Ess. Oils Record, 15, 423, (1924).
85. SINDHOFF K.- Sämtliche Werke, herausgegeben, Berlin- (1922).
86. STEET W. R.- Analyst, 61, 687, (1936).
87. STEINMETZ.- Codex Vegetabilis, 980, Ed.II, Amsterdam (1957).
88. STEPHAN K.J.- Prakt, Chem. II, 60, 248, (1899).
89. TILDE W/ J.- Chem. Soc., 28, 514, London (1875).
90. TORNER OCHOA.- Contribución al estudio de los aceites esenciales, I, 221, Madrid (1966).
91. TRABAUD L.- Ind. Parfumerie, 3, 139, (1948).
92. TURRILL - Kew Bull, 105, (1923)
93. VERNIN GASTON - Les techniques analytiques modernes, leurs applications en parfumerie, 1, 33 (1964)

94. VILLANOVA ARNALDO.- Opera Omnia, Cap. De vinis-Vene-
ti, 589-590 (1595).
95. VILLAVECHIA V.- Química Analítica Aplicada, II, 654,
Barcelona (1949).
96. WALLACH O.- Zweite Auflage, Leipzig (1914).
97. WEBER E.- Liebigs Ann.Chem., 238, 89, (1887).
98. WEGSCHEIBER R.Z.- Physik Chem.Ann., 532, (1922).
99. WILLIAMS P.L.- Causas de error en análisis cuantita-
tivo en Gas-cromatografía, Comunicación
Abrac, Londres (1965).
100. THE AMERICAN PHARMACOPEIA.- XII, 8, New York (1965)
101. THE AMERICAN PHARMACOPEIA.- XII, 266, New York (1965)
102. FARMACOPEA ALEMANA DAB- 6, 490, Stuttgart (1951).
103. THE BRITISH FARMACOPEIA.- 1016, London, (1936).
104. THE BRITISH PHARMACOPEIA.-, 3, London (1936)
105. THE BRITISH PHARMACOPEIA.- 569, London (1959).
106. FARMACOPEA ESPAÑOLA.- IX, Ed.II, 452, Madrid (1954)
107. THE NATIONAL FORMULARY.- XII, 469, New York (1963).
108. THE NATIONAL FORMULARY.- XII, 349, New York (1965).
109. THE NATIONAL FORMULARY.- XII, 350, New York (1965).
110. SNPIHEPAN.- XII, 97, Grasse (1959).

Di -

118
LIGENCIA.-

Reunido en el día de la fecha el Tribunal que suscribe, acordó por unanimidad calificarla con sobresaliente "cum laude"

Muado 21 de febrero de 1969


EL PRESIDENTE.-



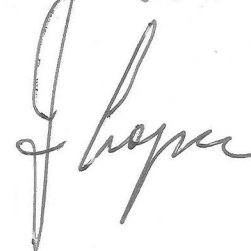
EL VOCAL



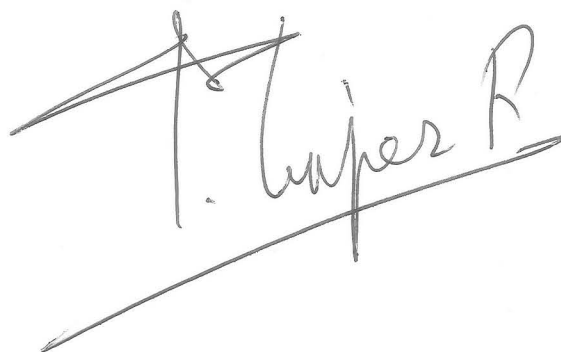
EL VOCAL



EL VOCAL



EL SECRETARIO





Biblioteca Universitaria de Granada



01052060