

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS**



**TESIS DOCTORAL**

**Variación de la composición de aceites esenciales del género  
Citrus**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

**Héctor Alonso Miguel**

Directora

**María José Pérez Alonso**

Madrid

© Héctor Alonso Miguel, 2021

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS**



**UNIVERSIDAD**  
**COMPLUTENSE**  
**MADRID**

**VARIACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DE ACEITES ESENCIALES**  
**DEL GÉNERO *CITRUS***

TESIS DOCTORAL EN BIOLOGÍA

Héctor Alonso Miguel

Directora

Doctora María José Pérez Alonso



**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS**



**TESIS DOCTORAL**

VARIACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DE ACEITES ESENCIALES DEL GÉNERO *CITRUS*

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR:

Héctor Alonso Miguel

Directora:

M<sup>a</sup> José Pérez Alonso





“Los árboles que tardan en crecer llevan la mejor fruta”

Molière



## AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a todas aquellas personas que han hecho posible de una manera u otra este trabajo:

En primer lugar, a la Dra. M<sup>a</sup> José Pérez Alonso por su tiempo y dedicación en este trabajo y por todo lo aprendido en estos cursos, sobre botánica, química, aromas, concursos, cocina... y por lo que ocurriese en el laboratorio. Gracias por su confianza en mí todo este tiempo, por dejarme investigar los “y si” que se planteasen a lo largo del camino.

A David Varela Sánchez por las tardes hablando esperando a que se terminaran las destilaciones y ver quién continuaba produciendo, por los momentos de vigilancia cuidando exámenes o cuando recogíamos y terminábamos con las catas.

A la Dra. Ana Cristina Soria del Instituto de Química Orgánica General del CSIC y a éste por su trabajo y ánimos hasta la última muestra. Sin vuestra colaboración no hubiese sido posible hacer esta tesis.

Al Dr. Carlos Vicente Córdoba por descubrirme la parte de la biología que más me gusta y al Dr. José María Gabriel y Galán por la colaboración y momentos compartidos.

A los compañeros del Real Jardín Botánico Alfonso XIII por estos años trabajando juntos cada mañana.

A todas esas personas que me han ayudado a la obtención de muestras durante estos años.

A todos esos amigos que estaban para hablar y desconectarme a veces a la fuerza, por ayudarme a respirar y seguir.

A Manu por ser el primero en aguantar las idas y venidas de información aleatoria sobre los cítricos, olores y en general de cualquier cosa.

Y especialmente a mi familia por permitir formarme y que a pesar de no entender algunas veces lo que digo están ahí para escucharme.



## Índice General

RESUMEN.....	1
SUMMARY .....	3
1. INTRODUCCIÓN .....	7
1.1. Género <i>Citrus</i> .....	7
1.2. Origen y Filogenia.....	12
1.3. Aceites Esenciales .....	14
1.3.1. Síntesis de Aceites Esenciales.....	16
1.3.1.1. Terpenoides .....	16
1.3.1.2. Arilpropanoides .....	18
1.3.2. Técnicas de Extracción.....	19
1.4. Antecedentes Bibliográficos del Género <i>Citrus</i> .....	20
1.4.1. Usos Tradicionales .....	20
1.4.2. Composición.....	21
2. OBJETIVOS .....	25
3. MATERIAL Y MÉTODOS .....	29
3.1. Selección y Conservación de Muestras.....	29
3.2. Extracción de Aceites Esenciales .....	31
3.2.1. Extracción hasta Agotamiento de Muestra.....	33
3.2.2. Extracción de Compuestos Glicosilados .....	33
3.3. Análisis por Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de Masas .....	34
3.3.1. Análisis cualitativo .....	34
3.3.2. Análisis cuantitativo .....	34
3.4. Análisis Estadístico .....	36
4. RESULTADOS .....	39
4.1. Análisis Químico y Estadístico de Especies Parentales .....	39
4.1.1. <i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	39
4.1.2. <i>C. maxima</i> (Pampelmusa) .....	53
4.1.3. <i>C. medica</i> (Cidra) .....	60
4.1.4. <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir) .....	70
4.1.5. <i>C. japonica</i> (Kumquat).....	78
4.2. Análisis Químico y Estadístico de Especies Híbridas .....	86
4.2.1. <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga).....	86
4.2.2. <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce).....	98
4.2.3. <i>C. paradisi</i> (Pomelo) .....	115
4.2.4. <i>C. limon</i> (Limón).....	123

4.2.5.	<i>C. aurantifolia</i> (Lima).....	139
4.2.6.	<i>C. mitis</i> (Calamondín).....	150
4.2.7.	<i>C. x floridana</i> (Limequat).....	157
4.2.8.	<i>C. x bergamia</i> (Bergamota).....	164
4.3.	Análisis Químico y Estadístico de <i>C. junos</i> (Yuzu).....	171
4.4.	Análisis Químico y Estadístico del Aceite Esencial obtenido hasta Agotamiento de Muestras.....	178
4.5.	Análisis Químico y Estadístico de Muestras Tratadas.....	196
4.6.	Análisis Estadísticos Interespecífico de la Composición Volátil.....	201
4.6.1.	Especies Parentales.....	201
4.6.1.1.	Exocarpo.....	202
4.6.1.2.	Zumo.....	203
4.6.1.3.	Hoja.....	204
4.6.2.	Especies Híbridas.....	205
4.6.2.1.	Exocarpo.....	206
4.6.2.2.	Zumo.....	207
4.6.2.3.	Hoja.....	208
4.6.3.	Especies de Parentales, Híbridos y Yuzu.....	209
4.6.3.1.	Exocarpo.....	210
4.6.3.2.	Zumo.....	211
4.6.3.3.	Hoja.....	212
5.	DISCUSIÓN.....	216
5.1.	Especies de Parentales.....	216
5.1.1.	<i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	218
5.1.2.	<i>C. maxima</i> (Pampelmusa).....	220
5.1.3.	<i>C. medica</i> (Cidra).....	221
5.1.4.	<i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir).....	222
5.1.5.	<i>C. japonica</i> (Kumquat).....	223
5.2.	Especies Híbridas.....	223
5.2.1.	<i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga).....	225
5.2.2.	<i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce).....	226
5.2.3.	<i>C. paradisi</i> (Pomelo).....	228
5.2.4.	<i>C. limon</i> (Limón).....	228
5.2.5.	<i>C. aurantifolia</i> (Lima).....	229
5.2.6.	<i>C. mitis</i> (Calamondín).....	230
5.2.7.	<i>C. x floridana</i> (Limequat).....	231
5.2.8.	<i>C. x bergamia</i> (Bergamota).....	231
5.3.	<i>C. junos</i> (Yuzu).....	232

5.4.	Aceites Esenciales obtenidos hasta Agotamiento de Muestras .....	232
5.5.	Muestras Tratadas .....	234
5.6.	Todas las Especies.....	235
5.7.	Comparación entre Aceite Esencial de Exocarpo, Zumo y Hoja .....	237
6.	CONCLUSIONES .....	242
7.	BIBLIOGRAFÍA.....	246

## Índice de Figuras

Figura 1. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	50
Figura 2. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	50
Figura 3. ACP de la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	51
Figura 4. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	51
Figura 5. ACP de la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	52
Figura 6. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	52
Figura 7. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	53
Figura 8. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. maxima</i> (Pampelmusa). ....	60
Figura 9. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. medica</i> (Cidra). ....	67
Figura 10. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. medica</i> (Cidra).....	68
Figura 11. ACP de la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. medica</i> (Cidra). ....	68
Figura 12. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. medica</i> (Cidra).....	69
Figura 13. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. medica</i> (Cidra). ....	69
Figura 14. ACP basado en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir).....	78
Figura 15. ACP basado en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. japonica</i> (Kumquat). ....	85
Figura 16. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ....	95
Figura 17. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ....	95
Figura 18. ACP de la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga).....	96
Figura 19. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ....	96
Figura 20. ACP de la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga).....	97
Figura 21. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ....	97
Figura 22. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ....	98
Figura 23. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. sinensis</i> (Naranja dulce). ....	112
Figura 24. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). ....	112

Figura 25. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. sinensis</i> (Naranja dulce). .....	113
Figura 26. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). .....	113
Figura 27. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. sinensis</i> (Naranja dulce). .....	114
Figura 28. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). .....	114
Figura 29. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. sinensis</i> (Naranja dulce). .....	115
Figura 30. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. paradisi</i> (Pomelo). .....	122
Figura 31. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. limon</i> (Limón). .....	136
Figura 32. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. limon</i> (Limón). .....	136
Figura 33. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. limon</i> (Limón). .....	137
Figura 34. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. limon</i> (Limón). .....	137
Figura 35. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. limon</i> (Limón). .....	138
Figura 36. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. limon</i> (Limón). .....	138
Figura 37. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. limon</i> (Limón). .....	139
Figura 38. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	147
Figura 39. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	147
Figura 40. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	148
Figura 41. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	148
Figura 42. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	149
Figura 43. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	149
Figura 44. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). .....	150
Figura 45. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. mitis</i> (Calamondín). .....	157
Figura 46. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. x floridana</i> (Limequat). .....	164
Figura 47. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. x bergamia</i> (Bergamota). .....	170
Figura 48. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de <i>C. junos</i> (Yuzu). .....	177
Figura 49. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales hasta agotamiento. ....	191

Figura 50. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales hasta agotamiento.....	192
Figura 51. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales las primeras 8 horas y hasta agotamiento.....	192
Figura 52. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de híbridos y yuzu hasta agotamiento. ....	193
Figura 53. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de híbridos y yuzu hasta agotamiento. ....	194
Figura 54. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de híbridos y yuzu las primeras 8 horas y hasta agotamiento. ....	194
Figura 55. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales, híbridos y yuzu hasta agotamiento. ....	195
Figura 56. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, híbridos y yuzu hasta agotamiento. ....	196
Figura 57. ACP muestras experimento glicosilados. ....	200
Figura 58. ACP muestras de exocarpo, zumo y hoja de muestras de parentales.....	201
Figura 59. ACP muestras de exocarpo de muestras de parentales. ....	202
Figura 60. ACP muestras de zumo de muestras de parentales. ....	203
Figura 61. ACP muestras de hoja de muestras de parentales. ....	204
Figura 62. ACP muestras de exocarpo, zumo y hoja de muestras de híbridos.....	205
Figura 63. ACP muestras de exocarpo de muestras de híbridos. ....	206
Figura 64. ACP muestras de zumo de muestras de híbridos. ....	207
Figura 65. ACP muestras de hoja de muestras de híbridos. ....	208
Figura 66. ACP con todas las muestras de parentales, híbridos y yuzu. ....	209
Figura 67. ACP con todas las muestras de exocarpo de parentales, híbridos y yuzu.....	210
Figura 68. ACP con todas las muestras de zumo de parentales, híbridos y yuzu.....	211
Figura 69. ACP con todas las muestras de hojas de parentales, híbridos y yuzu. ....	212

## Índice de Gráficos

Gráfico 1. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. reticulata</i> (Mandarina).....	48
Gráfico 2. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. maxima</i> (Pampelmusa).....	59
Gráfico 3. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. medica</i> (Cidra). .....	66
Gráfico 4. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencia de <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir). .....	76
Gráfico 5. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. japonica</i> (Kumquat).....	84
Gráfico 6. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). .....	94
Gráfico 7. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce).110	
Gráfico 8. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. paradisi</i> (Pomelo). .....	121
Gráfico 9. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. limon</i> (Limón). .....	134
Gráfico 10. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). ....	146
Gráfico 11. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. mitis</i> (Calamondín). ....	156
Gráfico 12. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. x floridana</i> (Limequat). 163	
Gráfico 13. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. x bergamia</i> (Bergamota). .....	169
Gráfico 14. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de <i>C. junos</i> (Yuzu). .....	176
Gráfico 15. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de Exocarpo llevados a Agotamiento. ....	190
Gráfico 16. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de 8 horas de Exocarpo. ....	190
Gráfico 17. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de Experimento de <i>C. japonica</i> (Kumquat). .....	199

## Índice de Imágenes

Imagen 1. Mapa de Superficie Total Plantación de Cítricos. ....	7
Imagen 2. Genomics of the origin and evolution of <i>Citrus</i> . <i>Nature</i> . (Wu <i>et al.</i> , 2018). ....	12
Imagen 3. Genomics of the origin and evolution of <i>Citrus</i> . <i>Nature</i> . (Wu <i>et al.</i> , 2018)). ....	13
Imagen 4. Relación Filogenética del Género <i>Citrus</i> . ....	14
Imagen 5. a) Isopentenil-pirofosfato (IPP) b) Dimetil-alil-pirofosfato (DMAPP).....	16
Imagen 6. Biosíntesis de Terpenoides (Pyne <i>et al.</i> , 2019). ....	17
Imagen 7. Ruta de Síntesis de Fenilpropanoides (Pyne <i>et al.</i> , 2019). ....	18
Imagen 8. Clevenger modificado (Vardulaki, 1997).....	32
Imagen 9. Ejemplo de Cromatogramas de <i>C. x floridana</i> (Limequat).. ....	35

## Índice de Tablas

Tabla 1. Clasificación de Terpenos. ....	18
Tabla 2. Usos tradicionales. ....	20
Tabla 3. Muestras de Parentales. ....	30
Tabla 4. Muestras de Híbridos. ....	30
Tabla 5. Muestras de Cítrico externo. ....	31
Tabla 6. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	39
Tabla 7. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	40
Tabla 8. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	43
Tabla 9. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. reticulata</i> (Mandarina). ....	45
Tabla 10. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. maxima</i> (Pampelmusa). ....	53
Tabla 11. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. maxima</i> (Pampelmusa). ....	54
Tabla 12. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. maxima</i> (Pampelmusa). ....	56
Tabla 13. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. maxima</i> (Pampelmusa). ....	57
Tabla 14. Rendimiento de Aceites Esenciales de <i>C. medica</i> (cidra). ....	60
Tabla 15. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. medica</i> (Cidra). ....	61
Tabla 16. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. medica</i> (Cidra). ....	63
Tabla 17. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. medica</i> (Cidra). ....	64
Tabla 18. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir). ....	70
Tabla 19. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir). ....	70
Tabla 20. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir). ....	72
Tabla 21. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir). ....	74
Tabla 22. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. japonica</i> (Kumquat). ....	78
Tabla 23. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. japonica</i> (Kumquat). ....	79
Tabla 24. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. japonica</i> (Kumquat). ....	80
Tabla 25. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. japonica</i> (Kumquat). ....	82
Tabla 26. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ....	86
Tabla 27. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). .....	87
Tabla 28. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). ..	89
Tabla 29. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga). .	91
Tabla 30. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). ....	99
Tabla 31. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). ..	100
Tabla 32. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). ....	103
Tabla 33. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce). ....	106
Tabla 34. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. paradisi</i> (Pomelo). ....	116
Tabla 35. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. paradisi</i> (Pomelo). ....	116
Tabla 36. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. paradisi</i> (Pomelo). ....	118
Tabla 37. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. paradisi</i> (Pomelo). ....	120
Tabla 38. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. limon</i> (Limón). ....	123
Tabla 39. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. limon</i> (Limón). ....	125
Tabla 40. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. limon</i> (Limón). ....	128
Tabla 41. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. limon</i> (Limón). ....	131
Tabla 42. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). ....	140
Tabla 43. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). ....	140
Tabla 44. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). ....	142
Tabla 45. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. aurantifolia</i> (Lima). ....	144
Tabla 46. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. mitis</i> (Calamondín). ....	150
Tabla 47. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. mitis</i> (Calamondín). ....	151
Tabla 48. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. mitis</i> (Calamondín). ....	153

Tabla 49. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. mitis</i> (Calamondín). .....	154
Tabla 50. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. x floridana</i> (Limequat). .....	157
Tabla 51. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. x floridana</i> (Limequat). .....	158
Tabla 52. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. x floridana</i> (Limequat). .....	159
Tabla 53. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. x floridana</i> (Limequat). .....	161
Tabla 54. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. x bergamia</i> (Bergamota). .....	164
Tabla 55. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. x bergamia</i> (Bergamota). ..	165
Tabla 56. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. x bergamia</i> (Bergamota). .....	166
Tabla 57. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. x bergamia</i> (Bergamota). .....	168
Tabla 58. Rendimiento de Aceite Esencial de <i>C. junos</i> (Yuzu). .....	171
Tabla 59. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de <i>C. junos</i> (Yuzu). .....	171
Tabla 60. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de <i>C. junos</i> (Yuzu). .....	173
Tabla 61. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de <i>C. junos</i> (Yuzu). .....	175
Tabla 62. Rendimiento de Aceite Esencial hasta Agotamiento. .....	178
Tabla 63. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de Parentales hasta Agotamiento. 180	
Tabla 64. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de Híbridos y Yuzu hasta Agotamiento. ....	185
Tabla 65. Rendimiento de Aceite Esencial de Exocarpo Experimento Kumquat <i>C. japonica</i> (kumquat). .....	197
Tabla 66. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de Experimento de <i>C. japonica</i> (Kumquat). ..	197

## RESUMEN

El objeto de este estudio es analizar la variación de la composición del aceite esencial del género *Citrus* obtenido mediante hidrodestilación en corriente de vapor de hoja y fruto, dividiéndose este último en exocarpo y zumo. Las especies que se han utilizado provienen de cultivo ecológico a lo largo de cuatro años y se presentan a continuación: *Citrus reticulata* Blanco (Mandarina), *Citrus maxima* (Burm.) Merr. (Pampelmusa), *Citrus medica* L. (Cidra), *Citrus hystrix* DC. (Lima Kaffir), *Citrus japonica* Thunb. (Kumquat), *Citrus x aurantium* L. (Naranja amarga), *Citrus sinensis* (L.) Osbeck (Naranja Dulce), *Citrus paradisi* Macfad. (Pomelo), *Citrus limon* (L.) Osbeck (Limón), *Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle (Lima), *Citrus mitis* Blanco (Calamondín), *Citrus x floridana* (J.W.Ingram & H.E.Moore) Mabb. (Limequat), *Citrus x bergamia* (Risso) Risso & Poit (Bergamota), *Citrus junos* Siebold ex Tanaka (Yuzu). Además, se ha llevado a agotamiento al menos una muestra de exocarpo de cada especie y se ha estudiado el efecto de la  $\beta$ -glucosidasa en el proceso de hidrodestilación de exocarpo de *C. japonica*.

En todos los casos las muestras de aceite esencial obtenidas fueron analizadas mediante cromatografía de gases (CG) y cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG/EM), identificándose los compuestos que forman dichas esencias mediante los índices de retención, espectro de masas y la bibliografía.

Se han observado las variaciones en función de la relación genética que une a las especies mencionadas, habiéndose diferenciado las cinco primeras como parentales según la bibliografía consultada, y siendo las restantes híbridos, excepto *C. junos*, especie independiente al resto. También se ha analizado la variación del aceite esencial en función de la parte destilada, procedencia, año, tiempo de destilación o tratamiento de la muestra.

Los resultados con respecto al rendimiento obtenido indican una menor producción de esencia en muestras de zumo además de ser menos variables en comparación a muestras de exocarpo u hoja, independientemente de la especie. En éstas últimas se ha obtenido el mayor rendimiento de esencia, concretamente de *C. reticulata*. En cuanto a la procedencia parece ser un factor determinante en el rendimiento tanto en *C. reticulata* como de *C. limon*, mientras que en *C. x aurantium* el factor que influye es la temporada de las muestras. Además, el tiempo de hidrodestilación de exocarpo hasta la extracción total de su esencia es variable, y siempre mayor de 8 horas y el tratamiento con  $\beta$ -glucosidasa aumenta el rendimiento de esencia de exocarpo de *C. japonica*.

Por un lado en cuanto a la composición se ha encontrado menor riqueza de compuestos en esencia de zumo de *C. medica* y mayor en hoja de *C. x aurantium*. Por otro lado, todas las muestras de exocarpo están constituidas principalmente por monoterpenos, aumentando la proporción de sesquiterpenos en los casos que se han llevado a agotamiento, siendo esto interesante para perfumes y productos cosméticos al aumentar su durabilidad. En el caso de las

muestras correspondientes de zumo y hoja también están compuestas principalmente por monoterpenos en la mayoría de los casos, pero presentan mayores niveles de sesquiterpenos, formando la mayor parte de la esencia en algunas ocasiones como en zumos y hojas de *C. sinensis*, *C. paradisi*, *C. mitis*, y en hojas de *C. japonica*, *C. x floridana*. En el caso de la esencia de hoja de *C. reticulata* más conservada genéticamente, la mayor proporción corresponde a un derivado aminobenzoídico, *n*-metilantranialato de metilo.

El compuesto mayoritario identificado en esencias de exocarpo es siempre limoneno salvo en *C. hystrix* que es sabineno y *C. x bergamia* que es linalool. En esencias de zumo también es limoneno salvo en *C. hystrix* que son  $\alpha$ -terpineol y  $\beta$ -pineno, y se han observado  $\alpha$ -pineno, sabineno, y (*E*)-cariofileno llegando a ser los mayoritarios en *C. reticulata*, *C. x aurantium*, *C. paradisi*, respetivamente. En las de hoja el compuesto mayoritario es variable siendo sabineno el mayoritario en *C. reticulata*, *C. maxima* y *C. japonica*, mientras que en el resto, aunque presenta altas cantidades de sabineno, el mayoritario es limoneno en *C. medica*, *C. limon* y *C. aurantifolia*; linalool en *C. x aurantium*, *C. x bergamia* y *C. junos*;  $\beta$ -elemeno en *C. sinensis*;  $\beta$ -sinensal en *C. paradisi*; citronelal en *C. hystrix*; elemol en *C. x floridana* y  $\alpha$ -bulneseno en *C. mitis*.

Dentro de las especies parentales la composición de la esencia de exocarpo permite distinguir a *C. medica* y *C. hystrix*, y dentro de las híbridas *C. x bergamia*, siendo la más singular explicando su mayor uso en perfumería. En cuanto a la del zumo de parentales se diferencia *C. hystrix*, y en híbridos no es un factor que permita diferenciarlos, mientras que en la de hoja se distingue entre las especies parentales *C. japonica*, y entre híbridas *C. x floridana*.

En cuanto al parentesco genético, la composición de híbridos se asemeja a la de sus progenitores, presentando mayor parentesco la esencia de hoja de *C. mitis* y *C. x floridana* con su parental *C. japonica*. Además, *C. junos* a pesar de no ser parental o híbrido no muestra diferencias en ninguno de los tipos de esencia respecto a las especies restantes.

La composición de las esencias muestra diferencias entre las partes destiladas, observándose claramente en *C. hystrix*, *C. sinensis*, *C. paradisi*, *C. aurantifolia*, *C. mitis*, *C. x floridana*, *C. x bergamia* y *C. junos*.

En el caso de *C. medica*, la variedad de cultivo es una variable que muestra diferencias en la composición y rendimiento. En la var. *sarcodactylis* el rendimiento de esencia del conjunto, exocarpo y hoja, es mayor que en la var. *vulgaris*, pero la composición de esta última es más singular.

Por último, teniendo en cuenta la composición de los aceites esenciales tanto de fruto como de hoja, además de justificar el uso clásico del género *Citrus* como planta alimenticia y medicinal, cabe destacar su uso como condimentaria y saborizante.

## SUMMARY

The purpose of this study is to analyze the variation in the composition of the essential oil of the *Citrus* genus obtained by steam hydrodistillation of leaf and fruit steam, dividing it into exocarp and juice. The species that have been used come from ecological cultivation over four years and are presented below: *Citrus reticulata* Blanco (Mandarin), *Citrus maxima* (Burm.) Merr. (Pomelo), *Citrus medica* L. (Citron), *Citrus hystrix* DC. (Kaffir Lime), *Citrus japonica* Thunb. (Kumquat), *Citrus x aurantium* L. (Bitter Orange), *Citrus sinensis* (L.) Osbeck (Sweet Orange), *Citrus paradisi* Macfad. (Grapefruit), *Citrus limon* (L.) Osbeck (Lemon), *Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle (Key Lime), *Citrus mitis* Blanco (Calamondin), *Citrus x floridana* (J.W. Ingram & H.E. Moore) Mabb. (Limequat), *Citrus x bergamia* (Risso) Risso & Poit (Bergamot), *Citrus junos* Siebold ex Tanaka (Yuzu). In addition, at least one exocarp sample of each species has been depleted and the effect of  $\beta$ -glucosidase in the hydrodistillation process of exocarp of *C. japonica* has been studied.

In all cases, the essential oil samples obtained were analyzed by gas chromatography (GC) and gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC/MS), identifying the compounds that form said essences by means of retention indices, mass spectrum and the bibliography.

Variations have been observed as a function of the genetic relationship that unites the mentioned species, the first five having been differentiated as parental according to the bibliography consulted, and the remaining hybrids except *C. junos*, a species independent from the rest. The variation of the essential oil has also been analyzed according to the distilled part, origin, year, distillation time or treatment of the sample.

The results with respect to the obtained yield indicate a lower production of essence in juice samples in addition to being less variable compared to exocarp or leaf samples regardless of the species. In the latter, the highest yield of essence has been obtained, specifically from *C. reticulata*. Regarding the origin, it seems to be a determining factor in the yield in both *C. reticulata* and *C. limon*, while in *C. x aurantium* the influencing factor is the season of the samples. Furthermore, the hydrodistillation time of the exocarp until the total extraction of its essence is variable, and always is greater than 8 hours and the treatment with  $\beta$ -glucosidase increases the yield of the exocarp essence of *C. japonica*.

On the one hand, in terms of composition, a lower richness of compounds has been found in essence of *C. medica* juice and higher in leaf of *C. x aurantium*. On the other hand, all exocarp samples are mainly made up of monoterpenes, increasing the proportion of sesquiterpenes in cases that have led to depletion, this being interesting for perfumes and cosmetic products by increasing their durability. In the case of the corresponding juice and leaf samples, they are also mainly composed of monoterpenes in most cases, but present higher levels of sesquiterpenes, forming

most of the essence on some occasions, such as in juices and leaves of *C. sinensis*, *C. paradisi*, *C. mitis*, and in leaves of *C. japonica*, *C. xfloridana*. In the case of the most genetically conserved leaf essence of *C. reticulata*, the highest proportion corresponds to an aminobenzoid derivative, methyl-*n*-methyl anthranilate.

The majority compound identified in exocarp essences is always limonene except in *C. hystrix* which is sabinene and *C. x bergamia* which is linalool. In juice essences it is also limonene except in *C. hystrix* which are  $\alpha$ -terpineol and  $\beta$ -pinene, and  $\alpha$ -pinene, sabinene, and (*E*)-caryophyllene have been observed, becoming the majority in *C. reticulata*, *C. x aurantium*, *C. paradisi* respectively. In leaves samples, the majority compound is variable, being sabinene the majority in *C. reticulata*, *C. maxima* and *C. japonica*, while in the rest, although it has high amounts of sabinene, the majority is limonene in *C. medica*, *C. limon* and *C. aurantifolia*; linalool in *C. x aurantium*, *C. x bergamia* and *C. junos*;  $\beta$ -elemene in *C. sinensis*;  $\beta$ -sinensal in *C. paradisi*; citronellal in *C. hystrix*; elemol in *C. xfloridana* and  $\alpha$ -bulnesene in *C. mitis*.

Within the parental species, the composition of the exocarp essence makes it possible to distinguish *C. medica* and *C. hystrix*, and within the hybrids *C. x bergamia*, being the most unique explaining its greater use in perfumery. Regarding the parental juice, *C. hystrix* is differentiated, and in hybrids it is not a factor that allows them to be differentiated, while in the leaf it is distinguished between the parental species *C. japonica*, and between hybrids *C. xfloridana*.

Regarding genetic kinship, the composition of hybrids is similar to that of their parents, with the leaf essence of *C. mitis* and *C. xfloridana* showing greater kinship with their parent *C. japonica*. Furthermore, *C. junos*, despite not being parental or hybrid, does not show differences in any of the essence types with respect to the remaining species.

The composition of the essences shows differences between the distilled parts, being clearly observed in *C. hystrix*, *C. sinensis*, *C. paradisi*, *C. aurantifolia*, *C. mitis*, *C. xfloridana*, *C. x bergamia* and *C. junos*.

In the case of *C. medica*, the variety is a variable that shows differences in composition and yield. In var. *sarcodactylis* the yield of essence of the whole, exocarp and leaf, is greater than in var. *vulgaris*, but the composition of the latter is more unique.

Finally, taking into account the composition of the essential oils of both fruit and leaf, in addition to justifying the classic use of the *Citrus* genus as a food and medicinal plant, it is worth highlighting its use as a condiment and flavoring agent.

# **INTRODUCCIÓN**



# 1. INTRODUCCIÓN

El género *Citrus* (*Rutaceae*) reúne diferentes especies fundamentalmente de uso alimenticio, además de ser de gran importancia en industrias como la perfumera o cosmética entre otras (Tranchida *et al.*, 2012; Palazzolo *et al.*, 2013). En España, a pesar de no ser autóctona se tienen numerosos cultivos de especies del género *Citrus*, ocupando un total de 297.615 hectáreas que produce 7.528.310 toneladas de cítrico según los datos recogidos por el Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación de España en 2018 (MAPAMA, 2018), teniendo por tanto un valor económico a tener en cuenta.

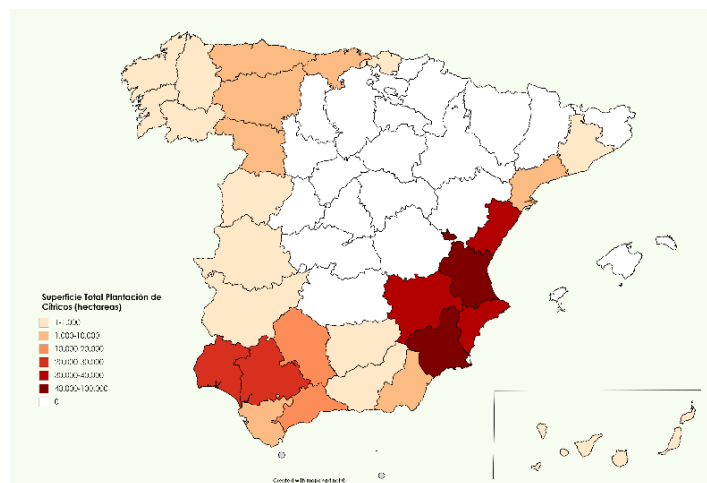


Imagen 1. Mapa de Superficie Total Plantación de Cítricos.

Además, España es el sexto productor de cítricos, y primer exportador en fresco con 3,02 millones de toneladas (MAPAMA, 2018), seguido de Sudáfrica (1,70 millones de t) (FAO, 2017). De entre los diferentes cítricos, el naranjo dulce es el que mayor superficie ocupa con un total de 141,639 hectáreas.

## 1.1. Género *Citrus*

Las diferentes especies del género *Citrus* tienen una gran capacidad para hibridarse, tanto por procesos de polinización cruzada, como por procesos antropológicos ya sea en jardinería o en agricultura habiéndose realizado diferentes y numerosas combinaciones de injertos (Mabberley, 2004; Wu *et al.*, 2014). Todo esto hace que tradicionalmente haya problemas a la hora de establecer una clasificación taxonómica.

Según Flora Iberica (Castroviejo *et al.*, 2020) “el género *Citrus* L. está compuesto por árboles o arbustos, a menudo espinosos; hojas perennes, alternas, simples y coriáceas, con glándulas subepidérmicas, y pecíolo en general articulado; flores solitarias, de dos en dos o en

cortos racimos corimbiformes axilares; sépalos (4)5(7), soldados; pétalos (4)5(8), libres de color blanco, crema, rosado o púrpura; estambres 16-20(100), frecuentemente poliadelfos; ovario ínfero; fruto bacciforme, en hesperidio, con (2)5-15(18) lóculos –gajos-; semillas +\_ ovoides, blanquecinas –a veces faltan por partenocarpia-. Es oriundo del S, E y SE de Asia, archipiélago malayo, Australia y el SW de las islas del Pacífico; integra unas 30 especies indígenas, de clima subtropicales o tropicales.”

Según ciertos autores (Khan & Grosser, 2004; Hynniewta *et al.*, 2014; Luro *et al.*, 2017; Wu *et al.*, 2018) *Citrus medica*, *Citrus maxima* y *Citrus reticulata* serían los principales progenitores de las innumerables cultivariedades o híbridos más frecuentes que, por comodidad, se suelen tratar como especies. Además de estas tres especies *Citrus hystrix* y *Citrus japonica* se consideran especies parentales.

A continuación, se describen las especies que se encuentran incluidas en este estudio (Reuther, 1967; Ancillo & Medina, 2015; Castroviejo *et al.*, 2020), se ha utilizado el nombre científico aceptado según Plant.net.

**- *Citrus reticulata* Blanco (Mandarina)**

**Progenitor**

“Árbol hasta de 3 m, más o menos espinoso. Hojas de forma lanceolada, tamaño medio, margen entero o ligeramente dentado y pecíolo apenas alado. Flores de pétalos blancos y anteras amarillas. Fruto esférico o ligeramente achatado, varía según la variedad. Corteza de color naranja o naranja intenso, lisa. Glándulas de aceite muy prominentes en ocasiones. Eje central semisólido.”

**-*Citrus maxima* (Burm.) Merr. (Pampelmusa)**

**Progenitor**

“Árbol de hasta 10 m con presencia de espinas. Hojas muy grandes, elípticas, de color verde oscuro con el margen ligeramente dentado o entero. Presenta alas desarrolladas en el pecíolo. Las flores nacen en racimos terminales y son las más grandes del género. Aromáticas, de anteras amarillas, cáliz piloso y pétalos blancos y gruesos, vueltos hacia atrás cuando están en plena floración. El fruto es muy grande de forma puede ser desde esférica a achatada o piriforme, según las distintas variedades. La corteza, de gran espesor, es de color amarillo pálido, presentando a veces una tonalidad verdosa. La pulpa, de textura firme, puede ser de color amarillo verdoso, amarillo o con tonalidades rojizas. Eje central grande, hueco o semisólido. Las membranas que envuelven los gajos son muy duras y pueden retirarse con facilidad. Las vesículas de zumo son las más grandes de los cítricos. El contenido en semillas varía; son grandes y monoembrionicas.” En inglés su nombre común es pomelo o pummelo llevado a error.

**-*Citrus medica* L. (Cidra)**

**Progenitor**

“Árbol de hasta 6 m. Muy espinoso, algunas gruesas. Hojas grandes de forma elíptica, margen dentado y ápice redondeado. Pecíolo corto y no alado. Las flores son grandes, pétalos tintados de púrpura, y anteras grandes y amarillas. Destaca el gran grosor del estilo, similar al del ovario. Fruto grande o muy grande de forma ovoide o elipsoidal, con mamelón pronunciado. La corteza, muy aromática, suele ser lisa, pero también se encuentran rugosas. La pulpa es escasa (la variedad mano de Buda incluso carece de ella), firme y con poco zumo, que puede ser ácido o dulce dependiendo de la variedad. Presenta gran número de semillas, monoembriónicas, de cotiledones blancos y color de la chalaza generalmente púrpura.”

**-*Citrus hystrix* DC. (Lima Kaffir)**

**Progenitor**

“Pequeño árbol con ramas delgadas y presencia de numerosas espinas. Como el resto de las papedas, la hoja es longipeciolada, con presencia de grandes alas en el pecíolo. Tamaño mediano a pequeño, limbo ovalado de margen ligeramente festoneado. Flores axilares o en pequeños racimos terminales, con estambres libres, anteras amarillas y pétalos de color blanco con rastros de color púrpura. Los frutos son de forma esférica, aunque pueden aparecer algunos piriformes. Presenta una depresión en la zona estilar. Corteza rugosa y de espesor fino, de color amarillo verdoso. Las glándulas oleíferas están hundidas y contienen una gran cantidad de aceite muy fragante. Pulpa bastante jugosa, de color amarillo verdoso, con el eje central sólido. Sabor ácido, amargo y con un aroma característico. Contiene semillas.”

**-*Citrus japonica* Thunb. (Kumquat)**

**Progenitor**

“Árbol muy parecido al del kumquat nagami. Pequeño a mediano, de follaje no tan denso como aquel e igualmente de lento crecimiento. Puede presentar alguna espina. Como los otros kumquats, tiene un largo período semilátente en invierno, lo que le permite soportar temperaturas bajas. Hojas de tamaño mediano a pequeño, con el margen entero o muy ligeramente dentado, sin alas. Sus hojas se diferencian de las de los otros kumquats por ser más gruesas y rígidas. Las flores mayoritariamente son solitarias, aunque también se encuentran formando racimos de pocas flores. De tamaño pequeño y pétalos blancos. Fruto naranja, pequeño, de forma elipsoidal pero más redondeado que el kumquat nagami y de corteza más gruesa, lo que le proporciona un sabor más dulce al comerse el fruto entero. También se diferencia por tener un mayor número de gajos por fruto. La pulpa es de color naranja claro, acídula, con el eje central sólido y contiene pocas semillas. De hecho, suelen aparecer bastantes frutos sin semillas.”

**-*Citrus x aurantium* L. (Naranja amarga)**

**Híbrido**

“Árbol de hasta 8 m, espinoso, crecimiento abierto algo más erecto que el naranjo dulce; resistente, de ahí su uso como portainjertos. Hojas elípticas de margen entero y con pecíolo de

mayor longitud que el del naranjo dulce y con alas desarrolladas. Flores con pétalos blancos y anteras amarillas. Desprenden una apreciada fragancia debida a los aceites esenciales presentes, conocidos como aceite de neroli. Los frutos de forma esférica, globosos, algo achatados. La corteza, de color naranja intenso en la madurez, es gruesa y rugosa. Pulpa jugosa, de color naranja pálido, ácida y amarga. Eje central semisólido que, una vez alcanzada la madurez, se vuelve hueco. Presencia de numerosas semillas, poliembriónicas, con la chalaza de color púrpura.”

**-*Citrus sinensis* (L.) Osbeck (Naranja dulce)**

**Híbrido**

“Árboles de hasta 6 m. Con espinas. Hojas elípticas grandes o medianas, de pecíolo corto y con presencia de alas rudimentarias. Margen del limbo entero. La flor del naranjo (azahar) es de tamaño mediano, con pétalos blancos y anteras amarillas, exceptuando el grupo Navel que presenta las anteras blancas o amarillo pálido. Generalmente, los frutos son globosos, de tamaño medio y color naranja. Corteza de espesor medio, lisa y de una adherencia moderada. Eje central sólido o semisólido. Pulpa jugosa, tierna, de color amarillo, naranja o con vetado rojizo en el caso del grupo Sangre (temperaturas nocturnas bajas). Presencia de semillas en mayor o menor número; son poliembriónicas, con cotiledones blancos.”

**-*Citrus paradisi* Macfad. (Pomelo)**

**Híbrido**

“Árbol de hasta 4 m. Generalmente sin espinas. Son árboles productivos, con tendencia a fructificar en racimos; de ahí su nombre en inglés, grapefruit. El follaje es denso, verde oscuro, con hojas grandes y elípticas. El margen de la hoja es entero o ligeramente dentado. Presenta alas desarrolladas en el pecíolo que normalmente solapan el limbo. El pecíolo es glabro, lo que le diferencia de las pampelmusas. Las flores son grandes, de pétalos blancos y anteras grandes de color amarillo. El fruto, de corteza lisa, es de gran tamaño, amarillo uniforme o con tonalidades rojizas en las variedades pigmentadas y puede tener forma globosa, achatada. La pulpa es tierna, amarilla o rojiza con abundante zumo y eje central semisólido o sólido. El albedo es de color blanco y grueso. No presenta semillas, o aparecen en número muy bajo en las variedades comerciales. El zumo, de color amarillo o rojizo, tiene un sabor característico debido al amargor del flavonoide naringina. Las semillas son grandes, poliembriónicas.”

**-*Citrus limon* (L.) Osbeck (Limón)**

**Híbrido**

“Árbol de hasta 6 m. Abundantes espinas pequeñas en las ramas. Hojas grandes de color verde pálido, que desprenden aroma a limón al estrujarlas. Forma del limbo elíptica y margen dentado. Pecíolo no alado o muy pequeño. Flores de pétalos color púrpura, anteras amarillas y en gran porcentaje estaminadas por aborto del pistilo. Si las condiciones son favorables, puede tener varias floraciones al año. El fruto amarillo claro, elipsoidal, con un mamelón más o menos pronunciado en la zona apical. Corteza lisa o ligeramente rugosa. Puede presentar cuello en la

base del fruto. Pulpa amarilla y jugosa, muy ácida. Eje central sólido o semisólido. Presenta semillas con un grado de poliembrionía bajo.”

**-*Citrus x bergamia* (Risso) Risso & Poit (Bergamota)**

**Híbrido**

“Árbol de hasta 4 m. No presenta espinas, muy reducidas. Hojas dentadas, de forma y color parecidas a las del limonero, diferenciándose por la presencia de alas no muy desarrolladas en el pecíolo. Desprenden una fragancia muy apreciada. Flores con pétalos blancos y anteras amarillas. El fruto es de forma esférica o elipsoidal, de color amarillo en su madurez. Puede presentar mamelón más o menos pronunciado, así como un pequeño ombligo. La corteza es lisa o ligeramente rugosa, con una fuerte adherencia. Pulpa amarilla, firme, con gran contenido en ácido cítrico y ligeramente amarga. Eje central sólido o semisólido. Presenta semillas monoembrionicas, que con frecuencia no se desarrollan completamente, de cotiledones blancos o ligeramente verdosos.”

**-*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle (Lima)**

**Híbrido**

“Árbol de tamaño medio, muy vigoroso y de porte abierto. Presenta muchas espinas rectas y cortas. Su sensibilidad al frío es mayor que la del cidro o el limonero. Tanto los nuevos brotes vegetativos como los de flor están ligeramente teñidos de color púrpura. Hojas pequeñas, elípticas, parecidas a las del naranjo (de ahí su nombre en latín *aurantium-folia*), con el margen entero o un poco festoneado. Desprenden un agradable aroma al estrujarlas. Provistas de alas de pequeño tamaño. La flor es pequeña y en un principio está teñida de púrpura, coloración que desaparece rápidamente y deja los pétalos blancos. Estilo púrpura y antera amarilla. Fruto pequeño, amarillo en su madurez, aunque se recolecta en verde porque se desprende del árbol con mucha facilidad. Forma elipsoidal o esférica, con un pequeño mamelón en el extremo. La pulpa es amarillo-verdosa, tierna y jugosa, con semillas poliembriónicas de cotiledones color verde claro. Eje central pequeño y sólido. El zumo es ácido y con un aroma muy característico y apreciado.”

**-*Citrus mitis* Blanco (Calamondín)**

**Híbrido**

“Árbol de tamaño medio, porte erecto y ramificado. Con pocas espinas. Las hojas, aromáticas, son pequeñas, de forma ovalada con el margen ligeramente dentado y el pecíolo corto, dotado de alas estrechas. Flores pequeñas, fragantes, de pétalos blancos y anteras amarillas. El fruto es pequeño, de forma achatada, con la zona basal cóncava. Adquiere un color naranja intenso en la madurez. La corteza es fina, con numerosas glándulas de aceite esencial, de fácil pelado y sabor dulce. Pulpa de color naranja, tierna y jugosa, con el eje central semisólido e irregular. Muy ácida. Pocas semillas, de tamaño pequeño, poliembriónicas y con los cotiledones de color verde. Los frutos pueden permanecer en árbol un largo periodo en buenas condiciones.”

**-*Citrus × floridana* (J.W.Ingram & H.E.Moore) Mabb. (Limequat)**

**Híbrido**

El árbol de limequat es pequeño, compacto, con hábito de crecimiento abierto y productivo desde los primeros años, lo que le hace muy atractivo como planta ornamental. Presenta pocas y pequeñas espinas. Más resistente al frío que la lima mejicana pero bastante menos que el kumquat. Hojas de tamaño mediano a pequeño, de color verde oscuro. Limbo elíptico, margen entero y pecíolo glabro no alado. Desprenden un olor parecido al del limón al ser manipuladas. Las flores son pequeñas, de pétalos blancos. El fruto es pequeño, amarillo, de forma ovalada o redonda según la variedad. Corteza lisa y pulpa amarilla, tierna y ácida. Presenta semillas. El fruto se come entero para contrastar el sabor dulce de la corteza con el ácido de la pulpa, que recuerda a la lima mejicana.”

**- *Citrus junos* Siebold ex Tanaka (yuzu)**

**Externo**

“Árbol de tamaño mediano espinoso. Hojas lanceoladas-acuminadas, ligeramente crenulada-marginada hacia las puntas, pecíolos alados, con márgenes enteros o levemente crenulados. El fruto es globoso y achatado, con una cáscara rugosa, irregular, la pulpa es muy ácida y algo amarga.”

## 1.2. Origen y Filogenia

Actualmente el origen del género *Citrus* se trata de Indochina (Swingle & Reece, 1967) Extendiéndose por todo Asia y Oceanía, punto desde el cual se fueron diferenciando las diferentes especies de cítricos que conocemos actualmente y cultivadas a lo largo del mundo. Aunque el origen del género está definido, la relación filogenética entre las diferentes especies es complicada debido a su domesticación y facilidad para hibridar entre sí.

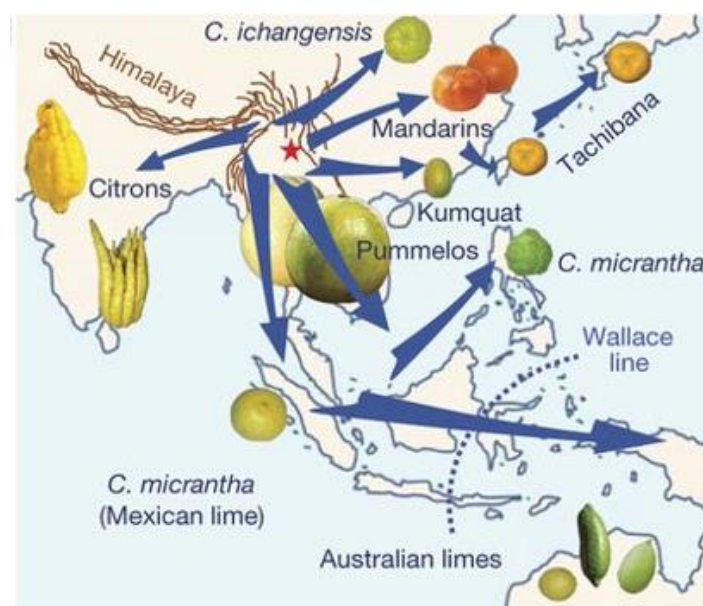


Imagen 2. Genomics of the origin and evolution of *Citrus*. *Nature*. (Wu *et al.*, 2018).

Diversos estudios como los realizados por Federici *et al.* en 1998 o por Fang *et al.* en 1998 demuestran la relación genética entre diferentes especies de cítricos, esto fue revisado por D.J. Mabberley en el año 2000 tratando también la etimología, sistemática y diferentes aplicaciones médicas. Dicha revisión se ha tomado de referencia en conjunto con diferentes estudios genéticos y biogeográficos más actuales como el de Wu *et al.* en 2018 que indica el origen y evolución del género *Citrus* (Imagen 2 y 3).

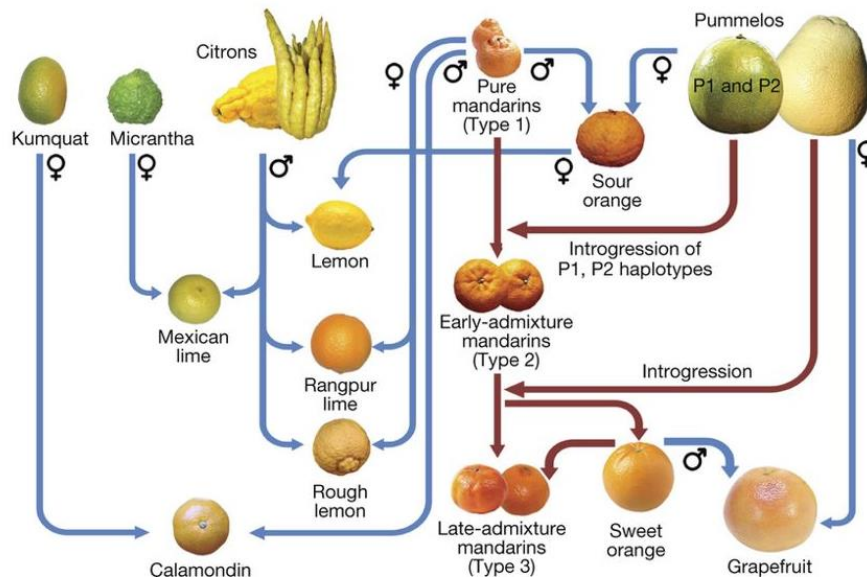


Imagen 3. Genomics of the origin and evolution of *Citrus*. *Nature*. (Wu *et al.*, 2018)).

Las especies que se han estudiados guardan la siguiente relación filogenética según los estudios previamente mencionados:

- Especies progenitoras
  - *C. reticulata* (Mandarina): aun tratándose de una especie parental, la mayoría de los ejemplares actuales contienen una introgresión genética de otros cítricos.
  - *C. maxima* (Pampelmusa).
  - *C. medica* (Cidra).
  - *C. hystrix* (Lima Kaffir).
  - *C. japonica* (Kumquat).
  
- Especies Híbridas:
  - *C. x aurantium* (Naranja Amarga): *C. reticulata* x *C. maxima*.
  - *C. sinensis* (Naranja Dulce): *C. x aurantium* x *C. reticulata*.
  - *C. paradisi* (Pomelo): *C. x aurantium* x *C. maxima*.
  - *C. limon* (Limón): *C. x aurantium* x *C. medica*.

- *C. aurantifolia* (Lima): *C. hystrix* x *C. medica*.
  - *C. mitis* (Calamondín): *C. japonica* x *C. reticulata*
  - *C. x floridana* (Limequat): *C. japonica* x *C. aurantifolia*.
  - *C. x bergamia* (Bergamota): *C. x aurantium* x *C. limon*.
- Cítrico externo:
    - *C. junos* (Yuzu).

A continuación para representar estas relaciones se ha realizado la siguiente imagen:

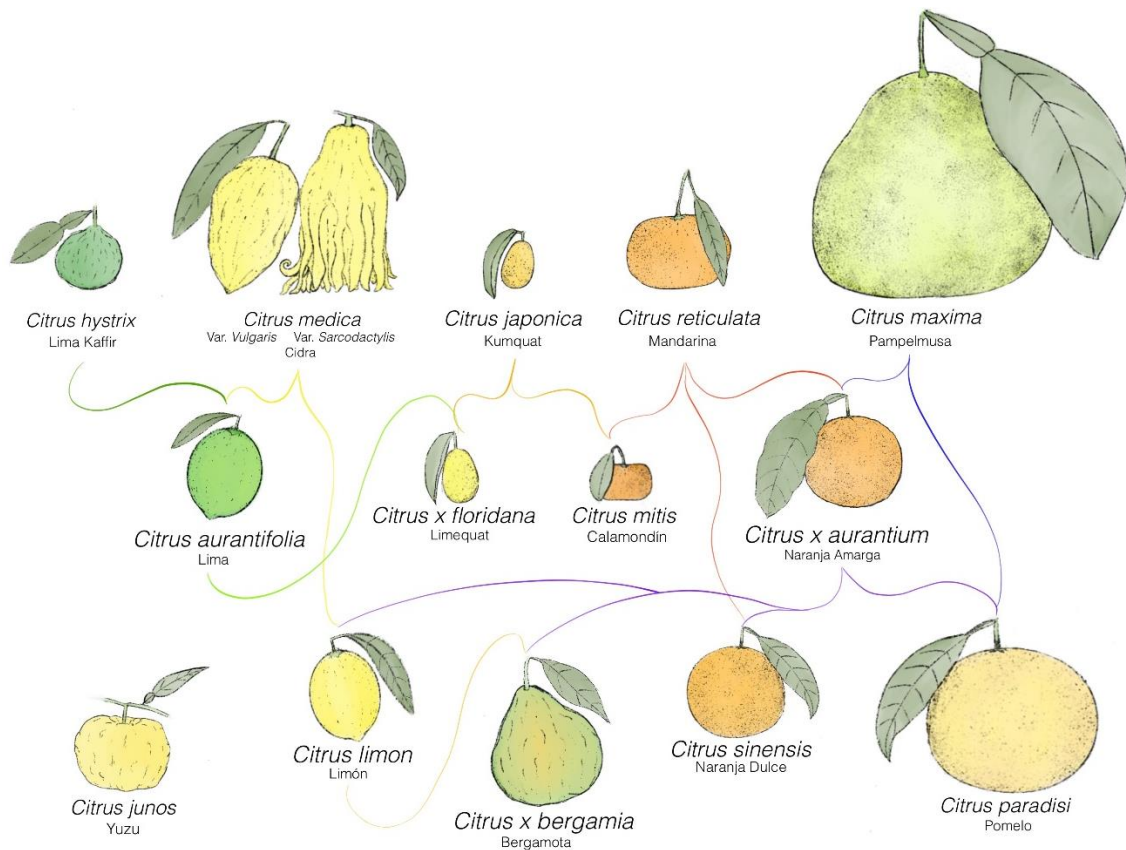


Imagen 4. Relación Filogenética del Género *Citrus*.

### 1.3. Aceites Esenciales

En la actualidad se definen como “aceites esenciales” las fracciones líquidas volátiles, generalmente destilables con agua o en corriente de vapor, que contienen las sustancias responsables del aroma de las plantas y que son importantes en la industria cosmética (perfumes y aromatizantes), agroalimentaria (tratamientos, condimentos y saborizantes) y farmacéutica (principios activos y saborizantes) (Qiao *et al.*, 2008; Calo *et al.*, 2015; Prakash *et al.*, 2015; Pavela & Benelli, 2016).

Los aceites esenciales o esencias son un conjunto de compuestos procedentes del metabolismo secundario de especies vegetales. Éstos se caracterizan generalmente por ser mezclas complejas, llegando a estar formadas por más de 100 moléculas diferentes de bajo peso molecular como son alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres, ácidos, terpenoides y fenilpropanoides.

Estos diferentes compuestos son producidos por la planta en su metabolismo secundario cumpliendo diferentes papeles de relación con el medio:

-Planta-Animal: pueden ejercer de sustancias atrayentes de polinizadores como señala Xu *et al.*, 2017 o Robustelli *et al.*, 2019 en el caso de algunas orquídeas o de repelentes frente a depredadores por su toxicidad como es el caso de los volátiles producidos por diferentes especies (*Tanacetum cinerariifolium*, *Tagetes* sp., *Brassica hirta*, *Artemisia absinthium*, *Lavandula angustifolia*) como indica Ranca *et al.* 2019. Además de su posible toxicidad, los compuestos pueden atraer a depredadores de los depredadores de la propia planta para protegerse de estos últimos (Song *et al.*, 2018).

-Planta-Planta: el efecto que pueden tener algunos volátiles como los que componen las esencias es ser una señal de alarma para sintetizar compuestos que les protejan de un posible peligro como puede ser un herbívoro, posibilitando así la supervivencia de la población (Song *et al.*, 2018), esto ocurre no sólo entre ejemplares de la misma especie si no que esta señal de alarma puede ser captada por otras plantas haciendo que toda la comunidad vegetal capte y se prepare para el peligro antes de sufrirlo cada individuo. En contraposición, también pueden ejercer efecto alelopático impidiendo la germinación de semillas evitando tener que competir por los recursos del medio en el que se encuentren.

-Planta-Otros organismos: algunos compuestos como  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineno, carvacrol tienen propiedades antibacterianas o antifúngicas, protegiendo de la infección de algunos organismos en la planta (Chao *et al.*, 2000, Baydar *et al.*, 2004).

Además de estas relaciones, estas esencias cumplen labores de regulación metabólica en situaciones de estrés como puede ser hídrico, ya que al volatilizarse antes que el agua permite una termorregulación de la planta en caso de altas temperaturas y/o bajos niveles de agua disponible. Se acumulan en diferentes estructuras y cavidades como conductos específicos, idioblastos secretores o en pelos o tricomas glandulares. En el caso de la familia *Rutaceae* y de los ejemplares estudiados se acumulan especialmente vesículas en el pericarpo del fruto, o en la epidermis de las hojas (Castroviejo *et al.*, 2020).

Su composición química es variable y pueden darse diferencias, tanto cualitativas como cuantitativas en función de distintos factores como citan Figueiredo *et al.*, 2008 o Loziene & Venskutonis, 2005 y que vamos a clasificar como:

- Extrínsecos a la propia planta:
  - Bióticos: causados por herbívoros, patógenos u otras plantas.
  - Abióticos: causados por temperaturas, precipitaciones y otros factores ambientales como el pH del suelo o contaminación del ambiente.
- Intrínsecos de la propia planta:
  - Parte de la planta: dependiendo de la función de la parte de la planta o del compuesto sintetizado por la misma puede cambiar la composición.
  - Estado fenológico de la planta.
  - Genética.

En este estudio el factor genético es uno de los que más nos interesa debido a que las especies, tanto de híbridos como de progenitores, se encuentran dentro del mismo género. Además, en otros casos de hibridación como en la albahaca como apunta Bernhardt (2015) enriquece y explica la variabilidad en la composición del híbrido, al combinar rutas metabólicas de diferentes especies resultaba ser más rica.

### 1.3.1. Síntesis de Aceites Esenciales

Los compuestos que dan lugar a los aceites esenciales proceden del metabolismo secundario y se pueden dividir en dos grandes grupos Terpenoides y Arilpropanoides.

#### 1.3.1.1. Terpenoides

Los terpenoides son los principales compuestos que conforman los aceites esenciales, son derivados del isopreno (2-metil-1,3-butadieno), un hidrocarburo de 5 átomos de carbono. A pesar del nombre de terpenos, sus precursores metabólicos son por un lado el isopentenil-pirofosfato (IPP) y su isómero dimetil-alil-pirofosfato (DMAPP).

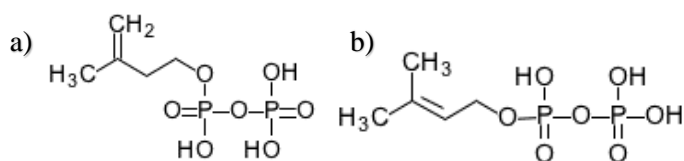


Imagen 5. a) Isopentenil-pirofosfato (IPP) b) Dimetil-alil-pirofosfato (DMAPP).

Ambos compuestos se forman por dos rutas metabólicas (Owen & Peñuelas, 2005):

- Ruta del ácido mevalónico en citoplasma y retículo endoplasmático.
- Ruta de la desoxixilulosa-5-fosfato (DXP) en cloroplastos.

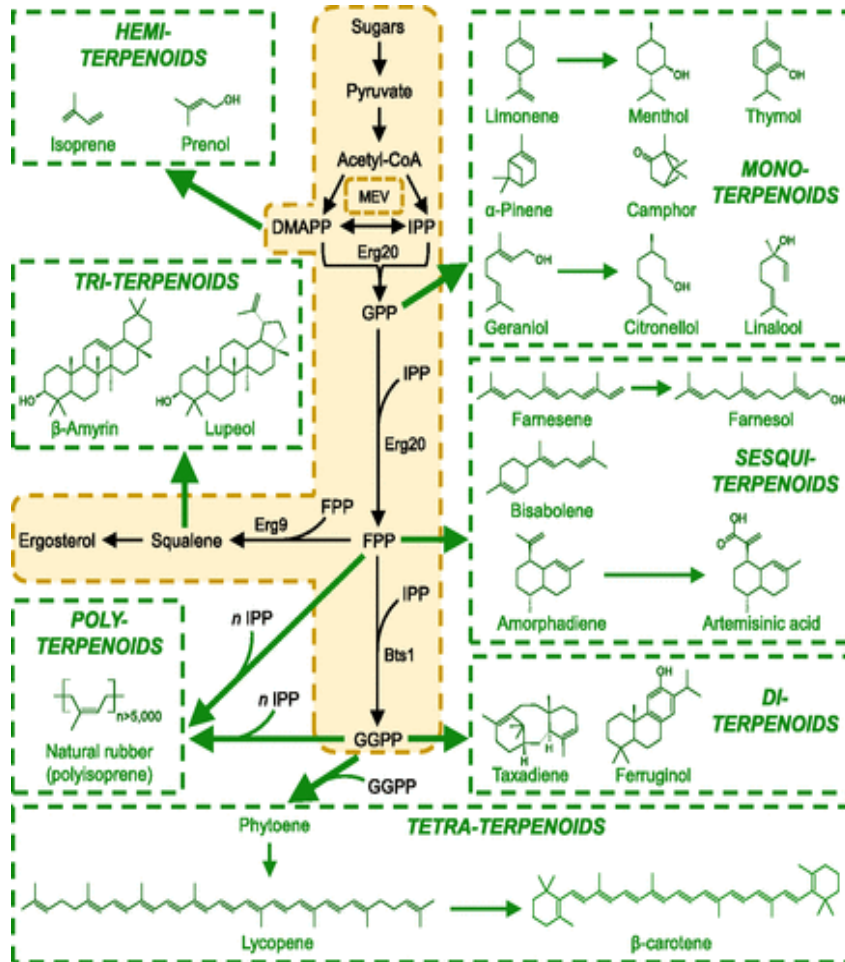


Imagen 6. Biosíntesis de Terpenoides (Pyne *et al.*, 2019).

Por ambas se produce IPP y mediante la IPP isomerasa se puede transformar en su isómero DMAPP. Consecutivas uniones de estos precursores conforman diferentes estructuras terpénicas. El enlace entre IPP y el DMAPP tiende a ser normalmente entre el C1 del primero y el C4 del segundo, conociéndose como “unión cabeza-cola” aunque existen otras en función del carbono por el cual se unan.

La unión “cabeza-cola” da lugar al primer monoterpeno regular, geranyl pirofosfato (GPP), y de este mediante ciclación, reordenamiento u oxidación del GPP se forman el resto de los monoterpenos. La ruta metabólica de los terpenoides se detalla en la imagen 5.

Además, en función del número de carbonos que presenten los terpenos se pueden clasificar en varios grupos como se presenta en la siguiente tabla.

Tabla 1. Clasificación de Terpenos.

Grupo	Átomos de Carbono	Unidades de Isopreno
Hemiterpenos	5	1
Monoterpenos	10	2
Sesquiterpenos	15	3
Diterpenos	20	4
Sesterterpenoides	25	5
Triterpenos	30	6
Tetraterpenos	40	8
Politerpenos	5n	N

### 1.3.1.2. Arilpropanoides

Los arilpropanoides son otro conjunto de compuestos que se pueden encontrar en los aceites esenciales, son derivados de la fenilalanina y tirosina mediante la ruta del ácido shikímico que se puede observar en la Imagen 6.

- La fenilalanina se desamina al ácido cinámico, y por hidroxilación se obtiene *p*-cumárico.
- La tirosina se desamina al ácido *p*-cumárico.

Los derivados de estos compuestos son conocidos como fenilpropanoides.

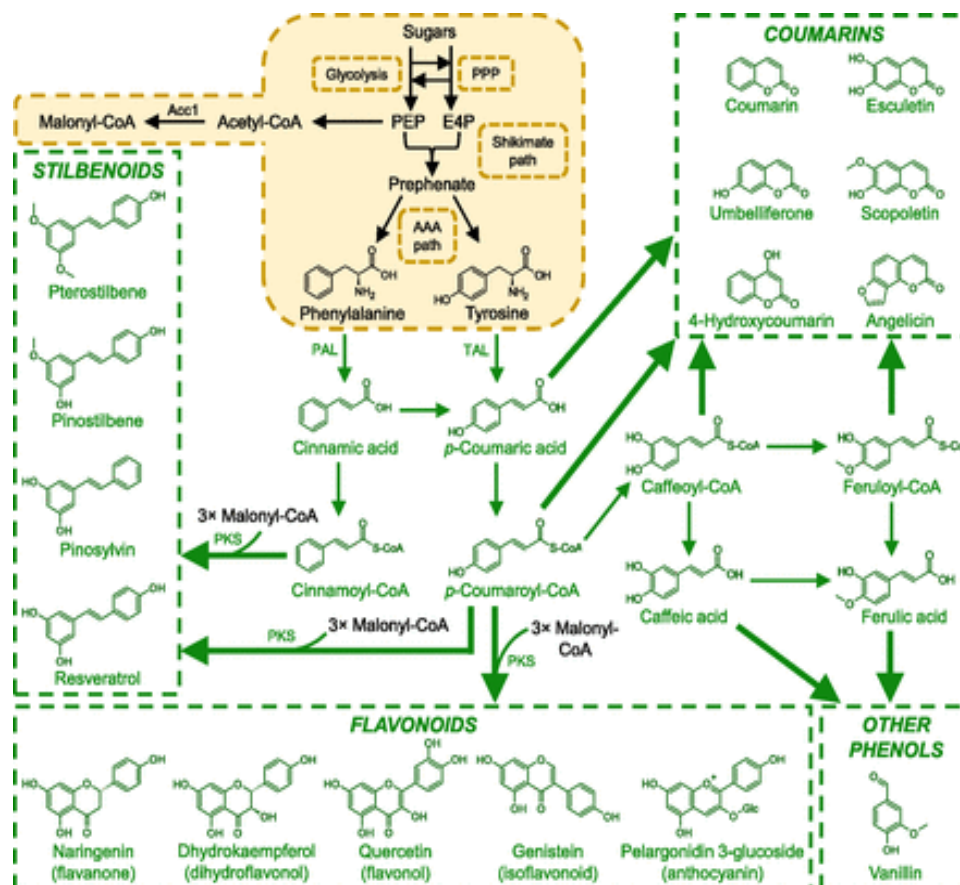


Imagen 7. Ruta de Síntesis de Fenilpropanoides (Pyne et al., 2019).

### 1.3.2. Técnicas de Extracción

Hay diferentes formas de extraer el conjunto de compuestos que forman los aceites esenciales. Los métodos más tradicionales son por ejemplo la maceración, enflorado, extracción con disolvente orgánico, hidrodestilación o la destilación en corriente de vapor, siendo estos últimos los más destacables por su uso.

Otro método clásico de extracción de aceites esenciales sería mediante prensado en frío, se realiza con muestras cuyos depósitos de aceites esenciales se encuentran en vacuolas encapsuladas que mediante esta técnica se rompen y se obtiene la esencia con facilidad. Ferhat *et al.*, 2016 compara algunos métodos con este.

En diferentes trabajos como los de Guan *et al.* (2007) o Schaneberg *et al.* (2002) comparan los diferentes procedimientos para valorar cual sería el más adecuado y óptimo en cada caso. En el caso de la extracción con disolvente orgánico su eficacia depende de la polaridad del solvente que se emplee y de la polaridad de los compuestos de la misma esencia, además de que no se extraen solo aceites esenciales, sino que se obtienen en conjunto a otros compuestos de baja volatilidad que se eliminarán mediante otra técnica (Soria, 2003). En muchos casos se hallaron diferencias cuantitativas, pero no cualitativas entre las diferentes técnicas (Baser & Buchbauer, 2010).

Además de las técnicas más tradicionales, hay que destacar nuevas técnicas de extracción de esencias:

- Destilación en seco asistida por Microondas (SFME), rompiendo las glándulas en las que se encuentre la esencia, la cual se condensa gracias a un tubo refrigerador obteniendo aceites esenciales con una composición cuantitativa similar a la de los obtenidos por hidrodestilación (Lo Presti *et al.*, 2005; Bousbia *et al.*, 2009).
- Extracción con Fluidos Supercríticos (SFE) es otra técnica, en la que se lleva CO<sub>2</sub> a estado de fluido supercrítico (presión y temperatura 73 atm. y 31°C o superior) actuando, así como un disolvente (Atti-Santos *et al.*, 2005).
- Descompresión Instantánea Controlada (DIC) se somete la muestra a una presión entre 0,5-3 bar un corto periodo de tiempo seguido de una descompresión instantánea a vacío (15 mbar) con lo que se puede llegar a extraer el 90% del aceite esencial (Allaf *et al.*, 2013).
- Extracción y Destilación Simultánea (SDE): esta técnica combina las más clásicas, mediante disolventes e hidrodestilación. Se condensa al mismo tiempo el vapor con los

compuestos volátiles a extraer y un disolvente orgánico inmiscible. Se puede hacer con menor cantidad de muestra. Esta técnica se ha modificado con el tiempo como es el caso de la Microextracción-Destilación Simultánea, encontrándose los volátiles que caracterizan algunos alimentos siendo muy útil para la industria alimentaria. (Jiang *et al.*, 2011).

Las diferentes innovaciones en las técnicas de extracción del aceite esencial buscan poder conocer con la mayor pureza posible la composición química de la misma, ya que algunos métodos pueden contaminar o hacer variar la composición natural de la esencia. Otro factor a tener en cuenta es el coste económico y ambiental que conllevan algunos de los procesos debidos a los compuestos empleados pudiendo ser una fuente de contaminación si no son tratados correctamente (Lo Presti *et al.*, 2005).

Tras la extracción del aceite esencial, a través de cualquiera de las metodologías descritas, es necesario el análisis de los mismos mediante técnicas cromatográficas de gran eficacia y sensibilidad como puede ser la cromatografía de gases (CG) posibilitando la identificación de los compuestos que forman la mezcla compleja que es un aceite esencial.

## 1.4. Antecedentes Bibliográficos del Género *Citrus*

### 1.4.1. Usos Tradicionales

El fruto de las diferentes especies de cítricos se ha utilizado como alimento generalmente, además de como planta aromática y/o medicinal debido a sus diferentes propiedades y contenido en vitaminas y antioxidantes (Silalahi, 2002; Saidani *et al.*, 2004; Md Othman *et al.*, 2017; González-Mas *et al.*, 2019). En la siguiente tabla se resumen los diferentes usos en función de la especie que se trate.

Tabla 2. Usos tradicionales.

Cítrico		Usos (Alimenticio, Medicinal, Aromático)	
Nombre Científico	Nombre Común	Principal	Secundario
<i>C. reticulata</i>	Mandarina	Alimenticio	Aromático
<i>C. maxima</i>	Pampelmusa	Alimenticio	Medicinal
<i>C. medica</i>	Cidra	Medicinal	Aromático
<i>C. hystrix</i>	Lima Kaffir	Alimenticio	Aromático
<i>C. japonica</i>	Kumquat	Alimenticio	Aromático
<i>C. x aurantium</i>	Naranja Amarga	Medicinal	Aromático
<i>C. sinensis</i>	Naranja Dulce	Alimenticio	Aromático
<i>C. paradisi</i>	Pomelo	Alimenticio	Aromático
<i>C. limon</i>	Limón	Alimenticio	Aromático
<i>C. aurantifolia</i>	Lima	Alimenticio	Aromático
<i>C. mitis</i>	Calamondín	Alimenticio	Aromático
<i>C. x floridana</i>	Limequat	Alimenticio	Aromático
<i>C. x bergamia</i>	Bergamota	Aromático	Aromático
<i>C. junos</i>	Yuzu	Medicinal	Aromático

Además del fruto, el uso tradicional de algunas de estas especies recae sobre las flores o sobre las hojas. Las flores desprenden un aroma característico, siendo las del naranjo amargo las más conocidas y de las cuales se obtiene el agua de azahar. *C. x aurantium* se ha cultivado además de como ornamental por el uso medicinal y aromático. En el mediterráneo los primeros cítricos fueron introducidos en la Antigua Grecia y fueron extendiéndose gracias al Imperio Romano (Zech-Matterne & Fiorentino, 2018).

Respecto a las hojas, su uso es menor, también debido a que afecta negativamente a la producción de flor y fruto, siendo contraproducente para el objetivo principal de alimento. En el caso del limonero (*C. limon*) en ciertas zonas se comen y se sirven como postre debido al sabor a limón que la misma hoja ya tiene. Otro caso en el que se emplean es el de hojas lima Kaffir (*C. hystrix*), se utilizan en cocina asiática fundamentalmente como condimento en platos elaborados, o bien fresca o bien seca y triturada.

#### 1.4.2. Composición

La composición de los aceites esenciales del género *Citrus* es conocida, estando formados por un elevado número de compuestos, pero muy pocos forman parte de los mayoritarios. Dado que su uso principal es el alimento se conoce especialmente la esencia producida por el exocarpo del fruto, más que del resto. Teniendo en cuenta el posible uso de los compuestos de los aceites esenciales en diferentes industrias como pueden ser alimenticia, farmacológicas, cosmética perfumería o repelente de algunos insectos, encontrándose posibles aplicaciones en biocontrol y en tratamientos postcosecha (Chutia *et al*, 2009; Sharma & Tripathi, 2008) es interesante el estudio de la esencia de las diferentes especies y de sus hojas y fruto (exocarpo y zumo) en profundidad con variables como el tiempo de destilación o diferentes procedencias, factores que se han presentado en el punto 1.3. Aceites esenciales como determinantes en la composición o producción de esencia.

Los cítricos más estudiados son entre las especies parentales *C. reticulata*, *C. maxima* y *C. medica*, mientras que entre híbridos son *C. sinensis*, *C. x aurantium*, *C. paradisi*, *C. limon*, *C. aurantifolia* y *C. x bergamia*, además de *C. junos* según indica la revisión realizada por González-Mas *et al.*, 2019, debido a su principal uso como alimento rico en azúcares y vitaminas o por tradición en alguna población concreta como la del último en Japón y Corea del Sur (FUKUTOME, 2020).

Los estudios consultados se centran en compuestos mayoritarios y diferentes métodos de extracción, así como tiempos de destilación menores a 8 horas, por lo que en el presente estudio presentamos un enfoque distinto al estudiar tanto compuestos mayoritarios como minoritarios, y una metodología homogénea con un periodo de extracción mayor, llegando a agotar las muestras. Además, incluye 14 especies en total destiladas en las mismas condiciones posibilitando la

comparación entre las mismas y encontrar posibles diferencias, tanto en exocarpo, zumo y hoja en condiciones similares.

En las diferentes especies del género *Citrus* los estudios señalan que el compuesto mayoritario en el exocarpo del fruto es el limoneno en diferentes concentraciones (Viuda-Martos *et al.*, 2009; Singh *et al.*, 2010; Tranchida *et al.*, 2012; Jing *et al.*, 2014; Ren *et al.*, 2015) y en el caso de la bergamota linalool (Marzocchi *et al.*, 2019). En el caso de la mandarina hay estudios que indican que tras el mayoritario se encuentra el óxido de (*Z*)-limoneno (Espina *et al.*, 2011) o el  $\beta$ -pineno (Hosni *et al.*, 2010), otro de los progenitores como es la pampelmusa tras el limoneno se encuentran en mayor proporción el (*E*)-citral (Singh *et al.*, 2010) o el  $\beta$ -pineno (Hosni *et al.*, 2010).

En el caso de los híbridos, coinciden con los diferentes progenitores siendo el limoneno el componente principal de las esencias del exocarpo. En la lima es el geranial el segundo mayoritario (Phi *et al.*, 2006). En el limón se ha identificado en cambio el  $\gamma$ -terpineno como el segundo más abundante (Espina *et al.*, 2011). La naranja es de las especies de cítrico más estudiada y comparte con la mandarina según algunos estudios el óxido de (*Z*)-limoneno como componente mayoritario tras el limoneno, mientras que en otros es el  $\beta$ -pineno como ocurre con la pampelmusa (Hosni *et al.*, 2010). El pomelo en cambio contiene  $\beta$ -mirceno como segundo compuesto principal (Flamini & Cioni, 2010).

Además, en el proceso de domesticación de los nuevos ejemplares para cultivo, pueden producirse cambios en relaciones taxonómica, divergiendo dentro de la misma especie, entre la especie salvaje y la utilizada por el hombre en cultivos (Wu *et al.*, 2014). Esto puede dar lugar a la producción de nuevos compuestos dentro del conjunto de metabolitos secundarios o a la proporción en la que se encuentran estos en los aceites esenciales entre la especie domesticada y la salvaje de la cual proviene (Gaydou *et al.*, 1987).

Respecto a la composición de la esencia de los diferentes zumos se encuentran pocos estudios en comparación a los de exocarpo, encontrándose limoneno como compuesto mayoritario de dichas esencias (González-Mas *et al.*, 2011; Selli & Kelebek, 2011; Zhang *et al.*, 2011; Rambla *et al.*, 2014; Lubinska-Szczygieł *et al.*, 2018). En el caso de las hojas el mayoritario varía, siendo sabineno y linalool los más comunes (Tomi *et al.*, 2008; Azam *et al.*, 2013; Družić *et al.*, 2016; Hojjati & Barzegar, 2017).

Entre los compuestos mayoritarios mencionados, cabe destacar limoneno, ya que a pesar de ser muy interesante por sus propiedades y se use en la industria alimenticia, cosmética y farmacéutica es muy importante su control dado que su oxidación genera reacciones alérgicas en la piel (Ravinchandran *et al.*, 2018).

# **OBJETIVOS**



## 2. OBJETIVOS

El objetivo general de este trabajo es analizar los aceites esenciales de diferentes especies de cítricos con el fin de encontrar similitudes o diferencias entre las esencias producidas tanto por especies progenitoras y las especies híbridas de las anteriores dentro del género *Citrus*.

Para ello se han obtenido muestras de cultivo ecológico de exocarpo, zumo y hoja durante 4 años (2016-2020) de los siguientes cítricos: *C. reticulata*, *C. maxima*, *C. medica*, *C. hystrix*, *C. japonica*, *C. x aurantium*, *C. sinensis*, *C. paradisi*, *C. limon*, *C. x bergamia*, *C. aurantifolia*, *C. mitis*, *C. x floridana* y *C. junos*.

Los aceites esenciales serán extraídos por Hidrodestilación durante 8 horas como indica la norma en extracción de esencias para su investigación, de las hojas y del fruto separándose exocarpo (“corteza”) y el zumo, y se analizarán por técnicas de cromatografía de gases y con distintos sistemas de detección (FID y MS).

Se realizarán las comparaciones pertinentes:

- Entre las mismas especies:
  - Variación según procedencia y año.
  - Variación en función de la parte extraída.
  - Tiempo de destilación (superior a 8 horas).
  - Tratamiento en *C. japonica* (Kumquat) ( $\beta$ -glucosidasa).
  
- Entre diferentes especies:
  - Variación según procedencia y año.
  - Variación en función de la parte extraída.
  - De los híbridos con sus parentales.
  - Tiempo de destilación (superior a 8 horas).



# **MATERIAL Y MÉTODOS**



### 3. MATERIAL Y MÉTODOS

#### 3.1. Selección y Conservación de Muestras.

Todas las muestras de hojas y fruto se han obtenido entre los años 2016 y 2020, de cultivo ecológico para evitar en la medida de lo posible el efecto de pesticidas y tratamientos, además de disminuir el tiempo entre recolección de muestra y destilación de la misma. Dado que se trata de muestras comerciales suministradas pertenecen a muestras cultivadas, no se han realizado pliegos de herbario.

- Especies Progenitoras (77 muestras totales) (Tabla 3):
  - *C. reticulata* (Mandarina): 4 poblaciones, entre las cuales Valencia 4 se trata de una variedad con menor porcentaje de retrocruzamiento, obteniendo un total de 32 muestras.
  - *C. maxima* (Pampelmusa): 2 poblaciones, obteniendo 5 muestras, ya que no fue posible la obtención de las hojas de una de las poblaciones.
  - *C. medica* (Cidra): 2 poblaciones, obteniendo un total de 11 muestras, porque la variedad *sarcodactylis* (mano de buda) no produce zumo y de variedad *vulgaris* sólo se ha tenido acceso a un año.
  - *C. hystrix* (Lima Kaffir): 2 poblaciones, un total de 7 muestras.
  - *C. japonica* (Kumquat): 1 población, un total de 16 muestras.
  
- Especies Híbridas (166 muestras totales) (Tabla 4):
  - *C. x aurantium* (Naranja Amarga): 3 poblaciones, un total de 34 muestras.
  - *C. sinensis* (Naranja Dulce): 5 poblaciones, un total de 50 muestras.
  - *C. paradisi* (Pomelo): 1 población, un total de 10 muestras.
  - *C. limon* (Limón): 4 población, un total de 37 muestras.
  - *C. aurantifolia* (Lima): 2 población, un total de 14 muestras.
  - *C. mitis* (Calamondín): 3 población, un total de 11 muestras, no fue posible la obtención de muestras de hoja de dos de las poblaciones.
  - *C. x floridana* (Limequat): 1 población, un total de 4 muestras.
  - *C. x bergamia* (Bergamota): 1 población, un total de 4 muestras.
  
- Cítrico externo (4 muestras totales) (Tabla 5):
  - *C. junos* (Yuzu): 1 población, un total de 4 muestras.

Hacen un total de 243 muestras, fueron mantenidas bajo unas condiciones de oscuridad y temperatura de 3-4 °C.

Tabla 3. Muestras de Parentales.

Especie	Temporada	Origen/Población	Número de muestras	Número de Muestra Total
<i>C. reticulata</i> Mandarinas	16/17	Tarragona 1	3	32
		Tarragona 2	3	
		Valencia 1	3	
	17/18	Tarragona 1	3	
		Tarragona 2	3	
		Valencia 1	3	
	18/19	Tarragona 1	3	
		Tarragona 2	4	
		Valencia 1	3	
	19/20	Valencia 4	4	
<i>C. maxima</i> Pampelmusa	17/18	Comercial	3	5
	19/20	Valencia 1	4	
<i>C. medica</i> Cidra	16/17	Valencia 1	2	11
	17/18	Valencia 1	2	
	18/19	Valencia 1	3	
	19/20	Valencia 4	4	
<i>C. hystrix</i> Lima Kaffir	17/18	Valencia 1	3	7
	19/20	Tarragona 3	4	
<i>C. japonica</i> Kumquat	16/17	Valencia 1	3	24
	17/18	Valencia 1	4	
	18/19	Valencia 1	3	
	19/20	Valencia 1	12	
Parentales				77

Tabla 4. Muestras de Híbridos.

Especie	Temporada	Origen	Número de muestras	Número de Muestra Total
<i>C. x aurantium</i> Naranja amarga	16/17	Granada 1	3	34
		Granada 2	3	
		Valencia 3	3	
	17/18	Granada 1	4	
		Granada 2	4	
		Valencia 3	3	
	18/19	Granada 1	3	
		Granada 2	3	
		Valencia 3	3	
<i>C. sinensis</i> Naranja dulce	17/18	Tarragona 1	3	50
		Tarragona 2	3	
		Tarragona 3	3	
		Valencia 1	3	
		Valencia 2	3	
	17/18	Tarragona 1	3	
		Tarragona 2	3	
		Tarragona 3	4	
		Valencia 1	4	
		Valencia 2	3	
	17/18	Tarragona 1	3	
		Tarragona 2	3	
		Tarragona 3	3	
		Valencia 1	3	
		Valencia 2	3	
19/20	CIU	3		

Especie	Temporada	Origen	Número de muestras	Número de Muestra Total
<i>C. paradisi</i> Pomelo	16/17	Valencia 1	3	10
	17/18	Valencia 1	3	
	18/19	Valencia 1	4	
<i>C. limon</i> Limón	16/17	Tarragona 1	3	37
		Valencia 1	3	
		Valencia 2	3	
		Valencia 3	3	
	17/18	Tarragona 1	3	
		Valencia 1	3	
		Valencia 2	3	
		Valencia 3	3	
	18/19	Tarragona 1	3	
		Valencia 1	4	
		Valencia 2	3	
		Valencia 3	3	
<i>C. aurantifolia</i> Lima	17/18	Tarragona 3	3	14
		Valencia 1	3	
	18/19	Tarragona 3	4	
		Valencia 1	4	
<i>C. mitis</i> Calamondín	17/18	Birmania 1	4	11
		Birmania 2	4	
	18/19	Madrid 1	3	
<i>C. x floridana</i> Limequat	18/19	Valencia 4	4	15
<i>C. x bergamia</i> Bergamota	19/20	Valencia 4	4	4
Total de Muestras de Híbridos				166

Tabla 5. Muestras de Cítrico externo

Especie	Temporada	Origen	Número de muestras	Número de Muestra Total
<i>C. junos</i> Yuzu	18/19	Valencia 1	4	4

### 3.2. Extracción de Aceites Esenciales

El método de extracción de aceites esenciales que se ha empleado es hidrodestilación en corriente de vapor con cohobación mediante Clevenger modificado Stashenko *et al.*, 2004 (imagen 7) fabricado en vidrio como se indica en la Real Farmacopea Española (Vardulaki, 1997). Recibe el nombre de modificado debido a que la muestra en nuestro caso, exocarpo, zumo u hojas se destila de forma constante en agua, y no por separado como propone el método original. Este método es una de las técnicas más utilizadas por su sencillez y por la pureza del aceite extraído (Usano, 2012).



### 3.2.1. Extracción hasta Agotamiento de Muestra

Todos los tipos de muestras (exocarpo, zumo y hojas) se llevaron a agotamiento, extrayéndose durante 8 horas en días sucesivos hasta obtener un volumen de esencias igual a 0 en el último día. El único tipo de muestra que tras las primeras 8 horas de destilación se continuaba observando una producción de aceite esencial fueron las de exocarpo de todas las especies de cítricos empleadas.

Debido a la inviabilidad de agotar cada una de las muestras de exocarpo recogidas a causa del tiempo necesario para agotarlas, llegando a destilarse la misma muestra hasta un total de 19 días, se optó por el agotamiento de al menos una muestra de cada especie de cítrico para así obtener el total de esencia de esta parte de la planta. De esta forma se aporta como novedad la composición del total de esencia contenida en el exocarpo de cada una de las especies y posibilita el estudio de cómo afecta el tiempo de destilación a la composición y rendimiento de esencia obtenido mediante hidrodestilación.

### 3.2.2. Extracción de Compuestos Glicosilados

El método de extracción de compuestos glicosilados se ha realizado en exocarpo de Kumquat, mediante el uso de la enzima  $\beta$ -glucosidasa como se ha realizado en estudios previos (Gao *et al.*, 2018 y Ren *et al.* 2015). Se escogió el Kumquat debido a que no se encontró información acerca de cómo afectaba este tratamiento en esta especie aumentando el conocimiento acerca de la optimización de la extracción de aceite esencial de dicho cítrico.

Para la comprobación de estos compuestos se pesó en todos los casos exocarpo hasta llegar a una muestra de 50 g y 500 mL de agua tratándose de las siguientes formas las muestras:

- Control (KC): se destiló sin incubación, ni tratamiento enzimático.
- Blanco (KB): se incubó durante 7 días a una temperatura de 33 °C en condiciones de oscuridad. Una vez pasado este tiempo se procedió a su destilación por hidrodestilación hasta agotamiento.
- Agotamiento y tratamiento (KA): se incubó durante 7 días a una temperatura de 33 °C en condiciones de oscuridad. Una vez pasado este tiempo se procedió a su destilación por hidrodestilación hasta agotamiento. Una vez agotada se separaron los restos de exocarpo (KAR) y el agua (KAG) de la muestra destilada, incubándose ambas submuestras con 20 unidades de  $\beta$ -glucosidasa durante 7 días a una temperatura de 33 °C en condiciones de oscuridad y posteriormente destilándose.

- Tratamiento y agotamiento (KN): se incubó con 20 unidades de  $\beta$ -glucosidasa durante 7 días a una temperatura de 33 °C en condiciones de oscuridad. Una vez pasado este tiempo se procedió a su destilación por hidrodestilación hasta agotamiento.

### **3.3. Análisis por Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de Masas**

#### **3.3.1. Análisis cualitativo**

Cromatografía de gas líquido-espectrometría de masas (CGL-EM): La cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG/EM) se llevó a cabo en un cromatógrafo de gases Agilent Technologies 6890 acoplado a un espectrómetro de masas Agilent Technologies 5973 equipado con una columna capilar 100% metilsilicona de 30 m x 0,25 mm x 0,25  $\mu$ m, acoplado a un detector selectivo de masas HP 5971A. Los análisis de las muestras se realizaron en las siguientes condiciones: temperatura de la columna: programada de 70-220°C a 6°C/min. Se usó Helio como gas portador (0.5 mL/min). La inyección de las muestras se realizó a 250°C en modo Split (1:20). Los espectros de masas se registraron en modo impacto electrónico a 70 eV registrando el rango de m/z 45-450.

#### **3.3.2. Análisis cuantitativo**

Cromatografía de gas líquido (CGL): Se ha utilizado un cromatógrafo Varian 3300 equipado con una columna capilar de 50 m de longitud y 0.25 mm de diámetro interno, con fase estacionaria metilsilicona DB-1 recubriendo la pared interna con un espesor de fase de 0.25  $\mu$ m y detector de ionización de llama (Flame Ionization Detector: FID) a 350°C. Los análisis de las muestras se realizaron en las siguientes condiciones: temperatura de la columna programada de 95 a 240°C con una rampa de calentamiento de 4°C/min. El tiempo inicial 0 y el tiempo final 5 minutos. La inyección de las muestras se realizó a 250°C en modo Split (1:100). Como gas portador se usó Nitrógeno (1.5 mL/min). El flujo de aire y de hidrógeno se optimizaron con el fin de obtener la máxima respuesta posible del detector. La cuantificación de los análisis se expresa como porcentaje del compuesto en la porción volátil total.

#### *Identificación de los compuestos*

La identificación de los compuestos volátiles presentes en las muestras se ha realizado utilizando los índices de retención Kovats (IK) comparándolos con los de los patrones obtenidos en las mismas condiciones del análisis y con los índices publicados en la bibliografía (Adams,

1995; Adams, 2001; Adams, 2017). Mediante CG/EM se identificaron los compuestos en función de la comparación de los patrones de fragmentación de su espectro de masas con: aquellos informatizados en la base de datos del espectrofotómetro (Wiley built-in library); los de la bibliografía (Adams, 1995; Adams, 2001; Jennings, 2004, NIST) y los espectros de patrones obtenidos en las mismas condiciones del análisis. Se muestra un ejemplo de los cromatogramas obtenidos a partir de la CGL-EM de cada tipo de muestra (exocarpo, zumo y hoja) a continuación (Imagen 8).

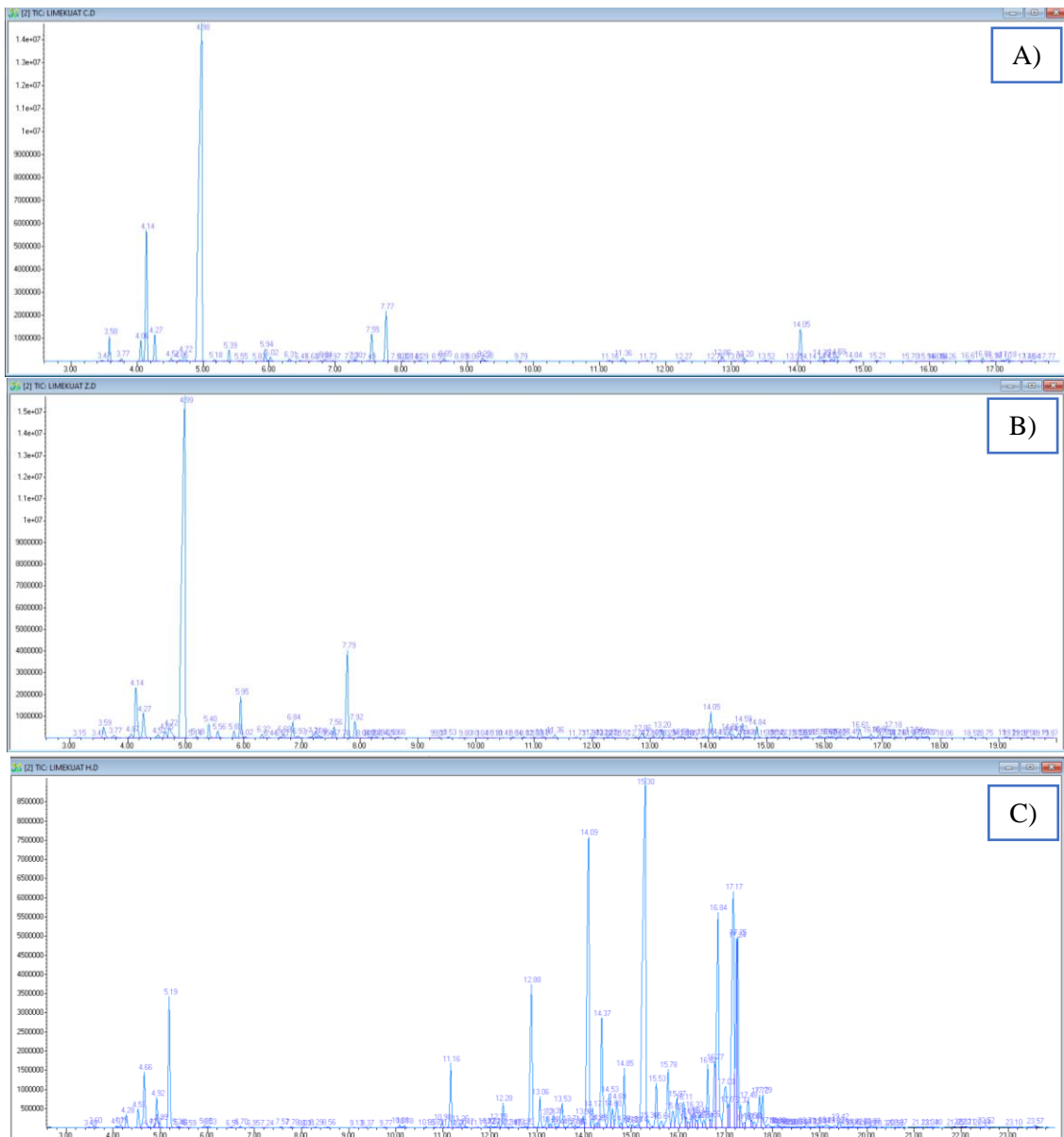


Imagen 9. Ejemplo de Cromatogramas de *C. x floridana* (Limequat). A) Exocarpo B) Zumo C) Hoja.

### **3.4. Análisis Estadístico**

El análisis de los datos obtenidos se ha realizado mediante el programa XLSTAT (2021) para poder observar diferencias y similitudes en la composición de los aceites esenciales de las muestras analizadas. Siendo el principal objetivo ver la relación entre las diferentes muestras en función del origen, temporada, especie, su relación genética y entre las partes de la planta analizadas (Exocarpo, zumo u hojas).

Sólo se han utilizado aquellos compuestos que alcanzan al menos una concentración de 0,90% en al menos una muestra de aceite esencial, formando el conjunto de este tipo de compuestos el grupo de compuestos mayoritarios de cada muestra con el que realizar los diferentes análisis estadísticos. Los análisis empleados han sido el Análisis de Componentes Principales (ACP) y el Análisis de Conglomerados Jerárquicos (ACJ).

# **RESULTADOS**



## 4. RESULTADOS

### 4.1. Análisis Químico y Estadístico de Especies Parentales

A continuación, se presentan el rendimiento y caracterización del aceite esencial obtenido de las diferentes muestras de especies parentales. Además de los diferentes análisis realizados con la composición química de las muestras.

#### 4.1.1. *C. reticulata* (Mandarina)

El rendimiento obtenido de *C. reticulata* se presenta en la tabla 6, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,01% y el máximo en una muestra de hoja con un 3,04%.

La producción de aceite esencial en muestras de zumo es homogénea con valores de 0,01% a 0,14%, mientras que en muestras de exocarpo y hojas el rendimiento es variable, entre 0,11% y 0,78% en el caso del exocarpo y entre 0,04% y 3,04% en hojas.

Tabla 6. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. reticulata* (Mandarina).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
16/17	Tarragona 1	0,56	0,01	0,25	M1
	Tarragona 2	0,52	0,04	0,4	M2
	Valencia 1	0,22	0,01	3,04	M3
17/18	Tarragona 1	0,53	0,14	2,25	M4
	Tarragona 2	0,27	0,01	0,11	M5
	Valencia 1	0,54	0,01	0,56	M6
18/19	Tarragona 1	0,46	0,01	0,34	M7
	Tarragona 2	0,11	0,03	0,13	M8
	Valencia 1	0,78	0,01	0,04	M9
19/20	Valencia 4	0,39	0,01	0,78	M10

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 7, tabla 8 y tabla 9. Se han identificado 63, 79 y 98 compuestos en las muestras analizadas de aceite esencial de zumo, hoja y exocarpo respectivamente.

El compuesto mayoritario hasta con un 86,48% es limoneno en muestras de exocarpo de mandarinas a excepción de la muestra EM4 de la temporada 17/18 en la cual el geranial y neral en mayor medida con un 26,57% y un 18,40% respectivamente mientras que el limoneno se encuentra en un 16,06%. En todas las muestras de exocarpo la mayor parte de su composición recae en monoterpenos entre 84,58% en EM4 y un 98,43% en EM3.

En el caso de las muestras de zumo de mandarina limoneno sigue siendo el compuesto mayoritario en trece de las quince muestras, encontrándose desde 19,38 % en ZM10 de la temporada 19/20 hasta un 97,06% en ZM5 de la temporada 17/18. En las dos muestras restantes los compuestos mayoritarios son  $\alpha$ -pineno en ZM1 con un 40,90%, y ácido hexadecanoico en ZM10 con un 44,87%. En cuanto a qué tipos de compuestos se encuentran en mayor proporción son monoterpenos entre un 40,9% y un 98% seguido de otro tipo de compuestos ácidos en algunas muestras como en ZM7 y ZM10 con 20,2% y 47,47% respectivamente.

Las muestras correspondientes a esencia de hoja de mandarinas presentan diferentes compuestos mayoritarios, encontrándose en mayor medida sabineno en HM1 (19,91%), HM2 (25,18%), HM3 (30,44%), HM9 (21,19%),  $\gamma$ -terpineno en HM4 (37,12%), linalool en HM5(19,72%), HM6 (22,95%), HM7 (16,18%),  $\beta$ -sinensal en HM8 (17,51%) y *n*-metilantranilato de metilo en HM10 (63,50%). Al igual que en las esencias de exocarpo y zumo, los monoterpenos representan la mayoría de la composición y aumenta la proporción de sesquiterpenos entre 1,99% en HM4 y 39,99% en HM8. Además, la muestra HM10 presenta *n*-metilantranialato de metilo, compuesto aminobenzoico como mayoritario anteriormente comentado.

Tabla 7. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. reticulata* (Mandarina). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados											
Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		EM1	EM2	EM3	EM4	EM5	EM6	EM7	EM8	EM9	EM10
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	---	---	---	---	---	0,05	---	0,05	1,27
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	0,13	0,23	0,25	0,22	0,17	0,18	0,91	1,28	0,82	5,3
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	---	---	---	---	---	---	0,04	0,02	0,2
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,44	0,58	0,08	0,56	0,23	0,23	3,4	4,7	2,16	0,1
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	0,04	0,05	0,12	3,87	0,03	---	0,37	0,37	0,16	2,91
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,47	1,08	1,2	0,51	1,06	1,31	5,73	5,1	5,63	5,84
Octanal <sup>a3</sup>	998	0,8	1,35	0,17	0,07	1,63	1,25	---	---	---	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,07	0,13	0,08	0,38	0,03	0,07	0,26	0,17	0,13	1,98
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,03	---	---	---	---	---	0,07	0,07	0,09	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,13	0,26	0,17	0,12	0,09	0,08	1,14	0,63	0,4	0,25
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,03	0,12	0,08	---	---	---	---	---	0,07	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	85,23	78,42	86,06	16,06	82,76	86,48	64,48	72,63	70,42	37,32
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,23	0,13	0,41	1,41	0,16	1,2	0,8	0,99	0,18	0,05
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,22	0,45	3,13	0,36	0,19	0,12	1,89	0,76	0,71	12,65
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,17	0,1	---	0,13	0,54	0,35	---	0,37	---	---

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		EM1	EM2	EM3	EM4	EM5	EM6	EM7	EM8	EM9	EM10
(Z)-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,03	0,07	---	0,09	---	0,07	0,05	0,09	---	---
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,03	0,05	---	---	---	0,05	0,03	0	0,17	0,05
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,08	0,14	0,25	0,22	0,06	0,04	0,42	0,25	0,19	2,23
Linalool <sup>a2</sup>	1096	4,32	4,9	2,32	1,44	6,26	3,41	9,55	4,28	5,84	2,05
Nonanal <sup>a3</sup>	1100	0,09	0,11	0,04	0,19	0,2	0,1	---	---	---	---
<i>p</i> -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	---	0,09	---	0,06	0,05	0,02	0,09	0,06	0,09	---
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,03	0,38	---	---	---	---	0,1	0,07	0,52	0,16
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,04	0,09	---	---	---	---	0,18	0,1	0,13	0,15
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	---	0,36	---	---	---	---	0,08	0,06	0,48	---
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,1
(Z)- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,1
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	---	---	---	---	---	0,16	---	0,08	0,1
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,17	0,23	0,33	2,14	---	0,12	0,1	0,06	0,28	0,51
Isoborneol <sup>a2</sup>	1160	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,15
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,03	---	---	0,38	0,28	---	---	---	0,46	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,23	2,53	1,27	0,75	1,13	0,53	4,01	1,8	2,02	2,54
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	---	0,31	---	0,63	---	---	---	---	---	---
<i>p</i> -Metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	---	0,1	---	---	---	---	---	---	0,09	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,91	1,29	1,78	1,41	1	0,78	1,32	0,74	1,32	4,02
(Z)-dihidro-Carvona <sup>a5</sup>	1192	---	---	---	---	---	---	---	---	0,11	---
(Z)-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	---	---	---	---	---	---	0,2	0,11	0,52	---
Decanal <sup>a3</sup>	1201	0,84	1,38	0,31	0,08	1,75	0,88	1,2	1,4	1,41	0,9
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,08
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	---	---	---	---	---	---	0,11	---	0,11	---
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	---	---	---	---	---	---	0,07	0,06	1	0,03
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,16	0,79	0,1	---	0,06	0,08	0,19	0,1	0,06	0,24
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,97
Nerol <sup>a2</sup>	1229	0,15	0,15	0,25	3,36	0,27	0,12	---	---	---	0,1
(Z)-Carveol <sup>a2</sup>	1229	0,04	0,33	---	---	---	---	---	---	0,58	0,05
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,09	0,16	0,04	18,4	0,33	0,17	0,16	0,07	2,75	0,05
Carvona <sup>a5</sup>	1243	0,25	2	0,08	1,91	0,11	0,11	0,77	0,31	0,05	0,15
Piperitona <sup>a5</sup>	1252	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,06
Acetato de (Z)-4-tuyilo <sup>a6</sup>	1256	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,08
2( <i>E</i> )-Decenal <sup>a3</sup>	1263	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,26
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,1	0,24	0,04	26,57	0,41	0,24	0,05	---	---	0,05
<i>n</i> -Decanol <sup>a2</sup>	1269	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
Aldehído perflico <sup>f</sup>	1271	0,22	0,31	0,12	---	0,24	0,3	0,48	0,21	0,03	0,95
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,1
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,06	0,14	---	---	0,04	0,11	0,11	0,08	0,07	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,09	0,1	0,06	0,27	0,06	0,03	---	---	---	2,44
<i>p</i> -vinyl-Guaiacol <sup>f</sup>	1309	---	---	---	---	---	0,06	---	---	0,27	0,21

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		EM1	EM2	EM3	EM4	EM5	EM6	EM7	EM8	EM9	EM10
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	---	---	---	---	---	---	0,13	0,1	0,05	0,2
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	---	---	---	---	---	0,07	0,12	0,06	---
Acetato de (Z)-piperitolo <sup>a6</sup>	1334	0,02	---	0,04	0,78	---	---	0,05	0,07	0,04	---
Acetato de (Z)-Carvilo <sup>a6</sup>	1342	---	0,04	---	9,81	---	---	---	---	0,03	---
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,2
Nerolato de etil <sup>a7</sup>	1354	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
(2E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	---	---	0,08	6	---	---	---	---	---	0,05
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	0,03	---	0,04	---	---	---	---	---	---	0,05
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,03	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	---	---	---	---	---	---	---	---	---	10,87
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,1	0,08	0,08	---	---	0,1	---	---	---	---
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,01	---	---	0,73	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1432	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---
(Z)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	0,07	---	---	---	0,05	0,04	---	---	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	---	---	---	0,14	---	0,03	---	---	---	---
(E)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	---	---	0,06	0,31	---	0,15
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	0,06	0,07	---	0,13	---	0,08	0,05	0,09	---	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,03	---	0,17	0,2	0,08	---	---	0,05	---	---
(E)-Muurola-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1494	---	---	---	---	---	---	0,07	0,15	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,1
(E, E)- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	0,2	---	---	---	---	---	0,07	0,29	---	---
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,21
2-metil Butanoato de lavandulilo <sup>a12</sup>	1511	---	---	---	---	---	---	0,09	0,19	---	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
BHT <sup>o6</sup>	1516	---	0,07	0,12	0,07	0,07	0,1	---	---	---	---
(E)-Dihidro-Apofarnesal <sup>b3</sup>	1521	---	---	---	0,09	---	0,04	---	---	---	0,05
(Z)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,06
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	0,05	0,08	0,1	---	0,03	0,05	0,04	0,14	0,06	0,06
Selina-3,7(11)-dieno <sup>b1</sup>	1546	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
n-Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,05	0,08	0,04	0,12	0,04	0,07	0,1	0,14	0,04	---
10-epi- $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
epi- $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
epi- $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,25
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,36	0,06	---	0,11	0,17	0,1	0,21	0,41	0,25	---
Eudesm-7(11)-en-4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,02	0,08	---	---	---	0,06	---	---	---	0,05
(2E,6Z)-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,93	0,24	0,54	0,12	0,42	0,7	0,52	0,99	0,03	0,2

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		EM1	EM2	EM3	EM4	EM5	EM6	EM7	EM8	EM9	EM10
Ácido Tetradecanoico <sup>o4</sup>	1770	0,03	---	---	0,06	---	0,12	---	---	---	0,05
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,2

B)Tipos de compuestos identificados											
Tipo de Compuestos	Super- índice	16/17			17/18			18/19			19/20
		EM1	EM2	EM3	EM4	EM5	EM6	EM7	EM8	EM9	EM10
Monoterpenos	a										
Hidrocarburos	1	88,1	81,68	91,83	23,77	84,83	89,73	79,61	87,05	81,12	70,1
Alcoholes	2	7,06	11,13	5,78	7,32	8,82	5,13	15,95	7,43	11,62	13,3
Aldehídos	3	1,28	2,4	0,62	48,38	2,85	1,88	0,49	0,19	4,6	0,74
Óxidos	4	0,03	0,07	---	0,09	---	0,07	0,05	0,09	---	---
Cetonas	5	0,28	2,05	0,08	1,91	0,11	0,16	0,8	0,31	0,33	0,26
Acetatos	6	0,02	0,04	0,12	16,59	---	---	0,05	0,07	0,07	0,13
Esteres	7	---	---	---	---	---	---	0,07	0,12	0,06	0,05
Butanoatos	12	---	---	---	---	---	---	0,09	0,19	---	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>96,77</b>	<b>97,37</b>	<b>98,43</b>	<b>98,06</b>	<b>96,61</b>	<b>96,97</b>	<b>97,11</b>	<b>95,45</b>	<b>97,8</b>	<b>84,58</b>
Sesquiterpenos	b										
Hidrocarburos	1	0,46	0,08	0,31	1,07	0,16	0,12	0,24	0,94	0,06	11,49
Alcoholes	2	0,02	0,08	---	---	---	0,06	---	---	---	0,51
Aldehídos	3	1,29	0,3	0,54	0,32	0,59	0,84	0,73	1,4	0,28	0,3
Óxidos	4	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,2
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>1,77</b>	<b>0,46</b>	<b>0,85</b>	<b>1,39</b>	<b>0,75</b>	<b>1,02</b>	<b>0,97</b>	<b>2,34</b>	<b>0,34</b>	<b>12,5</b>
Otros	o										
Alcoholes	2	0,23	0,17	---	0,26	0,54	0,43	0,05	0,46	---	0,05
Aldehídos	3	0,94	1,46	0,39	0,08	1,75	0,98	1,33	1,5	1,46	1,41
Óxidos	4	0,03	---	---	0,06	---	0,12	---	---	---	0,05
Cetonas	5	---	0,07	0,12	0,07	0,07	0,1	---	---	---	---
Parafinas	10	0,05	0,08	0,04	0,12	0,04	0,07	0,1	0,14	0,04	---
<b>Total de Otros</b>		<b>1,25</b>	<b>1,78</b>	<b>0,55</b>	<b>0,59</b>	<b>2,4</b>	<b>1,7</b>	<b>1,48</b>	<b>2,1</b>	<b>1,5</b>	<b>1,51</b>
Fenilpropanoides	f	0,22	0,41	0,12	---	0,24	0,36	0,48	0,21	0,39	1,36

Tabla 8. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. reticulata* (Mandarina). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados											
Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		ZM1	ZM2	ZM3	ZM4	ZM5	ZM6	ZM7	ZM8	ZM9	ZM10
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	---	---	---	---	---	0,10	0,29	0,18	0,33
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	40,90	7,32	0,47	8,46	0,12	17,58	4,58	3,27	1,05	18,69
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	---	---	---	---	1,56	---	0,09	---	0,98
Sabineno <sup>a1</sup>	975	---	---	---	---	---	---	---	0,11	---	0,76
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	---	---	1,11	---	0,99	3,18	---	0,25	---	2,89
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	---	---	---	---	---	1,83	---	0,17	---	1,42
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	---	---	---	---	---	1,09	---	0,25	---	0,51
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	---	---	---	---	---	---	---	0,17	---	0,45
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	---	---	---	---	---	1,41	0,79	3,74	1,55	0,15
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	---	---	---	---	3,06	---	---	---	0,75
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	37,64	84,11	94,33	76,77	97,06	34,42	38,57	23,75	39,10	19,38
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,78
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	---	---	0,22	---	0,07	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	9,96	---	2,79	---	0,12	2,58	1,17	0,63	3,89	0,54
Oxido de linalool <sup>a2</sup>	1068	---	---	---	---	---	2,16	5,85	3,96	1,80	---
Fenchona <sup>a1</sup>	1083	---	---	---	---	---	2,26	---	0,15	0,52	---
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	---	---	0,22	---	0,15	---	0,76	3,20	1,36	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	---	---	---	---	---	---	3,47	---	---	0,05
Deshidro-linalool <sup>a2</sup>	1090	---	---	---	---	0,00	---	0,98	0,44	1,39	---

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		ZM1	ZM2	ZM3	ZM4	ZM5	ZM6	ZM7	ZM8	ZM9	ZM10
Linalool <sup>a2</sup>	1096	---	---	0,08	---	0,13	---	3,88	3,56	---	0,20
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	---	---	---	---	---	0,54	0,25	0,82	---
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	---	---	0,18	---	0,47	---	---	---	---	---
1-Terpineol <sup>a2</sup>	1133	---	---	---	---	0,30	---	---	---	---	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	---	---	---	---	---	---	0,10	---	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,17
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	---	---	---	---	---	0,81	---	0,05	---	0,29
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	---	---	---	---	---	---	0,14	---	---
Decanal <sup>o3</sup>	1201	---	---	---	---	---	---	---	3,96	---	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	---	---	---	---	---	0,72	---	2,54	---	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	---	---	---	---	---	---	---	0,18	0,68	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	---	---	---	---	---	---	0,07	---	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	---	---	---	---	2,31	---	0,12	---	---
Acetato de bornilo <sup>a6</sup>	1285	---	---	---	---	---	---	---	0,12	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	---	---	---	---	---	0,71	0,35	1,53	---
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	---	---	---	---	---	---	1,37	0,88	2,25	---
(Z)- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	---	---	---	---	---	---	1,88	1,30	3,35	---
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,03
Acetato de geraniol <sup>a6</sup>	1381	---	---	---	---	---	---	1,67	1,29	2,89	0,07
<i>n</i> -Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	---	---	---	---	---	---	1,19	0,95	2,13	0,67
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	---	---	---	---	---	---	0,96	0,60	1,58	0,12
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	---	---	---	---	---	---	---	0,23	0,63	---
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1432	---	---	---	---	---	---	---	0,26	0,59	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	---	---	---	---	---	---	---	0,31	---	---
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	---	---	0,81	0,62	3,27	---
<i>Allo</i> -Aromadendreno <sup>b1</sup>	1460	---	---	0,24	---	---	---	---	---	---	---
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	---	---	---	---	---	---	0,71	0,53	1,24	---
( <i>E</i> )-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1476	---	---	---	---	---	---	---	0,85	1,55	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	---	---	---	---	---	---	1,14	0,96	2,39	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	---	---	---	---	---	0,50	0,50	1,17	---
(Z)-Muurolo-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1493	---	---	---	---	---	---	---	0,35	0,89	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	---	---	---	---	---	2,38	1,78	4,54	---
$\alpha$ -Muuroloeno <sup>b1</sup>	1500	---	---	0,07	---	---	---	0,99	1,18	2,46	0,28
BHT <sup>o8</sup>	1515	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,39
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,12
Ácido Dodecanoico <sup>o9</sup>	1566	---	---	---	---	---	---	1,23	1,08	2,06	0,64
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	---	---	---	---	---	---	2,06	1,98	4,42	0,15
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	---	---	---	---	1,68	---	0,39	---	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b1</sup>	1699	---	---	0,23	---	0,30	---	1,50	5,45	---	1,94
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	---	---	---	---	4,02	1,23	0,67	1,51	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	---	---	---	---	13,19	5,91	7,45	1,86	1,96
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,41
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	11,50	8,57	0,06	14,77	0,29	6,15	13,08	18,50	5,36	44,87

B)Tipos de compuestos identificados											
Tipo de Compuestos	Super-índice	16/17			17/18			18/19			19/20
		ZM1	ZM2	ZM3	ZM4	ZM5	ZM6	ZM7	ZM8	ZM9	ZM10
Monoterpenos	a										
Hidrocarburos	1	88,5	91,4	99,1	85,2	98,5	68,9	49,4	36,1	47,7	47,68
Alcoholes	2	---	---	0,26	---	0,9	3,69	11,4	11,2	4,72	0,49
Aldehídos	3	---	---	---	---	---	2,31	---	0,3	0,68	0,17
Acetatos	6	---	---	---	---	---	---	3,04	2,29	5,14	0,07
Tionas	10	---	---	---	---	---	---	1,88	1,3	3,35	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>88,5</b>	<b>91,4</b>	<b>99,4</b>	<b>85,2</b>	<b>99,4</b>	<b>74,9</b>	<b>65,8</b>	<b>51,2</b>	<b>61,5</b>	<b>48,41</b>
Sesquiterpenos	b										
Hidrocarburos	1	---	---	0,54	---	0,3	---	8,28	13,1	19,1	2,49
Alcoholes	2	---	---	---	---	---	5,7	1,23	1,06	1,51	---
Cetonas	5	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,41
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>---</b>	<b>---</b>	<b>0,54</b>	<b>---</b>	<b>0,3</b>	<b>5,7</b>	<b>9,51</b>	<b>14,2</b>	<b>20,6</b>	<b>2,9</b>
Otros	o										
Alcoholes	2	---	---	---	---	---	---	0,71	4,49	1,24	---
Aldehídos	3	---	---	---	---	---	---	0,54	0,25	0,82	---
Fenoles	8	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,39
Ácidos	9	11,5	8,57	0,06	14,8	0,29	19,3	20,2	27	9,28	47,47
Parafinas	p	---	---	---	---	---	---	2,06	1,98	4,42	0,15
<b>Total de Otros</b>		<b>11,5</b>	<b>8,57</b>	<b>0,06</b>	<b>14,8</b>	<b>0,29</b>	<b>19,3</b>	<b>23,5</b>	<b>33,8</b>	<b>15,8</b>	<b>48,01</b>
Aminobenzoicos	c	---	---	---	---	---	---	1,19	0,95	2,13	0,67

Tabla 9. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. reticulata* (Mandarina). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados.											
Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		HM1	HM2	HM3	HM4	HM5	HM6	HM7	HM8	HM9	HM10
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,13	0,35	0,36	0,56	0,09	---	0,50	0,08	0,36	0,56
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	1,53	1,33	1,71	---	0,60	0,22	1,65	0,53	1,21	1,70
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,11	---	0,10	---	---	---	0,06	---	---	0,03
Sabineno <sup>a1</sup>	975	19,91	25,18	30,44	0,42	17,35	12,96	14,77	14,17	21,19	0,24
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	1,04	1,44	1,51	2,59	0,83	0,41	1,82	0,77	2,37	1,67
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,89	3,33	2,97	0,35	2,24	1,54	3,10	1,42	2,09	0,73
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,49	0,68	0,48	---	0,54	2,55	0,66	0,20	---	0,03
<i>p</i> -Menta-1(7),8-dieno <sup>a1</sup>	1004	5,01	8,02	4,07	---	6,08	1,07	4,10	1,00	---	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,30	0,40	0,30	0,41	0,40	0,30	0,38	0,09	---	0,29
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	1,28	2,71	2,08	12,34	1,09	---	2,68	0,98	3,09	0,08
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,29	0,22	0,24	---	0,17	---	---	---	---	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	7,59	4,42	4,33	2,80	3,25	2,03	4,95	4,25	2,82	12,88
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	1,08	1,12	1,03	2,59	0,82	0,64	0,35	0,22	0,60	1,15
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,09
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	10,26	8,40	6,54	0,00	7,02	5,71	6,19	5,28	8,89	0,41
( <i>E</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1050	0,13	0,15	0,10	---	0,14	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	2,67	4,36	3,54	37,12	1,91	4,08	4,15	1,67	6,01	11,78
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	---	---	---	---	---	1,33	0,68	0,55	0,02
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	---	---	---	---	---	---	0,03	0,14	---	0,39
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---
<i>p</i> -Menta-2,4(8)-dieno <sup>a1</sup>	1088	0,15	0,53	0,53	---	0,72	0,62	---	---	---	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	2,23	2,62	1,74	2,44	2,11	2,02	2,32	0,89	1,38	---
Linalool <sup>a2</sup>	1096	10,13	12,87	10,10	3,24	19,72	22,95	16,18	15,08	4,85	0,41
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	---	---	---	---	---	---	0,03	---	---	---

Compuesto	IK	16/1 7			17/1 8			18/1 9			19/20
		HM 1	HM2	HM 3	HM4	HM5	HM6	HM 7	HM8	HM9	HM1 0
dehidro-Sabina cetona <sup>a5</sup>	112 0	0,21	0,33	0,26	---	0,26	0,24	---	---	---	---
<i>iso</i> -Tuyan-3- ol <sup>a2</sup>	113 8	0,09	0,16	0,23	---	0,14	---	0,74	0,39	0,75	0,01
( <i>Z</i> )- $\beta$ - Terpineol <sup>a2</sup>	114 4	---	---	---	---	---	---	0,45	0,24	0,66	0,01
Citronelal <sup>a3</sup>	115	3,66	4,86	3,37	---	4,83	4,61	2,88	1,55	---	0,02
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	116 4	---	---	---	---	---	---	0,04	---	---	0,17
Ácido Octadecanóico <sup>o</sup>	117 1	---	---	---	---	---	---	0,03	---	---	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	117 7	4,30	6,28	6,30	---	5,17	9,70	8,39	6,08	12,54	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	118 8	0,30	0,54	0,43	---	1,59	1,14	1,71	0,59	1,15	0,14
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	119 9	---	---	---	---	---	---	0,16	0,17	---	0,06
Decanal <sup>o2</sup>	120 1	---	---	---	---	---	---	0,06	0,12	---	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	121 6	0,06	0,09	0,13	---	0,08	---	0,08	0,12	---	---
Citronelol <sup>a2</sup>	122 5	1,51	0,51	1,23	---	0,65	0,40	0,54	0,73	---	0,07
Neral <sup>a3</sup>	123 8	0,06	0,42	0,11	---	2,41	0,34	0,46	0,21	---	0,03
Carvona <sup>a5</sup>	124 3	0,19	---	0,08	---	0,61	---	0,01	---	---	---
Geraniol <sup>a2</sup>	125 2	---	---	---	---	---	---	0,25	---	---	---
Geranial <sup>a3</sup>	126 7	0,08	0,49	0,14	0,00	3,11	0,49	0,60	0,12	---	---
Nerolato de metilo <sup>a7</sup>	128 2	---	---	---	---	---	---	0,02	0,13	---	0,09
$\alpha$ -Terpinen-7- al <sup>a3</sup>	128 5	---	---	---	---	---	---	0,35	0,00	0,74	0,13
<i>p</i> -vinyl- Guaiacol <sup>f</sup>	130 9	---	---	---	---	---	---	---	0,26	---	0,03
( <i>2E,4E</i> )- Decadienal <sup>o2</sup>	131 7	0,12	---	---	---	0,03	---	---	---	---	---
Limalol <sup>a3</sup>	132 8	---	---	0,03	---	---	---	---	---	---	---
Propanoato de linalilo <sup>a9</sup>	133 7	0,03	---	0,10	21,13	0,04	---	---	---	---	---
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	135 2	---	---	---	---	---	---	0,13	0,54	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8- tiol-3-ona <sup>a10</sup>	136 0	---	---	---	---	---	---	0,02	0,29	---	---
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	136 1	0,80	0,42	0,77	0,00	1,10	0,48	0,05	---	---	---
<i>n</i> - Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	140 6	0,90	0,10	0,07	0,30	0,05	0,05	0,03	0,15	7,59	63,50
( <i>E</i> )- Cariofileno <sup>b1</sup>	141 9	2,01	0,30	1,20	5,03	1,01	0,40	0,78	4,01	1,73	0,50

Isobutanoato de lavandulilo <sup>a11</sup>	142 2	1,02	0,05	0,44	---	0,26	---	---	---	---	---
$\beta$ -Copaeno <sup>b1</sup>	143 2	0,15	---	0,07	2,70	0,04	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	145 4	0,25	---	0,13	0,50	0,08	---	0,63	2,86	1,54	0,29
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	145 6	---	---	---	---	---	---	---	0,16	---	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	147 7	---	---	---	---	---	---	0,02	---	---	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	149 0	---	---	---	---	---	---	0,05	---	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	149 6	---	---	---	---	---	---	0,31	1,08	0,68	---
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	150 0	0,54	---	---	---	---	---	0,08	0,50	---	0,15
( <i>E,E</i> )- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	150 5	0,39	0,06	0,40	2,99	0,43	---	0,14	1,09	---	---
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	150 5	---	---	---	---	---	---	0,04	---	---	---
2-metil Butanoato lavandulilo <sup>a12</sup>	151 1	---	---	---	---	---	---	0,04	0,27	---	---
$\delta$ -Amorfenob <sup>1</sup>	151 2	0,04	---	0,06	0,45	0,08	---	---	---	---	---
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	152 3	0,14	---	0,06	0,50	0,05	---	---	---	---	0,13
( <i>Z</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	153 2	0,15	---	0,02	---	0,08	---	---	---	---	0,07
$\gamma$ -Cupreneno <sup>b1</sup>	153 3	0,09	---	0,18	---	0,04	---	---	---	---	0,27
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	160 0	---	---	---	---	---	---	0,27	0,59	1,19	---
2-metil Butanoato de geranilo <sup>a12</sup>	160 1	---	---	---	---	---	---	0,03	---	0,59	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	164 0	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,28
$\alpha$ -Muurolob <sup>2</sup>	164 6	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04
2- <i>epi</i> - $\beta$ -Cedren-3-one <sup>b5</sup>	164 5	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	165 4	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,10
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	168 4	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,11
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	169 9	9,81	3,91	6,96	1,55	6,00	15,20	9,77	17,51	14,72	0,04
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	170 0	---	---	---	---	---	---	0,04	---	---	---
( <i>2Z,6E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	171 6	---	---	---	---	---	---	0,09	0,28	---	---

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19			19/20
		HM1	HM2	HM3	HM4	HM5	HM6	HM7	HM8	HM9	HM10
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	5,90	3,35	5,06	0,00	6,75	9,84	5,41	12,50	---	0,01
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,13
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	---	---	---	---	---	---	0,04	---	0,71	1,13

B)Tipos de compuestos identificados

Tipo de Compuestos	Super-índice	16/17			17/18			18/19			19/20
		HM1	HM2	HM3	HM4	HM5	HM6	HM7	HM8	HM9	HM10
Monoterpenos	a										
Hidrocarburos	1	57,09	65,26	62,07	61,62	45,36	34,15	47,71	31,55	50,01	31,55
Alcoholes	2	16,39	20,45	18,42	3,24	27,35	34,19	28,59	23,66	19,95	1,18
Aldehídos	3	3,8	5,77	3,65	---	10,35	5,44	4,33	1,88	0,74	0,35
Cetonas	5	0,4	0,33	0,34	---	0,87	0,24	0,02	---	---	---
Acetatos	6	0,8	0,42	0,77	---	1,1	0,48	0,18	0,54	---	---
Esteres	7	---	---	---	---	---	---	0,02	0,13	---	0,09
Propanoatos	9	0,03	---	0,1	21,13	0,04	---	---	---	---	---
Tionas	10	---	---	---	---	---	---	0,02	0,29	---	---
Isobutanoatos	11	1,02	0,05	0,44	---	0,26	---	---	---	---	---
Butanoatos	12	---	---	---	---	---	---	0,03	---	0,59	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>79,53</b>	<b>92,28</b>	<b>85,79</b>	<b>85,99</b>	<b>85,33</b>	<b>74,5</b>	<b>80,9</b>	<b>58,05</b>	<b>71,29</b>	<b>33,17</b>
Sesquiterpenos	b										
Hidrocarburos	1	3,61	0,36	2,1	12,17	1,73	0,4	2,05	9,7	3,95	1,34
Alcoholes	2	0,15	---	0,02	---	0,08	---	0,09	0,28	---	0,6
Aldehídos	3	15,71	7,26	12,02	1,55	12,75	25,04	15,18	30,01	14,72	0,05
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>19,47</b>	<b>7,62</b>	<b>14,14</b>	<b>13,72</b>	<b>14,56</b>	<b>25,44</b>	<b>17,32</b>	<b>39,99</b>	<b>18,67</b>	<b>1,99</b>
Otros	o										
Alcoholes	2	0,12	---	---	---	0,03	---	1,33	0,68	0,55	0,02
Fenoles	8	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,39
Ácidos	9	---	---	---	---	---	---	0,07	---	0,71	1,26
Parafinas	p	---	---	---	---	---	---	0,31	0,59	1,19	---
<b>Total de Otros</b>		<b>0,12</b>	<b>---</b>	<b>---</b>	<b>---</b>	<b>0,03</b>	<b>---</b>	<b>1,71</b>	<b>1,27</b>	<b>2,45</b>	<b>1,67</b>
Aminobenzoicos	c	0,9	0,1	0,07	0,3	0,05	0,05	0,03	0,15	7,59	63,5
Fenilpropanoides	f	---	---	---	---	---	---	---	0,26	---	0,03

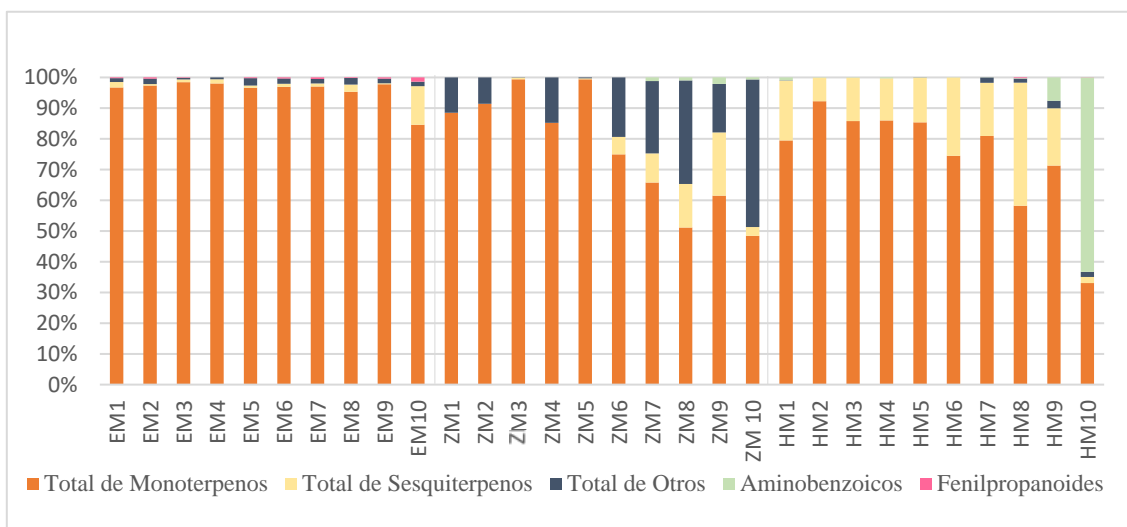


Gráfico 1. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. reticulata* (Mandarina).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 7, tabla 8 y tabla 9). Los grupos de compuestos mayoritarios son:

- En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 95,59% y el 99,17% del total de su composición:  $\alpha$ -tujeno,  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, octanal,  $\alpha$ -felandreno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, decanal, *p*-ment-1-en-9-al isómero 2, citronelol, nerol, neral, carvona, geranial, aldehído perílico, carvacrol, acetato de (*Z*)-carvilo, acetato de nerilo,  $\beta$ -elemeno y  $\alpha$ -sinensal.

- En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 96,21% y el 100% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, canfeno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, óxido de linalool, fenchona, *m*-cimeno, terpinoleno, deshidro linalool, linalool, decanal, citronelol,  $\alpha$ -terpinen-7-ol, carvacrol, acetil citronelilo, (*Z*)-*p*-menta-8-tiol-ona, acetato de geranilo, *n*-metilantranilato de metilo, (*E*)-cariofileno, (*E*)- $\beta$ -farneseno, dodecanol, (*E*)-cadina-1(6),4-dieno,  $\gamma$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\alpha$ -muuroleno, ácido dodecanóico, *n*-hexadecano, 10-*epi*- $\gamma$ -eudesmol,  $\beta$ -sinensal, (2*Z*,6*E*)-farnesol, ácido tetradecanoico y ácido hexadecanoico.

- En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 96,21% y el 100% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno, *p*-menta-1(7),8-dieno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno,  $\beta$ -felandreno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, *n*-octanol, terpinoleno, linalool, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, citronelol, neral, geranial, propanoato de linalool, acetato de nerilo, *n*-metilantranilato de metilo, (*E*)-cariofileno, isobutanoato de lavandulilo,  $\beta$ -copaeono,  $\alpha$ -humuleno, valenceno, (*E,E*)- $\alpha$ -farneseno, *n*-hexadecano,  $\beta$ -sinensal,  $\alpha$ -sinensal y ácido hexadecanoico.

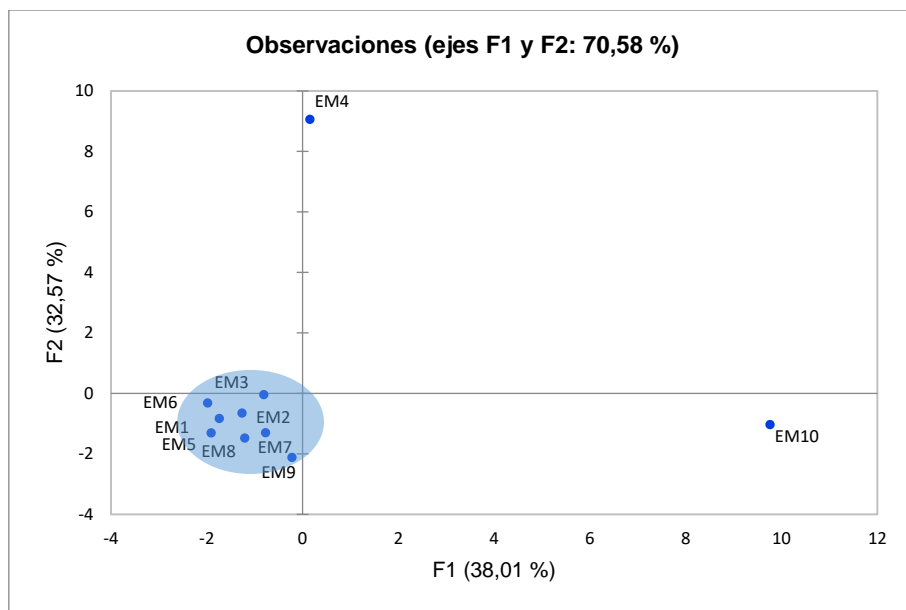


Figura 1. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. reticulata* (Mandarina).

En la figura 1 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 70,58%. En dicha figura se agrupan todas las muestras en el grupo azul a excepción de EM4 y EM10, se diferencian del grupo por menores niveles de limoneno, 16,06% y 37,32% respectivamente. En el caso de la primera se debe a mayor concentración tanto de geranial como de neral respecto al resto de muestras, y en el caso de la segunda a la proporción de  $\beta$ -elemeno, carvacrol y diferentes pinenos.

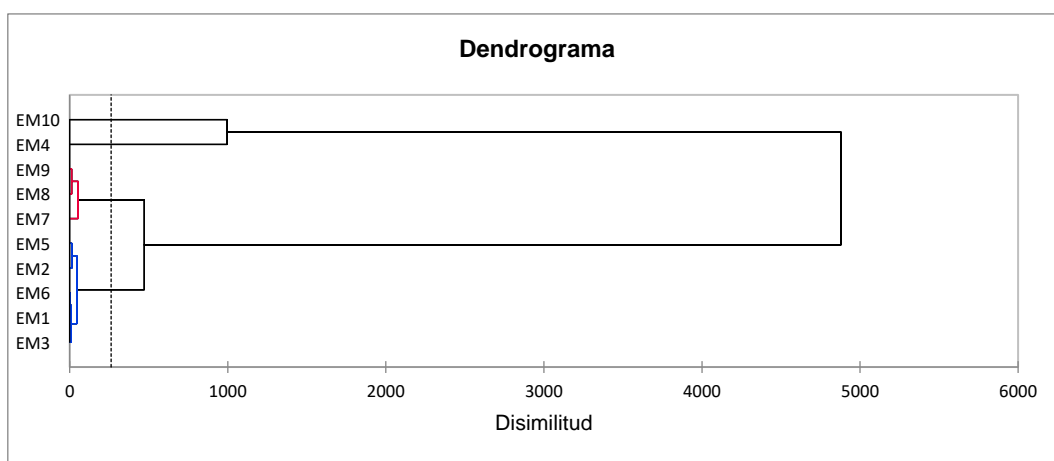


Figura 2. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. reticulata* (Mandarina).

En el ACJ de la figura 2 se observa que dentro del grupo principal observado en el ACP se encuentran dos subgrupos formados por EM9, EM8 y EM7 por un lado y EM5, EM2, EM6, EM1 y EM3 por otro.

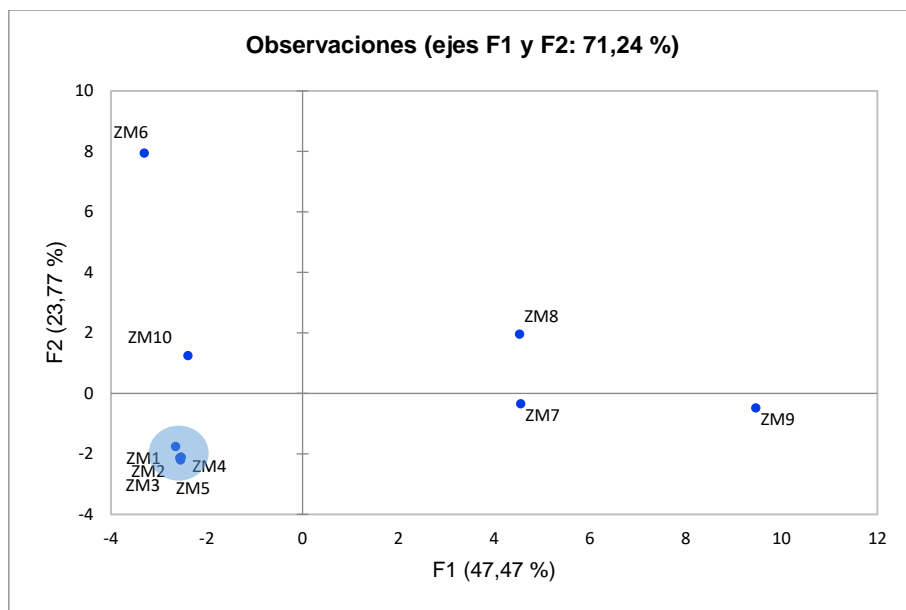


Figura 3. ACP de la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. reticulata* (Mandarina).

En la figura 3 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 71,24%. Se observa que en el ACP solamente se agrupan las muestras ZM1, ZM2, ZM3, ZM4 y ZM5, el resto de muestras se encuentran de forma independiente debido a menores niveles de limoneno y mayores niveles de diferentes compuestos como  $\alpha$ -pineno, canfeno o  $\beta$ -pineno entre otros en el caso de ZM6 y ZM10 y en el caso de ZM8, ZM7 y ZM9 de diferentes compuestos como linalool, valenceno o ácido tetradecanoico.

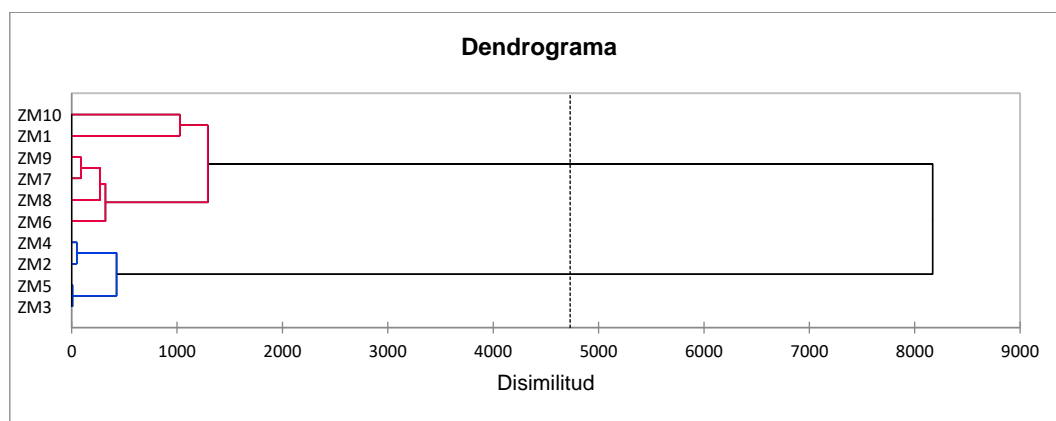


Figura 4. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. reticulata* (Mandarina).

En la figura 4 se puede ver como forman dos grupos diferentes las muestras, siendo el azul el formada por ZM2, ZM4, ZM3 y ZM5 por los altos niveles de limoneno entre 76,77% y 97,06%.

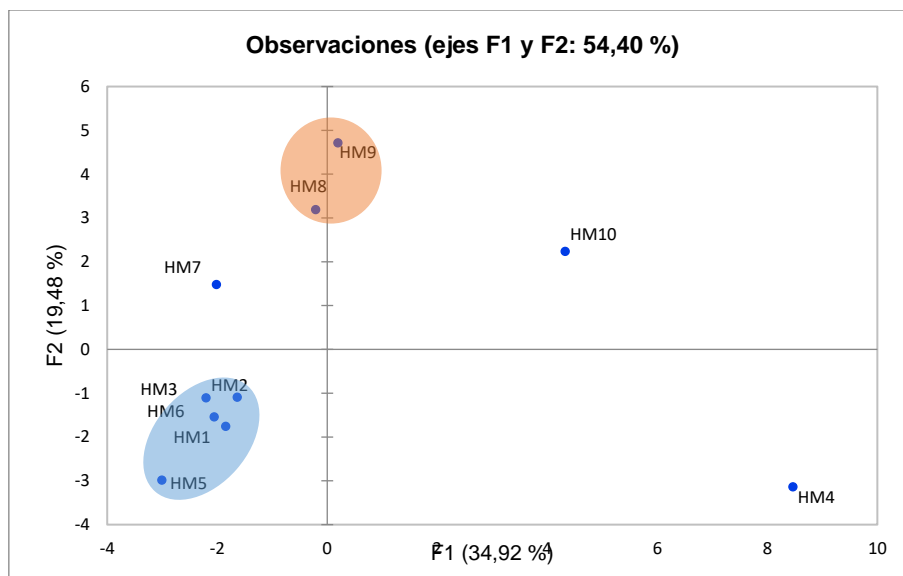


Figura 5. ACP de la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. reticulata* (Mandarina).

En la figura 5 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 54,40%. Se observan que en el ACP se diferencian dos grupos diferenciados, uno formado por las muestras HM8 y HM9 de color naranja y otro por HM1, HM2, HM3, HM5 y HM6 de color azul, las muestras HM10, HM7 y HM4 se encuentran de forma independiente. Las muestras del grupo azul se caracterizan por mayores niveles de sabineno, geranial y neral, las del grupo naranja por concentraciones más altas de  $\alpha$ -humuleno y valenceno. La muestra HM7 se encuentra entre ambos grupos, mientras que la muestra HM10 tiene mayores niveles de limoneno y *n*-metilantranilato de metilo y en la muestra HM4 propanoato de linalool, (*E,E*)- $\alpha$ -farneseno.

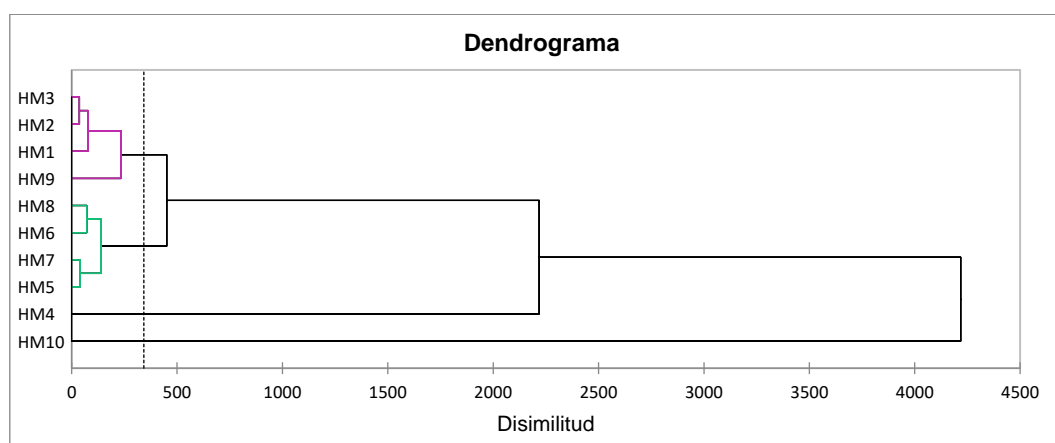


Figura 6. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. reticulata* (Mandarina).

Además, en el ACJ se observa que dentro del grupo principal observado en el ACP se encuentran dos subgrupos formados por HM9, HM1, HM2 y HM3 por un lado y HM5, HM7, HM6, HM8 por otro.

El siguiente ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 38,92% y muestra el análisis realizado con el total de muestras de las *C. reticulata*, observándose la formación de 3 grupos y una muestra independiente ZM9. El grupo marcado de verde está formado por todas las muestras correspondientes a esencia de hoja con la excepción de HM10 que se encuentra en el grupo de color azul donde se encuentran todas las muestras de exocarpo y la mayoría de muestras de zumo, ya que las muestras ZM7 y ZM8 forman su propio grupo, además de ZM9 que tampoco se encuentra en el grupo azul. El grupo verde está caracterizado por mayores concentraciones de sabineno, linalool, citronelal o felandrenos y menores de limoneno, neral, geranial entre otros a la inversa que el grupo azul. El grupo naranja y la muestra ZM9 se diferencian por los niveles de valenceno, *n*-hexadecano, ácidos y alcoholes.

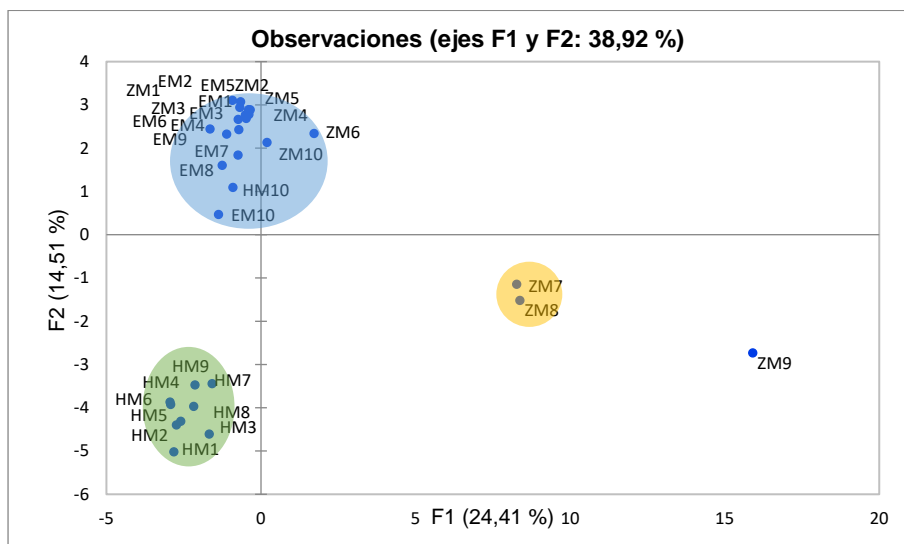


Figura 7. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. reticulata* (Mandarina).

#### 4.1.2. *C. maxima* (Pampelmusa)

El rendimiento obtenido de *C. maxima* se presenta en la tabla 10, encontrándose el menor rendimiento en muestras de zumo no llegando a 0,01 % en uno de los casos y el máximo en una muestra de exocarpo con un 0,55%.

Tabla 10. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. maxima* (Pampelmusa).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
17/18	Comercial	0,16	0,01	---	P1
19/20	Valencia 1	0,55	0	0,06	P2

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 11, tabla 12 y tabla 13. Se han identificado 37, 59 y 77 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de zumos, hojas y exocarpo respectivamente.

El limoneno es el compuesto mayoritario tanto en muestras de exocarpo y de zumo de pampelmusa con 59,23% en EP1 y 50,77% en EP2 mientras que en las muestras de zumo 55,70% y 80,96% en EZ1 y EZ2 respectivamente. En el caso del aceite esencial analizado de hojas de pampelmusa el compuesto en mayor concentración encontrado ha sido sabineno con un 19,93%. Respecto a qué tipo de compuestos son mayoritarios, en todos los tipos de esencia analizados se encuentran monoterpenos como mayoritarios entre un 72,65% en ZP1 y un 96,21% en EP1, mientras que en esencia de zumo y hoja aumentan los sesquiterpenos de hasta un 7,88% en exocarpo (EP2) alcanzando 19,71% en ZP1 y 19,79% en HP2.

Tabla 11. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. maxima* (Pampelmusa). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados			
Compuesto	IK	17/18 EP1	19/20 EP2
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02	0,02
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	0,79	2,99
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,04	0,05
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,66	1,56
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	2,33	3,47
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	24,20	2,30
Octanal <sup>o3</sup>	998	---	8,90
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,10	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,04	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,09	3,36
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,13	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	59,23	50,77
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,03	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,68	---
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,14	0,28
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	1,14	1,44
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,49	---
( <i>E</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1086	---	0,66
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,15	---
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,87	2,66
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,03	---
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	0,04	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,09	0,23
<i>Iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,07	---
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,06	0,23
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,06	0,09
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,25	1,27
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,06	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,20	0,97
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	0,32	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,03	2,04

Compuesto	IK	17/18 EP1	19/20 EP2
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	0,02
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,05	2,18
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,18	---
(E)-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	0,25	0,42
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,56	0,47
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	---	0,05
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	---	0,22
(Z)-Carveol <sup>a2</sup>	1229	---	0,32
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,13	1,50
Carvona <sup>a1</sup>	1243	0,71	0,16
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	0,21
Acetato de hidrato de Sabineno <sup>a6</sup>	1256	---	0,05
Geranial <sup>a3</sup>	1267	---	2,08
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,11	0,22
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,81	0,04
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	0,02	0,24
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,93	0,02
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,13	0,11
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	0,41
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,07	0,36
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,11	0,30
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	---	0,14
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	---	0,23
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	---	0,67
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,04	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,15	0,14
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,53	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,05	---
Isobutanoato de nerilo <sup>a11</sup>	1491	0,10	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,14	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	---	0,60
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	0,67
(E)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	---	0,18
Elemol <sup>b2</sup>	1549	---	0,24
(E)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1563	0,66	0,07
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	0,01
1- <i>epi</i> -Cubenol <sup>b2</sup>	1628	---	0,03
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,07	0,16
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	---	0,17
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	0,20
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,03	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,04	---
(2E,6Z)-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	0,05	1,07
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	0,01
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	---	0,04
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	1,74	2,53
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	---	0,17

B)Tipos de compuestos identificados			
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18 EP1	19/20 EP2
Monoterpenos	a		
Hidrocarburos	1	89,86	64,96
Alcoholes	2	4,24	10,02
Aldehídos	3	0,7	4,9
Cetonas	5	0,18	---
Acetatos	6	1,13	0,54
Isobutanoatos	11	0,1	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>96,21</b>	<b>80,42</b>

Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18 EP1	19/20 EP2
Sesquiterpenos	b		
Hidrocarburos	1	1,04	3,35
Alcoholes	2	0,76	0,89
Aldehídos	3	0,09	1,11
Cetonas	5	1,74	2,53
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>3,63</b>	<b>7,88</b>
Otros	o		
<b>Aldehídos</b>	<b>3</b>	<b>0,05</b>	<b>11,31</b>
Ácidos	9	---	0,17
<b>Total de Otros</b>		<b>0,05</b>	<b>11,48</b>
Fenilpropanoides	f	0,11	0,22

Tabla 12. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. maxima* (Pampelmusa). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados			
Compuesto	IK	17/18 ZP1	19/20 ZP2
$\alpha$ -Pinenoa <sup>1</sup>	939	2,43	1,03
$\beta$ -Pinenoa <sup>1</sup>	979	0,93	0,09
$\beta$ -Mircenoa <sup>1</sup>	990	7,77	1,58
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	1,21	---
$\alpha$ -Felandrenoa <sup>1</sup>	1002	1,39	---
Limonenoa <sup>1</sup>	1029	55,70	80,96
Octanol <sup>o2</sup>	1067	---	0,27
Terpinolenoa <sup>1</sup>	1088	1,01	---
<i>p</i> -cymenoa <sup>1</sup>	1091	---	0,08
Linalool <sup>a2</sup>	1096	1,18	0,36
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	1,18	---
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	1,06	0,12
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	---	0,88
$\alpha$ -Acoradieno <sup>b1</sup>	1466	1,37	0,26
( <i>Z</i> )-Muurola-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1466	1,81	---
( <i>E</i> )-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1476	1,22	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	1,56	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	1,06	---
Viridifloreño <sup>b1</sup>	1496	1,61	---
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	2,52	---
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	1,08	---
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,78	---
Nootkateno <sup>b1</sup>	1518	1,33	0,39
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	1,10	0,45
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	1,21	---
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	2,51	---
Guaiol <sup>b2</sup>	1600	0,26	0,18
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	1,06	---
Junenol <sup>b2</sup>	1619	---	0,19
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	0,19
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	1,37	0,10
Cadalenob <sup>1</sup>	1677	---	0,11
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1684	---	0,12
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	---	0,41
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	2,78	0,11
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	1,51	4,77
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1943	---	7,37

B)Tipos de compuestos identificados			
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18ZP1	19/20ZP2
Monoterpenos	a		
Hidrocarburos	1	69,23	83,74
Alcoholes	2	2,36	0,36
Butanoatos	12	1,06	---
Total de Monoterpenos		72,65	84,1
Sesquiterpenos	b		
Hidrocarburos	1	16,65	2,09
Alcoholes	2	1,63	0,66
Aldehídos	3	---	0,53
Cetonas	5	1,51	4,77
Total de Sesquiterpenos		19,79	8,05
Otros	o		
Alcoholes	2	---	0,27
Aldehídos	3	2,27	0,12
Ácidos	9	2,78	7,48
Parafinas	10	2,51	---
Total de Otros		7,56	7,87

Tabla 13. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. maxima* (Pampelmusa). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 HP2
$\alpha$ -Pinoal	939	3,21
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,12
Sabineno <sup>a1</sup>	975	19,93
$\beta$ -Pinoal	979	2,94
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	3,52
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	0,31
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,29
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	1,05
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	3,06
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	1,09
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	9,53
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	0,42
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,26
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	7,59
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	5,19
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,06
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,10
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,48
Linalool <sup>a2</sup>	1096	8,11
<i>Allo</i> -Ocimeno <sup>a1</sup>	1132	0,25
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,21
<i>Iso</i> -Isopulegol <sup>a2</sup>	1159	1,88
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	5,86
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,67
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,04
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	0,09
Acetato de Octanilo <sup>o6</sup>	1213	0,09
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,40
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,14
Nerol <sup>a2</sup>	1229	0,42
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	0,07
Acetato de linalilo <sup>a6</sup>	1257	0,20
Nerolato de metilo <sup>a7</sup>	1282	0,09
$\rho$ -vinil-Guaiacol <sup>f</sup>	1309	0,13

Compuesto	IK	19/20 HP2
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,31
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	4,63
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	2,27
(Z)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	1,46
Cariofileno <sup>b2</sup>	1572	0,11
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,78
(E)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	0,06
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,05
(Z)-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1463	0,10
Germacreno D <sup>b1</sup>	1481	0,51
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,46
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,60
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,26
(Z)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	0,35
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	0,05
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	0,11
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,11
2- <i>epi</i> - $\beta$ -Cedren-3-one <sup>b5</sup>	1645	0,78
$\alpha$ -Muuro <sup>b2</sup>	1646	0,04
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	0,08
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,08
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	6,51
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,31
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,21
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,98

B)Tipos de compuestos identificados.		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 HP2
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	59,93
Alcoholes	2	17,95
Acetatos	6	0,51
Esteres	7	0,07
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>78,46</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	11,34
Alcoholes	2	0,77
Aldehídos	3	6,82
Cetonas	5	0,78
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>19,71</b>
Otros	o	
Alcoholes	2	0,02
Aldehídos	3	0,35
Cetonas	5	0,21
Ácidos	9	0,98
<b>Total de Otros</b>		<b>1,56</b>
Fenilpropanoides	f	0,13

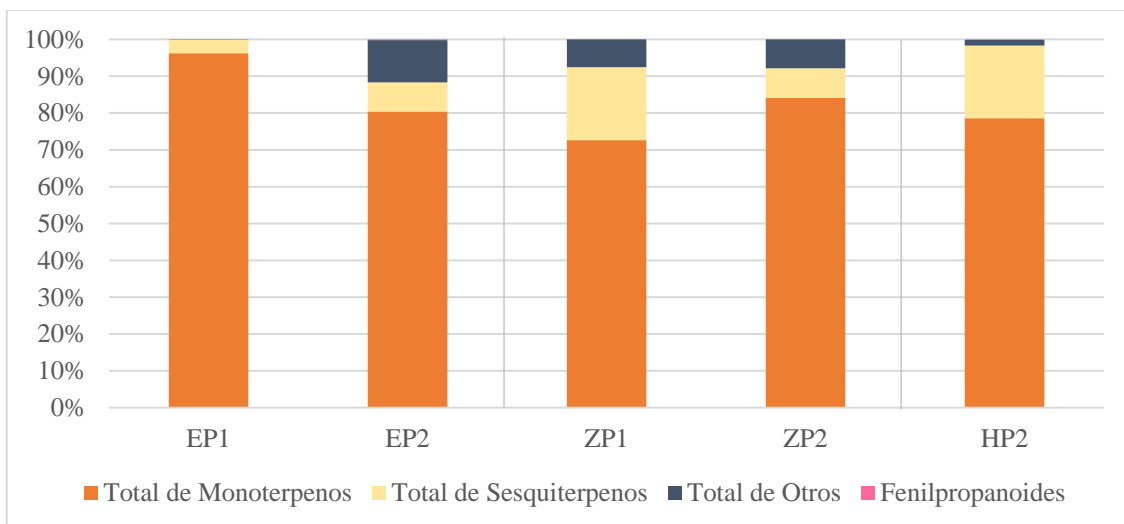


Gráfico 2. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. maxima* (Pampelmusa).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 11, tabla 12 y tabla 13). Los grupos de compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 91,11% y el 92,65% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, octanal,  $\alpha$ -terpineno, limoneno, (Z)-óxido de limoneno (furanoide), linalool, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, decanal, geranial, acetato de citronelilo, (2E,6Z)-farnesal y nootkatona.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 97,56% y el 98,97% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, octanal,  $\alpha$ -felandreno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno, terpinoleno, linalool, limoen-10-ol, (2E,4E)-decadienal,  $\alpha$ -acoradieno, (Z)-muurolo-4(14),5-dieno, (E)-cadina-1(6),4-diene, terpinen-4-ol,  $\gamma$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, valenceno, bicilogermacreno,  $\alpha$ -bulneseno, nootkateno,  $\alpha$ -cadineno, *n*-hexadecano, 2-metil butanoato de geranilo,  $\alpha$ -eudesmol, ácido tetradecanoico, nootkatona y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación 90,30% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (Z)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, *iso*-pulegol,  $\alpha$ -terpineol,  $\beta$ -elemeno, (E)-cariofileno, (Z)- $\beta$ -farneseno,  $\beta$ -sinensal y ácido hexadecanoico.

En el caso de las muestras de esencia de pampelmusa sólo se ha realizado el ACP de la figura 8, dónde el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 75,09% y en el que se encuentra el total de muestras de *C. maxima*, ya que no se contaban con suficientes muestras de cada parte analizada para poder compararse entre sí.

Solamente las muestras EP1, EP2 y ZP2 se unen en un grupo marcado de azul, mientras que las demás muestras se alejan entre sí. Destaca la muestra de la hoja por los niveles de sabineno o de  $\alpha$ -terpineno y bajos de limoneno respecto del resto al igual que en el caso de ZP1 con las concentraciones de valenceno o cadinenos.

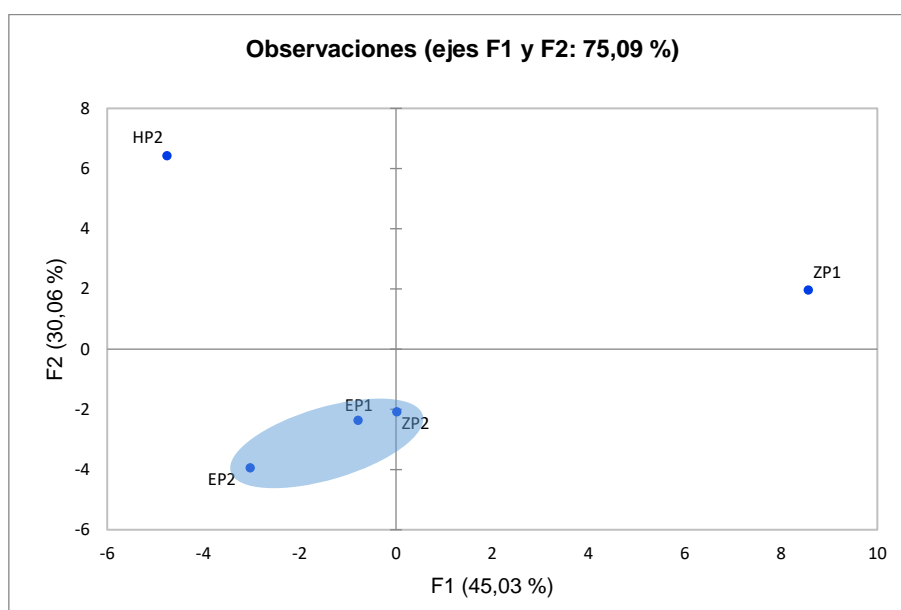


Figura 8. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. maxima* (Pampelmusa).

#### 4.1.3. *C. medica* (Cidra)

El rendimiento obtenido de *C. medica* se presenta en la tabla 14, encontrándose el menor rendimiento en la muestra de zumo con un 0,11% seguido con un 0,12% tanto por muestras de exocarpo y hojas, hasta un máximo de 0,43% en exocarpo o 0,40% en hojas.

Tabla 14. Rendimiento de Aceites Esenciales de *C. medica* (cidra).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
16/17	Valencia 1	0,12	---	0,34	C1
17/18	Valencia 1	0,43	---	0,40	C2
18/19	Valencia 1	0,20	---	0,35	C3
19/20	Valencia 2	0,13	0,11	0,12	C4

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 15, tabla 16 y tabla 17. Se han identificado 25 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de zumo, en hojas 71 y 93 en exocarpo.

Entre las muestras de exocarpo en todas ellas se encuentra limoneno seguido de  $\gamma$ -terpineno como compuestos mayoritarios, desde un 31,23% en EC3 de la temporada 18/19 hasta 39,42% en EC4 de la temporada 19/20 y desde un 12,22% en EC4 hasta un 27,02% en EC1 respectivamente.

En el caso de la muestra de zumo el compuesto mayoritario es limoneno con un 27,48% seguido de un 22,73% de  $\alpha$ -pineno. En las muestras de hojas se observan como mayoritario limoneno entre 18,83% y 28,31%, geranial entre 20,41% y 29,64% y neral entre 14,73% y 24,53%.

En todos los casos los monoterpenos son el tipo de compuesto más representado en los diferentes tipos de esencia, en menor medida en la de zumo (67,28%-ZC4) y alcanzando hasta un 97,7% en hoja (HC2).

Tabla 15. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. medica* (Cidra). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados					
Compuesto	IK	16/17 EC1	17/18 EC2	18/19 EC3	19/20 EC4
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	1,73	1,27	1,77	1,57
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	3,65	2,63	3,23	5,77
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,08	0,04	0,06	0,09
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,49	0,38	0,54	0,18
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	3,45	2,75	3,31	2,53
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,06	1,88	1,86	6,59
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,19	0,14	0,15	1,70
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,02	0,01	0,01	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	1,65	1,30	1,38	0,05
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	3,05	2,74	4,74	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	33,04	33,83	31,23	39,42
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	1,21	0,68	0,42	1,13
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	27,02	21,82	23,89	12,22
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	---	---	0,05
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,06	0,10	0,06	---
Fenchona <sup>a1</sup>	1083	0,02	0,02	0,01	---
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,04	0,05	0,04	0,04
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	2,64	2,00	2,19	2,10
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,73	1,07	1,06	2,33
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	0,01	0,01	0,01	0,06
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,06	0,05	0,04	0,04
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,13	0,08	0,07	0,03
<i>Iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,10	0,12	0,11	---
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,11	0,10	0,09	0,03
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,07	0,20	0,16	0,13
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,56	0,62	0,68	0,11
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,04	0,06	0,05	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,89	2,40	2,23	0,94

Compuesto	IK	16/17 EC1	17/18 EC2	18/19 EC3	19/20 EC4
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	3,02	4,18	3,52	1,63
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,05	0,08	0,06	0,05
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,02	0,03	0,04	---
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,04	0,06	0,05	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,05	0,09	0,07	0,06
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	---	0,03	0,02	0,02
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,71	1,51	1,23	---
Nerol <sup>a2</sup>	1229	4,48	6,88	6,10	0,51
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	0,02	0,03	0,02	0,14
Neral <sup>a3</sup>	1238	---	---	---	1,00
Piperitona <sup>a5</sup>	1252	---	---	---	0,01
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,65	1,34	1,33	0,39
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,03	0,06	0,06	1,33
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	5,46	8,32	7,20	0,10
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,02	---	0,02	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,06	0,08	0,06	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,02	0,03	0,01	---
Undecanal <sup>o3</sup>	1306	---	---	---	0,06
6-hidroxi-Carvotanacetona <sup>a5</sup>	1310	---	---	---	0,02
( <i>2E,4E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,04	0,04	0,05	---
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	---	0,01	---
Tiglato de hexilo <sup>o7</sup>	1332	---	0,01	0,02	0,32
Acetato de ( <i>Z</i> )-piperitol <sup>a6</sup>	1334	0,01	0,02	0,01	0,12
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,03	0,03	0,03	0,10
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,02	0,02	0,01	---
( <i>2E</i> )-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	0,01	---	0,01	---
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,10	0,20	0,13	1,56
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	0,01	0,02	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,06	0,09	0,08	1,19
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,03	0,02	0,01	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,03	0,02	0,02	---
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	---	0,02	0,01	---
$\alpha$ -( <i>Z</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	---	---	---	0,13
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	---	0,02	---	---
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,25	0,10	0,09	0,97
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	---	---	---	0,01
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	---	---	---	2,15
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,04	0,02	0,01	0,12
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	0,19
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,02	---	---	0,08
Óxido B Cabreuva <sup>b4</sup>	1464	---	---	---	0,07
$\alpha$ -Acoradieno <sup>b1</sup>	1466	---	---	---	0,07
Óxido C Cabreuva <sup>b4</sup>	1468	---	---	---	0,06
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,39	0,13	0,16	---
Isobutanoato de nerilo <sup>a11</sup>	1491	---	---	---	0,21
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,09	0,07	0,05	0,13
Biclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,02	0,01	0,01	0,10
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	---	---	---	3,07
( <i>Z</i> )- $\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	---	---	---	0,27
Nootkateno <sup>b1</sup>	1518	---	---	---	0,27
( <i>E</i> )- <i>iso</i> - $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1529	---	---	---	0,03
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	---	---	---	0,21
Elemol <sup>b2</sup>	1549	---	---	---	0,10
( <i>E</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1563	---	---	---	0,54
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,02	0,03	0,01	0,09
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,01	---	---	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	---	---	---	0,35
$\alpha$ -Muurool <sup>b2</sup>	1646	---	---	---	0,18

Compuestos	IK	16/17 EC1	17/18 EC2	18/19 EC3	19/20 EC4
<i>epi-α</i> -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,03	0,03	0,01	0,38
<i>β</i> -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,05	0,03	0,04	0,23
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,02	---	0,01	0,49
<i>α</i> -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,01	0,02	0,02	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	---	---	0,06
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	---	---	---	3,53
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	---	---	---	0,19

B)Tipos de compuestos identificados					
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17EC1	17/18EC2	18/19EC3	19/20EC4
Monoterpenos	a				
Hidrocarburos	1	81,13	72,66	75,93	75,76
Alcoholes	2	11,46	17,28	15,17	3,91
Aldehídos	3	0,61	0,71	0,75	2,45
Cetonas	5	0,04	0,06	0,05	0,03
Acetatos	6	0,2	0,34	0,25	2,97
Esteres	7	---	---	0,01	---
Tionas	10	0,02	0,02	0,01	---
Isobutanoatos	11	---	---	---	0,21
Butanoatos	12	0,01	---	---	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>93,47</b>	<b>91,07</b>	<b>92,2</b>	<b>85,34</b>
Sesquiterpenos	b				
Hidrocarburos	1	0,84	0,38	0,36	7,8
Alcoholes	2	0,05	0,03	0,02	2,04
Aldehídos	3	0,06	0,05	0,06	0,23
Óxidos	4	---	---	---	0,13
Cetonas	5	---	---	---	3,53
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>0,95</b>	<b>0,46</b>	<b>0,44</b>	<b>13,73</b>
Otros	o				
Alcoholes	2	---	---	---	0,05
Aldehídos	3	0,08	0,1	0,12	0,12
Esteres	7	0,03	0,03	0,03	0,32
Ácidos	9	---	---	---	0,25
Parafinas	10	0,02	0,03	0,01	0,09
<b>Total de Otros</b>		<b>0,16</b>	<b>0,21</b>	<b>0,22</b>	<b>0,87</b>
Fenilpropanoides	f	5,46	8,32	7,2	0,1

Tabla 16. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. medica* (Cidra). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ .

IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 ZC4
<i>α</i> -Pinoal <sup>a1</sup>	939	22,73
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,92
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,17
<i>β</i> -Pinoal <sup>a1</sup>	979	3,62
<i>β</i> -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,59
<i>α</i> -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,86
<i>δ</i> -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,65
<i>α</i> -Terpinoal <sup>a1</sup>	1017	0,28
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	1,89
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	27,48
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	1,07
<i>γ</i> -Terpinoal <sup>a1</sup>	1059	2,57
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,71
<i>neo</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1153	0,20

Compuesto	IK	19/20 ZC4
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,35
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,19
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,21
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	1,15
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	2,77
BHT <sup>o8</sup>	1515	0,63
Nootkateno <sup>b1</sup>	1518	1,26
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	0,80
Cadaleno <sup>b1</sup>	1677	0,55
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	7,38
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	17,97

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 ZC4
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	66,54
Alcoholes	2	0,2
Acetatos	6	0,54
Total de monoterpenos		67,28
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	5,94
Alcoholes	2	0,8
Total de Sesquiterpenos		6,74
Otros	o	
Fenoles	8	0,63
Ácidos	9	25,35
Total de Otros		25,98

Tabla 17. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. medica* (Cidra). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ .

IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados					
Compuesto	IK	16/17 HC1	17/18 HC2	18/19 HC3	19/20 HC4
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,11	0,04	0,09	0,11
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,35	0,30	0,59	1,76
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,07	---	0,02	0,10
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,96	1,21	2,89	1,33
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,38	0,13	0,29	0,97
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,93	1,60	2,00	1,61
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	---	---	---	0,02
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,08	0,02	0,12	0,12
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,10	0,06	1,11	1,64
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,13	0,06	0,26	0,13
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,25	0,11	0,25	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	27,12	25,69	28,31	18,83
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	---	---	---	0,98
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,02	0,61	0,01	0,23
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	1,77	1,20	2,95	3,53
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,73	0,46	0,84	3,56
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,05	0,06	0,09	---
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,02	---	---	0,02
Fenchona <sup>a1</sup>	1083	0,01	---	---	---
<i>M</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,01	---	0,02	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,14	0,13	0,50	0,41
Linalool <sup>a2</sup>	1096	1,56	1,62	2,53	1,68
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,02	---	0,01	---

Compuesto	IK	16/17 HC1	17/18 HC2	18/19 HC3	19/20 HC4
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,12	0,06	0,04	0,03
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,02	0,02	0,06	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,05	0,04	0,03	---
Alcanfor <sup>a5</sup>	1146	0,18	0,14	0,07	---
Chavicol <sup>f</sup>	1147	0,35	0,32	0,32	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	5,75	2,84	3,08	2,71
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	1,24	1,15	1,13	0,98
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	---	0,02	---
Ácido Octadecanoico <sup>o9</sup>	1171	0,02	0,03	0,06	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,63	1,64	1,55	---
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,06	0,09	0,05	0,19
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,78	1,16	1,18	0,06
(Z)- <i>dihidro</i> -Carvona <sup>a5</sup>	1192	---	---	---	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,04	0,05	0,07	---
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,23	0,15	0,20	---
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,10	0,05	0,02	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,09	0,08	0,09	---
<i>p</i> -Ment-1- <i>en</i> -9- <i>al</i> isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	---	0,03	0,05	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,76	0,81	0,72	0,56
Neral <sup>a3</sup>	1238	18,16	24,53	17,60	14,73
Carvona <sup>a5</sup>	1243	---	---	---	0,18
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,84	0,92	0,03	0,31
Acetato de hidrato de Sabineno <sup>a6</sup>	1256	---	---	0,01	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	21,41	29,64	20,79	20,41
$\alpha$ -Terpinen-7- <i>al</i> <sup>a3</sup>	1285	0,03	0,03	0,03	0,03
Undecanal <sup>o3</sup>	1306	0,03	---	0,03	0,14
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,49	0,38	0,27	3,63
Tiglato de hexilo <sup>o7</sup>	1332	---	---	---	7,17
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,53	0,19	0,30	2,30
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	2,68	0,46	3,81	0,19
Acetato de geraniol <sup>a6</sup>	1381	3,95	0,59	2,64	0,40
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,06	0,09	0,71	0,31
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,55	0,79	1,11	1,37
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,19	---	0,04	0,25
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,32	---	0,17	0,14
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,05	0,13	0,21	0,10
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,02	---	0,03	0,61
(Z)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	---	---	---	0,15
( <i>E</i> )-Cadina-1,4-dieno <sup>b1</sup>	1534	0,02	---	0,02	0,52
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	0,04	---	0,01	0,56
Cubeba-11-ol <sup>b2</sup>	1595	---	---	---	0,55
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,10	0,04	0,24	0,07
2-metil Butanoato de geraniol <sup>a12</sup>	1601	0,10	0,03	0,02	0,36
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	0,08	0,02	0,02	0,37
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,07	0,13	0,27	0,15
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	---	---	1,19
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,04	0,02	0,05	1,87
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	---	---	---	0,38

B)Tipos de compuestos identificados					
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17 HC1	17/18 HC2	18/19 HC3	19/20 HC4
Monoterpenos	a				
Hidrocarburos	1	36,18	31,62	40,26	35,31
Alcoholes	2	5,91	6,4	6,32	2,66
Aldehídos	3	46,59	58,22	42,68	38,86
Cetonas	5	0,28	0,19	0,09	0,18
Acetatos	6	7,16	1,24	6,76	2,89
Butanoatos	12	0,1	0,03	0,02	0,36
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>96,22</b>	<b>97,7</b>	<b>96,13</b>	<b>80,26</b>
Sesquiterpenos	b				
Hidrocarburos	1	2,19	0,92	1,59	3,7
Alcoholes	2	0,08	0,02	0,02	2,11
Aldehídos	3	0,07	0,13	0,27	0,15
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>2,34</b>	<b>1,07</b>	<b>1,88</b>	<b>5,96</b>
Otros	o				
Alcoholes	2	0,05	0,06	0,09	---
Aldehídos	3	0,81	0,62	1,21	4,1
Esteres	7	---	---	---	7,17
Ácidos	9	0,06	0,05	0,11	2,25
Parafinas	10	0,1	0,04	0,24	0,07
<b>Total de Otros</b>		<b>1,02</b>	<b>0,77</b>	<b>1,65</b>	<b>13,59</b>
Fenilpropanoides	f	0,41	0,41	0,37	0,19

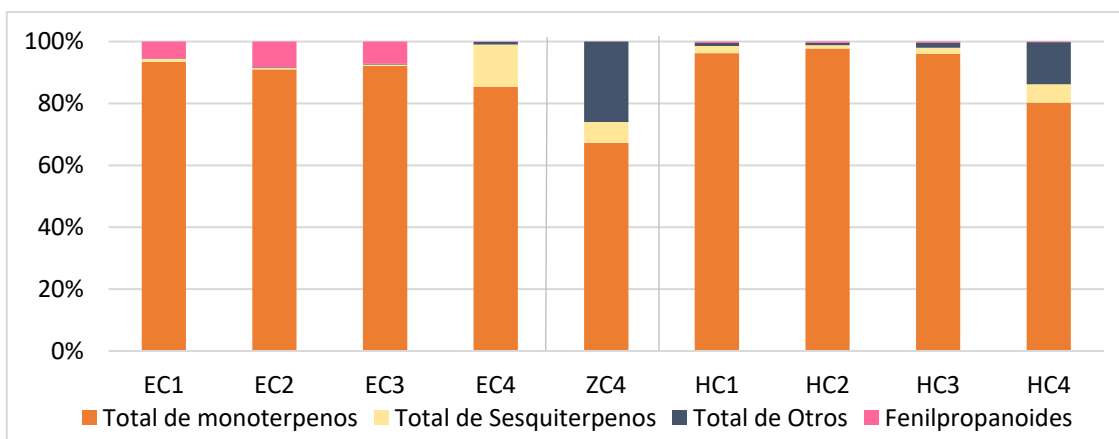


Gráfico 3. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. medica* (Cidra).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 15, tabla 16 y tabla 17). Los grupos de compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 93,74% y el 97,13% del total de su composición:  $\alpha$ -tujeno,  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, citronelol, nerol, neral, geraniol, geranial, aldehído perílico, acetato de nerilo, acetato de geranilo, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -(*E*)-bergamoteno,  $\beta$ -bisaboleno y nootkatona.

-En muestras de zumo manteniendo la representación del 94,56% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, canfeno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $p$ -cimeno, limoneno, terpinoleno, 1,8-cineol,  $\gamma$ -terpineno,  $\alpha$ -( $E$ )-bergamoteno,  $\alpha$ -bisaboleno, nootkateno, ácido tetradecanoico y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 93,21% y el 96,60% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno, limoneno,  $\beta$ -felandreno, ( $Z$ )- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, linalool, citronelal, ( $Z$ )-isocitral, terpinen-4-al,  $\alpha$ -terpineol, neral, geraniol, geranial, ( $2E,4E$ )-decadienal, Tiglato de hexilo, acetato de citronelilo, acetato de nerilo, acetato de geranilo, ( $E$ )-cariofileno, ( $2Z,6E$ )-farnesol y ácido tetradecanoico.

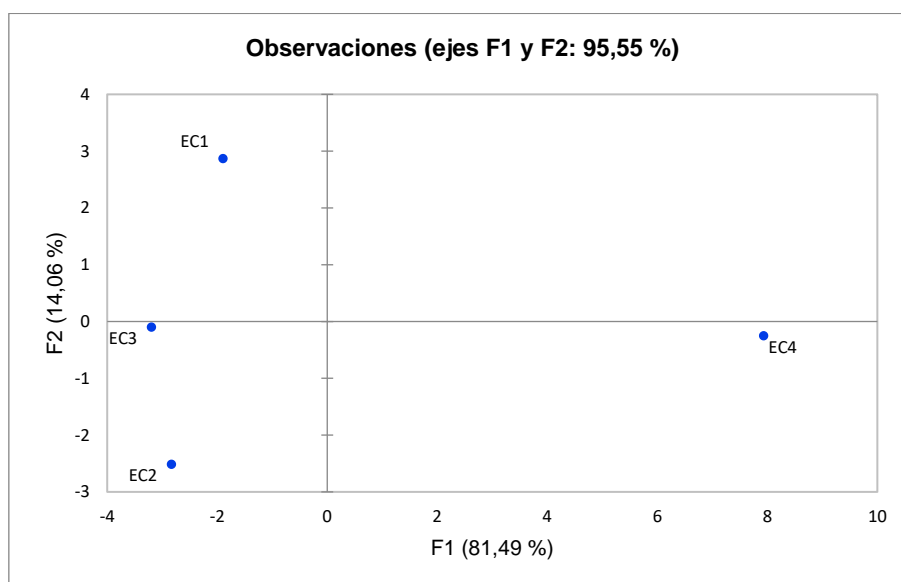


Figura 9. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. medica* (Cidra).

En la figura 9 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 95,55% y no se observa que las muestras se agrupen, siendo la más distante al resto la muestra EC4 por su concentración de diferentes compuestos como limoneno, neral o geranial, además es la única que no es variedad *sarcodactylis*.

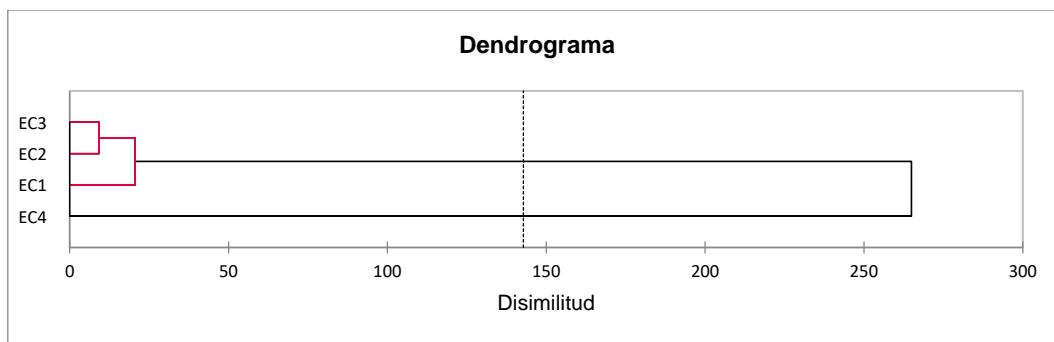


Figura 10. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. medica* (Cidra).

En el ACJ de la figura 10 se observa como la muestra EC4 se encuentra separada del resto de muestras, pudiéndose explicar por las concentraciones de neral, geranial  $\alpha$ -(E)-bergamoteno o nootkatona entre otros.

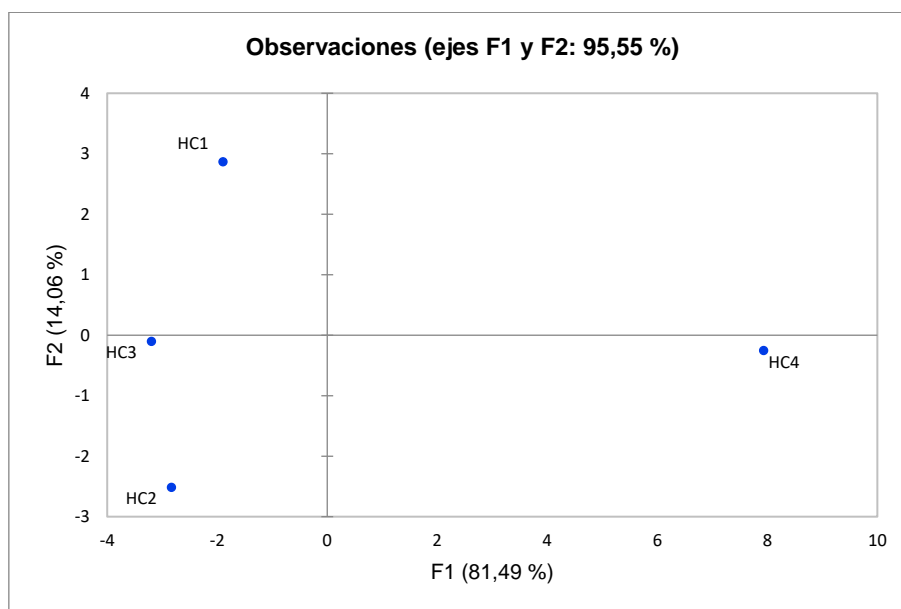


Figura 11. ACP de la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. medica* (Cidra).

En la figura 11 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 95,55% y al igual que ocurría en los análisis anteriores correspondientes de exocarpo, no se agrupan las muestras siendo la muestra HC4 la más dispar en comparación del resto de variedad *sarcodactylis*.

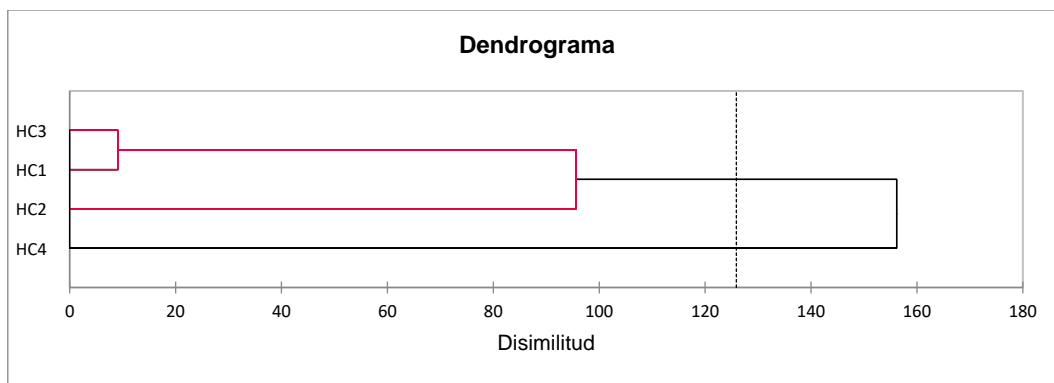


Figura 12. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. medica* (Cidra).

En el ACJ de la figura 12 se observa que sólo las muestras correspondientes a *sarcodactylis* (HC1, HC2 y HC3) se agrupan, encontrándose la muestra HC4 separada del resto.

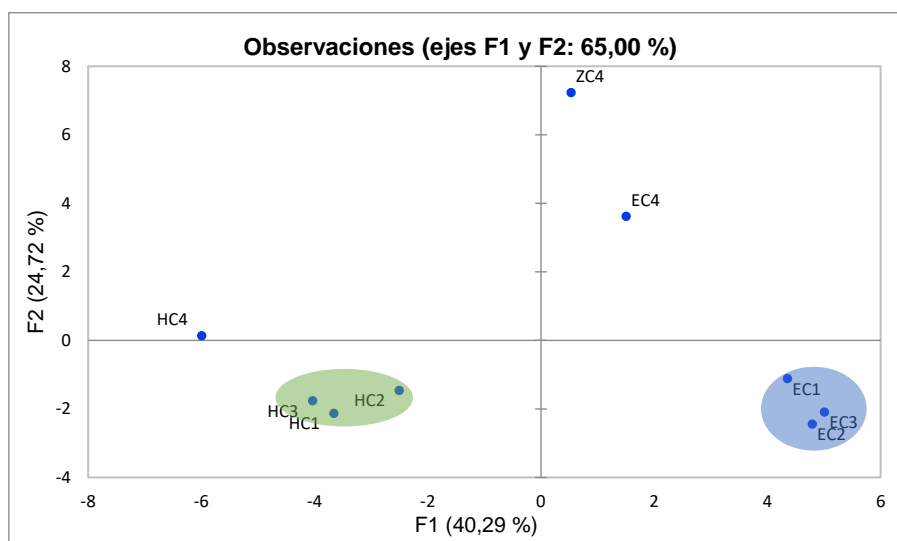


Figura 13. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. medica* (Cidra).

En el ACP de la figura 13 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 65% y se puede observar cómo las muestras de cada parte de cidra variedad *sarcodactylis* se agrupan homogéneamente por un lado el grupo marcado de azul de muestras de exocarpo y por otro el marcado con verde de muestras de esencia de hoja, mientras que las muestras de C4 se encuentran distanciadas de las muestras de misma parte de la especie llegando a ser más semejante la muestra de exocarpo (EC4) con la muestra de su zumo (ZC4) que con las otras muestras de exocarpo del grupo azul. El grupo verde esta caracterizado por sabineno, geranial y neral de las muestras de aceite esencial de hoja, el azul por limoneno, geraniol, nerol y terpinenos y las muestras de zumo y exocarpo correspondientes a C4 por  $\beta$ -mirceno y ácido tetradecanoico y hexadecanoico mientras que la de hoja por tiglato de hexilo y acetato de citronelilo.

#### 4.1.4. *C. hystrix* (Lima Kaffir)

El rendimiento obtenido de *C. hystrix* se presenta en la tabla 18, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras tanto de zumo como de hoja con un 0,08% y alcanzando el máximo en la muestra de exocarpo de la temporada 19/20 con un 1,31%.

Tabla 18. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. hystrix* (Lima Kaffir).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
17/18	Valencia 1	0,21	0,08	0,36	LK1
19/20	Tarragona 3	1,31	0,14	0,08	LK2

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 19, tabla 20 y tabla 21. Se han identificado 80 compuestos en muestras de hoja, 84 en muestras de exocarpo y 91 en muestras de zumo.

En las muestras de exocarpo los compuestos mayoritarios son terpinen-4-ol con 13,9% y citronelal con 13,43% en la muestra ELK1 y en la muestra ELK2 sabineno con 15,14% seguido de terpinen-4-ol y citronelal ambos con 12,91%. En las muestras de zumo se encuentra  $\beta$ -pineno y (Z)-piperitol con 12,99% y 12,86% en ZLK1 mientras que en ZLK2 es  $\alpha$ -terpineol con un 14,21% el compuesto mayoritario seguido por  $\beta$ -pineno con un 9,03%. En las muestras de hoja los compuestos mayoritarios son citronelal con un 66,49% en HLK1 y (Z)-isocitral en HLK2 con un 40,39%.

La mayoría de compuestos que forman los diferentes tipos de esencias analizados en monoterpenos, entre un 66,42% en ZLK2 y un 97,17% ELK1. La proporción de sesquiterpenos aumenta tanto en muestras de zumo y de hoja de LK2 alcanzando un 24,11% y 20,27% respectivamente, mientras que en las de LK1 se observa un 6,07% y un 2,39%.

Tabla 19. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. hystrix* (Lima Kaffir). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	17/18 ELK1	19/20 ELK2	
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,29	0,23	
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	2,62	2,63	
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,36	0,25	
Sabineno <sup>a1</sup>	975	6,72	15,14	
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	12,03	12,02	
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,48	1,21	
Octanal <sup>o3</sup>	998	0,56	0,36	
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,07	0,05	
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	3,11	2,65	
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	1,06	0,14	
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	8,82	10,24	
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,01	0,10	
(Z)- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,12	0,09	
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	4,24	3,94	

Compuesto	IK	17/18 ELK1	19/20 ELK2
(Z)-Hidrato de Sabineno <sup>a2</sup>	1070	0,13	0,05
<i>p</i> -Menta-3,8-dieno <sup>a1</sup>	1072	---	0,02
(Z)-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	2,99	1,20
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,01	---
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,54	---
(E)-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1086	---	0,54
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,85	1,58
Linalool <sup>a2</sup>	1096	2,86	2,70
Nonanal <sup>a3</sup>	1100	0,07	---
<i>exo</i> -Fencho <sup>a2</sup>	1121	0,26	0,12
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	0,01	0,49
<i>Iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,91	0,08
(E)- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,03	0,22
(Z)- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,71	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	1,75	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	13,43	12,91
<i>iso</i> -Isopulegol <sup>a2</sup>	1159	0,07	0,62
<i>iso</i> -Borneol <sup>a2</sup>	1160	---	0,04
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,07	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,42	0,22
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	13,90	12,91
<i>p</i> -menta-1(7),2- <i>dien</i> -8-ol <sup>a2</sup>	1189	0,05	0,03
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	6,93	6,04
(Z)-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	0,24	0,14
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	---
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,08	---
(E)-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	0,34	0,17
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,32	0,14
<i>p</i> -Ment-1- <i>en</i> -9- <i>al</i> isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,03	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	5,25	5,35
Neral <sup>a2</sup>	1238	0,09	0,10
Carvona <sup>a5</sup>	1243	0,01	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,31	---
Acetato de hidrato de Sabineno <sup>a6</sup>	1256	0,02	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,06	---
$\alpha$ -Terpinen-7- <i>al</i> <sup>a3</sup>	1285	0,08	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,03	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,02	---
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,05	---
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,10	---
Acetato de Citronelilo <sup>a6</sup>	1352	1,14	1,63
Acetato de Nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,06	0,05
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	0,32
Acetato de Geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,74	0,51
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,01	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,12	0,10
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,15	0,35
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	0,01	0,09
$\gamma$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1436	0,01	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,06	0,01
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,01	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,03	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,10	---
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,11	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,43	0,17
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,02	0,71
(E)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	0,01	0,04
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,36	0,33

Compuesto	IK	17/18 ELK1	19/20 ELK2
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	---	0,02
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,05	---
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,02	0,02
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,58	0,01
1- <i>epi</i> -Cubeno <sup>b2</sup>	1628	---	0,03
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,07	0,53
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,29	0,29
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,02	0,05
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,01	---
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,01	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,02	0,02
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,01	---

B)Tipos de compuestos identificados			
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18ELK1	19/20ELK2
Monoterpenos	a		
Hidrocarburos	1	43,88	50,65
Alcoholes	2	37,62	31,16
Aldehídos	3	13,67	12,91
Cetonas	5	0,02	---
Acetatos	6	1,96	2,19
Butanoatos	12	0,02	0,02
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>97,17</b>	<b>96,93</b>
Sesquiterpenos	b		
Hidrocarburos	1	1,06	1,79
Alcoholes	2	1,33	1,26
Aldehídos	3	0,01	---
Cetonas	5	0,01	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>2,34</b>	<b>3,05</b>
Otros	o		
Aldehídos	3	0,18	---
Esteres	7	0,01	---
Ácidos	9	0,02	0,02
Parafinas	10	0,05	---
<b>Total de Otros</b>		<b>0,28</b>	<b>0,02</b>
Fenilpropanoides	f	0,1	---

Tabla 20. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. hystrix* (Lima Kaffir). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados			
Compuesto	IK	17/18 ZLK1	19/20 ZLK2
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,25	---
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	3,98	0,91
Canfeno <sup>a1</sup>	954	1,01	0,20
Sabineno <sup>a1</sup>	975	7,54	2,17
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	12,99	9,03
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,87	0,87
Óxido de ( <i>E</i> )-deshidroxilinalool (furanoide) <sup>a4</sup>	993	0,21	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,90	0,48
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	1,52	---
$\alpha$ -Terpino <sup>a1</sup>	1017	6,47	2,96
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	0,23
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	7,63	6,41
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,06	0,07
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,16	0,04
$\gamma$ -Terpino <sup>a1</sup>	1059	6,71	5,18

Compuesto	IK	17/18 ZLK1	19/20 ZLK2
(Z)-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	2,11	0,05
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,07	---
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	1,37	0,73
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	6,26	5,57
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,73	1,21
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	0,08	---
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	1,53	0,04
<i>Exo</i> -Fenchol <sup>a2</sup>	1121	---	1,05
1-Terpineol <sup>a2</sup>	1133	---	0,15
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,18	---
<i>iso</i> -Tuyano-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,14	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,97	0,29
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	2,14	1,14
<i>iso</i> -Isopulegol <sup>a2</sup>	1159	---	0,53
Borneol <sup>a2</sup>	1169	1,06	0,86
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	7,53	7,98
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,03	14,21
(Z)-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	12,86	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	1,75	0,75
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,14	---
Acetato de Octanol <sup>o6</sup>	1213	0,07	0,06
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,08	---
<i>p</i> -Ment-1- <i>en</i> -9- <i>al</i> isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,11	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,39	1,01
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,03	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,16	0,08
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,02	0,02
$\alpha$ -Terpinen-7- <i>al</i> <sup>a3</sup>	1285	0,06	0,08
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,02	---
Undecanal <sup>o3</sup>	1306	---	0,09
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>a3</sup>	1317	0,17	---
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	---	0,26
(Z)- <i>p</i> -Menta-8- <i>tiol</i> -3- <i>ona</i> <sup>a10</sup>	1360	0,17	---
Acetato Citronelilo <sup>b6</sup>	1352	1,49	1,68
Acetato de Nerilo <sup>b6</sup>	1361	0,10	0,13
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	0,16	2,43
Acetato de Geraniolo <sup>a6</sup>	1381	0,25	0,31
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	1,53	1,61
Acetato de decilo <sup>o7</sup>	1408	---	0,06
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,39	1,53
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,10	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,62	0,79
(Z)-3-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1463	---	0,20
( <i>E</i> )-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1476	---	0,27
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,03	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,22	1,75
Muurolo-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1493	---	0,17
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,12	0,23
$\alpha$ -Muurolo <sup>b1</sup>	1500	---	0,46
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,30	0,51
(Z)- $\beta$ -Guaieno <sup>b1</sup>	1502	---	0,11
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,09	0,48
BHT <sup>o8</sup>	1515	---	0,09
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	5,29
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	---	0,15
( <i>E</i> )-Cadina-1,4-dieno <sup>b1</sup>	1534	---	0,16
Elemol <sup>b2</sup>	1549	---	0,30
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	---	0,13

Compuesto	IK	17/18 ZLK1	19/20 ZLK2
( <i>E</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1563	---	0,15
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	---	0,07
Viridiflorol <sup>b2</sup>	1592	---	0,10
Rosifoliol <sup>b2</sup>	1600	---	0,21
Guaiol <sup>b2</sup>	1600	---	0,09
Junenol <sup>b2</sup>	1619	---	0,21
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	0,09
1- <i>epi</i> -Cubenol <sup>b2</sup>	1628	---	0,47
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	---	2,81
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	---	0,96
$\alpha$ -Muurool <sup>b2</sup>	1646	---	0,16
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	1,28	0,34
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	0,07	1,48
3-Tujopsanona <sup>b5</sup>	1654	0,07	0,08
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,03	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,27	0,80
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,06	0,06
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	0,31	8,36

B)Tipos de compuestos identificados			
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18ZLK1	19/20ZLK2
Monoterpenos	a		
Hidrocarburos	1	60,3	34,89
Alcoholes	2	28,2	28,17
Aldehídos	3	2,53	1,24
Cetonas	5	0,07	---
Acetatos	6	1,84	2,12
Tionas	10	0,17	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>93,1</b>	<b>66,42</b>
Sesquiterpenos	b		
Hidrocarburos	1	4,56	16,53
Alcoholes	2	1,38	7,44
Cetonas	5	0,13	0,14
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>6,07</b>	<b>24,11</b>
Otros	o		
Aldehídos	3	0,22	0,09
Cetonas	5	0,07	0,06
Esteres	7	---	0,06
Fenoles	8	---	0,09
Ácidos	9	0,58	9,16
<b>Total de Otros</b>		<b>0,87</b>	<b>9,46</b>

Tabla 21. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. hystrix* (Lima Kaffir). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados			
Compuesto	IK	17/18 HLK1	19/20 HLK2
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,07	0,09
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	0,35	1,46
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,04	0,06
Sabineno <sup>a1</sup>	975	2,17	2,96
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	0,24	0,66
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,34	3,25
<i>n</i> -Octanal <sup>o2</sup>	998	0,04	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,05	0,05
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,08	0,09
$\alpha$ -Terpino <sup>a1</sup>	1017	0,28	0,22

Compuesto	IK	17/18 HLK1	19/20 HLK2
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,28	0,76
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	1,19	1,15
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	---	0,06
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,10	0,17
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,82	0,08
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,64	2,20
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,14	1,34
( <i>Z</i> )-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,85	---
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,01	0,54
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,45	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,25	0,55
Linalool <sup>a2</sup>	1096	5,72	1,07
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	0,09	0,26
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,02	1,40
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,06	0,04
Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,02	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,06	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	66,49	---
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	1,10	40,39
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,10	0,66
<i>p</i> -Metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,21	1,47
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,03	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,02	0,13
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,04	---
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,08	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,06	0,02
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	5,80	5,98
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,10	0,05
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,65	0,94
Geraniol <sup>a3</sup>	1267	0,08	0,01
<i>p</i> -vinyl-Guaiacol <sup>f</sup>	1309	---	0,01
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,07	0,05
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	0,13	---
Acetato de citronehilo <sup>a6</sup>	1352	2,21	2,06
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,06	0,55
Acetato de Nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,13	0,16
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	0,02
Acetato de Geraniolo <sup>a6</sup>	1381	1,36	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,07	---
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,55	0,46
Propanoato de Nerilo <sup>a9</sup>	1454	---	5,24
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,14	0,05
( <i>Z</i> )-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1463	---	1,16
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,04	0,43
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,04	---
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500,00	0,15	---
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,29	1,94
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	0,47
( <i>Z</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	---	1,00
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	---	1,40
Elemol <sup>b2</sup>	1549	---	0,07
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	---	6,46
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	---	0,22
( <i>E</i> )-DehidroApofarnesol <sup>b2</sup>	1591	---	0,05
Viridiflorol <sup>b2</sup>	1592	---	0,51
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	1,87	1,45
Rosifoliol <sup>b2</sup>	1600	---	0,13
Guaiol <sup>b2</sup>	1600	---	0,18

Compuesto	IK	17/18 HLK1	19/20 HLK2
2-metil butanoato de geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,06	---
<i>epi-α</i> -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,58	---
<i>α</i> -MuuroI <sup>b2</sup>	1646	0,19	0,43
2- <i>epi-β</i> -Cedren-3-one <sup>b5</sup>	1645	0,04	1,03
<i>α</i> -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	0,07	0,64
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1684	---	1,64
<i>β</i> -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,11	1,33
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	0,02	---
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,11	0,62
<i>α</i> -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,01	0,03
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,04	0,09
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,52	2,00

B)Tipos de compuestos identificados			
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18HLK1	19/20HLK2
Monoterpenos	a		
Hidrocarburos	1	8,35	13,81
Alcoholes	2	14,4	10,24
Aldehídos	3	67,8	40,45
Cetonas	5	0,09	0,54
Acetatos	6	3,7	2,22
Esteres	7	0,13	---
Propanoatos	9	---	5,24
Tionas	10	0,06	0,55
Butanoatos	12	0,06	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>94,6</b>	<b>73,05</b>
Sesquiterpenos	b		
Hidrocarburos	1	1,28	12,39
Alcoholes	2	0,95	3,85
Aldehídos	3	0,12	3
Cetonas	5	0,04	1,03
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>2,39</b>	<b>20,27</b>
Otros	o		
Alcoholes	2	0,18	1,34
Aldehídos	3	0,2	0,05
Ácidos	9	0,56	2,09
Parafinas	10	1,89	1,45
<b>Total de Otros</b>		<b>2,83</b>	<b>4,93</b>
Fenilpropanoides	f	0,21	1,48

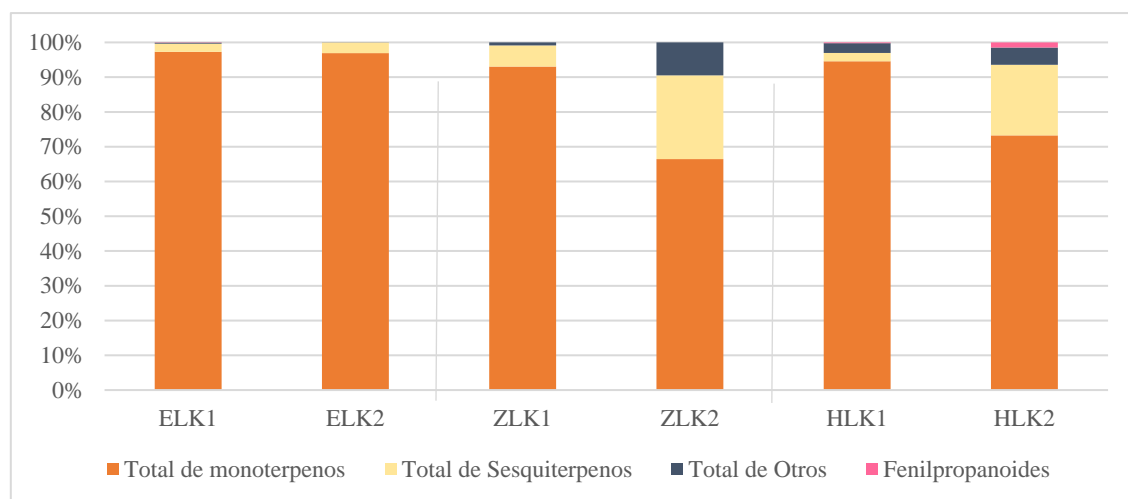


Gráfico 4. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencia de *C. hystrix* (Lima Kaffir).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 19, tabla 20 y tabla 21). Los grupos de compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de 90,96% y 92,36% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, furanoide oxido de linalool, terpinoleno, linalool, *iso*-tuyan-3-ol, citronelal, (*E*)- $\beta$ -terpineol, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, citronelol y acetato de citronelilo.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de 91,34% y 95,78% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, canfeno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, (*Z*)-óxido de linalool (furanoide), *m*-cimeno, terpinoleno, linalool, *p*-menta-1,5,8-trieno, *exo*-fenchol, (*Z*)- $\beta$ -terpineol, citronelal, borneol, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, (*Z*)-piperitol,  $\gamma$ -terpineol, citronelol, acetato de citronelilo,  $\alpha$ -copaeno,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno,  $\beta$ -selineno,  $\delta$ -cadineno,  $\gamma$ -eudesmol, *epi*- $\alpha$ -cadinol,  $\alpha$ -eudesmol,  $\alpha$ -cadinol, y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de 90,38% y 93,25% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, *n*-octanol, linalool, *p*-menta-2,8-dien-1-ol, citronelal, (*Z*)-isocitral, terpinen-4-ol, citronelol, geraniol, acetato de citronelilo, acetato de geranilo, propanoato de nerilo,  $\alpha$ -humuleno, (*Z*)-cadinina-1(6),4-dieno,  $\beta$ -bisaboleno, (*Z*)-nerolidol,  $\alpha$ -cadineno, germacreno B, *n*-hexadecano, 2-*epi*- $\beta$ -cedren-3-one, (2*E*,6*Z*)-farnesal,  $\beta$ -sinensal y ácido hexadecanoico.

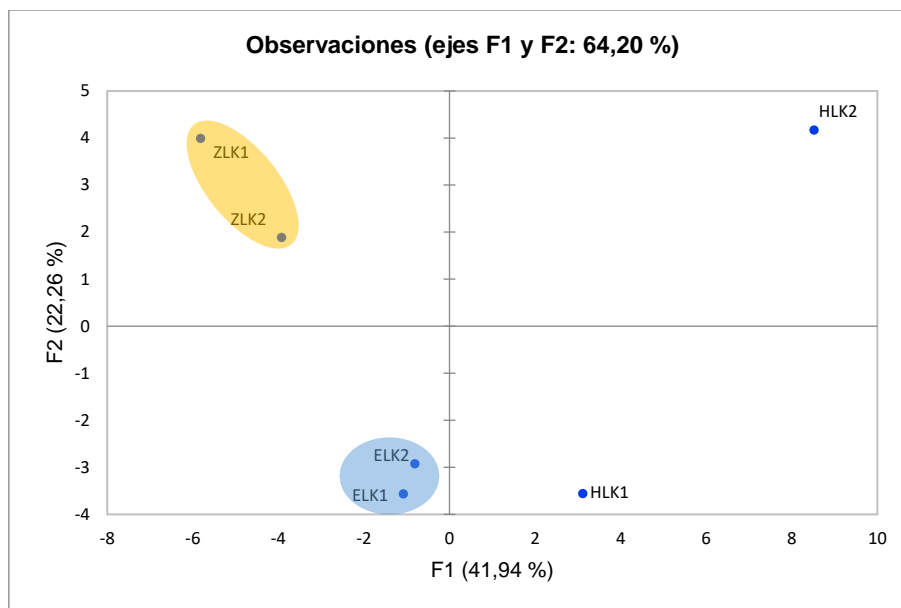


Figura 14. ACP basado en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. hystrix* (Lima Kaffir).

En el ACP de la figura 14 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 64,2% y se observan dos grupos diferentes, uno formado por muestras de exocarpo de color azul, otro por las de zumo de color amarillo y las muestras restantes correspondientes a esencia de hoja se encuentran independientes en la figura. Tanto el grupo azul como el amarillo tienen valores próximos de limoneno respecto a los de hoja, diferenciándose el primero por sabineno y terpinen-4-ol y el segundo por mayores concentraciones de  $\beta$ -elemeno y (*E*)-cariofileno de los zumos respecto al encontrado en muestras de exocarpo.

#### 4.1.5. *C. japonica* (Kumquat)

El rendimiento obtenido de *C. japonica* se presenta en la tabla 22, observándose los valores más bajos de rendimiento en muestras de zumo siendo el de la temporada 18/19 con un 0,03% el mínimo y el máximo en la muestra de exocarpo de la temporada 17/18 con un 0,60%.

Las muestras de exocarpo parecen ser las que producen mayor rendimiento de aceite esencial seguidas por las hojas y siendo los zumos la parte del kumquat con menor producción.

Tabla 22. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. japonica* (Kumquat).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
16/17	Valencia 1	0,32	0,15	0,41	K1
17/18	Valencia 1	0,60	0,26	0,45	K2
18/19	Valencia 1	0,54	0,03	0,18	K3

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 23, tabla 24 y tabla 25. Se han identificado 58 compuestos en muestras de exocarpo, 72 en las muestras de zumo y 81 en el aceite esencial de hoja.

En las muestras analizadas tanto de exocarpo como de zumo el compuesto mayoritario es el limoneno y  $\beta$ -mirceno desde en un 65,90% en ZK2 hasta un 89,69% en EK2 y desde en un 2,34% hasta un 4,72% en ZK1. En cambio, en las diferentes muestras de hoja varía encontrándose en mayor cantidad 2-*epi*- $\beta$ -cedren-3-one con un 18,09% en HK1, sabineno con un 13,68% en HK2,  $\alpha$ -cadinol con un 28,35% en HK3.

En cuanto a qué tipo de compuesto es mayoritario, se encuentra que tanto en muestras de exocarpo y zumo son monoterpenos entre un 77,14% en ZK3 y un 97,45% en EK3, mientras que en las de hoja son sesquiterpenos en HK1 y HK3 con un 86,46% y un 90,2%. En el caso de la muestra restante (HLK2) los niveles de monoterpenos son ligeramente mayores a los de sesquiterpenos siendo 58,39% y 40,66% respectivamente.

Tabla 23. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. japonica* (Kumquat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	16/17 EK1	17/18 EK2	18/19 EK3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02	---	---
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,63	1,19	0,67
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,09	0,04	---
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,12	0,11	0,10
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,16	0,09	0,02
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	3,41	3,44	3,22
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,23	0,18	0,13
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,10	0,06	0,03
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,08	0,06	0,04
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,08	0,05	0,06
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	85,69	88,15	89,94
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,03	0,02	0,02
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,11	0,09	0,07
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,11	0,05	0,06
( <i>E</i> )-Óxido de linalool (furanóide) <sup>a2,4</sup>	1086	0,07	0,04	0,04
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,12	0,08	0,06
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,67	0,69	0,52
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,06	0,05	0,04
<i>iso</i> -tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,06	0,04	0,06
<i>neo-allo</i> -ocimeno <sup>a1</sup>	1144	0,02	0,02	---
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,06	0,03	0,04
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,01	---	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,28	0,17	0,11
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,06	---	---
( <i>E</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,06	0,03	0,01
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,27	0,23	0,18
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,33	0,83	0,58
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,06	0,03	0,05
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,06	0,07	0,03
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,05	0,03	0,04
<i>p</i> -Ment-1- <i>en</i> -9- <i>al</i> isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,19	0,22	0,16

Compuesto	IK	16/17 EK1	17/18 EK2	18/19 EK3
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,20	0,08	0,11
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,07	0,03	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,11	0,13	0,09
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,04	0,02	---
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,25	0,37	0,23
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	---	0,02	---
Acetato de Citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,20	0,15	0,17
Acetato de Nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,06	0,06	0,05
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	0,02	---	---
Acetato de Geraniolo <sup>a6</sup>	1381	0,90	0,87	0,78
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,26	0,20	0,19
$\alpha$ -( <i>Z</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	0,08	0,06	0,07
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	0,06	0,04	0,05
$\gamma$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1436	0,04	0,03	0,03
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,02	---	---
$\gamma$ -Muuroloeno <sup>b1</sup>	1479	1,24	1,02	1,18
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,17	0,17	0,20
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	---	0,03	---
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,06	0,06	0,05
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,14	0,10	0,08
( <i>E</i> ) $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	0,03	---	---
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,06	0,05	0,06
2-metil butanoato de Geraniolo <sup>a12</sup>	1601	0,02	---	---
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,24	0,15	0,16
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,10	0,05	0,05
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,32	0,20	0,18
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,02	0,02	0,04

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17EK1	17/18EK2	18/19EK3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	92,06	93,68	94,46
Alcoholes	2	3,18	2,22	1,7
Aldehídos	3	0,36	0,35	0,25
Cetonas	5	0,05	0,03	0,04
Acetatos	6	1,16	1,08	1
Butanoatos	12	0,02	---	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>96,83</b>	<b>97,36</b>	<b>97,45</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	2,12	1,71	1,85
Alcoholes	2	0,72	0,45	0,45
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>2,84</b>	<b>2,16</b>	<b>2,3</b>
Otros	o			
Aldehídos	3	0,06	0,07	0,03
Ácidos	9	0,02	0,02	0,04
<b>Total de Otros</b>		<b>0,08</b>	<b>0,09</b>	<b>0,07</b>
Fenilpropanoides	f	0,25	0,39	0,23

Tabla 24. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. japonica* (Kumquat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	16/17 ZK1	17/18 ZK2	18/19 ZK3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,04	0,08	---
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	2,50	3,96	0,53
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,14	0,29	---

Compuesto	IK	16/17 ZK1	17/18 ZK2	18/19 ZK3
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,21	0,25	0,08
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	0,27	0,69	---
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	4,72	4,00	2,34
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,38	0,47	0,19
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,08	0,25	0,09
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,13	0,75	0,14
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,23	---	0,20
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	79,28	65,90	68,84
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,04	0,07	---
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,01	0,26	0,09
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,18	0,20	0,24
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,12	0,17	0,17
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,19	1,31	0,59
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,95	0,24	0,20
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	0,02	0,01	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,10	0,12	0,05
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,09	0,01	0,04
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,49	1,64	0,27
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,03	0,07	0,04
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,01	0,02	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,42	0,23	0,06
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,78	0,01	1,35
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,10	5,74	0,25
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,08	0,07	0,18
Acetato de octanilo <sup>o6</sup>	1213	0,28	0,25	0,26
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,29	0,06	0,09
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	0,10	0,04	0,07
Carvona <sup>a5</sup>	1242	0,18	0,08	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,07	0,02	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,03	0,05	0,12
4-metoxi-Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,09	0,12	0,49
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,30	0,30	0,33
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	---	0,02	0,14
Acetato de Nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,10	0,09	0,12
Acetato de Geranilo <sup>a6</sup>	1381	1,17	0,93	0,84
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,03	0,14	0,11
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,38	0,31	0,32
$\alpha$ -( <i>Z</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	0,12	0,08	0,00
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,16	0,29	0,30
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	0,07	0,10	0,09
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1432	0,12	0,11	0,18
( <i>Z</i> )-Muurolo-3,5-dieno <sup>b1</sup>	1450	0,01	0,16	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,06	0,04	0,18
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,01	0,03	0,29
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,06	0,19	0,54
Muurolo-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1493	1,46	2,01	1,89
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,10	0,17	0,29
Viridifloreno <sup>b1</sup>	1496	0,27	0,52	0,43
$\alpha$ -Selineno <sup>b1</sup>	1498	---	0,38	0,35
$\alpha$ -Muurolo <sup>b1</sup>	1500	0,03	0,22	0,98
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,07	0,12	0,37
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,13	0,41	0,41
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	---	---	0,20
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,21	0,92	1,18
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,07	0,25	4,13
( <i>E</i> )- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	0,09	0,03	1,98
Rosifoliol <sup>b2</sup>	1600	0,02	0,24	0,23
Guaiol <sup>b2</sup>	1600	0,02	0,84	0,23

Compuesto	IK	16/17 ZK1	17/18 ZK2	18/19 ZK3
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,26	0,35	0,55
Óxido de Nerolidol <sup>b4</sup>	1640	0,21	0,23	0,53
<i>epi</i> - $\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1642	0,12	0,05	0,60
$\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1646	0,13	0,63	0,56
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	0,36	1,12	1,22
3-Tujopsanona <sup>b5</sup>	1654	0,05	0,45	0,57
7- <i>epi</i> - $\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1663	0,04	0,31	0,35
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,03	0,06	0,13
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,02	0,04	0,15
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,02	0,12	0,20
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,07	0,34	1,97

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17ZK1	17/18ZK2	18/19ZK3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	88,34	78,45	73,26
Alcoholes	2	4,42	8,14	2,38
Aldehídos	3	0,06	0,12	0,16
Cetonas	5	0,36	0,28	0,24
Acetatos	6	1,27	1,02	0,96
Ésteres	7	---	0,02	0,14
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>94,45</b>	<b>88,03</b>	<b>77,14</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	3,45	6,48	14,22
Alcoholes	2	0,98	3,6	3,87
Aldehídos	3	0,04	0,16	0,35
Óxidos	4	0,21	0,23	0,53
Cetonas	5	0,05	0,45	0,57
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>4,73</b>	<b>10,92</b>	<b>19,54</b>
Otros	o			
Aldehídos	3	0,08	0,07	0,18
Cetonas	5	0,28	0,25	0,26
Ácidos	9	0,07	0,34	1,97
<b>Total de Otros</b>		<b>0,43</b>	<b>0,66</b>	<b>2,41</b>
Fenilpropanoides	f	0,39	0,42	0,82

Tabla 25. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. japonica* (Kumquat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	16/17 HK1	17/18 HK2	18/19 HK3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	0,44	---
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	0,35	2,14	0,02
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,03	0,10	---
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,03	13,68	0,04
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	0,06	1,80	0,12
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	0,23	2,46	---
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	---	0,01	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,04	0,18	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,05	0,07	0,02
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,02	2,19	0,01
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,05	0,10	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	0,02	2,41	0,14
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	---	0,38	0,01
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,20	6,06	0,15
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,03	3,19	---
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	0,64	---

Compuesto	IK	16/17 HK1	17/18 HK2	18/19 HK3
(Z)-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	---	---	0,02
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	0,01	0,04
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	---	0,01	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,06	0,94	---
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,07	10,39	0,10
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	---	0,04	---
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	---	0,07	---
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	---	0,30	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	0,01	---
2-(Z)-Propenil-fenol <sup>f</sup>	1150	0,01	---	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	0,02	---
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	---	0,01	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	0,01	---
Ácido Octadecanóico <sup>o9</sup>	1171	---	0,02	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	---	3,81	---
<i>p</i> -Metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,08	0,04	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,02	0,82	0,01
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	0,11	---
Decanal <sup>o3</sup>	1201	---	0,04	0,01
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,02	0,19	0,02
( <i>E</i> )-Carveol <sup>b1</sup>	1216	0,01	0,02	0,01
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,01	---	0,01
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	---	0,02	---
Nerol <sup>a2</sup>	1229	---	0,04	---
(Z)-Carveol <sup>b2</sup>	1229	---	0,07	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	---	0,01	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	0,02	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	0,03	---
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	---	0,02	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	---	0,01	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	0,18	0,01
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	---	0,02	0,01
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	0,01	0,02
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	6,01	2,96	3,44
(2 <i>E</i> )-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	---	---	0,06
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	---	0,03	---
Acetato de geraniolo <sup>a6</sup>	1381	---	0,02	---
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,06	0,02	0,02
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	3,29	1,63	2,15
$\alpha$ -Aantaleno <sup>b1</sup>	1417	0,02	0,02	0,01
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	3,45	1,89	2,13
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	1,33	0,64	0,83
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	0,15	0,07	0,10
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,09	0,05	0,06
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	0,08	0,03	0,04
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,41	0,18	0,30
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,25	0,13	0,20
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,76	0,47	0,74
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	1,00	0,41	0,62
Elemol <sup>b2</sup>	1549	17,54	9,77	17,39
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	0,28	0,16	0,24
Isovalerato de Nerilo <sup>a13</sup>	1583	5,94	3,10	5,26
$\beta$ -Atlantol <sup>b2</sup>	1608	1,20	0,89	1,07
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	9,10	0,12	7,25
( <i>E</i> )- $\alpha$ -Muurolol <sup>b2</sup>	1642	5,64	4,09	4,46
$\beta$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1650	5,13	2,69	14,00
2- <i>epi</i> - $\beta$ -Cedren-3-ona <sup>b5</sup>	1645	18,09	8,37	7,52
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	17,40	8,21	28,35

Compuesto	IK	16/17 HK1	17/18 HK2	18/19 HK3
7- <i>epi</i> - $\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1663	0,24	0,14	0,95
$\beta$ -Eudesma-4(15),7-dien-1-ol <sup>b2</sup>	1688	0,08	0,07	0,50
$\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1685	0,76	0,40	0,93
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,04	0,06	0,15
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,05	0,04	0,06
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,07	0,04	0,14
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,13	0,12	0,26

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17HK1	17/18HK2	18/19HK3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	1,17	36,19	0,51
Alcoholes	2	0,02	5,42	0,04
Aldehídos	3	0,08	10,46	0,11
Cetonas	5	6,03	3,16	3,5
Acetatos	6	---	0,05	---
Ésteres	7	---	0,01	0,02
Isovaleratos	13	5,94	3,1	5,26
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>13,24</b>	<b>58,39</b>	<b>9,44</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	11,12	5,77	7,43
Alcoholes	2	57,25	26,52	75,25
Cetonas	5	18,09	8,37	7,52
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>86,46</b>	<b>40,66</b>	<b>90,2</b>
Otros	o			
Alcoholes	2	---	0,64	---
Aldehídos	3	---	0,07	0,08
Esteres	7	0,06	0,02	0,02
Ácidos	9	0,13	0,14	0,26
<b>Total de Otros</b>		<b>0,19</b>	<b>0,87</b>	<b>0,36</b>
Fenilpropanoides	f	0,09	0,04	---

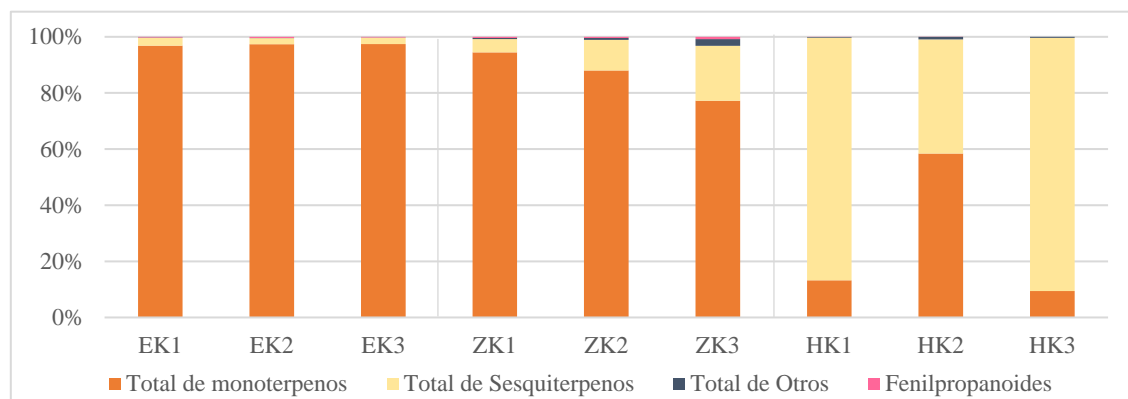


Gráfico 5. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. japonica* (Kumquat).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 23, tabla 24 y tabla 25). Sólo se han tenido en cuenta aquellos compuestos que al menos alcancen un 0,90% en al menos una de las muestras, formando los compuestos mayoritarios y siendo estos:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 94,20% y el 96,37% del total de su composición:  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno,  $\alpha$ -terpineol, acetato de geranilo y  $\gamma$ -muuroleno.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 88,43% y el 93,38% del total de su composición:  $\alpha$ -Pineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, terpinoleno, linalool, (*Z*)- $\beta$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineol, acetato de geranilo, muurola-4(14),5-dieno,  $\alpha$ -muuroleno,  $\gamma$ -cadineno,  $\delta$ -cadineno, (*E*)- $\gamma$ -bisaboleno,  $\alpha$ -cadinol y ácido tetradecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 88,43% y el 93,38% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol, acetato de citronelilo,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -humuleno,  $\alpha$ -cadineno, elemol, isovalerato de nerilo,  $\beta$ -atlantol,  $\gamma$ -eudesmol, (*E*)- $\alpha$ -muurolol,  $\beta$ -eudesmol, 2-*epi*- $\beta$ -cedren-3-one,  $\alpha$ -cadinol, 7-*epi*- $\alpha$ -eudesmol y  $\alpha$ -bisabolol.

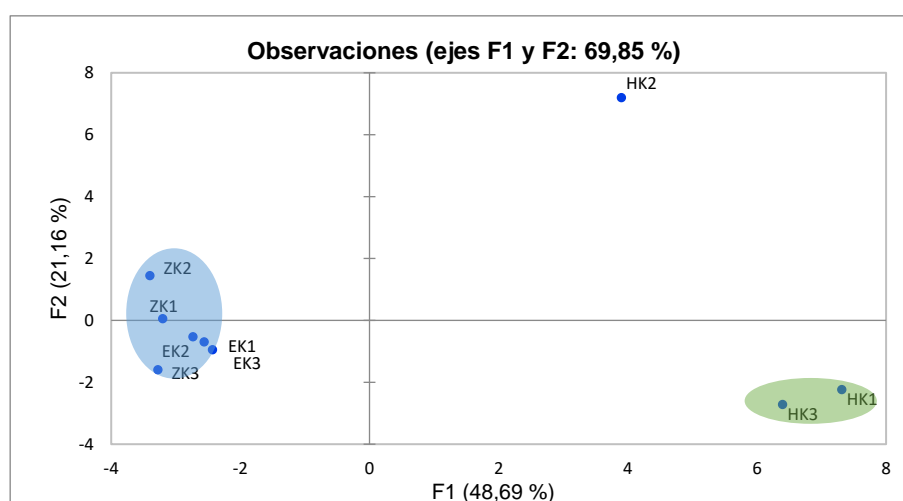


Figura 15. ACP basado en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. japonica* (Kumquat).

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 69,85%. Se observa la formación de dos grupos y una muestra aislada. El grupo mayoritario marcado de azul reúne las muestras correspondientes a exocarpo y a zumo, mientras que el grupo verde reúne dos de las tres muestras de hoja siendo la tercera la aislada. La diferencia entre el grupo azul y el resto se puede explicar por los altos valores de limoneno tanto en exocarpo como en zumo, mientras que en muestras de esencia de hoja es menor y se han detectado en ella compuestos como isovalerato de nerilo,  $\beta$ -eudesmol o 2-*epi*- $\beta$ -cedren-3-one entre otros que en las muestras de exocarpo y de zumo no. El caso de la muestra aislada HK2 se puede explicar por mayor concentración en monoterpenos que HK1 o HK3.

## 4.2. Análisis Químico y Estadístico de Especies Híbridas

A continuación, se presentan el rendimiento y caracterización del aceite esencial obtenido de las diferentes muestras de especies de híbridos. Además de los diferentes análisis realizados con la composición química de las muestras.

### 4.2.1. *C. x aurantium* (Naranja Amarga)

El rendimiento obtenido de *C. x aurantium* se presenta en la tabla 26, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,01% y el máximo en una muestra de hojas con un 2,25%.

La producción de aceite esencial en muestras de zumo es homogénea con valores entre 0,01% y 0,08%, mientras que en muestras de exocarpo y hojas el rendimiento es variable, entre 0,22% y 0,64% en el caso del exocarpo y entre 0,05% y 2,25% en hojas.

Tabla 26. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
16/17	Granada 1	0,23	0,01	0,33	A1
	Granada 2	0,22	0,01	2,25	A2
	Valencia 3	0,28	0,01	0,05	A3
17/18	Granada 1	0,64	0,01	0,14	A4
	Granada 2	0,34	0,01	0,33	A5
	Valencia 3	0,60	0,03	0,31	A6
18/19	Granada 1	0,28	0,02	0,44	A7
	Granada 2	0,58	0,01	0,10	A8
	Valencia 3	0,47	0,08	0,24	A9

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 27, tabla 28 y tabla 29. En muestras de exocarpo se han encontrado un total de 68 compuestos diferentes, mientras que en muestras de zumo se han identificado 84 y en las de hoja llegan a 100.

El componente mayoritario en muestras de aceite esencial de exocarpo es limoneno desde en un 60,88% en EA2 hasta en un 79,77% en EA8. En el caso de las muestras de zumo también es el limoneno encontrándose entre un 7,11% en ZA6 y un 74,81% en ZA1, a excepción de la muestra ZA6 en la cual el compuesto mayoritario es sabineno con un 11,87%.

Las muestras de hojas de naranja amarga presentan diferentes compuestos mayoritarios, encontrándose en mayor medida linalool en HA1 (24,18%), HA2 (21,01%), limoneno en HA3 (12,90%), y HA9 (14,85%), geranial en HA4(31,34%) y HA5 (26,15%), acetato de linalool en HA6(25,63%) y HA8(17,06%) y neral en HA7 (37,58%).

Todos los tipos de esencias están compuestos por monoterpenos desde un 44,59% en HA3 hasta un 97,73% en EA9, y se observa mayor proporción de sesquiterpenos en esencias provenientes de zumo y hoja entre 2,56% (ZA1) y 17,35% (ZA7) en el primer caso y entre 2,81% (HA2) y 22,44% (HA8) en el segundo respecto a los niveles encontrados en exocarpo, entre 0,66% (EA9) y 2,94% (EA3).

Tabla 27. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. x aurantium* (Naranja Amarga). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados										
Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19		
		EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,08	0,10	0,02	0,03	0,02	---	0,03	0,07	0,05
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	3,41	4,16	1,01	2,01	0,85	1,14	0,58	1,10	1,34
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,28	0,39	0,03	0,09	---	---	---	0,04	0,04
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,38	0,25	0,21	0,42	0,18	0,30	0,29	0,38	0,26
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	1,44	0,97	1,26	1,55	0,55	2,05	1,78	0,06	0,77
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	6,00	6,61	6,75	5,49	4,88	4,12	4,44	5,82	5,42
Octanal <sup>o3</sup>	998	---	---	0,10	---	0,08	1,37	---	---	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,35	0,41	0,17	0,21	0,11	0,10	0,14	0,17	0,18
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,12	0,10	---	0,02	---	---	---	0,20	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,18	0,19	0,15	0,16	0,08	---	0,12	0,12	0,11
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,22	0,29	0,05	---	---	---	---	0,03	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	62,97	60,88	68,73	74,74	75,39	75,46	64,66	79,77	79,44
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,76	0,63	0,45	0,87	0,66	1,06	1,01	0,13	0,46
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,23	0,22	0,16	0,13	0,09	0,09	0,16	0,14	0,08
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,16	0,28	0,21	0,10	0,13	0,09	0,12	0,17	0,08
( <i>Z</i> )-óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	1,18	1,35	0,77	0,51	0,48	---	0,23	---	0,66
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	0,04	---	---	---	---	---	---	---
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,58	0,54	0,34	0,21	0,18	0,28	0,10	0,03	0,30
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,28	0,21	0,20	0,12	0,10	0,11	0,15	0,12	0,12
Linalool <sup>a2</sup>	1096	7,68	8,47	4,33	6,19	7,43	4,17	14,25	4,54	2,82
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	0,04	0,04	0,03	---	---	---	---	---	---
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	0,07	0,06	0,06	0,03	---	---	---	0,03	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,03	0,10	0,04	0,07	---	---	---	0,05	---
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,06	---	0,04	---	---	---	---	0,03	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,05	0,04	0,04	---	---	---	---	0,03	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,34	0,24	0,25	0,09	0,10	0,06	---	0,07	0,16
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,10	0,04	0,04	---	---	---	---	0,29	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,06	0,06	0,04	0,05	---	---	---	0,03	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,82	0,66	0,70	0,38	0,32	0,36	0,43	0,41	0,29
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	4,48	3,98	3,45	1,94	2,05	1,98	2,52	0,73	2,18
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,76	0,99	0,90	0,61	0,65	0,60	0,91	1,66	0,60
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,13	0,20	---	---	---	---	---	0,06	---
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,27	0,25	0,51	0,19	0,27	0,21	0,34	0,20	0,35
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,18	0,11	0,15	0,08	0,10	0,05	0,09	0,12	0,10
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,33	0,22	0,21	0,11	0,16	0,04	0,29	0,26	0,12
Nerol <sup>a2</sup>	1229	---	---	---	---	---	0,16	---	---	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,69	0,74	0,76	0,40	0,51	0,60	0,70	0,36	0,44
Carvona <sup>a5</sup>	1243	---	---	---	---	---	0,13	---	---	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,79	0,50	0,48	0,21	0,30	0,43	0,72	0,03	0,24

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19		
		EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9
Acetato de hidrato Sabineno <sup>a6</sup>	1256	0,17	0,18	0,15	0,08	0,11	---	0,12	0,06	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	1,50	0,78	1,56	0,36	0,75	0,94	---	0,22	0,57
Aldehído perfílico <sup>f</sup>	1271	---	0,55	---	0,22	---	0,20	---	0,24	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,27	0,17	0,34	0,07	0,07	---	0,10	0,10	0,08
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,08	0,09	0,09	0,05	0,06	---	---	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,29	0,34	0,30	0,15	0,12	---	0,08	0,07	0,06
Acetato de Citronelilo <sup>a5</sup>	1352	---	0,10	---	0,09	0,12	---	---	0,03	0,16
(Z)-p-Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,04	0,06	0,05	---	---	---	---	0,05	---
2(E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	0,20	0,15	0,22	0,11	0,20	0,33	0,37	0,03	0,18
Acetato de Nerilo <sup>a5</sup>	1361	0,69	0,78	1,18	0,42	0,49	1,33	0,68	---	0,93
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,14	0,14	0,56	0,04	0,01	0,04	0,08	0,11	0,19
n-Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	0,02	0,03	0,05	---	---	0,04	---	---	---
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,10	0,05	0,16	0,17	0,08	0,09	---	0,13	0,14
$\alpha$ -(E)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,03	0,04	0,05	0,04	---	0,11	---	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,02	---	0,03	0,03	---	0,04	---	---	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	---	---	0,03	---	---	---	---	0,05	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,08	0,04	0,13	0,15	0,09	---	---	0,08	0,16
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,02	0,04	---	---	---	---	---	0,94	---
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,04	0,06	0,09	0,03	0,08	---	---	0,07	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	---	---	---	---	---	0,35	---	---	---
BHT <sup>o8</sup>	1516	---	---	---	0,42	0,58	0,94	2,38	---	0,52
(Z)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	---	---	---	---	---	0,50	---	---	---
n-Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,17	0,16	0,43	0,09	0,17	---	0,14	0,09	0,23
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,03	---	0,06	---	---	---	---	0,04	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	---	---	---	---	---	---	---	0,04	---
(2E,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,04	0,14	0,07	---	0,13	---	0,17	0,13	---
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	---	---	---	---	---	---	---	0,07	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,60	1,77	1,82	0,48	1,27	0,10	1,84	0,23	0,17

B)Tipos de compuestos identificados										
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17			17/18			18/19		
		EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9
Monoterpenos	a									
Hidrocarburos	1	77,35	76,01	79,59	86,08	83,09	84,71	73,46	88,21	88,57
Alcoholes	2	16,37	16,16	10,89	9,83	11,12	7,25	18,61	6,37	6,63
Aldehídos	3	2,83	1,98	3,21	1,02	1,6	1,75	1,14	1,17	1,44
Cetonas	5	0,13	0,24	---	---	---	0,13	---	0,06	---
Acetatos	6	0,86	1,06	1,33	0,59	0,72	1,33	0,8	0,09	1,09
Tionas	10	0,04	0,06	0,05	---	---	---	---	0,05	---
Butanoatos	12	0,03	---	0,06	---	---	---	---	0,04	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>97,61</b>	<b>95,51</b>	<b>95,13</b>	<b>97,52</b>	<b>96,53</b>	<b>95,17</b>	<b>94,01</b>	<b>95,99</b>	<b>97,73</b>
Sesquiterpenos	b									
Hidrocarburos	1	0,43	0,37	1,05	0,46	0,26	0,63	0,08	1,38	0,49
Alcoholes	2	0,04	0,14	0,07	---	0,13	0,5	0,17	0,13	---
Aldehídos	3	---	---	---	---	---	---	---	0,11	---
Cetonas	5	0,6	1,77	1,82	0,48	1,27	0,1	1,84	0,23	0,17
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>1,07</b>	<b>2,28</b>	<b>2,94</b>	<b>0,94</b>	<b>1,66</b>	<b>1,23</b>	<b>2,09</b>	<b>1,85</b>	<b>0,66</b>
Otros	o									
Alcoholes	2	0,16	0,28	0,21	0,1	0,13	0,09	0,12	0,17	0,08
Aldehídos	3	1	1,18	1,25	0,72	0,93	2,3	1,28	1,69	0,78
Fenoles	8	---	---	---	0,42	0,58	0,94	2,38	---	0,52
Ácidos	9	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---
Parafinas	10	0,17	0,16	0,43	0,09	0,17	---	0,14	0,09	0,23

Tipo de Compuesto	Superíndice	16/17			17/18			18/19		
		EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9
Total de Otros		1,33	1,62	1,89	1,33	1,81	3,39	3,92	1,95	1,61
Aminobenzoicos	c	0,02	0,03	0,05	---	---	0,04	---	---	---
Fenilpropanoides	f	---	0,55	---	0,22	---	0,2	---	0,24	---

Tabla 28. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. x aurantium* (Naranja Amarga). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados										
Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19		
		ZA1	ZA2	ZA3	ZA4	ZA5	ZA6	ZA7	ZA8	ZA9
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	0,20	0,10	0,12	0,07	0,09	0,08	0,12	---
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	3,52	10,41	4,36	5,86	0,88	0,33	0,66	0,60	0,94
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,35	0,90	0,26	0,36	0,09	---	0,07	0,09	---
Sabineno <sup>a1</sup>	975	---	0,45	0,31	0,41	0,36	11,87	0,11	1,42	0,10
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,51	2,32	0,77	1,08	0,22	0,65	0,12	0,19	0,93
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,00	1,26	5,04	4,58	2,28	2,03	1,86	2,05	4,33
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	0,31	0,14	0,62	0,51	0,41	---	---	0,43	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,26	0,73	0,46	0,61	---	0,38	0,09	---	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,48	0,53	0,23	0,31	0,22	3,09	0,16	0,14	0,34
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,40	0,44	0,32	0,27	0,24	1,85	0,21	0,22	0,08
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,60	1,51	0,80	1,02	0,51	2,98	---	0,62	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	74,81	48,02	60,68	55,9	49,8	7,11	59,3	51,5	69,7
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	---	0,13	0,56	0,30	0,42	3,65	0,09	0,20	0,63
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,33	0,52	0,32	0,30	0,13	---	0,10	0,11	0,13
Octanol <sup>o2</sup>	1067	---	---	0,05	0,07	0,05	0,44	0,06	0,06	0,05
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	1,11	1,10	1,48	2,95	0,91	---	0,42	1,75	0,98
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	0,24	0,04	0,04	---	---	---	---	---
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,53	0,42	0,96	1,86	0,67	0,03	0,53	2,28	0,39
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,53	1,17	1,38	1,32	0,89	2,21	0,42	0,90	0,69
<i>p</i> -cymeno <sup>a1</sup>	1091	---	---	---	---	---	---	---	---	0,28
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,41	0,56	1,40	0,85	0,79	6,82	0,49	0,82	0,42
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	---	0,03	0,02	---	---	---	---	---
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	0,25	0,14	0,33	0,20	0,10	0,72	0,05	0,19	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,00	0,23	0,21	0,07	0,17	0,00	0,21	0,21	---
Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,24	0,12	0,17	0,16	0,09	0,07	0,00	0,14	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,62	---	0,43	0,90	0,34	---	0,11	0,70	0,27
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	---	0,24	0,74	0,20	6,27	0,21	0,76	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	---	0,08	0,11	0,06	0,04	0,04	0,10	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,25	---	0,26	0,26	0,11	11,49	0,06	0,17	0,07
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	3,94	0,71	2,08	3,56	1,63	0,83	0,32	2,17	1,91
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,75	0,19	0,27	0,35	0,21	0,22	0,19	0,26	0,51
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,40	0,62	0,55	0,37	0,38	0,23	0,39	0,19	0,46
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	---	---	0,06	0,08	0,02	0,38	---	0,09	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	---	---	0,18	0,26	0,15	---	0,13	0,21	---
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,24	---	0,28	0,26	0,11	0,17	0,07	0,20	---
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	---	0,21	0,11	0,20	15,07	2,55	0,21	0,25	0,04
Carvona <sup>a5</sup>	1242	---	0,20	0,20	0,19	0,16	2,37	0,25	0,27	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	0,11	0,05	0,03	0,07	---	0,09	0,09	---
Geraniol <sup>a3</sup>	1267	---	---	0,06	0,07	0,05	0,23	---	0,06	---
Aldehído perfílico <sup>f</sup>	1271	---	0,18	0,16	0,09	0,16	3,28	0,13	0,17	0,28
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	---	0,03	0,05	0,25	---	0,32	0,32	---
Acetato de bornilo <sup>a6</sup>	1285	---	0,29	0,28	0,44	0,22	---	0,34	0,47	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	---	---	0,03	0,07	---	0,28	0,06	0,04	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,23	0,82	0,45	0,19	0,49	0,05	0,68	0,63	0,05

Compuestos	IK	16/17			17/18			18/19		
		ZA1	ZA2	ZA3	ZA4	ZA5	ZA6	ZA7	ZA8	ZA9
Piperitenona <sup>a5</sup>	1343	---	---	0,03	---	0,04	0,52	0,07	0,05	0,65
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,31	0,89	0,45	0,27	0,59	0,03	0,84	0,84	---
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,29	0,38	0,20	0,45	0,21	4,57	0,09	0,35	---
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	0,28	0,17	0,14	0,22	1,26	0,18	0,19	0,08
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	---	---	---	---	---	---	---	---	0,45
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	---	---	0,27	0,43	0,26	0,28	---	0,26	0,11
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,21	0,33	0,51	0,08	0,07	---	0,10	0,07	---
Metil Eugenol <sup>f</sup>	1403	---	0,15	0,08	0,25	0,10	10,2	0,11	0,23	0,13
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,23	0,66	0,50	0,16	0,15	---	0,13	0,15	0,30
$\alpha$ -Aantaleno <sup>b1</sup>	1417	---	---	0,09	0,03	---	---	---	0,04	---
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,79	1,36	1,04	0,72	0,58	3,52	0,50	0,85	1,08
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1432	---	0,38	---	0,11	0,15	---	0,25	0,16	---
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	---	0,37	0,36	0,22	0,23	---	---	0,23	0,14
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	---	0,46	0,26	0,40	0,24	2,51	0,22	0,31	0,02
( <i>Z</i> )-Muurola-3,5-dieno <sup>b1</sup>	1450	---	---	0,05	0,06	0,04	---	0,08	---	0,16
( <i>Z</i> )-3-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1463	---	---	---	---	---	---	---	---	0,07
$\alpha$ -Acoradieno <sup>b1</sup>	1466	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	---	0,50	0,19	0,33	0,32	---	0,43	0,35	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,18	0,84	0,28	0,53	0,42	0,12	0,76	0,55	0,91
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,44	1,19	0,50	1,03	0,61	0,03	0,47	0,82	0,26
Muurola-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1493	0,24	0,76	0,49	0,82	0,48	0,17	0,54	0,76	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	---	0,05	---	---	---	9,67	0,15	---
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,48	1,47	0,54	0,42	0,82	0,05	1,27	1,12	---
( <i>E,E</i> )- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	---	0,41	0,11	0,51	0,20	0,04	0,18	0,25	---
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,22	1,43	0,59	0,58	0,89	0,37	1,23	1,21	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	---	0,43	0,19	---	0,31	---	0,42	0,44	0,11
BHT <sup>o8</sup>	1515	0,21	1,13	0,45	0,45	0,73	0,08	1,12	0,97	0,02
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	---	---	---	---	---	---	---	---	0,11
( <i>E</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1563	---	---	---	---	---	---	---	---	0,23
Ácido Dodecanoico <sup>o9</sup>	1566	---	---	---	---	---	---	---	---	0,09
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,39	1,68	0,76	0,57	1,19	0,21	1,42	1,53	1,59
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,29	1,10	0,57	0,41	0,71	---	0,92	0,89	---
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	0,13	0,09	0,08	0,24	0,16	0,07	---	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	---	---	0,03	---	---	---	0,09	0,06	---
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	---	0,28	0,11	0,08	0,18	0,09	0,24	0,25	---
( <i>2E,6E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	---	0,21	0,11	0,06	0,16	0,16	0,23	0,19	---
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	---	0,24	0,09	0,05	0,14	2,36	0,26	0,20	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,63	4,68	3,57	0,94	3,12	0,07	2,35	6,70	---
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	---	0,46	0,23	0,20	0,35	---	0,83	0,90	---
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	1,02	2,91	0,39	2,25	7,28	0,5	6,38	7,75	9,93

B)Tipos de compuestos identificados										
Tipo de Compuestos	Super-índice	16/17			17/18			18/19		
		ZA1	ZA2	ZA3	ZA4	ZA5	ZA6	ZA7	ZA8	ZA9
Monoterpenos	a									
Hidrocarburos	1	85,57	69,15	76,88	74,49	56,88	36,99	63,8	60,62	78,5
Alcoholes	2	7,55	4,05	7,2	9,96	20,09	22,35	3,01	7,54	4,25
Aldehídos	3	0,24	---	0,61	1,12	0,61	6,67	0,6	1,34	---
Cetonas	5	0	0,44	0,33	0,31	0,22	3,27	0,32	0,41	0,65
Acetatos	6	0,31	1,42	0,77	0,75	0,81	0,03	1,18	1,31	0,45
Ésteres	7	0,29	0,38	0,2	0,45	0,21	4,57	0,09	0,35	---
Butanoatos	12	0,29	1,1	0,57	0,41	0,71	---	0,92	0,89	---
Total de Monoterpenos		94,25	76,54	86,56	87,49	79,53	73,88	69,92	72,46	83,9

Tipo de Compuestos	Super- índice	16/17			17/18			18/19		
		ZA1	ZA2	ZA3	ZA4	ZA5	ZA6	ZA7	ZA8	ZA9
Sesquiterpenos	b									
Hidrocarburos	1	2,56	9,71	5,5	6,08	5,52	8,35	15,87	7,41	3,07
Alcoholes	2	---	0,34	0,2	0,14	0,4	0,32	0,3	0,19	0,23
Aldehídos	3	---	0,24	0,12	0,05	0,14	2,36	0,35	0,26	---
Cetonas	5	---	0,46	0,23	0,2	0,35	---	0,83	0,9	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>2,56</b>	<b>10,75</b>	<b>6,05</b>	<b>6,47</b>	<b>6,41</b>	<b>11,03</b>	<b>17,35</b>	<b>8,76</b>	<b>3,3</b>
Otros	o									
Alcoholes	2	---	0,5	0,24	0,4	0,37	0,44	0,49	0,41	0,05
Aldehídos	3	0,94	1,42	1,7	1,06	0,94	0,23	0,52	0,77	0,76
Fenoles	8	0,21	1,13	0,45	0,45	0,73	0,08	1,12	0,97	0,02
Ácidos	9	1,65	7,59	3,96	3,19	10,4	0,57	8,73	14,45	9,93
Parafinas	10	0,39	1,96	0,87	0,65	1,37	0,3	1,66	1,78	1,59
<b>Total de Otros</b>		<b>3,19</b>	<b>12,6</b>	<b>7,22</b>	<b>5,75</b>	<b>12,83</b>	<b>1,62</b>	<b>12,52</b>	<b>18,38</b>	<b>12,4</b>
Fenilpropanoides	f	---	0,33	0,24	0,34	0,26	13,48	0,24	0,4	0,41

Tabla 29. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. x aurantium* (Naranja Amarga). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados										
Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19		
		HA1	HA2	HA3	HA4	HA5	HA6	HA7	HA8	HA9
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,05	0,04	---	0,02	0,02	0,01	0,03	---	0,23
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,39	1,23	3,28	1,20	0,27	0,66	0,01	0,94	3,10
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,13	0,13	---	0,09	0,02	0,03	0,33	---	0,31
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,49	0,33	---	0,17	0,18	---	2,77	---	4,48
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	3,17	1,81	---	0,91	0,67	3,66	0,10	0,76	14,2
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	3,09	2,61	---	1,65	1,25	2,61	0,01	1,03	1,84
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	0,01	---	---	---	---	---	0,14	0,44	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,08	0,09	---	0,11	0,02	0,01	0,05	---	0,15
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,04	0,05	---	0,06	0,07	0,02	1,14	---	0,44
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,12	0,11	---	0,07	0,05	0,05	1,34	0,94	0,61
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,13	0,14	---	0,16	0,08	---	---	1,16	0,13
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	1,86	1,71	12,9	1,48	1,79	1,53	3,57	3,08	14,9
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	1,00	1,00	---	0,50	0,61	1,37	0,12	---	---
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,65	0,34	---	0,30	0,07	0,04	---	---	0,05
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	4,09	3,43	1,2	2,44	1,96	3,59	0,12	0,72	3,17
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,16	0,15	---	0,10	0,06	0,08	0,01	---	1,36
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,01	0,01	---	---	---	---	0,04	---	0,14
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,05	0,05	2,75	0,03	0,04	0,01	0,94	1,73	0,02
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,02	0,02	---	0,02	---	---	0,05	0,56	0,01
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,02	0,02	---	---	---	---	0,02	---	0,01
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,17	1,01	2,80	0,58	0,48	0,90	0,03	1,56	0,74
Linalool <sup>a2</sup>	1096	24,18	21,01	8,39	14,94	17,66	23,78	20,57	9,01	5,94
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,02	0,03	---	---	---	---	---	---	0,07
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	---	---	---	---	---	0,04	0,27	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,01	0,02	---	---	0,01	---	0,02	0,88	---
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,04	0,04	---	---	0,02	---	0,10	---	0,15
Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,18	0,28	---	---	0,14	---	0,02	---	0,01
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	0,06	---	---	---	0,06	0,01	---	0,02
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,02	0,03	---	---	0,13	0,03	0,01	---	3,46
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	---	0,02	---	---	---	---	0,02	---	0,87
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,01	0,01	---	---	0,03	---	0,31	---	0,06
Ácido Octadecanóico <sup>o9</sup>	1171	---	---	---	---	---	---	0,01	---	0,02
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,26	0,32	---	0,08	0,15	---	0,01	---	1,49
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	12,75	12,56	2,3	6,12	9,93	0,11	0,02	3,38	3,02

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19		
		HA1	HA2	HA3	HA4	HA5	HA6	HA7	HA8	HA9
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,02	0,03	---	---	---	5,64	0,07	---	0,07
Decanal <sup>o3</sup>	1201	---	0,02	---	---	---	---	0,02	---	0,29
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,02	0,03	---	---	---	---	0,02	---	0,05
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	---	---	---	---	---	5,33	---	---	---
Acetato de Octanilo <sup>o6</sup>	1213	---	---	---	---	---	0,65	---	---	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,02	0,01	---	0,01	0,02	0,15	0,03	---	0,08
<i>p</i> -Ment-1- <i>en</i> -9- <i>al</i> isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,01	0,02	---	---	0,02	---	3,97	---	0,19
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	3,25	4,18	---	2,52	3,36	0,08	10,72	0,96	3,84
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	---	---	---	---	0,35	0,07	0,02	0,59	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,02	0,05	---	0,05	---	0,28	37,58	---	10,8 7
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	---	---	7,46	9,09	3,26	---	1,60	0,01
Acetato de linalilo <sup>a6</sup>	1257	8,63	10,98	3,73	---	---	25,63	0,05	17,06	2,56
Geranial <sup>a4</sup>	1267	14,82	16,65	---	31,34	26,15	1,02	---	---	9,55
Nerolato de metilo <sup>a7</sup>	1282	---	---	---	---	---	0,50	---	---	---
$\alpha$ -Terpinen-7- <i>al</i> <sup>a3</sup>	1285	---	---	---	---	---	0,09	---	---	---
<i>Iso</i> -Acetato de bornilo <sup>a6</sup>	1285	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)- dien-9- <i>ol</i> <sup>a2</sup>	1287	---	0,02	---	0,03	0,03	---	0,08	1,15	0,04
Limonen-10- <i>ol</i> <sup>a2</sup>	1289	---	0,02	---	0,03	0,05	---	0,02	0,82	0,01
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,35	0,32	---	0,35	0,22	---	0,02	---	0,94
( <i>2E,4E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,01	0,04	5,12	0,06	0,07	0,98	0,02	3,01	0,45
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	---	---	---	---	0,21	0,02	0,54	0,03
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,28	0,71	3,79	0,96	0,87	---	0,04	2,10	0,94
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8- <i>tiol</i> -3- ona <sup>a10</sup>	1360	0,01	0,03	6,95	0,05	0,08	0,23	0,04	3,84	0,02
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	5,08	5,76	0,51	7,57	7,17	4,18	9,80	0,52	0,01
Acetato de geraniol <sup>a6</sup>	1381	8,08	8,92	0,49	12,90	11,57	7,44	0,03	2,13	5,34
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	---	0,01	---	---	0,05	---	0,07	---	0,07
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	---	0,01	---	---	---	0,02	0,01	---	0,04
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,06	0,05	---	0,08	0,07	---	0,03	---	0,05
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	---	0,02	---	---	0,02	---	1,39	---	0,06
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	---	---	---	---	0,02	---	0,03	---	0,02
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	2,13	1,41	1,02	2,30	1,65	2,06	0,03	1,05	1,58
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	---	0,01	---	---	---	---	0,04	---	0,03
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	---	0,24	---	---	---	0,25	0,04	---	0,25
Propanoato de Nerilo <sup>a9</sup>	1454	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,33	0,01	---	0,40	0,27	0,07	0,03	---	0,14
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,02	0,01	---	---	0,05	1,39	---	---	0,01
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	---	0,01	---	---	0,03	---	0,09	1,08	0,04
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,02	0,03	---	0,04	0,15	0,07	0,05	2,08	0,03
Germacreno D <sup>b1</sup>	1481	0,06	0,05	---	0,09	0,08	---	0,03	1,75	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	0,01	---	---	0,03	---	1,12	---	0,02
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	1,11	0,67	8,69	1,35	1,16	---	0,03	5,56	0,70
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,03	0,05	10,5	0,09	0,13	---	0,02	4,70	0,06
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	---	0,01	---	0,03	0,04	0,08	0,56	1,86	0,01
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,04	0,06	---	0,08	0,09	---	0,16	1,43	0,09
2-metil butanoato de Lavandulilo <sup>a12</sup>	1511	---	0,04	---	---	0,09	---	0,04	3,58	0,02
BHT <sup>o8</sup>	1516	0,02	0,02	---	0,07	0,01	---	0,11	---	0,07
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	---	---	---	---	0,12	---	---	---
( <i>Z</i> )-Nerolidol <sup>hb2</sup>	1532	---	---	---	---	---	0,47	---	---	---
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	---	---	---	---	---	0,05	---	---	---
Carifilenol <sup>hb2</sup>	1572	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---

Compuesto	IK	16/17			17/18			18/19		
		HA1	HA2	HA3	HA4	HA5	HA6	HA7	HA8	HA9
Viridiflorol <sup>b2</sup>	1592	---	---	---	---	---	0,16	---	---	---
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,30	0,50	9,33	0,62	0,68	0,08	0,18	5,28	0,14
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,03	0,05	6,44	0,10	0,10	---	0,15	2,89	0,03
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---
$\alpha$ -Muuro1 <sup>b2</sup>	1646	---	---	---	---	---	0,04	---	---	---
2- <i>epi</i> - $\beta$ -Cedren-3-ona <sup>b5</sup>	1645	---	---	---	---	---	0,21	---	---	---
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	0,02	0,04	---	0,07	0,04	0,05	0,27	---	0,08
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1684	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	---	0,01	---	0,03	0,07	0,03	0,04	0,59	0,02
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	---	0,01	---	---	0,03	---	0,07	0,91	0,13
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	---	0,02	---	0,07	0,09	0,02	0,03	1,38	0,06
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	---	0,11	---	0,04	0,02	---	0,43	1,31	0,01
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,03	0,03	7,46	0,06	0,09	---	0,13	1,77	0,01
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,01	0,01	7,83	0,09	0,10	---	0,04	0,73	0,01
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	---	0,01	---	0,05	0,08	0,31	0,06	1,52	0,02

B)Tipos de compuestos identificados										
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17			17/18			18/19		
		HA1	HA2	HA3	HA4	HA5	HA6	HA7	HA8	HA9
Monoterpenos	a									
Hidrocarburos	1	17,66	14,23	20,18	9,84	7,6	14,56	9,65	10,19	45,79
Alcoholes	2	41,12	38,93	12,44	31,57	41,1	38,53	33,23	20,12	15,7
Aldehídos	3	14,87	16,79	---	31,39	26,32	1,42	42,97	---	25
Cetonas	5	0,04	0,05	---	0,02	---	---	0,07	0,56	0,06
Acetatos	6	22,07	26,37	8,52	21,43	19,61	37,26	9,92	21,81	8,85
Esteres	7	---	---	---	---	---	0,71	0,02	0,54	0,03
Propanoatos	9	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---
Tionas	10	0,01	0,03	6,95	0,05	0,08	0,23	0,04	3,84	0,02
Butanoatos	12	---	0,04	---	---	0,09	---	0,04	3,58	0,02
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>95,77</b>	<b>96,44</b>	<b>49,09</b>	<b>94,3</b>	<b>94,8</b>	<b>92,77</b>	<b>95,94</b>	<b>60,64</b>	<b>95,47</b>
Sesquiterpenos	b									
Hidrocarburos	1	3,8	2,62	20,24	4,46	3,74	4,12	2,18	18,43	3,03
Alcoholes	2	0,02	0,06	---	0,14	0,13	0,86	0,3	1,38	0,14
Aldehídos	3	---	0,12	---	0,07	0,09	0,04	0,47	1,9	0,03
Cetonas	5	0,01	0,01	7,83	0,09	0,1	0,21	0,04	0,73	0,01
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>3,83</b>	<b>2,81</b>	<b>28,07</b>	<b>4,76</b>	<b>4,06</b>	<b>5,23</b>	<b>2,99</b>	<b>22,44</b>	<b>3,21</b>
Otros	o									
Alcoholes	2	0,01	0,02	---	---	0,03	---	0,13	1,08	0,18
Aldehídos	3	0,02	0,06	5,12	0,06	0,07	0,98	0,18	3,45	0,74
Acetatos	6	---	---	---	---	---	0,65	---	---	---
Esteres	7	---	0,01	---	---	0,05	---	0,07	---	0,07
Fenoles	8	0,02	0,02	---	0,07	0,01	---	0,11	---	0,07
Ácidos	9	0,03	0,04	7,46	0,11	0,17	0,31	0,2	3,29	0,05
Parafinas	10	0,3	0,51	9,33	0,62	0,71	0,08	0,25	6,19	0,27
<b>Total de Otros</b>		<b>0,38</b>	<b>0,66</b>	<b>21,91</b>	<b>0,86</b>	<b>1,04</b>	<b>2,03</b>	<b>0,94</b>	<b>14,01</b>	<b>1,38</b>

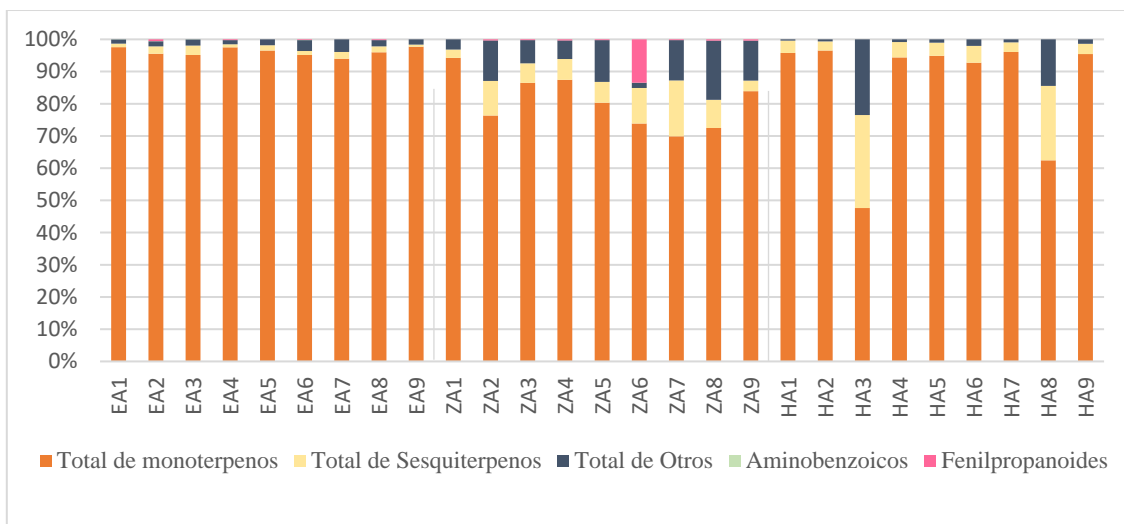


Gráfico 6. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 27, tabla 28 y tabla 29). Sólo se han tenido en cuenta aquellos compuestos que al menos alcancen un 0,90% en al menos una de las muestras, formando los compuestos mayoritarios y siendo estos:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 91,40% y el 96,09% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, octanal, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, (*Z*)-óxido de linalool (furanóide), linalool,  $\alpha$ -terpineol, decanal, BHT, geranial, acetato de nerilo, valenceno y nootkatona.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 89,86% y el 96,11% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, canfeno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, (*Z*)-óxido de linalool (furanóide), *m*-cimeno, terpinoleno, linalool, (*Z*)- $\beta$ -terpineol, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, (*Z*)-carveol, carvona, aldehído perílico, nerolato de etilo,  $\alpha$ -copaeno, metil eugenol, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -humuleno,  $\gamma$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\beta$ -himachaleno,  $\alpha$ -bulneseno, BHT, *n*-hexadecano, butanoato de 2-metilgeranilo,  $\alpha$ -sinensal, ácido tetradecanoico y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 96,14% y el 100% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno,  $\beta$ -felandreno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, (*Z*)-óxido de

linalool (furanoides), fenchona, terpinoleno, linalool, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineol, (*E*)-piperitol, *p*-ment-1-en-9-al, isómero 2 citronelol, neral, geraniol, acetato de linalilo, geranial, *p*-menta-1(7),8(10)-dien-9-ol, carvacrol, (2*E*,4*E*)-decadienal, acetato de citronelilo, (*Z*)-*p*-menta-8-tiol-3-ona, acetato de nerilo, acetato de geranilo, dodecanal, (*E*)-cariofileno,  $\beta$ -santaleno, dodecanol,  $\gamma$ -gurjuneno, germacreno D,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\beta$ -himachaleno,  $\beta$ -bisaboleno,  $\alpha$ -bulneseno, butanoato de 2-metillavandulilo, *n*-hexadecano, 2-metil butanoato de geranilo, heptadecano, (2*E*,6*E*)-farnesol,  $\alpha$ -sinensal, ácido tetradecanoico, nootkatona y ácido hexadecanoico.

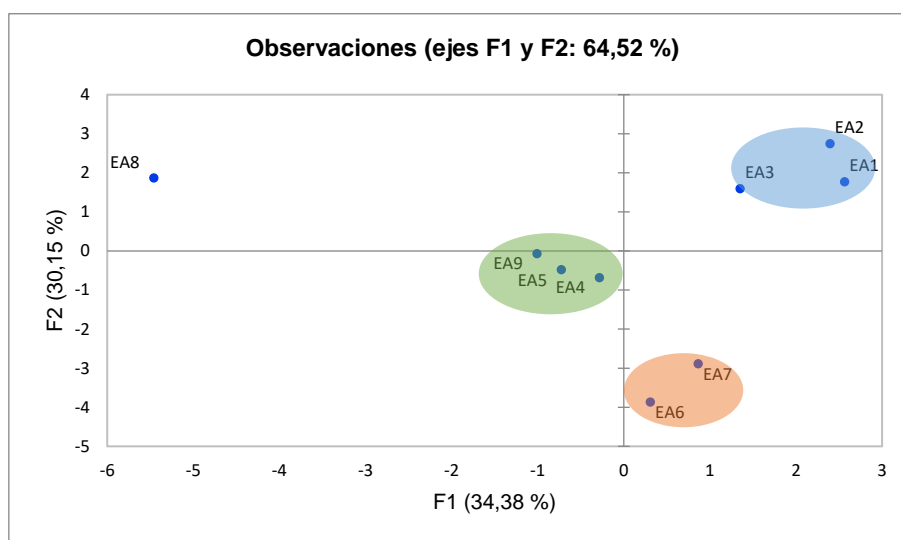


Figura 16. ACP de la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En el ACP de la figura 16 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 64,52% y parecen formarse tres grupos y una muestra independiente. EA8 se distancia del resto por su concentración de valenceno y decanal. El grupo azul reúne las muestras de la primera temporada con mayores niveles de  $\alpha$ -terpineno y  $\beta$ -mirceno. El grupo naranja EA6 y EA7 por sus valores en octanal y BHT, y el último grupo de color verde se encuentra entre los dos anteriores y con muestras con mayor concentración de limoneno.

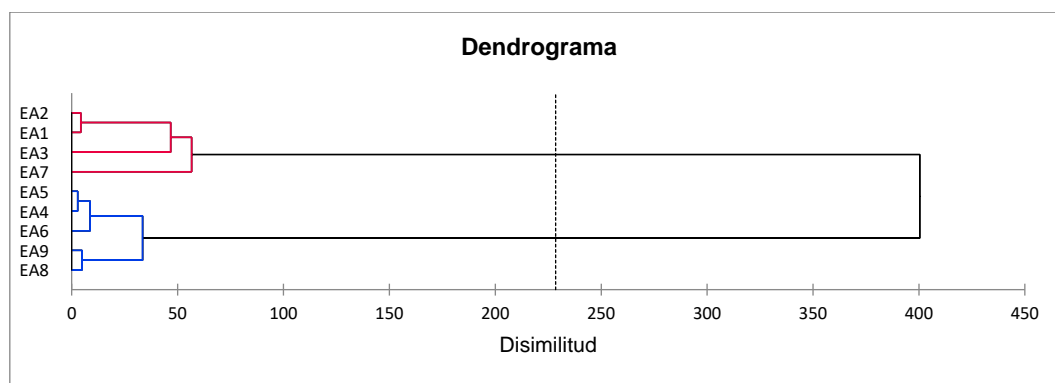


Figura 17. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En el ACJ de la figura 17 se observa que dentro del grupo principal observado en el ACP se encuentran dos subgrupos formados por EA2, EA1, EA3 y EA7 por un lado y por EA5, EA4, EA6, EA9 y EA8. Esto puede explicarse por los valores de limoneno más similares entre las muestras de cada grupo, siendo ligeramente menor en el primero respecto al segundo, y por los valores de linalool que se encuentran, siendo ligeramente mayores en el primer grupo respecto al segundo.

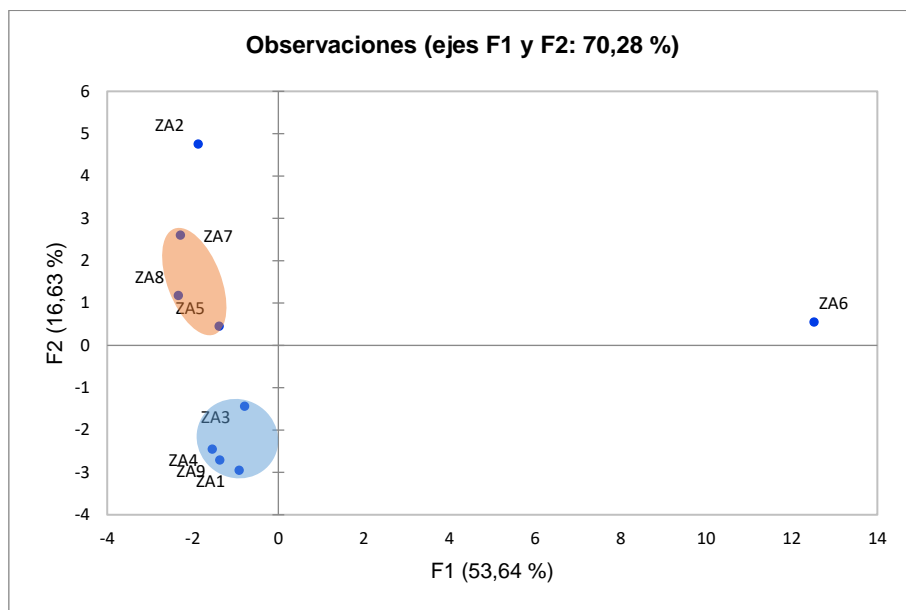


Figura 18. ACP de la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 70,28% y se observan dos grupos y dos muestras distanciadas. El grupo de color azul se caracteriza por mayor concentración de limoneno  $\beta$ -mirceno y  $\alpha$ -terpeneol, el de color naranja por  $\beta$ -selineno y valenceno, distanciándose ZA2 por mayores niveles de  $\alpha$ -pineno y en el caso de ZA6 se diferencia por los niveles de sabineno,  $\delta$ -3-careno o linalool entre otros.

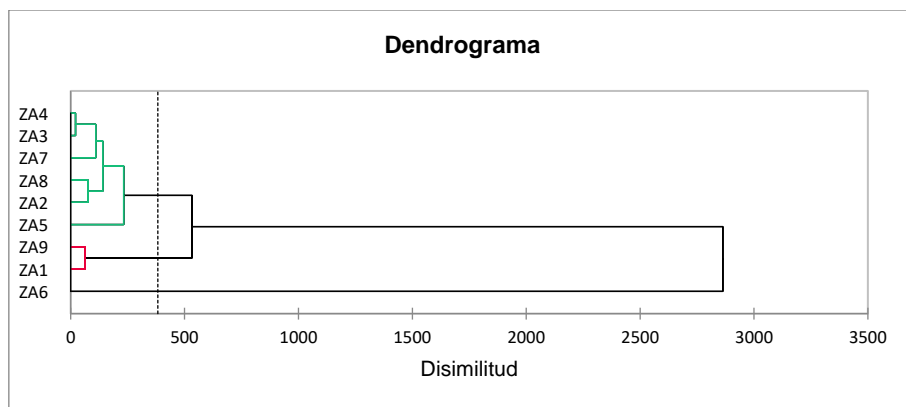


Figura 19. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En el ACJ de la figura 19 se observa que la muestra ZA6 al igual que ocurría en el ACP se diferencia del resto, entre las restantes las primeras en diferenciarse son ZA9 y ZA1 ya que son las muestras con mayores niveles de limoneno.

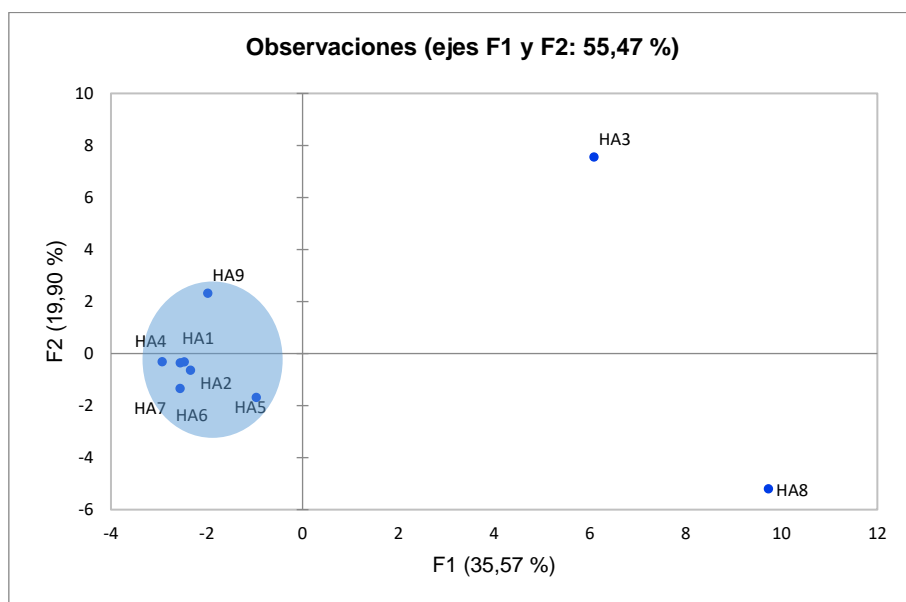


Figura 20. ACP de la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En la figura 20 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 55,47% y se observa la formación de un grupo de color azul que reúne todas las muestras menos HA3 y HA8. Estas muestras se distancian tanto en el caso de HA3 como el de HA8 por los valores de nootkatona, valenceno y otros sesquiterpenos.

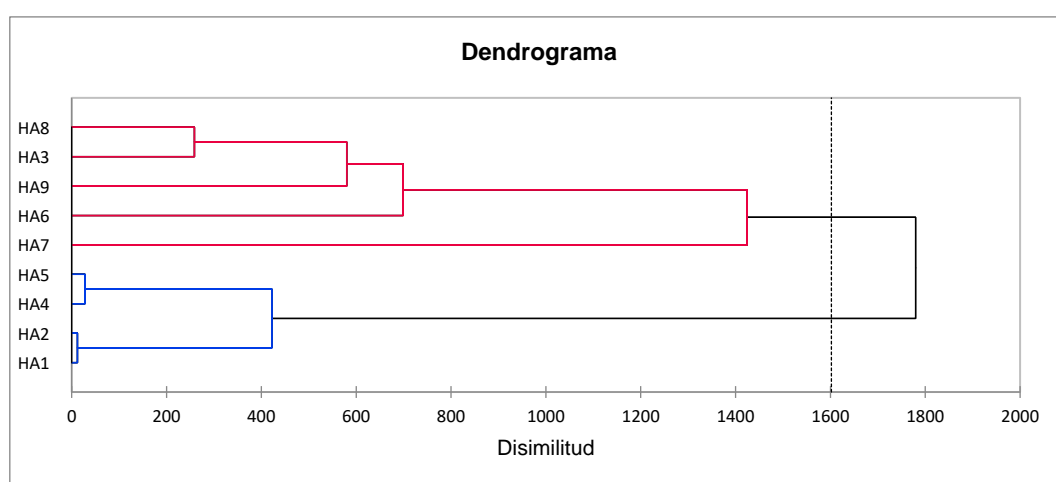


Figura 21. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En el ACJ de la figura 21 se observan como se dividen por una parte las muestras HA5, HA4, HA2 y HA1 del resto por las concentraciones de limoneno,  $\alpha$ -terpineol, neral, geranial.

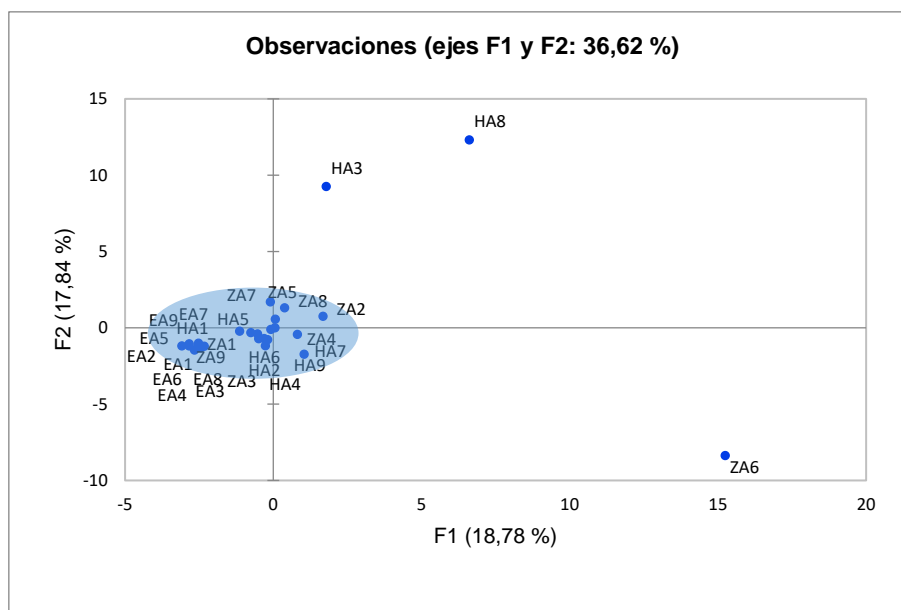


Figura 22. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. x aurantium* (Naranja Amarga).

En el ACP de la figura 22 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 36,62% y se observa que todas las muestras se reúnen en un solo grupo menos HA3, HA8 y ZA6. Las muestras de hoja distanciadas del grupo principal se caracterizan por los valores de nootkatona, valenceno y otros sesquiterpenos. En el caso de ZA6 es la más singular entre ellas por los niveles de sabineno,  $\delta$ -3-careno, citronelal y terpinen-4-ol.

#### 4.2.2. *C. sinensis* (Naranja Dulce)

El rendimiento obtenido de *C. sinensis* se presenta en la tabla 30, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,01% y el máximo en una muestra de exocarpo con un 0,63%.

La producción de aceite esencial en muestras de zumo es homogénea con valores de 0,01% a 0,12%, mientras que en muestras de exocarpo y hojas el rendimiento es variable, entre 0,23% y 0,47% en el caso del exocarpo y entre 0,08% y 0,44% en hojas.

Tabla 30. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. sinensis* (Naranja Dulce).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
17/18	Tarragona 1	0,45	0,02	0,17	D1
	Tarragona 2	0,4	0,12	0,31	D2
	Tarragona 3	0,43	0,12	0,32	D3
	Valencia 1	0,23	0,01	0,33	D4
	Valencia 2	0,47	0,07	0,14	D5
17/18	Tarragona 1	0,37	0,11	0,37	D6
	Tarragona 2	0,27	0,01	0,44	D7
	Tarragona 3	0,42	0,01	0,21	D8
	Valencia 1	0,37	0,12	0,25	D9
	Valencia 2	0,14	0,02	0,3	D10
17/18	Tarragona 1	0,42	0,01	0,08	D11
	Tarragona 2	0,23	0,01	0,32	D12
	Tarragona 3	0,17	0,02	0,17	D13
	Valencia 1	0,50	0,01	0,17	D14
	Valencia 2	0,33	0,01	0,17	D15
19/20	CIU	0,63	0,01	0,20	D16

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 31, tabla 32 y tabla 33. Se han identificado 62, 87 y 90 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de zumo, exocarpo y hoja respectivamente.

El compuesto mayoritario tanto en aceite esencial de exocarpo y de zumo es limoneno encontrándose entre 63,39% y 89,26% en muestras de exocarpo y entre 11,16% y 97,87% en muestras de zumo.

En las muestras de hoja se han encontrado diferentes compuestos siendo sabineno el componente mayoritario hasta en un 42,11%, en cambio en las muestras HD1 (33,31%) y HD7 (29,45%) es  $\beta$ -elemeno, HD6 (13,07%) es  $\beta$ -pineno, HD9 (22,04%) es geranial y en HD13 (9,55%) es terpinen-4-ol.

En cuanto a qué tipo de compuesto se encuentra en mayor proporción, en todas las esencias de exocarpo se encuentra una mayoría de monoterpenos (78,83%-95,55%), mientras que tanto en muestras de zumo y hoja depende de la muestra. En zumo los monoterpenos se encuentran entre un 27,15% en ZD10 y un 97,87% en ED13 y los sesquiterpenos entre un 2,13% en ZD13 y un 51,21% en ZD10, y en esencias de hoja entre 13,01% (HD1) y un 99,99% (HD14) los monoterpenos y los sesquiterpenos en HD14 no se han identificado y en HD1 alcanzan su máximo con un 85,33%.

Tabla 31. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. sinensis* (Naranja Dulce). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados																	
Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		ED1	ED2	ED3	ED4	ED5	ED6	ED7	ED8	ED9	ED10	ED11	ED12	ED13	ED14	ED15	ED16
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	1,46	1,33	0,89	0,95	0,93	1,05	0,51	0,54	1,11	0,91	0,65	0,30	0,61	0,62	0,30	---
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	0,06	0,06	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02	0,03	0,02	---	0,04	---	0,02	0,05	---	1,55
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	0,02	---	---	---	0,02	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,81	1,17	1,56	1,55	1,21	1,29	0,36	0,86	1,69	0,70	0,61	0,16	0,46	0,47	0,41	0,40
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,28	0,16	0,15	0,14	0,18	0,11	0,05	0,10	0,18	0,17	0,13	0,00	0,08	0,11	0,12	0,25
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	3,86	7,57	8,75	7,70	7,77	6,09	1,42	1,38	4,48	3,50	1,60	1,57	1,66	1,74	1,48	5,60
( <i>E</i> )-Óxido de dihidroxi-linalool <sup>a4</sup>	993	---	---	---	---	---	0,08	2,01	5,21	0,16	---	2,76	2,07	2,66	2,09	3,02	4,35
Octanal <sup>o3</sup>	998	0,04	---	0,02	---	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,24	0,35	0,22	0,26	0,23	0,33	0,07	0,13	0,22	0,26	0,15	0,08	0,44	0,19	0,21	0,08
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,07	---	---	---	0,34	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,63	0,75	0,79	1,07	0,69	1,63	0,21	0,21	0,05	0,04	0,22	0,17	0,05	0,27	0,09	---
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	0,65	0,51	0,54	---	0,35	0,18	0,27	0,61	0,65	0,29	0,07	0,25	0,29	0,27	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	72,54	66,07	64,50	65,85	67,20	63,39	89,13	82,37	73,97	77,27	84,55	89,26	83,37	85,55	84,11	67,43
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,13	0,27	0,12	0,14	0,17	0,11	0,08	0,05	0,10	0,10	0,10	0,04	0,08	0,08	0,03	0,22
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,76	0,71	0,67	1,04	0,87	0,46	0,22	0,33	0,75	0,88	0,36	0,14	0,30	0,26	0,32	0,20
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,08	0,69	0,75	---	0,35	0,40	0,06	0,57	0,08	0,07	0,16	0,08	0,13	0,17	0,48	0,36
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	---	0,04	---	0,03	0,03	0,03	---	---	0,04	0,04	---	---	---	---	---	---
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,02	0,03	---	0,03	0,03	0,04	---	---	0,03	---	---	---	---	---	---	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,25	0,42	0,39	0,47	0,33	0,55	0,09	0,11	0,23	0,29	0,14	0,06	0,13	0,13	0,12	0,12
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,89	5,22	4,88	4,78	5,81	3,50	1,53	1,76	0,61	0,29	1,61	1,71	2,10	1,97	1,95	11,26
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	---	---	---	---	0,02	0,22	0,34	---	---	0,28	0,19	0,23	0,25	0,32	---
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,05	0,08	0,05	0,05	0,07	0,07	---	---	0,04	0,08	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,03	0,04	0,05	0,10	0,05	0,13	---	---	0,07	0,15	---	---	---	---	---	---
<i>Iso</i> -tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,10	0,12	0,11	0,11	0,13	0,10	---	---	0,11	---	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,03	0,05	0,05	0,09	0,05	0,10	---	---	0,03	---	---	---	---	---	---	---
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,10	0,11	0,11	0,14	0,12	0,08	---	---	0,06	0,06	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,14	0,20	0,08	0,11	0,15	0,11	---	---	0,11	0,17	---	---	---	---	---	0,15
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,20	0,13	0,45	0,30	0,10	1,07	0,07	0,12	0,20	0,12	0,12	0,06	0,15	0,15	0,10	0,10
( <i>E</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	---	0,02	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a2</sup>	1164	0,04	0,14	0,11	0,14	0,09	0,16	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	0,05	---	0,05	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		ED1	ED2	ED3	ED4	ED5	ED6	ED7	ED8	ED9	ED10	ED11	ED12	ED13	ED14	ED15	ED16
Ácido Octadecanóico <sup>o9</sup>	1171	2,36	2,22	2,11	2,32	3,15	1,74	0,92	1,35	2,46	2,13	1,57	0,89	1,27	0,95	1,82	0,82
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,25	0,02	0,03	---	0,09	---	---	---	0,11	0,07	---	---	---	---	---	---
<i>p</i> -Metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,04	0,07	0,04	0,07	0,05	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,00	2,50	1,94	2,14	2,28	1,84	0,80	0,88	0,83	0,92	0,98	0,97	1,21	0,85	0,81	1,96
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,12	0,09	0,09	---	0,10	0,18	---	---	0,13	0,05	---	---	---	---	---	---
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,52	1,80	2,16	1,87	1,51	1,59	0,60	1,38	0,37	0,27	0,92	0,65	0,67	0,83	0,80	1,20
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,08	0,11	0,10	0,11	0,11	0,12	---	---	0,08	0,05	---	---	---	---	---	0,02
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,06	0,11	0,10	0,12	0,13	0,13	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,15	0,24	0,21	0,43	0,16	0,38	0,04	0,18	0,19	0,13	0,21	0,02	0,80	0,21	0,31	0,02
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,48	0,38	0,63	0,69	0,25	1,61	0,09	0,18	0,58	0,36	0,18	0,09	0,20	0,16	0,15	0,10
Nerol <sup>a2</sup>	1229	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,15
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,33	1,67	2,06	1,81	1,23	1,99	0,51	0,55	0,20	0,16	0,69	0,55	0,98	0,66	0,88	0,90
Carvona <sup>a5</sup>	1243	---	---	---	---	---	---	0,04	0,15	0,07	---	0,14	0,03	0,16	0,12	0,18	0,05
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,07	0,25	0,26	0,20	0,17	0,53	---	---	0,07	---	---	---	---	---	---	0,25
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,30	2,27	2,75	2,32	1,59	2,49	0,63	0,66	0,28	---	0,85	0,55	1,24	0,86	1,20	1,30
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,21	---	---	---	---	---	---	0,05	---	0,15	0,06	---	0,10	0,02	---	0,10
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	---	0,03	---	---	---	0,11	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,04	0,12	0,23	0,25	0,25	0,28	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---	0,04
<i>p</i> -cimen-7-ol <sup>a2</sup>	1290	---	0,03	0,04	---	---	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,09	0,11	0,11	0,11	0,07	0,10	---	---	0,07	0,05	---	---	0,01	---	---	---
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	---	0,11	0,06	0,08	0,06	0,06	---	---	0,05	0,05	---	---	---	---	---	---
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,12	0,03	---	---	---	0,08	---	---	0,09	0,07	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,30
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,19	0,05	0,04	0,07	0,03	0,14	---	---	0,14	0,07	---	---	0,03	---	---	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,08	0,04	0,02	0,04	0,04	0,07	---	---	0,06	---	---	---	---	---	---	---
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,09	0,02	0,03	---	0,05	0,09	---	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	---	0,04	0,03	0,04	0,04	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,19	0,14	---	---	0,08	0,21	---	---	0,15	0,15	---	---	---	---	---	0,05
<i>n</i> -Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	---	0,02	---	0,03	---	0,03	---	---	0,08	0,06	---	---	0,01	0,06	---	0,05
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	---	0,01	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,26	0,22	0,05	0,12	0,08	0,07	0,15	0,16	0,10	0,16	0,03	---	0,01	0,09	---	0,04
$\beta$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1432	---	0,03	---	0,02	0,03	0,02	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,11	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	---	---	---	---	---	0,05	---	---	0,09	0,12	0,43	---	0,35	0,57	---	---

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		ED1	ED2	ED3	ED4	ED5	ED6	ED7	ED8	ED9	ED10	ED11	ED12	ED13	ED14	ED15	ED16
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,04	0,03	---	0,02	---	0,03	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,03	0,03	---	---	---	---	---	---	0,03	---	---	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,17	0,02	0,05	0,03	0,03	0,08	---	---	0,16	0,19	---	---	---	---	---	0,05
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,23	0,04	0,04	0,06	0,04	0,11	---	---	0,18	0,21	0,02	0,27	0,01	0,06	0,35	---
Isobutanoato de nerilo <sup>a11</sup>	1491	0,14	---	---	---	---	0,06	---	---	0,11	0,13	---	---	---	---	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	6,07	0,16	0,79	0,87	0,75	2,83	---	---	4,91	5,83	---	---	---	---	---	0,05
Biclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,20	0,02	0,03	0,04	---	0,08	---	---	0,28	0,31	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,18	0,03	0,03	0,03	0,04	0,09	---	---	0,15	0,16	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,05	0,04	0,04	0,02	0,03	0,03	---	---	0,03	---	---	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
(Z)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	0,15	0,03	---	0,05	0,05	0,07	---	---	0,18	0,17	---	---	---	---	---	---
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,05	0,01	---	---	---	0,02	---	---	0,07	0,07	---	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,13	0,10	0,05	0,04	0,06	0,04	---	---	0,06	0,13	---	---	---	---	---	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,48	0,07	0,06	0,04	0,08	0,18	---	---	0,36	0,39	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,03	0,08	0,10	0,05	0,03	0,08	---	---	0,03	---	0,02	---	0,01	0,03	---	0,08
(2E,6Z)-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	1,13	0,04	0,38	0,14	0,17	0,66	---	---	1,10	0,56	---	---	---	---	---	---
(E)-Acetato de Nerolidol <sup>b6</sup>	1716	---	---	---	---	---	---	---	0,08	---	---	0,13	0,03	0,23	0,14	0,17	---
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,16	0,08	0,06	0,04	0,07	0,07	---	---	0,06	0,07	---	---	---	---	---	0,08
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	0,01	---	---	---	0,02	---	---	0,06	0,08	---	---	---	---	---	0,15
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,80	---	0,03	0,04	0,12	0,24	---	---	0,99	0,87	---	---	---	---	---	0,05

B)Tipos de compuestos identificados																	
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17					17/18					18/19					19/20
		ED1	ED2	ED3	ED4	ED5	ED6	ED7	ED8	ED9	ED10	ED11	ED12	ED13	ED14	ED15	ED16
Monoterpenos	a	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Hidrocarburos	1	73,75	67,58	65,73	67,58	68,67	64,62	89,52	82,86	75,12	78,62	85,15	89,5	83,88	86,02	84,58	67,97
Alcoholes	2	3,53	9,76	8,93	9,37	9,8	9,28	2,46	3	3,06	2,29	2,98	2,79	4,32	3,19	3,22	13,95
Aldehídos	3	0,97	4,29	5,46	4,66	3,16	5,8	1,21	1,33	0,81	0,33	1,66	1,16	2,37	1,67	2,18	2,32
Óxidos	4	---	---	---	---	---	0,08	2,01	5,21	0,16	---	2,76	2,07	2,66	2,09	3,02	4,35
Cetonas	5	---	---	---	---	---	---	0,04	0,15	0,07	---	0,14	0,03	0,16	0,12	0,18	0,05
Acetatos	6	0,39	0,12	0,06	0,11	0,07	0,29	---	---	0,29	0,14	---	---	0,03	---	---	---
Tionas	10	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,3
Isobutanoatos	11	0,14	---	---	---	---	0,06	---	---	0,11	0,13	---	---	---	---	---	---

Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17					17/18					18/19					19/20
		ED1	ED2	ED3	ED4	ED5	ED6	ED7	ED8	ED9	ED10	ED11	ED12	ED13	ED14	ED15	ED16
Butanoatos	12	0,05	0,01	---	---	---	0,02	---	---	0,07	0,07	---	---	---	---	---	
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>78,83</b>	<b>81,76</b>	<b>80,18</b>	<b>81,72</b>	<b>81,7</b>	<b>80,15</b>	<b>95,24</b>	<b>92,55</b>	<b>79,69</b>	<b>81,58</b>	<b>92,69</b>	<b>95,55</b>	<b>93,42</b>	<b>93,09</b>	<b>93,18</b>	<b>88,94</b>
Sesquiterpenos	b																
Hidrocarburos	1	6,97	0,37	0,98	1,07	0,89	3,25	---	---	5,74	6,7	0,02	0,27	0,01	0,06	0,35	0,19
Alcoholes	2	0,76	0,2	0,11	0,13	0,19	0,29	---	---	0,6	0,69	---	---	---	---	---	---
Aldehídos	3	1,32	0,2	0,54	0,23	0,27	0,81	---	---	1,19	0,63	0,02	---	0,01	0,03	---	0,16
Cetonas	5	0,8	---	0,03	0,04	0,12	0,24	---	0,08	0,99	0,87	0,13	0,03	0,23	0,14	0,17	0,05
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>9,85</b>	<b>0,77</b>	<b>1,66</b>	<b>1,47</b>	<b>1,47</b>	<b>4,59</b>	<b>---</b>	<b>0,08</b>	<b>8,52</b>	<b>8,89</b>	<b>0,17</b>	<b>0,3</b>	<b>0,25</b>	<b>0,23</b>	<b>0,52</b>	<b>0,4</b>
Otros	o																
Alcoholes	2	0,08	0,69	0,75	---	0,35	0,4	0,06	0,57	0,08	0,07	0,16	0,08	0,13	0,17	0,48	0,36
Aldehídos	3	0,52	1,92	2,22	1,95	1,57	1,65	0,6	1,38	0,42	0,32	0,92	0,65	0,67	0,83	0,8	1,2
Esteres	7	0,09	0,02	0,03	---	0,05	0,09	---	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---
Ácidos	9	2,36	2,23	2,11	2,32	3,15	1,76	0,92	1,35	2,52	2,21	1,57	0,89	1,27	0,95	1,82	0,97
<b>Total de Otros</b>		<b>3,05</b>	<b>4,86</b>	<b>5,11</b>	<b>4,27</b>	<b>5,12</b>	<b>3,9</b>	<b>1,58</b>	<b>3,3</b>	<b>3,02</b>	<b>2,65</b>	<b>2,65</b>	<b>1,62</b>	<b>2,07</b>	<b>1,95</b>	<b>3,1</b>	<b>2,53</b>
Aminobenzoicos	c	---	0,02	---	0,03	---	0,03	---	---	0,08	0,06	---	---	0,01	0,06	---	0,05
Fenilpropanoides	f	0,25	0,07	0,04	0,07	0,05	---	---	0,05	---	0,15	0,06	---	0,1	0,02	---	0,1

Tabla 32. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. sinensis* (Naranja Dulce). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados																	
Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		ZD1	ZD2	ZD3	ZD4	ZD5	ZD6	ZD7	ZD8	ZD9	ZD10	ZD11	ZD12	ZD13	ZD14	ZD15	ZD16
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	---	---	---	---	---	---	---	0,17	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,00	0,42	0,30	0,24	0,86	0,45	8,26	4,85	0,43	0,84	3,94	5,04	---	0,46	3,98	5,97
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	---	---	0,13	---	---	0,69	0,42	---	---	---	---	---	---	---	0,17
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,32	0,17	0,13	---	0,30	0,12	---	0,24	---	---	---	---	---	---	---	0,22
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,19	0,15	---	32,22	0,13	0,06	1,90	0,87	0,12	---	0,82	0,79	---	---	---	0,89
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,67	1,20	1,42	0,90	2,73	1,41	1,07	0,87	0,41	---	2,30	---	---	1,92	---	0,79
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,23	0,14	---	0,10	0,16	0,15	1,04	0,48	0,19	---	0,37	---	---	---	---	0,17
$\delta$ -2-Careno <sup>a1</sup>	1002	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	---	0,22	0,19	0,17	0,20	0,32	---	0,22	0,12	---	---	---	---	0,34	---	---
$\alpha$ -Terpinoeno <sup>a1</sup>	1017	0,46	0,23	0,27	0,16	0,44	0,09	0,78	0,27	0,34	0,32	---	---	---	---	---	---
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	0,32	---	0,12	---	0,18	2,35	0,83	0,48	0,55	1,14	---	---	---	---	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	79,67	62,55	71,50	42,61	75,25	53,53	11,16	27,23	25,60	19,88	52,81	83,09	97,87	81,70	75,68	43,33

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		ZD1	ZD2	ZD3	ZD4	ZD5	ZD6	ZD7	ZD8	ZD9	ZD10	ZD11	ZD12	ZD13	ZD14	ZD15	ZD16
(Z)- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	---	---	---	0,11	0,11	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,15
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,50	0,40	0,24	0,11	0,35	0,13	---	0,24	0,10	---	0,78	---	---	---	---	0,10
Octanol <sup>o2</sup>	1067	---	---	---	---	---	---	1,55	0,49	---	---	0,40	---	---	---	---	0,06
(Z)-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	---	0,19	0,30	0,21	0,23	0,10	0,41	---	0,64	0,71	---	---	---	---	---	---
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	0,18	0,15	0,09	0,15	0,17	---	0,19	0,18	---	0,31	---	---	---	---	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,18	0,62	0,24	0,16	0,27	0,23	1,52	0,52	0,56	0,56	0,31	---	---	0,35	---	0,14
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,17	0,28	0,39	0,19	0,56	0,16	1,42	0,45	0,51	0,54	0,89	---	---	0,40	---	0,23
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	---	0,24	---	0,09	---	0,06	0,82	0,21	0,35	0,37	0,17	---	---	---	---	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,09	0,11	0,39	0,12	0,12	0,09	---	---	0,13	---	0,46	---	---	---	---	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,15	---	---	---	---	0,09
<i>p</i> -menta-1,5-dien-8-ol <sup>a2</sup>	1170	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,28	---	---	---	---	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,02	0,13	0,34	0,18	0,34	0,10	---	---	---	---	0,82	0,73	---	0,34	---	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,55	0,69	1,97	0,66	0,64	0,51	---	0,30	0,26	---	2,31	---	---	1,08	---	0,71
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	---	---	---	---	0,07	---	---	0,40	0,48	0,18	---	---	---	---	0,11
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,12	0,44	0,51	0,32	0,67	0,28	---	0,23	---	---	0,75	---	---	0,43	---	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	---	0,24	---	0,07	0,07	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,01	0,10	0,25	0,12	0,08	0,23	---	---	---	---	0,47	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	0,14	---	0,21	---	---	0,15	0,54	---	0,24	---	0,36	---	---	---	---	---
Carvona <sup>a5</sup>	1242	---	---	---	---	0,14	0,08	0,79	---	0,29	0,24	0,40	---	---	---	---	---
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	---	---	---	---	0,20	---	0,60	---	0,36	---	0,08	---	---	---	---	---
Undecanal <sup>o3</sup>	1306	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,39	---	---	---	---	---
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	---	---	---	10,95	9,55	9,78	2,89	0,71	14,39	---	0,52	---	---	---	---	0,14
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	---	0,33	---	0,06	0,23	0,19	3,91	1,00	1,76	1,55	0,74	---	---	---	---	---
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	---	---	---	---	---	0,05	3,50	0,83	---	---	0,59	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	---	---	---	---	0,39	---	---	---	0,10	---	---	---	---	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	---	0,49	---	---	0,11	---	---	---	0,18	---	0,08	---	---	---	---	---
Metil Eugenol <sup>f</sup>	1403	---	---	---	---	---	0,30	---	---	---	---	0,20	---	---	---	---	---
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,31	0,76	0,18	0,06	0,11	0,28	0,88	0,69	0,74	0,60	0,61	---	---	---	---	---
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	---	---	---	---	---	0,42	0,88	0,58	0,54	0,33	0,30	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	---	---	---	---	---	---	---	---	0,53	---	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )-Muurolo-3,5-dieno <sup>b1</sup>	1450	---	---	---	---	---	0,09	---	---	0,48	---	---	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,26	0,26	0,21	0,22	0,18	0,53	2,26	1,55	1,69	1,65	0,83	---	---	---	---	---

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		ZD1	ZD2	ZD3	ZD4	ZD5	ZD6	ZD7	ZD8	ZD9	ZD10	ZD11	ZD12	ZD13	ZD14	ZD15	ZD16
<i>β</i> -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,28	0,14	0,18	0,33	0,22	0,79	1,87	1,59	2,27	2,61	0,72	---	---	0,40	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	8,91	0,59	4,85	3,25	1,72	21,74	3,16	22,36	18,73	36,12	7,46	10,35	2,13	7,19	20,34	2,93
<i>α</i> -Selineno <sup>b1</sup>	1498	0,18	---	0,16	---	0,15	0,46	2,04	0,95	1,11	1,45	0,48	---	---	---	---	---
<i>β</i> -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,26	0,52	0,28	0,28	0,32	0,55	4,58	1,72	2,78	2,48	0,89	---	---	---	---	---
<i>α</i> -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	---	0,33	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
<i>γ</i> -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,55	---	0,14	0,24	0,06	1,39	1,25	1,24	1,00	1,99	0,43	---	---	0,27	---	0,23
BHT <sup>o8</sup>	1515	---	0,44	---	---	0,16	0,16	5,29	2,25	0,92	1,08	1,16	---	---	---	---	0,34
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,23	0,62	0,25	0,30	0,30	0,16	6,08	1,64	2,52	2,01	1,17	---	---	---	---	1,24
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	---	0,48	---	0,16	0,17	0,18	3,60	1,21	1,34	1,11	0,72	---	---	---	---	---
10- <i>epi-γ</i> -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	0,32	0,22	0,10	0,14	0,08	---	0,36	0,53	0,48	0,54	---	---	---	---	---
<i>γ</i> -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,31	---	0,35	0,23	---	0,25	---	0,87	0,48	0,50	0,35	---	---	---	---	---
5-neocedranol <sup>b2</sup>	1685	---	---	---	---	---	---	0,56	0,64	---	---	0,35	---	---	---	---	---
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1684	0,47	0,67	0,49	0,26	0,32	0,31	0,81	0,31	1,59	1,18	0,47	---	---	---	---	---
<i>α</i> -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	---	0,32	---	---	0,36	0,16	0,92	0,40	0,80	---	0,34	---	---	---	---	0,12
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,24	1,31	0,90	0,55	0,52	0,37	10,85	7,07	4,94	4,55	4,27	---	---	0,64	---	2,36
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,92	---	1,37	0,98	0,28	2,01	1,34	3,26	2,95	1,82	1,31	---	---	1,43	---	0,16
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	0,73	23,38	11,62	2,94	1,10	1,05	8,04	9,89	5,86	14,01	4,50	---	---	3,07	---	39,36

B)Tipos de compuestos identificados																	
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17					17/18					18/19					19/20
		ZD1	ZD2	ZD3	ZD4	ZD5	ZD6	ZD7	ZD8	ZD9	ZD10	ZD11	ZD12	ZD13	ZD14	ZD15	ZD16
Monoterpenos	a																
Hidrocarburos	1	84,22	66,42	74,29	77,03	80,8	56,73	28,77	37,04	28,52	22,15	62,47	88,92	97,87	84,77	79,66	51,93
Alcoholes	2	1,98	1,98	3,85	1,64	2,04	1,47	3,19	0,96	2,53	2,1	5,94	0,73	---	1,82	---	1,05
Aldehídos	3	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,15	---	---	---	---	0,09
Cetonas	5	---	0,18	0,15	0,09	0,29	0,25	0,79	0,19	0,47	0,24	0,71	---	---	---	---	---
Acetatos	6	---	0,33	---	0,06	0,23	0,19	3,91	1	1,76	1,55	0,74	---	---	---	---	---
Esteres	7	---	0,49	---	---	0,11	0,05	3,5	0,83	0,18	---	0,67	---	---	---	---	---
Butanoatos	12	---	0,48	---	0,16	0,17	0,18	3,6	1,21	1,34	1,11	0,72	---	---	---	---	---
Total de Monoterpenos		86,2	69,88	78,29	78,98	83,64	58,87	43,76	41,23	34,8	27,15	71,4	89,65	97,87	86,59	79,66	53,07
Sesquiterpenos	b																
Hidrocarburos	1	10,75	2,92	6,22	15,43	12,45	36,11	20,2	31,75	44,79	47,71	12,88	10,35	2,13	7,86	20,34	3,3
Alcoholes	2	0,31	---	0,35	0,23	---	0,25	0,56	1,51	0,48	0,5	0,7	---	---	---	---	---

Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17					17/18					18/19					19/20
		ZD1	ZD2	ZD3	ZD4	ZD5	ZD6	ZD7	ZD8	ZD9	ZD10	ZD11	ZD12	ZD13	ZD14	ZD15	ZD16
Aldehídos	3	0,47	0,99	0,49	0,26	0,68	0,47	1,73	0,71	2,39	1,18	0,81	---	---	---	---	0,12
Cetonas	5	0,92	---	1,37	0,98	0,28	2,01	1,34	3,26	2,95	1,82	1,31	---	---	1,43	---	0,16
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>12,45</b>	<b>3,91</b>	<b>8,43</b>	<b>16,9</b>	<b>13,41</b>	<b>38,84</b>	<b>23,83</b>	<b>37,23</b>	<b>50,61</b>	<b>51,21</b>	<b>15,7</b>	<b>10,35</b>	<b>2,13</b>	<b>9,29</b>	<b>20,34</b>	<b>3,58</b>
Otros	0	---	---	---	---	---	---	1,55	0,49	---	---	0,4	---	---	---	---	0,06
Alcoholes	2	---	---	---	---	---	---	---	0,23	---	---	1,14	---	---	0,43	---	---
Aldehídos	3	0,12	0,44	0,51	0,32	0,67	0,28	---	0,23	---	---	1,14	---	---	0,43	---	---
Fenoles	8	---	0,44	---	---	0,16	0,16	5,29	2,25	0,92	1,08	1,16	---	---	---	---	0,34
Ácidos	9	0,97	24,69	12,52	3,49	1,62	1,42	18,89	16,96	10,8	18,56	8,77	---	---	3,71	---	41,72
Parafinas	10	0,23	0,62	0,25	0,3	0,3	0,16	6,08	1,64	2,52	2,01	1,17	---	---	---	---	1,24
<b>Total de Otros</b>		<b>1,32</b>	<b>26,19</b>	<b>13,28</b>	<b>4,11</b>	<b>2,75</b>	<b>2,02</b>	<b>31,81</b>	<b>20,57</b>	<b>13,24</b>	<b>21,65</b>	<b>12,64</b>	<b>---</b>	<b>---</b>	<b>4,14</b>	<b>---</b>	<b>43,36</b>
Fenilpropanoides	f	---	---	---	---	0,2	0,3	0,6	---	0,36	---	0,28	---	---	---	---	---

Tabla 33. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. sinensis* (Naranja Dulce). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados																	
Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		HD1	HD2	HD3	HD4	HD5	HD6	HD7	HD8	HD9	HD10	HD11	HD12	HD13	HD14	HD15	HD16
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	---	0,22	0,11	---	---	---	0,45	0,02	0,26	0,22	0,55	0,33	---	0,38	0,66
$\alpha$ -Pinenol <sup>a1</sup>	939	2,52	2,75	1,84	0,55	1,60	2,32	1,85	2,50	0,45	1,04	0,89	1,66	0,91	---	1,72	2,12
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	---	---	---	---	---	---	0,08	0,04	0,07	0,06	0,07	0,05	---	---	0,09
Sabineno <sup>a1</sup>	975	---	42,11	38,99	15,58	29,82	---	---	36,50	0,48	20,08	17,86	12,18	8,69	28,14	34,52	23,89
$\beta$ -Pinenol <sup>a1</sup>	979	---	1,82	1,79	0,81	1,33	13,07	---	2,27	3,06	1,24	1,21	1,75	1,18	---	1,85	2,31
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	---	3,53	4,25	2,64	3,30	3,44	---	3,69	2,74	3,18	2,65	3,60	2,96	5,27	3,37	4,30
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	---	---	0,38	0,39	---	0,57	---	0,24	0,03	0,51	0,39	0,78	0,74	---	0,52	0,73
<i>p</i> -Menta-1(7),8-dieno <sup>a1</sup>	1004	---	2,29	9,74	8,66	5,13	9,90	---	3,67	0,03	6,33	3,75	6,69	5,80	10,34	5,22	7,45
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	---	1,39	1,70	0,71	1,68	---	---	3,40	0,13	1,82	2,06	3,02	3,05	4,59	1,58	3,62
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	---	0,13	0,22	---	---	---	0,14	---	---	---	---	---	---	---	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	7,70	3,24	3,10	3,15	3,50	5,36	2,31	2,71	1,24	4,78	3,65	5,43	3,96	9,28	3,63	5,83
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	---	0,97	1,02	0,75	0,88	---	---	1,07	1,42	0,40	0,33	0,47	0,53	---	0,26	0,41
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	---	6,24	10,09	9,41	9,75	8,44	---	7,22	3,50	9,01	7,80	6,84	6,38	8,42	8,42	9,18
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	---	3,13	3,19	1,30	4,15	3,09	1,00	5,57	0,12	2,64	3,72	4,13	4,65	4,38	2,36	5,11

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		HD1	HD2	HD3	HD4	HD5	HD6	HD7	HD8	HD9	HD10	HD11	HD12	HD13	HD14	HD15	HD16
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02	0,41	0,48	0,74	0,61	---	0,20	0,21
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanóide) <sup>a2,4</sup>	1072	---	---	---	---	---	---	---	---	0,07	---	0,05	---	0,02	---	---	0,07
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	---	---	0,01	0,01	---	---	0,03
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	---	---	---	---	---	---	---	---	0,03	---	---	0,04	0,03	---	---	0,03
<i>p</i> -Menta-2,4(8)-dieno <sup>a1</sup>	1088	---	---	0,16	0,66	---	---	---	---	0,11	---	---	---	---	---	---	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	---	0,82	2,25	2,32	1,60	---	0,99	1,77	0,94	2,24	2,13	3,03	3,43	4,61	1,79	2,72
Linalool <sup>a2</sup>	1096	---	1,07	2,31	7,17	2,36	9,90	1,65	3,34	19,29	3,96	6,18	6,29	7,53	9,23	5,13	3,13
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	---	---	---	---	---	0,40	---	---	0,02	---	---	0,05	0,05	---	---	---
Dehidro Sabina Acetona <sup>a5</sup>	1120	---	---	---	0,13	---	---	---	0,27	---	---	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	---	---	---	---	---	0,42	---	---	---	---	---	0,03	0,02	---	---	0,05
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	---	---	---	0,07	---	---	---	0,17	0,05	0,34	0,48	0,76	0,77	---	0,20	0,32
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2- <i>en</i> -1-ol <sup>a2</sup>	1140	---	---	---	---	---	---	---	---	0,15	0,05	0,04	0,09	0,08	---	---	0,05
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	---	---	---	---	0,37	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Alcanfor <sup>a5</sup>	1146	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04	0,21	0,32	0,52	0,61	---	0,14	0,23
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	1,70	3,47	5,72	3,67	5,38	---	2,22	0,11	8,81	4,13	6,04	3,94	6,15	4,83	5,97
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	---	---	---	---	---	0,55	---	---	---	0,07	0,07	0,21	0,28	---	3,39	0,05
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	---	---	---	---	0,08	---	---	0,01	---	---	0,03	0,02	---	---	---
Ácido Octadecanóico <sup>o9</sup>	1171	---	---	---	---	---	0,08	---	---	---	---	---	0,05	0,05	---	---	---
Terpinen-4-ol <sup>a1</sup>	1177	---	3,21	3,05	3,69	7,45	4,37	---	9,51	---	4,54	7,81	8,09	9,55	9,58	---	5,31
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	---	---	---	---	---	---	---	---	0,31	---	---	---	0,07	---	---	0,05
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	---	---	---	---	---	1,66	---	---	---	0,41	0,66	1,18	1,86	---	0,26	0,49
( <i>Z</i> )-Dihidrocarvona <sup>a1</sup>	1192	---	---	---	---	---	---	---	---	11,65	0,08	0,14	0,18	0,23	---	---	0,10
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	---	---	---	---	0,14	---	---	0,02	0,08	0,15	0,14	0,17	---	0,14	0,11
Decanal <sup>o3</sup>	1201	---	---	---	---	---	0,13	---	---	0,02	0,11	0,20	0,27	0,38	---	0,11	0,14
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a1</sup>	1216	---	---	---	---	---	0,25	---	---	0,05	---	0,04	0,05	0,07	---	---	0,04
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	1,23	---	0,34	2,48	0,51	3,25	---	0,43	3,53	0,87	0,58	1,04	0,74	---	0,68	0,64
Nerol <sup>a2</sup>	1229	---	---	---	---	---	6,58	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	---	---	1,21	10,86	---	---	---	0,57	0,21	1,45	1,80	3,03	6,01	---	0,63	0,54
Carvona <sup>a5</sup>	1243	---	---	---	0,93	---	---	---	0,08	---	---	---	0,05	0,14	---	---	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	---	1,69	13,63	0,26	1,15	---	0,71	9,54	0,50	0,18	0,50	0,41	---	0,15	0,35
Acetato de hidrato de Sabineno <sup>a6</sup>	1256	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,03	---	---	---	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	---	---	---	---	---	8,76	1,14	0,00	22,04	2,28	2,72	3,77	7,56	---	0,83	0,71
$\alpha$ -Terpinen-7-ol <sup>a3</sup>	1285	---	---	---	---	---	0,04	0,63	---	---	---	---	0,04	0,05	---	---	0,05
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04	0,05	---	---	---

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		HD1	HD2	HD3	HD4	HD5	HD6	HD7	HD8	HD9	HD10	HD11	HD12	HD13	HD14	HD15	HD16
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	---	---	---	---	---	0,19	1,33	---	---	0,10	0,11	0,13	0,20	---	0,11	0,13
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	---	---	---	---	0,36	2,25	---	1,20	0,15	0,11	0,44	0,39	---	0,36	0,22
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,10	0,09	---	0,04	---	0,16	0,14
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	0,33	0,15	0,03	0,05	---	0,13	0,18
Limonenal <sup>a3</sup>	1328	1,56	0,31	---	0,09	0,56	---	---	0,30	---	---	---	---	---	---	---	---
Piperitenona <sup>a5</sup>	1343	---	---	0,10	0,59	---	---	---	0,25	---	---	---	---	---	---	---	---
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	---	---	---	---	---	0,05	2,72	---	0,53	2,76	0,90	1,81	0,29	---	0,67	1,79
(Z)-p-Menta-8-tiol-3-ona <sup>10</sup>	1360	---	---	---	---	---	0,02	3,07	---	---	0,10	0,10	0,02	0,04	---	0,15	0,18
(2E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,10	0,07	0,02	0,03	---	0,11	0,13
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	---	---	0,14	0,41	---	0,33	---	0,34	5,35	1,44	0,42	1,36	0,60	---	0,43	0,70
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	---	---	---	---	---	---	0,00	0,06	0,08	---	---	---	---	0,09
Acetato de geraniolo <sup>a6</sup>	1381	---	---	---	---	---	0,74	---	---	8,48	1,54	0,37	1,34	0,65	---	0,47	0,45
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,06	0,02	0,03	---	---	---
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	---	---	---	---	---	0,30	2,00	---	0,01	---	---	0,08	---	---	---	0,17
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	33,31	11,93	3,82	3,00	12,09	3,63	29,45	3,40	0,04	4,88	8,89	4,52	3,95	---	6,43	2,61
n-Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05	---	---	---	---	0,46
$\alpha$ -santaleno <sup>b1</sup>	1417	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	0,02	---	---	---
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	8,63	1,57	0,88	0,68	1,42	1,02	5,65	0,54	1,19	0,85	1,43	1,07	0,77	---	1,11	---
Isobutanoato de lavandulilo <sup>a11</sup>	1422	---	0,27	---	---	---	---	0,48	0,03	---	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1432	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---	0,02	---	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	2,59	0,69	0,20	0,32	0,52	0,69	5,63	0,27	0,19	0,74	1,28	0,73	0,68	---	0,95	0,39
(E)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,12
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	---	---	---	---	---	---	1,41	---	0,01	---	---	---	0,04	---	---	0,05
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	---	---	---	---	---	0,08	1,91	---	0,02	0,10	0,20	0,06	0,10	---	0,15	0,17
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	---	---	---	---	0,04	1,46	---	0,02	---	0,07	0,03	0,04	---	---	0,07
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	---	---	---	---	0,19	5,31	---	---	0,14	0,06	0,15	0,03	---	---	0,29
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	---	---	---	---	---	0,07	2,35	---	0,02	0,14	0,18	0,05	0,08	---	0,24	0,24
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	---	---	---	---	---	---	---	---	0,94	0,28	0,50	0,22	0,24	---	0,45	0,22
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	---	---	---	---	---	0,23	1,68	---	---	0,23	0,25	0,13	0,18	---	0,24	0,08
2-metil butanoato de lavandulilo <sup>a12</sup>	1511	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	0,10	0,11	0,03	0,05	---	0,15	0,14
BHT <sup>o8</sup>	1516	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	0,01	---	---	---
n-Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	---	---	---	---	---	0,11	4,66	---	0,35	0,19	0,26	0,10	0,13	---	0,28	0,27
2-metil butanoato de Geraniolo <sup>a12</sup>	1601	---	---	---	---	---	0,03	2,39	---	0,06	0,05	0,07	---	0,04	---	---	0,13
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	0,19	---	0,16	---	0,09	0,78	0,38	0,02	0,10	0,12	0,07	0,13	---	---	0,10

Compuesto	IK	16/17					17/18					18/19					19/20
		HD1	HD2	HD3	HD4	HD5	HD6	HD7	HD8	HD9	HD10	HD11	HD12	HD13	HD14	HD15	HD16
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	18,16	8,31	2,18	1,31	5,86	---	1,00	4,52	---	4,79	7,55	2,45	4,55	---	3,71	1,59
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	---	---	---	---	---	0,15	0,75	---	0,02	0,24	0,28	0,11	0,16	---	---	0,23
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	---	---	---	---	---	---	---	0,24	0,24	0,12	0,13	---	---	---	0,18
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	---	---	---	---	---	0,13	2,08	---	0,04	0,36	0,20	0,20	0,13	---	---	0,39
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	5,77	1,79	0,76	0,85	1,42	1,60	5,89	0,99	---	1,93	2,53	1,16	2,04	---	1,40	0,79
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04	---	---	0,09
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	16,87	0,69	1,02	0,65	1,15	0,22	6,16	0,30	0,04	---	0,54	0,05	0,11	---	---	0,09
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	1,64	---	---	---	---	---	---	---	0,07	0,21	---	---	0,02	---	---	0,05

B)Tipos de compuestos identificados																	
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17					17/18					18/19					19/20
		HD1	HD2	HD3	HD4	HD5	HD6	HD7	HD8	HD9	HD10	HD11	HD12	HD13	HD14	HD15	HD16
Monoterpenos	a																
Hidrocarburos	1	10,22	68,29	78,85	47,26	62,74	46,84	6,15	71,39	25,95	53,68	46,9	50,52	43,04	75,03	65,62	68,59
Alcoholes	2	1,23	4,28	7,39	27,04	10,58	28,47	5,23	14,16	33,86	11	16,35	18,76	21,81	18,81	7,03	10,87
Aldehídos	3	1,56	2,01	4,68	16,67	4,23	14,73	1,77	3,09	22,36	12,71	8,79	13,11	17,87	6,15	9,79	7,45
Cetonas	5	---	---	0,1	1,65	---	---	---	0,6	0,05	0,21	0,32	0,58	0,76	---	0,14	0,26
Acetatos	6	---	---	0,14	0,41	---	1,12	2,72	0,34	14,36	5,74	1,69	4,54	1,54	---	1,57	2,94
Esteres	7	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	0,33	0,15	0,03	0,05	---	0,13	0,18
Tionas	10	---	---	---	---	---	0,02	3,07	---	---	0,1	0,1	0,02	0,04	---	0,15	0,18
Isobutanoatos	11	---	0,27	---	---	---	---	0,48	0,03	---	---	---	---	---	---	---	---
Butanoatos	12	---	---	---	---	---	0,03	2,39	---	0,07	0,15	0,18	0,03	0,09	---	0,15	0,27
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>13,01</b>	<b>74,85</b>	<b>91,16</b>	<b>93,03</b>	<b>77,55</b>	<b>91,21</b>	<b>21,81</b>	<b>89,61</b>	<b>96,66</b>	<b>83,92</b>	<b>74,48</b>	<b>87,59</b>	<b>85,2</b>	<b>99,99</b>	<b>84,58</b>	<b>90,74</b>
Sesquiterpenos	b																
Hidrocarburos	1	44,53	14,19	4,9	4	14,03	6,25	56,85	4,21	2,45	7,42	12,94	7,05	6,15	---	9,57	4,5
Alcoholes	2	---	0,19	---	0,16	---	0,22	2,86	0,38	0,06	0,7	0,56	0,39	0,39	---	0	0,67
Aldehídos	3	23,93	10,1	2,94	2,16	7,28	1,6	6,89	5,51	---	6,72	10,08	3,61	6,59	---	5,11	2,38
Cetonas	5	16,87	0,69	1,02	0,65	1,15	0,22	6,16	0,3	0,04	---	0,54	0,05	0,11	---	---	0,09
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>85,33</b>	<b>25,17</b>	<b>8,86</b>	<b>6,97</b>	<b>22,46</b>	<b>8,29</b>	<b>72,76</b>	<b>10,4</b>	<b>2,55</b>	<b>14,84</b>	<b>24,12</b>	<b>11,1</b>	<b>13,24</b>	<b>---</b>	<b>14,68</b>	<b>7,64</b>
Otros	o																
Alcoholes	2	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02	0,41	0,48	0,74	0,61	---	0,2	0,21
Aldehídos	3	---	---	---	---	---	0,13	---	---	0,02	0,21	0,29	0,27	0,42	---	0,27	0,28
Esteres	7	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,06	0,02	0,03	---	---	---
Fenoles	8	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	0,01	---	---	---

Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17					17/18					18/19					19/20
		HD1	HD2	HD3	HD4	HD5	HD6	HD7	HD8	HD9	HD10	HD11	HD12	HD13	HD14	HD15	HD16
Ácidos	9	1,64	---	---	---	---	0,08	---	---	0,07	0,21	0	0,05	0,11	---	---	0,14
Parafinas	10	---	---	---	---	---	0,26	5,41	---	0,37	0,43	0,54	0,21	0,29	---	0,28	0,5
Total de Otros		1,64	---	---	---	---	0,21	---	---	0,11	0,83	0,83	1,09	1,18	---	0,47	0,63
Aminobenzoicos	c	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05	---	---	---	---	0,46
Fenilpropanoides	f	---	---	---	---	---	---	---	0,31	---	---	---	---	0,07	---	---	0,05

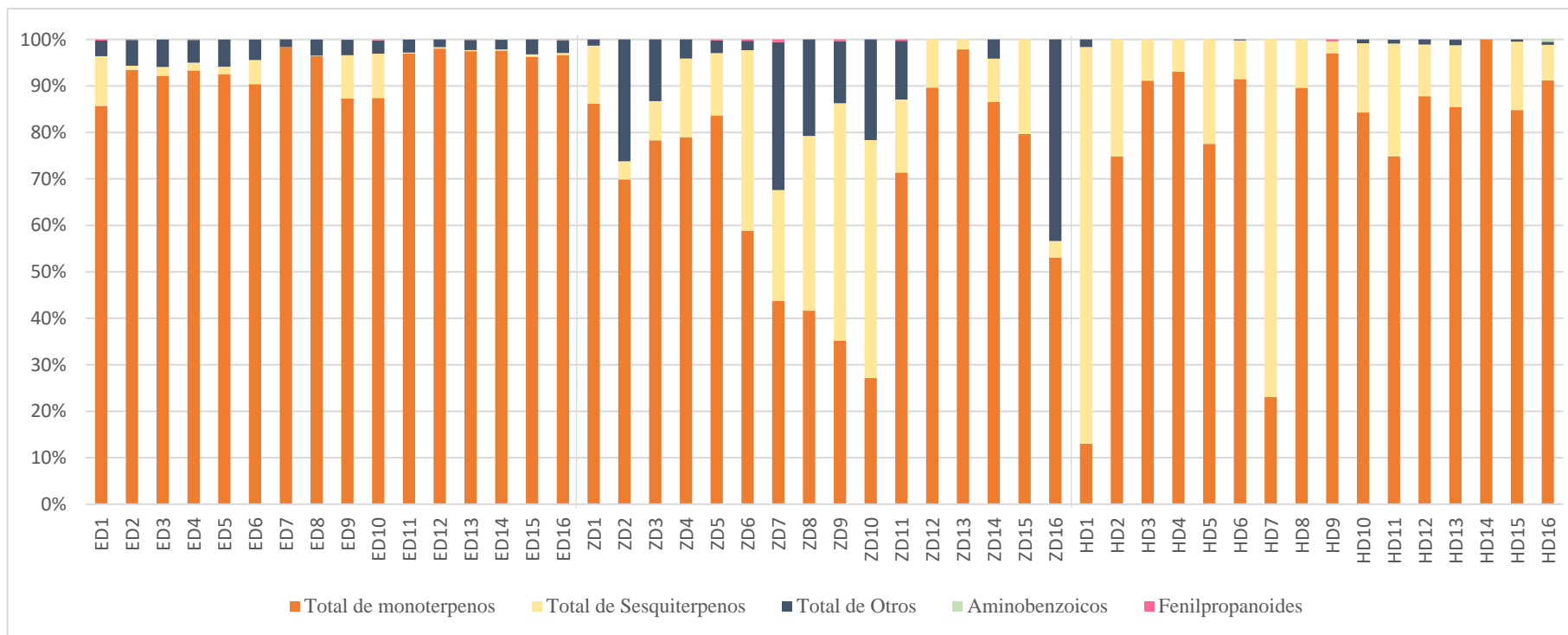


Gráfico 7. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. sinensis* (Naranja Dulce).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 31, tabla 32 y tabla 33). Los compuestos mayoritarios y siendo estos:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 93,58% y el 99,02% del total de su composición:  $\alpha$ -tujeno,  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -mirceno, (*E*)-óxido de deshidroxilinalool,  $\alpha$ -terpineno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, linalool, citronelal, ácido octadecanoico,  $\alpha$ -terpineol, decanal, citronelol, neral, geranial, valenceno, (*2E,6Z*)-farnesal y nootkatona.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 92,67% y el 100% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno, *p*-cimeno, limoneno, octanol, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol,  $\delta$ -elemeno, acetato de citronelilo, nerolato de etilo,  $\gamma$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\alpha$ -selineno,  $\beta$ -himachaleno,  $\gamma$ -cadineno, BHT, *n*-hexadecano, 2-metil butanoato de geranilo, (*2E,6Z*)-farnesal,  $\alpha$ -sinensal, ácido tetradecanoico, nootkatona y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 95,26% y el 100% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, *p*-menta-1(7),8-dieno,  $\delta$ -3-careno, limoneno,  $\beta$ -felandreno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, citronelal, (*Z*)-isocitral, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, (*Z*)-dihidro-carvona, citronelol, nerol, neral, carvona, geraniol, geranial, limonen-10-ol, carvacrol, aldehído de limoneno, acetato de citronelilo, (*Z*)-*p*-menta-8-tiol-3-ona, acetato de nerilo, acetato de geranilo,  $\beta$ -cubebeno,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -humuleno,  $\beta$ -santaleno,  $\gamma$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\beta$ -himachaleno,  $\beta$ -bisaboleno,  $\alpha$ -bulneseno, *n*-hexadecano, 2-metilbutanotato de geranilo,  $\beta$ -sinensal, (*2E,6E*)-farnesol,  $\alpha$ -sinensal, nootkatona y ácido hexadecanoico.

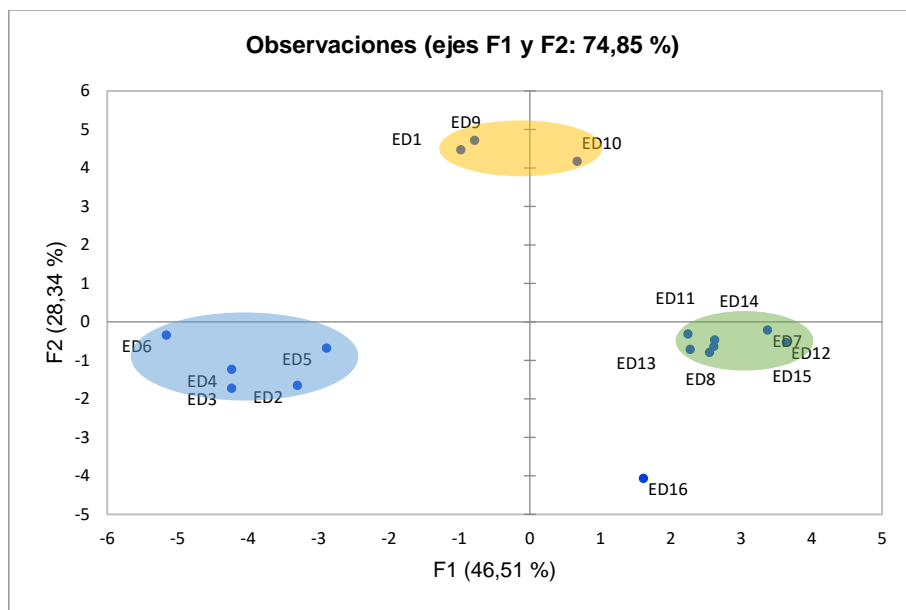


Figura 23. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. sinensis* (Naranja dulce).

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 74,85%. Se observan cuatro grupos diferenciados, formado por una única muestra el de ED16, por tres el de color amarillo (ED1, ED9 y ED10) por cinco el de color azul (ED6, ED4, ED3, ED2 y ED5) y el último grupo de color verde está formado por las seis muestras restantes. La muestra ED16 se diferencia del resto por sus concentraciones de  $\alpha$ -pineno (1,55%) respecto a las otras muestras que no alcanzan el 0,1% en ningún caso. El grupo verde reúne las muestras con mayores concentraciones de limoneno, mientras que el azul y el amarillo tienen menores niveles de este y mayores de monoterpenos y sesquiterpenos respectivamente.

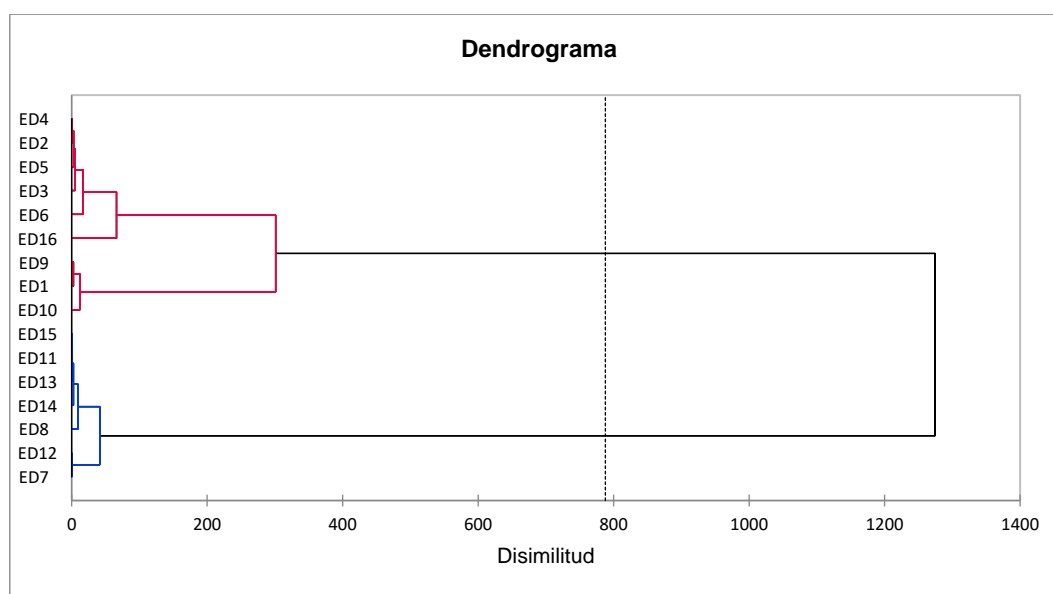


Figura 24. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. sinensis* (Naranja Dulce).

En el ACJ se observa dos grandes grupos, el azul está formado por 7 de las muestras (ED7, ED12, ED8, ED14, ED13, ED11, ED15) y el rojo por las 9 muestras restantes. Esta división de las muestras se debe a diferencias en sabineno,  $\beta$ -mirceno, ácido octadecanóico,  $\alpha$ -terpineol, decanal, neral y geranial, siendo mayores en el grupo rojo.

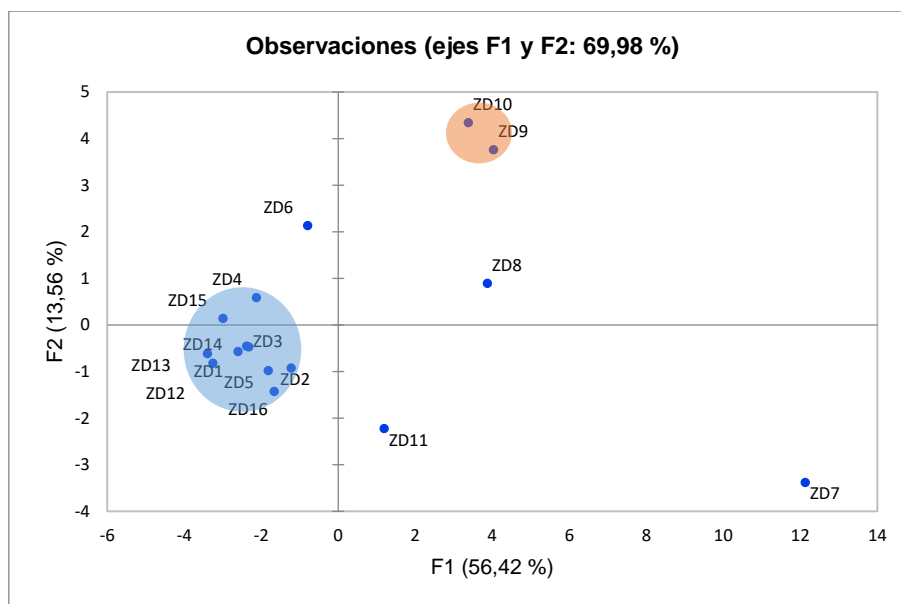


Figura 25. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. sinensis* (Naranja dulce).

En el ACP de la figura 25 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 69,89% y se observan cuatro muestras independientes (ZD6, ZD11, ZD8 y ZD7) y dos grupos uno formado por ZD10 y ZD9, grupo naranja, y otro de color azul que reúne a las muestras restantes que tienen concentraciones mayores de limoneno respecto de las otras muestras. El grupo naranja al igual que las muestras independientes tienen menores niveles de limoneno,  $\beta$ -pineno  $\beta$ -mirceno entre otros.

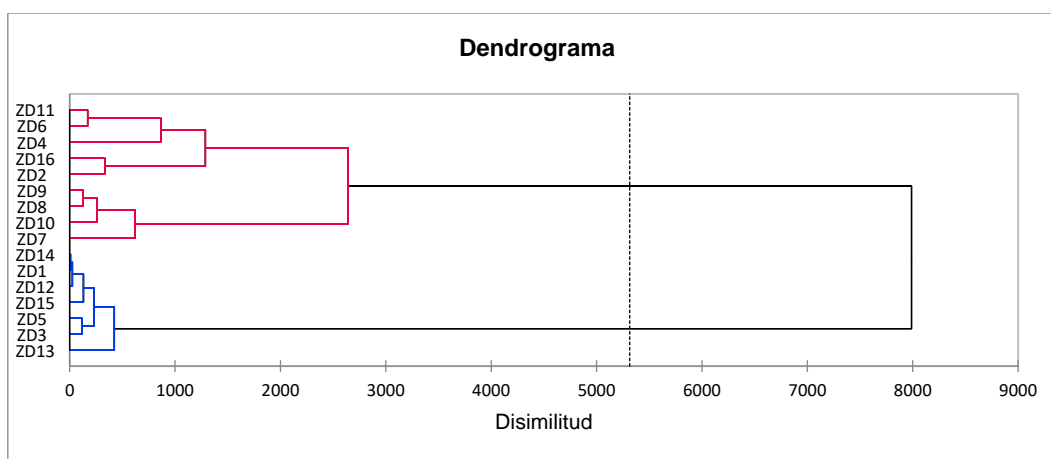


Figura 26. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. sinensis* (Naranja Dulce).

En la figura 26 se observan dos grandes grupos, el azul está formado por 7 de las muestras (ED1, ED3, ED5, ED12, ED13, ED14, ED15) y el rojo por las 9 muestras restantes. Esta división de las muestras se explica por mayores niveles de  $\beta$ -pineno,  $\delta$ -elemeno, acetato de citronelilo, valenceno, nootkatona en el grupo azul y mayores concentraciones de limoneno en el grupo rojo.

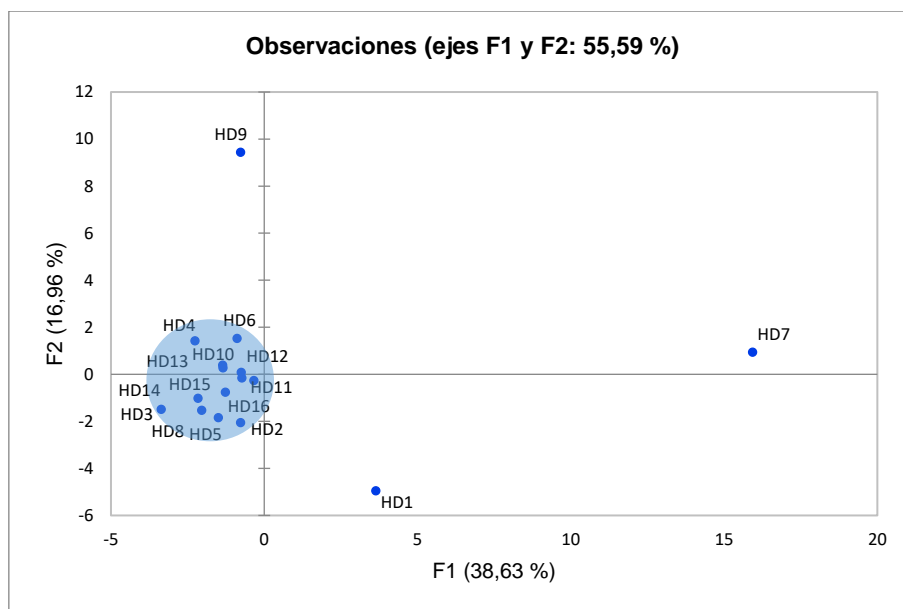


Figura 27. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. sinensis* (Naranja dulce).

En el ACP de la figura 27 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 55,59% y se observa un grupo de color azul que reúne a la mayoría de las muestras a excepción de tres, HD9, HD1 y HD7. El grupo formado se caracteriza por los niveles de sabineno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, terpinen-4-ol, distanciándose HD9 por la concentración de linalool, geraniol y geranial, HD1 por  $\beta$ -elemeno  $\beta$ -sinensal y nootkatona, HD7 por los bajos niveles o ausencia de los compuestos que caracterizan al grupo principal y mayor concentración de sesquiterpenos.

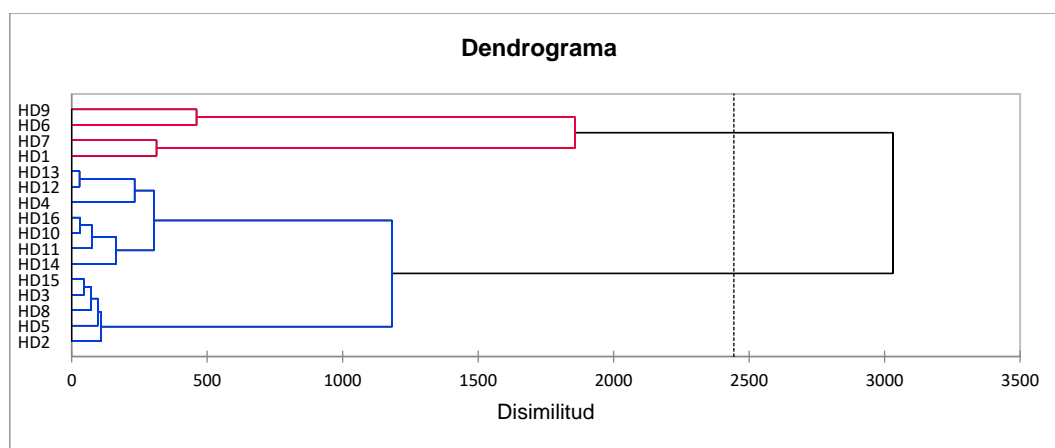


Figura 28. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. sinensis* (Naranja Dulce).

En la figura 28 las muestras se dividen en dos grupos, el rojo formado por cuatro muestras (HD1, HD7, HD6 y HD9) y el azul por las muestras restantes. El grupo azul se diferencia por tener mayores niveles de sabineno, *p*-menta-1(7),8-dieno,  $\delta$ -3-careno (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, terpinen-4-ol, neral y el rojo por  $\beta$ -pineno, linalool, (*Z*)-dihidro-Carvona, citronelol, nerol, geraniol geranial,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno y nootkatona.

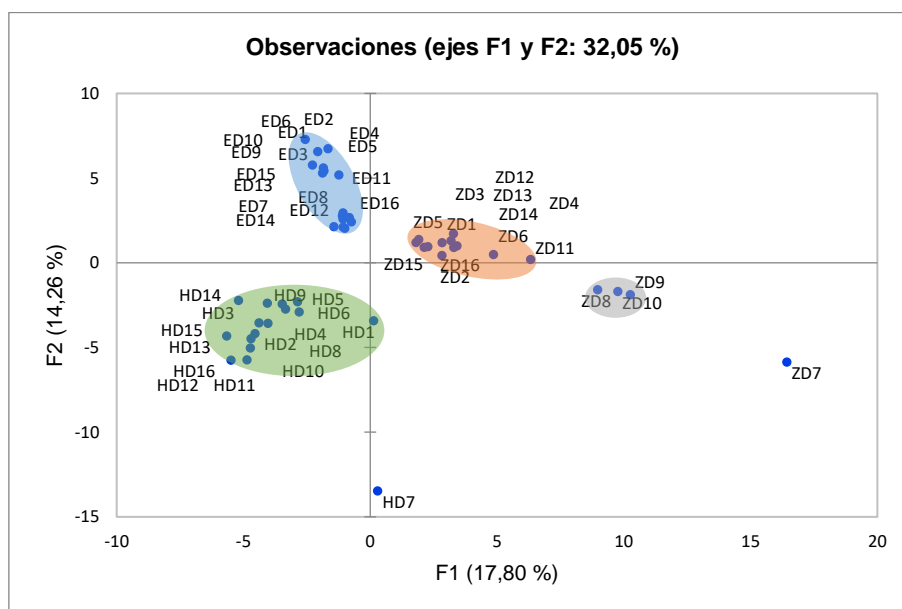


Figura 29. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. sinensis* (Naranja dulce).

En el ACP de la figura 29 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 32,05%. Se observan cuatro grupos y dos muestras independientes. El grupo azul reúne solamente muestras de exocarpo caracterizado por mayores niveles de limoneno,  $\beta$ -mirceno y linalool, el grupo verde agrupo todas las muestras correspondientes a hoja excepto HD7, este grupo sabineno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, terpinen-4-ol mientras que HD7 tiene menor concentración o no se encuentran HD7 y mayor concentración de sesquiterpenos. Los dos últimos grupos están formados ambos por muestras de zumo y una muestra independiente ZD7, caracterizados por menores niveles de limoneno,  $\beta$ -pineno y  $\beta$ -mirceno.

#### 4.2.3. *C. paradisi* (Pomelo)

El rendimiento obtenido de *C. paradisi* se presenta en la tabla 34, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,01% y el máximo en una muestra de hojas con un 2,25%.

La producción de aceite esencial en muestras de zumo es homogénea con valores de 0,01% a 0,18%, mientras que en muestras de exocarpo y hojas el rendimiento es variable, entre 0,22% y 0,55% en el caso del exocarpo y entre 0,12% y 2,25% en hojas.

Tabla 34. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. paradisi* (Pomelo).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
16/17	Valencia 1	0,22	0,01	2,25	G1
17/18	Valencia 1	0,55	0,18	0,12	G2
18/19	Valencia 1	0,40	0,01	0,44	G3

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 35, tabla 36 y tabla 37. Se han identificado 60, 63 y 65 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de hojas, zumos y exocarpo respectivamente.

El compuesto mayoritario en muestras de aceite esencial de exocarpo es limoneno entre un 62,66% y un 80,47%, al igual que en las muestras de zumo entre un 16,38% y un 26,93% salvo la muestra ZG3 encontrándose (*E*)-cariofileno como mayoritario con un 35,15%.

En el caso de las muestras de hoja cada muestra presenta un compuesto mayoritario siendo  $\beta$ -sinensal en HG1 con un 31,54%, sabineno en HG2 con un 24,00% y linalool en HG3 con un 15,31%.

En cuanto a qué tipo de compuesto se encuentra en mayor concentración, en el caso de las muestras de exocarpo son monoterpenos entre un 81,87%(EG1) y un 95,66%(EG3), mientras que en zumo depende de la muestra, encontrándose los monoterpenos entre un 36,18%(HG3) y un 66,47%(HG2) y los sesquiterpenos entre un 28,14%(ZG2) y un 57,58%(HG1). En las esencias de hoja ocurre de forma similar, siendo parte de la esencia monoterpenos entre un 31,46%(HG1) y un 81,19%(HG3) y sesquiterpenos entre 16,46%(HG3) y 65,24%(HG1).

Tabla 35. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. paradisi* (Pomelo). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	16/17 EG1	17/18 EG2	18/19 EG3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02	0,01	0,02
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	1,02	0,94	0,94
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,05	0,04	0,03
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,08	0,42	1,11
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	0,29	0,10	0,20
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,65	2,99	2,20
Octanal <sup>o3</sup>	998	1,10	2,10	1,08
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,16	0,13	0,12
$\alpha$ -Terpino <sup>a1</sup>	1017	0,46	0,20	0,31
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,16	0,04	0,02

Compuestos	IK	16/17 EG1	17/18 EG2	18/19 EG3
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	62,66	76,51	80,47
(Z)- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	1,17	0,55	0,90
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,69	0,27	0,51
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,21	0,48	0,45
(Z)-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,89	1,30	1,03
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,38	0,55	0,48
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,24	0,14	0,18
Linalool <sup>a2</sup>	1096	3,36	2,75	2,41
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,09	0,04	0,03
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,12	0,05	0,06
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,07	0,04	0,03
(E)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,12	0,15	0,09
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,64	0,29	0,17
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	0,04	0,03
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,11	0,04	0,04
Ácido Octadecanoico <sup>o9</sup>	1171	2,92	0,04	0,03
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,78	1,70	1,36
(Z)-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	0,05	---	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,10	0,04	0,05
Decanal <sup>o3</sup>	1201	1,69	1,72	1,38
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,13	0,06	0,05
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,39	0,25	0,27
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,14	0,11	0,06
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,22	0,14	0,11
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,82	1,09	0,76
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,12	0,12	0,10
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,94	1,39	0,93
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,28	0,20	0,24
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,08	0,04	0,04
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,09	0,06	0,06
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,09	0,11	0,07
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,05	0,06	0,01
(Z)- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,04	0,04	0,03
Acetato de Geraniol <sup>a6</sup>	1381	0,40	0,33	0,34
$\beta$ -Cubebeno <sup>1b1</sup>	1388	0,09	0,09	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,22	0,14	0,09
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,04	0,02	0,02
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,46	0,41	0,44
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,09	0,07	0,06
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,11	---	---
Óxido B Cabreuva <sup>b4</sup>	1464	0,22	0,02	0,02
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,06	0,04	0,04
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,33	---	---
Biclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,72	0,08	0,06
2-metil Butanoato de Geraniol <sup>a12</sup>	1601	0,05	0,04	0,04
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,29	0,30	0,14
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,06	0,04	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadino <sup>b2</sup>	1640	0,02	---	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,06	0,05	---
Eudesm-7(11)-en-4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,11	---	0,04
(2E,6Z)-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	0,68	0,12	---
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,03	---	---
$\alpha$ -Sinensal <sup>b2</sup>	1756	0,08	---	0,05
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,13	0,10	0,22
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	8,09	0,81	---

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17EG1	17/18EG2	18/19EG3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	71,03	82,89	87,49
Alcoholes	2	7,35	6,69	5,53
Aldehídos	3	2,87	3,06	2,17
Cetonas	5	0,13	0,06	0,05
Acetatos	6	0,4	0,33	0,34
Tionas	10	0,04	0,04	0,03
Butanoatos	12	0,05	0,04	0,04
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>81,87</b>	<b>93,11</b>	<b>95,65</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	2,08	0,83	0,69
Alcoholes	2	0,59	0,34	0,23
Aldehídos	3	0,74	0,17	---
Óxidos	4	0,22	0,02	0,02
Cetonas	5	8,09	0,81	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>11,72</b>	<b>2,17</b>	<b>0,94</b>
Otros	o			
Alcoholes	2	0,26	0,54	0,46
Aldehídos	3	2,83	3,84	2,48
Ácidos	9	3,05	0,14	0,25
<b>Total de Otros</b>		<b>6,14</b>	<b>4,52</b>	<b>3,19</b>
Fenilpropanoides	f	0,28	0,2	0,24

Tabla 36. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. paradisi* (Pomelo). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	16/17 ZG1	17/18 ZG2	18/19 ZG3
$\alpha$ -Pinoal <sup>a1</sup>	939	2,42	2,46	0,63
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,18	0,54	0,25
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,25	0,41	0,15
$\beta$ -Pinoal <sup>a1</sup>	979	0,37	1,19	0,19
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,10	1,56	0,62
( <i>E</i> )-Óxido de deshidroxilinalool <sup>a4</sup>	993	0,29	0,43	0,28
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,18	0,46	0,06
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,12	0,36	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,12	0,35	0,43
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,49	1,00	0,29
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	23,69	26,93	16,38
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,29	0,31	0,11
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,13	0,33	0,15
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	1,13	9,54	2,93
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,86	4,59	1,04
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,34	0,77	0,75
Linalool <sup>a2</sup>	1096	2,42	4,83	3,90
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	0,21	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	---	0,23	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,11	0,36	0,08
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,12	0,26	0,11
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,12	---	0,06
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,14	0,34	0,15
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,88	3,77	1,45
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,06	0,43	0,16
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,13	0,62	0,15
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,27	0,23	0,40
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,14	0,20	0,33
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,14	0,10	0,23

Compuesto	IK	16/17 ZG1	17/18 ZG2	18/19 ZG3
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,34	0,48	0,36
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	0,21	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,05	0,43	0,70
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,67	1,24	0,51
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,20	0,74	0,97
4-metoxi-Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,32	0,92	1,45
(Z)-p-Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,23	0,78	1,34
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,22	0,69	1,08
Acetato de geraniolo <sup>a6</sup>	1381	0,10	0,04	0,06
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,66	0,25	0,28
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	16,98	15,00	35,15
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,17	0,12	0,20
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	1,98	1,86	3,51
(Z)-Muurolo-3,5-dieno <sup>b1</sup>	1450	0,24	0,31	0,53
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,24	0,28	0,43
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,77	0,51	0,86
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	2,21	0,48	0,69
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	1,95	0,30	---
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	1,76	1,37	2,34
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	1,29	1,27	1,86
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	1,53	2,03	1,57
n-Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,75	1,23	2,42
2-metil butanoato de Geraniolo <sup>a12</sup>	1601	0,55	---	0,82
10-epi- $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,75	0,79	1,14
1-epi-Cubeno <sup>b2</sup>	1628	0,59	---	---
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	4,21	0,76	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,96	0,56	0,63
Cadalenol <sup>b1</sup>	1675	1,79	0,17	0,71
n-Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	0,34	0,53	0,77
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,74	0,52	1,03
(2E,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,34	0,21	0,88
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,51	0,39	0,50
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	2,17	1,80	5,11
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	17,91	0,96	0,88

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17ZG1	17/18ZG2	18/19ZG3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	30,54	41,26	21,05
Alcoholes	2	6,19	22,47	10,78
Aldehídos	3	0,53	0,8	0,74
Cetonas	5	0,29	0,43	0,28
Esteres	7	0,1	0,04	0,06
Formiatos	8	0,22	0,69	1,08
Tionas	10	0,23	0,78	1,34
Butanoatos	12	0,55	---	0,82
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>38,65</b>	<b>66,47</b>	<b>36,15</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	31,57	23,95	48,13
Alcoholes	2	6,63	2,28	3,05
Aldehídos	3	1,47	0,95	1,13
Cetonas	5	17,91	0,96	0,88
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>57,58</b>	<b>28,14</b>	<b>53,19</b>
Otros	o			
Aldehídos	3	0,2	0,95	0,97
Ácidos	9	2,17	1,8	5,11
Parafinas	10	1,09	1,76	3,19
<b>Total de Otros</b>		<b>3,41</b>	<b>4,51</b>	<b>9,27</b>

Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17ZG1	17/18ZG2	18/19ZG3
Fenilpropanoides	f	0,32	0,92	1,45

Tabla 37. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. paradisi* (Pomelo). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ .

IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	16/17 HG1	17/18 HG2	18/19 HG3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,06	0,22	0,62
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	2,47	1,16	1,35
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,24	0,07	0,06
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,38	24,00	11,86
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	0,53	1,95	1,41
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	0,37	1,47	2,63
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,06	0,10	0,72
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,06	0,03	4,79
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,60	1,11	2,22
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,59	0,11	0,22
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	2,47	1,67	3,64
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	2,82	5,33	5,13
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	2,42	1,82	3,64
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,26	1,09	1,66
( <i>Z</i> )-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,43	0,42	0,02
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,06	0,23	0,01
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,06	0,52	2,74
Linalool <sup>a2</sup>	1096	3,75	15,73	15,31
( <i>E</i> )-Fenchol <sup>a2</sup>	1116	0,03	0,05	0,03
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,44	0,99	0,79
<i>neo-alo</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1144	---	0,06	0,08
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	---	0,03
2-( <i>Z</i> )-Propenil-fenol <sup>f</sup>	1150	0,43	0,72	0,53
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,51	0,79	5,89
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,50	0,37	0,01
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	9,49	13,93	8,43
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,54	1,17	2,09
( <i>Z</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	0,06	0,27	0,19
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,06	0,41	0,10
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	0,31	0,48	0,29
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,06	0,09	0,02
<i>p</i> -Ment-1- <i>en</i> -9- <i>al</i> isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,03	0,10	0,05
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,06	0,06	1,40
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,06	0,06	1,36
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,06	0,04	0,52
Geranial <sup>a3</sup>	1267	---	0,04	1,74
$\alpha$ -Terpinen-7- <i>al</i> <sup>a3</sup>	1285	0,59	0,21	0,02
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,20	3,65	0,36
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,68	0,01	0,01
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,06	0,12	0,05
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,06	0,08	0,08
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,03	0,04	1,34
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	12,97	7,31	0,05
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	2,95	2,13	1,06
Isobutanoato de Lavandulilo <sup>a11</sup>	1422	---	---	0,05
$\beta$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1432	2,74	1,74	0,80
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	2,12	0,53	0,45
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	1,35	0,06	0,07
( <i>E,E</i> )- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	0,63	0,05	0,26

Compuesto	IK	16/17 HG1	17/18 HG2	18/19 HG3
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,60	0,16	0,02
( <i>E</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1563	2,86	0,48	0,02
Guaio <sup>b2</sup>	1600	1,46	0,19	0,06
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,31	0,09	0,02
( <i>E</i> )- $\alpha$ -Muuro <sup>b2</sup>	1642	1,13	0,24	0,03
$\alpha$ -Muuro <sup>b2</sup>	1646	2,67	0,44	0,03
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabol <sup>b2</sup>	1684	0,61	0,10	0,19
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	31,54	5,39	7,71
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,53	0,10	0,16
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,77	0,20	5,53
Ácido Tetradecanoico <sup>09</sup>	1770	1,85	0,04	0,03

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17HG1	17/18HG2	18/19HG3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	14,19	39,85	41,12
Alcoholes	2	15,93	37,25	29,49
Aldehídos	3	1,19	1,2	9,06
Acetatos	6	0,15	0,24	1,47
Isobutanoatos	11	---	---	0,05
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>31,46</b>	<b>78,54</b>	<b>81,19</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	23,36	11,98	2,71
Alcoholes	2	9,57	1,64	0,51
Aldehídos	3	32,31	5,59	13,24
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>65,24</b>	<b>19,21</b>	<b>16,46</b>
Otros	o			
Alcoholes	2	0,26	1,09	1,66
Aldehídos	3	0,74	0,42	0,11
Ácidos	9	1,85	0,04	0,03
<b>Total de Otros</b>		<b>2,85</b>	<b>1,55</b>	<b>1,8</b>
Fenilpropanoides	f	0,43	0,72	0,53

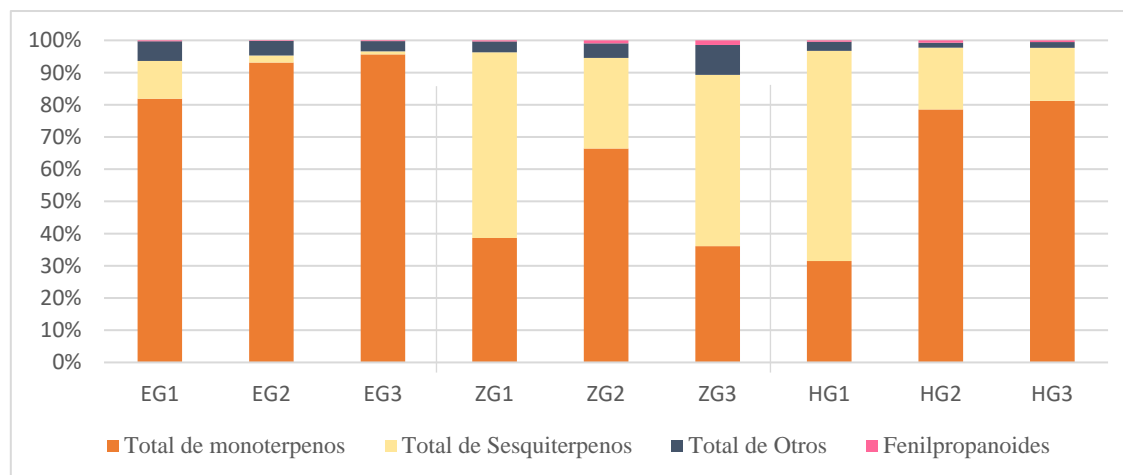


Gráfico 8. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. paradisi* (Pomelo).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 35, tabla 36 y tabla 37). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 90,16% y el 94,59% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -mirceno, octanal, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, (*Z*)-óxido de limoneno (furanoides), linalool, ácido octadecanoico,  $\alpha$ -terpineol, decanal, neral, geranial y nootkatona.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 89,33% y el 91,97% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)-óxido de limoneno (furanoides), *m*-cimeno, linalool,  $\alpha$ -terpineol, carvacrol, (*2E,4E*)-decadienal, 4-metoxi-acetofenona, (*Z*)-*p*-menta-8-tiol-3-ona, nerolato de etilo, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -humuleno,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\beta$ -himachaleno,  $\alpha$ -bulneseno  $\gamma$ -cadineno, *n*-hexadecano, 10-*epi*- $\gamma$ -eudesmol,  $\alpha$ -eudesmol,  $\beta$ -sinensal, cadaleno, (*2Z,6E*)-farnesol, ácido tetradecanoico y nootkatona.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 92,95% y el 95,62% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, *n*-octanol, terpinoleno, linalool, *iso*-tuyan-3-ol, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, citronelol, neral, geranial, carvacrol, acetato de geranilo,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno,  $\beta$ -copaeno, biciclogermacreno,  $\beta$ -himachaleno, (*E*)-nerolidol, guaiol, (*E*)- $\alpha$ -muurolol,  $\alpha$ -muurol,  $\beta$ -sinensal,  $\alpha$ -sinensal y ácido tetradecanoico.

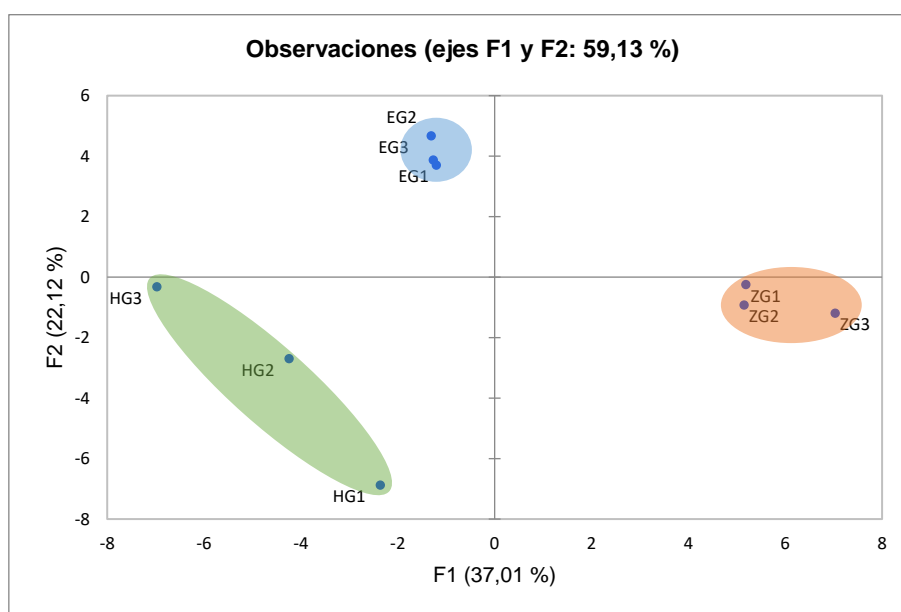


Figura 30. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. paradisi* (Pomelo).

En la figura 30 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 59,13% y se observa como cada tipo de esencia forma su grupo propio, encontrándose las muestras de exocarpo reunidas en el grupo azul por mayores niveles de limoneno, las de zumo en el grupo naranja por sus concentraciones de (*E*)-cariofileno y por último el grupo verde formado por las esencias de hoja caracterizadas por menores valores de limoneno (*E*)-cariofileno, pero mayores de sabineno, linalool y  $\beta$ -sinensal.

#### 4.2.4. *C. limon* (Limón)

El rendimiento obtenido de *C. limon* se presenta en la tabla 38, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,01% y el máximo en una muestra de hojas con un 2,25%.

La producción de aceite esencial en muestras de zumo es homogénea con valores de 0,01% a 0,12%, excepto la muestra correspondiente a la temporada 17/18 de Tarragona 1 que alcanza 0,33% de rendimiento, en muestras de exocarpo y hojas el rendimiento es variable, entre 0,22% y 0,54% en el caso del exocarpo y entre 0,06% y 2,25% en hoja.

Tabla 38. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. limon* (Limón).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
16/17	Tarragona 1	0,48	0,01	0,23	LO1
	Valencia 1	0,41	0,12	0,32	LO2
	Valencia 2	0,22	0,01	2,25	LO3
	Valencia 3	0,43	0,12	0,32	LO4
17/18	Tarragona 1	0,38	0,33	0,46	LO5
	Valencia 1	0,35	0,02	0,62	LO6
	Valencia 2	0,27	0,04	0,06	LO7
	Valencia 3	0,54	0,05	0,52	LO8
18/19	Tarragona 1	0,29	0,02	0,37	LO9
	Valencia 1	0,38	0,01	0,29	LO10
	Valencia 2	0,32	0,01	0,23	LO11
	Valencia 3	0,24	0,01	0,34	LO12

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 39, tabla 40 y tabla 41. Se han identificado 61, 76 y 80 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de hojas, zumos, y exocarpo respectivamente.

El compuesto mayoritario identificado en exocarpo es limoneno en concentraciones entre 33,39% y 62,80%. En las muestras de aceite esencial de zumo también es el limoneno el mayoritario encontrándose entre un 30,49% y un 76,78%.

En el caso de las muestras de hoja el mayoritario es limoneno en HLO5 (62,78%), HLO8 (19,01%), HLO11 (23,38%) hidrato de sabineno en HLO1 (30,00%), HLO6 (16,32%), HLO7 (21,99%) HLO9 (19,70%) HLO10 (19,42,78%) y acetato de nerilo en HLO2 (16,23%) HLO3 (16,92%), HLO4 (23,52%), HLO12 (14,90%).

En todas las diferentes esencias analizadas tanto de exocarpo, zumo y hoja el tipo de compuesto mayoritario que forma lo forma son monoterpenos, entre un 98,38% en ZLO5 y un 62,03% en ZLO4.

Tabla 39. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. limon* (Limón). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados													
Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		ELO1	ELO2	ELO3	ELO4	ELO5	ELO6	ELO7	ELO8	ELO9	ELO10	ELO11	ELO12
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,43	0,36	0,55	0,51	0,23	0,28	0,24	0,29	0,35	0,17	0,26	---
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	3,2	3,27	3,25	3,06	2	1,93	2,06	2	1,83	1,16	1,41	0,89
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,23	0,31	0,26	0,44	0,31	0,23	0,34	0,16	0,18	0,11	0,11	---
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,24	1,02	1,46	1,03	0,79	0,74	0,62	0,5	1,08	0,51	0,7	---
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	7,56	9,78	7,88	6,68	7,64	7,92	5,73	4,32	9,77	5,82	5,62	3,34
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,63	2,14	2,82	3,01	1,98	2,32	2,68	2,96	2,34	2,52	2,36	1,02
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,25	0,26	0,26	0,01	0,41	0,32	0,52	0,21	0,22	0,24	0,17	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,06	0,07	0,05	0,09	0,06	0,04	0,09	0,04	0,02	0,02	0,05	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,62	1,08	1,09	1,69	1,32	1,24	1,38	0,72	1,09	0,76	0,73	0,63
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	3,48	1,38	1,55	1,6	1,49	1,03	1,51	2,57	1,57	1,08	2,11	1,18
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	36,19	33,46	38,08	35,49	33,79	33,96	36,75	40,27	33,39	43,64	43,01	62,8
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,16	0,16	0,17	0,15	0,25	0,11	0,13	0,17	0,13	0,16	0,3	---
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	9,82	9,81	10,17	10,51	8,69	10,5	7,91	8,76	10,96	8,23	9,01	9,37
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,05	---	---	---	---	---	---	---	0,06	0,03	0,01	---
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,05	0,04	0,04	0,09	0,07	0,08	0,1	0,05	0,04	0,04	0,02	0,36
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02	0,03	0,02	---	---	0,01	---
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,08	0,04	0,04	0,12	0,11	0,08	0,19	0,14	0,04	0,05	0,03	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,06	1,32	1,39	2,24	2,11	1,8	2,03	1,22	1,48	1,1	1,25	1,69
Dihidro linalool <sup>a2</sup>	1090	---	---	---	0,47	---	---	---	---	---	---	---	---
Linalool <sup>a2</sup>	1096	2,82	4,19	2,91	2,41	4,36	3,14	3,25	2,83	2,47	3,45	3,03	0,91
<i>exo</i> -Fenchol <sup>a2</sup>	1121	0,2	0,24	0,18	0,66	0,56	0,42	0,61	0,35	0,26	0,26	0,18	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,24	0,12	0,14	0,09	0,15	0,12	0,15	0,25	0,11	0,14	0,19	---
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,11	0,22	0,19	0,16	0,19	0,2	0,16	0,1	0,21	0,1	0,17	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,16	0,13	0,14	0,42	0,31	0,29	0,51	0,38	0,15	0,24	0,17	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,44	0,67	0,41	0,5	0,5	0,41	0,42	0,32	0,49	0,27	0,55	---
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,05	0,04	0,03	0,04	0,06	0,03	0,08	0,05	0,13	0,13	0,03	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,28	0,25	0,29	0,46	0,46	0,58	0,55	0,26	0,43	0,3	0,26	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,59	0,47	0,46	0,35	0,43	0,36	0,4	0,73	---	---	---	---
Ácido Octadecanóico <sup>o9</sup>	1171	3,07	5,02	4,29	4,82	5,06	5,97	5,22	3,38	5,34	3,82	3,64	0,82
<i>p</i> -Metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,6	0,26	0,4	0,76	0,59	0,54	0,89	1,3	0,3	0,66	0,33	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	5,85	7,02	6,6	8,53	9,17	10,84	9,99	6,75	8,8	7,59	5,59	2,22

Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		ELO1	ELO2	ELO3	ELO4	ELO5	ELO6	ELO7	ELO8	ELO9	ELO10	ELO11	ELO12
(Z)-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,47
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,18	0,14	0,14	0,18	0,19	0,16	0,2	0,19	0,15	0,13	0,15	---
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,06	0,06	0,08	0,19	0,06	0,14	0,14	0,09	0,2	0,05	0,02	---
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,07	0,12	0,1	0,11	0,12	0,13	0,12	0,07	0,1	0,06	0,09	---
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,03	0,05	0,04	0,1	0,09	0,08	0,09	0,03	0,06	0,08	0,04	---
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,16	0,1	0,12	0,11	0,1	0,09	0,11	0,16	0,06	0,07	0,07	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	1,84	1,11	1,21	0,86	3,03	1,16	1,62	1,54	1,52	1,65	1,98	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	11,29	9,38	8,24	5,44	7,75	6,79	6,43	11,68	7,52	11,94	10,99	2,91
Carvona <sup>a5</sup>	1243	0,05	0,08	0,08	0,1	0,08	0,11	0,09	0,06	0,1	0,05	0,06	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	1,55	0,83	0,95	0,94	0,81	0,57	0,54	0,72	0,65	0,92	1,13	---
Acetato de hidrato Sabineno <sup>a6</sup>	1256	---	0,02	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	4,13
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,05	0,05	0,04	0,04	0,03	---	0,03	0,05	---	---	---	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	---	0,02	0,04	---	---	0,03	0,03	---	---	0,03	---
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	---	---	0,02	0,02	---	---	0,02	---	---	---	---	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,08	0,08	0,11	0,23	0,19	0,1	0,11	0,09	0,13	0,08	0,1	---
<i>p</i> -cimen-7-ol <sup>a2</sup>	1290	---	0,03	---	---	0,03	0,03	0,04	---	---	---	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	---	---	0,13	0,05	0,07	0,06	0,04	0,03	0,04	---	---
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,06	0,04	0,05	0,06	0,08	0,05	0,01	---	0,07	0,05	0,05	0,56
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	0,05	0,01	0,02	0,03	0,02	0,02	0,07	0,07	0,02	---	0,03	---
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,1	0,1	0,07	0,2	0,11	0,09	0,13	0,08	0,1	0,06	0,14	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	---	---	---	0,03	0,03	---	0,03	0,03	0,03	---	0,02	0,48
2( <i>E</i> )-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	0,06	0,02	0,02	0,01	0,03	---	0,03	0,11	0,02	0,03	0,02	0,56
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,96	2,29	0,88	1,37	1,99	1,73	2,34	1,26	2,21	0,91	1,15	0,63
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	---	0,03	---	---	---	---	---	---	0,08	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,63	1,1	0,36	1,49	0,88	1,35	1,21	0,82	1,56	0,54	0,75	---
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	---	---	---	0,01	---	---	0,01	---	---	---	---	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,01	0,07	0,04	0,12	0,06	0,05	0,07	0,02	0,07	---	0,03	---
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	---	---	---	0,01	0,03	---	0,03	---	---	---	0,42	---
$\alpha$ -( <i>Z</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	---	---	---	0,01	---	---	0,03	---	---	---	---	---
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,22	0,11	0,22	0,33	0,21	0,29	0,2	0,29	0,26	0,16	---	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,04	0,02	0,04	0,06	0,04	0,04	0,04	0,45	0,05	0,02	0,07	---
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---	---
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,03	0,01	0,03	0,04	0,04	0,04	0,05	0,01	0,02	---	0,03	---

Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		ELO1	ELO2	ELO3	ELO4	ELO5	ELO6	ELO7	ELO8	ELO9	ELO10	ELO11	ELO12
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	---	---	---	---	---	---	0,01	0,03	0,03	---	0,04	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	---	---	0,02	0,02	---	---	0,03	---	---	---	---	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,04	0,03	0,09	0,04	0,03	0,05	0,07	0,05	0,06	---	0,06	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,04	0,52	0,84	0,1	0,04	0,2	0,36	0,04	0,07	0,05	0,11	0,97
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	---	0,02	0,03	0,02	---	---	---	---	---	---	---	0,67
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,62	0,22	0,66	0,74	0,43	0,67	0,52	0,63	0,85	0,36	0,71	2,01
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,13	0,1	0,18	0,14	0,2	0,26	0,3	0,05	0,2	0,03	0,07	0,73
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	---	---	---	---	0,01	0,07	0,08	0,02	0,08	---	0,02	0,64
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a7</sup>	1601	0,01	---	---	0,01	0,02	---	---	---	---	---	0,04	---
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,04	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,11	0,07	0,12	0,04	0,1	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,04	0,04	0,06	0,09	0,07	0,08	0,11	0,08	0,12	0,05	0,11	---
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	---	---	---	0,03	---	---	---	---	0,3	---	---	---
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	---	---	---	0,01	---	---	0,02	---	---	---	---	---
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	---	0,02	0,02	0,01	---	---	---	---	---	---	---	---

B)Tipos de compuestos identificados													
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17				17/18				18/19			
		ELO1	ELO2	ELO3	ELO4	ELO5	ELO6	ELO7	ELO8	ELO9	ELO10	ELO11	ELO12
Monoterpenos	a												
Hidrocarburos	1	67,01	64,46	69,02	66,63	61,18	62,5	62,18	64,33	64,45	65,57	67,12	80,92
Alcoholes	2	14,11	14,97	13,5	16,11	20,1	18,21	18,42	14,44	15,01	15,01	13,04	3,96
Aldehídos	3	11,81	10,14	8,74	6,12	8,4	7,31	7,05	12,11	8,2	12,42	11,64	7,04
Cetonas	5	0,15	0,23	0,21	0,24	0,22	0,26	0,24	0,15	0,2	0,11	0,16	---
Acetatos	6	1,69	3,51	1,31	3,06	2,98	3,17	3,68	2,16	3,87	1,51	2,04	0,63
Esteres	7	0,06	0,01	0,02	0,04	0,04	0,02	0,07	0,07	0,02	---	0,07	---
Tionas	10	---	---	---	0,03	0,03	---	0,03	0,03	0,03	---	0,02	0,48
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>94,83</b>	<b>93,32</b>	<b>92,8</b>	<b>92,23</b>	<b>92,95</b>	<b>91,47</b>	<b>91,67</b>	<b>93,29</b>	<b>91,78</b>	<b>94,62</b>	<b>94,09</b>	<b>93,03</b>
Sesquiterpenos	b												
Hidrocarburos	1	1,13	1,1	1,15	1,65	1,05	1,60	1,67	1,6	1,68	0,62	1,16	4,38
Alcoholes	2	0,04	0,06	0,07	0,1	0,07	0,08	0,11	0,07	0,42	0,04	0,1	---
Aldehídos	3	0,04	0,04	0,06	0,1	0,07	0,08	0,13	0,08	0,12	0,05	0,11	---
Cetonas	5	---	0,02	0,02	0,01	---	---	---	---	---	---	---	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>1,21</b>	<b>1,22</b>	<b>2,3</b>	<b>1,86</b>	<b>1,19</b>	<b>1,76</b>	<b>1,91</b>	<b>1,75</b>	<b>2,12</b>	<b>0,71</b>	<b>1,37</b>	<b>4,38</b>

Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17				17/18				18/19			
		ELO1	ELO2	ELO3	ELO4	ELO5	ELO6	ELO7	ELO8	ELO9	ELO10	ELO11	ELO12
Otros	0												
Alcoholes	2	0,05	---	---	---	---	---	0,01	0,03	0,09	0,03	0,05	---
Aldehídos	3	0,18	0,12	0,15	0,27	0,2	0,19	0,21	0,2	0,29	0,13	0,51	1,12
Esteres	7	---	---	---	0,01	---	---	0,01	---	---	---	---	---
Ácidos	9	3,07	5,02	4,29	4,82	5,06	5,97	5,22	3,38	5,34	3,82	3,64	0,82
Parafinas	10	---	---	---	---	0,01	0,07	0,08	0,02	0,08	---	0,02	0,64
Total de Otros		3,41	5,24	4,6	5,23	5,45	6,35	5,65	3,67	5,95	4,01	4,29	3,31
Fenilpropanoides	f	0,65	0,31	0,44	0,8	0,62	0,54	0,92	1,35	0,3	0,66	0,33	---

Tabla 40. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. limon* (Limón). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados														
Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19				
		ZLO1	ZLO2	ZLO3	ZLO4	ZLO5	ZLO6	ZLO7	ZLO8	ZLO9	ZLO10	ZLO11	ZLO12	
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	4,21	3,46	3,74	7,2	2,15	2,11	3,41	1,33	1,8	0,97	0,8	0,83	
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	0,42	0,39	0,45	---	---	0,3	0,36	0,16	0,06	---	---	0,12	
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	---	---	---	---	---	---	---	0,24	---	---	---	
Sabineno <sup>a1</sup>	975	---	0,28	0,3	---	0,48	0,3	0,39	0,19	0,4	---	0,18	0,18	
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	1,19	2,03	2,26	1,86	3,84	4,7	4,23	2,28	8,35	2,22	1,76	1,87	
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,12	1,63	1,79	1,4	1,24	1,92	1,56	1,62	1,81	1,12	1,7	1,79	
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,45	0,35	0,39	---	---	0,31	0,37	0,27	0,26	---	---	0,13	
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	1,26	0,54	0,6	---	---	0,56	0,55	0,33	0,25	---	0,12	0,14	
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	1,36	1,01	1,08	---	1,08	1,37	1,05	0,74	1,35	0,99	0,57	0,57	
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	4,39	0,86	0,94	---	0,61	1,32	1,42	2,03	1,47	2,09	0,74	0,76	
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	45,97	42,53	41,06	30,49	59,62	37,02	59,19	69,41	46,96	72,05	76,78	75,24	
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	---	0,08	0,14	---	---	0,18	0,16	0,18	0,22	---	0,17	0,21	
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	11,14	10,3	10,8	6,06	12,4	14,8	10,88	11,19	17,83	9,37	7,51	7,82	
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	---	0,14	0,14	1,47	---	0,22	0,26	---	0,1	0,52	0,2	0,22	
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	0,05	0,06	2,56	---	0,02	0,44	---	---	---	---	---	
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,84	0,15	0,16	---	---	0,43	3,17	0,44	0,27	---	---	0,11	
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	6,01	3,77	4,04	---	2,95	0,03	---	2,28	3,57	2,7	1,62	1,7	
Deshidro Linalool <sup>a2</sup>	1090	---	---	---	---	---	4,26	---	---	---	---	---	---	
Linalool <sup>a2</sup>	1096	---	0,65	0,75	1,53	0,46	1,05	0,31	0,52	0,54	0,57	0,5	0,51	
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	---	0,57	0,67	---	---	0,6	0,18	0,16	0,23	---	---	---	

Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		ZLO1	ZLO2	ZLO3	ZLO4	ZLO5	ZLO6	ZLO7	ZLO8	ZLO9	ZLO10	ZLO11	ZLO12
(Z)-p-Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	1,27	0,59	0,71	---	---	0,02	0,15	0,12	0,13	---	---	---
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,79	2,34	2,69	---	---	1,54	0,19	0,28	0,38	---	0,22	0,24
Alcanfor <sup>a5</sup>	1146	---	0,06	0,09	---	---	0,53	---	---	---	---	---	---
2-(Z)-Propenil-fenol <sup>f</sup>	1150	---	---	---	---	---	0,05	---	---	0,06	---	---	---
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	0,07	0,13	---	---	0,22	---	---	0,09	---	---	---
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	---	0,14	0,17	---	---	0,08	0,17	---	0,09	---	---	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	0,31	0,37	---	---	0,17	---	---	0,1	---	---	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,8	1,71	1,97	---	0,65	1,96	0,33	0,4	0,79	---	0,16	0,18
(E)-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	---	---	---	---	---	0,1	---	---	0,13	---	---	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	7,07	17,03	18,04	5,02	4,63	11,6	1,36	2,32	4,26	0,71	1,86	1,98
(Z)- $\delta$ hidro-Carvona <sup>a5</sup>	1192	1,85	1,99	2,18	1,7	0,49	0,65	1	0,19	0,68	---	---	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	---	---	---	---	1,41	0,25	0,31	0,44	---	---	0,19
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,4	---	0,09	---	---	0,24	---	---	0,22	---	---	---
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	---	---	---	---	---	0,06	---	---	---	---	---	---
p-Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	---	---	---	---	7,78	---	---	---	---	---	---	---
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	---	---	0,06	---	---	0,14	---	---	0,12	---	---	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	---	0,08	0,09	---	---	0,25	0,1	0,28	0,19	---	---	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	0,06	0,06	---	---	0,07	---	---	0,03	---	---	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,41	0,14	0,02	---	---	0,49	0,15	0,58	0,41	---	0,18	0,26
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	---	---	---	---	---	0,08	---	---	---	---	---	0,16
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	---	---	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	---	---	---	---	0,11	0,14	---	0,12	---	---	---
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	---	0,1	0,09	1,71	---	0,11	---	---	0,13	0,78	0,24	0,27
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	---	0,1	---	---	---	0,16	---	---	---	---	---	---
2(E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	---	---	0,05	---	---	---	---	---	0,11	---	0,21	0,17
(Z)-p-Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	---	0,1	0,08	2,82	---	0,01	0,13	---	0,11	0,7	0,31	0,27
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	2,57	1,1	---	---	---	1,38	0,98	0,5	0,04	---	---	---
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	0,1	1,86	---	---	---	---	0,07	---	---	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	1,15	0,15	0,21	2,48	---	1,1	0,44	0,25	1,64	---	0,19	0,19
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	---	---	---	---	---	0,17	0,32	0,23	0,16	---	0,29	0,32
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	---	0,15	0,17	---	---	0,06	---	---	---	---	---	---
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	---	0,04	---	---	---	0,16	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	---	0,16	0,07	---	---	0,68	---	---	---	---	---	---
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,92	0,62	0,73	---	---	---	---	---	0,74	---	1,56	0,31

Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		ZLO1	ZLO2	ZLO3	ZLO4	ZLO5	ZLO6	ZLO7	ZLO8	ZLO9	ZLO10	ZLO11	ZLO12
<i>α</i> -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,67	0,26	0,31	---	---	0,2	---	---	0,18	---	---	---
( <i>E</i> )- <i>β</i> -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	---	0,1	---	---	0,12	---	---	---
<i>β</i> -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	---	0,14	0,16	---	---	0,08	---	---	0,06	---	---	---
Dodecano <sup>o2</sup>	1470	---	0,1	0,12	---	---	---	---	---	0,51	---	---	---
<i>γ</i> -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	---	0,14	0,15	---	---	---	---	---	---	---	---	---
<i>δ</i> -Selineno <sup>b1</sup>	1492	1,14	0,16	0,21	2,4	---	0,47	0,55	---	---	0,92	---	---
Valenceno <sup>1</sup>	1496	---	0,14	0,19	3,45	---	0,09	0,23	---	0,08	---	---	---
<i>β</i> -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	---	---	---	3,66	---	---	---	---	0,09	1,23	0,22	1,73
( <i>Z</i> )- <i>β</i> -Guaieno <sup>b1</sup>	1502	1,17	0,32	0,36	---	---	0,23	---	---	0,19	---	---	0,46
<i>α</i> -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	---	---	---	---	---	0,04	---	---	0,07	---	---	---
( <i>E,E</i> )- <i>α</i> -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	---	0,07	0,09	---	---	0,07	---	---	0,05	---	---	0,17
<i>α</i> -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,69	0,2	0,24	---	---	0,15	---	---	---	---	---	---
2-metil butanoato de Lavandulilo <sup>a12</sup>	1511	---	0,12	---	---	---	0,02	0,13	---	---	---	---	---
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	---	0,31	0,17	4,65	---	0,04	0,28	---	0,16	1,09	0,51	---
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	---	---	0,22	---	---	0,23	---	---	0,24	---	0,3	0,59
<i>α</i> -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	0,05	0,1	---	---	0,12	0,13	---	0,01	---	0,15	0,16
<i>epi-α</i> -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,16	0,16
<i>β</i> -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	---	---	---	---	---	---	0,1	---	---	---	---	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	---	0,13	6,03	---	---	0,4	---	---	---	---	---
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	0,73	2,15	---	10,8	1,62	3,01	4,53	1,42	1,31	1,95	0,78	---

B)Tipos de compuestos identificados													
Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17				17/18				18/19			
		ZLO1	ZLO2	ZLO3	ZLO4	ZLO5	ZLO6	ZLO7	ZLO8	ZLO9	ZLO10	ZLO11	ZLO12
Monoterpenos	a												
Hidrocarburos	1	78,36	67,95	68,42	47,01	84,37	65,95	86,92	92,61	85,07	91,51	91,95	91,47
Alcoholes	2	9,93	22,83	24,79	8,02	5,74	22,61	2,99	3,95	7,01	1,8	2,94	3,32
Aldehídos	3	0,41	0,43	0,41	---	7,78	1,19	0,42	0,86	0,91	---	0,18	0,26
Cetonas	5	1,85	1,99	2,18	1,7	0,49	0,65	1	0,19	0,68	---	---	---
Acetatos	6	3,72	1,35	0,21	2,48	---	2,64	1,42	0,75	1,68	---	0,19	0,19
Tionas	10	---	0,1	0,08	2,82	---	0,01	0,13	---	0,11	0,7	0,31	0,27
Butanoatos	12	---	0,12	0,22	---	---	0,25	0,13	---	0,24	---	0,3	0,59
Total de Monoterpenos		94,27	94,77	96,31	62,03	98,38	93,3	93,01	98,36	95,7	94,01	95,87	96,1

Tipo de Compuestos	Superíndice	16/17				17/18				18/19			
		ZLO1	ZLO2	ZLO3	ZLO4	ZLO5	ZLO6	ZLO7	ZLO8	ZLO9	ZLO10	ZLO11	ZLO12
Sesquiterpenos	b												
Hidrocarburos	1	4,59	2,36	2,78	11,37	---	2,17	0,78	---	1,65	2,15	1,78	2,67
Alcoholes	2	---	0,05	0,1	---	---	0,12	0,13	---	0,01	---	0,31	0,32
Aldehídos	3	---	---	---	---	---	---	0,1	---	---	---	---	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>4,59</b>	<b>2,41</b>	<b>2,88</b>	<b>11,37</b>	<b>---</b>	<b>2,29</b>	<b>1,01</b>	<b>---</b>	<b>1,66</b>	<b>2,15</b>	<b>2,09</b>	<b>2,99</b>
Otros	o												
Alcoholes	2	---	0,1	0,12	---	---	---	---	---	0,51	---	---	---
Aldehídos	3	0,4	0,14	0,23	1,71	---	0,51	---	---	0,46	0,78	0,45	0,44
Esteres	7	---	---	---	---	---	0,17	0,32	0,23	0,16	---	0,29	0,32
Ácidos	9	0,73	2,15	0,13	16,83	1,62	3,01	4,93	1,42	1,31	1,95	0,78	---
Parafinas	10	---	0,31	0,17	4,65	---	0,04	0,28	---	0,16	1,09	0,51	---
<b>Total de Otros</b>		<b>1,13</b>	<b>2,70</b>	<b>0,65</b>	<b>23,19</b>	<b>1,62</b>	<b>3,73</b>	<b>5,53</b>	<b>1,65</b>	<b>2,60</b>	<b>3,82</b>	<b>2,03</b>	<b>0,76</b>
Fenilpropanoides	f	---	---	---	---	---	0,13	---	---	0,06	---	---	0,16

Tabla 41. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. limon* (Limón). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados													
Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		HLO1	HLO2	HLO3	HLO4	HLO5	HLO6	HLO7	HLO8	HLO9	HLO10	HLO11	HLO12
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	0,12	0,06	0,05	0,40	0,12	0,07	0,11	0,05	0,05	0,08	0,11
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	0,64	2,49	1,01	1,41	2,12	1,71	2,45	1,43	0,68	0,64	1,04	1,36
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	0,22	0,08	0,14	0,07	0,16	0,20	0,11	0,07	0,07	0,09	0,13
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,34	3,04	2,05	0,69	0,30	2,68	1,57	2,66	1,87	1,67	2,03	2,90
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	1,71	12,93	8,73	3,24	1,32	8,43	5,77	7,92	8,11	6,77	11,78	12,00
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	0,39	0,95	1,00	1,03	4,70	1,24	0,87	1,78	0,87	1,14	0,85	0,86
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	---	0,14	0,15	0,14	0,26	0,12	0,20	0,11	0,09	0,07	0,00	0,05
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	---	0,41	0,52	0,82	0,17	0,49	0,23	1,00	0,65	0,50	0,56	0,28
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	---	0,22	0,17	0,10	0,36	0,43	0,19	0,27	0,14	0,26	0,21	0,37
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,16	0,22	0,07	0,21	2,27	0,15	0,33	0,10	0,12	0,10	0,14	0,07
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	7,81	14,98	15,03	19,81	62,78	12,77	13,67	19,01	15,53	13,60	23,38	12,99
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,73	3,32	2,74	1,83	0,56	2,93	2,37	2,84	2,98	2,54	2,11	2,86
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,17	0,68	0,43	0,24	8,80	1,10	0,69	0,60	0,37	0,58	0,60	0,76
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	0,05	0,03	---	---	0,19	0,14	0,11	0,08	0,13	---	0,12
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	---	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,03	0,03	---	---	0,11	0,02

Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		HLO1	HLO2	HLO3	HLO4	HLO5	HLO6	HLO7	HLO8	HLO9	HLO10	HLO11	HLO12
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	0,02	---	---	0,01	0,01	0,04	---	---	---	---	---
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	---	---	---	---	0,17	0,01	---	---	---	---	---	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	---	0,38	0,34	0,28	0,85	0,61	0,30	0,47	0,35	0,44	0,37	0,41
Linalool <sup>a2</sup>	1096	2,21	2,69	1,80	1,52	5,81	2,85	2,67	2,18	2,23	2,95	1,10	2,67
( <i>E</i> )-Fenchol <sup>a2</sup>	1116	---	0,03	0,02	---	0,08	0,07	0,05	0,02	0,03	0,05	---	0,06
<i>neo-alo</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1144	---	0,08	0,07	0,04	0,04	0,12	0,08	0,10	0,07	0,11	---	0,09
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	---	---	---	---	0,12	0,02	---	0,02	---	0,02	---	---
<i>exo</i> -Isocitral <sup>a3</sup>	1144	---	0,11	0,08	0,07	0,10	0,28	0,23	0,31	0,15	0,28	---	0,18
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	2,29	2,86	4,79	3,06	0,37	3,97	2,40	2,67	4,08	3,40	3,68	2,30
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,46	0,17	0,29	0,14	---	0,76	0,44	1,07	0,48	0,83	---	0,43
$\delta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1166	---	0,06	0,05	---	0,05	0,16	0,12	0,11	0,04	0,06	---	0,07
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	0,03	0,02	---	0,03	0,06	0,04	0,03	0,05	0,20	---	0,12
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,90	0,75	0,44	0,21	0,77	1,93	1,21	0,92	0,74	1,59	0,50	1,84
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	0,81	0,26	0,42	0,23	0,05	1,10	0,73	1,47	0,73	1,21	0,11	0,60
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,49	2,24	0,94	1,41	1,58	2,70	2,15	1,37	1,03	2,52	0,74	2,63
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	---	---	---	0,09	0,08	0,06	0,06	0,04	0,06	---	0,06
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,20	0,30	0,28	0,04	0,79	0,23	0,29	0,09	0,18	0,19	0,10	0,24
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	---	0,03	0,04	---	0,06	0,09	0,08	0,06	0,05	0,08	---	0,09
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	---	0,05	0,08	---	0,30	0,20	0,08	0,17	0,07	0,19	---	0,09
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	10,35	2,80	1,96	2,72	0,35	3,49	3,68	1,38	2,66	4,18	1,23	5,03
Neral <sup>a3</sup>	1238	17,18	6,42	8,70	9,09	0,15	13,54	16,78	15,79	15,42	16,26	4,75	9,82
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	9,21	1,46	1,00	1,00	0,09	1,37	1,27	1,05	1,78	1,77	1,22	1,49
Acetato de hidrato de sabineno <sup>a6</sup>	1256	30,00	8,69	11,53	13,26	0,50	16,32	21,99	18,32	19,70	19,42	7,63	12,15
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	0,11	0,29	0,06	0,16	0,36	0,23	0,29	0,30	0,45	0,13	0,27
( <i>2E,4E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,37	0,38	0,36	0,15	0,10	0,30	0,50	0,14	0,34	0,23	0,40	0,35
( <i>Z</i> )-dimetoxi-Citral <sup>a5</sup>	1318	---	0,04	0,03	0,04	0,04	0,03	0,05	0,03	0,04	0,00	0,21	0,02
( <i>E</i> )-dimetoxi-Citral <sup>a5</sup>	1341	---	0,05	0,05	0,06	0,02	0,03	---	0,03	0,04	0,02	0,26	0,03
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,44	1,62	2,86	1,93	0,18	0,81	0,40	0,54	1,05	0,76	1,88	0,89
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	1,39	16,23	16,92	23,52	0,10	6,58	5,65	4,96	6,09	7,33	15,78	14,90
Isobutanoato de linalilo <sup>a11</sup>	1375	---	0,10	0,12	0,09	---	0,05	0,02	0,05	0,06	---	---	0,08
Acetato de geraniilo <sup>a6</sup>	1381	1,34	7,14	10,07	8,96	0,17	4,57	4,22	5,43	5,86	4,70	15,32	6,41
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,90	0,03	0,04	---	1,35	0,08	0,08	0,05	0,11	0,17	---	0,05
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	4,66	1,88	1,58	1,31	0,12	1,81	1,61	1,29	1,97	0,91	0,38	0,58
Acetona de nerilo <sup>a5</sup>	1436	0,27	0,14	0,13	0,11	---	0,17	0,10	0,11	0,17	0,11	---	0,14

Compuesto	IK	16/17				17/18				18/19			
		HLO1	HLO2	HLO3	HLO4	HLO5	HLO6	HLO7	HLO8	HLO9	HLO10	HLO11	HLO12
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,52	0,25	0,21	0,19	0,14	0,26	0,27	0,17	0,27	0,14	---	0,09
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	---	---	---	0,06	0,03	0,06	0,02	---	---	---	---
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	1,29	0,81	0,57	0,20	0,12	0,50	0,82	0,27	0,63	0,19	0,32	0,24
( <i>E,E</i> )- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	---	0,32	0,34	---	0,50	0,37	0,09	0,06	---	0,27	---	0,01
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,37	0,17	0,15	0,09	---	0,19	0,13	0,13	0,25	0,08	---	0,04
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,23	0,24	0,14	0,06	0,10	0,15	0,29	0,07	0,15	0,06	0,15	0,08
Forona <sup>o5</sup>	1564	---	0,14	0,13	0,09	0,07	0,10	0,30	0,08	0,10	0,05	0,37	0,08
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,32	0,09	0,11	---	---	0,09	0,18	0,04	0,09	0,05	---	0,05
( <i>E</i> )- $\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1642	0,15	0,22	0,15	---	0,04	0,17	0,30	0,07	0,16	0,09	---	0,13
$\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1646	0,39	0,52	0,47	0,12	0,21	0,49	0,82	0,22	0,48	0,30	0,11	0,04
5-neocedranol <sup>b2</sup>	1685	0,30	0,22	0,27	0,14	---	0,33	0,36	0,16	0,27	0,19	0,13	0,17
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	---	0,03	0,03	0,07	0,01	0,03	0,05	0,03	0,08	---	0,15	0,08

B)Tipos de compuestos identificados													
Tipo de Compuestos	Super- índice	16/17				17/18				18/19			
		HLO1	HLO2	HLO3	HLO4	HLO5	HLO6	HLO7	HLO8	HLO9	HLO10	HLO11	HLO12
Monoterpenos	a												
Hidrocarburos	1	11,95	40,18	32,45	30,03	85,17	33,07	28,99	38,51	31,95	28,54	43,24	35,24
Alcoholes	2	24,16	10,27	6,66	6,94	9,52	13,4	11,67	7,69	9,02	14,12	5,03	14,44
Aldehídos	3	20,74	9,91	14,36	12,69	0,73	19,71	20,63	21,37	20,94	22	9,01	13,38
Cetonas	5	0,27	0,16	0,13	0,11	0,01	0,18	0,14	0,11	0,17	0,11	---	0,14
Acetatos	6	33,17	33,68	41,38	47,67	0,95	28,28	32,26	29,25	32,7	32,21	40,61	34,35
Isobutanoatos	11	---	0,1	0,12	0,09	---	0,05	0,02	0,05	0,06	---	---	0,08
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>90,29</b>	<b>94,3</b>	<b>95,1</b>	<b>97,53</b>	<b>96,38</b>	<b>94,69</b>	<b>93,71</b>	<b>96,98</b>	<b>94,84</b>	<b>96,98</b>	<b>97,89</b>	<b>97,63</b>
Sesquiterpenos	b												
Hidrocarburos	1	7,97	3,7	3,03	1,85	2,39	3,39	3,35	2,06	3,38	1,82	0,85	1,09
Alcoholes	2	1,16	1,05	1	0,26	0,25	1,08	1,66	0,49	1	0,63	0,24	0,39
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>9,13</b>	<b>4,75</b>	<b>4,03</b>	<b>2,11</b>	<b>2,64</b>	<b>4,47</b>	<b>5,01</b>	<b>2,55</b>	<b>4,38</b>	<b>2,45</b>	<b>1,09</b>	<b>1,48</b>
Otros	o												
Alcoholes	2	---	0,05	0,03	---	---	0,19	0,14	0,11	0,08	0,13	---	0,12
Aldehídos	3	0,57	0,68	0,64	0,19	0,89	0,53	0,79	0,23	0,52	0,42	0,5	0,59
Cetonas	5	---	0,14	0,13	0,09	0,07	0,1	0,3	0,08	0,1	0,05	0,37	0,08
Ácidos	9	---	0,03	0,03	0,07	0,01	0,03	0,05	0,03	0,08	---	0,15	0,08
<b>Total de Otros</b>		<b>0,57</b>	<b>0,9</b>	<b>0,83</b>	<b>0,35</b>	<b>0,97</b>	<b>0,85</b>	<b>1,28</b>	<b>0,45</b>	<b>0,78</b>	<b>0,6</b>	<b>1,02</b>	<b>0,87</b>

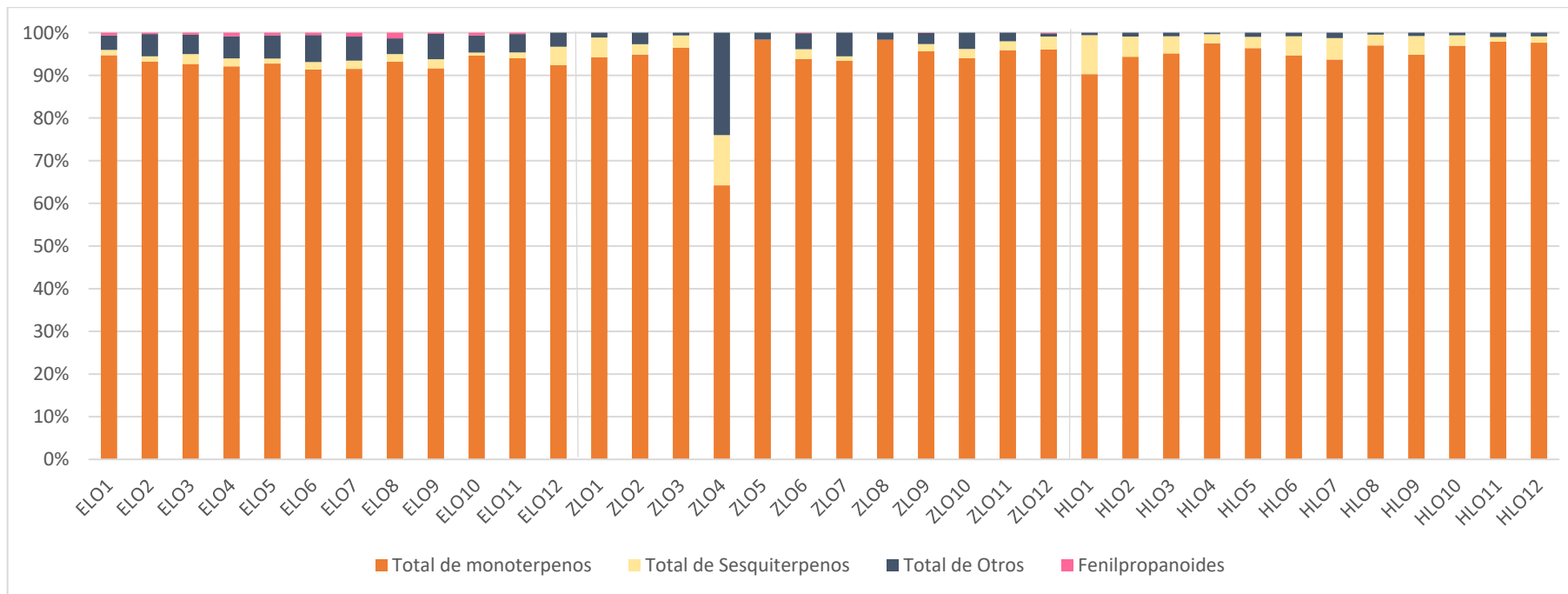


Gráfico 9. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. limon* (Limón).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 39, tabla 40 y tabla 41). Los compuestos mayoritarios y siendo estos:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 92,77% y el 96,73% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, ácido octadecanóico, *p*-metilacetofenona,  $\alpha$ -terpineol, citronelol, neral, geraniol, geranial, acetato de nerilo, acetato de geranilo, valenceno y  $\beta$ -bisaboleno.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 95,64% y el 100% del total de su composición:  $\alpha$ -tujeno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno  $\gamma$ -terpineno, (*Z*)-óxido de linalool (furanóide), fenchona, *m*-cimeno, terpinoleno, dehidro linalool, linalool, (*Z*)-*p*-menta-2,8-dien-1-ol (*Z*)- $\beta$ -terpineol, citronelal, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, (*Z*)-dihidro-carvona,  $\gamma$ -terpineol, *p*-ment-1-en-9-al isómero 2, citronelol, neral, geraniol, geranial, (2*E*,4*E*)-decadienal, acetil citronelato, (*Z*)-*p*-menta-8-tiol-3-ona, acetato de nerilo,  $\alpha$ -copaeno, acetato de geranilo, hexanoato de hexilo, (*E*)-cariofileno,  $\delta$ -selineno, valenceno,  $\beta$ -himachaleno, (*E*)- $\beta$ -guaieno, *n*-hexadecano, 2-metil butanoato de geranilo, ácido tetradecanoico y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 93,52% y el 98,13% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\delta$ -3-careno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, citronelal, (*Z*)-isocitral, terpinen-4-ol, (*E*)-isocitral,  $\alpha$ -terpineol, citronelol, neral, geraniol, acetato de hidrato de sabineno, acetato de citronelilo, acetato de nerilo, acetato de geranilo,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno y  $\delta$ -selineno.

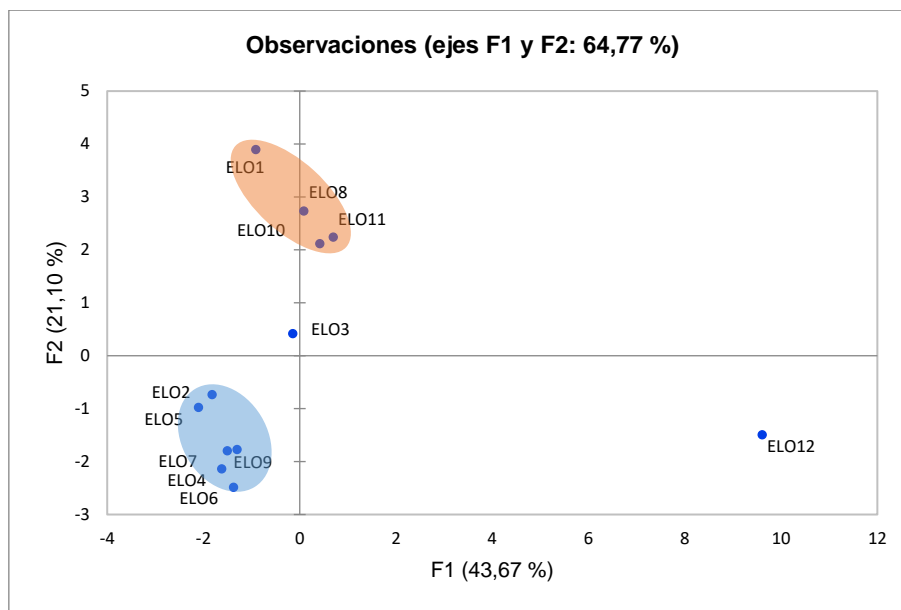


Figura 31. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. limon* (Limón).

En el ACP de la figura 31 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 64,77%. Se observa la formación de dos grupos y dos muestras independientes. El grupo naranja reúne a ELO1, ELO8, ELO10 y ELO11, caracterizado por geraniol y neral, mientras que el grupo azul formado por ELO2, ELO4, ELO5, ELO6, ELO 7 Y ELO9, lo están por los acetatos de geraniol y neral además de por diferentes terpinenos. Las muestras independientes son ELO3, que se encuentra en un punto intermedio entre los grupos, y ELO12 es la muestra más distanciada por sus valores más elevados de limoneno y geraniol.

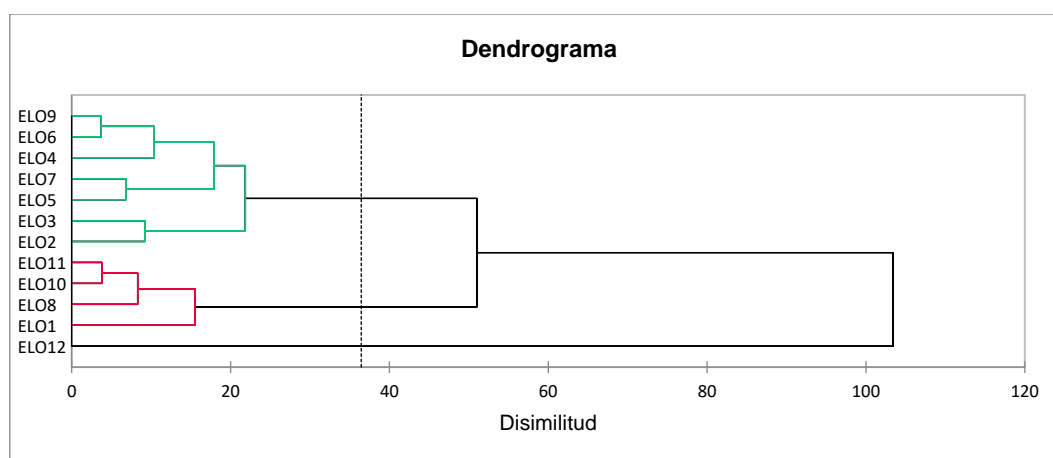


Figura 32. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. limon* (Limón).

En la figura 32 se observa al igual que en el ACP de la figura 31 que la muestra ELO12 es la que más difiere del resto, mientras que la muestra ELO3 es más próximo al grupo de color azul que al naranja.

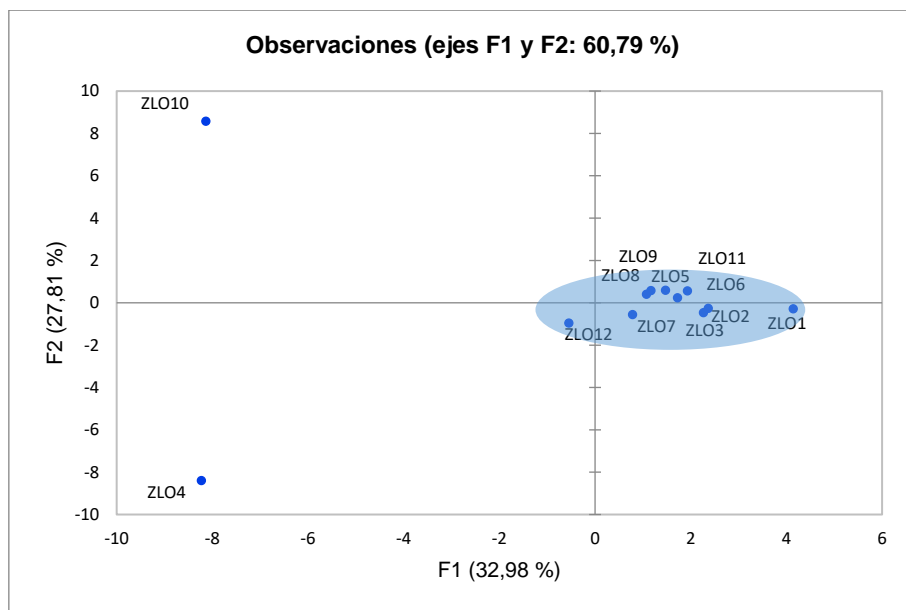


Figura 33. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. limon* (Limón).

En el ACP de la figura 33 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 60,79% y se observa la formación un grupo principal de color azul y dos muestras independientes ZLO4 y ZLO10. El grupo azul tiene una composición y unos valores similares de limoneno y  $\beta$ -mirceno, mientras que ZLO4 destaca por valenceno, *n*-hexadecano, ácido tetradecanoico y hexadecanoico, y en el caso de ZLO10 por citronelol, neral, geranial y neral.

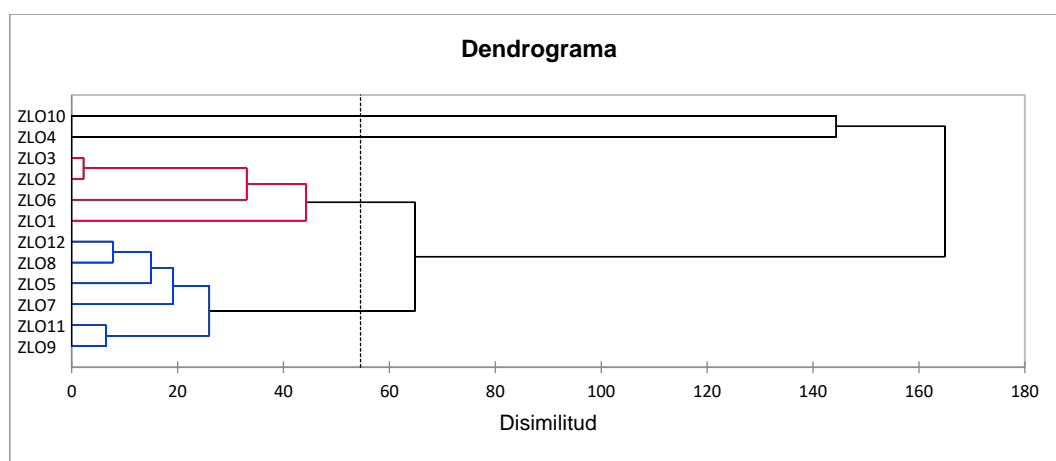


Figura 34. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. limon* (Limón).

En la figura 34 se aprecia que dentro del grupo mayoritario que se podía ver en el ACP de la figura 33 se pueden distinguir dos subgrupos, el formado por ZLO1, ZLO2, ZLO3 y ZLO6 y el de las muestras restantes diferenciándose por las concentraciones de  $\alpha$ -terpineol.

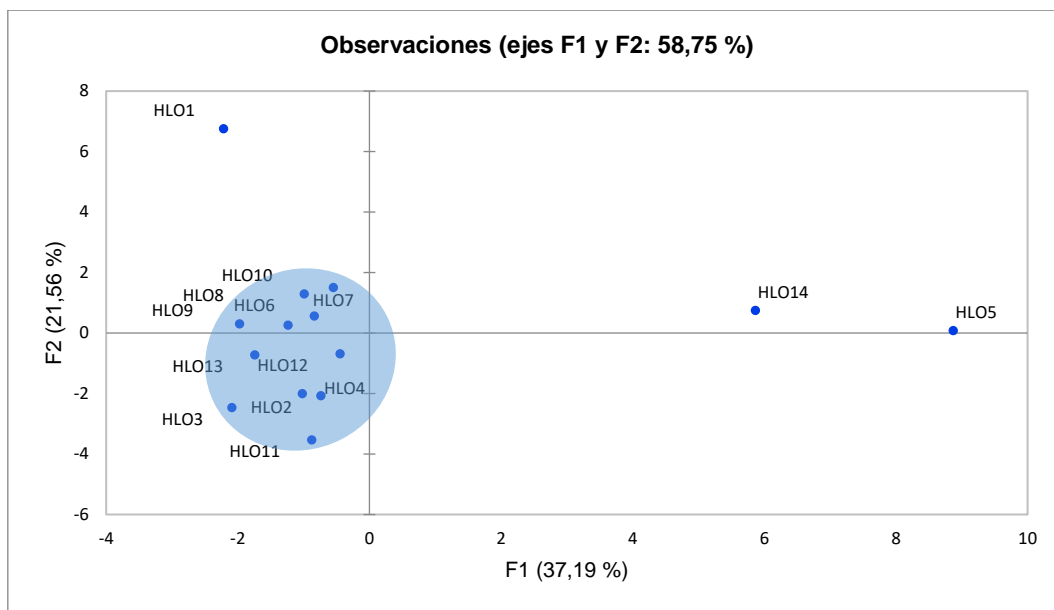


Figura 35. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. limon* (Limón).

En el ACP que se muestra en la figura 35 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 58,75%. Se puede ver como todas las muestras de hoja forman un grupo mayoritario de color azul y las muestras HLO1, HLO14 y HLO5 se distancian del grupo. En el caso de las dos últimas se debe a los niveles más altos de limoneno y  $\beta$ -mirreno mientras que la posición de la muestra HLO1 se explica por la concentración de citronelol, neral, geraniol y acetato de hidrato de sabineno.

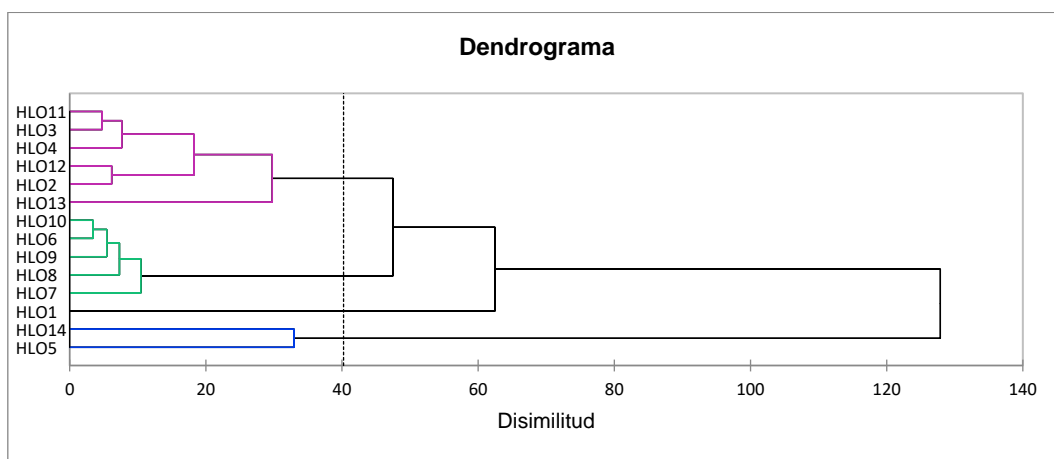


Figura 36. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. limon* (Limón).

En el ACJ se observan que además de las muestras que ya se distanciaban del grupo principal en el ACP se distinguen dos subgrupos dentro de este, uno de color verde formado por HLO7, HLO8, HLO9, HLO6 y HLO10 y otro de color morado formado por las muestras restantes. Se diferencian por el mayor contenido de neral por parte de la ramificación verde y mayor de acetato de nerilo en la morada.

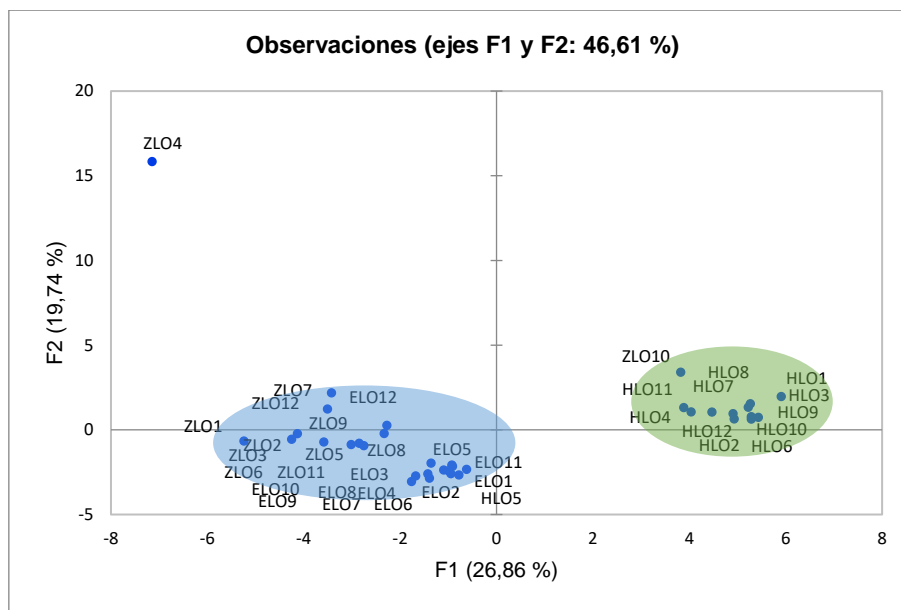


Figura 37. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. limon* (Limón).

En el ACP realizado con las diferentes esencias de limón de la figura 37 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 46,61%. Se observan dos grupos y una muestra aislada ZLO4. El grupo verde está formado solamente por muestras correspondientes a esencia de hoja a excepción de HLO5 que se encuentra en el grupo azul que reúne además de esa muestra de hoja todas las muestras de exocarpo y zumo menos la muestra aislada de zumo.

La diferencia entre un grupo y otro se explican por los valores más elevados de limoneno en el caso del grupo azul y de citronelol, neral y geraniol en el de verde, y la muestra ZLO4 tiene valores intermedios de limoneno, y destaca por valenceno, *n*-hexadecano, ácido tetradecanoico y hexadecanoico como se ha comentado anteriormente en la figura 33 que recoge el ACP realizado con los datos de muestras solamente de esencia de hoja.

#### 4.2.5. *C. aurantifolia* (Lima)

El rendimiento obtenido de *C. aurantifolia* se presenta en la tabla 42, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,01% y el máximo en una muestra de hoja con un 1,23%.

La producción de aceite esencial en muestras de zumo y exocarpo es homogénea con valores de 0,01% y 0,02%, y entre 0,41% y 0,52%, mientras que en muestras de hoja el rendimiento es variable, entre 0,40% y 1,23%.

Tabla 42. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. aurantifolia* (Lima).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
17/18	Tarragona 3	0,44	0,01	0,46	LA1
	Valencia 1	0,41	0,01	1,23	LA2
18/19	Tarragona 3	0,49	0,01	0,40	LA3
	Valencia 1	0,52	0,02	0,64	LA4

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 43, tabla 44 y tabla 45. En las muestras de aceite esencial de exocarpo se han encontrado 70 compuestos mientras que en esencias de hoja han sido 77 y de zumo 79 compuestos.

El compuesto mayoritario de las tres partes destiladas, exocarpo, zumo y hoja es limoneno, en esencias de exocarpo en concentraciones entre 28,64% y 32,38% en el caso de las muestras de zumo entre 31,58% y 40,19% y en el de las de aceite esencial de hoja entre 21,76% y 31,50%.

En las diferentes esencias el tipo de compuesto que la forman son monoterpenos entre un 74,26% en ZLA1 y un 95,06% en HLA4. Los compuestos de tipo sesquiterpeno son más abundantes en muestras de zumo entre 15,25% (ZLA4) y 22,13% (ZLA1).

Tabla 43. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. aurantifolia* (Lima). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados						
Compuesto	IK	17/18		18/19		
		ELA1	ELA2	ELA3	ELA4	
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,28	0,35	0,35	0,39	
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,91	2,29	1,77	1,89	
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,35	0,35	0,23	0,22	
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,45	0,55	0,69	0,55	
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	5,91	5,77	6,40	7,08	
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,96	1,96	1,88	1,72	
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,49	0,48	0,29	0,29	
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,10	0,10	0,06	0,03	
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	1,44	1,34	0,83	1,33	
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	2,86	2,96	5,03	1,96	
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	28,64	29,86	32,38	30,48	
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,16	0,15	0,13	0,11	
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	11,29	11,02	10,13	13,05	
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,08	0,08	0,04	0,04	
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,02	0,02	---	---	
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,35	0,31	0,25	0,09	
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	2,48	2,27	1,72	2,03	
Linalool <sup>a2</sup>	1096	1,94	2,07	2,02	2,08	
<i>p</i> -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,62	0,55	0,35	0,31	
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,05	0,06	0,04	0,04	
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,10	0,11	0,09	0,13	
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,07	0,07	0,09	0,09	

Compuesto	IK	17/18		18/19	
		ELA1	ELA2	ELA3	ELA4
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,49	0,46	0,37	0,20
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,14	0,14	0,18	0,10
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,08	0,08	---	0,08
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,55	0,51	0,38	0,42
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	4,76	4,57	3,86	4,32
(E)-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	0,04	0,04	0,05	0,02
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	1,03	1,00	0,73	0,53
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	10,17	9,29	8,31	7,83
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,21	0,18	0,14	0,10
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,24	0,16	0,24	0,26
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,08	0,08	0,05	0,08
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,06	0,06	0,05	0,04
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,05	0,05	0,03	0,03
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,38	0,46	0,50	0,65
Neral <sup>a3</sup>	1238	5,72	5,57	5,03	6,64
Carvona <sup>a5</sup>	1243	0,05	0,05	0,03	0,05
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,32	0,35	0,30	0,30
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	8,69	8,25	7,64	9,08
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,03	0,02	0,04	0,02
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	0,04	0,03	0,04	0,03
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,05	0,05	0,02	0,03
<i>p</i> -cimen-7-ol <sup>a2</sup>	1290	---	0,02	0,04	---
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,07	0,03	0,10	0,05
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	0,02	0,01	0,03	---
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,02	0,02	0,04	---
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,11	0,10	0,10	0,10
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,04	0,03	0,20	0,02
2(E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	---	0,04	0,20	---
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	3,00	3,29	3,78	3,02
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,63	0,61	0,55	0,52
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	---	0,01	---	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,06	0,07	0,09	0,08
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,02	0,04	0,05	0,03
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,14	0,19	0,28	0,20
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,04	0,06	0,10	0,07
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,02	0,03	0,05	0,03
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,02	0,02	0,02	0,02
$\gamma$ -Muuroloeno <sup>b1</sup>	1479	0,03	0,04	0,05	0,05
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,02	0,03	0,04	0,02
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,54	0,27	0,23	0,15
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,36	0,80	1,04	0,74
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	---	0,01	---	---
(Z)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1515	0,02	0,02	0,03	0,02
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,01	0,02	0,03	0,02
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,04	0,05	0,08	0,06
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,02	0,02	0,02	0,01
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	0,04	0,05	0,06	0,06
Eudesm-7(11)-en-4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,02	0,01	0,02	0,03

B)Tipos de compuestos identificados					
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19	
		ELA1	ELA2	ELA3	ELA4
Monoterpenos	a				
Hidrocarburos	1	59,29	60,31	62,49	61,53
Alcoholes	2	19,27	18,37	16,29	16,3
Aldehídos	3	6,06	5,9	5,33	6,89
Cetonas	5	0,15	0,15	0,08	0,13
Acetatos	6	3,74	4	4,43	3,64

Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19	
		ELA1	ELA2	ELA3	ELA4
Esteres	7	0,06	0,04	0,23	0,02
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>88,57</b>	<b>88,77</b>	<b>88,85</b>	<b>88,51</b>
Sesquiterpenos	b				
Hidrocarburos	1	1,18	1,54	1,93	1,38
Alcoholes	2	0,09	0,1	0,13	0,12
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>1,27</b>	<b>1,64</b>	<b>2,06</b>	<b>1,5</b>
Otros	o				
Aldehídos	3	0,33	0,27	0,59	0,34
Esteres	7	---	0,01	---	---
Parafinas	10	0,04	0,05	0,08	0,06
<b>Total de Otros</b>		<b>0,37</b>	<b>0,33</b>	<b>0,66</b>	<b>0,40</b>
<b>Fenilpropanoides</b>	<b>f</b>	<b>9,74</b>	<b>9,27</b>	<b>8,41</b>	<b>9,61</b>

Tabla 44. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. aurantifolia* (Lima). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados					
Compuesto	IK	17/18		18/19	
		ZLA1	ZLA2	ZLA3	ZLA4
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,06	0,09	0,15	0,17
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,08	2,41	1,14	1,31
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,13	0,29	0,23	0,20
Sabineno <sup>a1</sup>	975	---	0,25	0,39	0,42
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	1,91	2,36	3,85	4,40
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,07	1,23	1,42	1,81
( <i>E</i> )-Óxido de deshidroxilinalool <sup>a4</sup>	993	---	---	0,07	0,06
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,27	0,39	0,28	0,39
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,30	0,48	0,30	0,37
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,54	0,91	1,03	1,12
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	1,73	2,11	2,65	3,25
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	31,58	40,19	33,02	34,86
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,47	0,46	0,54	0,48
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	6,66	9,47	13,58	12,53
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,13	---	0,10	0,08
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,08	---	0,02	0,02
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	1,18	1,51	1,00	1,04
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	2,32	3,40	3,64	3,66
Linalool <sup>a2</sup>	1096	3,85	1,26	1,91	1,53
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	0,53	0,29	0,33	0,39
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a1</sup>	1144	0,84	0,31	0,53	0,56
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,59	0,21	0,24	0,22
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,71	0,21	0,30	0,28
Borneol <sup>a3</sup>	1169	0,19	0,10	0,10	0,12
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,47	1,07	0,76	0,71
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	0,12	---	0,05	0,08
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,20	---	0,17	0,21
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	7,97	3,06	4,91	4,53
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	1,00	0,47	0,69	0,69
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,15	0,10	0,12	0,16
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,13	0,09	0,12	0,05
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,15	---	0,12	0,06
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,18	---	0,09	0,08
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,62	0,18	0,18	0,29
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,37	0,11	0,22	0,15
Geranial <sup>a3</sup>	1267	1,28	0,31	0,41	0,79
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,07	---	0,05	0,07
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,14	0,14	0,07	0,07
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	---	---	0,05	0,07

Compuesto	IK	17/18		18/19	
		ZLA1	ZLA2	ZLA3	ZLA4
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	---	---	0,04	0,03
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,05	0,15	0,05	0,05
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	---	0,04	0,07
4'-metoxi-Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,11	0,18	0,08	0,11
2(E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	0,07	0,06	0,11	0,09
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	1,86	1,18	1,12	0,79
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,07	0,12	0,07	0,11
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	2,00	1,73	1,83	3,36
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	0,17	---	---	0,04
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,36	0,33	0,32	0,52
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,11	---	0,08	---
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,08	---	0,04	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,98	0,54	0,74	0,38
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,37	---	0,07	0,04
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	---	---	0,31	0,03
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,37	0,52	0,68	0,76
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,12	---	---	0,10
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,91	0,92	0,87	0,64
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	0,30	0,27	0,25	0,26
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,42	0,47	0,45	0,36
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	1,27	1,02	1,13	0,70
Muurola-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1493	1,39	1,00	1,01	0,68
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,36	0,28	0,41	0,33
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,43	0,25	0,41	0,36
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	10,95	10,12	8,70	7,38
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,10	---	0,10	0,08
BHT <sup>o8</sup>	1515	1,59	1,55	1,53	1,31
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,26	0,19	0,23	0,12
(E)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	1,37	1,32	1,29	0,79
(E)-Cadina-1,4-dieno <sup>b1</sup>	1534	0,44	0,40	0,35	0,32
n-Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,53	0,73	0,41	0,31
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,27	0,43	0,33	0,28
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,84	0,95	0,75	0,55
1- <i>epi</i> -Cubeno <sup>b2</sup>	1628	0,14	---	---	0,07
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	0,68	0,60	0,51	0,44
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,61	0,73	0,49	0,47
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,24	0,21	0,19	0,14
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	---	---	0,09
(2E,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	---	---	---	0,42
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	0,05	0,24	0,11	0,06

B)Tipos de compuestos identificados					
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19	
		ZLA1	ZLA2	ZLA3	ZLA4
Monoterpenos	a				
Hidrocarburos	1	50,67	66,15	64,08	66,96
Alcoholes	2	14,97	5,97	8,77	7,87
Aldehídos	3	3,85	1,3	1,52	1,96
Óxidos	4	---	---	0,07	0,06
Cetonas	5	0,21	0,09	0,14	0,07
Acetatos	6	4,22	3,24	3,27	4,67
Esteres	7	0,07	0,12	0,11	0,18
Butanoatos	12	0,27	0,43	0,33	0,28
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>74,26</b>	<b>77,3</b>	<b>78,29</b>	<b>82,05</b>
Sesquiterpenos	b				
Hidrocarburos	1	19,62	17,03	16,72	13,07
Alcoholes	2	2,51	2,49	1,94	2,18
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>22,13</b>	<b>19,52</b>	<b>18,66</b>	<b>15,25</b>

Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19	
		ZLA1	ZLA2	ZLA3	ZLA4
Otros	o				
Alcoholes	2	0,3	0,27	0,25	0,26
Aldehídos	3	0,59	0,16	0,3	0,29
Esteres	7	0,11	---	0,08	---
Fenoles	8	1,59	1,55	1,53	1,31
Ácidos	9	0,05	0,24	0,11	0,06
Parafinas	10	0,53	0,73	0,41	0,31
Total de Otros		3,17	2,95	2,68	2,23
Fenilpropanoides	f	0,38	0,18	0,3	0,39

Tabla 45. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. aurantifolia* (Lima). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados					
Compuesto	IK	17/18		18/19	
		HLA1	HLA2	HLA3	HLA4
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,05	0,05	0,03	0,04
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,33	0,68	0,32	0,54
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,10	0,03	---	0,02
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,49	1,10	0,78	0,77
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,42	0,41	0,21	0,18
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,52	1,79	1,57	1,84
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,11	0,05	0,03	0,04
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,26	0,06	0,05	0,09
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,12	0,17	0,11	0,06
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,20	0,08	0,08	0,40
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	21,76	28,72	27,22	31,50
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	2,18	2,42	2,16	1,00
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,37	0,37	0,26	0,09
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,09	0,04	0,05	0,14
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,02	0,02	0,02	0,02
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,01	0,01	---	0,17
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,27	0,21	0,20	0,20
Linalool <sup>a2</sup>	1096	2,54	2,05	2,01	1,79
( <i>Z</i> )-Óxido de Rosa <sup>a4</sup>	1108	0,01	0,01	---	0,03
Crisantenona <sup>a5</sup>	1127	0,01	0,01	---	---
<i>neo-alo</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1144	0,04	0,09	0,05	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,02	0,02	0,02	0,07
<i>exo</i> -Isocitral <sup>a3</sup>	1144	0,32	0,22	0,25	0,93
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	2,58	2,83	1,94	0,99
Oxido de Nerol <sup>a4</sup>	1158	0,02	0,02	0,04	0,06
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,90	0,74	0,80	0,63
$\delta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1166	0,03	0,04	0,05	0,08
Borneol <sup>a22</sup>	1169	0,12	0,09	0,10	0,08
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,49	0,42	0,49	0,42
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	1,30	1,02	1,18	0,88
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,17	1,24	1,56	1,44
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,06	0,05	0,06	0,41
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,35	0,31	0,27	0,14
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	0,01	0,01	---	0,11
2,3-dihidro-Benzofurano <sup>f</sup>	1211	0,03	0,07	0,04	0,02
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,10	0,08	0,11	0,20
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,81	2,17	1,78	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	17,24	12,33	17,59	17,75
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,98	1,92	1,54	1,73
Geraniol <sup>a3</sup>	1267	20,94	14,72	20,98	18,31

Compuesto	IK	17/18		18/19	
		HLA1	HLA2	HLA3	HLA4
$\gamma$ -Terpinen-7-ol <sup>a3</sup>	1291	---	---	---	0,14
Formiato de Geraniol <sup>a8</sup>	1298	0,03	0,02	---	0,13
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,14	0,22	0,16	0,05
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,21	0,27	0,21	0,27
(Z)-dimetoxi-Citral <sup>a3</sup>	1318	0,05	0,11	0,03	0,34
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	0,01	0,01	0,02	0,06
(E)-Dimetoxi-Citral <sup>a3</sup>	1341	0,02	0,02	0,02	0,02
Acetato de $\alpha$ -Terpinilo <sup>a6</sup>	1349	0,20	0,32	0,31	0,11
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,56	1,07	0,39	1,70
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	6,87	7,59	5,92	6,41
Isobutanoato de linalilo <sup>a11</sup>	1375	0,08	---	0,07	0,20
Acetato de geraniol <sup>a6</sup>	1381	4,58	4,86	3,79	2,73
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,76	1,01	0,69	0,45
Geraniato de etilo <sup>a7</sup>	1395	0,02	0,02	0,02	0,05
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,28	1,98	0,93	0,52
$\alpha$ -(E)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,11	0,30	0,07	0,08
Acetona de nerilob5	1436	0,41	0,62	0,30	0,10
(Z)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	---	0,02	---	0,10
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,27	0,36	0,18	0,14
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,03	0,05	0,02	0,04
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	0,12	0,16	0,10	0,08
(E)-Muurolo-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1494	0,14	0,24	0,11	0,07
(E,E)- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	0,15	0,42	0,10	0,10
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,22	0,52	0,14	0,13
Farenal <sup>b3</sup>	1509	0,03	0,07	0,02	0,05
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,03	0,06	0,03	0,04
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,10	0,28	0,12	0,15
Forone <sup>o5</sup>	1564	0,36	0,40	0,28	0,26
Isovalerato de Nerilo <sup>a13</sup>	1583	0,07	0,03	0,02	0,17
Óxido de Cariofileno <sup>b4</sup>	1583	0,44	0,52	0,35	0,66
Isovalerato de geraniol <sup>a13</sup>	1607	0,24	0,13	0,12	0,21
epi-Cuben-1,10-ol <sup>b2</sup>	1619	0,69	0,67	0,66	0,43
$\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1685	0,49	0,41	0,40	0,33
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,35	0,06	0,03	0,03
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,22	0,21	0,11	0,10
(2E,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,16	0,16	0,12	0,14
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,14	0,09	0,14	0,12

B)Tipos de compuestos identificados					
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19	
		HLA1	HLA2	HLA3	HLA4
Monoterpenos	a				
Hidrocarburos	1	30,23	36,24	33,07	36,94
Alcoholes	2	6,49	8,33	7,9	6,4
Aldehídos	3	43,35	31,99	42,79	39,99
Óxidos	4	0,03	0,03	0,04	0,09
Cetonas	5	0,01	0,01	---	---
Acetatos	6	12,21	13,84	10,41	10,95
Esteres	7	0,03	0,03	0,04	0,11
Isobutanoatos	11	0,08	---	0,07	0,2
Isovaleratos	13	0,31	0,16	0,14	0,38
Total de Monoterpenos		92,74	90,63	94,46	95,06

Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19	
		HLA1	HLA2	HLA3	HLA4
Sesquiterpenos	b				
Hidrocarburos	1	3,11	5,12	2,37	1,75
Alcoholes	2	1,66	1,73	1,41	1,15
Aldehídos	3	0,38	0,13	0,05	0,08
Óxidos	4	0,44	0,52	0,35	0,66
Cetonas	5	0,41	0,62	0,3	0,1
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>6</b>	<b>8,12</b>	<b>4,48</b>	<b>3,74</b>
Otros	o				
Alcoholes	2	0,09	0,04	0,05	0,14
Aldehídos	3	0,56	0,58	0,48	0,41
Cetonas	5	0,36	0,4	0,28	0,26
Fenoles	8	0,03	0,02	---	0,13
Ácidos	9	0,14	0,09	0,14	0,12
<b>Total de Otros</b>		<b>1,18</b>	<b>1,13</b>	<b>0,95</b>	<b>1,06</b>
Fenilpropanoides	f	0,03	0,07	0,04	0,02

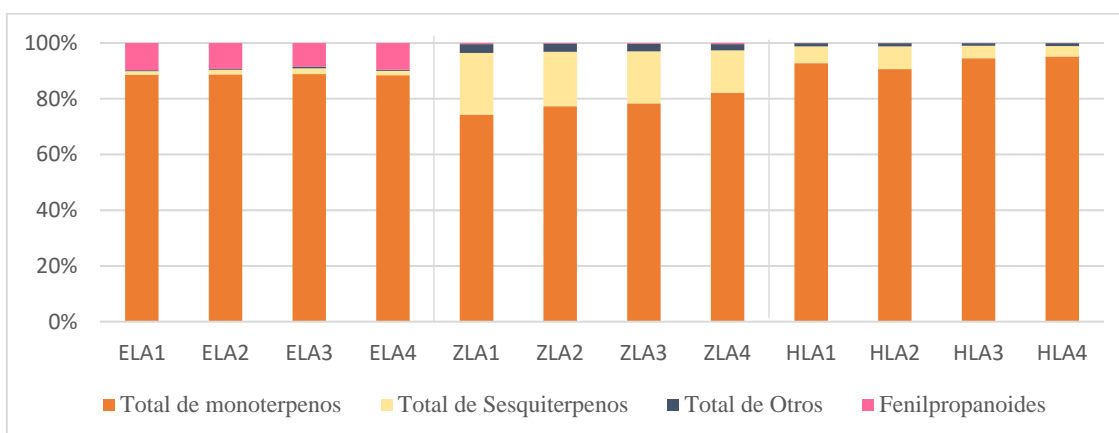


Gráfico 10. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. aurantifolia* (Lima).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 43, tabla 44 y tabla 45). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 92,07% y el 93,78% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno,  $p$ -cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $p$ -metil-acetofenona,  $\alpha$ -terpineol, neral, aldehído perílico, acetato de nerilo y  $\alpha$ -bisaboleno.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 98,79% y el 90,08% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno,  $p$ -cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno,  $m$ -cimeno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineol, geranial, acetato de citronelilo, acetato de nerilo,  $\beta$ -elemeno,  $\alpha$ -humuleno,  $\delta$ -selineno, muurola-4(14),5-dieno,  $\alpha$ -bisaboleno, BHT, ( $E$ )- $\gamma$ -bisaboleno y 10- $epi$ - $\gamma$ -eudesmol.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 89,69% y el 92,57% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, linalool, *exo*-isocitral, citronelal, (*E*)-isocitral,  $\alpha$ -terpineol, citronelol, neral, geraniol, geranial, acetato de citronelilo, acetato de nerilo, acetato de geranilo,  $\beta$ -elemeno, y (*E*)-cariofileno.

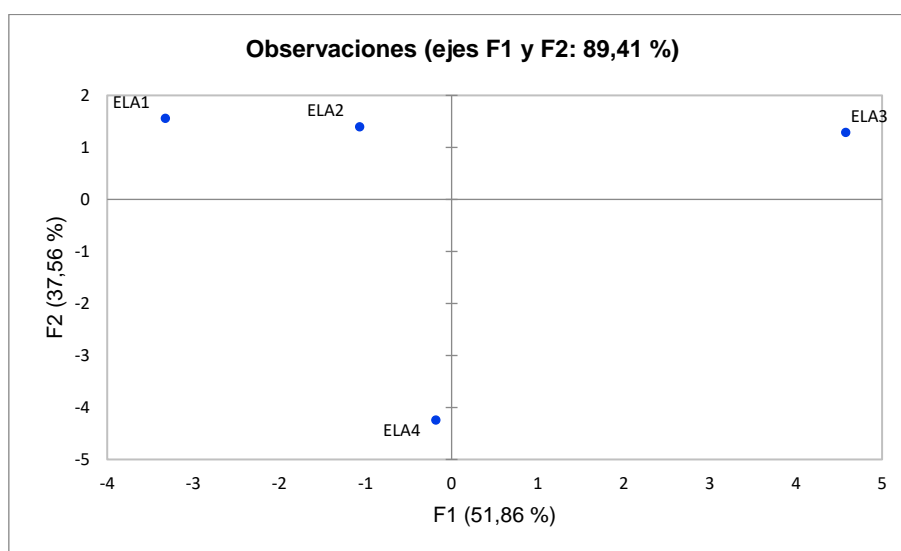


Figura 38. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. aurantifolia* (Lima).

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 89,41% y se observan que solo dos muestras se aproximan ELA1 y ELA2, distanciándose en la figura ELA3 y ELA4. Las dos primeras se caracterizan por unos niveles menores de  $\beta$ -pineno respecto a las demás, y mayores de  $\alpha$ -terpineol, ELA3 se distancia por mayor concentración de *p*-cimeno y ELA4 por neral y  $\gamma$ -terpineno.

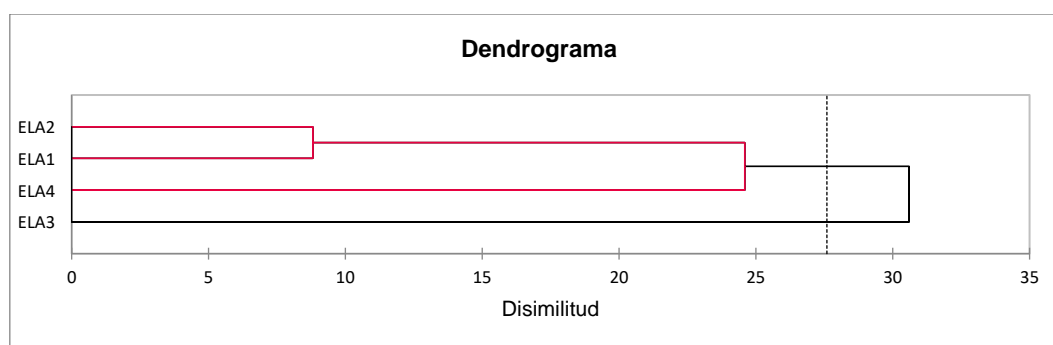


Figura 39. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de *C. aurantifolia* (Lima)

En el ACJ se observa la misma relación entre las muestras que la comentada en el ACP de la figura 38.

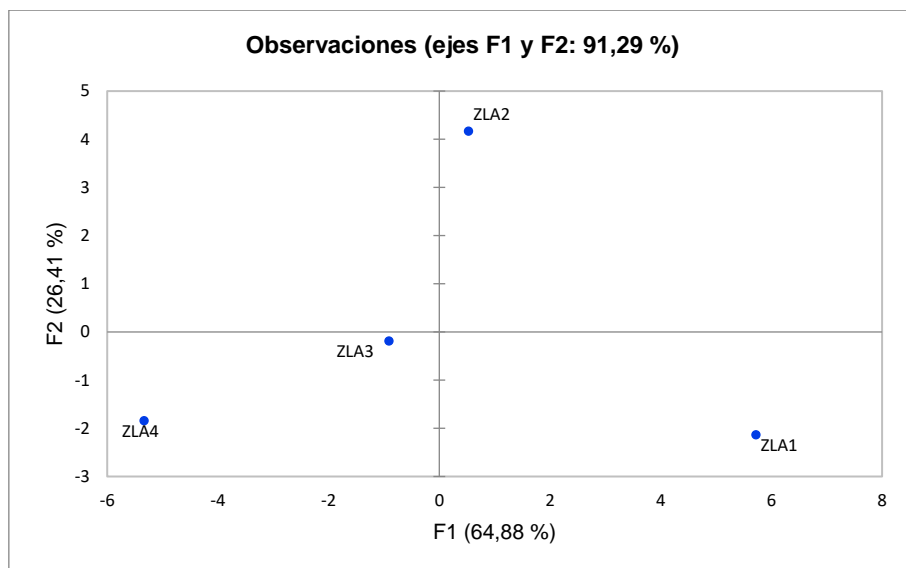


Figura 40 ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. aurantifolia* (Lima).

En el ACP de la figura 40 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 91,29%. Se observa una distribución independiente de cada muestra. La muestra ZLA1 tiene una concentración mayor de linalool y  $\alpha$ -terpineol, ZLA2 mayor nivel de limoneno, ZLO4 de acetato de nerilo y  $\gamma$ -terpineno y ZLA3 se encuentra en un punto medio entre las dos muestras anteriores.

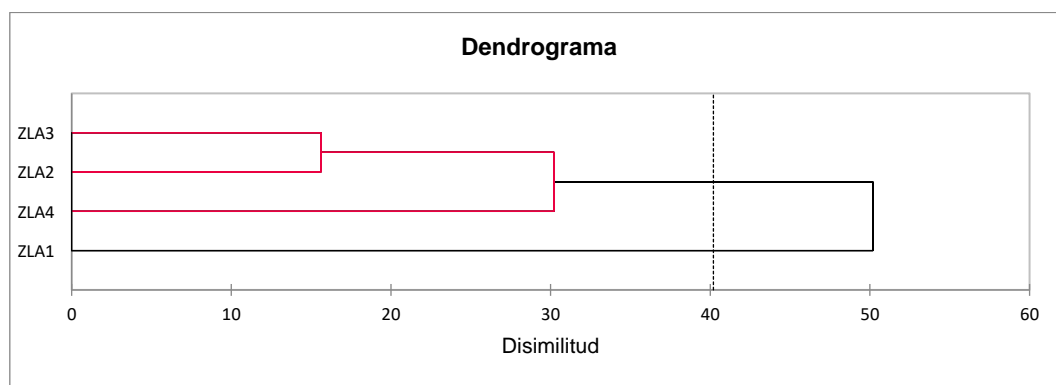


Figura 41. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de zumo de *C. aurantifolia* (Lima)

En el ACJ se observa la misma relación entre las muestras que la comentada en el ACP de la figura 40, siendo la más diferente ZLA1.

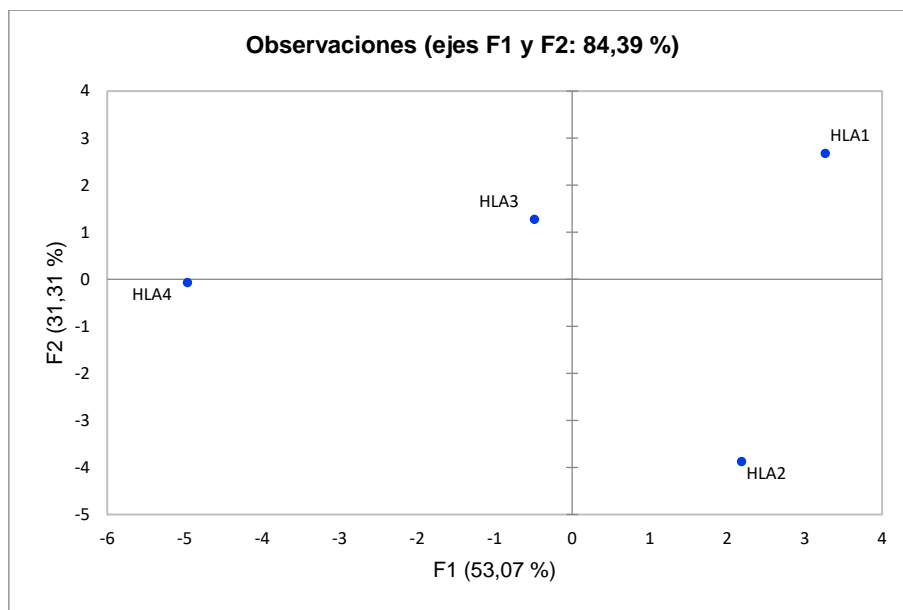


Figura 42. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. aurantifolia* (Lima).

En el ACP de la figura 42 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 84,39% y se observa cómo no forman grupo ninguna muestra. La muestra HLA1 tiene una concentración mayor de linalool y  $\alpha$ -pineno y sabineno, HLA2 mayor nivel de acetato de nerilo y (*E*)-cariofileno, HLA4 de limoneno y HLA3 se encuentra en un punto medio entre HLA1 y HLA4.

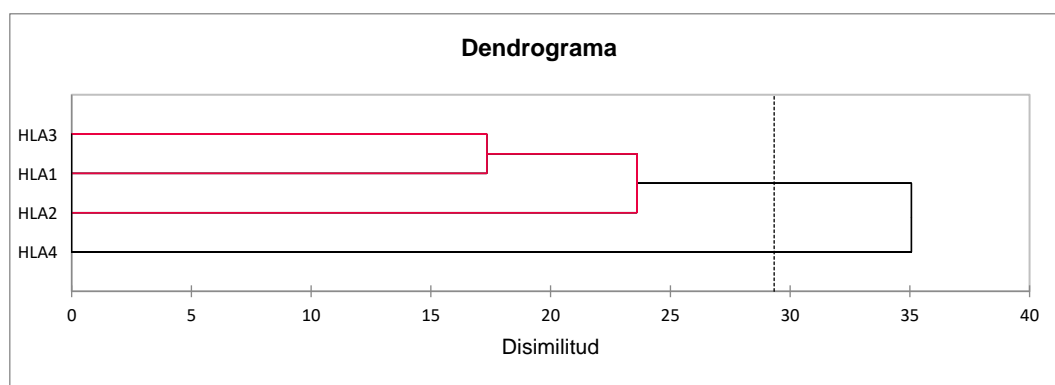


Figura 43. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de hoja de *C. aurantifolia* (Lima).

En el ACJ se observa la misma relación entre las muestras que la comentada en el ACP de la figura 42, siendo la más dispar la muestra HLA4.

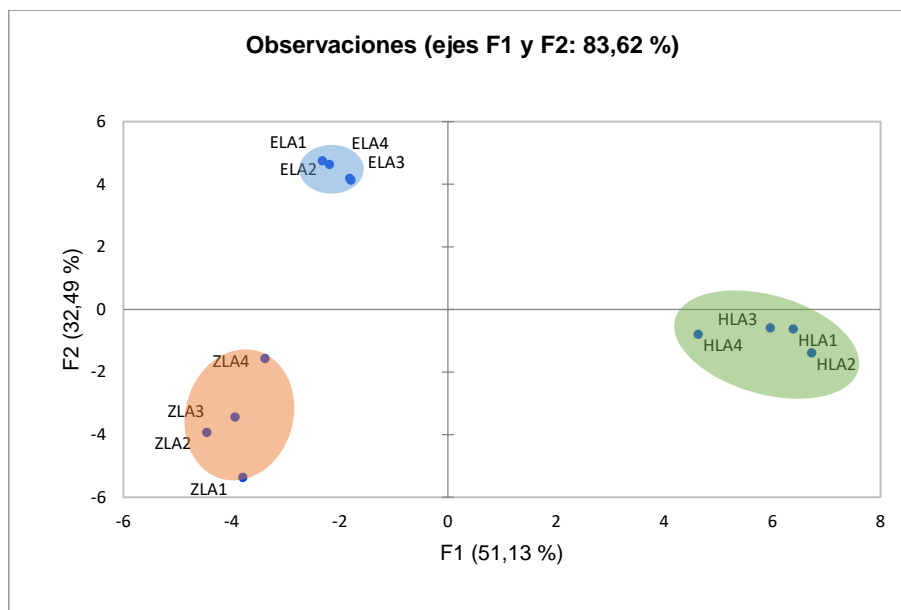


Figura 44. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. aurantifolia* (Lima).

En el ACP de la figura 44 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 83,62% se identifican tres grupos bien definidos, uno de color azul que incluye todas las muestras de exocarpo, otro de color naranja que reúne todas las de zumo y un último de color verde con las de esencia de hoja. El grupo azul esta caracterizado por  $\beta$ -pineno,  $\gamma$ -terpineno, terpinen-4-ol, el naranja por  $\alpha$ -bisaboleno y el verde por neral y geranial y sus acetatos.

#### 4.2.6. *C. mitis* (Calamondín)

El rendimiento obtenido de *C. mitis* se presenta en la tabla 46, encontrándose el menor rendimiento en diferentes muestras de zumo con un 0,02% y el máximo en una muestra de exocarpo con un 1,00%.

Tabla 46. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. mitis* (Calamondín).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
17/18	Birmania 1	1,00	0,03	---	CL1
	Birmania 2	0,66	0,02	---	CL2
18/19	Madrid 1	0,71	0,12	0,33	CL3

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 47, tabla 48 y tabla 49. Se han identificado 46 compuestos en las muestras de esencia tanto de hojas como de zumos y 82 en las de exocarpo.

El compuesto mayoritario tanto en muestras de aceite esencial de exocarpo como de zumo es limoneno entre 65,02% y 85,29% en el primer caso y entre 31,38% y 53,36% en el segundo. En la muestra correspondiente a hoja el compuesto mayoritario es  $\alpha$ -bulneseno con un 43,61%.

El tipo de compuesto mayoritario que forma la esencia de exocarpo son monoterpenos entre un 85,08% (ECL3) y un 95,73% (ECL1). En el caso de las esencias de zumo depende de la muestra encontrándose en mayor proporción monoterpenos que sesquiterpenos en ZCL1 y ZCL2, mientras que en ZCL3 ocurre a la inversa. En la muestra de hoja la mayoría son sesquiterpenos con un total de 68,16% (HCL3).

Tabla 47. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. mitis* (Calamondín). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	17/18		18/19
		ECL1	ECL2	ECL3
$\alpha$ -Tuyeno <sup>a1</sup>	930	0,03	0,71	0,03
$\alpha$ -Pinen <sup>a1</sup>	939	1,22	2,42	0,95
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,02	0,06	0,04
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,06	0,83	0,51
$\beta$ -Pinen <sup>a1</sup>	979	0,13	3,28	3,74
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	4,09	3,72	2,75
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,15	0,19	0,24
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,02	0,02	0,39
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,34	2,10	0,14
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	---	0,04
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	85,29	65,02	72,92
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,44	0,35	0,35
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,35	10,40	0,22
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,03	0,01	---
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,04	0,03	0,07
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,06	0,01	0,02
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	---	0,07	0,02
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,13	1,06	0,23
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,32	1,48	0,40
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	0,02	0,03
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,04	0,05	0,06
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	0,07	0,03	0,05
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,07	0,20	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,06	0,03	---
<i>neo-allo-ocimeno</i> <sup>a1</sup>	1144	0,05	0,05	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,09	0,08	0,05
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	0,06	---
( <i>E</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,04	0,02	0,01
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,05	0,66	0,23
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,03	---	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,47	0,51	0,51
( <i>Z</i> )- <i>dihidro</i> -Carvona <sup>a5</sup>	1192	0,03	---	---
( <i>Z</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	0,03	0,05	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,28	0,66	---
Decanal <sup>3</sup>	1201	0,55	---	0,25
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,19	0,05	0,04
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a2</sup>	1217	0,19	0,08	0,32
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,27	0,17	0,06

Compuesto	IK	17/18		18/19
		ECL1	ECL2	ECL3
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,49	0,26	0,04
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,15	0,16	0,08
Piperitona <sup>a5</sup>	1252	---	0,02	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	0,04	---
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,32	0,05	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,02	0,04	0,05
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,10	1,82	0,05
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,16	0,12	---
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,05	0,09	0,20
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,06	0,06	0,13
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,12	0,20	1,03
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,04	0,08	0,12
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	---	0,12	0,07
Acetato de geraniolo <sup>a6</sup>	1381	0,04	0,09	0,55
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,02	---	0,03
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,03	0,02	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,07	0,13	0,23
$\alpha$ -(Z)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	---	0,02	---
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	---	0,03	0,23
$\gamma$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1436	0,01	0,01	0,19
(Z)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	0,02	---	0,04
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	---	0,03	0,16
(E)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	0,03	0,03	0,09
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,05	0,15	4,75
Oxido B Cabreuva <sup>b4</sup>	1464	---	---	0,51
$\alpha$ -Acoradieno <sup>b1</sup>	1466	0,08	0,19	0,59
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,05	1,13	0,17
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,07	0,06	0,11
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,04	0,05	0,20
(Z)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1515	0,03	0,02	0,11
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,06	0,04	0,15
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,02	0,01	0,27
n-Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,08	0,09	0,31
2-metil butanoato de Geraniolo <sup>a12</sup>	1601	0,05	0,03	0,12
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	0,01	1,34
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	---	0,02	0,22
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,04	0,05	1,50
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	---	1,19
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	---	---	0,02
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,06	---	0,07
(2E,6Z)-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	0,04	0,01	0,05
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,03	0,04	0,09
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,21	0,04	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,19	0,17	0,26

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19
		ECL1	ECL2	ECL3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	92,18	87,23	81,7
Alcoholes	2	2,85	4,47	1,3
Aldehídos	3	0,17	0,26	0,13
Cetonas	5	0,28	0,08	0,06
Acetatos	6	0,16	0,41	1,65
Ésteres	7	0,04	0,08	0,12
Butanoatos	12	0,05	0,03	0,12
Total de Monoterpenos		95,73	92,56	85,08

Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19
		ECL1	ECL2	ECL3
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	0,48	1,87	6,87
Alcoholes	2	0,15	0,13	4,7
Aldehídos	3	0,25	0,05	0,05
Óxidos	4	---	---	0,51
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>0,88</b>	<b>2,05</b>	<b>12,13</b>
Otros	o			
Alcoholes	2	0,03	0,01	---
Aldehídos	3	0,6	0,11	0,48
Ésteres	7	0,02	---	0,03
Ácidos	9	0,19	0,17	0,26
Parafinas	10	0,08	0,09	0,31
<b>Total de Otros</b>		<b>0,92</b>	<b>0,38</b>	<b>1,08</b>
Fenilpropanoides	f	0,41	0,11	0,13

Tabla 48. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. mitis* (Calamondín). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados				
Compuesto	IK	17/18		18/19
		ZCL1	ZCL2	ZCL3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	---	---	0,64
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	5,48	0,66	1,00
Canfeno <sup>a1</sup>	954	---	0,28	---
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	1,20	---	---
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,29	---	---
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	1,45	---	---
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	2,44	0,11	---
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	53,36	37,38	2,38
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	0,97	1,06	1,46
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	---	---	1,36
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,88	0,45	1,48
(Z)-p-Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	---	---	0,93
(Z)-Carveol <sup>a2</sup>	1229	---	---	0,55
Neral <sup>a3</sup>	1238	---	---	0,80
Carvona <sup>a5</sup>	1242	---	---	0,48
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	---	0,49
Geranial <sup>a3</sup>	1267	---	---	0,60
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	---	0,94	1,58
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	0,47	1,57
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	---	1,33	2,88
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	1,65	2,64	3,32
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	3,25	0,53
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	1,34	1,81	2,32
2(E)-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	1,83	2,92	4,00
(Z)-p-Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	2,23	---	4,33
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	---	---	0,87
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	---	---	0,65
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	---	---	1,13
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	---	---	0,83
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	---	---	1,16
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	---	1,69	2,17
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	1,13	2,02	2,79
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	1,78	2,96
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	1,96	2,58
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	2,55	5,56	5,95
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	2,57	4,11	5,14
(E,E)- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	---	1,84	3,33

Compuesto	IK	17/18		18/19
		ZCL1	ZCL2	ZCL3
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	3,44	6,05	7,31
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	2,13	4,13	4,23
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	1,35	---	0,76
5- <i>neo</i> Cedranol <sup>b2</sup>	1685	---	1,68	0,86
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	1,61	2,97	3,42
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	1,35	1,19
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	1,78	0,93	3,75
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	2,34	3,63	4,56
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	4,46	5,67	7,72
Ácido Hexadecanoico <sup>b9</sup>	1960	2,49	1,32	3,95

B)Tipos de compuestos identificados				
Tipo de Compuestos	Superíndice	17/18		18/19
		ZCL1	ZCL2	ZCL3
Monoterpenos	a			
Hidrocarburos	1	65,22	38,43	5,38
Alcoholes	2	0,88	1,78	6,33
Aldehídos	3	---	0,47	2,97
Cetonas	5	0,97	1,06	1,94
Ésteres	7	---	3,25	0,53
Tionas	10	2,23	---	4,33
Butanoatos	12	2,13	4,13	4,23
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>71,43</b>	<b>49,12</b>	<b>25,71</b>
Sesquiterpenos	b			
Hidrocarburos	1	6,25	18,96	28,69
Alcoholes	2	1,35	3,03	2,81
Aldehídos	3	1,78	0,93	3,75
Cetonas	5	4,46	5,67	7,72
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>13,84</b>	<b>28,59</b>	<b>42,97</b>
Otros	o			
Aldehídos	3	3,48	5,56	7,32
Ácidos	9	4,83	4,95	8,51
Parafinas	10	5,05	9,02	10,73
<b>Total de Otros</b>		<b>13,36</b>	<b>19,53</b>	<b>26,53</b>
Fenilpropanoides	f	---	0,94	1,58

Tabla 49. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. mitis* (Calamondín). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	18/19 HCL3
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,09
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	1,15
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,09
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	13,18
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	0,39
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,12
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,37
$\alpha$ -Terpino <sup>a1</sup>	1017	0,10
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,15
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	4,00
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,13
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	2,59
$\gamma$ -Terpino <sup>a1</sup>	1059	0,22
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,11
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,81

Compuesto	IK	18/19 HCL3
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,18
Ácido Octadecanoico <sup>o9</sup>	1171	0,16
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,07
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,06
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,14
Carvacrol <sup>2</sup>	1299	0,08
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,11
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	2,01
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,06
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,07
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,91
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	2,37
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,62
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,28
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	0,23
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,50
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	8,77
(Z)-Muurolo-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1494	2,12
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	1,71
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	1,24
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	43,61
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	3,36
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	1,53
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	2,96
5- <i>neo</i> Cedranol <sup>b2</sup>	1685	1,13
$\beta$ -Sinensal <sup>b2</sup>	1699	1,63
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	0,16
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,10
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,12
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,11
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,09

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	18/19 HCL3
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	22,69
Alcoholes	2	1,28
Acetatos	6	2,14
Butanoatos	12	1,53
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>27,64</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	62,13
Alcoholes	2	5,82
Aldehídos	3	0,12
Cetonas	5	0,09
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>68,16</b>
Otros	o	
Alcoholes	2	0,23
Aldehídos	3	0,17
Ácidos	9	0,27
Parafinas	10	3,52
<b>Total de otros</b>		<b>4,19</b>

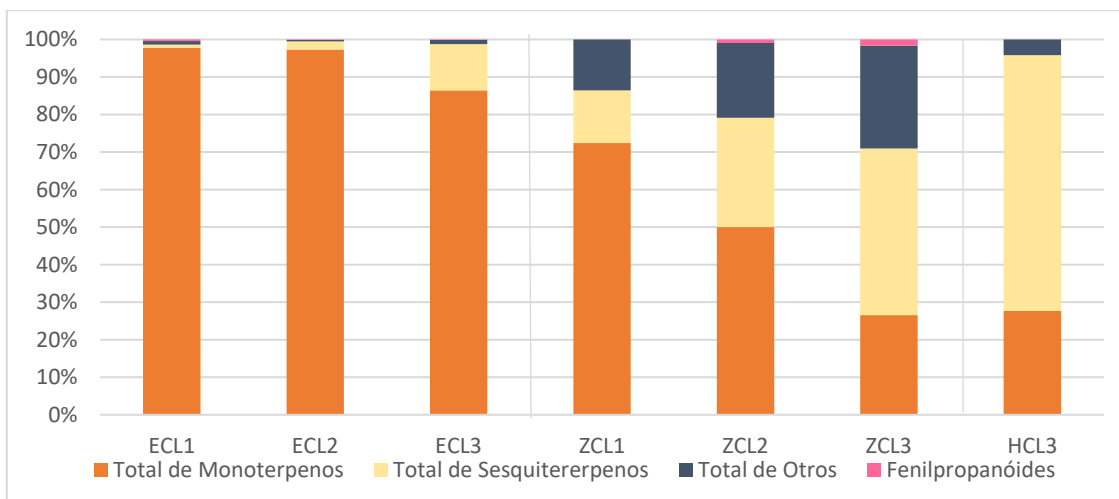


Gráfico 11. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. mitis* (Calamondín).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 47, tabla 48 y tabla 49). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 91,63% y el 93,52% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol, limonen-10-ol, acetato de citronelilo,  $\beta$ -santaleno,  $\beta$ -selineno, 10-*epi*- $\gamma$ -eudesmol, *epi*- $\alpha$ -muurolol, *epi*- $\alpha$ -cadinol  $\alpha$ -eudesmol.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 93,61% y el 99,13% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, limoneno, fenchona, terpinoleno, linalool, (*Z*)-*p*-menta-2,8-dien-1-ol, aldehído perílico, limonen-10-ol, (2*E*,4*E*)-decadienal, geraniato de metilo, acetato de citronelilo, (*Z*)-*p*-menta-8-tiol-3-ona, 2(*E*)-undecenal, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -humuleno,  $\beta$ -santaleno,  $\gamma$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, valenceno,  $\beta$ -himachaleno,  $\alpha$ -bulneseno, 2,4-tercbutilfenol,  $\beta$ -bisaboleno, *n*-hexadecano, 2-metil butanoato de geranilo,  $\alpha$ -eudesmol, 5-*neocedranol*, *n*-heptadecano, (2*Z*,6*E*)-farnesol,  $\alpha$ -sinensal, ácido tetradecanoico, nootkatona y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 94,28% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, acetato de citronelilo,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno,  $\beta$ -selineno, (*Z*)-muurola-4(14),5-dieno valenceno,  $\beta$ -himachaleno,  $\alpha$ -bulneseno, *n*-hexadecano, 2-metil butanoato de geranilo,  $\alpha$ -eudesmol, 5-*neocedranol*,  $\beta$ -sinensal, ácido tetradecanoico, nootkatona y ácido hexadecanoico.

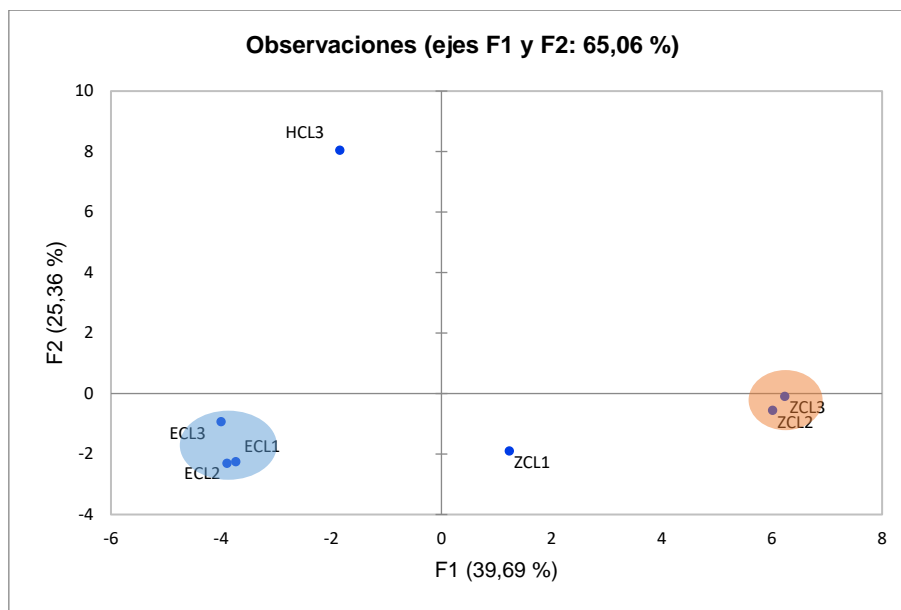


Figura 45. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. mitis* (Calamondín).

En el ACP de la figura 45 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 65,06% y se observan dos grupos y dos muestras independientes, situándose cada tipo de muestra en un cuadrante diferente. El grupo de color azul reúne a todas las muestras de exocarpo caracterizadas por limoneno y  $\beta$ -mirceno, mientras que el grupo naranja corresponde a las muestras de zumo definidas por 2-metil butanoato de geranilo, nootkatona, ácido tetradecanoico y hexadecanoico, la excepción es la muestra de zumo ZCL1 que se encuentra entre los dos grupos formados. La muestra restante es la de hoja HCL3 por los altos niveles de  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -selineno y  $\alpha$ -bulneseno y bajos niveles de limoneno.

#### 4.2.7. *C. x floridana* (Limequat)

El rendimiento obtenido de *C. x floridana* se presenta en la tabla 50, encontrándose el menor rendimiento tanto en muestra de zumo como de hoja con un 0,05% y el máximo en la muestra de exocarpo con un 0,89%.

Tabla 50. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. x floridana* (Limequat).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
18/19	Valencia 2	0,89	0,05	0,05	LQ1

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 51, tabla 52 y tabla 53. Se han identificado 57, 64 y 70 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de exocarpo, hojas y zumos respectivamente.

El compuesto mayoritario tanto en la esencia analizada de exocarpo como de zumo es limoneno, con un 60,74% en el primer caso y un 51,92% en el segundo. En la muestra de hoja el compuesto mayoritario es elemol con un 24,54%

Tanto en la esencia de exocarpo como la de zumo el tipo de compuesto mayoritario corresponde a monoterpenos mientras que en la esencia de hoja se encuentran en mayor proporción sesquiterpenos.

Tabla 51. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. x floridana* (Limequat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 ELQ1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,07
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,90
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,25
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,69
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	12,23
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,22
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,27
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,17
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,73
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	60,74
(Z)- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,15
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,93
(Z)-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,03
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,03
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,08
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,42
<i>exo</i> -Fenchol <sup>a2</sup>	1121	0,23
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,10
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,02
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,19
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,07
(E)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,06
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,19
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	2,75
<i>p</i> -Menta-1(7),2-dien-8-ol <sup>a2</sup>	1189	5,29
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,04
Decanal <sup>a3</sup>	1201	0,05
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,01
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,02
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,06
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,04
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,28
Carvona <sup>a5</sup>	1243	0,03
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,03
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,28
<i>n</i> -Decanol <sup>o2</sup>	1269	0,06
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,03
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,08
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,35
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,05
$\beta$ -Elemol <sup>b1</sup>	1389	0,06

Compuesto	IK	19/20 ELQ1
<i>n</i> -Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	0,02
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,50
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	0,04
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,36
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,08
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,04
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	3,76
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	0,05
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,58
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,22
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,08
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,03
1- <i>epi</i> -Cubeno <sup>b2</sup>	1628	0,38
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,14
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,38
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,04

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 ELQ1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	82,46
Alcoholes	2	9,48
Aldehídos	3	0,7
Cetonas	5	0,04
Acetatos	6	0,48
Butanoatos	12	0,03
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>93,19</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	5,69
Alcoholes	2	1,02
Cetonas	5	1,43
Isovaleratos	13	1,65
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>9,79</b>
Otros	o	
Alcoholes	2	0,06
Fenoles	8	0,27
Ácidos	9	0,09
<b>Total de otros</b>		<b>0,42</b>
Aminobenzoicos	c	0,02

Tabla 52. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. x floridana* (Limequat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 ZLQ1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,03
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,10
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,35
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,40
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	5,36
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,40
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,36
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,66
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	1,58
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	51,92
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,11
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	1,13

Compuesto	IK	19/20 ZLQ1
(Z)-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,56
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,56
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	3,39
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,10
<i>exo</i> -Fencho <sup>a2</sup>	1121	0,34
1-Terpineol <sup>a2</sup>	1133	0,35
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	1,68
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,20
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,22
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,98
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	8,59
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	1,28
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,11
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,09
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,09
Acetato de bornilo <sup>a6</sup>	1285	0,05
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,04
Acetato de $\alpha$ -Terpinilo <sup>a6</sup>	1349	0,15
(Z)- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,06
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,29
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,04
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,08
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,07
$\alpha$ -(Z)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	0,08
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,67
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	0,12
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,76
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,07
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,23
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,21
Muurola-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1493	2,64
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,23
$\alpha$ -Selineno <sup>b1</sup>	1498	0,14
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,67
$\alpha$ -Muurolo <sup>b1</sup>	1500	0,48
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,12
( <i>E,E</i> )- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	0,52
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	1,43
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	1,07
BHT <sup>o8</sup>	1515	0,27
Nootkateno <sup>b1</sup>	1518	0,06
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,15
( <i>E</i> )- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	0,07
Rosifoliol <sup>b2</sup>	1600	0,18
Guaiol <sup>b2</sup>	1600	0,25
Junenol <sup>b2</sup>	1619	0,92
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,49
1- <i>epi</i> Cubenol <sup>b2</sup>	1628	0,52
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,16
<i>epi</i> - $\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1642	0,85
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	0,06
3-Tuyopsanona <sup>b5</sup>	1654	0,44
7- <i>epi</i> - $\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1663	0,20
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,11
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,04
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,09
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,99

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 ZLQ1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	69,35
Alcoholes	2	14,34
Aldehídos	3	0,11
Acetatos	6	0,48
Tionas	10	0,06
Total de Monoterpenos		84,34
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	9,71
Alcoholes	2	3,78
Aldehídos	3	---
Óxidos	4	---
Cetonas	5	1,43
Isovaleratos	13	1,65
Total de Sesquiterpenos		16,57
Otros	o	
Fenoles	8	0,27
Ácidos	9	0,09
Total de otros		0,36

Tabla 53. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. x floridana* (Limequat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 HLQ1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	0,11
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,06
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,13
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	0,47
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,68
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	2,25
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,05
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	1,17
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,19
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	4,56
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,08
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,01
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,11
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,07
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,03
Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,06
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,02
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,02
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,05
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,04
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,02
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,01
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,02
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,03
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,01
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,02
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,10
( <i>2E,4E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,09
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	2,16
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,02
( <i>2E</i> )-Undecenal <sup>o3</sup>	1360	0,01

Compuesto	IK	19/20 HLQ1
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,25
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,03
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,08
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,91
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	0,08
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	6,36
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,05
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	1,31
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	0,31
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,09
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	0,03
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,64
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	14,11
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,21
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	1,28
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	0,19
Elemol <sup>b2</sup>	1549	24,54
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	0,39
Isovalerato de Nerilo <sup>b13</sup>	1583	1,65
$\beta$ -Atlantol <sup>b2</sup>	1608	2,61
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	1,19
( <i>E</i> )- $\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1642	1,25
$\beta$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1650	2,95
2- <i>epi</i> - $\beta$ -Cedren-3-one <sup>b5</sup>	1645	12,88
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	11,15
7- <i>epi</i> - $\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1663	0,76
<i>B</i> -Eudesma-4(15),7-dien-1-ol <sup>b2</sup>	1688	1,40
$\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1685	0,22
Eudesm-7(11)-en-4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,15
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,07
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,06
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,12

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20HLQ1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	9,88
Alcoholes	2	0,44
Aldehídos	3	0,04
Óxidos	4	0,08
Cetonas	5	0,01
Acetatos	6	2,44
<b>Total de monoterpenos</b>		<b>12,89</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	25,96
Alcoholes	2	46,35
Cetonas	5	12,88
Isovaleratos	13	1,65
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>86,84</b>
Otros	o	
Aldehídos	3	0,12
Ésteres	7	0,08
Ácidos	9	0,12
<b>Total de Otros</b>		<b>0,32</b>

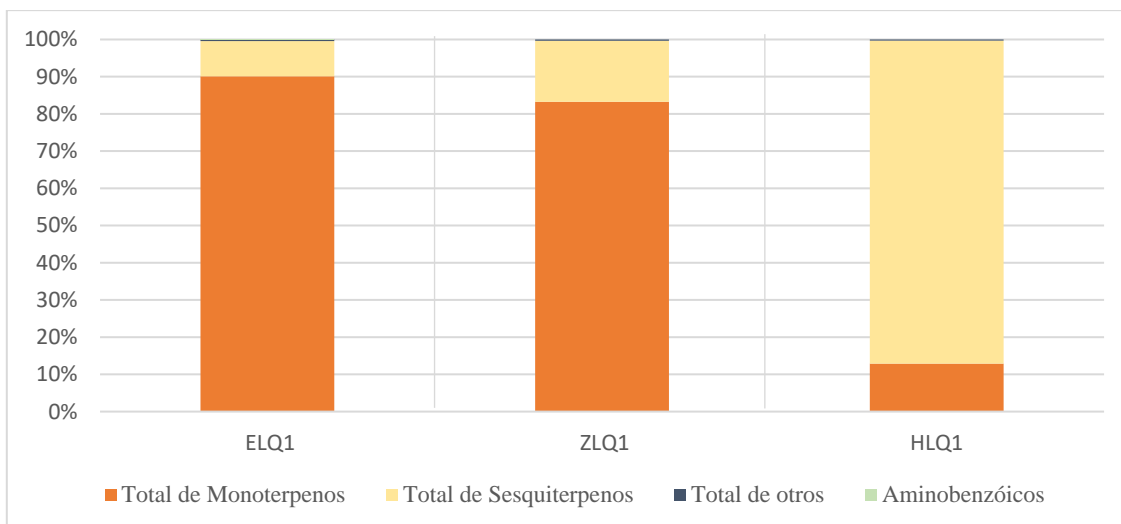


Gráfico 12. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. x floridana* (Limequat).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 51, tabla 52 y tabla 53). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 92,59% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, terpinen-4-ol, *p*-menta-1(7),2-dien-8-ol y  $\beta$ -selineno.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 86,13% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, (*Z*)- $\beta$ -terpineol, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineol, muurolo-4(14),5-dieno,  $\beta$ -bisaboleno,  $\gamma$ -cadineno, junenol y nootkatona.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 86,13% del total de su composición:  $\delta$ -3-careno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, acetato de citronelilo,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -humuleno,  $\beta$ -selineno,  $\delta$ -cadineno, elemol, isovalerato de nerilo,  $\beta$ -atlantol,  $\gamma$ -eudesmol, (*E*)- $\alpha$ -muurolol,  $\beta$ -eudesmol, 2-*epi*- $\beta$ -cedren-3-ona y ácido hexadecanoico.

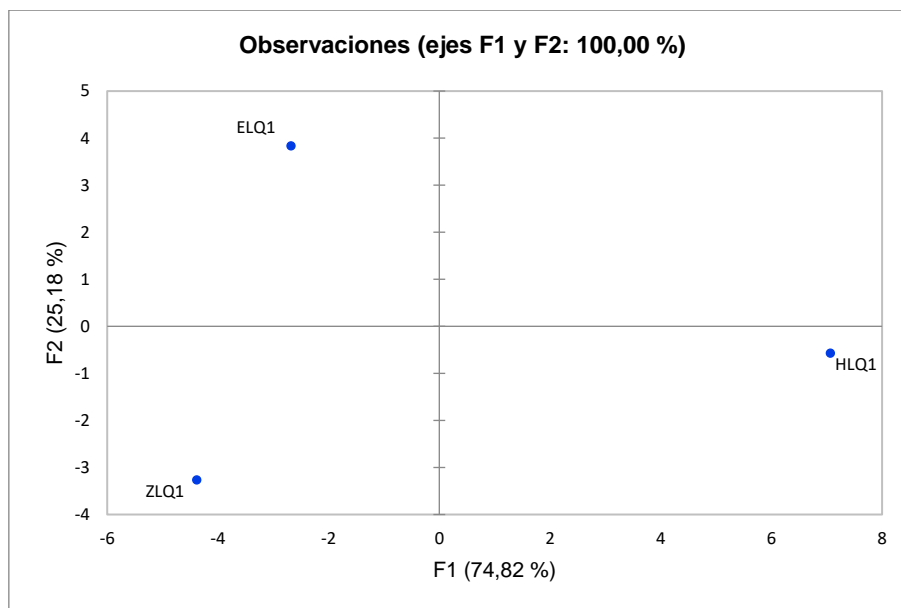


Figura 46. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. x floridana* (Limequat).

En el ACP de la figura 46 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 100% se observa como cada tipo de muestra se sitúa en un cuadrante diferente al de las otras, en el caso de ELQ1 por los niveles de  $\beta$ -pineno y *p*-menta-1(7),2-dien-8-ol, en el de ZLQ1 por los de diferentes terpinenos como terpinoleno o  $\alpha$ -terpineol, y en el caso de HLQ1 por los de  $\delta$ -3-careno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno y diferentes sesquiterpenos.

#### 4.2.8. *C. x bergamia* (Bergamota)

El rendimiento obtenido de *C. x bergamia* se presenta en la tabla 54, encontrándose el menor rendimiento en la muestra de zumo con un 0,02% y el máximo en la muestra de hoja con un 1,31%.

Tabla 54. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. x bergamia* (Bergamota).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
19/20	Valencia 1	1,19	0,02	1,31	B1

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 55, tabla 56 y tabla 57. Se han identificado 53, 61 y 63 compuestos en las muestras de aceite esencial analizadas de exocarpo, zumo y hoja respectivamente.

El compuesto mayoritario en exocarpo y hoja es linalool con un 29,32% y un 24,75%, mientras que en zumo se encuentra en mayor proporción limoneno con un 25,44%. Además, en todos los tipos de muestra la mayor parte de la esencia está formada por monoterpenos 61,86% en esencia de zumo y 94,29% en esencia de hoja.

Tabla 55. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. x bergamia* (Bergamota). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 EBI
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,09
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	0,64
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,03
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,23
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	2,18
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,36
( <i>E</i> )-Óxido de deshidroxilinalool <sup>a4</sup>	993	0,08
Octanal <sup>o3</sup>	998	0,24
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,27
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	8,66
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,30
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	1,22
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	2,76
( <i>Z</i> )-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,10
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,03
Linalool <sup>a2</sup>	1096	29,32
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,06
( <i>E</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,15
( <i>Z</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	0,01
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,04
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	1,17
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	0,05
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	11,79
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	1,80
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,51
Nerol <sup>a2</sup>	1229	0,17
Neral <sup>a3</sup>	1238	4,75
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	7,53
Acetato de linalilo <sup>a6</sup>	1257	10,63
Geranial <sup>a3</sup>	1267	1,35
1H-Indol <sup>a2</sup>	1291	0,06
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,04
Undecanal <sup>o3</sup>	1306	0,17
Tiglatos de hexilo <sup>o7</sup>	1332	0,01
Nerolatos de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,36
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	3,30
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	5,33
$\alpha$ -( <i>Z</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	0,04
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,19
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,17
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	0,05
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,36
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,05
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,01
Nootkateno <sup>b1</sup>	1518	0,10
( <i>Z</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	0,07
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,03
$\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1646	0,03
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,05
( <i>2Z,6E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,03
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,02
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,76
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,22

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 EB1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	8,66
Alcoholes	2	52,13
Aldehídos	3	6,67
Óxidos	4	0,08
Acetatos	6	19,26
Ésteres	7	0,36
Propanoatos	9	1,01
Total de Monoterpenos		88,17
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	0,96
Alcoholes	2	0,21
Cetonas	5	0,76
Total de Sesquiterpenos		1,93
Otros	o	
Aldehídos	3	0,41
Ésteres	7	0,01
Ácidos	9	0,24
Total de otros		0,66

Tabla 56. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. x bergamia* (Bergamota). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 BZ1
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	0,45
Sabineno <sup>a1</sup>	975	1,03
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	0,47
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,06
$\delta$ -2-Careno <sup>a1</sup>	1002	0,21
1,4-Cineol <sup>a1</sup>	1014	0,10
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,13
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	25,44
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	0,40
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,15
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,83
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	4,60
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,89
Linalool <sup>a2</sup>	1096	7,61
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	0,26
1-Terpineol <sup>a2</sup>	1133	0,13
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,47
<i>neo</i> -Tujan-3-ol <sup>a2</sup>	1153	0,66
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,79
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,45
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	7,77
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,82
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,10
Acetato de Octanilo <sup>o6</sup>	1213	0,40
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,18
( <i>Z</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1229	4,33
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,85
Propanoato de linalool <sup>a9</sup>	1337	0,31
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	1,26
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	1,91
Acetato de decilo <sup>o7</sup>	1408	0,43

Compuesto	IK	19/20 BZ1
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,47
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,72
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	5,91
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	0,34
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,29
Propanoato de Nerilo <sup>a9</sup>	1454	0,70
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,20
$\alpha$ -Acoradieno <sup>b1</sup>	1466	0,22
( <i>Z</i> )-Muurolo-4(14),5-dieno <sup>b1</sup>	1466	1,70
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,24
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,70
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,86
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	9,71
BHT <sup>o8</sup>	1515	0,13
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,26
( <i>E</i> )- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	0,56
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	0,11
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	0,38
Carifilenol <sup>b2</sup>	1572	0,13
Junenol <sup>b2</sup>	1619	0,12
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,06
Óxido de nerolidol <sup>b4</sup>	1640	0,11
<i>epi</i> - $\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1642	0,46
3-Tujopsanona <sup>b5</sup>	1654	0,38
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,42
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1684	1,06
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,09
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	1,32
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,36
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1960	5,50

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 BZ1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	33,31
Alcoholes	2	23,47
Aldehídos	3	0,85
Acetatos	6	3,17
Propanoatos	9	1,01
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>61,81</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	23,2
Alcoholes	2	1,19
Aldehídos	3	1,15
Óxidos	4	0,11
Cetonas	5	0,74
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>26,39</b>
Otros	o	
Aldehídos	3	0,57
Acetatos	6	0,4
Ésteres	7	0,43
Fenoles	8	0,13
Ácidos	9	6,82
<b>Total de Otros</b>		<b>8,35</b>

Tabla 57. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. x bergamia* (Bergamota). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	19/20 BH1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02
$\alpha$ -Pino <sup>a1</sup>	939	0,64
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,06
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,25
$\beta$ -Pino <sup>a1</sup>	979	1,26
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	3,51
<i>n</i> -Octanal <sup>o3</sup>	998	0,03
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,02
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,28
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,09
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	4,52
$\beta$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1029	1,40
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,10
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	2,84
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,21
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,12
Linalool <sup>a2</sup>	1096	24,75
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,02
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,18
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,27
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	9,96
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	2,72
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	1,47
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,38
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,35
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,04
Acetato de linalilo <sup>a6</sup>	1257	19,95
Geraniol <sup>a3</sup>	1267	2,99
Nerolato de metilo <sup>a7</sup>	1282	2,12
Acetato de Isobornilo <sup>a6</sup>	1285	0,02
<i>p</i> -Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	0,02
$\rho$ -vinyl-Guaiacol <sup>f</sup>	1309	0,19
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	0,01
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	0,17
Acetato de $\alpha$ -terpinilo <sup>a6</sup>	1349	0,24
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	4,68
Acetato de geraniol <sup>a6</sup>	1381	7,76
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,69
$\alpha$ -( <i>E</i> )-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	0,22
Propanoato de Nerilo <sup>a9</sup>	1454	0,04
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,25
( <i>E</i> )- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	0,02
( <i>Z</i> )-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1463	0,01
( <i>E</i> )-Cadina-1(6),4-dieno <sup>b1</sup>	1476	0,02
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,82
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	0,48
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,08
( <i>Z</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	0,46
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	0,02
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	0,02
Viridiflorol <sup>b2</sup>	1592	0,07
Guaiol <sup>b2</sup>	1600	0,11
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,06
( <i>E</i> )- $\alpha$ -Muurolol <sup>b2</sup>	1642	0,05

Compuesto	IK	19/20 BH1
$\alpha$ -Muurolo <sup>b2</sup>	1646	0,01
2- <i>epi</i> - $\beta$ -Cedren-3-one <sup>b5</sup>	1645	0,26
$\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1654	0,04
(2 <i>E</i> ,6 <i>Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1684	0,08
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	0,18
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,02
(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	0,11
Ácido tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,03
Ácido hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,20

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	19/20 BH1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	16,32
Alcoholes	2	39,63
Aldehídos	3	3,52
Acetatos	6	32,65
Ésteres	7	2,13
Formiatos	8	0,04
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>94,29</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	3,78
Alcoholes	2	1,13
Aldehídos	3	0,08
Cetonas	5	0,26
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>5,25</b>
Otros	o	
Aldehídos	3	0,03
Ácidos	9	0,23
<b>Total de Otros</b>		<b>0,26</b>
Fenilpropanoides	f	0,19

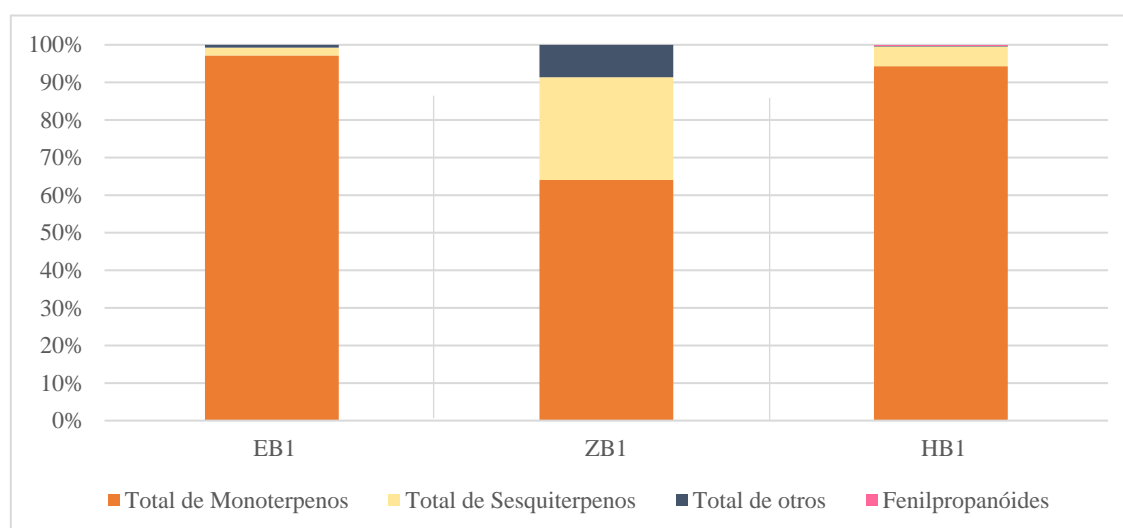


Gráfico 13. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. x bergamia* (Bergamota).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 55, tabla 56 y tabla 57). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de entre el 94,17% del total de su composición:  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineol, neral, geraniol, acetato de linalilo, geranial, acetato de nerilo y acetato de geranilo.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de entre el 83,81% del total de su composición: sabineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool,  $\alpha$ -terpineol, (*E*)-carveol, acetato de nerilo, acetato de geranilo, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -(*E*)-bergamoteno, (*Z*)-muurolo-4(14),5-dieno,  $\beta$ -bisaboleno, (*2E,6Z*)-farnesal, ácido tetradecanoico y ácido hexadecanoico.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de entre el 92,72% del total de su composición:  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, 1,8-cineol, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, terpinoleno, linalool,  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpineol, (*E*)-carveol, acetato de linalilo, geranial, *n*-decanol, acetato de nerilo, acetato de geranilo y (*E*)-cariofileno.

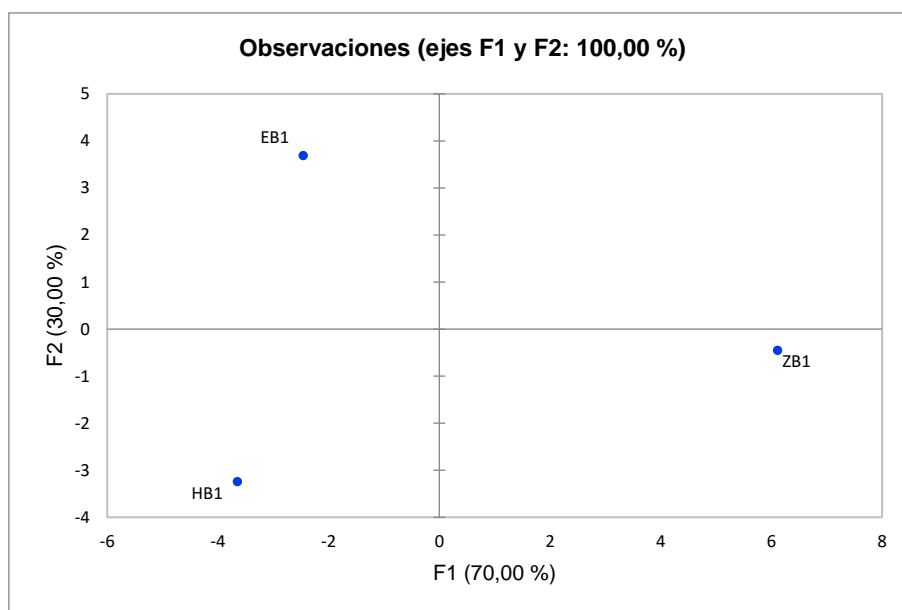


Figura 47. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. x bergamia* (Bergamota).

En el ACP de la figura 47 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 100% y se observa como cada muestra se sitúa en un cuadrante diferente al de las otras, en el caso de EB1 por los niveles de neril y geraniol, en el de ZB1 por los de limoneno,  $\alpha$ -(E)-bergamoteno y ácido hexadecanoico, y en el caso de HB1 por los de  $\beta$ -mirceno y acetatos de nerilo y geraniol.

### 4.3. Análisis Químico y Estadístico de *C. junos* (Yuzu)

El rendimiento obtenido de *C. junos* se presenta en la tabla 58, encontrándose el menor rendimiento en la muestra de zumo con un 0,01% y el máximo en la muestra de exocarpo con un 0,29%.

Tabla 58. Rendimiento de Aceite Esencial de *C. junos* (Yuzu).

Temporada	Origen	E	Z	H	Correspondencia
18/19	Valencia 1	0,29	0,01	0,27	Y1

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales se presentan a continuación en las tablas 59, tabla 60 y tabla 61. Se han identificado 60 compuestos en las muestras de exocarpo mientras que tanto en el aceite esencial de zumo como en hoja se han encontrado 65 compuestos.

Los compuestos mayoritarios son limoneno y  $\gamma$ -terpineno con un 59,94% y un 12,07% en la muestra de exocarpo y en la de zumo con un 50,42% y un 10,91% respectivamente, y en el caso de la muestra de hoja los mayoritarios son el linalool con un 19,34% y  $\gamma$ -terpineno con un 12,85%.

En todos los tipos de muestra la mayor parte de la esencia está formada por monoterpenos 77,48% en esencia de zumo y 96,74% en esencia de exocarpo.

Tabla 59. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de *C. junos* (Yuzu). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Clasificación. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	18/19 EY1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,44
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,94
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,04
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,18
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	1,09
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	2,86
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	1,23
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,02
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,78
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	1,88
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	59,94

Compuesto	IK	18/19 EY1
(Z)- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,43
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	12,07
(Z)-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,07
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,26
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,05
Linalool <sup>a2</sup>	1096	6,33
<i>exo</i> -Fenchol <sup>a2</sup>	1121	0,04
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,12
(Z)- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,02
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,10
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,21
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,03
( <i>E</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,02
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,02
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,99
( <i>E</i> )-Isocitral <sup>a3</sup>	1180	0,02
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,84
<i>p</i> -menta-1(7),2-dien-8-ol <sup>a2</sup>	1189	0,02
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,05
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,04
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,10
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,06
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,03
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,10
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,06
Carvona <sup>a5</sup>	1243	0,04
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,26
Aldehído perfílico <sup>f</sup>	1271	0,04
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	1,70
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,06
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	0,03
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,19
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,01
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,07
<i>n</i> -Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	0,05
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,28
$\gamma$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1436	0,07
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,55
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	0,05
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,12
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,10
Isobutanoato de nerilo <sup>a11</sup>	1491	0,05
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,05
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,17
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,23
(Z)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1515	0,16
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,12
( <i>E</i> )- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	0,14
Elemol <sup>b2</sup>	1549	0,17
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	0,14
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,11
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,04
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,06
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	0,11
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,33
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,02

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	18/19 EY1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	84,21
Alcoholes	2	11,96
Aldehídos	3	0,17
Cetonas	5	0,14
Acetatos	6	0,19
Isobutanoatos	11	0,03
Butanoatos	12	0,04
Total de Monoterpenos		96,74
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	2,5
Alcoholes	2	0,55
Aldehídos	3	0,05
Total de Sesquiterpenos		3,1
Otros	o	
Aldehídos	3	0,04
Ésteres	7	0,01
Parafinas	10	0,11
Total de Otros		0,05
Aminobenzoicos	c	0,05
Fenilpropanoides	f	0,07

Tabla 60. Composición de Aceites Esenciales de Zumo de *C. junos* (Yuzu). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ .

IK: Índice de Kovats.

A)Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	18/19 ZY1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,10
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	0,73
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,05
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,30
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,36
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,47
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,54
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,10
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,50
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	1,00
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	50,42
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,51
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	10,91
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,29
<i>m</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,63
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	1,21
Linalool <sup>a2</sup>	1096	1,92
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	0,11
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,11
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,44
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,24
<i>neo</i> -Tujan-3-ol <sup>a2</sup>	1153	0,12
<i>iso</i> -Isopulegol <sup>a2</sup>	1159	0,03
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,05
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,39
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,04
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	2,97
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,24
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,12
Acetato de Octanol <sup>o5</sup>	1213	0,12

Compuesto	IK	18/19 ZY1
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,11
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,09
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,13
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,14
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,04
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,23
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,35
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,18
Undecanal <sup>o3</sup>	1306	0,05
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,12
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	0,18
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,03
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,05
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	1,54
Acetato de geraniolo <sup>a6</sup>	1381	0,08
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	8,54
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,60
Metil Eugenol <sup>f</sup>	1403	0,13
Acetato de decilo <sup>o7</sup>	1408	0,07
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	0,22
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,91
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	3,82
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,05
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,32
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	1,65
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,19
$\alpha$ -Bulneseno <sup>b1</sup>	1509	0,57
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	0,63
2-metil butanoato de Geraniolo <sup>a12</sup>	1601	0,35
5- <i>neocedranol</i> <sup>b2</sup>	1685	0,96
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,28
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,08
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,10
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,12
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,06

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	18/19ZY1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	68,94
Alcoholes	2	7,43
Aldehídos	3	0,6
Acetatos	6	0,16
Butanoatos	12	0,35
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>77,48</b>
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	20,22
Alcoholes	2	1,04
Aldehídos	3	0,38
Cetonas	5	0,06
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>21,7</b>
Otros	o	
Aldehídos	3	0,29
Cetonas	5	0,12
Ácidos	9	0,12
<b>Total de Otros</b>		<b>0,6</b>
Fenilpropanoides	f	0,21

Tabla 61. Composición de Aceites Esenciales de Hoja de *C. junos* (Yuzu). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados		
Compuesto	IK	18/19 HY1
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,70
$\alpha$ -Pineno <sup>a1</sup>	939	1,68
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,04
Sabineno <sup>a1</sup>	975	4,78
$\beta$ -Pineno <sup>a1</sup>	979	1,82
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	1,54
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,98
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	1,36
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	1,17
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	7,34
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	10,40
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	0,37
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	7,21
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	12,85
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	0,33
( <i>Z</i> )-Óxido de Linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,02
<i>M</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1085	5,94
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	2,60
Linalool <sup>a2</sup>	1096	19,34
<i>p</i> -Menta-1,5,8-trieno <sup>a1</sup>	1119	0,10
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,21
Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,05
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,74
Alcanfor <sup>f</sup>	1146	0,16
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,95
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,09
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	2,85
<i>p</i> -metil-Acetofenona <sup>f</sup>	1182	0,08
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,80
( <i>Z</i> )- <i>d</i> ihidro-Carvona <sup>a5</sup>	1192	0,03
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,10
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,23
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,10
( <i>E</i> )-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	0,02
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,01
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	0,17
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,59
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,08
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,53
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,02
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	1,72
( <i>2E,4E</i> )-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,01
Piperitenona <sup>a5</sup>	1343	0,03
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,01
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	0,03
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,35
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,04
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	3,72
<i>n</i> -Metilntranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	0,98
( <i>E</i> )-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	1,15
Aromadendreno <sup>b1</sup>	1441	0,67
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,01
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,08
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	0,20

Compuesto	IK	18/19 HY1
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,02
$\beta$ -Himachaleno <sup>b1</sup>	1500	0,04
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,36
2-metil butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	0,03
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b1</sup>	1653	0,05
5- <i>neocedranol</i> <sup>b1</sup>	1685	0,05
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,03
<i>n</i> -Heptadecano <sup>o10</sup>	1700	0,02
(2 <i>Z</i> ,6 <i>E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	0,02
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	2,00
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,02

B)Tipos de compuestos identificados		
Tipo de Compuestos	Superíndice	18/19HY1
Monoterpenos	a	
Hidrocarburos	1	60,88
Alcoholes	2	26,62
Aldehídos	3	1,67
Cetonas	5	0,07
Acetatos	6	0,4
Tionas	10	0,03
Butanoatos	12	0,03
Total de Monoterpenos		89,7
Sesquiterpenos	b	
Hidrocarburos	1	5,99
Alcoholes	2	0,02
Aldehídos	3	2,03
Total de Sesquiterpenos		8,04
Otros	o	
Alcoholes	2	0,33
Aldehídos	3	0,24
Ácidos	9	0,02
Parafinas	10	0,38
Total de Otros		1,35
Fenilpropanoides	f	0,24

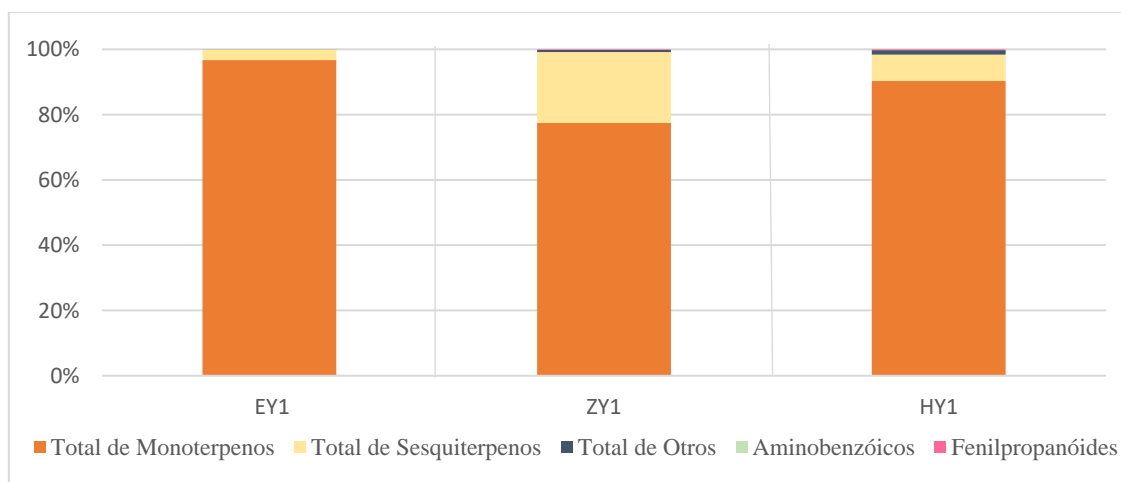


Gráfico 14. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de *C. junos* (Yuzu).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 59, tabla 60 y tabla 61). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo manteniendo la representación de 92,93% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno, *p*-cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol y limonen-10-ol.

-En muestras de zumo manteniendo la representación de 92,93% del total de su composición:  $\beta$ -mirceno, *p*-cimeno, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool,  $\alpha$ -terpineol,  $\alpha$ -copaeno,  $\beta$ -cubebeno, (*E*)-cariofileno,  $\beta$ -gurjuneno,  $\beta$ -selineno, y 5-*neocedranol*.

-En muestras de hoja manteniendo la representación de 92,37% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -felandreno,  $\delta$ -3-careno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, *m*-cimeno, terpinoleno, linalool, citronelal, terpinen-4-ol, limonen-10-ol,  $\beta$ -elemeno, *n*-metilantranilato de metilo, (*E*)-cariofileno y  $\alpha$ -sinensal.

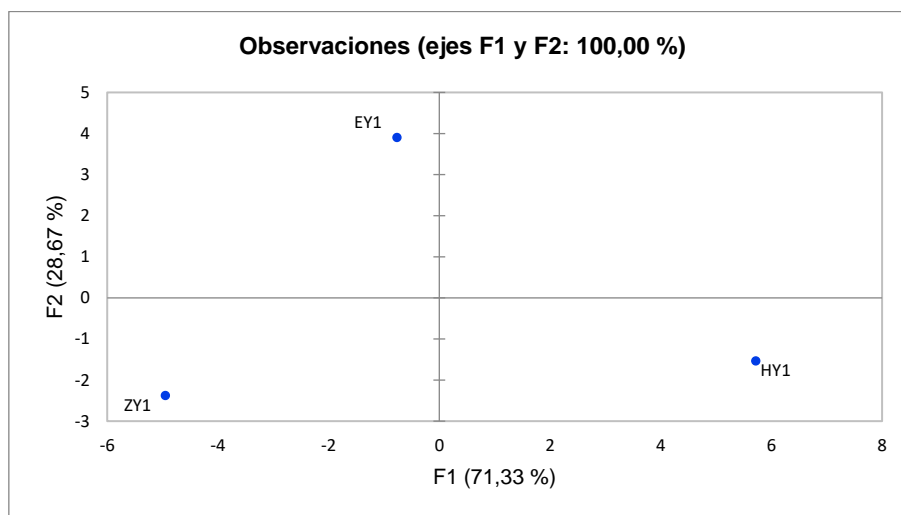


Figura 48. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja de *C. junos* (Yuzu).

En el ACP realizado con los diferentes tipos de muestra el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 100% y se observa como cada una se sitúa en un cuadrante diferente al de las otras, en el caso de EY1 por los niveles de limoneno y  $\beta$ -mirceno, en el de ZY1 por los de  $\beta$ -cubebeno y  $\beta$ -gurjuneno, y en el caso de HY1 por los de linalool y  $\gamma$ -terpineno.

#### 4.4. Análisis Químico y Estadístico del Aceite Esencial obtenido hasta Agotamiento de Muestras

El rendimiento obtenido hasta agotamiento de la muestra se presenta en la tabla 62, encontrándose el menor rendimiento total en cidra o pampelmusa con un 0,60% (EC4T) y un 0,63% (EP2T) respectivamente y el mayor rendimiento total en calamondín EC1T llegando a 4,20%.

Además, la mayor diferencia entre el rendimiento obtenido tras 8 horas de destilación, rendimiento 0, y el rendimiento total hasta agotamiento se observa en las muestras de mandarina EM8T llegando a ser 20 veces superior y de pampelmusa EP1T siendo 15 veces superior.

Tabla 62. Rendimiento de Aceite Esencial hasta Agotamiento.

Especie	muestra	Rendimiento 0	Rendimiento Total
<i>C. reticulata</i> (Mandarina)	EM8T	0,11	2,23
	EM10T	0,39	3,14
<i>C. maxima</i> (Pampelmusa)	EP1T	0,16	2,43
	EP2T	0,55	0,63
<i>C. medica</i> (Cidra)	EC3T	0,20	0,94
	EC4T	0,13	0,60
<i>C. hystrix</i> (Lima Kaffir)	ELK2T	1,31	2,69
<i>C. japonica</i> (Kumquat)	EK2T	0,60	2,32
<i>C. x aurantium</i> (Naranja Amarga)	EA4T	0,64	3,35
	EA5T	0,34	1,36
<i>C. sinensis</i> (Naranja Dulce)	ED7T	0,27	1,87
	ED8T	0,42	0,79
<i>C. paradisi</i> (Pomelo)	EG3T	0,40	1,68
<i>C. limon</i> (Limón)	ELO11T	0,32	2,02
<i>C. aurantifolia</i> (Lima)	ELA3T	0,49	1,53
	ELA4T	0,52	1,61
<i>C. mitis</i> (Calamondín)	EC1T	1,00	4,20
	EC2T	0,66	2,87
<i>C. x floridana</i> (Limequat)	LQ1T	0,89	2,15
<i>C. x bergamia</i> (Bergamota)	EB1T	1,19	2,41
<i>C. junos</i> (Yuzu)	EY1T	0,29	1,45

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de los diferentes aceites esenciales obtenidos hasta agotamiento se presentan a continuación en las tablas 63 y tabla 64. La muestra más rica en componentes entre las especies de parentales es la de mandarina EM11T con 75 compuestos siendo también la otra muestra mandarina EM15T la más pobre en su composición con solo 27. En el caso de los híbridos y yuzu se han identificado mayor número de compuestos en las muestras de limón ELO11T y lima ELA4T con 79 compuestos y en la que menor es en la muestra de naranja amarga EA5T con 42 componentes.

El compuesto mayoritario entre los parentales es el limoneno encontrándose entre un 13,24% en lima Kaffir (ELK2T) y un 83,17% en mandarina (EM8T), excepto en la muestra de lima Kaffir ELK2T que es el terpinen-4-ol con un 19,23%. En el caso de los híbridos y yuzu el compuesto mayoritario es limoneno entre un 20,62% en bergamota EB1T y un 85,95% en naranja amarga EA5T.

En todas las muestras llevadas hasta agotamiento la mayor parte de la esencia está formada por monoterpenos, entre un 88,4% en ELQ1T y un 99,32% en EA5T. Se observa comparando los gráficos 14 y 15 un aumento de sesquiterpenos entre las muestras analizadas con tan sólo 8 horas de extracción y las llevadas hasta agotamiento.

Tabla 63. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de Parentales hasta Agotamiento. A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados									
Compuesto	IK	EM8T	EM10T	EP1T	EP2T	EC3T	EC4T	ELK2T	EK2T
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02	0,73	---	---	1,35	0,44	0,19	0,03
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	1,54	3,64	0,87	1,65	4,04	3,27	3,14	2,55
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,03	0,05	0,04	---	0,07	0,05	0,31	0,12
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,23	0,06	0,23	0,10	0,18	---	17,81	0,09
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,11	2,06	1,80	0,17	2,98	1,28	---	0,23
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	4,32	4,40	27,24	5,60	2,70	4,04	1,57	4,41
Octanal <sup>o3</sup>	998	---	---	---	---	---	---	0,42	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,20	0,18	0,10	0,30	0,21	0,16	0,02	0,23
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,56	---	0,04	---	0,01	---	---	0,16
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,30	0,41	0,12	0,02	1,77	0,05	3,93	---
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	---	0,10	---	2,04	---	0,16	0,25
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	83,17	58,41	60,11	69,83	40,07	58,85	13,24	82,51
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	---	---	---	---	---	---	0,01	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,68	0,05	0,65	0,21	1,00	1,00	0,01	0,02
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,27	19,10	0,17	0,32	27,36	16,95	6,12	0,11
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	---	---	---	0,02	0,06	---	---
( <i>Z</i> )-Hidrato de Sabineno <sup>a4</sup>	1070	---	---	---	---	0,07	---	0,01	---
<i>p</i> -Menta-3,8-dieno <sup>a1</sup>	1072	---	---	1,00	---	---	---	0,06	---
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	0,06	---	---	0,36	---	0,10	1,38	0,03
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	---	---	---	---	---	---	0,01
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,09	---	0,49	---	0,05	0,04	---	0,02
( <i>E</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1086	---	---	---	0,20	---	---	0,66	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,31	1,85	0,21	0,56	2,88	1,67	3,33	0,20
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,88	0,20	0,39	0,28	0,31	0,23	0,34	0,04
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	---	---	---	---	0,06	---	0,03
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	0,03	---	---	---	---	---	---	---
<i>exo</i> -Fencho <sup>a2</sup>	1121	---	---	---	---	0,07	---	0,57	---
Mirceno <sup>a2</sup>	1122	---	---	0,06	0,03	---	---	0,54	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,1	---	0,03	---	0,02	0,03	---	0,02
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,04	---	0,03	---	0,07	---	0,36	0,03
<i>neo-allo-ocimeno</i> <sup>a1</sup>	1144	0,01	---	---	---	0,18	---	---	0,01
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	0,02	---	---	---	0,08	---	---	0,01

Compuesto	IK	EM8T	EM10T	EP1T	EP2T	EC3T	EC4T	ELK2T	EK2T
(Z)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,30	0,25	0,09	1,74	0,14	0,49	---	0,40
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	0,04	0,05	---	0,05	0,20	---	2,48	---
iso-isopulegol <sup>a2</sup>	1159	---	---	---	---	---	---	1,07	---
iso-borneol <sup>a2</sup>	1160	---	---	---	---	---	---	0,50	---
(E)- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,06	---	---	0,34	0,03	0,07	---	0,10
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	---	---	---	0,11	---	---	---	---
Lavandulol <sup>a2</sup>	1166	0,03	---	---	---	---	---	---	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	---	---	---	---	0,06	---	---	---
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,52	0,95	0,35	0,62	1,53	0,68	19,23	0,15
<i>p</i> -menta-1(7),2-dien-8-ol <sup>a2</sup>	1189	0,02	---	---	---	0,02	---	---	---
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	1,50	2,38	0,76	7,60	2,68	3,69	14,32	1,65
(Z)-Piperitol <sup>a2</sup>	1196	---	---	---	---	---	---	0,13	---
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,07	---	---	0,01	0,05	0,07	0,04	0,02
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,47	0,40	0,12	0,91	0,02	---	---	0,03
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,08	---	0,04	---	0,05	---	---	0,01
(E)-Piperitol <sup>a2</sup>	1208	---	0,05	---	0,06	---	---	0,22	---
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,10	0,10	0,18	---	0,04	0,06	0,23	0,02
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,06	---	---	---	0,03	---	---	0,09
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,06	---	0,10	---	0,35	---	---	0,01
Nerol <sup>a2</sup>	1229	---	---	---	---	---	0,03	---	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,20	---	0,14	---	2,05	---	---	0,05
Carvona <sup>a5</sup>	1243	---	---	---	---	0,02	---	---	---
Piperitona <sup>a5</sup>	1252	0,02	---	---	---	---	---	---	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	---	0,06	0,04	0,30	---	---	---
Acetato de hidrato de Sabineno <sup>a6</sup>	1256	0,02	---	---	---	---	---	---	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	---	---	0,13	---	2,54	---	---	---
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,05	---	---	---	0,03	---	---	---
$\alpha$ -Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	0,02	---	---	---	---	---	---	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	0,06	---	0,03	---	---	---	---	---
<i>p</i> -cimen-7-ol <sup>a2</sup>	1290	---	---	---	---	0,04	---	---	---
Acetato de Tuyan-3-ol <sup>a6</sup>	1295	0,04	---	---	---	---	---	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,55	0,73	---	---	0,04	---	---	0,02
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	0,04	---	---	---	0,06	---	---	---
(Z)-Acetato de piperitol <sup>a6</sup>	1334	0,02	---	---	---	---	---	---	---
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	---	---	---	0,15	---	---	---	---

<i>Compuesto</i>	IK	EM8T	EM10T	EP1T	EP2T	EC3T	EC4T	ELK2T	EK2T
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	---	---	---	---	0,05	---	---	0,03
$\alpha$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1351	0,03	---	0,05	---	---	---	---	0,04
Acetato de citronelilo <sup>a6</sup>	1352	0,07	---	0,08	---	0,04	---	2,45	0,40
Nerolato de etilo <sup>a6</sup>	1354	---	---	0,06	---	0,03	---	---	---
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	---	---	0,45	---	0,16	0,48	0,04	0,03
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	---	0,14	---	---	0,34	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	---	---	0,56	0,10	0,08	0,19	0,42	0,55
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	0,02	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	0,03	---	---	0,12	---	---	---	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,16	1,14	0,03	---	0,02	---	0,17	0,25
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,09	---	---	0,24	---	---	---	0,02
$\alpha$ -(Z)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	---	---	---	---	---	0,23	---	---
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	0,02	---	---	---	---	---	---	0,03
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,03	---	0,05	0,33	0,24	---	0,64	0,15
Butanoato de linalilo <sup>a12</sup>	1423	0,04	---	---	---	---	---	---	0,01
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	0,03	---	---	---	---	---	0,19	0,03
$\alpha$ -(E)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	---	---	---	---	0,20	0,32	---	---
$\gamma$ -Elemno <sup>b1</sup>	1436	0,03	---	---	---	---	---	---	0,10
(Z)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	0,04	---	---	---	---	---	---	0,05
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,06	---	---	0,09	0,04	---	0,04	0,03
(E)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	0,02	---	---	---
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	---	---	---	---	---	---	---	0,03
Dodecanol <sup>o2</sup>	1470	0,05	---	---	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,06	---	0,05	---	0,03	---	---	0,15
$\gamma$ -Muuroleno <sup>b1</sup>	1479	0,10	---	0,14	---	0,16	---	---	1,45
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	---	0,05	---	---	---	---	---
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	0,03	---	---	---	0,03	---	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	0,13	---	0,13	---	---	---	---	---
Biclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,11	---	0,11	---	0,06	---	---	0,12
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	---	---	---	---	---	0,62	---	---
(Z)- $\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	---	---	0,06	---	---	0,02	---	---
$\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	0,25	0,05	0,10	---	0,18	---	---	0,47
(E,E)- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	---	---	---	---	0,35	---	---	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,14	---	0,05	0,04	0,07	---	0,08	0,51
(Z)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1515	---	---	0,03	---	---	---	---	---

Compuesto	IK	EM8T	EM10T	EP1T	EP2T	EC3T	EC4T	ELK2T	EK2T
Nootkateno <sup>b1</sup>	1518	---	---	---	---	---	0,03	---	---
( <i>E</i> )-Dehidro-Apofarnesal <sup>b3</sup>	1521	---	---	0,03	---	---	---	---	---
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	---	---	0,63	---	---	1,07	---
( <i>E</i> )- <i>iso</i> - $\gamma$ - Bisaboleno <sup>b1</sup>	1529	---	---	---	---	---	---	---	0,02
( <i>E</i> )- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	---	---	---	0,05	---	---	0,02	---
( <i>Z</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	---	0,10	0,07	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1538	---	0,05	---	0,31	---	---	---	---
Selina-3,7(11)-dieno <sup>b1</sup>	1546	0,09	---	---	0,17	---	---	0,82	0,05
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	---	---	---	---	0,06	---	---	---
( <i>E</i> )-Nerolidol <sup>b2</sup>	1563	---	---	---	0,05	---	---	---	---
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	---	---	---	---	---	---	0,02	---
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	---	---	---	---	---	---	0,04	---
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	---	---	0,07	---	0,04	---	---	0,10
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	0,08	---	0,05	0,02	0,03	---	0,07	0,10
1- <i>epi</i> -Cubenol <sup>b2</sup>	1628	0,04	---	---	0,09	0,04	---	0,22	0,32
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	---	---	---	0,06	---	---	0,38	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,07	---	0,05	0,41	0,06	---	0,43	0,60
$\alpha$ -Muurool <sup>b2</sup>	1646	---	---	---	---	---	0,04	---	---
$\alpha$ - Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	---	0,17	0,07	0,03	---	---	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	---	---	---	---	0,05	0,19	0,06	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	0,02	---	---	---	---	---	---	---
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	---	---	---	---	---	---	---	0,50
( <i>2E,6Z</i> )-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	0,03	---	---	0,08	0,02	---	---	---
( <i>2Z,6E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	---	---	---	0,01	---	---	0,02
( <i>2E,6E</i> )-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	---	---	---	---	0,02	---	---	---
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	0,07	0,03	---	0,05	---	---	---	0,04
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,25	2,06	0,12	0,03	0,07	0,34	0,10	0,10
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,10	0,51	1,74	1,25	---	1,35	---	---
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,48	---	0,02	4,43	---	2,84	---	---

B)Tipos de compuestos identificados									
Tipo de Compuestos	Superíndice	EM8T	EM10T	EP1T	EP2T	EC3T	EC4T	ELK2T	EK2T
Monoterpenos	a								
Hidrocarburos	1	91,87	90,94	93,17	78,76	86,89	87,8	49,9	90,94
Alcoholes	2	4,37	4,66	2,08	11,28	5,83	5,45	39,59	2,5
Aldehídos	3	0,3	0,05	0,27	0,16	4,82	---	2,48	0,14
Óxidos	4	---	---	---	---	0,07	---	0,01	---
Cetonas	5	0,1	---	0,04	---	0,07	---	---	0,02
Acetatos	6	0,17	---	1,15	0,1	0,31	0,67	2,91	0,98
Butanoatos	12	0,04	---	0,07	---	0,04	---	---	0,11
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>96,85</b>	<b>95,65</b>	<b>96,78</b>	<b>90,3</b>	<b>98,03</b>	<b>93,92</b>	<b>94,89</b>	<b>94,69</b>
Sesquiterpenos	b								
Hidrocarburos	1	1,34	1,24	0,85	2,03	1,47	1,22	3,37	3,48
Alcoholes	2	0,19	0,1	0,34	0,7	0,24	0,23	1,18	1,54
Aldehídos	3	0,12	0,03	0,03	0,13	0,02	---	---	0,04
Cetonas	5	0,1	0,51	1,74	1,25	---	1,35	---	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>1,75</b>	<b>1,88</b>	<b>2,96</b>	<b>4,11</b>	<b>1,63</b>	<b>2,8</b>	<b>4,55</b>	<b>5,06</b>
Otros	o								
Alcoholes	2	0,05	---	---	---	0,02	0,06	---	---
Aldehídos	3	0,6	0,4	0,12	1,15	0,08	0,06	0,42	0,08
Ésteres	7	0,02	---	---	---	---	---	---	---
Ácidos	9	0,73	2,06	0,14	4,46	0,07	3,18	0,1	0,1
Parafinas	10	---	---	---	---	---	---	0,04	---
<b>Total de Otros</b>		<b>1,59</b>	<b>2,51</b>	<b>0,36</b>	<b>5,61</b>	<b>0,34</b>	<b>3,3</b>	<b>0,56</b>	<b>0,51</b>
Fenilpropanoides	f	0,05	---	---	---	0,08	---	---	0,03

Tabla 64. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de Híbridos y Yuzu hasta Agotamiento. A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Tipos. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados														
Compuesto	IK	EA4T	EA5T	ED7T	ED8T	EG3T	ELO11T	ELA3T	ELA4T	ECL1T	ECL2T	ELQ1T	EB1T	EY1T
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,02	---	0,02	0,03	0,01	0,35	0,44	0,34	0,12	0,56	0,07	0,07	0,48
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	2,03	1,11	1,27	1,59	1,23	2,64	3,27	2,79	1,70	2,80	2,49	1,04	2,53
Canfeno <sup>a1</sup>	954	0,08	0,03	0,03	0,05	0,02	0,25	0,34	0,40	0,03	0,04	0,45	0,07	0,05
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,12	0,09	0,52	0,33	0,32	0,39	0,24	0,33	0,48	0,26	1,06	0,43	0,12
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,76	0,46	0,17	0,20	0,16	9,32	7,80	6,04	0,70	2,26	10,48	2,85	1,04
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	4,27	3,83	4,99	3,78	4,10	2,51	2,11	2,31	4,35	4,05	2,86	2,62	3,33
( <i>E</i> )-Óxido de deshidroxilinalool <sup>a4</sup>	993	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04	---
Octanal <sup>o3</sup>	998	---	---	---	---	1,06	---	---	---	---	---	---	0,06	---
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	0,21	0,12	0,26	0,19	0,16	0,34	0,27	0,34	0,20	0,15	0,37	---	1,40
$\delta$ -3-Careno <sup>a1</sup>	1011	0,04	0,04	0,49	0,08	---	0,05	0,05	0,09	0,03	0,03	0,23	---	0,02
$\alpha$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1017	0,17	0,11	0,84	0,49	0,39	1,19	1,49	1,25	0,36	0,45	1,18	0,46	0,89
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	0,06	0,06	---	0,09	0,01	1,18	1,44	3,04	0,30	1,40	---	---	1,33
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	82,38	85,95	76,61	82,07	83,22	44,53	34,55	34,84	81,65	71,73	49,27	20,62	61,93
1,8-Cineol <sup>a1</sup>	1031	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,31	---
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,49	0,63	0,19	0,11	0,98	0,18	0,15	0,22	0,46	0,31	0,19	1,91	0,40
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,18	0,13	1,02	0,69	0,55	10,99	16,89	13,11	2,94	9,80	1,33	6,43	13,91
<i>n</i> -Octanol <sup>o2</sup>	1068	---	---	0,07	---	0,07	---	---	---	---	---	---	0,35	---
<i>p</i> -Menta-3,8-dieno <sup>a1</sup>	1072	---	---	---	---	---	---	---	---	0,06	0,05	---	---	---
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1072	0,11	0,22	0,02	0,04	0,46	0,07	0,03	0,04	---	---	0,06	0,10	0,11
Fenchona <sup>a5</sup>	1083	---	---	0,01	---	---	---	---	0,01	---	---	---	---	---
<i>m</i> -cimeno <sup>a1</sup>	1085	0,05	0,10	0,01	---	0,23	0,12	0,09	0,21	0,06	0,04	0,04	---	0,12
( <i>E</i> )-Óxido de linalool (furanoide) <sup>a2,4</sup>	1086	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,14	---
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,35	0,25	0,57	0,29	0,27	2,05	3,01	3,03	0,35	0,80	2,31	1,54	1,20
Linalool <sup>a2</sup>	1096	1,14	1,70	1,39	0,22	0,64	0,60	1,07	1,41	0,28	0,02	0,22	19,71	1,89
Nonanal <sup>o3</sup>	1100	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,01	---
$\rho$ -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	---	---	---	0,02	---	---	---	---	0,04	0,03	---	0,12	---
<i>exo</i> -Fencho <sup>a2</sup>	1121	0,04	0,03	---	---	---	0,39	0,41	0,51	---	---	0,49	---	0,05
Mircenol <sup>a2</sup>	1122	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
( <i>Z</i> )- <i>p</i> -Menta-2,8-dien-1-ol <sup>a2</sup>	1137	0,01	---	0,05	0,02	---	0,15	0,04	0,02	0,06	---	0,06	---	0,02
<i>iso</i> -Tuyan-3-ol <sup>a2</sup>	1138	0,03	---	0,08	0,04	0,03	0,10	0,18	0,27	0,04	0,03	0,16	---	0,10
<i>neo-allo</i> -Ocimeno <sup>a1</sup>	1144	---	---	---	---	---	0,04	---	---	---	---	---	---	---
( <i>E</i> )- <i>p</i> -Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	---	---	0,05	0,03	---	0,20	0,09	0,10	---	---	---	---	0,07

Compuesto	IK	EA4T	EA5T	ED7T	ED8T	EG3T	ELO11T	ELA3T	ELA4T	ECL1T	ECL2T	ELQ1T	EB1T	EY1T
(Z)-p-Ment-2-en-1-ol <sup>a2</sup>	1140	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04	0,02	---	---	---
(Z)-β-Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,59	0,39	0,71	0,21	---	0,31	0,35	0,68	0,28	0,12	0,73	0,24	0,28
Citronelal <sup>a3</sup>	1153	---	---	0,05	0,06	---	0,10	0,04	0,09	0,11	0,02	0,03	---	0,01
(E)-β-Terpineol <sup>a2</sup>	1163	0,12	0,07	0,16	0,04	0,31	---	---	---	0,06	0,02	0,20	0,47	0,05
(Z)-Isocitral <sup>a3</sup>	1164	---	---	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---	0,30	---
Lavandulol <sup>a2</sup>	1166	---	---	---	---	---	0,13	---	---	---	---	---	---	---
Borneol <sup>a2</sup>	1169	0,02	---	0,02	0,08	---	0,27	0,38	0,42	---	---	0,44	0,14	0,03
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,24	0,23	0,02	---	---	---	2,85	2,88	0,92	0,49	2,58	1,11	0,65
Ácido Octadecanóico <sup>o9</sup>	---	---	---	2,31	1,24	1,09	2,75	---	---	---	---	---	---	---
p-menta-1(7),2-dien-8-ol <sup>a2</sup>	1189	---	---	0,02	---	---	0,07	0,16	0,27	0,02	---	0,02	---	---
α-Terpineol <sup>a2</sup>	1188	3,23	2,45	3,50	1,13	1,66	6,99	8,68	9,50	1,26	0,72	9,50	15,37	1,84
γ-Terpineol <sup>a2</sup>	1199	0,06	---	0,09	0,04	0,03	0,18	0,13	0,33	0,05	---	0,29	0,16	0,07
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,30	0,30	0,91	0,23	0,67	0,06	0,18	0,14	0,32	0,20	0,06	---	0,03
Verbenona <sup>a5</sup>	1205	0,02	0,07	0,07	0,05	0,03	0,07	0,05	0,04	0,08	0,04	0,04	---	0,08
Acetato de octanilo <sup>o6</sup>	1213	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,16	---
(E)-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,03	0,06	0,08	0,07	---	0,06	0,02	0,04	0,13	0,04	0,05	---	---
p-Ment-1-en-9-al isómero 2 <sup>a3</sup>	1217	---	---	0,05	---	0,14	0,09	---	0,01	0,07	0,04	0,03	0,31	0,03
Citronelol <sup>a2</sup>	1225	0,04	0,05	0,06	0,10	0,02	0,15	0,20	0,23	0,14	---	0,04	---	0,03
Nerol <sup>a2</sup>	1229	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	1,95	---
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,06	0,11	0,26	0,07	0,14	1,54	2,19	1,92	0,06	0,04	0,14	---	0,04
Carvona <sup>a5</sup>	1243	---	---	---	---	---	---	0,01	0,01	---	---	0,02	---	---
Piperitona <sup>a5</sup>	1252	---	---	0,03	---	---	0,06	0,03	0,03	---	---	0,01	---	---
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	0,08	0,10	0,04	---	0,05	0,16	0,22	0,29	---	---	0,02	5,82	---
Acetato de hidrato de Sabineno <sup>a6</sup>	1256	0,07	0,13	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Acetato de linalilo <sup>a6</sup>	1257	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	2,41	---
Geranial <sup>a3</sup>	1267	0,05	0,08	0,29	0,06	0,15	2,11	3,17	2,96	---	---	0,13	---	---
n-Decanol <sup>o2</sup>	1269	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05	---	---
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,03	0,05	0,04	0,05	0,04	---	---	---	0,06	---	---	---	---
α-Terpinen-7-al <sup>a3</sup>	1285	---	---	0,03	---	---	0,02	---	0,02	0,04	---	---	---	---
p-Menta-1(7),8(10)-dien-9-ol <sup>a2</sup>	1287	---	---	0,08	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Limonen-10-ol <sup>a2</sup>	1289	---	---	---	---	---	---	---	---	0,26	0,03	---	---	0,42
p-cimen-7-ol <sup>a2</sup>	1290	---	---	---	---	---	0,05	0,02	0,02	---	---	---	---	---
Acetato de Tuyan-3-ol <sup>a6</sup>	1295	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02	0,03	---	---	---
Carvacrol <sup>a2</sup>	1299	0,29	0,20	0,49	0,32	0,20	0,07	0,02	0,01	0,46	0,51	0,03	---	0,24

Compuesto	IK	EA4T	EA5T	ED7T	ED8T	EG3T	ELO11T	ELA3T	ELA4T	ECL1T	ECL2T	ELQ1T	EB1T	EY1T
6-dioxiCarvonacetona <sup>a5</sup>	1310	---	---	---	---	---	---	0,02	0,02	---	---	0,02	---	---
(2E,4E)-Decadienal <sup>o3</sup>	1317	---	---	0,07	0,05	---	0,10	0,06	0,07	0,02	0,08	---	---	---
Geraniato de metilo <sup>a7</sup>	1324	---	---	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---	---	---
3-metoxi Acetofenona <sup>f</sup>	1350	---	---	---	---	---	0,07	0,02	0,08	0,04	0,04	---	---	0,08
$\alpha$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1351	---	---	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Acetato de citranelilo <sup>a6</sup>	1352	0,06	0,07	---	0,09	---	0,17	0,26	0,28	0,14	0,23	0,22	---	0,30
Nerolato de etilo <sup>a7</sup>	1354	0,02	0,04	0,04	0,05	---	0,05	---	0,01	0,02	0,02	---	0,21	---
(Z)-p-Menta-8-tiol-3-ona <sup>a10</sup>	1360	---	---	---	---	0,04	0,02	---	---	---	---	---	---	---
2(E)-Undecenal <sup>o2</sup>	1360	---	---	---	---	---	---	---	0,03	---	---	---	---	---
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,10	0,12	---	0,10	---	1,44	2,19	3,07	0,02	0,02	0,37	3,66	---
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Acetato de geranilo <sup>a6</sup>	1381	0,46	0,29	0,03	0,04	0,17	0,98	0,39	0,50	0,02	0,02	0,07	6,37	---
Hexanoato de hexilo <sup>o7</sup>	1383	---	---	0,01	---	---	---	---	---	---	---	0,01	---	---
$\beta$ -Cubebeno <sup>b1</sup>	1388	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,07	0,03	0,08	0,09	0,05	0,04	0,25	0,23	0,07	0,08	0,19	---	0,15
n-Metilantranilato de metilo <sup>c</sup>	1406	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05	---	0,03
Dodecanal <sup>o3</sup>	1408	0,03	---	0,11	0,04	0,03	---	0,06	0,06	0,10	0,11	---	---	---
$\alpha$ -(Z)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1412	---	---	---	---	---	0,01	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1417	0,01	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
(E)-Cariofileno <sup>b1</sup>	1419	0,09	0,06	0,09	0,16	0,32	0,46	0,44	0,55	0,01	0,02	1,01	0,21	0,27
Butanoato de linalilo <sup>a12</sup>	1423	---	---	---	---	---	---	---	---	0,02	---	---	---	---
$\beta$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1433	---	---	0,05	---	---	---	---	---	---	---	0,19	---	---
$\alpha$ -(E)-Bergamoteno <sup>b1</sup>	1434	---	---	---	---	---	0,76	0,81	1,07	---	---	0,55	0,07	0,03
$\gamma$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1436	---	---	---	---	---	---	0,14	0,13	0,05	0,05	---	---	0,14
(Z)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1442	0,02	---	---	---	---	---	---	---	0,04	---	---	0,02	---
$\alpha$ -Humuleno <sup>b1</sup>	1454	0,02	---	0,02	0,03	0,06	0,10	0,12	0,15	0,02	0,03	0,11	---	0,61
(E)- $\beta$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1456	---	---	---	---	---	0,08	---	---	---	---	---	---	---
$\beta$ -Santaleno <sup>b1</sup>	1459	---	---	---	---	---	0,02	0,05	0,06	---	---	0,05	---	0,07
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	0,02	---	0,03	0,12	---	0,04	0,02	0,03	0,02	0,02	0,18	---	0,07
$\gamma$ -Muuroleno <sup>b1</sup>	1479	0,03	0,06	0,03	0,11	---	0,02	0,07	0,08	0,05	0,12	3,70	---	---
$\beta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1490	---	---	---	0,10	---	0,02	---	---	---	---	---	---	0,13
Isobutanoato de nerilo <sup>a11</sup>	1491	---	---	---	---	---	---	0,12	0,10	---	---	---	---	---
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	---	---	---	0,09	---	0,06	---	0,04	---	---	0,09	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	---	0,40	2,91	---	0,24	---	0,02	---	---	0,05	---	---
Biciclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,03	---	0,05	0,16	0,05	0,06	---	---	0,05	0,05	0,15	---	0,12

Compuesto	IK	EA4T	EA5T	ED7T	ED8T	EG3T	ELO11T	ELA3T	ELA4T	ECL1T	ECL2T	ELQ1T	EB1T	EY1T
$\beta$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1505	---	---	---	---	---	1,25	1,32	1,64	---	---	0,86	---	---
(Z)- $\alpha$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1507	---	---	0,16	0,10	---	0,38	0,35	0,44	0,25	1,60	1,28	0,19	1,59
(E,E)- $\alpha$ -Farneseno <sup>b1</sup>	1505	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,02	0,08	0,12	0,10	0,14	0,07	0,02	0,03	0,05	0,10	0,72	---	0,36
(Z)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1515	---	---	0,02	0,16	---	---	---	0,01	---	---	0,03	---	---
BHT <sup>o8</sup>	1516	0,03	0,07	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\delta$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1523	---	---	0,03	0,07	---	---	0,01	0,02	---	---	---	---	0,11
(E)- $\gamma$ -Bisaboleno <sup>b1</sup>	1531	---	---	---	---	---	0,02	---	---	---	---	---	---	---
(Z)-Nerolidol <sup>b2</sup>	1532	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,06	---
Elemol <sup>b2</sup>	1549	---	---	---	0,15	0,49	0,03	0,04	0,05	---	---	0,19	---	---
Germacreno B <sup>b1</sup>	1561	---	---	---	---	---	---	0,06	0,06	---	---	---	---	---
Cariofilenol <sup>b2</sup>	1572	---	---	---	---	---	---	0,02	0,04	---	---	0,02	---	0,12
<i>n</i> -Hexadecano <sup>o10</sup>	1600	0,03	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,20
2-metil Butanoato de Geranilo <sup>a12</sup>	1601	---	---	0,04	---	0,03	0,07	---	---	0,03	0,03	0,10	---	0,14
10- <i>epi</i> - $\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1623	---	---	0,04	0,15	---	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	---	---	0,04
1- <i>epi</i> -Cubenol <sup>b2</sup>	1628	---	---	0,03	0,06	---	0,02	0,01	---	---	0,03	0,44	---	0,13
$\gamma$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1632	---	---	0,04	0,25	---	0,07	---	---	---	---	0,48	---	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,02	---	---	---	0,03	0,05	---	---	---	0,06	1,03	---	0,29
$\alpha$ -Eudesmol <sup>b2</sup>	1653	---	---	---	---	---	---	0,11	0,09	---	---	---	---	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Bisabolol <sup>b2</sup>	1684	---	---	---	---	---	0,15	0,27	0,27	---	---	0,11	0,05	---
$\beta$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1699	---	---	0,05	0,05	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	---	---	---	---	---	---	0,08	0,05	---	---	---	---	---
(2E,6Z)-Farnesal <sup>b3</sup>	1713	---	---	---	---	---	0,02	---	---	0,01	---	---	---	0,02
(2Z,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1716	---	---	---	---	---	0,02	---	0,01	---	---	---	---	---
(2E,6E)-Farnesol <sup>b2</sup>	1743	---	---	---	---	---	0,05	0,01	0,02	---	---	---	---	0,04
$\alpha$ -Sinensal <sup>b3</sup>	1756	---	---	0,18	0,06	---	---	---	---	0,25	0,05	---	---	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,05	---	0,13	0,21	0,06	0,17	0,01	0,03	0,10	0,10	0,04	0,09	0,12
Nootkatona <sup>b5</sup>	1806	0,17	---	0,08	0,38	0,06	0,04	---	---	---	---	---	0,39	0,02
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	1,38	---

B)Tipos de compuestos identificados														
Tipo de Compuestos	Superíndice	EA4T	EA5T	ED7T	ED8T	EG3T	ELO11T	ELA3T	ELA4T	ECL1T	ECL2T	ELQ1T	EB1T	EY1T
Monoterpenos	a													
Hidrocarburos	1	91,21	92,91	86,99	90,01	91,65	76,13	72,14	68,34	93,83	94,76	72,33	38,47	88,75
Alcoholes	2	6,03	5,5	6,91	2,34	3,4	9,95	14,85	17,02	4	2	14,89	45,21	5,85
Aldehídos	3	0,11	0,19	0,68	0,19	0,48	3,86	5,4	5	0,28	0,1	0,33	0,61	0,08
Óxidos	4	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,04	---
Cetonas	5	0,02	0,07	0,11	0,05	0,03	0,13	0,11	0,11	0,08	0,04	0,09	---	0,08
Acetatos	6	0,69	0,61	0,03	0,23	0,17	2,59	2,84	3,85	0,2	0,3	0,66	12,44	0,3
Esteres	7	0,02	0,04	0,04	0,05	---	0,05	---	0,02	0,02	0,02	---	0,21	---
Tionas	10	---	---	---	---	0,04	0,02	---	---	---	---	---	---	---
Isobutanoatos	11	---	---	---	---	---	---	0,12	0,1	---	---	---	---	---
Butanoatos	12	---	---	0,04	---	0,03	0,07	---	---	0,05	0,03	0,1	---	0,14
Isovaleratos	13	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>98,08</b>	<b>99,32</b>	<b>94,8</b>	<b>92,87</b>	<b>95,8</b>	<b>92,8</b>	<b>95,46</b>	<b>94,44</b>	<b>98,46</b>	<b>97,25</b>	<b>88,4</b>	<b>96,98</b>	<b>95,2</b>
Sesquiterpenos	b													
Hidrocarburos	1	0,34	0,3	1,12	4,2	0,62	3,63	3,66	4,56	0,61	2,07	9,16	0,49	3,65
Alcoholes	2	0,02	---	0,11	0,61	0,52	0,41	0,56	0,55	0,02	0,12	2,27	0,11	0,62
Aldehídos	3	---	---	0,23	0,11	---	0,02	---	---	0,26	0,05	---	---	0,07
Cetonas	5	0,17	---	0,08	0,38	0,06	0,04	---	---	---	---	---	0,39	0,02
Acetatos	6	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>0,53</b>	<b>0,3</b>	<b>1,54</b>	<b>5,3</b>	<b>1,2</b>	<b>4,1</b>	<b>4,22</b>	<b>5,11</b>	<b>0,89</b>	<b>2,24</b>	<b>11,43</b>	<b>0,99</b>	<b>4,36</b>
Otros	o													
Alcoholes	2	---	---	0,07	---	0,07	---	---	0,03	---	---	0,05	0,35	---
Aldehídos	3	0,33	0,3	1,09	0,32	1,76	0,16	0,3	0,27	0,44	0,39	0,06	0,07	0,03
Acetatos	6	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,16	---
Ésteres	7	---	---	0,01	---	---	---	---	---	---	---	0,01	---	---
Ácidos	9	0,05	0	2,44	1,45	1,15	2,92	0,01	0,03	0,1	0,1	0,04	1,47	0,12
Parafinas	10	0,03	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,2
<b>Total de Otros</b>		<b>0,41</b>	<b>0,34</b>	<b>3,61</b>	<b>1,77</b>	<b>2,98</b>	<b>3,08</b>	<b>0,31</b>	<b>0,33</b>	<b>0,54</b>	<b>0,49</b>	<b>0,16</b>	<b>2,05</b>	<b>0,35</b>
Aminobenzoicos	c	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,05	---	0,03

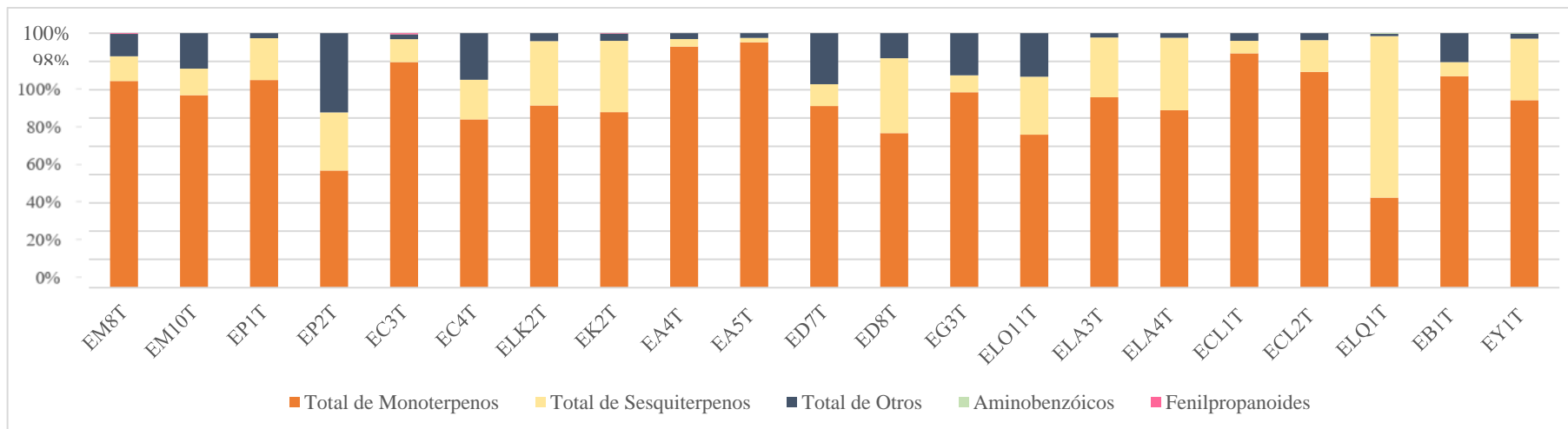


Gráfico 15. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de Exocarpo llevados a Agotamiento.

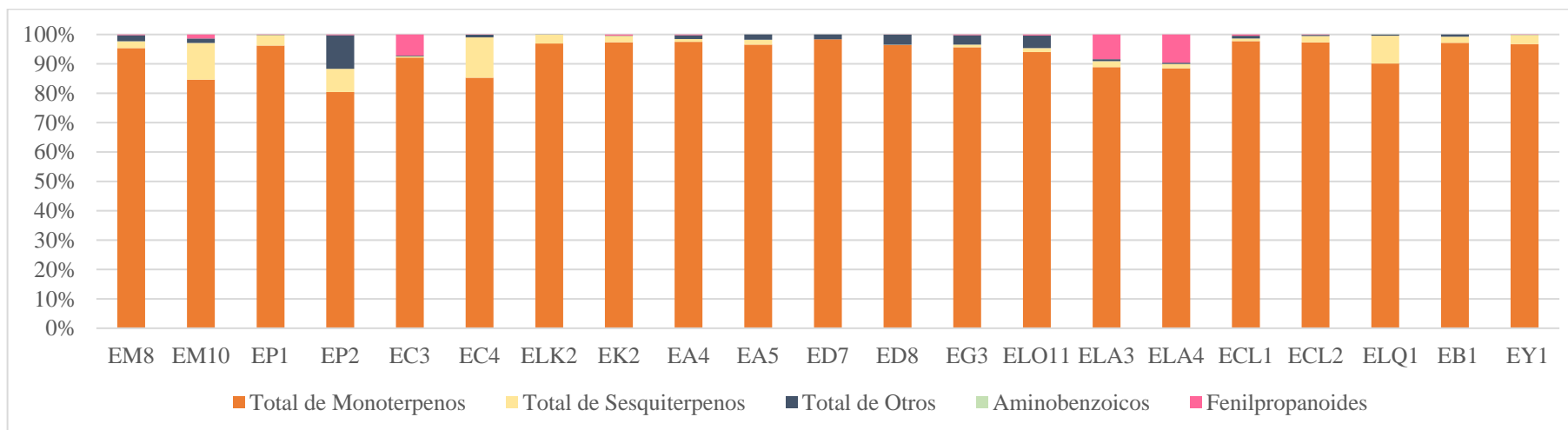


Gráfico 16. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de 8 horas de Exocarpo.

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de los aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 63, tabla 64). Los compuestos mayoritarios son:

-En muestras de exocarpo de parentales conservando entre un 88,31% en LK2T y un 98,05% en EM10T:  $\alpha$ -tujeno,  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, *p*-menta-3,8-dieno, (*Z*)-Óxido de linalool (furanoides), terpinoleno, (*Z*)- $\beta$ -terpineol, citronelal, *iso*-isopulegol, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, geranial,  $\beta$ -elemeno, ácido tetradecanoico, nootkatona y ácido hexadecanoico.

-En muestras de exocarpo de híbridos y yuzu conservando entre un 92,36% en ELO11T y un 98,24% en EA5T:  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, octanal,  $\alpha$ -felandreno,  $\alpha$ -terpineno, *p*-cimeno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno,  $\gamma$ -terpineno, terpinoleno, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, decanal, nerol, neral, geraniol, acetato de linalilo, geranial, acetato de nerilo, acetato de geranilo, (*E*)-cariofileno,  $\alpha$ -(*E*)-bergamoteno,  $\gamma$ -muuroloeno, valenceno,  $\beta$ -bisaboleno, (*Z*)- $\alpha$ -bisaboleno, *epi*- $\alpha$ -muurolol y ácido hexadecanoico.

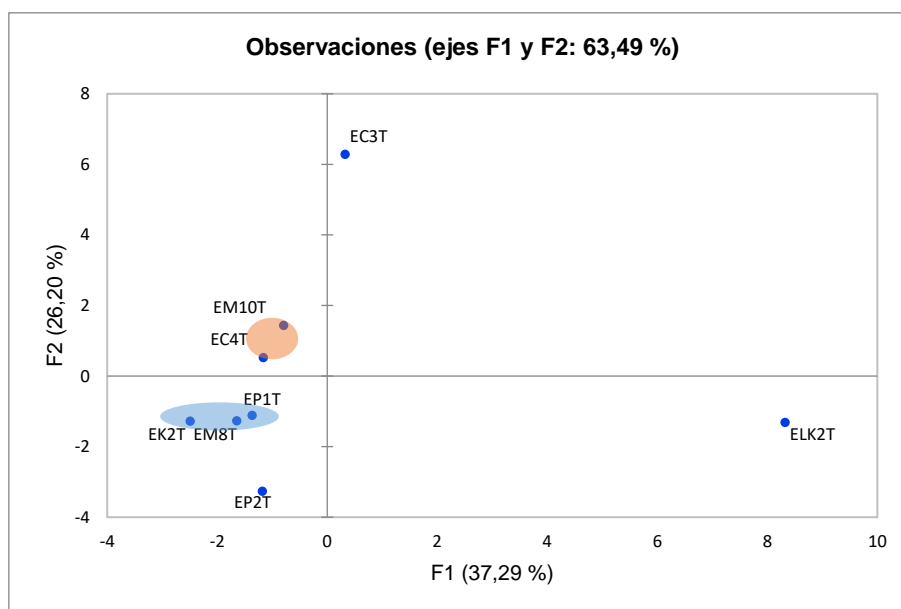


Figura 49. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales hasta agotamiento.

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 63,49%. Se observa la formación de dos grupos, uno de color azul (EK2T, EM8T y EP1T) y otro de color naranja (EC4T y EM10T), y el resto de muestras se

encuentran de forma independiente. El grupo azul tienen mayores niveles de limoneno, y  $\beta$ -mirceno mientras que el grupo naranja se caracteriza por los valores de  $\gamma$ -terpineno y similares de limoneno. Respecto a las muestras independientes, la más distante es la de lima Kaffir ELK2T que se distancia por los bajos valores de limoneno y altos de sabineno, terpinen-4-ol y  $\alpha$ -terpineol respecto a las demás muestras. En el caso de la muestra de cidra EC3T se encuentra de forma independiente por los valores de geranial y neral entre otros, y el de la muestra de pampelmusa EP2T por la concentración de ácido hexadecanoico respecto al de las otras muestras.

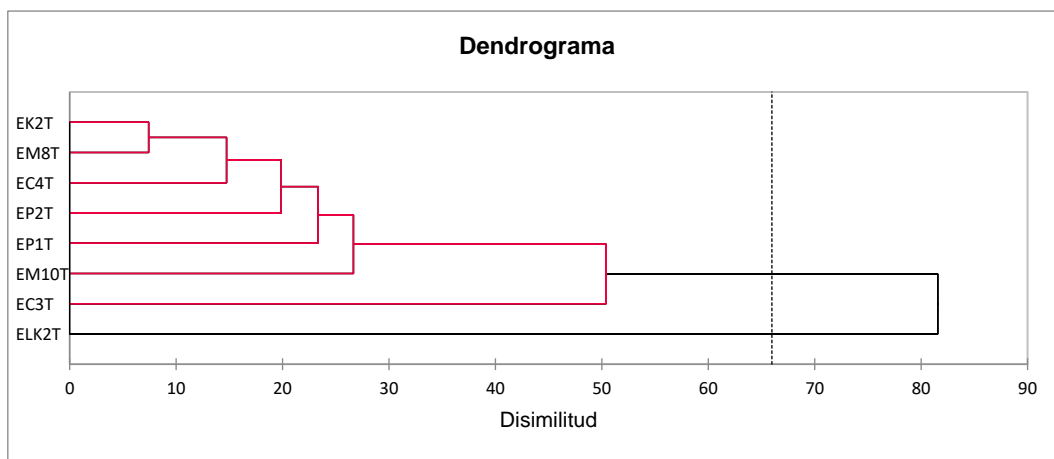


Figura 50. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales hasta agotamiento

En el ACJ se observa como la muestra más diferente separándose del resto la primera es ELK2T, pudiéndose englobar el resto de muestras en la rama roja de la figura.

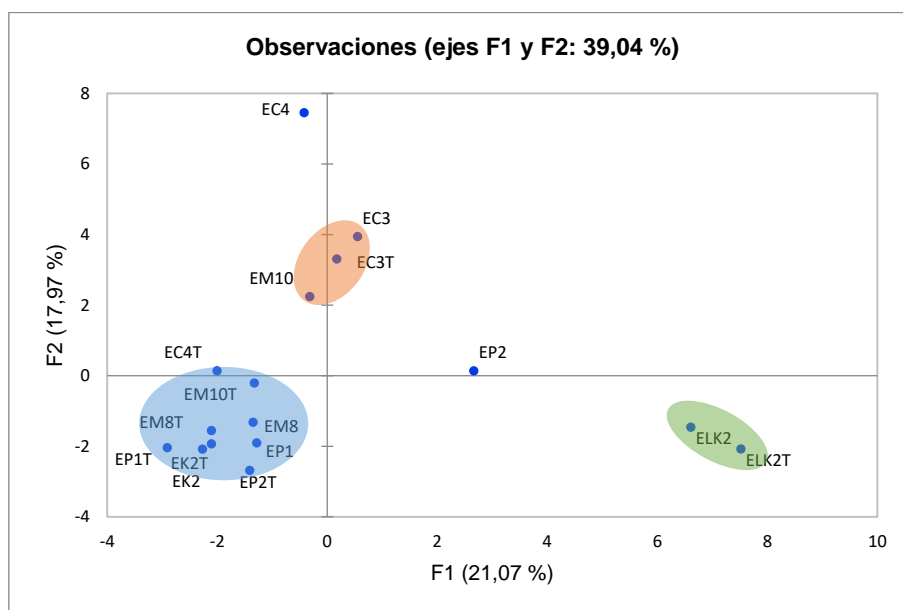


Figura 51. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales las primeras 8 horas y hasta agotamiento.

El ACP de la figura 51 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 39,04%, muestra tanto las muestras obtenidas a las 8 horas como las totales. Se forman tres grupos y dos muestras independientes, el grupo de color verde está formado tanto por la muestra de 8 horas como la total de lima Kaffir caracterizado por los bajos valores de limoneno y altos de sabineno, terpinen-4-ol y  $\alpha$ -terpineol. El grupo naranja está formado por las muestras de mandarina EM10 y cidra EC3 y EC3T caracterizados por los valores de  $\gamma$ -terpineno y similares de limoneno. Entre este grupo y el verde se encuentra la muestra de pomelo de 8 horas EP2, la muestra independiente restante también corresponde a una muestra de 8 horas EC4 por los valores de  $\alpha$ -(*E*)-bergamoteno, acetato de nerilo y  $\alpha$ -tujeno. En el grupo azul se encuentran las muestras restantes con mayores niveles de limoneno, y  $\beta$ -mirceno. Todas las muestras de 8 horas se emparejan o engloban dentro del grupo de las llevadas a agotamiento a excepción de la de pampelmusa EP2, de mandarina EM10 y de cidra EC4.

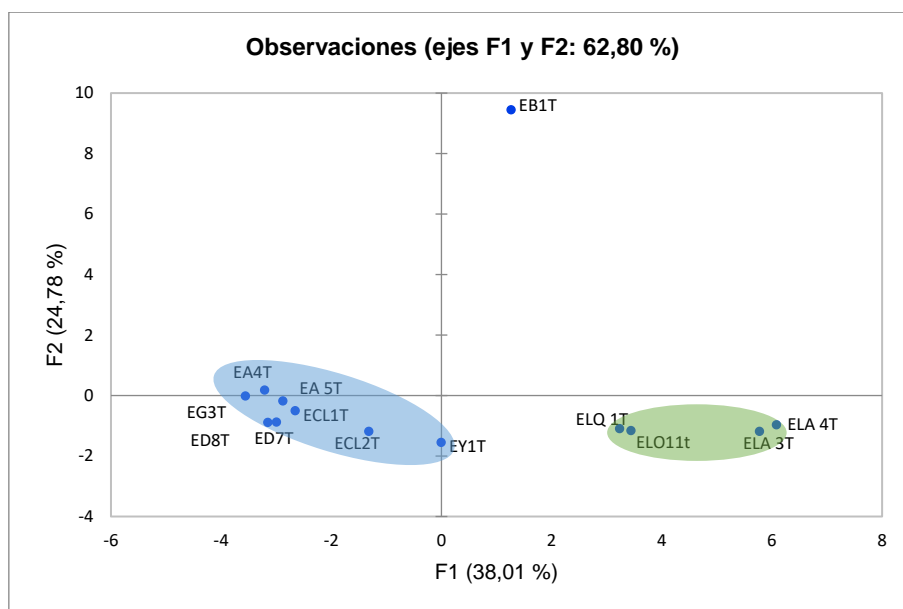


Figura 52. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de híbridos y yuzu hasta agotamiento.

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 62,80% y está formado con los datos de las muestras de híbridos y yuzu observándose la formación de dos grupos diferentes y una muestra independiente EB1T. El grupo verde está formado por las muestras de limas, limón y limequat por los valores de diferentes terpinenos, mientras que el grupo mayoritario de color azul engloba a las muestras restantes por sus valores de limoneno y  $\beta$ -mirceno. En el caso de la muestra de bergamota EB1T es la más distante por menores valores de limoneno y mayores de linalool, (*E*)-cariofileno y acetato de geranilo.

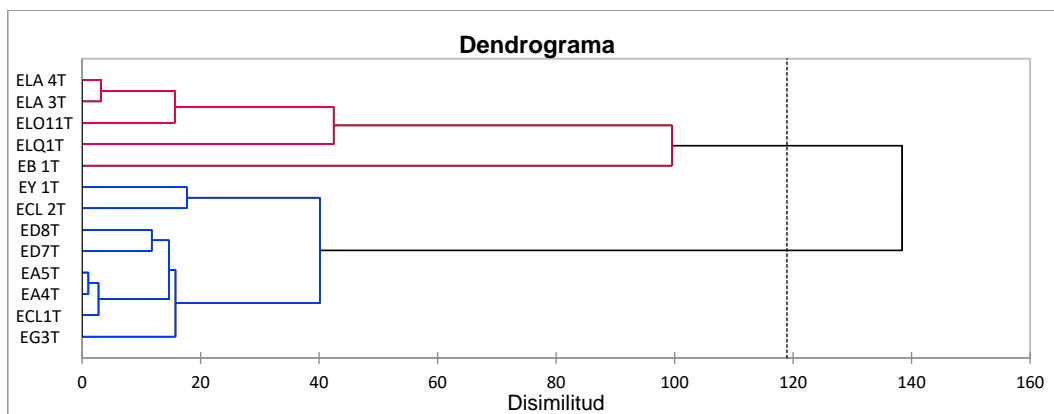


Figura 53. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de híbridos y yuzu hasta agotamiento.

En el ACJ de la figura 53 se observa como las muestras de híbridos y yuzu hasta agotamiento se dividen en dos grandes grupos, uno de color rojo formado por las muestras lima, limón limequat y bergamota y otro de color azul por las muestras restantes.

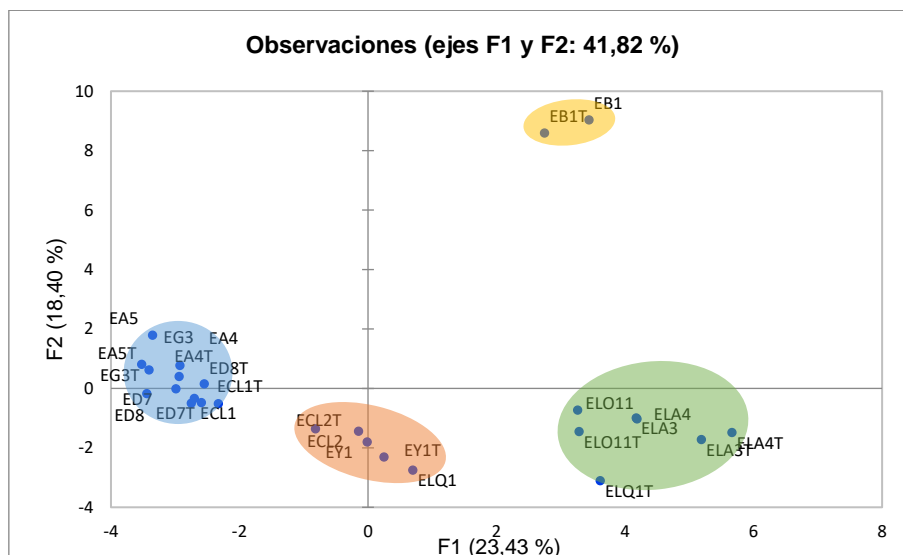


Figura 54. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de híbridos y yuzu las primeras 8 horas y hasta agotamiento.

En el ACP realizado tanto con muestras obtenidas en las primeras 8 horas como hasta agotamiento el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 41,82%. Se observa la formación de cuatro grupos diferenciados. El grupo de color amarillo está formado por la bergamota de 8 horas y la total distanciándose de las demás al igual que en el ACP de la figura 54 por menores valores de limoneno y mayores de linalool, (*E*-cariofileno y acetato de geranilo). El grupo de color verde engloba las muestras de limas, limones, de 8 horas y totales y de limequat total por diferentes terpinenos. El grupo naranja está formado por la muestra de limequat de 8 horas, y por las de yuzu y calamondín de 8 horas y agotamiento por valores intermedios de terpinenos y de limoneno. El grupo restante de color azul es el mayoritario y reúne a las muestras restante caracterizadas por limoneno y  $\beta$ -mirceno.

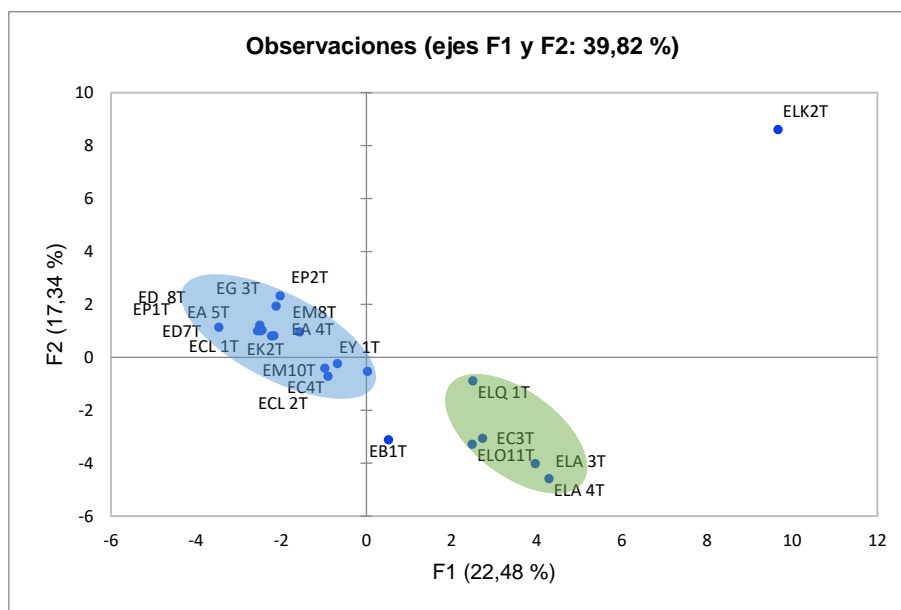


Figura 55. ACP basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo de parentales, híbridos y yuzu hasta agotamiento.

En el ACP de la figura 55 que incluye todas las muestras obtenidas hasta agotamiento el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 39,82%, se observan dos grandes grupos y dos muestras independientes, la de bergamota y la de lima Kaffir. El grupo verde incluye las muestras de limas, limón, cidra EC3T, y limequat caracterizados por y menores valores de limoneno y mayores de diferentes terpinenos linalool y (*E*)-cariofileno, mientras que el grupo azul formado por las muestras restantes se caracteriza por mayores concentraciones de limoneno y  $\beta$ -mirceneno. La muestra de bergamota se encuentra en un punto medio entre los dos grandes grupos y mayores valores de geraniol y acetatos de linalool, geranilo y nerilo, mientras que la de lima Kaffir por bajos valores de limoneno y altos de sabineno y citronelal.

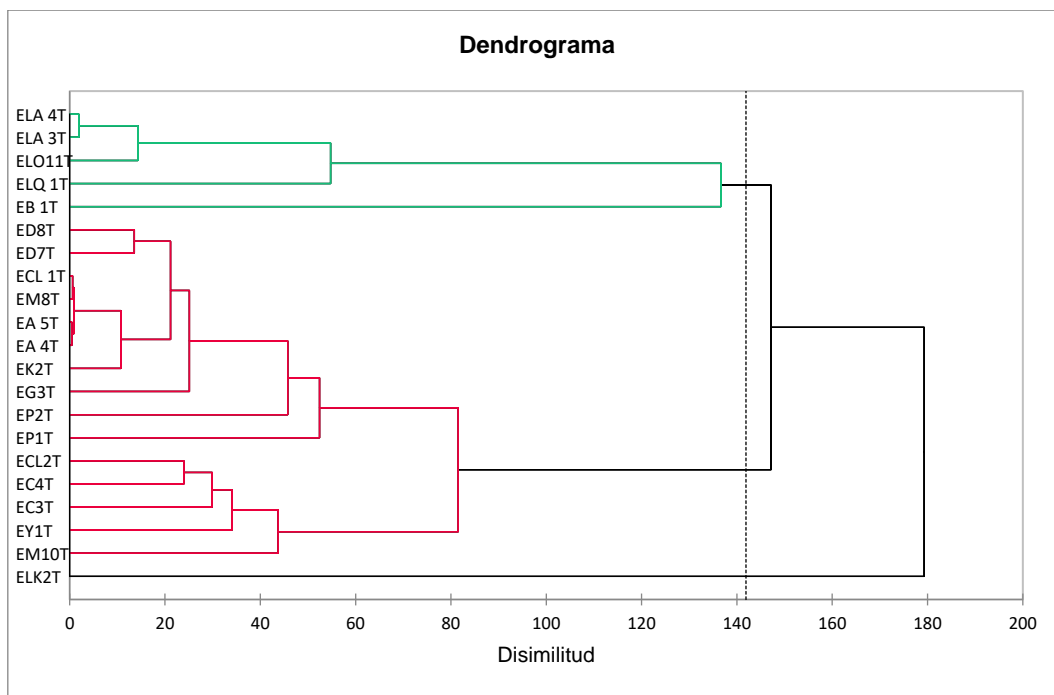


Figura 56. ACJ basada en la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, híbridos y yuzu hasta agotamiento.

En el ACJ realizado con todas las muestras obtenidas hasta agotamiento se observan tres grupos diferenciadas, siendo el primero de color negro el de lima Kaffir por los valores de sabineno ya comentados, el segundo de color verde que engloba las limas, limón, limequat y bergamota por diferentes terpinenos, y el de color rojo que reúne a las muestras restantes por mayores concentraciones de limoneno.

#### 4.5. Análisis Químico y Estadístico de Muestras Tratadas

Los diferentes rendimientos obtenidos en cada una de las muestras de 50 gramos de kumquat se presentan en la tabla 65, obteniendo de 0,2 a 0,25 mL más de esencia las muestras tratadas tanto antes de empezar las destilaciones (KN) como una vez que se había agotado la muestra (KA).

Los resultados obtenidos de los análisis realizados de las diferentes muestras del experimento se presentan a continuación en la tabla 66. Se han identificado 42 compuestos entre todos los tipos de tratamiento que han llevado a cabo, y en todos ellos el compuesto mayoritario es limoneno, entre 51,04% en la muestra de agua tratada tras agotamiento de la muestra y 92,58% en la muestra de aceite esencial hasta agotar obtenido previo tratamiento con encima. Además, en todos los casos la esencia independientemente del tratamiento está formada mayoritariamente por monoterpenos, entre un 58,07% KAG y un 98,96% KAT.

Tabla 65. Rendimiento de Aceite Esencial de Exocarpo Experimento Kumquat *C. japonica* (kumquat).

Experimento Kumquat Muestra 50 g	Volumen de Esencia por Día (mL)								Volumen Total	Rendimiento (V/m)*100	
	0	1	2	3	4	5	6	7		0	Total
KC	0,25	0,25	0,2	0,15	0,05	0,05	0,05	0,05	1	0,5	2
KB	0,45	0,1	0,1	0,1	0,05	0,05			0,85	0,9	1,7
KA	0,25	0,15	0,1	0,1	0,05	0,05	0,05		1,25	0,5	2,5
KAG	0,05	0,05									
KAR	0,1	0,05									
KN	0,55	0,25	0,15	0,1	0,05	0,05	0,05		1,2	1,1	2,4

Tabla 66. Composición de Aceites Esenciales de Exocarpo de Experimento de *C. japonica* (Kumquat). A) Caracterización Color azul: compuestos mayoritarios que al menos en una muestra son  $\geq 0,90\%$ . B) Clasificación. Color verde:  $\geq 5\%$ . IK: Índice de Kovats.

A) Caracterización cualitativa y cuantitativa de compuestos identificados												
Compuesto	IK	KC	KCT	KA	KAT	KAG	KAR	KN	KNT	KB	KBT	
$\alpha$ -Tujeno <sup>a1</sup>	930	0,04	---	---	---	---	0,20	---	---	---	---	
$\alpha$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	939	2,35	1,55	1,93	1,29	4,68	1,91	2,01	1,24	1,25	0,85	
Sabineno <sup>a1</sup>	975	0,26	0,08	---	---	0,30	---	---	---	0,10	---	
$\beta$ -Pinoeno <sup>a1</sup>	979	0,25	0,08	---	0,05	0,94	0,10	0,30	0,06	---	---	
$\beta$ -Mirceno <sup>a1</sup>	990	6,35	4,08	1,22	3,40	0,01	1,21	6,59	3,11	5,47	3,58	
$\alpha$ -Felandreno <sup>a1</sup>	1002	---	0,07	---	---	---	---	---	---	0,06	---	
<i>p</i> -Cimeno <sup>a1</sup>	1024	---	---	---	---	0,41	0,11	0,19	---	---	---	
Limoneno <sup>a1</sup>	1029	84,09	91,28	85,04	92,58	51,04	73,40	82,67	90,39	81,72	91,46	
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Ocimeno <sup>a1</sup>	1037	0,02	0,05	---	0,04	---	---	---	---	---	0,03	
$\gamma$ -Terpineno <sup>a1</sup>	1059	0,06	---	---	---	---	---	0,06	---	0,06	---	
( <i>Z</i> )-Óxido de linalool (furanoides) <sup>a2,4</sup>	1072	---	---	---	---	---	---	0,02	---	0,02	---	
Terpinoleno <sup>a1</sup>	1088	0,03	0,08	---	0,08	---	---	0,03	0,05	0,04	0,05	
Linalool <sup>a2</sup>	1096	0,29	0,10	---	---	---	---	0,12	---	0,20	---	
<i>p</i> -Menta-1,3,8-trieno <sup>a1</sup>	1110	---	---	---	---	---	---	0,02	0,06	0,09	0,11	
( <i>Z</i> )- $\beta$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1144	0,01	0,13	---	0,19	---	---	0,02	0,01	0,01	0,01	
Terpinen-4-ol <sup>a2</sup>	1177	0,04	---	---	---	---	---	0,10	---	0,19	---	
$\alpha$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1188	0,13	0,76	0,92	1,09	0,68	0,11	0,20	0,55	1,74	0,90	
$\gamma$ -Terpineol <sup>a2</sup>	1199	---	0,01	---	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	
Decanal <sup>o3</sup>	1201	0,05	---	---	---	---	---	---	---	0,03	---	
<i>p</i> -Ment-1-en-9-al isómero 1 <sup>a3</sup>	1217	0,23	0,07	---	---	---	---	0,12	---	0,11	---	
( <i>E</i> )-Carveol <sup>a2</sup>	1216	0,04	---	---	---	---	---	0,04	---	0,10	---	
Neral <sup>a3</sup>	1238	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---	

Compuesto	IK	KC	KCT	KA	KAT	KAG	KAR	KN	KNT	KB	KBT
Geraniol <sup>a2</sup>	1252	---	---	---	---	---	---	---	---	0,23	---
Aldehído perílico <sup>f</sup>	1271	0,19	---	---	---	---	---	---	---	---	---
$\delta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1338	0,14	0,08	---	---	---	0,99	0,19	---	0,04	---
Acetato de nerilo <sup>a6</sup>	1361	0,03	---	0,08	---	---	---	---	---	---	---
$\alpha$ -Copaeno <sup>b1</sup>	1376	0,01	---	---	---	---	---	0,02	---	---	---
Acetato de geraniol <sup>a6</sup>	1381	1,22	0,42	0,01	0,23	---	---	0,51	0,13	0,53	0,17
$\beta$ -Elemeno <sup>b1</sup>	1389	0,04	---	---	---	---	0,17	0,07	---	---	---
$\gamma$ -Gurjuneno <sup>b1</sup>	1477	2,89	---	4,06	0,26	1,08	1,02	3,75	0,29	4,40	0,25
Isobutanoato de nerilo <sup>a11</sup>	1491	---	---	---	---	---	0,13	---	---	---	---
$\delta$ -Selineno <sup>b1</sup>	1492	---	---	---	---	0,46	0,34	---	---	---	---
Valenceno <sup>b1</sup>	1496	---	---	---	---	---	0,23	---	---	---	---
$\alpha$ -Selineno <sup>b1</sup>	1498	0,04	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Biclogermacreno <sup>b1</sup>	1500	0,40	0,09	---	---	---	0,32	0,54	---	0,58	---
$\gamma$ -Cadineno <sup>b1</sup>	1513	0,02	---	---	---	---	---	0,04	---	0,08	---
Elemol <sup>b2</sup>	1549	---	---	---	---	---	---	0,05	---	0,07	0,06
2-metil butanoato de Geraniol <sup>a12</sup>	1601	---	0,11	0,66	---	---	---	---	---	0,03	---
<i>epi</i> - $\alpha$ -Cadinol <sup>b2</sup>	1640	0,20	0,29	1,92	0,18	0,52	0,91	0,25	0,15	0,42	0,22
Eudesm-7(11)- <i>en</i> -4-ol <sup>b2</sup>	1700	0,14	---	---	---	---	---	0,11	---	0,21	---
Ácido Tetradecanoico <sup>o9</sup>	1770	0,17	0,12	2,34	0,15	16,47	7,29	0,41	0,53	0,57	0,39
Ácido Hexadecanoico <sup>o9</sup>	1959	0,23	0,55	1,82	0,43	23,19	11,74	1,59	3,43	1,67	1,91

B)Tipos de compuestos identificados											
Tipo de Compuestos	Superíndice	KC	KCT	KA	KAT	KAG	KAR	KN	KNT	KB	KBT
Monoterpenos	a										
Hidrocarburos	1	93,45	97,27	88,19	97,44	57,38	76,93	91,87	94,91	88,79	96,08
Alcoholes	2	0,51	1	0,92	1,29	0,69	0,12	0,51	0,57	2,5	0,92
Aldehídos	3	0,27	0,07	---	---	---	---	0,12	---	0,11	---
Acetatos	6	1,25	0,42	0,09	0,23	---	---	0,51	0,13	0,53	0,17
Isobutanoatos	11	---	---	---	---	---	0,13	---	---	---	---
Butanoatos	12	---	0,11	0,66	---	---	---	---	---	0,03	---
<b>Total de Monoterpenos</b>		<b>95,48</b>	<b>98,87</b>	<b>89,86</b>	<b>98,96</b>	<b>58,07</b>	<b>77,18</b>	<b>93,01</b>	<b>95,61</b>	<b>91,96</b>	<b>97,17</b>
Sesquiterpenos	b										
Hidrocarburos	1	3,54	0,17	4,06	0,26	1,54	3,07	4,61	0,29	5,1	0,25
Alcoholes	2	0,34	0,29	1,92	0,18	0,52	0,91	0,41	0,15	0,7	0,28
<b>Total de Sesquiterpenos</b>		<b>3,88</b>	<b>0,46</b>	<b>5,98</b>	<b>0,44</b>	<b>2,06</b>	<b>3,98</b>	<b>5,02</b>	<b>0,44</b>	<b>5,8</b>	<b>0,53</b>

Tipo de Compuestos	Superíndice	KC	KCT	KA	KAT	KAG	KAR	KN	KNT	KB	KBT
Otros	0										
Aldehídos	3	0,05	---	---	---	---	---	---	---	0,03	---
Ácidos	9	0,4	0,67	4,16	0,58	39,66	19,03	2	3,96	2,24	2,3
Total de Otros		0,45	0,67	4,16	0,58	39,66	19,03	2	3,96	2,27	2,3

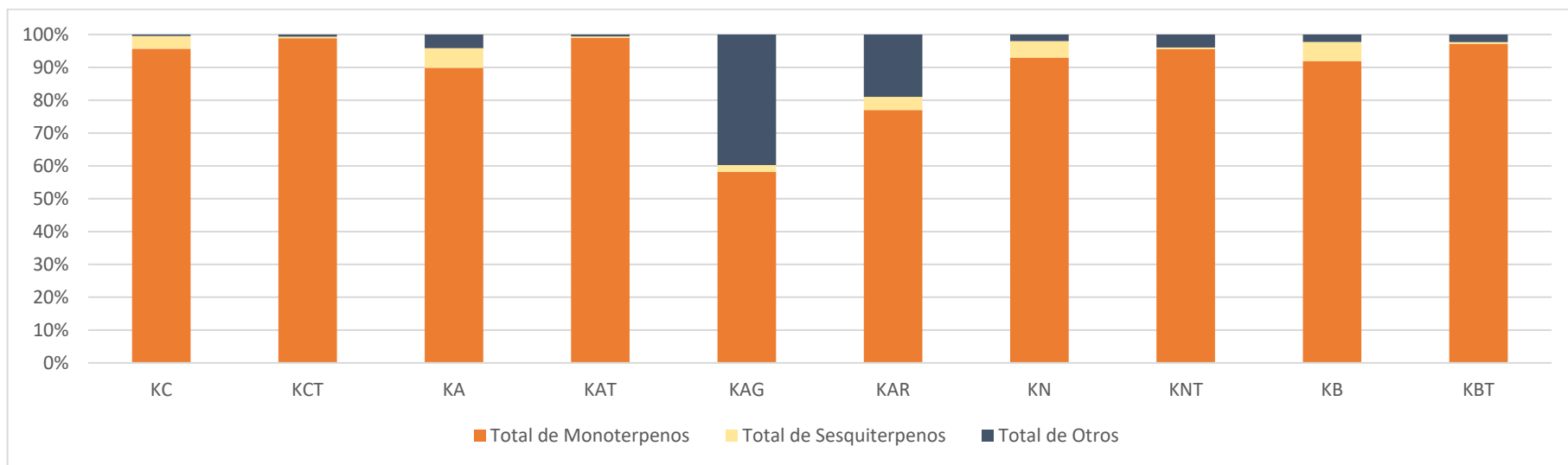


Gráfico 17. Distribución de Tipos de Compuestos de Esencias de Experimento de *C. japonica* (Kumquat).

### Tratamiento Estadístico de Resultados

A continuación, se presentan los diferentes ACP y ACJ basados en los datos obtenidos en la caracterización de sus aceites esenciales presentada en el punto anterior (Tabla 66). Los compuestos mayoritarios son manteniendo la representación de entre el 97,81% y el 99,88% del total de su composición:  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno,  $\alpha$ -terpineol,  $\delta$ -elemeno, acetato de geranilo,  $\gamma$ -gurjuneno, *epi*- $\alpha$ -muurolol, ácido tetradecanoico y ácido hexadecanoico.

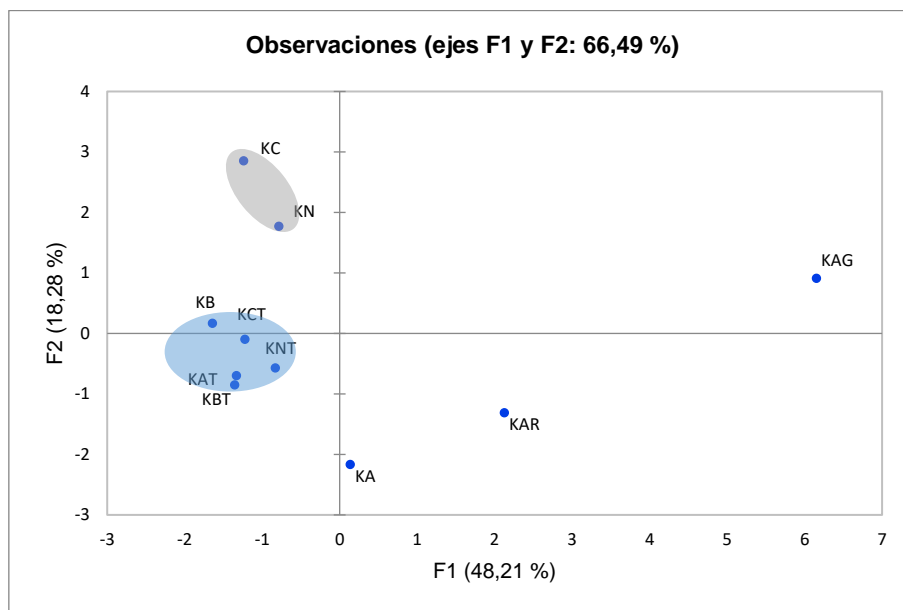


Figura 57. ACP muestras experimento glicosilados.

En el ACP el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 66,49% y se observa la formación de dos grupos y tres muestras aisladas KA, KAR y KAG. El grupo gris se compone de las muestras de las primeras 8 horas con incubación, con enzima KN y sin enzima KC caracterizados por mayores niveles de acetato de geranilo y  $\beta$ -mirceno. El grupo azul rico en limoneno contiene todas las muestras totales y la correspondiente a las primeras 8 horas del blanco KB. Las muestras de independientes se caracterizan por mayores niveles de ácido tetradecanoico y hexadecanoico, en gradiente siendo mayor en KAG y menor en KA.

## 4.6. Análisis Estadísticos Interespecífico de la Composición Volátil

A continuación, se presentan diferentes análisis para observar la relación de las muestras entre parentales (todos los tipos de muestra, por exocarpo, por zumo y por hoja), híbridos (todos los tipos de muestra, por exocarpo, por zumo y por hoja), entre todas las muestras, entre las de exocarpo, entre las de zumo y entre las de hoja.

### 4.6.1. Especies Parentales

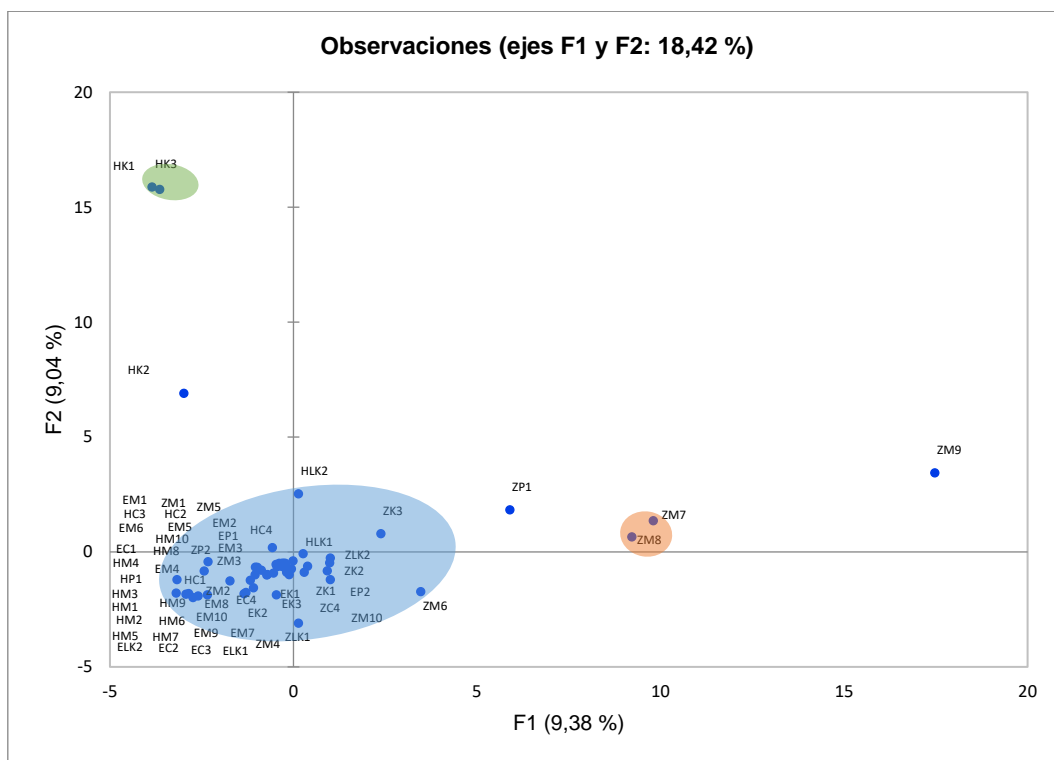


Figura 58. ACP muestras de exocarpo, zumo y hoja de muestras de parentales.

Entre todos los tipos de muestras de parentales analizadas en el ACP de la figura 58 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 18,42%. Se observa un grupo mayoritario de color azul que incluye todas las muestras excepto dos grupos de parejas, uno naranja formado por zumos de mandarina, ZM8 y ZM7, y uno verde formado por hojas de kumquat, HK1 y HK3, y tres muestras independientes de zumo de mandarina, ZM9, zumo de pampelmusa, ZP1 y la hoja de kumquat restante HK2. Tanto el grupo naranja como las muestras ZP1 y ZM9 se ven diferenciadas del grupo principal por los valores de ácido tetradecanoico, acetato de geranilo,  $\gamma$ -gurjuneno o valenceno siendo la que contiene mayor concentración ZM9. En el caso del grupo verde y la muestra HK2 se diferencian del grupo mayoritario por sus valores en elemol,  $\beta$ -eudesmol o  $\beta$ -elemeno. El grupo azul se caracteriza por diferentes terpenos,  $\beta$ -mirceno, limoneno, citronelol, geraniol, nerol.

#### 4.6.1.1. Exocarpo

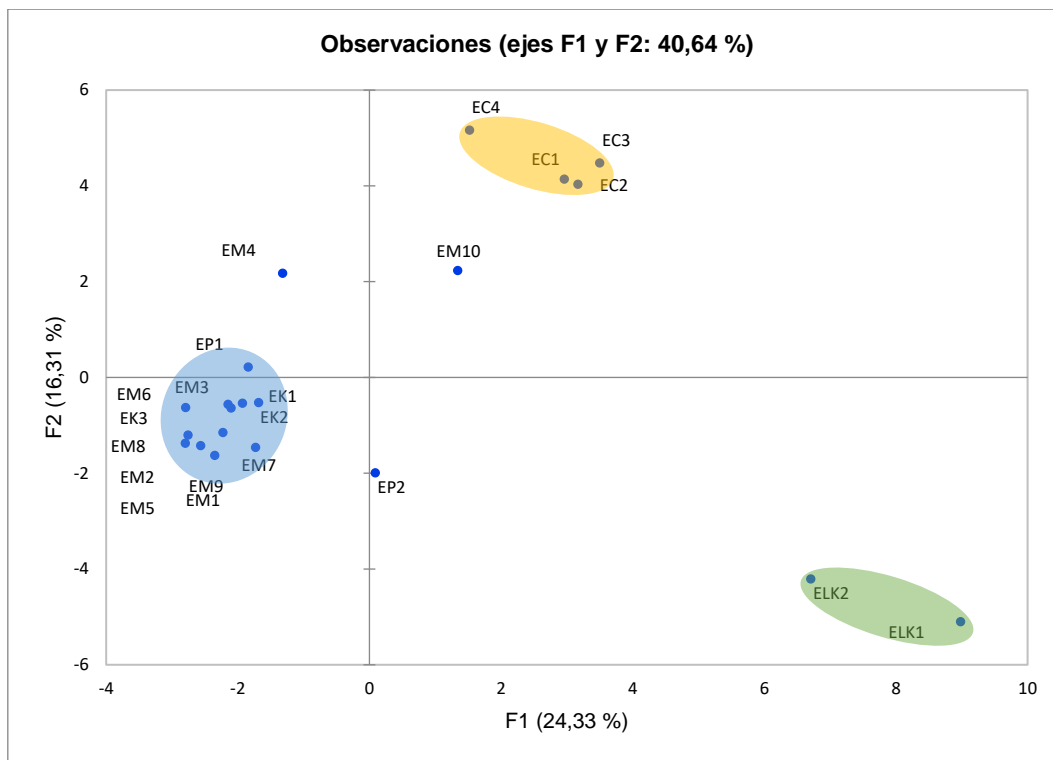


Figura 59. ACP muestras de exocarpo de muestras de parentales.

En la figura 59 incluye solamente las muestras de exocarpo de parentales diferenciándose tres grupos y tres muestras independientes (EM4, EM10 y EP2) y el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 40,64%. El grupo azul caracterizado por mayores niveles de limoneno, linalool y  $\beta$ -mirceno es el mayoritario incluyendo las muestras de kumquat, una de las de pampelmusa (EP1) y la mayoría de muestras de mandarinas excepto las independientes EM4 y EM10. El grupo verde está formado por las muestras de lima Kaffir desplazados del resto de muestras por las concentraciones de sabineno, citronelol y diferentes terpinenos. El grupo restante de color naranja incluye las muestras de cidra caracterizadas por nerol, geraniol,  $\alpha$ -tujeno. Respecto a las muestras independientes, EP2 se encuentra entre el grupo verde y azul siendo más próximo a éste, EM10 entre los grupos azul y amarillo, y EM4 se sitúa cerca al grupo mayoritario, pero se diferencia por mayores niveles de neral y geraniol.

#### 4.6.1.2. Zumo

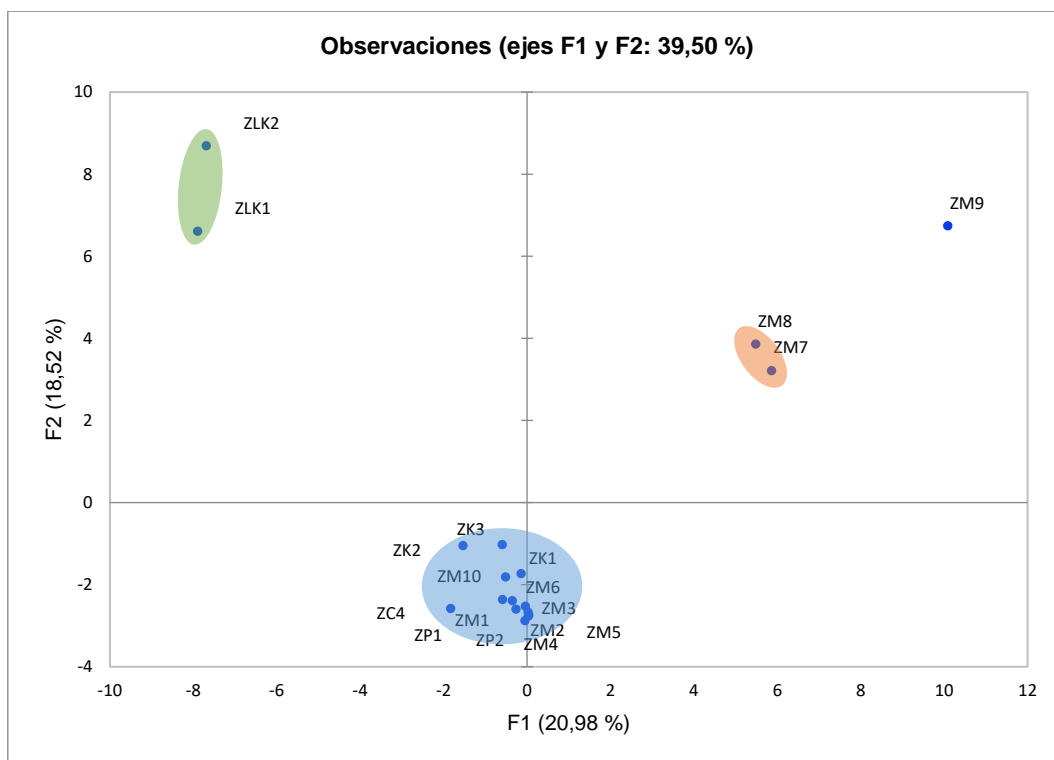


Figura 60. ACP muestras de zumo de muestras de parentales.

En la ACP de la figura 60 se analizan sólo las muestras de zumo de parentales y el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 39,50%, formándose tres grupos y una muestra independiente de mandarina ZM9. El grupo de color verde incluye las muestras de lima Kaffir definidas por sabineno, citronelal y diferentes terpinenos, el grupo naranja está formado por dos muestras de zumo de mandarina ZM8 y ZM7, que se encuentra entre la muestra independiente ZM9 caracterizado por *n*-metilantranialato de metilo, acetato de geranilo y valenceno, y el grupo mayoritario de color azul que incluye a las muestras restantes con mayores niveles de  $\beta$ -mirceno, limoneno o nootkatona.

### 4.6.1.3.Hoja

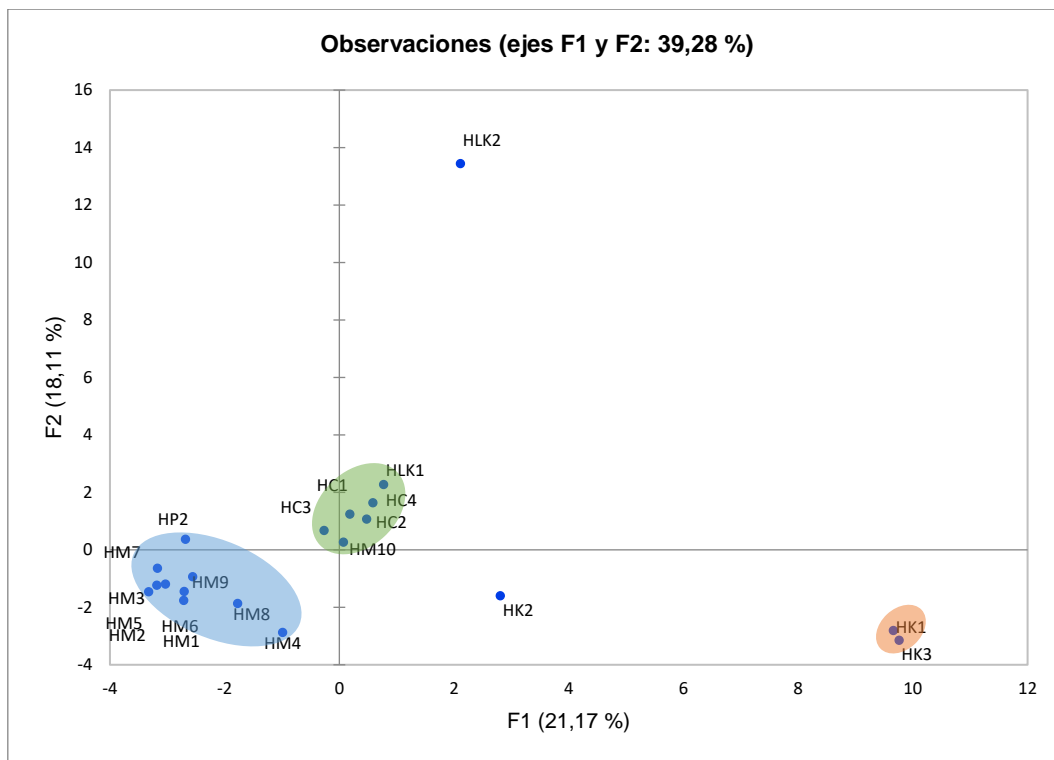


Figura 61. ACP muestras de hoja de muestras de parentales.

En la figura 61 se muestra el análisis realizado sólo con muestras de hoja de parentales y el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 39,28% y se observan tres grupos y dos muestras independientes HK2 y HLK2. El grupo naranja es el más distante al de resto de muestras formado por muestras de hojas de kumquat HK1 y HK3, definidas por sus valores en elemol,  $\beta$ -eudesmol o  $\beta$ -elemeno, encontrándose la muestra restante de hoja de kumquat HK2 entre este grupo y el verde caracterizado por geraniol y neral formado por todas las muestras de cidra, de mandarina HM10 y de lima Kaffir HLK1. La muestra restante independiente de hoja de lima Kaffir HLK2 con mayores niveles de geraniol y nerol. El grupo azul es el mayoritario que reúne las muestras restantes caracterizado por sabineno, diferentes terpinenos y limoneno.

#### 4.6.2. Especies Híbridas

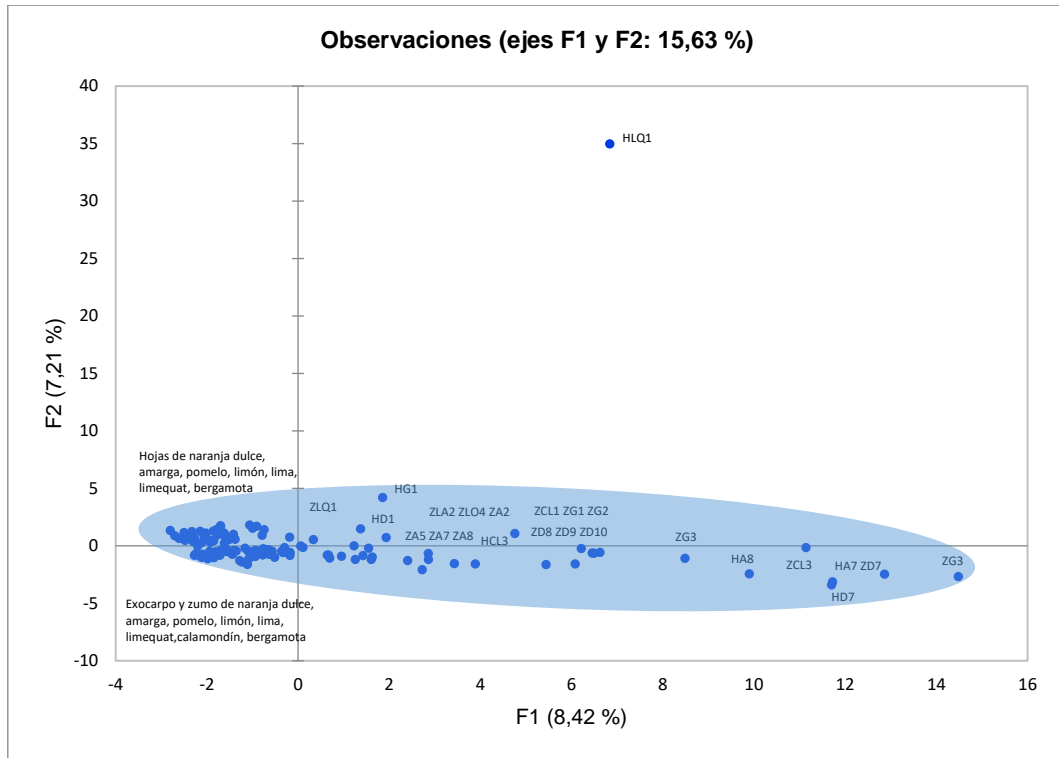


Figura 62. ACP muestras de exocarpo, zumo y hoja de muestras de híbridos.

En la figura 62 incluye solamente las muestras de híbridos y el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 15,63%. Se observa la formación de un gran grupo de color azul y una única muestra independiente de hoja de limequat HLQ1 por sus valores en elemol,  $\delta$ -cadineno,  $\alpha$ -cadinol o  $\gamma$ -eudesmol. El grupo mayoritario, aunque incluye a la mayoría de las muestras excepto la ya comentada, tiene dos polos entre los que se sitúan las muestras en el lado izquierdo nos encontramos la mayoría de las muestras de las tres partes analizadas caracterizadas por valores mayores de limoneno y diferentes terpinenos mientras que las muestras que se encuentran en el lado derecho estarían definidas por mayores concentraciones de nootkatona, *n*-heptadecano, decadienal, ácido tetradecanoico o ácido hexadecanoico y menores de limoneno.

#### 4.6.2.1. Exocarpo

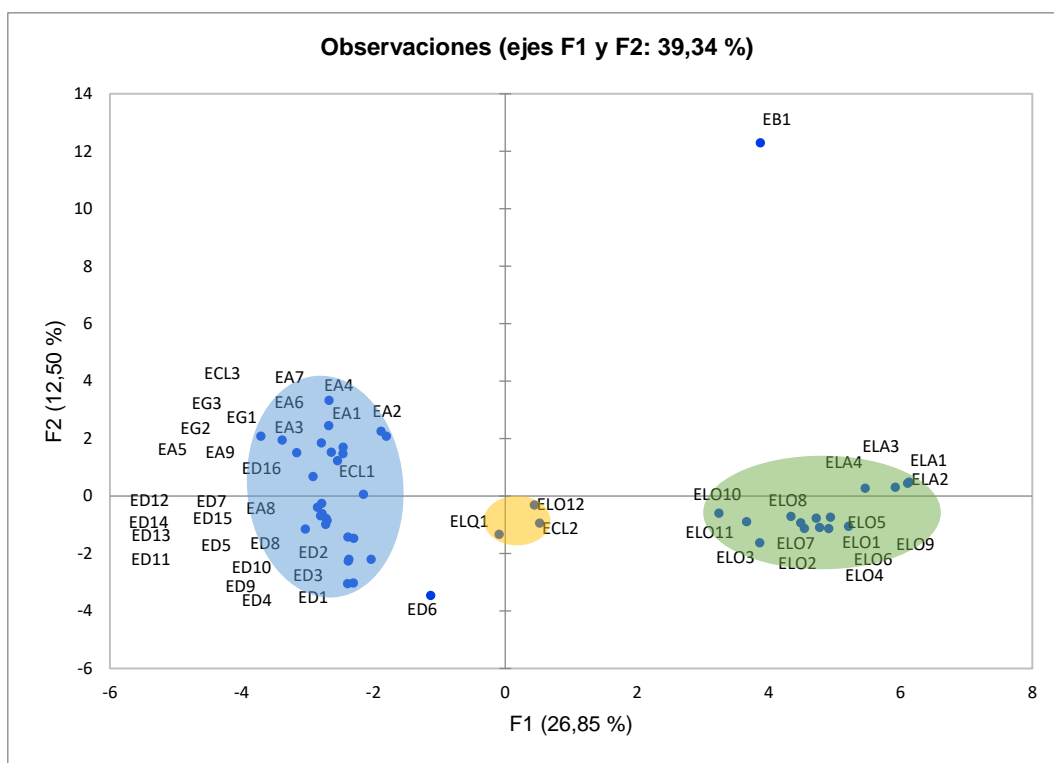


Figura 63. ACP muestras de exocarpo de muestras de híbridos.

En el análisis de la figura 63 de muestras de exocarpo de híbridos el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 39,34%. Se observan tres grupos definidos y dos muestras independientes una de naranja dulce ED6 con menores niveles de limoneno y una de bergamota, EB1 debido a sus niveles de linalool, acetato de linalilo, geraniol, acetato de geraniol y  $\gamma$ -terpineol. Respecto a los grupos formados, el mayoritario marcado de azul en el que se encuentran las muestras de naranja amarga, dulce, pomelo y una de calamondín ECL1 caracterizados por altas concentraciones de  $\beta$ -mirceno, limoneno, valenceno o geranial. El grupo de color verde reúne las muestras de lima y limón caracterizadas por diferentes terpinenos, citronelal y neral. El grupo amarillo se encuentra entre los dos anteriores incluyendo una muestra de limequat ELQ1, una de calamondín ECL2 y una de limón ELO12.

#### 4.6.2.2. Zumo

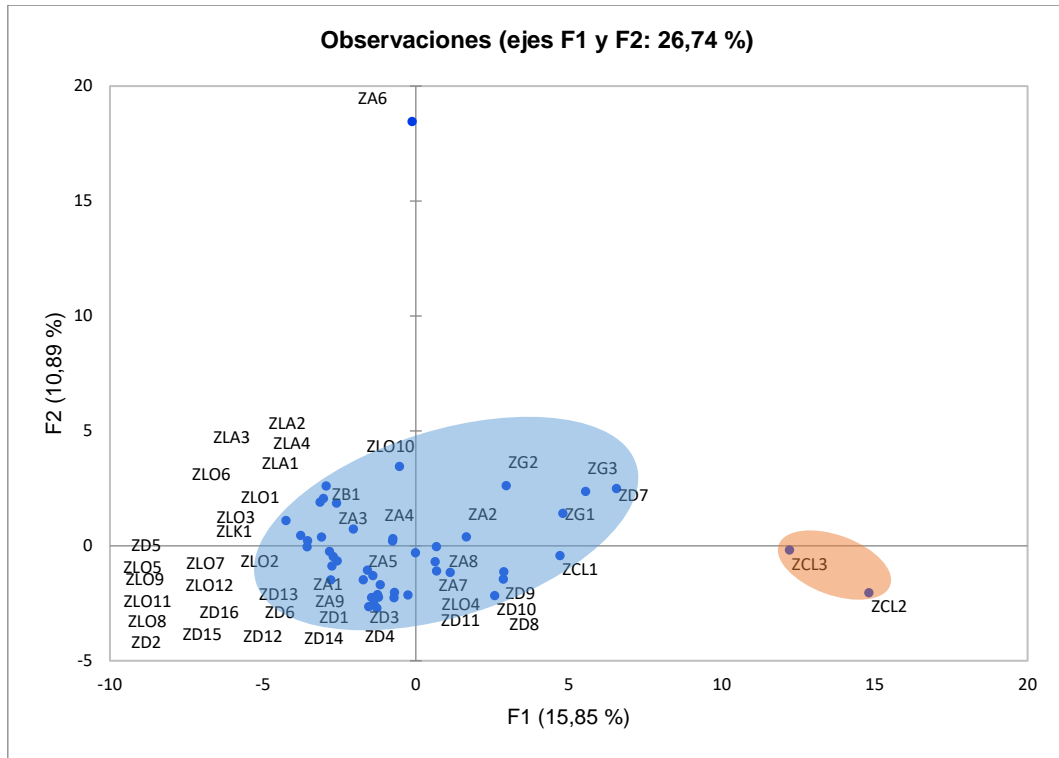


Figura 64. ACP muestras de zumo de muestras de híbridos.

En el análisis realizado con las muestras de zumo de híbridos de la figura 64 y el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 26,74%, diferenciándose dos grupos y una muestra de independiente de naranja amarga ZA6 por mayores concentraciones de sabineno, linalool y citronelal. El grupo naranja está compuesto por dos muestras de calamondín ZCL2 y ZCL3 caracterizadas por  $\beta$ -himachaleno, *n*-heptadecano, *n*-hexadecano y ácido tetradecanoico. El grupo mayoritario de color azul engloba al resto de muestras definidas por mayores niveles de  $\beta$ -mirceno, limoneno, neral y geranial.

### 4.6.2.3. Hoja

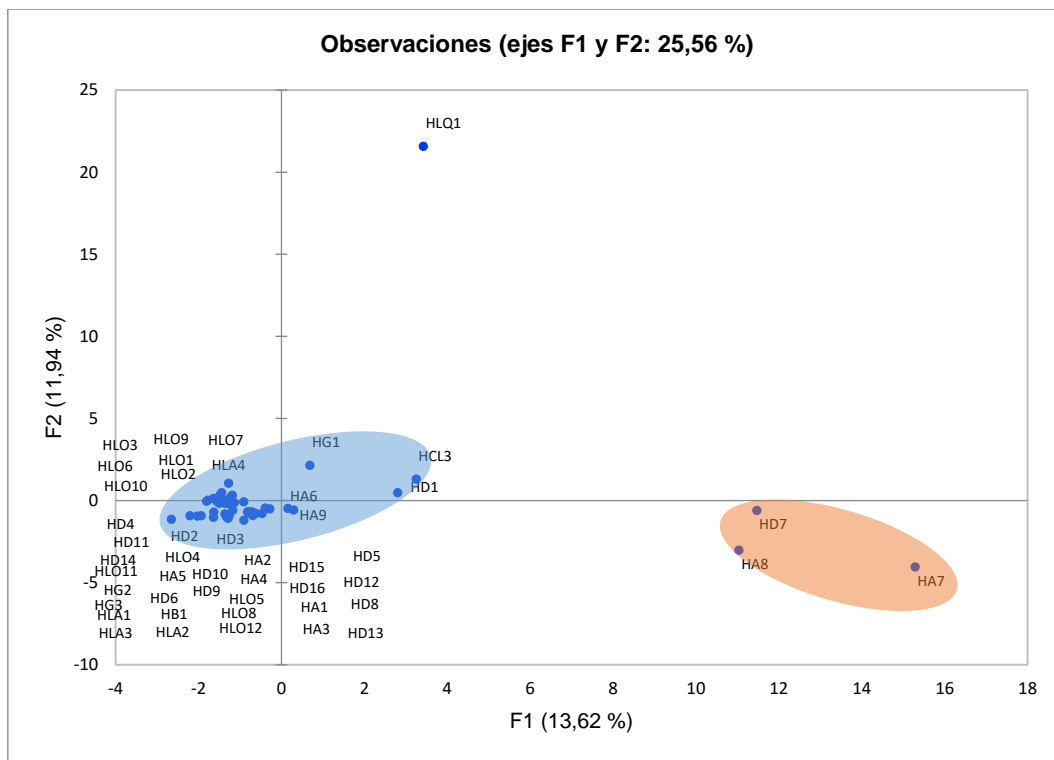


Figura 65. ACP muestras de hoja de muestras de híbridos.

En el análisis de la figura 65 de muestras de hoja de híbridos el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 25,56%, y se diferencian dos grupos y una muestra independiente de limequat HLQ1 caracterizada por elemol,  $\beta$ -selineno,  $\beta$ -eudesmol y  $\beta$ -elemeno. El grupo naranja incluye dos naranjas amargas HA7 y HA8 y una dulce HD7 definidas por sus valores de ácido tetradecanoico y hexadecanoico y el grupo mayoritario de color azul contiene al resto de muestras de hoja de híbridos con mayor concentración de sabineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, neral y geranial.



### 4.6.3.1. Exocarpo

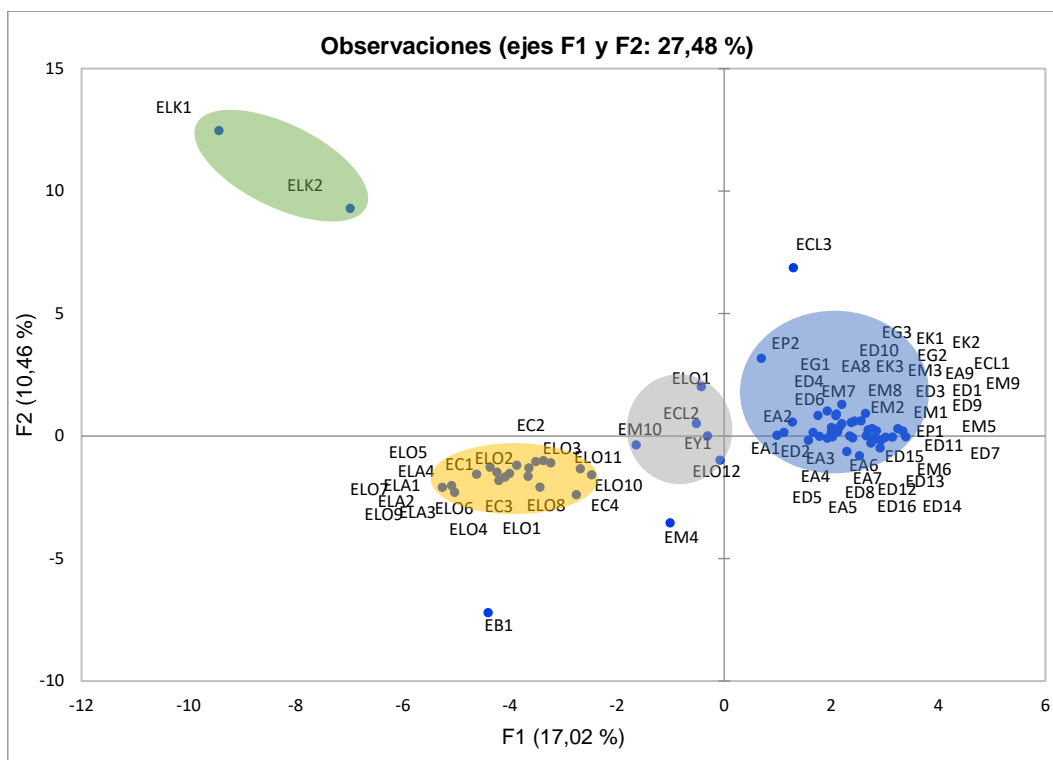


Figura 67. ACP con todas las muestras de exocarpo de parentales, híbridos y yuzu.

En la figura 67 se observa el análisis realizado con todas las muestras de exocarpo y el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 27,48%, diferenciándose cuatro grupos y tres muestras independientes de calamondín ECL3, de mandarina EM4 y de bergamota EB1. El grupo de color verde es el más distanciado respecto del resto por los valores de terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineno, sabineno y citronelol formado por las dos muestras de exocarpo de lima Kaffir ELK1 y ELK2. El grupo de color amarillo formado por las muestras de limón, lima y cidra, es el más próximo al anterior con mayores concentraciones de (*E*)-cariofileno, neral, geraniol y acetato de geraniol y nerilo. El grupo azul reúne a la mayoría de las muestras encontrándose las de mandarina, kumquat, pampelmusa, naranja dulce, naranja amarga y pomelo con mayores niveles en decanal, limoneno y  $\beta$ -mirceno. El grupo gris se encuentra entre el amarillo y el de color azul, reúne muestras de mandarina EM10, limequat ELQ1, calamondín ECL2, yuzu EY1 y limón ELO12 con valores intermedios entre los compuestos mencionados del grupo amarillo y el grupo azul. Las muestras independientes se diferencian por los valores de linalool, y acetato de linalilo en el caso de la muestra de bergamota EB1, de  $\alpha$ -eudesmol y  $\beta$ -santaleno en la muestra de calamondín ECL3, y de geraniol y carvona en la muestra de mandarina EM4.

#### 4.6.3.2. Zumo

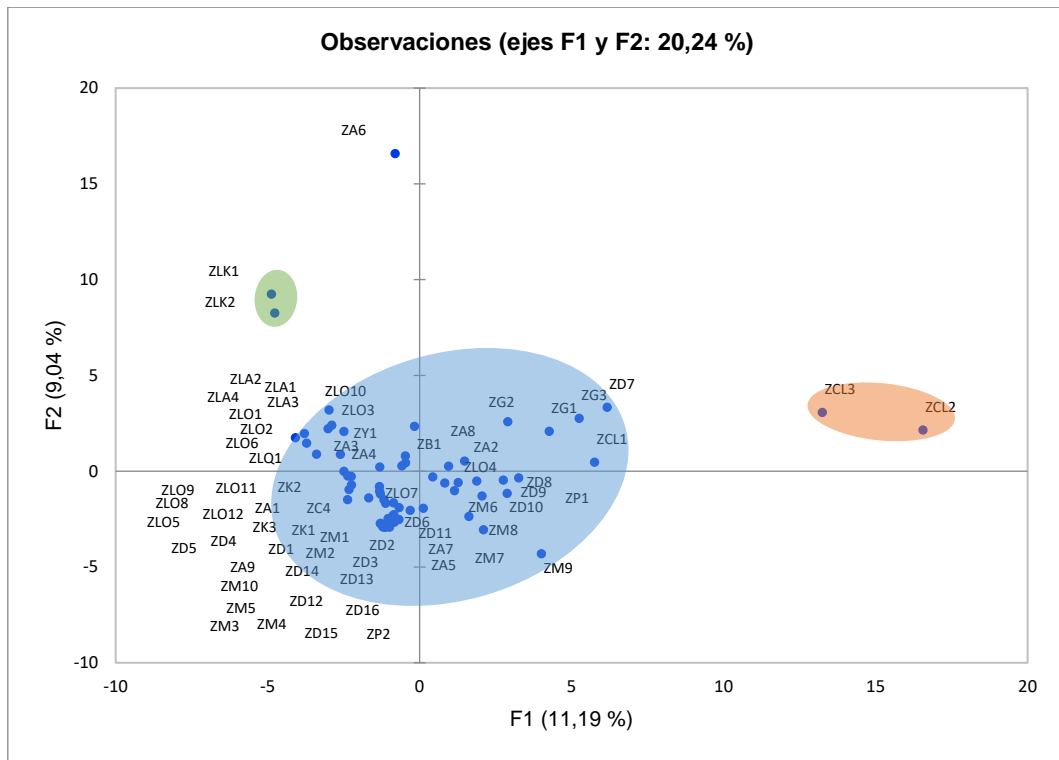


Figura 68. ACP con todas las muestras de zumo de parentales, híbridos y yuzu.

En la figura 68 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 20,24% y se pueden observar tres grupos y una muestra independiente de naranja amarga ZA6 por sus valores de citronelal, borneol, carvona y linalool. El grupo de color verde está formado por las dos muestras de lima Kaffir caracterizadas por sabineno y diferentes terpinenos. El grupo naranja formado por dos muestras de calamondín ZCL2 y ZCL3 por los valores de limonen-10-ol y acetil citronelato. El grupo azul es el mayoritario incluye a las muestras restantes por sus valores en limoneno, geranial, neral, acetato de geranilo y nerilo.

### 4.6.3.3. Hoja

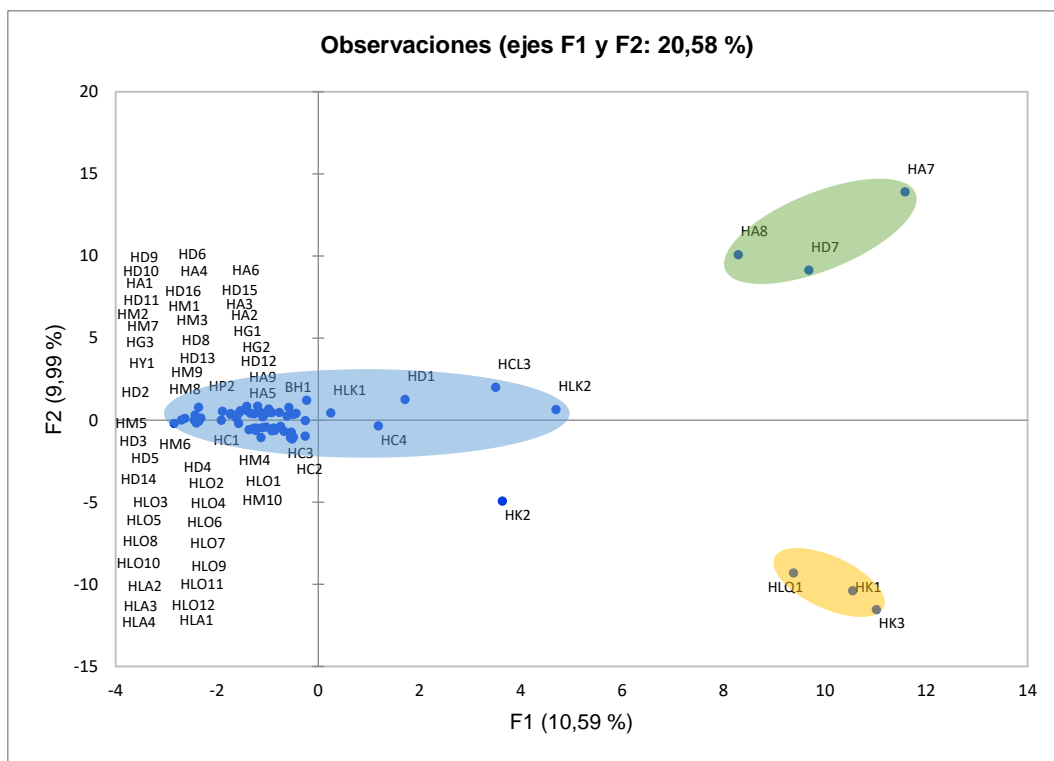


Figura 69. ACP con todas las muestras de hojas de parentales, híbridos y yuzu.

En la figura 69 el porcentaje de variabilidad de los datos se explica por el componente principal 1 (F1) y 2 (F2) es 20,58% y se puede ver como las muestras forman tres grupos diferenciados y una muestra independiente de kumquat HK2. El grupo de color amarillo caracterizado por elemol,  $\beta$ -eudesmol,  $\gamma$ -eudesmol,  $\alpha$ -bisabolol, y  $\alpha$ -cadinol formado por dos muestras de kumquat HK1 y HK3 y la muestra de limequat HLQ1. El grupo verde está formado por dos muestras de naranja amarga HA7 y HA8 y una de naranja dulce HD7 definidas por los niveles de valenceno, ácido tetradecanoico y hexadecanoico. El grupo azul es el mayoritario encontrándose en él las muestras restantes por sus valores en sabineno,  $\beta$ -mirceno y diferentes terpinenos.



# Discusión



## 5. DISCUSIÓN

### 5.1. Especies de Parentales

Los valores obtenidos de rendimiento de cada especie parental presentadas en el epígrafe 4.1, muestran los mínimos rendimientos en muestras de exocarpo en diferentes muestras y especies, en mandarina 0,11% (EM8), cidra 0,12% (EC1) o pampelmusa 0,16% (EP1), mientras que los máximos se encuentran en exocarpo de lima Kaffir con un 1,31% (ELK2) o en mandarina 0,78% (EM9). Los resultados correspondientes de muestras de zumo son menores y constantes en comparación con los anteriores encontrándose la mayoría próximos a 0,01% y alcanzando puntualmente 0,26% en kumquat (ZK2). En los rendimientos obtenidos de hoja se observa mayor heterogeneidad como en las de exocarpo con mínimos de 0,04% en mandarina (HM9) o 0,06% en pampelmusa (HP2), y máximos de hasta 3,04 % también en mandarinas (HM3). Dado que en este estudio los valores obtenidos de rendimiento tanto en exocarpo como en hoja, muestran valores superiores e inferiores a la media en diferentes muestras de una misma especie, es necesario contar con mayor número de muestras para observar si la especie es el factor principal en cuanto a la producción de aceite esencial, además en las muestras de zumo se observan valores más homogéneos de rendimiento, por lo que hace pensar que la especie no es un factor para un mayor o menor rendimiento como pueden ser la temporada, estado de maduración, condiciones de cultivo, postcosecha (Figueiredo *et al.*, 2008; Fisher & Phillips, 2008; Wu *et al.*, 2013).

En relación a la caracterización de los aceites esenciales de las diferentes especies de parentales en muestras de exocarpo los monoterpenos representan la mayor parte de la composición, siendo el compuesto mayoritario es limoneno excepto en una de muestra de mandarina (EM4) y en las de lima Kaffir. En EM4 se han encontrado mayor concentración de geranial y neral que de limoneno y en las de lima Kaffir se han identificado niveles más altos de terpinen-4-ol y citronelal en ELK1 y sabineno y terpinen-4-ol en ELK2 que de limoneno. La muestra EM4 con geranial y neral como mayoritario puede indicar un estado de defensa que le sea útil ante fitopatógenos (Chutia *et al.*, 2009), y en el caso de los compuestos mencionados como mayoritarios de la lima Kaffir concuerdan con la bibliografía consultada (Sato *et al.*, 1990; Waikedre *et al.*, 2010). El ACP realizado con los datos de composición de las esencias muestra de exocarpos de la figura 59 presenta tres grupos definidos indicando que se encuentran diferencias entre los exocarpos de las especies que forman dichos grupos, uno formado por las muestra de lima Kaffir tanto por los compuestos mayoritarios como por sabineno acercándole al olor herbal de las hojas (Amanpour *et al.*, 2019), otro por las muestras de cidra por nerol, geraniol y  $\alpha$ -tujeno teniendo estas un aroma más fresco (Elsharif & Buettner, 2016), y un último grupo con el resto de especies caracterizadas por mayores niveles de limoneno, linalool y  $\beta$ -mirceno

característicos del olor cítrico (Amanpour *et al.*, 2019). También se observa que aparecen de manera independiente las muestras EM4 y EP2 por los niveles de geranial y neral que pueden indicar algún tipo de defensa ante patógeno teniendo en cuenta sus propiedades antifúngicas. EM10 en cambio, se encuentra más próximo a las cidras, pudiéndose explicar por un mayor grado de conservación filogenética respecto a la mandarina original conteniendo ésta mayores concentraciones de nerol y geraniol siendo conveniente ampliar el número de muestras de este tipo para analizar si concuerdan con estos valores de nerol y geraniol y no se trata de una muestra puntual.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos la caracterización del aceite esencial de exocarpo parece ayudar a diferenciar entre tres grupos de parentales, siendo el de cidra y el de lima Kaffir los únicos homogéneos entre sí, mientras que para el resto de especies parentales no es un factor lo suficientemente diferenciador la composición de la esencia.

Respecto a las muestras de zumo se componen mayoritariamente de monoterpenos y se aprecia un ligero aumento de sesquiterpenos respecto a las esencias de exocarpo, y al igual que en estas se encuentra también limoneno como compuesto más abundante en la composición de las esencias de parentales, a excepción de dos muestras de mandarina ZM1 y ZM10 que se encuentra en mayor proporción  $\alpha$ -pineno y ácido hexadecanoico respectivamente, y todas las muestras de lima Kaffir con  $\alpha$ -terpineol y  $\beta$ -pineno de olor anisado dulce y verde (Mebazaa *et al.*, 2011). En el caso de las dos muestras de mandarina, ZM1 con  $\alpha$ -pineno puede indicar menor estado de maduración (Tietel *et al.*, 2011), y ZM10 con ácido hexadecanoico se podría explicar porque se cultiva y consume menos que otras mandarinas con menores niveles de conservación genética, siendo conveniente ampliar el número de muestras de este tipo para analizar si concuerdan con los valores obtenidos y no se trata de una muestra puntual. El ACP realizado con todas las muestras de zumo de parentales de la figura 60 muestra cómo hay un grupo principal que reúne la mayoría de muestras salvo las de lima Kaffir además de por los compuestos mayoritarios por los niveles de sabineno y citronelal asemejándose a lo que ocurriría en los análisis con muestras de pericarpo de parentales, y tres muestras de mandarina ZM7, ZM8 y ZM9 por sus valores de *n*-metilntranialato de metilo, acetato de geraniol y valenceno indicando mayor grado de maduración (del Rio *et al.*, 1992; Sharon-Asa *et al.*, 2003). Teniendo en cuenta estos grupos, salvo por las muestras de lima Kaffir, la composición de aceite esencial de zumo no parece ser distintivo de cada especie.

En cuanto a las muestras de hoja se componen mayoritariamente de monoterpenos y se observa una mayor proporción de sesquiterpenos respecto a las muestras de exocarpo, llegando a ser mayoritarios en HK1(86,46%) y HK3(90,2%). También cabe destacar la muestra de mandarina HM10 compuesta por un 63,5% de aminobenzoicos (*n*-metilntranialato de metilo).

Aun estando formados por monoterpenos mayormente, se han identificado diferentes compuestos mayoritarios, siendo sabineno el más común entre esencias de pampelmusas, mandarinas y kumquat, seguido por linalool y  $\alpha$ -cadinol en estas últimas. En las de cidra se encuentra limoneno geranial y neral como mayoritarios con olor más fresco (Elsharif & Buettner, 2016), y citronelal y nerol en el de lima Kaffir con aroma más alimonado (Choi *et al.*, 2003). Estas diferencias también se observan en el ACP de la figura 61 donde se aprecian diferentes grupos heterogéneos definidos por los compuestos mayoritarios y en el caso de las muestras de kumquat, forman un grupo homogéneo diferenciado por los niveles de  $\beta$ -elemeno pudiendo indicar mayor grado de maduración (Mira Castelló, 2020). Teniendo en cuenta la formación de los grupos heterogéneos en algunos cítricos como mandarina o lima Kaffir la composición química de la esencia no parece ser el mejor carácter para identificar especies, aunque en el caso de las muestras de kumquat, en las que todas ellas se diferencian del resto de especies sí puede ser interesante como un factor de identificación.

#### 5.1.1. *C. reticulata* (Mandarina)

El rendimiento obtenido de mandarinas muestra mayor variabilidad en esencias de exocarpo (0,11-0,78%) y hoja (0,04-3,04%) encontrándose el máximo en este tipo de muestra, mientras que las de zumo son constantes pese a tener los rendimientos más bajos (0,01-0,14%). De las muestras de exocarpo solamente las muestras de Valencia 1 (EM3, EM6 y EM9) van aumentando su producción, mientras que las de Tarragona 1 (EM1, EM4 y EM7) son las más constantes y las de Tarragona 2 (EM2, EM5 y EM8) tienden a producir menos esencia. Con estos resultados parece influir la procedencia y temporada de cosecha aumentando en Valencia y disminuyendo en Tarragona, siendo necesario ampliar las temporadas de destilación y poblaciones de estas para investigar si realmente influye, al igual que conocer otros aspectos como tratamiento concreto del cultivo (tipo de suelo, riego, modo de recolección, etc.), clima (Smith *et al.*, 2001; Viuda-Martos *et al.*, 2013), o análisis genéticos de cada población para inferir de qué manera afectan los posibles cruzamientos y retrocruzamientos en esta especie como sí ocurre en la composición (Hosni *et al.*, 2010). Esto también sería conveniente hacerlo con las hojas para encontrar la causa de la variabilidad de los diferentes rendimientos de esta parte de la especie.

De las muestras de Valencia 4 correspondiente a una variedad de mandarina más conservada genéticamente respecto a la original, no se puede valorar su rendimiento a lo largo del tiempo al tener un solo año de extracción de aceite esencial, aunque cabe decir que los valores obtenidos se encuentran dentro de la media de rendimientos de exocarpo, zumo y hoja no pareciendo influir la variabilidad genética de las otras muestras respecto esta. Sería necesario

ampliar las temporadas de destilación para observar su comportamiento al igual que en las otras muestras de mandarinas.

Respecto a la composición de los aceites esenciales extraídos de exocarpo, zumo y hoja de *C. reticulata* están formados mayoritariamente por monoterpenos, presentando mayor proporción de sesquiterpenos y otro tipo de compuestos en muestras de zumo y hoja, superando a monoterpenos en HM10 con un 63,5% de *n*-metilantranialato de metilo (Gráfica 1). Se puede observar en el ACP de la figura 7 cómo las de hoja se diferencian de las demás, al igual que algunas de zumo. Estas diferencias se explican por los niveles de sabineno, linalool y citronelal en la esencia de hoja mientras que tanto en muestras de exocarpo como en la mayoría de las de zumo, los componentes que se encuentran en mayor concentración son limoneno, geranial o neral. En el caso de las muestras que se diferencian tanto en esencia de hoja como de exocarpo y mayoría de zumo, es por menores niveles de los compuestos ya mencionados y mayores de ácido tetradecanoico, ácido hexadecanoico y valenceno, siendo este último característico del sabor a naranja (Maccarone *et al.*, 1998) y encontrándose en estados de maduración avanzados (del Rio *et al.*, 1992; Sharon-Asa *et al.*, 2003). Esto es interesante porque se dan en las muestras de la temporada 18/19 en las diferentes poblaciones pudiéndose relacionar con las condiciones climáticas de dicha cosecha, ya que el tipo de suelo, tratamiento postcosecha no ha variado entre de año en año.

Dentro del grupo de las muestras de exocarpo se pueden distinguir dos de las diez muestras como se aprecia en la figura 1 y figura 2 por menores concentraciones limoneno, y mayores niveles de geranial y neral en EM4 y de diferentes terpinenos,  $\beta$ -elemeno y carvacrol en EM10. En el caso de EM4 parece ser puntual de la temporada 17/18 encontrándose EM1 y EM7 dentro del grupo mayoritario de exocarpo, mientras que en el caso de EM10 no se puede comparar con más muestras de la misma población de otros años, siendo interesante su investigación al ser la muestra entre todas las de mandarina mejor conservada pudiendo conocer si estos valores son puntuales por algún tipo causa biótica o abiótica o porque la esencia de mandarina “original” se caracteriza por otra composición (Figueiredo *et al.*, 2008).

En el caso de las muestras de zumo se observa mayor dispersión en los análisis realizados de las figuras 3 y 4. Diferenciándose las muestras de zumo correspondientes a la temporada 18/19 como ya se ha comentado en el análisis del conjunto de muestras de esencia de *C. reticulata*. Las muestras ZM6 y ZM10 se diferencian del grupo mayoritario por sus mayores niveles de  $\alpha$ -pineno, canfeno o  $\beta$ -pineno que son característicos del olor a mandarina (Feng *et al.*, 2018)

Respecto a los análisis realizados de las figuras 3 y 4 con los compuestos mayoritarios de esencia de hoja se observan cuatro tipos de muestras diferenciadas, siendo las más singulares, con altas concentraciones de limoneno, las muestras HM4 y HM10, continuado por propanoato de linalool en la primera y *n*-metilantranialato de metilo. El propanoato de linalool tiene propiedades irritantes en la piel por lo que sería necesaria su eliminación para su aplicación en la industria (Bickers *et al.*, 2003). El *n*-metilantranialato de metilo es el compuesto característico del olor pungente a mandarina (Correa *et al.*, 2016), siendo interesante encontrarlo en mayor concentración en la esencia de hoja de la mandarina mejor conservada genéticamente. Los dos grupos restantes están diferenciados por sabineno, geranial y neral en el caso de HM1, HM2, HM3, HM5 y HM6 siendo el quimiotipo más común (Lota *et al.*, 2000), y por valenceno en el de HM8 y HM9 teniendo mayor olor a naranja (Maccarone *et al.*, 1998).

### 5.1.2. *C. maxima* (Pampelmusa)

El rendimiento obtenido de pampelmusa muestra el mayor valor en muestras de exocarpo con un 0,55% en la muestra de Valencia 1 y 0,16% en la Comercial mientras que las de zumo y hoja presentan 0,01% y 0,06% respectivamente siendo muy inferiores a los valores obtenidos de exocarpo. Las diferencias entre las muestras de exocarpo pueden explicarse por el tiempo entre su recolección y su correspondiente destilación siendo menor rendimiento a mayor tiempo entre ambos procesos, o por el pH del agua de destilación al igual que afecta al rendimiento de extracción de pectinas (Methacanon & Krongsin, 2014). De todas formas, dado que sólo se han destilado dos poblaciones en diferentes temporadas y una sola muestra en cada caso, no se cuenta con datos suficientes para valorar si ha afectado el origen, la temporada y otro tipo de factores.

En cuanto a la composición química de los aceites esenciales de exocarpo, zumo y hoja los monoterpenos representan la mayor parte de las esencias, apreciándose un aumento en la proporción de sesquiterpenos en las muestras de zumo y hoja (Gráfica 2). De todas formas en la figura 8 se observa una relación más próxima entre muestras de exocarpo y zumo respecto a las de hoja, formándose un único grupo entre las muestras de pericarpo y la de zumo de Valencia 1 ZP2. En cambio, la muestra ZP1 dista de este grupo por mayores concentraciones de valenceno que implican mayor estado de maduración en cítricos (del Rio *et al.*, 1992; Sharon-Asa *et al.*, 2003), siendo un factor importante a tener en cuenta en la caracterización de los aceites esenciales. La muestra de hoja HP2 en cambio se diferencia por bajas concentraciones de limoneno y mayores de sabineno y de  $\alpha$ -terpineno más característicos de esencia de hoja de cítrico como apuntan diferentes trabajos (Smadja & Sing, 2005; Družić *et al.*, 2016).

### 5.1.3. *C. medica* (Cidra)

El rendimiento de las muestras de cidra de variedad *sarcodactylis* presenta su máximo en exocarpo y hoja con 0,43% y 0,40%, siendo mayor el de hoja que el de exocarpo en las temporadas 16/17 y 18/19. En el caso de la muestra C4 que no corresponde a dicha variedad muestra valores similares entre las tres partes destiladas siendo 0,13%, 0,11% y 0,12% en muestra de exocarpo, zumo y hoja. Por lo que todo lleva a pensar que hay una tendencia a una producción homogénea de aceite esencial en los diferentes tipos de muestras tanto si es variedad *sarcodactylis* como si es *vulgaris*, de todas formas, sería aconsejable aumentar el número de muestras, de ambas variedades para afianzar esta tendencia. En el caso de que se cumpla sería aconsejable el cultivo y producción de la variedad llamada comúnmente mano de buda, aunque apenas se forma endocarpo no obteniendo su aceite esencial, pero consiguiendo mayor rendimiento del de exocarpo y hoja.

En relación a la composición de los aceites esenciales de cidra todos los tipos de muestra se componen mayormente de monoterpenos como se observa en la gráfica 3 y parecen encontrarse diferencias entre las muestras correspondientes a la variedad *vulgaris* (C1,C2 y C3) y *sarcodactylis* (C4), observándose mayor proporción de fenilpropanoides indicador de infección de patógenos (Ballester *et al.*, 2011) en las muestras de exocarpo de las primeras mientras que en la de la última hay mayor proporción de sesquiterpenos. En cuanto al zumo cabe destacar una mayor presencia de compuestos de otro tipo respecto a las esencias de exocarpo y hoja, siendo más próximo a la muestra de su misma variedad (C4). En la figura 13 también se observan estas diferencias en función de la variedad y la parte destiladas, de tal forma que las muestras de C4 no se agrupan con las demás, de variedad *sarcodactylis*, al igual que en los análisis realizados entre muestras de exocarpo y zumo figura 9,10 y 11. A nivel composición se encuentran diferencias cualitativas en pericarpo con hasta 96 compuestos y zumo con tan solo 25, respecto al de hoja se observan diferencias cuantitativas entre variedades de cidra. Las muestras de pericarpo y zumo de la variedad *vulgaris* tienen mayor presencia de  $\beta$ -mirceno y ácido tetradecanoico y hexadecanoico que la variedad *sarcodactylis* de terpinenos, limoneno, geraniol y nerol. Los compuestos  $\beta$ -mirceno y ácido tetradecanoico y hexadecanoico indican menor grado de maduración en otros cítricos como en la bergamota (Marzocchi *et al.*, 2019), mientras que terpinenos, limoneno, geraniol y nerol más comunes del olor característico de cítricos (Minteguiaga *et al.*, 2017), por lo que es más singular el aceite esencial de la variedad *vulgaris*. Las diferencias encontradas pueden deberse no sólo a la variedad sino también al estado de maduración de las mismas (Wu *et al.*, 2013), sería necesario aumentar el número de muestras de cada variedad y diferentes estados de maduración para comprobar cuál de los dos factores es el que determina las diferencias obtenidas en la composición de su aceite esencial.

En el caso de muestra de hoja se diferencia por tiglato de hexilo y acetato de citronelilo respecto a las esencias de mano de buda con mayores valores de sabineno, geranial y neral. Las concentraciones de tiglato de hexilo y acetato de citronelilo suponen mayor valoración en el sector alimenticio como saborizante o en perfumería de alta gama (Mahmud *et al.*, 2009) dando lugar aromas verdes (Hongsoongnern & CHAMBERS, 2008). En el caso de las esencias de la variedad *sarcodactylis* muestran una composición más común entre aceites esenciales de hojas de cítrico (Smadja *et al.*, 2005), asemejándose a las muestras anteriores de exocarpo y zumo, haciendo más singular la esencia de hoja de la variedad *vulgaris*.

#### 5.1.4. *C. hystrix* (Lima Kaffir)

Los datos de rendimientos obtenidos de esta especie presentan el exocarpo como la parte con mayor producción de esencia con hasta 1,31%, mientras que las de zumo y hoja presentan menores valores. Sería conveniente aumentar el número de muestras y temporadas para poder observar si influyen el origen o la temporada en esta especie ya que las dos muestras que se presentan LK1 y LK2 corresponden tanto a poblaciones como a temporadas diferentes.

Con respecto a la composición de las esencias de lima Kaffir tanto de exocarpo, zumo y hoja, los monoterpenos forman la mayor parte de la esencia, diferenciándose las muestras tanto de zumo como de hoja por un aumento en la proporción de sesquiterpenos respecto a las de exocarpo como se puede ver en la gráfica 4. Según los análisis que se presentan en la figura 14 existen diferencias como para que cada tipo de muestra sea distinta, siendo las de exocarpo las que contienen mayores concentraciones de sabineno y terpinen-4-ol, indicador este último de lima Kaffir (Lubinska-Szczygieł *et al.*, 2018), mientras que las de zumo por sus niveles de  $\beta$ -elemeno y (*E*)-cariofileno, compuestos relacionados con el picante característico de pimientas (Gupta *et al.*, 2013) o el de jengibre (Sabulal *et al.*, 2006) y que tienen propiedades insecticidas y antibacterianas (Assis *et al.*, 2013; Urzua *et al.*, 2010) favoreciendo la vida útil de los alimentos. Las muestras de hoja se diferencian por la concentración de citronelal en HLK1 y (*Z*)-isocitral en HLK2 encontrados en otros estudios con gran capacidad antioxidantes (Warsito *et al.*, 2018), además de que en esta última también se encuentran en mayor concentración (*2E,6Z*)-farnesal,  $\beta$ -sinensal nerolidol o propanoato de nerilo respecto a la otra muestra de hoja, siendo más interesante su aroma más complejo para su uso culinario.

### 5.1.5. *C. japonica* (Kumquat)

El rendimiento obtenido de muestras de kumquat presenta su mayor contenido de esencia en el exocarpo, seguido de las hojas y siendo el menor en zumo. En la temporada 18/19 se observa como el rendimiento de muestra de hoja disminuye considerablemente a 0,18%, siendo en las anteriores temporadas 0,41% y 0,45%. El rendimiento de muestras de zumo también disminuye esta última temporada de 0,15% y 0,26% a 0,03% mientras que el exocarpo se mantiene con un rendimiento cercano a la temporada anterior. Tanto la evolución del rendimiento de zumo como de hoja podría explicarse por algún factor biótico como estado de maduración (Liu *et al.*, 2019) o abiótico siendo interesante proseguir el estudio del rendimiento de años consecutivos en conjunto con datos de suelo, meteorológicos como ocurre en otras especies (Wolford *et al.*, 1971; Figueiredo *et al.*, 2008).

En cuanto a la composición química de las esencias de kumquat en la gráfica 5 se observa cómo están formadas tanto exocarpo como zumo mayoritariamente por monoterpenos, y con mayor proporción de sesquiterpenos en las últimas. En cambio, dos de las tres muestras (HK1 y HK3) correspondientes a hoja tienen mayor contenido en sesquiterpenos que en monoterpenos. En la figura 15 se aprecia que tanto las de exocarpo como las de zumo, parecen ser semejantes entre sí y diferentes respecto a las de hoja. Esto se explica por la diferencia de limoneno entre las muestras, siendo mayor en las primeras, y la presencia de algunos compuestos como isovalerato de nerilo, elemol,  $\beta$ -eudesmol o  $\alpha$ -cadinol en las esencias de hoja característicos de hojas de diferentes especies y de especias utilizadas por sus propiedades picantes (Maffei & Chialva, 1990; Odimegwu *et al.*, 2013).

## 5.2. Especies Híbridas

Los valores obtenidos de rendimiento de cada especie de híbrido presentadas en el epígrafe 4.2, muestran sus mínimos rendimientos en muestras de exocarpo en diferentes muestras y especies, en naranjas dulces 0,14% (ED10) o cidra 0,22% (EG1) mientras que los máximos se encuentran en bergamota con un 1,19% o 1% en calamondín (ECL1). Los resultados correspondientes de muestras de zumo son menores y constantes en comparación con los anteriores encontrándose la mayoría próximos a 0,01% y alcanzando puntualmente 0,33% en limón (ZLO5). En los rendimientos obtenidos de hoja se observa mayor heterogeneidad como en las de exocarpo con mínimos de 0,05% en naranja amarga (HA3) o limequat y máximos de hasta 2,25 % en naranja amarga (HA2), pomelo (HG1) y limón (HLO3). Dado que en este estudio los valores obtenidos de rendimiento tanto en exocarpo como en hoja muestran valores superiores e inferiores a la media en diferentes muestras de una misma especie, no se cuenta con las muestras

necesarias para observar si la especie es un factor determinante en cuanto a la producción de aceite esencial, en cambio, las muestras de zumo presentan valores homogéneos de rendimiento, lo que hace pensar que la especie no es un factor que explique las diferencias para un mayor o menor rendimiento como sí pueden serlo la temporada, año, condiciones de cultivo, postcosecha (Vekiari *et al.*, 2002; Boussaada & Chemli, 2007; Li *et al.*, 2018).

En cuanto a la caracterización de los aceites esenciales de las diferentes especies de híbridos se encuentran mayormente formadas por monoterpenos, apreciándose un aumento de sesquiterpenos y otros compuestos en muestras tanto de zumo como de hoja, siendo en algunos casos mayor su proporción que la de monoterpenos como es el caso de otro tipo de compuestos ZD9 (50,61%) y ZD10 (51,21%) y de sesquiterpenos HD7 (72,76%), ZG1 (57,58%), HG1 (65,24%), HCL3 (68,16%) y HLQ1 (86,84%). el compuesto mayoritario en las muestras de exocarpo es limoneno como indican diferentes citas bibliográficas comentadas en la introducción, siendo la muestra de exocarpo de bergamota la única especie que presenta linalool por encima de limoneno, no recayendo la mayor parte de la esencia en un solo compuesto, explicando su mayor uso en perfumería. El ACP que se muestra en la figura 63 muestra tres grupos definidos y la muestra de bergamota distanciada, los grupos más diferenciados son el formado por las muestras de lima y limón por diferentes terpinenos, neral y citronelal coincidiendo con los resultados de los parentales comentados en el punto anterior (lima Kaffir y cidra) y el compuesto por naranja amarga, dulce, pomelo y ECL1 por los niveles de  $\beta$ -mirceno, limoneno, valenceno o geranial más propios de los parentales restantes (mandarina, pampelmusa y kumquat). El grupo restante formado por ELQ1, ECL2 y ELO12 se encuentra en un punto medio entre los grupos anteriores y por tanto con unos valores de concentración en su composición intermedios a los extremos. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos, la caracterización del aceite esencial de exocarpo parece ayudar a diferenciar entre al menos el grupo formado por los híbridos de lima Kaffir y cidra, otro por los híbridos de los parentales restantes y por último el formado solamente por la bergamota.

Respecto a las muestras de zumo se encuentra también limoneno como compuesto más abundante, encontrándose excepciones en naranja amarga en la muestra ZA6 donde se encuentra sabineno como mayoritario más similar a esencias de hoja de cítrico, y en pomelo (ZG3) (*E*)-cariofileno propio de zumos mejor conservados de pomelo (Lin *et al.*, 2002). El análisis realizado con estas muestras en conjunto que se muestra en la figura 64 presenta un gran grupo homogéneo, englobando a la mayoría de muestras menos dos de calamondín de procedencia de Birmania (ZCL1 y ZCL2) que se emparejan por los valores de  $\beta$ -himachaleno que tiene propiedades insecticidas (Ainane *et al.*, 2019) siendo interesante encontrarlo en muestras de Birmania donde hay diferentes insectos que puedan afectar a estas especies. La muestra de zumo de naranja

amarga ZA6 se diferencia por los niveles de sabineno más similares de hoja. Teniendo en cuenta este análisis no parece ser determinante la composición de los aceites esenciales de los diferentes zumos para poder diferenciarlos, siendo más determinantes otros factores como flavonoides (Wang *et al.*, 2017).

En el caso de las esencias de hoja se observan diferentes compuestos mayoritarios, no siendo sabineno el más común pero sí formando la mayor parte de la composición. Se han encontrado en las muestras de naranja amarga linalool, limoneno, geranial y neral; en las de dulce  $\beta$ -elemeno,  $\beta$ -pineno, terpinen-4-ol o geraniol; en pomelo además de sabineno  $\beta$ -sinensal y linalool; en la esencia de limón y lima limoneno, hidrato de sabineno y acetato de nerilo; en la de limequat elemol; en la de calamondín  $\alpha$ -bulneseno y en bergamota linalool, siendo los niveles de estos compuestos interesantes para poder diferenciar entre especies en función de la composición de la esencia de hoja de cítrico.

Estos resultados muestran mayor variabilidad que en las muestras de exocarpo y zumo ya comentadas, pero no la suficiente para diferenciarse en grupos concretos como muestra el ACP de la figura 62 en el que hay una gran grupo mayoritario definido por sabineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, neral y geranial, y un grupo con mayores valores de ácido tetradecanoico y hexadecanoico formado por HA7, HA8 y HD7, además de una muestra independiente que corresponde a la de limequat por elemol,  $\beta$ -selineno,  $\beta$ -eudesmol y  $\beta$ -elemeno. Teniendo en cuenta esto parece que solamente la esencia de hoja de limequat se diferencia del resto de especies.

### 5.2.1. *C. x aurantium* (Naranja Amarga)

Los valores obtenidos de rendimiento de muestras de naranja amarga presentan el máximo en esencias de hoja con hasta un 2,25% (HA2), aunque este valor parece ser puntual encontrándose el rendimiento de las muestras restante entre 0,1% y 0,44%. En el caso de las muestras de exocarpo alcanzan su máximo en la temporada 17/18 con 0,64% de Granada 1 (EA4) y 0,6% de Valencia 3 (EA6) no pareciendo importar el origen de la muestra, pero sí la temporada aumentando el rendimiento de todas las muestras en la segunda temporada como explican algunos estudios (Boussaada & Chemli, 2017). Respecto a las de zumo presentan los menores valores de rendimiento, siendo en su mayoría 0,01%, explicándose también que no se utilicen para consumo directo.

Acerca de la composición química de los aceites esenciales se componen mayormente de monoterpenos, apreciándose un aumento en la proporción de sesquiterpenos y otro tipo de compuesto en las muestras correspondientes a zumo y hoja en la gráfica 6, cabe destacar los niveles de fenilpropanoides de la muestra ZA6 (13,48%) indicando una posible infección de

*Penicillium* (Ballester *et al.*, 2013). Estas diferencias no parecen ser suficientes para diferenciar los distintos tipos de muestra dado que en el ACP de la figura 22 se muestra un grupo homogéneo, aunque sí se encuentran independientes dos muestras de hoja HA3 y HA8 por los niveles de nootkatona y valenceno indicando más maduración (Girhard *et al.*, 2009) y una de zumo ZA6 por los niveles de fenilpropanoides (metil eugenol - 10,2% y aldehído perílico - 3,28%) iniciando el cambios metabólicos causados por patógenos como por ejemplo *Penicillium* (Ballester *et al.*, 2013). En cambio, si se observa el análisis realizado solamente con muestras de exocarpo (Figura 16) se llegan a diferenciar tres grupos y una totalmente diferente a estos EA8 por sus valores de valenceno indicando mayor estado de maduración (Girhard *et al.*, 2009), como ocurre en la muestra de hoja. Los grupos se diferencian por los niveles de  $\alpha$ -terpineno y  $\beta$ -mirceno en el caso de las muestras de la primera temporada, por octanal y BHT en EA6 y EA7 indicando la aplicación de este último pese a las condiciones de cultivo ecológico de las muestras. Las muestras restantes se diferencian por mayor presencia de limoneno. Parece ser más significativo las concentraciones de limoneno y linalool para diferenciarse en dos grupos según el ACJ de la figura 17 encontrándose por un lado las muestras EA2, EA1, EA3 y EA7 con menores valores de limoneno y mayores de linalool indicando menor estado de maduración y a la contra en las muestras restantes, encontrándose en un estado fenológico más avanzado (Rowshan & Najafian, 2015).

En cuanto a los análisis de la composición de esencia de zumo de la figura 18 se observan tres tipos de muestras, siendo una ZA6 caracterizada por sabineno y linalool encontrándose de forma independiente. Los grupos restantes se diferencian por los valores de  $\beta$ -mirceno y  $\alpha$ -terpineol por un lado y  $\beta$ -selineno y valenceno por otro, todos estos compuestos son más propios de hoja de cítrico y son responsables del amargor característico de esta especie y no sólo por el contenido de flavonoides (He *et al.*, 1997).

Con respecto a las muestras de hojas según el ACP de la figura 20 sólo se diferencian dos muestras HA3 y HA8 por mayores niveles de nootkatona y valenceno, mientras que dentro del grupo homogéneo según el ACJ se pueden diferenciar las muestras por las concentraciones de limoneno,  $\alpha$ -terpineol, neral, geranial siendo mayores en HA1, HA2, HA4 y HA5, más alimonadas y pungentes y menos amargas y verdes que las restantes (Mebazaa *et al.*, 2011).

### 5.2.2. *C. sinensis* (Naranja Dulce)

Entre las diferentes partes destiladas de naranja dulce los rendimientos máximos se han obtenido en muestras de exocarpo con 0,63% (ED16) en la muestra de CIU pudiéndose deber este valor máximo a que se destiló en cuanto se recolectó, y de hoja con 0,44% (HD7) mientras que los mínimos se han encontrado en la mayoría de las muestras correspondientes de la esencia de zumo con valores entre 0,01% y 0,12%. Sería conveniente poder tener acceso en una misma temporada a las diferentes poblaciones y extraer el aceite esencial en diferentes tiempos para

poder observar cómo afecta el tiempo de recolección, maduración del fruto o tratamiento postcosecha como indican diferentes estudios (Boussaada & Chemli, 2007; Bourgou *et al.*, 2012; Habibi *et al.*, 2020).

La composición química de las esencias de esta especie se compone mayoritariamente de monoterpenos en el caso de esencia de exocarpo, y en la mayoría de zumo y hoja, observándose en la gráfica 7 mayor proporción de sesquiterpenos y otro tipo de compuestos que de monoterpenos, superando incluso a estos últimos como es el caso de las muestras de zumo de la segunda temporada (ZD6-ZD10) y las de la última temporada (ZD15) y en muestras de hoja HD1 y HD7. Estas diferencias se observan también en la figura 29 cómo cada tipo de esencia forma su propio grupo homogéneo o al menos se distancian de las demás en el mismo sentido, se puede decir que la composición entre las partes de *C. sinensis* es característica de cada una de ellas. De esta forma el aceite esencial de hoja estaría diferenciado por sabineno, limoneno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, terpinen-4-ol característico de esta parte de los cítricos, el de zumo por menores niveles de limoneno,  $\beta$ -pineno y  $\beta$ -mirceno respecto al de exocarpo además de que en éste se encuentra mayor concentración de linalool de propiedades calmantes y antiinflamatorias (Aprotosoai *et al.*, 2014).

Dentro de las muestras de exocarpo también se observan tres tipos, encontrándose la mayoría de muestras en el de altos niveles de limoneno indicando menor nivel de maduración (Bourgou *et al.*, 2012), mientras que las restantes tienen menores concentraciones de este y mayores niveles de monoterpenos (ED6, ED4, ED3, ED2 y ED5) en un caso y menores de sesquiterpenos en (ED1, ED9 y ED10).

En el caso de las muestras de zumo hay una mayoría caracterizada por limoneno, mientras que ZD6, ZD7, ZD8, ZD9 y ZD10 tienen menores niveles de dicho compuesto y de  $\beta$ -pineno  $\beta$ -mirceno y mayores de  $\delta$ -elemeno, acetato de citronelilo, valenceno, nootkatona siendo estas muestras las más maduras e indicadas para su recolección dado que al ser un fruto no climatérico y no madurará tras esta (Hanco Condori, 2017).

En el tipo de muestras restantes también se observa un grupo mayoritario por las concentraciones de sabineno, *p*-menta-1(7),8-dieno,  $\delta$ -3-careno (*Z*)- $\beta$ -ocimeno, terpinen-4-ol, neral típicos de hoja de naranja (Matuka *et al.*, 2020), pero las muestras HD1, HD9 y HD7 se diferencian por mayores niveles de  $\beta$ -pineno, linalool, citronelol, nerol, geraniol geranial,  $\beta$ -elemeno, (*E*)-cariofileno y nootkatona indicando una composición más similar a la de pericarpo o zumo como se ha comentado anteriormente y con un olor más frutal y cítrico (Mebazaa *et al.*, 2011).

### 5.2.3. *C. paradisi* (Pomelo)

El rendimiento obtenido de muestras de pomelo presenta el máximo rendimiento en hojas con un 2,25% en HG1 coincidiendo con los menores valores de exocarpo 0,22% EG1 y zumo 0,01% ZG1. Y seguido los máximos de exocarpo y zumo alcanzan 0,55% en EG2 y 0,18% en ZG2 respectivamente, siendo la muestra de hoja de esta temporada 17/18 (HG2) la que menor producción de esencia de entre los tres y entre las tres muestras de esencia zumo de pomelo con 0,12%. Estos resultados parecen indicar que a mayor contenido de esencia en hojas menor en fruto y a la inversa, encontrándose las muestras de la temporada 18/19 en el punto medio con 0,41% (EG3+HG3) y 0,44% en la muestra de hoja HG3. Sería necesario aumentar las temporadas de análisis para ver si se mantiene esta relación.

Con respecto a la composición química de las diferentes partes analizadas se observa en la gráfica 8 que forman la mayoría de la esencia monoterpénos en el caso de las muestras de exocarpo, mientras que tanto en zumo como en hoja se observa mayor proporción de sesquiterpenos, llegando a superar los niveles de monoterpénos en ZG1(57,58%), ZG3(53,19%) y HG1(65,24%). Según la figura 30 que muestra el ACP realizado con la composición de las esencias extraídas, cada tipo forma su propio grupo homogéneo pudiéndose diferenciar cada parte de este cítrico por la composición de su aceite esencial. Las muestras de exocarpo se diferencian por mayores niveles de limoneno, mientras que las de zumo por (*E*)-cariofileno aportando sabor amaderado y verde (Seo & Baek, 2005; Striking *et al.*, 2018) y no amargo solamente por diferentes flavonoides (Zhang *et al.*, 2011), además este compuesto tiene propiedades anticancerígenas (de Oliveira *et al.*, 2015) siendo interesante su ingesta. En cuanto a las de hoja se diferencian por menores valores de los compuestos comentados en los otros tipos de muestra y mayores de sabineno, linalool y  $\beta$ -sinensal con propiedades antibacterianas (Pattnaik *et al.*, 1997; Haznedaroglu *et al.*, 2001) siendo interesante su aplicación como conservante.

### 5.2.4. *C. limon* (Limón)

Los datos de rendimiento presentados en el epígrafe 4.2.4. muestra el máximo rendimiento en muestras correspondientes a hojas hasta con un 2,25% HLO3 encontrándose el mínimo de esencia de hoja con 0,06% en la misma población, Valencia 2, en la siguiente temporada. Respecto a las muestras de exocarpo muestran rendimientos heterogéneos entre diferentes poblaciones, pero manteniéndose aproximadamente de año en año excepto la muestra de Valencia 3 de la temporada 17/18 a la 18/19 de un 0,54% a un 0,24% respectivamente por lo que sería necesario conocer si en esa población ha habido algún factor que haya afectado al

rendimiento. En cuanto al de muestras de zumo mantienen valores por debajo de 0,05% a excepción de ZLO2, ZLO4 y ZLO5 con 0,12% en las dos primeras y 0,33% en la última presentando el máximo entre las muestras de zumo de limón pudiéndose deber al tiempo entre recolección como ocurre en hojas o exocarpo como indica Vekiari *et al.*, 2002.

En cuanto a la composición de las diferentes esencias de limón como se puede ver en la gráfica 9 se componen mayoritariamente de monoterpenos, y entre las muestras destacan ZLO4 por los niveles de sesquiterpenos 11,37% y de otro tipo de compuestos 23,19%. Según se representa en el análisis de la figura 37, se diferencian las muestras entre las procedentes de zumo y exocarpo respecto las de hoja, aunque se observan dos excepciones, por una parte, HLO5 y por otra ZLO10 que se encuentran en el grupo inverso. Las muestras de zumo y exocarpo se caracterizan por mayores niveles de limoneno mientras que las de hoja por citronelol, neral y geraniol.

Dentro de las muestras de exocarpo se diferencian a su vez en dos grupos y una muestra independiente como se observa tanto en el ACP de la figura 31 como en el ACJ de la figura 32, por un lado, se encuentran las definidas por geraniol y neral (ELO1, ELO8, ELO10 y ELO11) y por otro, por terpinenos, acetato de geraniol y acetato de neral (ELO2, ELO3, ELO4, ELO5, ELO6, ELO 7 Y ELO9). La muestra independiente (ELO12) en cambio se caracteriza por geraniol indicando un estado fenológico de recogida óptimo en comparación al resto (Vekiari *et al.*, 2002).

En cambio, en los análisis realizados sólo con las muestras de esencia de zumo se diferencian dos muestras independientes (ZLO4 y ZLO10) y un gran grupo homogéneo por los niveles de limoneno y  $\beta$ -mirceno. Además, en el ACJ se observa una división dentro del grupo mayoritario por los niveles de  $\alpha$ -terpineol característico de lima Kaffir.

En el caso de las esencias de hoja también se observa un gran grupo mayoritario por valores de sabineno y diferentes terpinenos, diferenciándose la muestra HLO1 por un lado por citronelol, neral y geraniol siendo la más fresca y aromática (Elsharif & Buettner, 2016), y por otro lado las muestras HLO14 y HLO5 por más limoneno y  $\beta$ -mirceno asemejándose más a las muestras de zumo y exocarpo encontrándose en su grupo en el análisis global.

#### 5.2.5. *C. aurantifolia* (Lima)

El rendimiento obtenido de muestras de lima muestra el máximo en esencias de hoja HLA2 con un 1,23% coincidiendo con los valores mínimos tanto de rendimiento de exocarpo como de zumo con 0,41% y 0,01% correspondientemente. La producción de aceite esencial de fruto parece constante entre temporadas y poblaciones, siendo interesante ampliar el estudio de esta especie tanto en más poblaciones como temporadas para contar con más datos acerca de su evolución.

Respecto a la composición de las esencias de exocarpo, zumo y hoja se observa en la gráfica 10 que la mayoría de la esencia de los diferentes tipos está compuesta por monoterpenos, diferenciándose las muestras de exocarpo por los niveles de fenilpropanoides indicando que han estado expuestos a patógenos que han activado las rutas metabólicas de este tipo de compuestos para defenderse (Chen *et al.*, 2021), las de zumo por sesquiterpenos y las de hoja por menores concentraciones tanto de fenilpropanoides como de sesquiterpenos. Dichas diferencias también se observan en el ACP de la figura 44 formando grupos homogéneos en cada tipo de muestra. Los aceites esenciales de exocarpo se caracterizan por  $\beta$ -pineno,  $\gamma$ -terpineno, terpinen-4-ol propios de olores “verdes” (Mebazaa *et al.*, 2011), los de zumo por  $\alpha$ -bisaboleno con propiedades microbiocidas (Kirbaşlar *et al.*, 2009) siendo interesante su estudio como conservante y, por último, las de hoja por neral, geranial y sus acetatos de carácter fresco (Elsharif & Buettner, 2016). En cuanto a los análisis de cada tipo de muestras (Figura 38, 40 y 42) no parece haber muestras necesarias para formar grupos por lo que sería necesario aumentar el número de muestras para poder observar si llegan a diferenciarse quimiotipos concretos entre las muestras de cada tipo. En el caso de las de hoja cabe destacar HLA2 con mayores niveles de acetato de nerilo y (*E*)-cariofileno con propiedades pungentes como pimientos interesantes para su uso como condimento para el sector culinario (Vinturelle *et al.*, 2017).

#### 5.2.6. *C. mitis* (Calamondín)

El rendimiento obtenido de muestras de calamondín presenta el máximo en muestras de exocarpo entre 0,66% en ECL2 y 1% en ECL1 ambas de Birmania de diferente población, coincidiendo máximo y mínimo en temporada, pero no en procedencia, en cambio las muestras de zumo de ambas poblaciones tienen valores semejantes de rendimiento 0,02% en ZCL2 y 0,03% en ZCL1 mientras que el máximo se observa en la muestra de Madrid 1 alcanzando 0,12%. Respecto al valor obtenido de la muestra de hoja HCL3 sería necesario aumentar el número de poblaciones y temporadas para observar si es constante o en función de qué puede presentar variación en su producción.

En cuanto a la composición de las esencias se observa en la gráfica 11 como las muestras de exocarpo se componen mayormente de monoterpenos, mientras que las de zumo hay un aumento de sesquiterpenos incluso superando los niveles de monoterpenos, como es el caso de ZCL3 que contiene 42,97% de sesquiterpenos en su composición, y la muestra de hoja también tiene como mayoritarios sesquiterpenos alcanzando 68,16% de la composición de la esencia. Si se observa la figura 45, se diferencia cada parte destilada, aunque sería necesario aumentar el número de muestras dado que sólo se ha contado con una sola muestra de hoja. Las muestras de

exocarpo se caracterizan por limoneno y  $\beta$ -mirceno, las de zumo por ácido tetradecanoico y hexadecanoico común en esencias de zumos y nootkatona indicando un estado avanzado de maduración (del Rio *et al.*, 1992) y, por último, la de hoja por menores niveles de limoneno y mayores de  $\beta$ -pineno,  $\beta$ -selineno y  $\alpha$ -bulneseno propios de pimientas (Vinturelle *et al.*, 2017) pudiendo ser interesante su uso culinario como las hojas de lima Kaffir.

#### 5.2.7. *C. x floridana* (Limequat)

Entre las diferentes partes destiladas de limequat el máximo rendimiento se encuentra en la muestra correspondiente a exocarpo con 0,89% mientras que tanto el resultado obtenido de zumo como de hoja coincide con un 0,05%. Sería necesario continuar al menos en esta población en diferentes temporadas para observar si hay algún tipo de cambio como en otras especies de cítricos como mandarinas o limones (Bourgou *et al.*, 2012).

En cuanto a la composición de las esencias de esta especie, se puede ver en la gráfica 12 como tanto la esencia de exocarpo como la de zumo está formada por monoterpenos mayormente, mientras que la de hoja por sesquiterpenos, hasta en un 86,84%. Teniendo en cuenta además la figura 46, parecen diferenciarse entre cada tipo de muestra, la de exocarpo por mayores niveles de  $\beta$ -pineno y *p*-menta-1(7),2-dien-8-ol formado este último por degradación de citral en medio ácido (Kimura *et al.*, 1984), la de zumo por diferentes terpinenos más propio de su parental *C. aurantifolia* (Lim, 2012) y en el caso de la hoja por  $\delta$ -3-careno, (*Z*)- $\beta$ -ocimeno. Sería conveniente aumentar el número de muestras para afianzar estos resultados.

#### 5.2.8. *C. x bergamia* (Bergamota)

Los rendimientos obtenidos entre las diferentes partes destiladas muestran el máximo en hoja con 1,31% seguido por exocarpo con 1,19% y el mínimo en muestra de zumo con 0,02%. Sería interesante continuar con el análisis de esta especie en diferentes poblaciones, temporadas y estados fenológicos de recolección para estudiar su evolución dado que este cítrico muestra variaciones a lo largo de su maduración (Marzocchi *et al.*, 2019).

Respecto a la composición de esencia de exocarpo, zumo y hoja, se observa en la gráfica 13 que se componen mayoritariamente de monoterpenos, diferenciándose por mayores niveles de sesquiterpenos en la muestra de zumo y de fenilpropanoides en la de hoja pudiendo indicar infección por hongos que afectan a la hoja como *Xanthomonas* (Ferenc *et al.*, 2020). Las diferencias entre cada tipo también se pueden apreciar en la figura 47, en el caso de exocarpo por

los niveles de neral y geraniol de olor fresco según Elsharif & Buettner, 2016, en cambio la de zumo por limoneno y  $\alpha$ -(E)-bergamoteno definido por su olor cálido (Laokuldilok *et al.*, 2015) y en el de hoja por  $\beta$ -mirceno y acetatos de nerilo y geraniolo de aroma floral Mahattanatawe & Rouseff, 2014)

### **5.3. C. junos (Yuzu)**

El rendimiento obtenido de muestras de yuzu presenta valores semejantes tanto en muestra de exocarpo como de hoja con un 0,29% y 0,27% respectivamente, y el mínimo en la de zumo con 0,01%. Sería necesario continuar con el análisis de esta especie en diferentes poblaciones y temporadas para estudiar su evolución, ya que algunos estudios muestran variaciones en función del tiempo de almacenamiento entre cosecha y destilación (Njoroge *et al.*, 1996).

En relación a la composición de esencia de cada tipo se observa en la gráfica 14 que los monoterpenos se encuentran formando la mayor parte de la esencia, en el caso de zumo y hoja se observa mayor proporción de sesquiterpenos y fenilpropanoides respecto a los niveles de la muestra de exocarpo. En la figura 48, se diferencia cada parte destilada por los niveles de limoneno y  $\beta$ -mirceno siendo mayores en exocarpo y más comunes entre cítricos,  $\beta$ -cubebeno y  $\beta$ -gurjuneno en la de zumo y linalool y  $\gamma$ -terpineno en la de hoja, coincidiendo con estudios como Lan-Phi *et al.*, 2009 o El-Toumy & Hussein, 2020.

### **5.4. Aceites Esenciales obtenidos hasta Agotamiento de Muestras**

El rendimiento obtenido de muestras de exocarpo llevadas hasta agotamiento que se presentan en el epígrafe 4.4 presentan un aumento respecto a las destiladas durante 8 horas llegando a aumentar en el mejor de los casos hasta veinte veces en el caso de mandarinas EM8T (2,23%) respecto EM8 (0,11%) o quince en el caso de pampelmusa EP1T (2,43%) respecto EP1 (0,16%). En la mayoría de casos aumenta entre dos a seis veces el rendimiento, en el único caso entre los veintinueve que apenas ha variado ha sido en exocarpo de pampelmusa de 0,55% a 0,63%. En diferentes artículos se comparan distintos métodos de extracción (Ferhat *et al.*, 2007) de aceite esencial, y mientras que el tiempo varía, alcanzando las 10 horas en algunos cítricos (Stratakos & Koidis, 2016), todas las muestras destiladas hasta agotamiento han superado ese tiempo y se continuaba extrayendo esencia de las mismas, siendo una novedad en la producción de esencia.

Respecto a la composición química si se observan las gráficas 15 y 16 se observa que el aceite esencial obtenido hasta agotamiento presenta en general mayores niveles de sesquiterpenos

respecto a las obtenidas durante las 8 primeras horas, destacan las muestras correspondientes a pampelmusa (P2), kumquat (K2) naranjas dulces (D7 y D8), limón (LO11), lima (LA3 y LA4) y limequat (LQ1). También se observa que en muestras obtenidas tras 8 horas de destilación hay mayor proporción de fenilpropanoides que en las llevadas hasta agotamiento (EC3, ELA3 y ELA4). El aumento de sesquiterpenos aumenta consecuentemente el peso molecular total del aceite esencial extraído y por tanto disminuye su volatilidad favoreciendo la durabilidad de las mismas en posibles productos de perfumería y cosmética.

En las figuras 61 y 62 dos grupos y una muestra independiente, la de lima Kaffir (ELK2T) por bajos valores de limoneno y altos de sabineno y citronelal respecto al resto. Los dos grupos se diferencian uno por mayores niveles de diferentes terpinenos linalool y (*E*)-cariofileno (Limas, limón, cidra EC3T, limequat y bergamota) con propiedades organolépticas más verdes y pungentes (Striking *et al.*, 2018; Amanpour *et al.*, 2019), mientras que el otro formado por las muestras restantes se caracterizan por altas concentraciones de limoneno y  $\beta$ -mirceno más propias de los cítricos (Minteguiaga *et al.*, 2017 Amanpour *et al.*, 2019).

En los análisis entre muestras de parentales presentados en la figura 49 solamente hasta agotamiento y en la 51 en conjunto con las muestras de las primeras 8 horas, se observa una distribución similar a excepción de la muestra de cidra *vulgaris* EC4 con mayores niveles de  $\alpha$ -(*E*)-bergamoteno, acetato de nerilo y  $\alpha$ -tujeno que dista de la muestra hasta agotamiento y por la muestra EP2 de pampelmusa ecológica por mayores concentraciones de sabineno, terpinen-4-ol y  $\alpha$ -terpineol más propios de las muestras de lima Kaffir, tanto de 8 horas como hasta agotamiento, pudiendo indicar menor estado de maduración ya que esta muestra fue destilada a los pocos días de su recolección mientras que EP1, EP1T pertenecen a una pampelmusa comercial que se desconoce cuánto tiempo pasó desde su recolección hasta su destilación, además de que esta no presenta mayores concentraciones de terpinenos y sabineno en la muestra de 8 horas siquiera. En cuanto a las muestras EM10 y cidra EC3 y EC3T se caracterizan por los valores de  $\gamma$ -terpineno y similares de limoneno y el de las muestras restantes por los mayores niveles de limoneno, y  $\beta$ -mirceno.

En el caso de los análisis entre muestras de híbridos y yuzu presentados en la figura 52 solamente hasta agotamiento y en la 53 en conjunto con las muestras de las primeras 8 horas, la distribución es similar, llegando a diferenciarse un grupo más de muestras en el segundo análisis. Los cuatro grupos diferenciados son el formado únicamente por bergamota con menores valores de limoneno y mayores de linalool, (*E*)-cariofileno y acetato de geranilo, haciendo esta especie la más singular dentro de este grupo, el formado por muestras de limas, limones y LQ1T por diferentes terpinenos, y los dos grupos más similares entre sí compuesto por un lado por LQ1, CL1 y las de yuzu por valores intermedios de terpinenos y limoneno y el formado por las muestras restantes con mayores niveles de limoneno y  $\beta$ -mirceno.

Las muestras de limequat, calamondín son las únicas que se encuentran en grupos diferentes la muestra de las primeras 8 horas con respecto la muestra llevada a agotamiento, por lo que es interesante diferenciar ambos tipos de extracción para la obtención de un tipo u otro de esencia. En el caso de los parentales ocurre lo mismo con muestras de mandarina antigua correspondiente a EM10 y EM10T, a la de pampelmusa ecológica EP2 y EP2T y la de cidra *vulgaris*. De todas formas, sería interesante aumentar el número de muestras llevadas agotamiento para poder afianzar los resultados obtenidos en este estudio.

## 5.5. Muestras Tratadas

Los rendimientos obtenidos entre los diferentes tratamientos aplicados a exocarpo de kumquat muestran un aumento de obtención de esencia en el total de esencia tanto en KA (uso de enzima tras agotamiento) como KN (uso de enzima desde el inicio) con un 2,5% y 2,4% respecto el 1,7% del blanco, aumentando también en el tratamiento control el cual solamente se incubó durante una semana en agua previa destilación alcanzando el 2% de rendimiento. Respecto a los resultados obtenidos en las primeras 8 horas de destilación se asemejan los valores de la muestra control KC (sin incubación ni enzima) con la KA ambos con 0,5% y los del blanco KB (tras incubación de 7 días) con los de KN con 0,9% y 1,1% respectivamente, no pudiendo inferir una causalidad entre tratamiento de algún tipo y su rendimiento. Hubiese sido conveniente la repetición del experimento, pero a causa de la pandemia no fue posible.

En cuanto a la composición química identificada de los diferentes tratamientos en la gráfica 17 se observa en todo tipo de tratamiento que los compuestos mayoritarios son monoterpenos y en todos se ha encontrado limoneno como mayoritario y en función del ACP realizado con estos datos que se muestra en la figura 57 se forman dos grupos principales y tres muestras independientes. Uno de los grupos rico en limoneno está formado por la muestra del blanco KB y todas las muestras llevadas a agotamiento independientemente del tratamiento, y el otro grupo rico en acetato de geranilo y  $\beta$ -mirceno por la muestra sin enzima y con enzima de las primeras 8 horas. Las muestras independientes corresponden a las primeras 8 horas de destilación previas al tratamiento KA y a las de restos de corteza KAR (restos de exocarpo tras agotamiento incubadas con enzima) y de agua KAG (hidrolato tras agotamiento incubado con enzima) tras la aplicación de la enzima siendo más pobres en limoneno y con mayor concentración de ácido tetradecanoico y hexadecanoico.

Con estos resultados parece no influir la enzima en la composición de la esencia, pero sí el tiempo de destilación o la parte destilada dado que tras agotamiento (KAT), los restos de corteza (KAR) y el hidrolato(KAG) al ser tratados con enzima se vuelve a obtener esencia de dichas muestras supuestamente agotadas.

## 5.6. Todas las Especies

De entre todas las especies de cítricos se ha obtenido el mayor rendimiento en la muestra de hojas de mandarina de Valencia 1 temporada 16/17 con 3,04% (HM3) entre los parentales mientras que en híbridos se encuentra también en esencia de hoja de naranja amarga de Granada 2 temporada 16/17 (HA2), pomelo de Valencia 1 temporada 16/17 (HP1) y limón de Valencia 2 temporada 16/17 (HLO3) con 2,25%. Los valores obtenidos de esencia de exocarpo son variables tanto entre las especies como dentro de las mismas desde 0,11% en mandarinas Tarragona 2 temporada 18/19 (EM8) hasta 1,31% en lima Kaffir Tarragona 3 temporada 19/20 (ELK2). En cuanto a los rendimientos de zumo son en general los más homogéneos y menores entre 0,01% en la mayoría de las muestras hasta 0,26% en kumquat Valencia 1 temporada 17/18 (ZK2) o 0,33% limón Tarragona 1 temporada 17/18 (ZLO5). Estos resultados no muestran grandes diferencias de rendimiento en función de la especie, independientemente de si se trata de un parental o un híbrido, y en cambio sí se observan en función de otros factores como el origen, la temporada, tratamiento (Lin *et al.*, 2002; Vekiari *et al.*, 2002; Pérez-López & Carbonell-Barrachina, 2006; Azam *et al.*, 2013; Li *et al.*, 2018.) favoreciendo la producción de esencia a mayor estado de maduración (Rowshan & Najafian, 2015; Marzocchi *et al.*, 2017; Mira, 2020) o disminuyéndola (Figueiredo *et al.*, 2008; Bourgou *et al.*, 2012.)

Respecto a la composición de los aceites esenciales de las diferentes especies en muestras de exocarpo se componen por monoterpenos mayoritariamente, encontrándose como mayoritario limoneno, salvo por parte de las especies parentales en una muestra puntual de mandarina (EM4) con mayor concentración de geranial y neral y en las de lima Kaffir con sabineno, terpinen-4-ol y citronelal y por parte de los híbridos solamente la muestra de exocarpo de bergamota se encuentra linalool por encima de limoneno. Teniendo en cuenta que la muestra de mandarina es una entre diez no parece ser representativo, en el caso de la bergamota aun teniendo una sola muestra, según la bibliografía consultada (Marzocchi *et al.*, 2019) coinciden en que el mayoritario es linalool. En el caso de las muestras de lima Kaffir ocurre lo mismo siendo el sabineno el compuesto identificado como mayoritario por lo que se usa para crear notas verdes (Amanpour *et al.*, 2019) en perfumería respecto al resto de cítricos.

El análisis realizado con todas las muestras de exocarpo de la figura 67, presenta además de las diferencias encontradas anteriormente, que las muestras de lima Kaffir, bergamota, EM4 se disponen de forma independiente, la de ECL3 por sus valores de  $\alpha$ -eudesmol y  $\beta$ -santaleno, y tres subgrupos dentro de las muestras restantes con limoneno como compuesto mayoritario. Estos subgrupos muestran dos polos, uno más cercano tanto a lima Kaffir como bergamota marcada por (*E*)-cariofileno, neral, geranial y acetato de geranilo y nerilo formado por las muestras de limón, lima y cidra y el otro polo por decanal,  $\beta$ -mirceno y los valores más altos de limoneno englobando

las de mandarina, kumquat, pampelmusa, naranja dulce, naranja amarga, pomelo y ECL1. Las muestras restantes se sitúan entre ambos polos encontrándose la de limequat, yuzu, y muestras puntuales de mandarina, limón y calamondín (EM10, ELO12 y ECL2) siendo interesante el aumento de este tipo de muestras para ver si mantienen el grupo intermedio o si se diferenciarían.

Los resultados obtenidos en cuanto a las muestras de exocarpo son interesantes porque se encuentran más próximos o dentro del mismo grupo las muestras de especies parentales respecto a los híbridos producidos por los mismos encontrándose cercanas las especies de parentales limas Kaffir (*C. hystrix*) y cidra (*C. medica*) con las de lima (*C. aurantifolia*) y las de limón (*C. limon*) se asemejan más al parental cidra que a los de naranja amarga de parentales mandarina x pampelmusa, al igual que la bergamota (Nakano *et al.*, 2019). En cuanto a los cítricos restantes ocurre lo mismo encontrándose en el mismo grupo las muestras de parentales mandarina (*C. reticulata*), pampelmusa (*C. maxima*) y kumquat (*C. japonica*) con las de sus híbridos naranja dulce, naranja amarga, pomelo y calamondín (Wu *et al.*, 2018). En cuanto al limequat se encuentra en el grupo intermedio ya que su origen proviene del cruce entre kumquat y lima (Lim, 2012), especies que se encuentran cada una en un polo.

En cuanto a la composición de las esencias de zumo de todas las especies analizadas se observa que están formadas en su mayoría por monoterpenos, salvo en el caso de ZD9 - 50,61%, ZD10 - 51,21%, ZG1 - 65,24%, ZCL2 - 42,97% por sesquiterpenos. Al igual que ocurre con las muestras de exocarpo, también se encuentra limoneno como compuesto más abundante, salvo en algunas muestras de parentales ZM1 y ZM10 con mayores valores de  $\alpha$ -pineno y ácido hexadecanoico y las de lima Kaffir con  $\alpha$ -terpineol y  $\beta$ -pineno y en las de híbridos en ZA6 con sabineno y en ZG3 con (*E*)-cariofileno como mayoritarios. De entre estas diferencias según el ACP realizado con las composiciones de las diferentes muestras de esencia de zumo que se puede ver en la figura 68, las de muestras de lima Kaffir y la de naranja amarga ZA6 parecen diferenciarse realmente del gran grupo mayoritario definido por limoneno, geranial, neral, acetato de geranilo y nerilo, además también se diferencian dos de las tres muestras de calamondín ZCL2 y ZCL3 por los niveles de limonen-10-ol y acetil citronelato con propiedades repelentes ante mosquitos (Guadalupe & Vela Hoyos, 2020). Estos resultados salvo por las muestras de lima Kaffir, no parecen mostrar agrupaciones en función de la especie o relación filogenética entre las mismas, no siendo suficiente la composición de aceites esenciales de zumo de cítrico para diferenciar grupos o especies concretas, salvo lima Kaffir.

Por otro lado, en la composición de los aceites esenciales de hoja también están formados mayoritariamente por monoterpenos menos en las siguientes: por aminobenzoico HM10 - 63,5% y por sesquiterpenos HK1 - 86,46%, HK3 - 90,2%, HD7 - 72,76%, HG1 - 57,58% HCL3 - 68,16% y HLQ1 - 86,84%. De entre estos resultados se observa como tanto calamondín como

limequat, híbridos directos de kumquat (Lim, 2012; Wu *et al.*, 2018) se asemejan a este en la proporción de sesquiterpenos de las esencias analizadas. En todas las especies se ha encontrado sabineno como mayoritario o formando gran parte de la composición de la esencia, es el caso de las esencias de hoja de cidra se encuentra limoneno geranial y neral, de lima Kaffir citronelal y nerol, de naranja amarga linalool, limoneno, geranial y neral, de naranja dulce  $\beta$ -elemeno,  $\beta$ -pineno, terpinen-4-ol o geraniol, de pomelo  $\beta$ -sinensal y linalool, de limón y lima limoneno, hidrato de sabineno y acetato de nerilo, de limequat elemol, de calamondín  $\alpha$ -bulneseno y de bergamota linalool. Todo esto presenta mayor variabilidad cuantitativa entre especies en lo que la composición de esencia de hoja de cítrico se refiere y menor variabilidad en aceite esencial de exocarpo y zumo. Aun presentando esta diferencia respecto a las otras partes analizadas, el ACP realizado con los datos de todas las muestras de esencia de hoja (Figura 69), muestra un grupo principal caracterizado por sabineno,  $\beta$ -mirceno y diferentes terpinenos siendo estos los compuestos principales que definen la esencia de hoja de cítrico. Además de ese grupo mayoritario se observan dos más, uno compuesto por dos muestras de naranja amarga (HA8 y HA7) y una de dulce (HD7) por sus valores de valenceno, ácido tetradecanoico y hexadecanoico y el otro grupo por las muestras de limequat y dos de kumquat (HK1 y HK3) por elemol,  $\beta$ -eudesmol,  $\gamma$ -eudesmol,  $\alpha$ -bisabolol, y  $\alpha$ -cadinol. Éste último grupo es interesante tanto por diferenciarse como porque reúne parental e híbrido (Lim, 2012) siendo más semejante en cuanto a composición de la esencia de hoja *C. x floridana* al parental *C. japonica* que a *C. aurantifolia*.

## 5.7. Comparación entre Aceite Esencial de Exocarpo, Zumo y Hoja

En función de la parte destilada se encuentra mayor producción de aceite esencial por parte de las hojas, entre 0,04% (HM9) y 3,04% (HM3) seguido por el de exocarpo, entre 0,11% (EM8) y 1,31% (ELK2) y con menor producción las de zumo entre 0% (ZP2) y 0,26% (ZK2).

Respecto a la composición de los diferentes tipos de muestra de esencia como se ha ido comentando en los puntos anteriores, en muestras de exocarpo siempre se encuentran en mayor proporción monoterpenos, diferenciándose de aceite esencial de zumo y hoja porque estos tienen mayores niveles de sesquiterpenos y otros compuestos llegando a superar a los monoterpenos en algunas muestras. Según el análisis presentado en la figura 66 no se encuentran grandes diferencias en su composición observándose un grupo mayoritario caracterizado por sabineno,  $\beta$ -mirceno, limoneno, neral, geranial, diferentes terpinenos, valenceno, ácido tetradecanoico y hexadecanoico, y solamente se diferencian muestras correspondientes a hoja de limequat y las de kumquat por elemol,  $\beta$ -selineno,  $\beta$ -eudesmol y  $\beta$ -elemeno.

En cuanto a riqueza en su composición las especies parentales presentan mayor número de compuestos en la esencia de exocarpo, siendo la de kumquat la menos rica 58 encontrándose entre 80 en pampelmusa y 99 en el de mandarina. En cambio, las muestras de exocarpo de híbridos muestran en su mayoría menor riqueza entre 53 en bergamota y alcanzando la riqueza de parentales en esencias de calamondín, limón y naranja dulce con 82, 83 y 87 respectivamente. En el caso de las muestras de zumo las de parentales de cidra y pampelmusa son las más pobres con 25 y 38 y las más ricas son tanto de lima Kaffir y naranja amarga con 91 y 85 respectivamente, aumentando en general la diversidad de compuestos que forman los aceites esenciales de hoja de cítricos híbridos. Por último, las esencias de hoja las que menor riqueza presentan son las de pampelmusa y calamondín con 38 y 46 mientras que la que mayor cantidad de compuestos presenta es la de naranja amarga con 100 compuestos.



# CONCLUSIONES



## 6. CONCLUSIONES

1. El mayor rendimiento de esencia se ha obtenido de hoja de *C. reticulata* (Mandarina).
2. El rendimiento de aceite esencial de zumo siempre es menor y menos variables que el de exocarpo u hoja en todas las especies del género *Citrus* estudiadas.
3. La procedencia influye en el rendimiento de esencia obtenido de exocarpo de *C. reticulata* (Mandarina) y *C. limon* (Limón)
4. La temporada influye en el rendimiento de esencia obtenido de exocarpo de *C. x aurantium* (Naranja amarga).
5. El tiempo de hidrodestilación de exocarpo de cada especie de cítrico hasta la extracción total de su esencia es variable, superándose en todos los casos las 8 primeras horas.
6. El tratamiento con  $\beta$ -glucosidasa aumenta el rendimiento de esencia de exocarpo de *C. japonica*.
7. La esencia más pobre en su composición es de zumo de *C. medica* (Cidra) y la más rica es de hoja de *C. x aurantium* (Naranja amarga).
8. El aceite esencial de exocarpo de las muestras estudiadas está constituido principalmente por monoterpenos.
9. El aceite esencial de muestras llevadas a agotamiento presenta mayores concentraciones de sesquiterpenos respecto a las obtenidas en las primeras 8 horas, siendo interesantes para aumentar la durabilidad de perfumes y productos cosméticos.
10. La esencia de zumo y hoja de las especies estudiadas presenta mayor concentración de sesquiterpenos que las de exocarpo, superando a la de monoterpenos en algunos casos como en zumos y hojas de *C. sinensis* (Naranja dulce), *C. paradisi* (Pomelo), *C. mitis* (Calamondín), y en hojas de *C. japonica* (Kumquat), *C. x floridana* (Limequat).
11. La mayor proporción de la esencia de hoja de *C. reticulata* (Mandarina) más conservada genéticamente corresponde a un derivado aminobenzóidico, *n*-metilantranialato de metilo.
12. El compuesto mayoritario en muestras de exocarpo es siempre limoneno, salvo en *C. hystrix* (Lima Kaffir) que es sabineno y *C. x bergamia* (Bergamota) que es linalool.
13. El compuesto mayoritario en muestras de zumo es limoneno, salvo en *C. hystrix* (Lima Kaffir) que son  $\alpha$ -terpineol y  $\beta$ -pineno, y en alguna muestra de *C. reticulata* (Mandarina), *C. x aurantium* (Naranja amarga), *C. paradisi* (Pomelo), que presentan  $\alpha$ -pineno, sabineno, y (*E*)-cariofileno como mayoritario respectivamente.
14. El compuesto mayoritario en muestras de hoja es variable siendo sabineno el mayoritario en *C. reticulata* (Mandarina), *C. maxima* (Pampelmusa) *C. japonica* (Kumquat), mientras que en el resto, aunque presenta altas cantidades de sabineno, el mayoritario es limoneno en *C. medica* (Cidra), *C. limon* (Limón) y *C. aurantifolia* (Lima); linalool en *C. x*

- aurantium* (Naranja amarga), *C. x bergamia* (Bergamota) y *C. junos* (Yuzu);  $\beta$ -elemeno en *C. sinensis* (Naranja dulce);  $\beta$ -sinensal en *C. paradisi* (Pomelo); citronelal en *C. hystrix* (Lima Kaffir); elemol en *C. x floridana* (Limequat);  $\alpha$ -bulneseno en *C. mitis* (Calamondín).
15. Entre parentales, la esencia de exocarpo sólo permite distinguir *C. medica* (Cidra) y *C. hystrix* (Lima Kaffir) del resto.
  16. Entre parentales, la esencia de zumo sólo permite distinguir *C. hystrix* (Lima Kaffir).
  17. Entre parentales, la composición del aceite esencial de hoja sólo permite distinguir *C. japonica* (Kumquat).
  18. Entre híbridos, la composición de la esencia de exocarpo permite distinguir *C. x bergamia* (Bergamota) del resto, siendo el cítrico más singular entre las especies analizadas, explicando su mayor uso en perfumería.
  19. Entre híbridos, la composición de esencia de zumo no permite diferenciarlos entre sí.
  20. Entre híbridos, la esencia de hoja permite distinguir *C. x floridana* (Limequat) del resto.
  21. La composición de híbridos se asemeja a la de sus progenitores, presentando mayor parentesco la esencia de hoja de *C. mitis* (Calamondín) y *C. x floridana* (Limequat) con su parental *C. japonica* (Kumquat).
  22. *C. junos* (Yuzu), a pesar de no ser parental o híbrido, no muestra diferencias en cuanto a su composición de los diferentes tipos de esencia respecto al resto de especies.
  23. En función de la composición del aceite esencial se puede diferenciar a qué parte de la planta corresponde claramente en: *C. hystrix* (Lima Kaffir), *C. sinensis* (Naranja dulce), *C. paradisi* (Pomelo), *C. aurantifolia* (Lima), *C. mitis* (Calamondín), *C. x floridana* (Limequat), *C. x bergamia* (Bergamota) y *C. junos* (Yuzu).
  24. *C. medica* (Cidra) muestra diferencias en su composición y rendimiento en función de la variedad analizada. El rendimiento de esencia del conjunto, exocarpo y hoja, de la var. *sarcodactylis* es mayor que en la var. *vulgaris*, pero la composición de esta última es más singular.
  25. Además del uso clásico del género *Citrus* como planta alimenticia y medicinal, cabe destacar su uso como condimentaria y saborizante, tanto por parte del fruto como por parte de sus hojas por compuestos.

# **BIBLIOGRAFÍA**



## 7. BIBLIOGRAFÍA

Adams R. P. (Ed.) (1995). Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectroscopy. *Allure Publ. Co. Ill. USA*

Adams R. P. (Ed.) (2001). Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectroscopy. *Allure Publ. Co. Ill. USA*

Adams, R. P. (Ed.) (2017). Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectroscopy. *Allure Publ. Co. Ill. USA*

Addinsoft (2021). XLSTAT statistical and data analysis solution. New York, USA. <https://www.xlstat.com>

Ainane, A., Khammour, F., Charaf, S., Elabboubi, M., Elkouali, M., Talbi, M., Benhimac, R., Cherroud, S., & Ainane, T. (2019). Chemical composition and insecticidal activity of five essential oils: *Cedrus atlantica*, *Citrus limonum*, *Rosmarinus officinalis*, *Syzygium aromaticum* and *Eucalyptus globules*. *Materials Today: Proceedings*, 13, 474-485.

Allaf, T., Tomao, V., Besombes, C., & Chemat, F. (2013). Thermal and mechanical intensification of essential oil extraction from orange peel via instant autovaporization. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 72, 24-30.

Amanpour, A., Guclu, G., Kelebek, H., & Selli, S. (2019). Characterization of key aroma compounds in fresh and roasted terebinth fruits using aroma extract dilution analysis and GC-MS-Olfactometry. *Microchemical Journal*, 145, 96-104.

Ancillo, G. & Medina, A. (2015). Los cítricos. Monografías Botánicas. *Universitat de València*.

Aprotosoiaie, A. C., Hăncianu, M., Costache, I. I., & Miron, A. (2014). Linalool: a review on a key odorant molecule with valuable biological properties. *Flavour and Fragrance Journal*, 29(4), 193-219.

Assis, A., Brito, V., Bittencourt, M., Silva, L., Oliveira, F., & Oliveira, R. (2013). Essential oils composition of four Piper species from Brazil. *Journal of Essential Oil Research*, 25(3), 203-209.

Atti-Santos, A. C., Rossato, M., Serafini, L. A., Cassel, E., & Moyna, P. (2005). Extraction of essential oils from lime (*Citrus latifolia* Tanaka) by hydrodistillation and supercritical carbon dioxide. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48(1), 155-160.

Azam, M., Jiang, Q., Zhang, B., Xu, C., & Chen, K. (2013). *Citrus leaf* volatiles as affected by developmental stage and genetic type. *International journal of molecular sciences*, 14(9), 17744-17766.

Ballester, A. R., Lafuente, M. T., & González-Candelas, L. (2013). *Citrus* phenylpropanoids and defence against pathogens. Part II: Gene expression and metabolite

accumulation in the response of fruits to *Penicillium digitatum* infection. *Food Chemistry*, 136(1), 285-291.

BALLESTER, A. R., Lafuente, M. T., Forment, J., Gadea, J., De Vos, R. C., Bovy, A. G., & GONZÁLEZ-CANDELAS, L. U. I. S. (2011). Transcriptomic profiling of *Citrus* fruit peel tissues reveals fundamental effects of phenylpropanoids and ethylene on induced resistance. *Molecular plant pathology*, 12(9), 879-897.

Baser, K.H. C. & Buchbauer, G. (2010) Handbook of essential oils: science, technology, and applications. Boca Raton, U.S.A.: CRC Press.

Baydar, H., Sağdıç, O., Özkan, G., & Karadoğan, T. (2004). Antibacterial activity and composition of essential oils from *Origanum*, *Thymbra* and *Satureja* species with commercial importance in Turkey. *Food control*, 15(3), 169-172.

Bernhardt, B., Szabó, K., & Bernáth, J. (2015). Sources of variability in essential oil composition of *Ocimum americanum* and *Ocimum tenuiflorum*. *Acta alimentaria*, 44(1), 111-118.

Bickers, D., Calow, P., Greim, H., Hanifin, J. M., Rogers, A. E., Saurat, J. H., Sipes, I.G., Smith, R.L. & Tagami, H. (2003). A toxicologic and dermatologic assessment of linalool and related esters when used as fragrance ingredients. *Food and chemical toxicology*, 41(7), 919-942.

Bourgou, S., Rahali, F. Z., Ourghemmi, I., & Saïdani Tounsi, M. (2012). Changes of peel essential oil composition of four Tunisian *Citrus* during fruit maturation. *The Scientific World Journal*, 2012.

Bousbia, N., Vian, M. A., Ferhat, M. A., Petitcolas, E., Meklati, B. Y., & Chemat, F. (2009). Comparison of two isolation methods for essential oil from rosemary leaves: Hydrodistillation and microwave hydrodiffusion and gravity. *Food Chemistry*, 114(1), 355-362.

Boussaada, O., & Chemli, R. (2007). Seasonal variation of essential oil composition of *Citrus aurantium* L. var. *amara*. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 10(2), 109-120.

Calo, J. R., Crandall, P. G., O'Bryan, C. A., & Ricke, S. C. (2015). Essential oils as antimicrobials in food systems—A review. *Food Control*, 54, 111-119.

Castroviejo, S., Muñoz Garmendia, F., Navarro, C., Sánchez, A. (2020). Flora iberica IX: 123-128. *Real Jardín Botánico, CSIC*, Madrid.

Chao, S. C., Young, D. G., & Oberg, C. J. (2000). Screening for inhibitory activity of essential oils on selected bacteria, fungi and viruses. *Journal of essential oil research*, 12(5), 639-649.

Chen, O., Deng, L., Ruan, C., Yi, L., & Zeng, K. (2021). *Pichia galeiformis* Induces Resistance in Postharvest *Citrus* by Activating the Phenylpropanoid Biosynthesis Pathway. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 69(8), 2619-2631.

Choi, H. S. (2003). Character impact odorants of *Citrus Hallabong* [(*C. unshiu* Marcov× *C. sinensis* Osbeck)× *C. reticulata* Blanco] cold-pressed peel oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(9), 2687-2692.

Chutia, M., Bhuyan, P. D., Pathak, M. G., Sarma, T. C., & Boruah, P. (2009). Antifungal activity and chemical composition of *Citrus reticulata* Blanco essential oil against phytopathogens from North East India. *LWT-Food Science and Technology*, 42(3), 777-780.

Correa, E., Quiñones, W., & Echeverri, F. (2016). Methyl-*N*-methylantranilate, a pungent compound from *Citrus reticulata* Blanco leaves. *Pharmaceutical Biology*, 54(4), 569-571.

de Oliveira, P. F., Alves, J. M., Damasceno, J. L., Oliveira, R. A. M., Dias, H. J., Crotti, A. E. M., & Tavares, D. C. (2015). Cytotoxicity screening of essential oils in cancer cell lines. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 25(2), 183-188.

del Rio, J.A., Ortuno, A., Garcia-Puig, D., Porras, I., Garcia-Lidon, A. and Sabater, F. (1992) Variations of nootkatone and valencene levels during the development of grapefruit. *J. Agric. Food Chemistry*. 40, 1488±1490

Družić, J., Jerković, I., Marijanović, Z., & Roje, M. (2016). Chemical biodiversity of the leaf and flower essential oils of *Citrus aurantium* L. from Dubrovnik area (Croatia) in comparison with *Citrus sinensis* L. Osbeck cv. Washington navel, *Citrus sinensis* L. Osbeck cv. Tarocco and *Citrus sinensis* L. Osbeck cv. Doppio Sanguigno. *Journal of Essential oil research*, 28(4), 283-291.

Elsharif, S. A., & Buettner, A. (2016). Structure–odor relationship study on geraniol, nerol, and their synthesized oxygenated derivatives. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66(10), 2324-2333.

El-Toumy, S. A., & Hussein, A. A. (2020). Cold pressed yuzu (*Citrus junos* Sieb. ex Tanaka) oil. In *Cold Pressed Oils* (pp. 711-718). *Academic Press*.

Espina, L., Somolinos, M., Lorán, S., Conchello, P., García, D., & Pagán, R. (2011). Chemical composition of commercial *Citrus* fruit essential oils and evaluation of their antimicrobial activity acting alone or in combined processes. *Food Control*, 22(6), 896-902.

Fang, D., Krueger, R. R., & Roose, M. L. (1998). Phylogenetic relationships among selected *Citrus* germplasm accessions revealed by inter-simple sequence repeat (ISSR) markers. *Journal of the American Society for Horticultural Science*, 123(4), 612-617.

FAO. Organización de las naciones unidas para la alimentación y la agricultura. (2017). *Citrus* fruit statistics. <http://www.fao.org/home/es/>

Federici, C. T., Fang, D. Q., Scora, R. W., & Roose, M. L. (1998). Phylogenetic relationships within the genus *Citrus* (*Rutaceae*) and related genera as revealed by RFLP and RAPD analysis. *Theoretical and Applied Genetics*, 96(6-7), 812-822.

Feng, S., Suh, J. H., Gmitter, F. G., & Wang, Y. (2018). Differentiation between flavors of sweet orange (*Citrus sinensis*) and mandarin (*Citrus reticulata*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66(1), 203-211.

Ference, C. M., Manthey, J. A., Narciso, J. A., Jones, J. B., & Baldwin, E. A. (2020). Detection of Phenylpropanoids in *Citrus* Leaves Produced in Response to *Xanthomonas citri* subsp. *citri*. *Phytopathology*, 110(2), 287-296.

Ferhat, M. A., Boukhatem, M. N., Hazzit, M., Meklati, B. Y., & Chemat, F. (2016). Cold Pressing, Hydrodistillation and Microwave Dry Distillation of *Citrus* Essential Oil from Algeria: A Comparative Study. *Electronic J Biol*, 5, 1.

Ferhat, M. A., Meklati, B. Y., & Chemat, F. (2007). Comparison of different isolation methods of essential oil from *Citrus* fruits: cold pressing, hydrodistillation and microwave 'dry' distillation. *Flavour and Fragrance Journal*, 22(6), 494-504.

Figueiredo, A. C., Barroso, J. G., Pedro, L. G., & Scheffer, J. J. (2008). Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. *Flavour and Fragrance Journal*, 23(4), 213-226.

Fisher, K., & Phillips, C. (2008). Potential antimicrobial uses of essential oils in food: is *Citrus* the answer?. *Trends in food science & technology*, 19(3), 156-164.

Flamini, G., & Cioni, P. L. (2010). Odour gradients and patterns in volatile emission of different plant parts and developing fruits of grapefruit (*Citrus paradisi* L.). *Food Chemistry*, 120(4), 984-992.

FUKUTOME, N. (2020). Yuzu in Japan and South Korea: A Comparative Study of Usage.

Gao, J., Wu, B. P., Gao, L. X., Liu, H. R., Zhang, B., Sun, C. D., & Chen, K. S. (2018). Glycosidically bound volatiles as affected by ripening stages of Satsuma mandarin fruit. *Food Chemistry*, 240, 1097-1105.

Gaydou, E. M., Bianchini, J. P., & Randriamiharisoa, R. P. (1987). Orange and mandarin peel oils differentiation using polymethoxylated flavone composition. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 35(4), 525-529.

Giovanelli, S., Ciccarelli, D., Giusti, G., Mancianti, F., Nardoni, S., & Pistelli, L. (2020). Comparative assessment of volatiles in juices and essential oils from minor *Citrus* fruits (*Rutaceae*). *Flavour and Fragrance Journal*, 35(6), 639-652.

Girhard, M., Machida, K., Itoh, M., Schmid, R. D., Arisawa, A., & Urlacher, V. B. (2009). Regioselective biooxidation of (+)-valencene by recombinant *E. coli* expressing CYP109B1 from *Bacillus subtilis* in a two-liquid-phase system. *Microbial cell factories*, 8(1), 1-12.

González-Mas, M. C., Rambla, J. L., Alamar, M. C., Gutiérrez, A., and Granell, A. (2011). Comparative analysis of the volatile fraction of fruit juice from different *Citrus* species. *PLoS One* 6:e22016. doi: 10.1371/journal.pone.0022016

González-Mas, M. C., Rambla, J. L., López-Gresa, M. P., Blázquez, M. A., & Granell, A. (2019). Volatile compounds in *Citrus* essential oils: A comprehensive review. *Frontiers in plant science*, 10, 12.

Guadalupe Huaman, A. A., & Vela Hoyos, N. J. (2020). Efecto repelente de la loción a base del aceite esencial de *Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle (Limón Criollo) contra mosquitos hembras adultas de la especie *Aedes aegypti*.

Guan, W., Li, S., Yan, R., Tang, S., & Quan, C. (2007). Comparison of essential oils of clove buds extracted with supercritical carbon dioxide and other three traditional extraction methods. *Food Chemistry*, 101(4), 1558-1564.

Güiz, D., & Estefanía, D. (2018). Evaluación del rendimiento, calidad y actividad antioxidante del aceite esencial de cáscara de naranja fresca de la especie *Citrus maxima* (Burm.) Merr. Familia *Rutaceae*, obtenido por dos métodos de extracción (Bachelor's thesis, Quito: UCE).

Gupta, A., Gupta, M., & Gupta, S. (2013). Isolation of piperine and few sesquiterpenes from the cold petroleum ether extract of *Piper nigrum* (black pepper) and its antibacterial activity. *International Journal of Pharmacognosy and Phytochemical Research*, 5(2), 3-7.

Habibi, F., Ramezani, A., Guillén, F., Serrano, M., & Valero, D. (2020). Effect of Various Postharvest Treatment on Aroma Volatile Compounds of Blood Orange Fruit Exposed to Chilling Temperature After Long-Term Storage. *Food and Bioprocess Technology*, 13(12), 2054-2064.

Hanco Condori, M. (2017). Elaboración de un recubrimiento comestible y su comparación con recubrimiento comercial aplicado en naranja (*Citrus sinensis*). Valencia.

Haznedaroglu, M. Z., Karabay, N. U., & Zeybek, U. (2001). Antibacterial activity of *Salvia tomentosa* essential oil. *Fitoterapia*, 72(7), 829-831.

He, X. G., Lian, L. Z., Lin, L. Z., & Bernart, M. W. (1997). High-performance liquid chromatography–electrospray mass spectrometry in phytochemical analysis of sour orange (*Citrus aurantium* L.). *Journal of Chromatography A*, 791(1-2), 127-134.

Hili, P., Evans, C. S., & Veness, R. G. (1997). Antimicrobial action of essential oils: the effect of dimethylsulphoxide on the activity of cinnamon oil. *Letters in applied microbiology*, 24(4), 269-275.

Hojjati, M., & Barzegar, H. (2017). Chemical composition and biological activities of lemon (*Citrus limon*) leaf essential oil. *Nutrition and Food Sciences Research*, 4(4), 15-24.

Hongsoongnern, P., & CHAMBERS IV, E. D. G. A. R. (2008). A lexicon for green odor or flavor and characteristics of chemicals associated with green. *Journal of sensory studies*, 23(2), 205-221.

Hosni, K., Zahed, N., Chrif, R., Abid, I., Medfei, W., Kallel, M., Brahim, N.B. & Sebei, H. (2010). Composition of peel essential oils from four selected Tunisian *Citrus* species: Evidence for the genotypic influence. *Food Chemistry*, 123(4), 1098-1104.

Hynniewta, M., Malik, S. K., & Rao, S. R. (2014). Genetic diversity and phylogenetic analysis of *Citrus* (L) from north-east India as revealed by meiosis, and molecular analysis of internal transcribed spacer region of rDNA. *Meta Gene*, 2, 237-251.

Jennings, W. (2012). Qualitative analysis of flavor and fragrance volatiles by glass capillary gas chromatography. *Elsevier*.

Jiang, M. H., Yang, L., Zhu, L., Piao, J. H., & Jiang, J. G. (2011). Comparative GC/MS analysis of essential oils extracted by 3 methods from the bud of *Citrus aurantium* L. var. amara Engl. *Journal of Food Science*, 76(9), C1219-C1225.

Jing, L., Lei, Z., Li, L., Xie, R., Xi, R., Xi, W., *et al.* (2014). Antifungal activity of *Citrus* essential oils. *J. Agric. Food Chemistry*. 62, 3011–3033. doi: 10.1021/jf5006148

Kamal, G. M., Anwar, F., Hussain, A. I., Sarri, N., & Ashraf, M. Y. (2011). Yield and chemical composition of *Citrus* essential oils as affected by drying pretreatment of peels. *International Food Research Journal*, 18(4), 1275.

Kfoury, N., Morimoto, J., Kern, A., Scott, E. R., Orians, C. M., Ahmed, S., Griffin, T., Cash, S.B., Stepp, J.R., Xue, D., Long, C., & Robbat Jr, A. (2018). Striking changes in tea metabolites due to elevational effects. *Food Chemistry*, 264, 334-341.

Khan, I. A., & Grosser, J. W. (2004). Regeneration and characterization of somatic hybrid plants of *Citrus sinensis* (sweet orange) and *Citrus micrantha*, a progenitor species of lime. *Euphytica*, 137(2), 271-278.

KIMURA, K., NISHIMURA, H., IWATA, I., & MIZUTANI, J. (1984). Identification and Formation Mechanism of Components Responsible for Off-Odor of Deteriorated Lemons Studies on the Deterioration Mechanism of Lemon Flavor Part IV. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi*, 31(12), 761-764.

Kirbaşlar, F. G., Tavman, A., Dülger, B., & Türker, G. (2009). Antimicrobial activity of Turkish *Citrus* peel oils. *Pakistan Journal of Botany*, 41(6), 3207-3212.

Lan-Phi, N. T., Shimamura, T., Ukeda, H., & Sawamura, M. (2009). Chemical and aroma profiles of yuzu (*Citrus junos*) peel oils of different cultivars. *Food chemistry*, 115(3), 1042-1047.

Laokuldilok, N., Utama-ang, N., Kopermsub, P., & Thakeow, P. (2015). Characterization of odor active compounds of fresh and dried turmeric by gas chromatography-mass spectrometry, gas chromatography olfactometry and sensory evaluation. 1, 3(3), 216-230.

Lawrence, B. M. (2002). The oil composition of less common *Citrus* species. *Citrus: The Genus Citrus*, 332-368.

Li, X., Ren, J. N., Fan, G., & Pan, S. Y. (2018). Changes of aroma compounds and qualities of freshly-squeezed orange juice during storage. *Journal of Food Science and Technology*, 55(11), 4530-4543.

Lim, T. K. (2012). *Citrus x floridana*. In *Edible Medicinal And Non-Medicinal Plants* (pp. 843-845). *Springer, Dordrecht*.

Lin, J., Rouseff, R. L., Barros, S., & Naim, M. (2002). Aroma composition changes in early season grapefruit juice produced from thermal concentration. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(4), 813-819.

Liu, X., Liu, B., Jiang, D., Zhu, S., Shen, W., Yu, X., Xue, Y., Liu, M., Feng, J. & Zhao, X. (2019). The accumulation and composition of essential oil in kumquat peel. *Scientia Horticulturae*, 252, 121-129.

Lo Presti, M., Ragusa, S., Trozzi, A., Dugo, P., Visinoni, F., Fazio, A., Dugo, G. & Mondello, L. (2005). A comparison between different techniques for the isolation of rosemary essential oil. *Journal of Separation Science*, 28(3), 273-280.

Ložienė, K., & Venskutonis, P. R. (2005). Influence of environmental and genetic factors on the stability of essential oil composition of *Thymus pulegioides*. *Biochemical Systematics and Ecology*, 33(5), 517-525.

Lubinska-Szczygieł, M., Róžańska, A., Namieśnik, J., Dymerski, T., Shafreen, R. B., Weisz, M., Ezra, A., & Gorinstein, S. (2018). Quality of limes juices based on the aroma and antioxidant properties. *Food Control*, 89, 270-279.

Luro, F., Curk, F., Froelicher, Y., & Ollitrault, P. (2017). Recent insights on *Citrus* diversity and phylogeny. Agrumed. Archaeology and history of *Citrus* fruit in the Mediterranean: acclimatization, diversifications, uses. *Publications du Centre Jean Bérard*, Naples, 16-28.

Mabberley, D. J. (2004). *Citrus (Rutaceae)*: a review of recent advances in etymology, systematics and medical applications. Blumea-Biodiversity, *Evolution and Biogeography of Plants*, 49(2-1), 481-498.

Maccarone, E., Campisi, S., Fallico, B., Rapisarda, P. and Sgarlata, R. (1998) Flavor components of Italian orange juices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 46, 2293±2298

Maffei, M., & Chialva, F. (1990). Essential oils from *Schinus molle* L. berries and leaves. *Flavour and Fragrance Journal*, 5(1), 49-52.

Mahattanatawee, K., & Rouseff, R. L. (2014). Comparison of aroma active and sulfur volatiles in three fragrant rice cultivars using GC–Olfactometry and GC–PFPD. *Food Chemistry*, 154, 1-6.

Mahmud, S., Saleem, M., Siddique, S., Ahmed, R., Khanum, R., & Perveen, Z. (2009). Volatile components, antioxidant and antimicrobial activity of *Citrus acida* var. sour lime peel oil. *Journal of Saudi Chemical Society*, 13(2), 195-198.

MAPAMA. Ministerio de Agricultura y Pesca, Alimentación y Medio Ambiente. (2018). Anuarios de estadísticas 2018. <http://www.mapama.gob.es/es/>

Marzocchi, S., Baldi, E., Crucitti, M. C., Toselli, M., & Caboni, M. F. (2019). Effect of Harvesting Time on Volatile Compounds Composition of Bergamot (*Citrus* × *Bergamia*) Essential Oil. *Flavour and Fragrance Journal*, 34(6), 426-435.

Matuka, T., Oyedeji, O., Gondwe, M., & Oyedeji, A. (2020). Chemical composition and in vivo anti-inflammatory activity of essential oils from *Citrus sinensis* (L.) osbeck growing in South Africa. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 23(4), 638-647.

Md Othman, S. N. A., Hassan, M. A., Nahar, L., Basar, N., Jamil, S., & Sarker, S. D. (2016). Essential oils from the Malaysian *Citrus* (*Rutaceae*) medicinal plants. *Medicines*, 3(2), 13.

Mebazaa, R., Rega, B., & Camel, V. (2011). Analysis of human male armpit sweat after fenugreek ingestion: characterisation of odour active compounds by gas chromatography coupled to mass spectrometry and olfactometry. *Food Chemistry*, 128(1), 227-235.

Methacanon, P., Krongsin, J., & Gamonpilas, C. (2014). Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties. *Food Hydrocolloids*, 35, 383-391.

Minteguiaga, M. A., Frizzo, C. D., & Dellacassa, E. S. (2017). Compuestos aromáticamente activos del aceite esencial de *Citrus deliciosa* Tenore var. *Caí* detectados por cromatografía gaseosa-espectrometría de masa y cromatografía gaseosa-olfatometría. *Journal of Pharmacy & Pharmacognosy Research*, 5(6), 335-344.

Mira Castelló, J. A. (2020). Influencia del grado de maduración en el rendimiento y composición del aceite esencial extraído de la piel de *Fortunella margarita* (Kumquat Nagami) *Tesis Doctoral. Universitat Politècnica de València*.

Nakano, M., Shimizu, T., Sugawa, S., Kaneyoshi, J., Fujii, H., Kita, M., Yoshioka, T. & Kitajima, A. (2019). Determining the parental combinations of the triploid acid *Citrus* cultivars ‘Yellow Bell ‘and ‘Tahiti lime ‘using DNA marker analyses. *Scientia Horticulturae*, 246, 893-897

NIST. National Institute of Standards and Technology <https://www.nist.gov/>

Njoroge, S. M., Ukeda, H., & Sawamura, M. (1996). Changes in the volatile composition of yuzu (*Citrus junos* Tanaka) cold-pressed oil during storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(2), 550-556.

Odimegwu, J. I., Odukoya, O., Yadav, R. K., Chanotiya, C. S., Ogbonnia, S., & Sangwan, N. S. (2013). A new source of elemol rich essential oil and existence of multicellular oil glands in leaves of the *Dioscorea* species. *The Scientific World Journal*, 2013.

Owen, S. M., & Peñuelas, J. (2005). Opportunistic emissions of volatile isoprenoids. *Trends in plant science*, 10(9), 420-426.

Palazzolo, E., Laudicina, V. A., and Germanà, M. A. (2013). Current and potential use of *Citrus* essential oils. *Current Organic Chemistry*, 17, 3042–3049.

Pattnaik, S., Subramanyam, V. R., Bapaji, M., & Kole, C. R. (1997). Antibacterial and antifungal activity of aromatic constituents of essential oils. *Microbios*, 89(358), 39-46.

Pavela, R., & Benelli, G. (2016). Essential oils as ecofriendly biopesticides? Challenges and constraints. *Trends in plant science*, 21(12), 1000-1007.

Pérez-López, A. J., & Carbonell-Barrachina, Á. A. (2006). Volatile odour components and sensory quality of fresh and processed mandarin juices. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(14), 2404-2411.

Phi, N. T. L., Tu, N. T. M., Nishiyama, C., & Sawamura, M. (2006). Characterisation of the odour volatiles in *Citrus aurantifolia* Persa lime oil from Vietnam. *Developments in Food Science*, 43, 193-196.

Prakash, B., Kedia, A., Mishra, P. K., & Dubey, N. K. (2015). Plant essential oils as food preservatives to control moulds, mycotoxin contamination and oxidative deterioration of agri-food commodities—Potentials and challenges. *Food Control*, 47, 381-391.

Pyne, M. E., Narcross, L., & Martin, V. J. (2019). Engineering plant secondary metabolism in microbial systems. *Plant physiology*, 179(3), 844-861.

Qiao, Y., Xie, B., Zhang, Y., Zhang, Y., Fan, G., Yao, X., & Pan, S. (2008). Characterization of aroma active compounds in fruit juice and peel oil of Jincheng sweet orange fruit (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) by GC-MS and GC-O. *Molecules*, 13(6), 1333-1344.

Rambla, J. L., González-Mas, M. C., Pons, C., Bernet, G. P., Asins, M. J., & Granell, A. (2014). Fruit volatile profiles of two *Citrus* hybrids are dramatically different from those of their parents. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(46), 11312-11322.

Ravichandran, C., Badgajar, P. C., Gundev, P., & Upadhyay, A. (2018). Review of toxicological assessment of d-limonene, a food and cosmetics additive. *Food and Chemical Toxicology*, 120, 668-680.

Ren, J. N., Tai, Y. N., Dong, M., Shao, J. H., Yang, S. Z., Pan, S. Y., & Fan, G. (2015). Characterisation of free and bound volatile compounds from six different varieties of *Citrus* fruits. *Food Chemistry*, 185, 25-32.

Reuther, W., Batchelor, L. D., & Webber, H. J. (1967). The *Citrus* Industry. Vol. I. History, World Distribution, Botany and Varieties. The *Citrus* Industry. Vol. I. History, *World Distribution, Botany and Varieties*.

Robustelli della Cuna, F. S., Calevo, J., Bari, E., Giovannini, A., Boselli, C., & Tava, A. (2019). Characterization and Antioxidant Activity of Essential Oil of Four Sympatric Orchid Species. *Molecules*, 24(21), 3878.

Rowshan, V., & Najafian, S. (2015). Changes of peel essential oil composition of *Citrus aurantium* L. during fruit maturation in Iran. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 18(4), 1006-1012.

Sabulal, B., Dan, M., Kurup, R., Pradeep, N. S., Valsamma, R. K., & George, V. (2006). Caryophyllen(E)-rich rhizome oil of *Zingiber nimmonii* from South India: Chemical characterization and antimicrobial activity. *Phytochemistry*, 67(22), 2469-2473.

Saidani, M., Dhifi, W. and Marzouk, B. (2004). Lipid evaluation of some Tunisian *Citrus* seeds. *Journal of Food Lipids* 11: 242-250

- Sato, A., Asano, K., & Sato, T. (1990). The chemical composition of *Citrus hystrix* DC (Swangi). *Journal of Essential Oil Research*, 2(4), 179-183.
- Schaneberg, B. T., & Khan, I. A. (2002). Comparison of extraction methods for marker compounds in the essential oil of lemon grass by GC. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(6), 1345-1349.
- Selli, S., & Kelebek, H. (2011). Aromatic profile and odour-activity value of blood orange juices obtained from Moro and Sanguinello (*Citrus sinensis* L. Osbeck). *Industrial Crops and Products*, 33(3), 727-733.
- Seo, W. H., & Baek, H. H. (2005). Identification of characteristic aroma-active compounds from water dropwort (*Oenanthe javanica* DC.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(17), 6766-6770.
- Sharma, N., & Tripathi, A. (2006). Fungitoxicity of the essential oil of *Citrus sinensis* on post-harvest pathogens. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 22(6), 587-593.
- Sharon-Asa, L., Shalit, M., Frydman, A., Bar, E., Holland, D., Or, E., Lavi, U., Lewinsohn, E. & Eyal, Y. (2003). *Citrus* fruit flavor and aroma biosynthesis: isolation, functional characterization, and developmental regulation of *Cstps1*, a key gene in the production of the sesquiterpene aroma compound valencene. *The Plant Journal*, 36(5), 664-674.
- Silalahi, J. (2002). Anticancer and health protective properties of *Citrus* fruit components. *Asia Pacific Journal of Clinical Nutrition* 11: 79-84
- Singh, P., Shukla, R., Prakash, B., Kumar, A., Singh, S., Mishra, P. K., & Dubey, N. K. (2010). Chemical profile, antifungal, antiaflatoxic and antioxidant activity of *Citrus maxima* Burm. and *Citrus sinensis* (L.) Osbeck essential oils and their cyclic monoterpene, DL-limonene. *Food and Chemical Toxicology*, 48(6), 1734-1740.
- Smadja, J., Rondeau, P., & Sing, A. S. C. (2005). Volatile constituents of five *Citrus* Petitgrain essential oils from Reunion. *Flavour and Fragrance Journal*, 20(4), 399-402.
- Smith, D. C., Forland, S., Bachanos, E., Matejka, M., & Barrett, V. (2001). Qualitative analysis of *Citrus* fruit extracts by GC/MS: an undergraduate experiment. *The Chemical Educator*, 6(1), 28-31.
- Song, C., Härtl, K., McGraphery, K., Hoffmann, T., & Schwab, W. (2018). Attractive but toxic: emerging roles of glycosidically bound volatiles and glycosyltransferases involved in their formation. *Molecular Plant*, 11(10), 1225-1236.
- Soria, A.C. (2004). Técnicas de fraccionamiento para el análisis por GC-MS de compuestos volátiles en miel. *Tesis Doctoral. Universidad Complutense de Madrid*.
- Stashenko, E. E., Jaramillo, B. E., & Martínez, J. R. (2004). Comparison of different extraction methods for the analysis of volatile secondary metabolites of *Lippia alba* (Mill.) NE Brown, grown in Colombia, and evaluation of its in vitro antioxidant activity. *Journal of Chromatography A*, 1025(1), 93-103.

Stratakos, A. C., & Koidis, A. (2016). Methods for extracting essential oils. In *Essential oils in food preservation, flavor and safety* (pp. 31-38). *Academic Press*.

Sun, H., Ni, H., Yang, Y., Chen, F., Cai, H., & Xiao, A. (2014). Sensory evaluation and gas chromatography–mass spectrometry (GC-MS) analysis of the volatile extracts of pummelo (*Citrus maxima*) peel. *Flavour and Fragrance Journal*, 29(5), 305-312.

Swingle, W. T. & Reece, P. C. (1967) In *The Citrus Industry*, revised 2nd edn, History, World Distribution, *Botany, and Varieties Vol. 1* (eds Reuther, W. *et al.*) 190–430 (Univ. California)

Tietel, Z., Plotto, A., Fallik, E., Lewinsohn, E., & Porat, R. (2011). Taste and aroma of fresh and stored mandarins. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(1), 14-23.

Tirado, C. B., Stashenko, E. E., Combariza, M. Y., & Martinez, J. R. (1995). Comparative study of Colombian *Citrus* oils by high-resolution gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 697, 501e513.

Tomi, F., Barzalona, M., Casanova, J., and Luro, F. (2008). Chemical variability of the leaf oil of 113 hybrids from *Citrus clementina* (*Commun*) x *Citrus deliciosa* (*Willow Leaf*). *Flavour Fragrance Journal*. 23, 152–163.

*The Plant List* (2010). Version 1. Published on the Internet; <http://www.theplantlist.org/> (accessed 1st January)

Tranchida, P. Q., Bonaccorsi, I., Dugo, P., Mondello, L., & Dugo, G. (2012). Analysis of *Citrus* essential oils: state of the art and future perspectives. A review. *Flavour and Fragrance Journal*, 27(2), 98-123.

Urzua, A., Santander, R., Echeverría, J., Villalobos, C., Palacios, S. M., & Rossi, Y. (2010). Insecticidal properties of *Peumus boldus* Mol. essential oil on the House Fly, *Musca domestica* L. *Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas*, 9(6).

Usano, J. 2012. Estudio del efecto de los factores ambientales y agronómicos sobre la producción de los aceites esenciales de *Salvia lavandulifolia* VAHL. *Tesis Doctoral. Universidad Complutense de Madrid*.

Vardulaki, A. (Ed.) (1997). *Real Farmacopea Española*. Madrid: Ministerio de Sanidad y Consumo.

Vekiari, S. A., Protopapadakis, E. E., Papadopoulou, P., Papanicolaou, D., Panou, C., & Vamvakias, M. (2002). Composition and seasonal variation of the essential oil from leaves and peel of a Cretan lemon variety. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(1), 147-153.

Vinturelle, R., Mattos, C., Meloni, J., Nogueira, J., Nunes, M. J., Vaz, I. S., Rocha, L., Lione, V., Castro, H.C., & Chagas, E. F. D. (2017). In vitro evaluation of essential oils derived from *Piper nigrum* (*Piperaceae*) and *Citrus limonum* (*Rutaceae*) against the tick *Rhipicephalus (Boophilus) microplus* (Acari: Ixodidae). *Biochemistry research international*, 2017.

Viuda-Martos, M., Rui(Z)-Navajas, Y., Fernández-López, J., & Pérez-Álvarez, J. A. (2009). Chemical composition of mandarin (*C. reticulata* L.), grapefruit (*C. paradisi* L.), lemon (*C. limon* L.) and orange (*C. sinensis* L.) essential oils. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 12(2), 236-243.

Voo, S. S., Grimes, H. D., & Lange, B. M. (2012). Assessing the biosynthetic capabilities of secretory glands in *Citrus* peel. *Plant Physiology*, 159(1), 81-94.

Waikedre, J., Dugay, A., Barrachina, I., Herrenknecht, C., Cabalion, P., & Fournet, A. (2010). Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oils from New Caledonian *Citrus macroptera* and *Citrus hystrix*. *Chemistry & Biodiversity*, 7(4), 871-877.

Wang, S., Yang, C., Tu, H., Zhou, J., Liu, X., Cheng, Y., Luo, J., Deng, X., Zhang, H. & Xu, J. (2017). Characterization and metabolic diversity of flavonoids in *Citrus* species. *Scientific Reports*, 7(1), 1-10.

Warsito, W., Noorhamdani, N., Sukardi, S., & Suratmo, S. (2018). Assessment of antioxidant activity of citronellal extract and fractions of essential oils of *Citrus hystrix* DC. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 17(6), 1119-1125.

Weiss, E.A. (1997) *Essential Oil Crops*. Wallingford: CAB International.

Wolford, R. W., Kesterson, J. W., & Attaway, J. A. (1971). Physicochemical properties of *Citrus* essential oils from Florida. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 19(6), 1097-1105.

Wu, G. A., Terol, J., Ibanez, V., López-García, A., Pérez-Román, E., Borredá, C., Domingo, C., Tadeo, F.R., Carbonell-Caballero, J., Alonso, R., Curk, F., Du, D., Ollitrault, P., Roose, M.L., Dopazo, J., Gmitter, F.G., Rokhsar, D.S. & Talon, M. (2018). Genomics of the origin and evolution of *Citrus*. *Nature*, 554(7692), 311.

Wu, G. A., Prochnik, S., Jenkins, J., Salse, J., Hellsten, U., Murat, F., Perrier, X., Ruiz, M., Scalabrin, S., Terol, J., Arélio Takita, M., Labadie, K., Poulain, J., Couloux, A., Jabbari, K., Cattonaro, F., Del Fabro, C., Pinosio, S., Zuccolo, A., Chapman, J., Grimwood, J., Tadeo, F.R., Estornell, L.H., Muñoz-Sanz, J.V., Ibanez, V., Herrero-Ortega, A., Aleza, P., Pérez-Pérez, J., Ramón, D., Brunel, D., Luro, F., Chen, C., Farmerie, W.G., Desany, B., Kodira, C., Mohiuddin, M., Harkins, T., Fredrikson, K., Burns, P., Lomsadze, A., Borodovsky, M., Reforgiato, G., Freitas-Astúa, J., Quetier, F., Navarro, L., Roose, M., Wincker, P., Schmutz, J., Morgante, M., Machado, M.A., Talon, M., Jaillon, O., Ollitrault, P., Gmitter, F., & Rokhsar, D. (2014) Sequencing of diverse mandarin, pummelo and orange genomes reveals complex history of admixture during *Citrus* domestication. *Nature Biotechnology* 32, 656–662.

Wu, Z., Li, H., Yang, Y., Zhan, Y., & Tu, D. (2013). Variation in the components and antioxidant activity of *Citrus medica* L. var. *sarcodactylis* essential oils at different stages of maturity. *Industrial crops and products*, 46, 311-316.

Xiao, Z., Ma, S., Niu, Y., Chen, F., & Yu, D. (2016). Characterization of odour-active compounds of sweet orange essential oils of different regions by gas chromatography-mass spectrometry, gas chromatography-olfactometry and their correlation with sensory attributes. *Flavour and Fragrance Journal*, 31(1), 41-50.

Xu, H., Bohman, B., Wong, D. C., Rodriguez Delgado, C., Scaffidi, A., Flematti, G. R., Phillips, R.D., Pichersky, E. & Peakall, R. (2017). Complex sexual deception in an orchid is achieved by co-opting two independent biosynthetic pathways for pollinator attraction. *Current Biology*, 27(13), 1867-1877.

Zech-Matterne, V., & Fiorentino, G. (2018). AGRUMED: Archaeology and history of *Citrus* fruit in the Mediterranean: Acclimatization, diversifications, uses. *Publications du Centre Jean Bérard*.

Zhang, M., Duan, C., Zang, Y., Huang, Z., & Liu, G. (2011). The flavonoid composition of flavedo and juice from the pummelo cultivar (*Citrus grandis* (L.) Osbeck) and the grapefruit cultivar (*Citrus paradisi*) from China. *Food Chemistry*, 129(4), 1530-1536.





