

**EVALUACIÓN DEL RENDIMIENTO Y CALIDAD DEL ACEITE ESENCIAL DE
Elettaria cardamomum EN FUNCIÓN DE LAS CONDICIONES DEL MATERIAL
VEGETAL**

**BLANCA RUBY CAPERA PERDOMO
JOSÉ VIRGILIO CÁRDENAS SUAREZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
INSTITUTO DE PROYECCIÓN REGIONAL Y EDUCACIÓN A DISTANCIA
PRODUCCIÓN AGROINDUSTRIAL
BUCARAMANGA
2018**

**EVALUACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE *Elettaria
cardamomum* EN FUNCIÓN DE LAS CONDICIONES DEL MATERIAL
VEGETAL**

**BLANCA RUBY CAPERA PERDOMO
JOSÉ VIRGILIO CÁRDENAS SUAREZ**

**Trabajo de investigación presentado como requisito parcial para optar al
título de Profesional en Producción Agroindustrial**

Directora:

ELENA STASHENKO

Química, Ph.D.

Codirector:

ANDRÉS FERNANDO RAMÍREZ QUINTERO

Ingeniero Químico

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
INSTITUTO DE PROYECCIÓN REGIONAL Y EDUCACIÓN A DISTANCIA
PRODUCCIÓN AGROINDUSTRIAL
BUCARAMANGA**

2018

DEDICATORIA

A Dios

Porque siempre tomados de su mano, nos mantuvo la fe y la esperanza viva, nos dio fortaleza, sabiduría y salud para terminar exitosamente este ciclo en nuestras vidas.

A nuestros padres

Que siempre han estado atentos de todo cuanto nos sucede, sobretodo de nuestras persistencias en la consecución de nuestros logros y que también, desde la distancia, han sido fuente de energía cuando el cansancio y las circunstancias han sido adversas a nuestros deseos.

A nuestros hijos

Por su comprensión, su apoyo y su constante motivación, que permitieron que nunca desfalleciéramos en la obtención de nuestro triunfo; que para la gloria y honra de Dios, estamos seguros redundará en su bienestar y futuro.

A nuestros maestros y amigos

Porque no solamente fueron maestros sino amigos que nos brindaron gran apoyo y motivación; por el tiempo compartido con ellos y el respaldo en todo momento para la culminación de nuestros estudios profesionales.

“La dicha de la vida consiste en tener siempre algo que hacer, alguien a quien amar y alguna cosa que esperar”.

Thomas Chalmers

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN.....	15
TÍTULO DE LA INVESTIGACIÓN.....	16
1. DESCRIPCIÓN DE LA INVESTIGACIÓN.....	17
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	17
1.2 JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN.....	18
1.3 OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN.....	19
1.3.1 OBJETIVO PRINCIPAL.....	19
1.3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
2. MARCO REFERENCIAL.....	20
2.1 MARCO CONCEPTUAL.....	20
2.1.1 ORIGEN DEL CARDAMOMO.....	20
2.1.2 ORIGEN DEL NOMBRE.....	20
2.1.3 DESCRIPCIÓN DE LA PLANTA.....	20
2.1.4 DESCRIPCIÓN DEL FRUTO.....	21
2.1.5 INTRODUCCIÓN DEL CARDAMOMO A COLOMBIA.....	22
2.1.6 ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN.....	22
2.1.7 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN.....	23
2.1.7.1 DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR.....	23
2.1.7.2 HIDRODESTILACIÓN.....	24
2.1.7.3 DESTILACIÓN AGUA-VAPOR.....	24
2.1.8 CROMATOGRAFÍA DE GASES.....	25
2.1.9 CROMATOGRAFÍA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS.....	25
2.2 MARCO LEGAL.....	27

3. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	29
3.1 FLUJOGRAMA	29
3.2 MATERIA PRIMA	32
3.3 TRATAMIENTO PREVIO DE LA MUESTRA	32
3.4 OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA SEMILLA DE CARDAMOMO	33
3.5 PROCEDIMIENTO EN LABORATORIO	33
4. RESULTADOS	35
4.1 OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL	35
4.2 COMPOSICIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES OBTENIDOS	36
5. CONCLUSIONES	41
6. RECOMENDACIONES	42
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43
BIBLIOGRAFIA	46
ANEXOS	49

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Datos del material vegetal destilado.....	35
Tabla 2. Identificación y cuantificación de los componentes presentes en el aceite esencial de <i>Elettaria cardamomun</i>	37
Tabla 3. Componentes regulados por la Norma ISO 4733 para el aceite esencial de <i>Elettaria cardamomun</i>	38
Tabla 4. Propiedades fisicoquímicas aceite esencial de <i>Elettaria cardamomun</i> . Respecto a la norma ISO-4733.....	38

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Flujograma procedimiento de evaluación aceite esencial semilla de cardamomo.....	29
Figura 2. Flujograma proceso de destilación de la semilla de cardamomo.....	30
Figura 3. Flujograma procedimiento de análisis de laboratorio del aceite esencial de cardamomo	31
Figura 4. Tipos de semillas utilizadas. a. Semilla Tipo A. b. Semilla Tipo B. c. Semilla tipo C.....	32
Figura 5. Trituradora de material vegetal TRF-300 EQ-26.	50
Figura 6. Equipo de destilación por arrastre con vapor de 1 m ³ de capacidad. ...	50
Figura 7. Caldera automática a gas EQ20.	51
Figura 8. Cromatógrafo <i>Agilent Technologies 7890A</i> . Laboratorio instrumental CROM-MASS, UIS.....	51
Figura 9. <i>Agilent Technologies 6890A</i> . Laboratorio instrumental CROM-MASS, UIS.....	52

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Recursos.....	49
Anexo B. Ficha técnica del aceite esencial de <i>Elettaria cardamomum</i> “Cardamomo”.....	53

GLOSARIO

Destilación: El término destilar proviene del latín “*destilare*”, que significa separar por medio de calor.

Cromatografía: Técnica de análisis que consiste en la separación física de dos o más compuestos, basada en la diferente distribución de una sustancia entre dos fases, una de las cuales es estacionaria y la otra móvil.

Cromatograma: Es el gráfico de la señal del detector en función del tiempo. En este registro, la respuesta a cada sustancia separada aparece como un pico.

Densidad relativa: Relación entre la masa y el volumen de una sustancia, o entre la masa de una sustancia y la masa de un volumen igual de otra sustancia tomada como patrón que, normalmente, es el agua.

Índice de acidez: Es el método más usado para caracterizar grasas. Este simple procedimiento de titulación, es una medida de la hidrólisis que ha ocurrido en una grasa y se define como el número de miligramos de hidróxido de potasio requeridos para neutralizar los ácidos grasos libres en 1 g de grasas.

Índice de ésteres o saponificación: Se define como el número de miligramos de hidróxido de potasio, requeridos para reaccionar con todos los ácidos grasos en 1 g de muestra.

Índice de refracción: Valor numérico que expresa la relación estadística entre varias cantidades referentes a un mismo fenómeno.

Magnoleophyta (angiosperma): Es la familia más compleja de todas las plantas, en la cual las semillas jóvenes se encuentran encerradas en una estructura especial denominada cápsula; el ovario no está dispuesto al aire como en las gimnospermas.

Miscibilidad: Es un término usado en química que se refiere a la propiedad de algunos líquidos para mezclarse en cualquier proporción, formando una disolución. En principio, el término es también aplicado a otras fases (sólidos, gases), pero se emplea más a menudo para referirse a la solubilidad de un líquido en otro.

Rotación óptica: Es la rotación de la polarización lineal de la luz cuando viaja a través de ciertos materiales, en este caso el aceite esencial. Suele ser un fenómeno que ocurre en soluciones que presentan moléculas quirales tales como la sacarosa (azúcar), sólidos con planos cristalinos rotados, tales como el cuarzo, y la polarización circular de gases atómicos o moleculares.

Tracheophyta: Se caracteriza por la presencia de tejidos y con un sistema de conducción bien desarrollado, que comúnmente se le denomina plantas vasculares.

Zingiberáceas: Es el nombre de un taxón de plantas perteneciente a la categoría taxonómica de familia, utilizado en sistemas de clasificación modernos como el sistema de clasificación APG III (2009) y el APWeb (2001 en adelante) que la ubican en el orden Zingiberales de las monocotiledóneas. Cuentan con más de mil especies en 50 géneros. Muchas especies de las zingiberáceas tienen valor etnobotánico, sea como especias (entre ellas el jengibre, *Zingiber officinale*, la cúrcuma, *Curcuma longa* y el cardamomo, *Elettaria cardamomum*) u ornamental (como *Alpinia* y *Hedychium*). Comprenden hierbas rizomatosas. Contienen aceites esenciales y abarcan aproximadamente unas 1300 especies, en su mayoría intertropicales. Generalmente, presentan frutos en cápsulas.

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE *Elettaria cardamomum* EN FUNCIÓN DE LAS CONDICIONES DEL MATERIAL VEGETAL*

AUTORES: BLANCA RUBY CAPERA PERDOMO
JOSÉ VIRGILIO CÁRDENAS SUAREZ**

PALABRAS CLAVES: Cardamomo, Aceite esencial, propiedades fisicoquímicas del cardamomo, semilla cardamomo

DESCRIPCIÓN:

En la presente investigación se demuestra la importancia de realizar un tratamiento de la semilla de cardamomo antes de realizar extracción del aceite esencial (AE) crudo por el método de arrastre de vapor.

El proceso de extracción fue realizado y analizado en el Centro Nacional de Investigación para la Agroindustrialización de Especies Vegetales Aromáticas y Medicinales Tropicales (CENIVAM) ubicado en la Universidad Industrial de Santander para determinar las características fisicoquímicas (índice de acidez, índice de ésteres, densidad relativa, índice de refracción, rotación óptica) que se compararon con la norma ISO 4733 que es específica para el aceite de cardamomo, encontrándose los valores dentro del rango de aceptabilidad de la norma.

Se propusieron tres tipos de tratamientos previos: A) semilla trillada y tamizada; B) semilla trillada sin tamizar; y C) semilla en su capsula natural, sin ningún tipo de tratamiento. Se realizaron las extracciones con cada uno de ellos y se procedió a analizar químicamente su composición por el método de cromatografía, encontrándose que el AE obtenido con la semilla tipo A presenta una composición más cercana a la norma, lo cual incide directamente con la calidad del AE.

Para proyección en la agroindustria, si se requiere alta calidad, se recomienda un pretratamiento tipo A; mayor volumen de AE, un pretratamiento tipo B; y descartar totalmente el tipo C ya que su calidad es menor al igual que el rendimiento.

* Proyecto de grado

** Universidad Industrial de Santander, Instituto de Proyección Regional y Educación a Distancia, Profesional en Producción Agroindustrial. Directora: Elena Stashenko, Química, Ph.D. Codirector: Andrés Fernando Ramírez Quintero, Ingeniero Químico

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF THE ESSENTIAL OIL COMPOSITION OF *Elettaria Cardamomum* ACCORDING TO THE CONDITIONS OF VEGETABLE MATERIAL *

AUTHORS: BLANCA RUBY CAPERA PERDOMO
JOSÉ VIRGILIO CÁRDENAS SUAREZ**

KEYWORDS: Cardamom, Essential Oil, Physicochemical Characteristics the Cardamom, Seed Cardamom

DESCRIPTION:

In the present investigation shows the importance of perform a treatment of the cardamom seed before perform the extraction of the raw essential oil (EO) by the method of steam stripping.

The extraction process was performed and analyzed on the Centro Nacional de Investigación para la Agroindustrialización de Especies Vegetales Aromáticas y Medicinales Tropicales (CENIVAM) located at Universidad Industrial de Santander to determine the physicochemical characteristics (acid index, stress index, relative density, refraction index, optical rotation) that were compared with the rule ISO 4733 which is specific to the cardamom oil, the values found were within the acceptable range of the regulation.

Were proposed three types of previous treatment: A) threshed seed and sifted; B) threshed seed without sieve and C) seed in its natural capsule, without any type of treatment. Were performed the extractions with each one of them and were proceeded to analyze chemically its composition by the method of chromatography, were found that the EO obtained with the seed type A present a closer composition to the normal, which influences directly with the quality of the EO.

To agroindustry projection, if is required high quality, is recommended a pretreatment type A; higher volume of EO, a pretreatment type B, and discard totally the type C because its quality is less to the same that the performance.

* Graduation project

** Universidad Industrial de Santander, Institute of Regional Projection and Distance Education, Professional in Agroindustrial Production. Director: Elena Stashenko, Chemistry, Ph.D. Co-director: Andrés Fernando Ramírez Quintero, Chemical Engineer

INTRODUCCIÓN

Los aceites esenciales (AE) son mezclas complejas de compuestos volátiles aislados de plantas aromáticas. Los componentes de un AE son metabolitos secundarios derivados químicamente a partir de terpenos y sus compuestos oxigenados. Cada componente del aceite contribuye a la actividad biológica de la planta. Un AE puede contener más de 200 sustancias diferentes dependiendo del material vegetal de origen. Muchas de estas sustancias son de gran interés para diversas ramas de la industria y la medicina [1].

La producción mundial de AE está estimada entre 45000 y 50000 toneladas, y un valor de un billón de dólares [1]. Colombia, gracias a sus condiciones geográficas, tiene gran variedad de climas, lo que permite la existencia de una gran diversidad de plantas aromáticas. Sin embargo, la industria de AE apenas está comenzado su desarrollo en Colombia [1]. El grupo de investigación CIBIMOL de la Universidad Industrial de Santander (UIS) trabaja para convertir la obtención de aceites esenciales en un sector de la industria en el país. El AE de *Elettaria cardamomum* (cardamomo) es de gran interés debido a que tiene un rendimiento muy superior a la mayoría de las plantas aromáticas y alcanza hasta un 3% [8].

El AE de cardamomo se produce a partir de plantas cultivadas o silvestres de las regiones montañosas del sur de la India, Sri Lanka, Indonesia y Guatemala. Se ha utilizado en la medicina tradicional china y la medicina ayurvédica de la India desde hace miles de años, principalmente, para el tratamiento de enfermedades respiratorias, fiebres y problemas digestivos [2]. El aceite esencial de cardamomo se obtiene por destilación de vapor de las semillas maduras y secas. Es un líquido incoloro o amarillo muy pálido, con un penetrante y ligero olor aromático alcanforado y sabor picante [2]. El AE de cardamomo posee actividad antioxidante

[2] y se utiliza, sobre todo, como ingrediente en la industria de alimentos, principalmente, condimentos y bebidas alcohólicas.

La composición del AE de cardamomo depende de las condiciones de la semilla y el método de extracción. En este trabajo se evaluó la calidad de los aceites esenciales, obtenidos de semillas de cardamomo con diferentes tamaños de partícula, humedad y tiempo de cosecha a partir diferentes propiedades fisicoquímicas. Los resultados de esta investigación permitieron determinar las mejores condiciones de semilla, para la extracción por arrastre con vapor de AE de cardamomo, según a estándares internacionales.

TÍTULO DE LA INVESTIGACIÓN

Evaluación del rendimiento y calidad del aceite esencial de *elettaria cardamomum* en función de las condiciones del material vegetal

1. DESCRIPCIÓN DE LA INVESTIGACIÓN

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los AE son utilizados por las industrias farmacéutica, dental, de licores, cosmética, de perfumería, de jabones, de ambientadores, fitosanitaria, entre otras. El principal exportador a nivel mundial de AE es Guatemala, que vende aproximadamente 300 toneladas por año. En Latinoamérica, le siguen Argentina, Brasil, Jamaica, Perú y República Dominicana. El mercado de aceites esenciales en Colombia, al igual que en todo el mundo, es altamente especializado y competitivo; es por esto que la información disponible es reducida. Un porcentaje de las empresas dedicadas a la extracción e industrialización de AE corresponden a transnacionales que, en su mayoría, son norteamericanas, japonesas y europeas, especialmente de Suiza, Alemania y España [4].

La comercialización de los aceites esenciales en Colombia se realiza a través de importadores, fabricantes de perfumes, fragancias y alimentos. Estas empresas los transforman y comercializan como productos terminados o materias primas. Los consumidores finales son los fabricantes de bienes (e.g. jabones, perfumes, medicamentos.) y servicios. El precio fluctúa, de acuerdo con la calidad y el destino del aceite.

El presente proyecto se enfocó, específicamente, en el AE de cardamomo. El cardamomo se considera una especie de lujo (siendo la tercera más costosa a nivel mundial) por sus generosas características. Las semillas de cardamomo se presentan en unas vainas del tamaño de un hueso de aceituna y en su interior esconde unas semillas aromáticas, con sabor muy intenso. El olor se describe entre cítrico y dulce, con tonalidades entre limón, menta y eucalipto. El sabor es ligeramente picante. Por su contenido de aceites esenciales y su agradable

aroma, el cardamomo se utiliza en mezclas con café, pastelería, cosméticos y como aromatizante para licores.

En el mercado, se pueden encontrar semillas de cardamomo verdes que son mejor valoradas, y semillas de cardamomo blancas, las cuales han sido tratadas, perdiendo parte de sus características. La calidad del AE de cardamomo depende de las características de la semilla de las cuales es extraído. Existen estándares internacionales que regulan las características fisicoquímicas de calidad del aceite. En concreto, la norma ISO 4733 establece las normas técnicas para valoración de la calidad del AE de cardamomo, para su comercialización.

El objetivo de este trabajo es encontrar el mejor de pretratamiento de las semillas de cardamomo, para el cual se obtenga el aceite esencial con las mejores características. Los resultados de esta investigación permitirán desarrollar una metodología para la extracción de AE de cardamomo acorde con estándares internacionales, permitiendo un mayor valor comercial.

1.2 JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN

Las semillas de cardamomo utilizadas para extracción de su AE, por destilación con arrastre de vapor, no son sometidas a ningún tipo de pretratamiento. En ocasiones, las semillas no son almacenadas en condiciones adecuadas y el contacto con el agua puede iniciar procesos de descomposición. Adicionalmente, los residuos vegetales de la semilla de cardamomo que quedan después del proceso de destilación, presentan características morfológicas, odoríferas y texturales que permiten presumir que aún les queda aceite esencial en su interior. El tamaño y la humedad del material vegetal son variables influyentes en el proceso de extracción. En este trabajo se estudió la modificación del tamaño y humedad de la partícula sobre el rendimiento y características del aceite esencial.

1.3 OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

1.3.1 Objetivo principal. Evaluar el rendimiento y calidad del aceite esencial de cardamomo, en función de diferentes pretratamientos del material vegetal.

1.3.2 Objetivos específicos.

Realizar la extracción del aceite esencial de cardamomo, utilizando destilación por arrastre con vapor.

Determinar, cuáles son las mejores condiciones de tratamiento previo la semilla de cardamomo para el proceso de extracción de aceite esencial.

Evaluar los parámetros de calidad del aceite esencial de cardamomo producido y compararlos con los parámetros internacionales (ISO 4733).

2. MARCO REFERENCIAL

2.1 MARCO CONCEPTUAL

2.1.1 Origen del cardamomo. El cardamomo (*Elettaria cardamomum*) es originario de los bosques Monzónicos, al sur de la India meridional. La primera constancia escrita de su existencia, fue gracias al tratado médico conocido como *Evers Papyrus*. Este documento fue redactado en Egipto en el año 1550 a. C. Se cree que fue cultivado junto con la cúrcuma, en los jardines de Babilonia, en el siglo VIII a. C. Está documentado que hacia el siglo IV a. C., los griegos comerciaban con especias llamadas *amomony kardamomon*. Estas especias fueron empleadas más tarde por los romanos, pero no hay seguridad de que fuera el cardamomo que conocemos en la actualidad [5].

El navegante portugués Duarte de Barbosa, en 1514, conoció y reportó el uso medicinal del cardamomo, en su visita a las costas de Malabar, India. El naturalista portugués García de la Orta estudió las variedades de cardamomo de la India, en 1563. Así, durante el siglo XVII, los portugueses recolectaron cardamomo en la India y Ceilán, lo exportaron a Europa [5].

2.1.2 Origen del nombre. La palabra mono proviene de las antiguas lenguas semitas y significa muy fuerte. El término *Kardamom* de origen griego, se utiliza para designar al berro. Por su parte, el nombre y su clasificación botánica, *Elettaria*, significa semilla de Ela.

2.1.3 Descripción de la planta. Es una planta herbácea, perenne, tipo arbustiva, rizomatosa, con tubérculos fuertes que producen entre ocho y veinte tallos que no producen flores y los tallos productivos no crecen más de 1 m de alto. Sus frutos

son cápsulas triloculares en cuyo interior se encuentran entre 15 y 20 semillas, y es la parte comercializable de la planta [6].

La planta es de zonas húmedas, pero es intolerante a suelos encharcados y temporadas de sequía; el cultivo debe hallarse a una altitud que oscile entre 900 y 1300 m sobre el nivel del mar, con temperaturas constantes entre los 18 y 22 °C, buena humedad y sombra. Las diferentes especies crecen bien en un suelo rico en humus, buena concentración de nitrógeno y, en general los NPK, ligeramente pantanoso, con un buen acolchado o *mulch* vegetal. Sin embargo, también es compatible con suelos francos o limosos [7].

La semilla de cardamomo se utiliza para propagar la planta, tiene una caducidad alta, por lo que, una vez obtenida, es secada a la sombra y plantada en un periodo de tiempo inferior a 15 días. Para su propagación, las semillas deben ser sembradas en condiciones apropiadas de humedad y temperatura, durante 1 mes aproximadamente. Después de la germinación, crece lentamente hasta convertirse en una plántula trasplantable a los 3-5 meses [7].

Las semillas de cardamomo contienen aceite esencial (28%) constituido principalmente, por 1,8-cineol, acetato de α -terpinilo, α -terpineol, limoneno, linalol, acetato de linalilo, borneol, entre otros compuestos. Estos componentes y su concentración en el aceite esencial, pueden variar, dependiendo de factores como: su lugar de recolección, época de la misma y procedimiento de extracción [17].

2.1.4 Descripción del fruto. El fruto de la planta de cardamomo es una capsula oblonga, que termina en un ápice corto, mide entre 0.5 a 2.5 cm de largo. En su interior se encuentran entre 15 y 20 semillas que son pequeñas y piramidales, de aproximadamente 4 mm de largo, por 3 mm de ancho, de color negro y cubiertas por un arillo delgado.

2.1.5 Introducción del cardamomo a Colombia. No se conoce, con exactitud, la fecha de introducción del cardamomo en América; lo cierto es que los españoles trajeron a las Antillas, todos los elementos de cultura material a las que estaban acostumbrados, como el trigo, aceite, ganado, entre otros. Al principio, fue muy difícil vencer la repugnancia de los peninsulares para aceptar los alimentos americanos (yuca, maíz, verduras), que a ellos les parecían insípidos [18]. Avanzada la época colonial, cuando se había operado una profunda aculturación y fusión de elementos culturales, los españoles peninsulares no podían vivir sin importar vino, aceite y conservas. Las plantas que no podían habituar a cultivar a los nativos y que consideraban tradicionales [19], se vieron obligados a traerlo en forma de semillas, plantas medicinales y hasta flores desde su lugar de origen [5].

2.1.6 Antecedentes de la investigación. La semilla de cardamomo es un producto agrícola con potencial industrial y comercial. A través de trabajos de grado como “*Evaluación a escala de planta piloto del proceso industrial para la obtención de aceite esencial de cardamomo, bajo la filosofía cero emisiones*” (2005) de la Universidad EAFIT, se evaluó la rentabilidad, a nivel de planta piloto, del proceso industrial para la obtención del aceite esencial de cardamomo. Mediante la normalización del proceso productivo, se determinó que las mejores condiciones de extracción corresponden a la destilación por arrastre con vapor de agua; teniendo en cuenta que presenta ventajas en cuanto a rendimientos de extracción, calidad, pureza, ausencia de residuos de solventes, bajo costo y nivel tecnológico intuitivo.

En el estudio “*Extracción y caracterización de aceite de cardamomo (Elettaria cardamomum)*” (2007) de la Universidad Nacional de Colombia, Seccional Medellín, se evaluaron de tres métodos de extracción de aceite de cardamomo: arrastre con vapor, hidrodestilación y extracción con solventes. Este trabajo identificó y cuantificó la composición del AE por técnicas de cromatografía gaseosa acoplada con detectores de espectrometría de masas y TCD. Con estas

técnicas se logró concluir que los componentes de interés y rendimientos más altos se obtuvieron mediante el método de arrastre con vapor.

La tesis de grado "*Obtención y caracterización fisicoquímica del aceite esencial, extraído por arrastre de vapor de cáscara de cardamomo a nivel laboratorio con propuesta a escalamiento industrial*" (2004), de la Universidad de San Carlos de Guatemala, tuvo como objetivo aprovechar el desecho o subproducto de la agroindustria de cardamomo, mediante la extracción de aceite esencial crudo de la cáscara de cardamomo, donde se concluyó que esta contenía aceite esencial, con un rendimiento del 1.04% (p/p), obteniendo mediante el método de extracción por arrastre de vapor.

No se hallaron antecedente de pruebas o comparaciones realizadas para determinar si la forma de utilización de la materia prima influye en el rendimiento y calidad del aceite de extraído, lo cual es el objetivo de la presente investigación.

2.1.7 Métodos de extracción. Para la extracción de los aceites esenciales a escala industrial, existen dos métodos. El primero es la extracción en frío, que consiste en presionar el material vegetal hasta obtener el aceite esencial, que luego es arrastrado con agua y condensado a bajas temperaturas [8]. El segundo procedimiento, es a partir de los métodos destilativos, los cuales se describen a continuación:

2.1.7.1 Destilación por arrastre con vapor. La extracción por arrastre con vapor de agua, puede considerarse el método más sencillo, seguro e inclusive, el más antiguo. Este proceso se lleva a cabo con un vapor seco sobrecalentado, generado, usualmente, por una caldera o calderín, que penetra el material vegetal a presión más alta que la atmosférica. La corriente de vapor rompe las células o canales oleíferos en la planta y arrastra la mezcla volátil, que se condensa luego de atravesar un refrigerante, y se enfría en un condensador, donde regresan a la

fase líquida el agua y el aceite esencial. Los dos productos inmiscibles, finalmente, se separan en un decantador o vaso Florentino. Generalmente, los aceites son más livianos que el agua y muy poco solubles en ella; por ende, pueden ser separados por decantación, con excepción del aceite de clavo, que es más pesado que el agua, y se recoge debajo de ella. El método de arrastre con vapor se usa para extraer aceites de rizomas, raíces, semillas (Valeriana, jengibre, anís, entre otras.) y de hojas secas o fermentadas de algunas plantas (e.g., patchouli) [1].

2.1.7.2 Hidrodestilación. En la hidrodestilación, el material vegetal siempre debe estar sumergido en agua, luego se lleva a cabo el calentamiento de la mezcla hasta su punto de ebullición. El vapor generado arrastra los aceites esenciales del material vegetal, y la mezcla de vapor pasa a través del llamado cuello de cisne (refrigerante) y se enfría en un condensador, donde regresan a la fase líquida el agua y el aceite esencial. Esta emulsión que se obtiene, finalmente, es separada en un decantador. El tiempo total de la destilación es función de los componentes presentes en el aceite esencial. Si el aceite contiene compuestos de alto punto de ebullición, el tiempo de destilación debe ser mayor. Este sistema de extracción es particularmente empleado en zonas rurales, que no cuentan con instalaciones auxiliares para la generación de vapor.

Un factor que se debe tener en cuenta es que si el extractor se calienta con fuego directo, la cantidad de agua que está dentro de este deberá ser constante y suficiente para llevar a cabo toda la destilación, a fin de evitar el sobrecalentamiento o carbonización del material vegetal, dado que este hecho provocaría la formación de olores desagradables en el producto final. [9].

2.1.7.3 Destilación agua-vapor. En la destilación con agua-vapor, el material vegetal (MV) se encuentra suspendido sobre un falso fondo, que le impide tener contacto con el medio líquido que está justo entre el fondo y el soporte. El vapor

de agua producido se satura y atraviesa el MV, arrastrando la esencia, sin que se corra el riesgo de sobrecalentamiento. Sin embargo, para lograr esto, es necesario el acanalamiento del vapor generado para que se distribuya uniformemente. El vapor puede ser generado mediante una fuente externa o dentro del propio cuerpo del extractor, y cuando el líquido contenido para calentamiento no es suficiente, se recircula al proceso el condensado de agua (Cohobación). Usando este mecanismo, se mejora la calidad del aceite obtenido pero se disminuye la capacidad neta de carga de materia prima dentro del extractor [9].

2.1.8 Cromatografía de gases. La cromatografía de gases (GC) es una técnica empleada para el análisis instrumental de la composición química de aceites esenciales, debido a que sus constituyentes principales (terpenos, terpenoides, etc) son sustancias volátiles cuyas masas moleculares y temperaturas de ebullición no exceden 300 unidades de masa atómica (u.m.a.) y 250 °C, respectivamente [1].

Esta técnica consiste en la repartición de los componentes de la muestra a analizar entre dos fases: una fase estacionaria, que puede ser sólida o líquida de área superficial relativamente grande, y una fase móvil gaseosa (generalmente helio o hidrógeno). En un análisis cromatográfico, la muestra se inyecta en la fase móvil para que sea arrastrada a través de una columna que contiene la fase estacionaria, luego los componentes de la muestra se distribuyen en las fases de acuerdo con su solubilidad a determinada temperatura, presión de vapor relativa y afinidad por la fase estacionaria.

2.1.9 Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas. La técnica GC-MS permite realizar, en una operación, para una muestra compleja de 1 µl, un análisis cualitativo y cuantitativo de sus componentes. La muestra a analizar, se inyecta directamente en el cromatógrafo, sin ningún tratamiento previo, lo que elimina posibles modificaciones en su composición o en su estructura, debido a un

pretratamiento. No se eliminan las alteraciones debido a la temperatura de análisis, que puede afectar a los componentes termosensibles. En el cromatógrafo, los componentes se separan, tras lo cual penetran en el espectrómetro de masas, que permite registrar el correspondiente espectro de cada una de las sustancias separadas [9]. De este análisis se consigue la siguiente información: (1) Tiempos de retención (t_R), (2) Áreas de los picos cromatográficos, que son la base para cuantificar los componentes, y (3) Espectros de masas [10]. La identificación presuntiva de un compuesto se realiza por medio de su índice de retención, que se calcula utilizando la ecuación 1.

$$I_R = 100N + 100 \left(\frac{t_{Rx} - t_{RN}}{t_{RN} - t_{RN}} \right) \quad \text{Ecuación (1)}$$

Dónde:

I_R : Índice de retención del compuesto de interés;

N : Número de átomos de carbono del n -alcano que eluye antes del compuesto de interés;

t_{Rx} : Tiempo de retención del compuesto de interés;

t_{Rn} : Tiempo de retención del n -alcano que eluye antes del compuesto de interés;

t_{RN} : Tiempo de retención del n -alcano que eluye después del compuesto de interés;

En la literatura, se reportan índices de retención obtenidos en distintos tipos de columnas para una amplia gama de compuestos. Autores como Babushok (2011), han recopilado la información de distintas fuentes, de modo que es relativamente sencillo comparar los índices de retención asociados a los picos de un cromatograma obtenido en un análisis por GC-MS, con los publicados por otros autores.

El espectro de masas de un compuesto es su huella digital con la cual se realiza su reconocimiento. Este se obtiene como resultado de la combinación única de los iones generados durante la fragmentación de la molécula previamente ionizada.

Gracias a las bibliotecas de espectros, es posible realizar, con gran seguridad, la identificación de la estructura de una molécula a partir de su espectro de masas. Para la identificación de componentes de los aceites esenciales existen colecciones como: [9, 20, 21].

2.2 MARCO LEGAL

El mercado mundial de los aceites esenciales es exigente; por tanto, se han establecido normas y reglamentos a cumplir, especialmente, si son para exportación con destino a la comunidad europea y demás mercados representativos. Con ellos se busca tener sistemas de trazabilidad y normas sanitarias y fitosanitarias, que garanticen inocuidad y buenas prácticas agrícolas (BPA) certificadas mediante sello GLOBAL G.A.P., donde define elementos esenciales para la producción primaria.

Aunque no hay legislación específica para el uso y la comercialización de los aceites esenciales, es preciso anotar que cada industria (alimentos, cosméticos, etc.) tiene su propia normatividad y requisitos mínimos legales para su uso.

En el caso de la Comunidad Europea, los aceites esenciales, deben cumplir requisitos establecidos: para alimentos, ley general de comida (*General Food Law*); cosméticos, Dirección de cosméticos e INCI; farmacia, Dirección de Productos Medicinales; productos de aseo, regulación de detergentes; producción química, Dirección de Productos Biocidas (Biocidal Product Directive); e higiene.

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas, ICONTEC, que es el único organismo de certificación colombiana aprobado por la GLOBAL G.A.P., y acreditado por la ANSI (American National Standards Institute) de Estados Unidos, ha desarrollado la Norma Técnica Colombiana NTC ISO 5400 con el objeto de definir requisitos generales y recomendaciones de Buenas Prácticas Agrícolas

(BPA) para la producción primaria de frutas, hierbas aromáticas culinarias y hortalizas frescas, tanto para el mercado nacional, como con destino de exportación y con aplicabilidad en la agroindustria.

A nivel de normalización, la Organización Internacional de Normalización, ISO, ha realizado proceso normativo a través del Comité Técnico 54 [11] para la mayoría de los aceites esenciales, entre los que se encuentran el romero, eucalipto crudo, menta verde, laurel, toronja o pomelo, pimienta negra, naranja dulce, hojas de clavo, brote (capullo) de clavos, tallo de clavo, limón, rosa, lavanda, frutas de culantro, madera de sándalo, lima, salvia, semilla de apio, citronela, hoja de pimienta, geranio, cardamomo, cedro, estragón entre otros.

3. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

Procedimiento experimental

3.1 FLUJOGRAMA

Figura 1. Flujoograma procedimiento de evaluación aceite esencial semilla de cardamomo

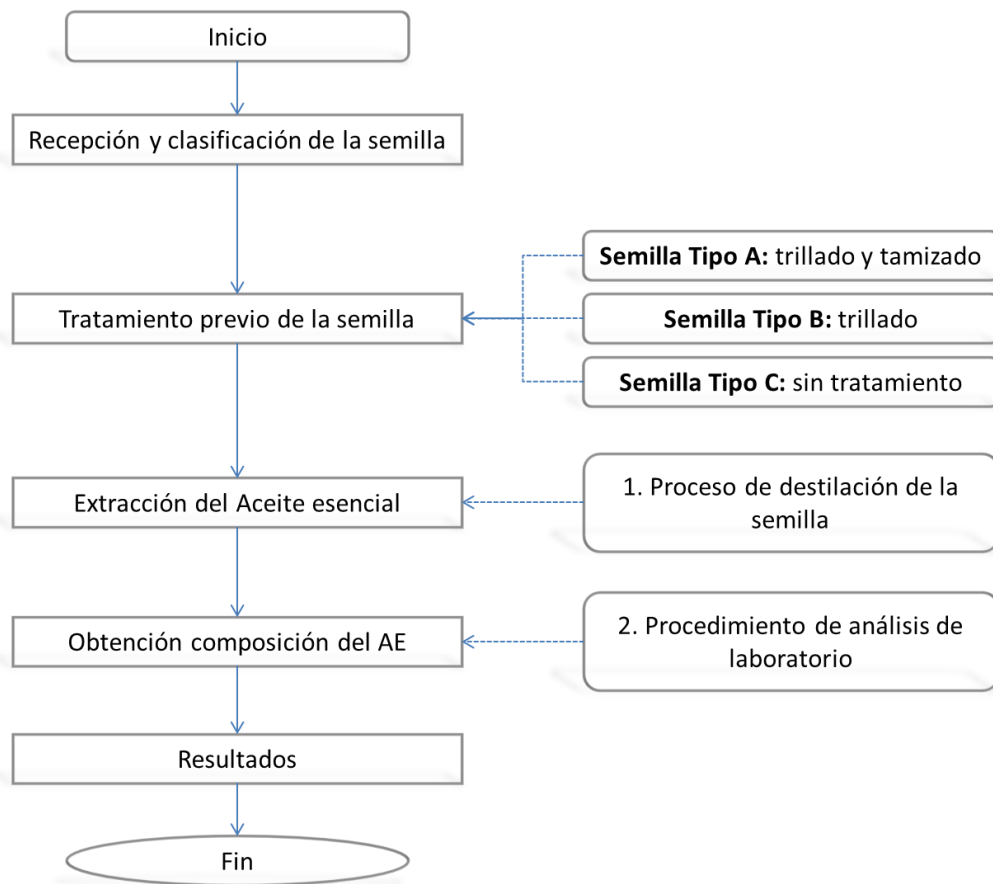


Figura 2. Flujograma proceso de destilación de la semilla de cardamomo

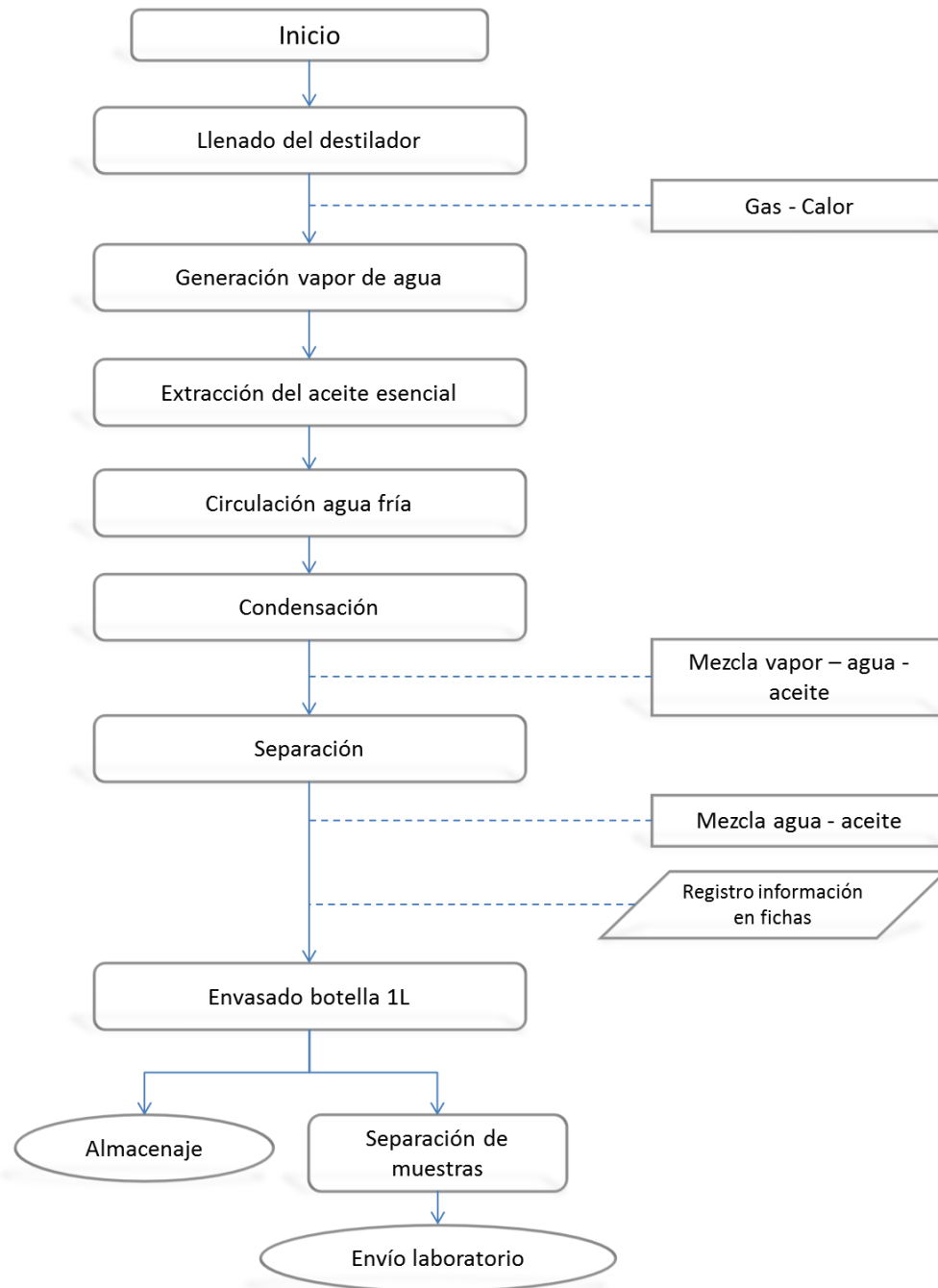
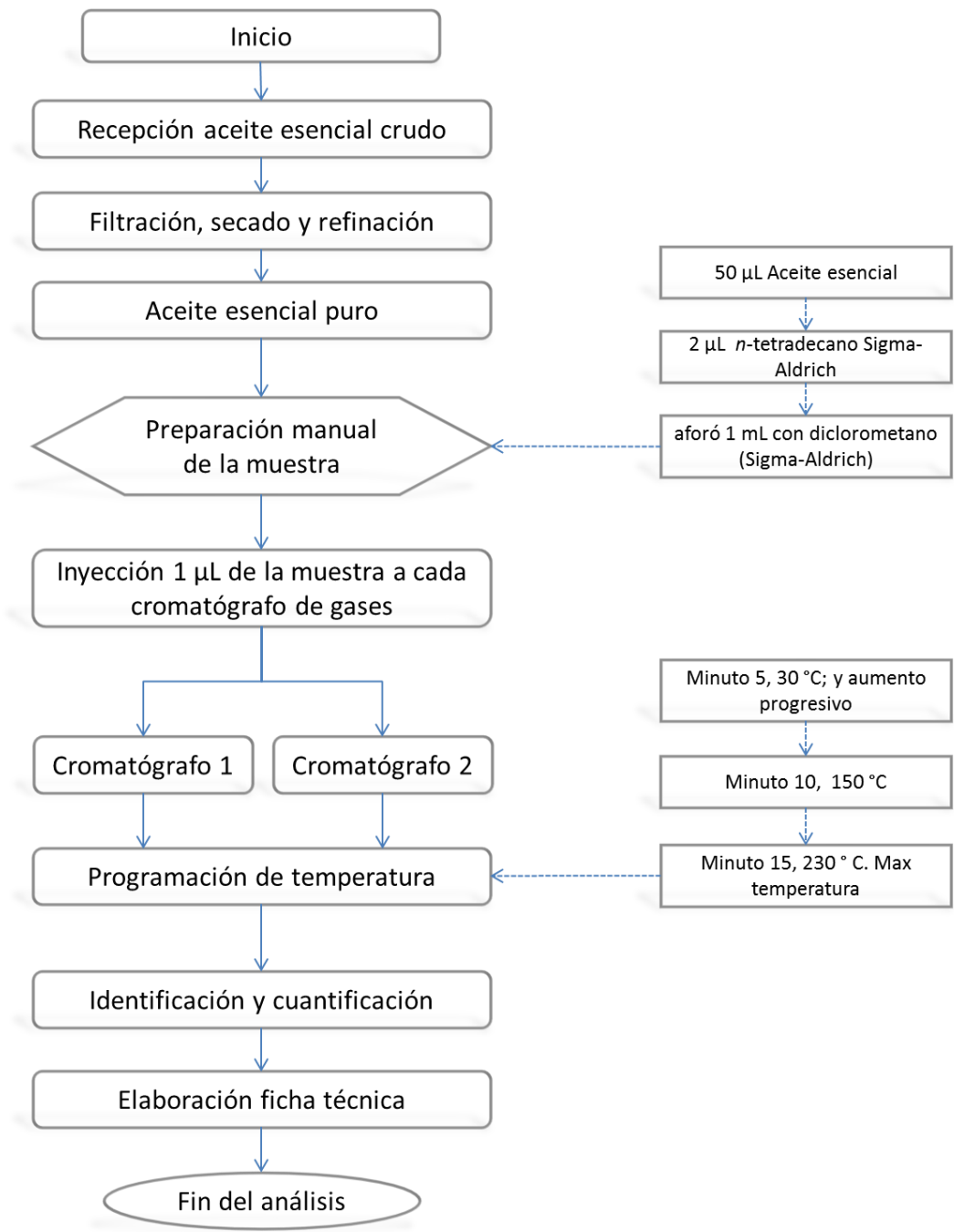


Figura 3. Flujograma procedimiento de análisis de laboratorio del aceite esencial de cardamomo



3.2 MATERIA PRIMA

De 6.180 kg disponibles de semilla producida en Antioquia se utilizaron 5.646 kg.

3.3 TRATAMIENTO PREVIO DE LA MUESTRA

Antes de iniciar el proceso, se separó parte del material vegetal (MV) en tres grupos, y se clasificaron para realizarle a cada uno, un procedimiento diferente, de la siguiente forma:

Semilla tipo A: Cantidad 2.121 kg. Se trilló el fruto y se tamizó (Véase **Figura 4.a.**), de tal forma que la semilla quedó totalmente expuesta.

Semilla tipo B: Cantidad 2.765 kg. Se trilló el fruto (Véase **Figura 4.b.**) con el fin de romper la cápsula y no se tamizó.

Semilla tipo C: Cantidad 760 kg. A esta semilla no se le realizó ningún tipo de tratamiento (Véase **Figura 4.c.**), es decir, la semilla quedó en su cápsula natural entre abierta, tal como fue recolectado el fruto.

Figura 4. Tipos de semillas utilizadas. **a.** Semilla Tipo A. **b.** Semilla Tipo B. **c.** Semilla tipo C.



a.



b.



c.

3.4 OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL CRUDO DE LA SEMILLA DE CARDAMOMO

Se efectuó por medio de arrastre con vapor usando, como vehículo, agua corriente. Se utilizó este método, ya que la mayoría de aceites esenciales se obtienen por extracción con arrastre de vapor; la mezcla de vapores se condensó por enfriamiento con agua, a temperatura ambiente, y se obtuvo un líquido en dos fases. El AE se separó por diferencia de densidad e inmiscibilidad del agua, utilizando una pipeta de decantación.

Para cargar el destilador, se colocó el material vegetal en el interior de la caldera, se tapó y se prensó, con el fin de reducir las zonas vacías y utilizar al máximo su capacidad. Posteriormente, se cerró herméticamente con la tapa cuello de cisne. Se realizaron cinco destilaciones, que fueron registradas en formatos prediseñados por el Laboratorio donde se desarrolló la investigación (CENIVAM). El aceite obtenido (crudo) fue depositado en frascos de vidrio de 1L de capacidad; luego fueron llevados a filtración, secado y refinación para lograr un aceite puro.

3.5 PROCEDIMIENTO EN LABORATORIO

Preparación de la muestra para análisis por cromatografía de gases. Para cada muestra, se tomó el aceite esencial (50 μL), el *n*-tetradecano Sigma-Aldrich (2 μL) y se aforó a 1 mL con diclorometano (Sigma-Aldrich). De esta solución, se inyectó 1 μL al cromatógrafo de gases para su respectivo análisis.

Análisis de muestras por GC-MS. La identificación y cuantificación de las muestras se realizaron con equipos de cromatografía de gases acoplados a espectrometría de masas (GC-MS). Se utilizó un cromatógrafo *Agilent Technologies 7890A* (HP, Palo Alto, California, EE.UU), acoplado a un espectrómetro de masas *Agilent Technologies 5975C*, con analizador cuadrupolar,

columna capilar DB-Wax (J&W, Scientific, Folsom, CA, USA) de 60 m x 0.25 mm, D.I. x 0.25 μm , d_f , el modo de inyección fue split (30:1) a 250°C.

Adicionalmente, las muestras fueron analizadas en un segundo cromatógrafo *Agilent Technologies 6890A* (HP, Palo Alto, California, EE.UU), acoplado a un espectrómetro de masas *Agilent Technologies 5975C*, con analizador cuadrupolar, columna capilar DB-5MS (J&W, Scientific, Folsom, CA, USA) de 60 m x 0.25 mm, D.I. x 0.25 μm , d_f , el modo de inyección fue split (30:1) a 250°C.

La programación de temperatura del horno fue: 30 °C (5 min) a 3 °C/min hasta 150 °C (10 min) y, finalmente, a 4 °C/min hasta 230 °C (15 min). La identificación de los componentes del aceite esencial se realizó por cromatografía de gases, con el cálculo de los índices de retención lineal (IRL) por columna polar, y por comparación de los espectros de masas obtenidos en GC-MS, con los espectros que se encuentran consignados en las bases de datos Adams (2004) [20], NIST (2008) [21] y Wiley (2008). Los índices de retención (I_R), se calcularon teniendo en cuenta los tiempos de retención de una serie homóloga de patrones de hidrocarburos desde C_{10} hasta C_{25} , que se corrieron en el GC. La cuantificación de los compuestos se hizo con base en sus áreas relativas obtenidas en el cromatograma.

Elaboración de ficha técnica. El aceite esencial de cardamomo con formato de destilación 966 (semilla Tipo B) fue remitido al Laboratorio de Cromatografía y Espectrometría de Masas (CROMMASS) para la elaboración de la ficha técnica. Los resultados de la ficha técnica se presentan en el **Anexo B**.

4. RESULTADOS

4.1 OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL

Uno de los parámetros más importantes para evaluar la viabilidad del proceso de extracción, es el rendimiento másico. Para el cálculo de este parámetro se utilizó la **ecuación 2**.

$$\text{Rendimiento} = \frac{MAE \times 100}{MMV} \quad \text{Ecuación (2)}$$

Donde

MAE: Masa del aceite esencial (g)

MMV: Masa del material vegetal (g)

El rendimiento para las destilaciones realizadas se presenta en la **Tabla 1**. Se observó que las semillas trilladas aumentaron su rendimiento porque disminuyó el tamaño su partícula y aumentó el contacto con el vapor. Los mejores rendimientos de extracción se obtuvieron para las semillas tipo B. Esto se debe a que en los frutos Tipo B, se realizó la extracción de la semilla y la cápsula. La cápsula también contiene aceite esencial y, por esta razón, el rendimiento es mayor que en las semillas Tipo A, las cuales fueron tamizadas. El rendimiento más bajo se obtuvo para las semillas tipo C, las cuales no fueron trilladas. La cápsula para este tratamiento no permitió el contacto del vapor con las semillas, disminuyendo la eficiencia de la extracción.

Tabla 1. Datos del material vegetal destilado.

# Formato de destilación	Semilla	Cantidad destilada, kg	AE obtenido, L	Tiempo destilación, h	Flujo, mL/min	Presión, PSI	Rendimiento, %
953	Tipo A	640	19	6,5	800	80	2,9
955	Tipo A	650	21	6	800	80	3,2
958	Tipo B	450	17	6	700	80	3,7
959	Tipo B	450	17	5,5	700	80	3,75
956	Tipo C	450	7	6	700	80	1,4

4.2 COMPOSICIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES OBTENIDOS

Los resultados experimentales de composición de los aceites esenciales de *Elettaria cardamomum*, se presentan en la **Tabla 2**. En el análisis cromatográfico se observaron 73 sustancias, de las cuales se identificaron 50. En la **Tabla 2** se compara la respuesta cromatográfica de cada componente (porcentaje del área cromatográfica total) para todos los tratamientos. Entre los componentes mayoritarios identificados se encuentran eucaliptol, acetato de α -terpinilo, acetato de linalilo, linalool, sabineno y α -terpineol. Estos resultados son similares a los reportados por Jaramillo-Colorado *et al.* [22] para la composición del aceite esencial *Elettaria cardamomum* obtenido por hidredistilación. Gochev *et al.* [2] realizaron extracción con tetrafluroetano a las semillas de *Elettaria cardamomum* y obtuvieron los mismos componentes mayoritarios.

El mayor contenido de eucaliptol se obtuvo para las semillas del formato de destilación 956 (Tipo B). Esto indica que el tratamiento realizado a estas semillas permite obtener el mayor rendimiento y se logra aislar el mayor contenido de eucaliptol. Los componentes mayoritarios para el aceite esencial de cardamomo regulados por la norma ISO 4733, se presentan en la **Tabla 3**. En rojo, se presentan los valores por fuera de rango según la Norma.

Tabla 2. Identificación y cuantificación de los componentes presentes en el aceite esencial de *Elettaria cardamomun*.

No	Compuesto	LRI				Área relativa, %				
		DB-5MS		DB-WAX		953	955	956	958	959
		Exp.	Lit.	Exp.	Lit.	Tipo A	Tipo A	Tipo B	Tipo B	Tipo C
1	Hexanal	801	799			0,07	0,03	0,06	0,02	0,02
2	Heptanal	902	902			0,05	0,03	0,05	0,02	0,02
3	α -Felandreno	928	1.004			0,35	0,33	0,43	0,41	0,36
4	α -Pino	937	936	1025	1025	1,49	1,44	1,56	1,86	1,58
5	Canfeno	954	950			0,03	0,03	0,02	0,00	0,00
6	Sabineno	976	973	1029	1122	3,38	2,79	3,19	4,42	3,92
7	β -Pino	982	977	1112	1110	0,38	0,33	0,54	0,49	0,43
8	6-Metil-5-hepten-2-ona	984	985	1342	1337	0,15	0,08	0,10	0,06	0,09
9	Mirceno	989	989	1166	1168	1,30	1,26	1,94	0,02	1,79
10	1,8-Dehidrocineol	992	990	1298	1193	0,83	0,78	0,22	0,33	0,36
11	Octanal	1.003	1.002	1293	1287	0,43	0,24	0,85	0,00	0,00
12	α -Felandreno	1.009	1.004	1125	1167	0,03	0,04	0,08	0,02	0,03
13	3-Careno	1.020	1.011			0,43	0,41	0,70	0,36	0,33
14	p-Cimeno	1.028	1.024	1284	1270	0,76	0,56	0,00	0,61	0,58
15	Limoneno	1.032	1.029	1204	1198	0,82	2,54	0,61	3,17	2,90
16	Eucaliptol	1.040	1.031	1218	1211	30,93	25,51	35,24	24,67	22,23
17	β -Ocimeno	1.047	1.047	1255	1250	0,13	0,11	0,14	0,15	0,12
18	<i>trans</i> -2-Octenal	1.059	1.060			0,03	0,00	0,07	0,02	0,03
19	γ -Terpeno	1.062	1.060	1251	1245	0,74	0,70	1,17	0,66	0,64
20	1-Octanol	1.070	1.071			0,04	0,00	0,05	0,00	0,00
21	<i>cis</i> - β -Terpineol	1.074	1.143			1,03	0,59	0,60	0,75	0,81
22	Pinol	1.077	1060 (b)			0,05	0,07	0,03	0,02	0,03
23	p-Cimeno	1.093	1.087			0,06	0,07	0,11	0,00	0,00
24	Linalool	1.102	1.099	1550	1543	8,13	6,63	10,51	8,04	8,19
25	<i>trans</i> -p-Menta-2,8-dien-1-ol	1.126	1.127			0,03	0,03	0,02	0,02	0,02
26	<i>cis</i> -p-Menta-2-en-1-ol	1.130	1.123	1573	1614	0,19	0,17	0,26	0,00	0,02
27	<i>trans</i> -p-Menta-2-en-1-ol	1.148	1.136	1635	1584	0,12	0,11	0,18	0,10	0,00
28	Sabina cetona	1.163	1.155			0,04	0,09	0,12	0,00	0,04
29	<i>trans</i> -Óxido de linalol	1.176	1.171			0,49	0,60	0,46	0,33	0,00
30	Borneol	1.180	1.166			0,10	0,10	0,19	0,00	0,00
31	Terpinen-4-ol	1.187	1.177			2,47	2,40	3,67	1,89	2,04
32	p-Cymen-8-ol	1.191	1.183	1856	1848	0,20	0,24	0,11	0,00	0,19
33	α -Terpineol	1.201	1.189			3,21	3,58	4,93	3,44	3,95
34	Decanal	1.206	1.205			0,11	0,11	0,10	0,11	0,00
35	Piperitol	1.214	1.205			0,09	0,09	0,11	0,00	0,09
36	<i>cis</i> -Hidrato de sabineo	1.220	1.218			0,11	0,06	0,00	0,06	0,10
37	<i>trans</i> -Carveol	1.223	1.226	1845	1836	0,11	0,18	0,07	0,03	0,05
38	Nerol	1.226	1.228			0,05	0,08	0,06	0,00	0,00
39	Neral	1.240	1.242	1691	1679	0,62	0,62	1,35	0,67	0,77
40	Acetato de linalilo	1.250	1.255	1562	1554	8,16	7,56	5,29	10,40	10,55
41	Geranial	1.269	1.270	1738	1725	0,74	0,76	1,67	0,00	0,97
42	Acetato de bornilo	1.290	1.283			0,04	0,03	0,03	0,06	0,07
43	Terpinen-4-ol acetato	1.300	1.302			0,07	0,04	0,04	0,09	0,00
44	Acetato de terpinen-4-ilo	1.355	1.347	1709	1695	26,40	32,14	20,36	33,39	33,74
45	Acetato de geranilo	1.376	1.379			0,22	0,34	0,22	0,00	0,00
46	<i>cis</i> -Dodec-5-enal	1.391	1.408			0,05	0,06	0,03	0,06	0,08
47	Aristolocueno	1.496	1.487			0,04	0,05	0,00	0,08	0,09
48	Selineno	1.502	1.486			0,11	0,14	0,04	0,11	0,14
49	β -Selineno	1.515	1.493	1736	1717	0,05	0,11	0,04	0,04	0,07
50	Nerolidol	1.564	1.560	2044	2007	0,59	1,08	0,25	0,88	0,28
Componentes identificados						96,06	95,33	97,87	97,87	97,71

Se observa que el aceite esencial con mejores características tiene formato de destilación 955 (Tipo A). Para este tratamiento, solo el limoneno está por fuera de los límites establecidos por la Norma. Sin embargo, los demás tratamientos no están tan alejados de las proporciones sugeridas por la Norma.

Tabla 3. Componentes regulados por la Norma ISO 4733 para el aceite esencial de *Elettaria cardamomun*.

Compuesto	# Formato de destilación					Norma ISO 4733	
	953	955	956	958	959	Mínimo	Máximo
	Tipo A	Tipo A	Tipo B	Tipo B	Tipo C		
α-Pineno	1,49	1,44	1,56	1,86	1,58	1,00	2,00
Sabineno	3,38	2,79	3,19	4,42	3,92	2,00	4,00
Myrceno	1,30	1,26	1,94	0,02	1,79	trazas	2,50
Limoneno	0,82	2,54	0,61	3,17	2,90	3,00	7,00
Eucaliptol	30,93	25,51	35,24	24,67	22,23	23,00	33,00
Linalool	8,13	6,63	10,51	8,04	8,19	3,50	7,00
Terpinen-4-ol	2,47	2,40	3,67	1,89	2,04	1,00	3,00
α-Terpineol	3,21	3,58	4,93	3,44	3,95	3,00	7,00
Acetato de linalilo	8,16	7,56	5,29	10,40	10,55	4,00	9,00
Acetato de terpinilo	26,40	32,14	20,36	33,39	33,74	32,00	42,00
Nerolidol	0,59	1,08	0,25	0,88	0,28	1,00	2,00

Con los resultados obtenidos se observa que tanto las semillas Tipo A como las Tipo B son una buena alternativa por su alto rendimiento. El trillado de las semillas disminuye el tamaño de partícula y esto mejora el rendimiento. En el caso del tratamiento para las semillas Tipo A, adicional al trillado, es necesario el tamizado. Este proceso requiere inversión de trabajo adicional por parte del operador, lo que aumenta los costos de producción. Por esto, se recomiendan las semillas Tipo B.

Tabla 4. Propiedades fisicoquímicas aceite esencial de *Elettaria cardamomun*.

Respecto a la norma ISO-4733

Parámetro	F.D. 966	Norma ISO 4733	
	Tipo B	Mínimo	Máximo
Índice de acidez (mg de KOH/g de AE) ¹	2,763 ± 0.002		6
Índice de ésteres (mg de KOH/g de AE)	96,8 ± 0.3	92	150
Densidad relativa	0.9234 ± 0.0001	0,920	0,940
Índice de refracción (n _D)	1.460 ± 0.005	1.460	1.467
Flash point (°C)		59	
Rotación óptica	+0.55 ± 0.1	+24	+39

1. El índice de acidez se define como los miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en 1 gramo de AE, esto constituye una medida del grado de hidrólisis en el AE. El índice bajo en el AE recién extraído indica que está poco hidrolizado, es decir que contiene pocos ácidos grasos libres, por lo tanto corresponde a un buen resultado.
2. La densidad (ρ) es una magnitud física que relaciona la masa (m) de un objeto con el volumen (v) que ocupa: ($\rho=m/v$). Para el caso de los AEs permite diferenciar un aceite esencial natural de uno sintético y se expresa en g/cm^3 ; los aceites esenciales son de mayor densidad que los sintéticos.
3. El índice de refracción de un líquido es una magnitud física que determina la proporción del cambio de dirección de un rayo de luz al cambiar el medio en el que se mueve, específicamente cuando entra en contacto con el AE, y su valor es establecido en normas ISO que contribuyen a definir si este ha sido mezclado con diluyentes u otras sustancias; se puede considerar que es un parámetro que sirve para determinar la pureza de un AE. En este caso se encuentra dentro de los rangos de la norma ISO 4733.
4. Rotación óptica: Es la capacidad de una sustancia orgánica para rotar el plano de la luz polarizada, hay algunas sustancias que hacen que este plano gire. En la muestra del AE de cardamomo se presentó por debajo de la mínima establecida, lo cual no evidencia un mal indicador, pues esto hace relación a la concentración de la solución, la cuantificación de la pureza y la determinación de adulteraciones tales como la adición de compuestos sintéticos o componentes de diferentes orígenes botánicos que podrían cambiar drásticamente las propiedades biológicas u olfatorias, íntimamente relacionadas con la naturaleza estereoquímica del AE.
5. Al comparar los valores de las propiedades fisicoquímicas obtenidos para el AE de *E. cardamomoun* semillas Tipo B (**Tabla 4**) con los valores establecidos por la

norma ISO 4733 se observó que están dentro de los rangos requeridos, a excepción de rotación óptica. Sin embargo, la rotación óptica por debajo de la mínima establecida indica la cuantificación de la pureza y por encima la determinación de adulteraciones tales como la adición de compuestos sintéticos o componentes de diferentes orígenes botánicos, los cuales podrían cambiar drásticamente las propiedades biológicas u olfatorias, íntimamente relacionadas con la naturaleza estereoquímica del AE.

En general, se observó que tanto las semillas Tipo A como las Tipo B, tuvieron algunas diferencias de composición con los límites establecidos por la norma ISO 4733. Sin embargo, estas diferencias pueden ser mejoradas utilizando procesos de rectificación como fraccionamiento en el tiempo del aceite esencial durante el proceso de extracción por arrastre con vapor, o con destilación fraccionada posterior al proceso de extracción. No se recomienda realizar la extracción del aceite esencial de cardamomo sin realizar trillado de la semilla porque el rendimiento obtenido es muy bajo.

5. CONCLUSIONES

El trillado de las semillas de *Elettaria cardamomun* mejora el contacto con vapor en la extracción por arrastre con vapor. Esto permitió obtener mayores rendimientos de extracción.

El rendimiento más alto (3.75 %) de extracción con arrastre por vapor se obtuvo para las semillas Tipo B. Esto se debe a que la cápsula también contiene aceite esencial. Esto, respecto la mayoría de plantas aromáticas, constituye un porcentaje superior ya que la media es alrededor de 1 a 2% [24].

Las semillas sin tratamiento previo tuvo el rendimiento de extracción más bajo (1.4 %). Esto se debe a que la cápsula aísla las semillas impidiendo la extracción del aceite esencial.

Las semillas Tipo A presentaron una composición más cercana a la de la norma ISO 4733, es decir, que tiene mejor calidad que los demás tratamientos.

Las propiedades fisicoquímicas inciden en la calidad del AE. Al comparar los resultados obtenidos con la norma ISO 4733 se determinó que a pesar de algunas diferencias (rotación óptica), las semillas Tipo A y Tipo B corresponden a las características y propiedades de esta alta evaluación y las diferencias presentadas pueden ser corregidas durante en el proceso de extracción.

6. RECOMENDACIONES

Para obtener mejores resultados en la extracción del aceite esencial de cardamomo se recomienda realizar trillado de la semilla, aunque este procedimiento requiere de mayor inversión en mano de obra y tiempo, pero esto se ve compensado con el aumento en el rendimiento de la producción; por lo tanto es importante realizar este tratamiento previo.

Teniendo en cuenta que la cascara del fruto de cardamomo también contiene aceite, sería conveniente continuar con la investigación para determinar la real incidencia de este en la composición del AE, la cual determina la calidad y destinación final en las industrias que lo utilizan.

Dentro de la industria de los AEs, el cardamomo es una de las plantas que mas produce AE ya que su rendimiento esta por encima de la media de la mayoría de plantas aromaticas [24], por lo tanto dentro de la agroindustria se puede considerar como un buen producto para comercializar. Asimismo las condiciones agronomicas que requiere permiten ser intercalado con cultivos tradicionales, su mantenimiento es mínimo ya que cuando la planta crece cierra el paso de la luz al suelo evitando que la maleza crezca, de esta manera puede ser integrado con el otro cultivo.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Stashenko, E. (2009). En: Aceites Esenciales (pág. 16). Bucaramanga, Santander: División de Publicaciones Universidad Industrial de Santander.
- [2] Gochev, V., Girova, T., Atanasova, T., Nenov, N., Stanchev, V., & Soyanova, A. (2012). En Low temperature extraction of essential oil bearing plants by liquefied gases. 7. Seeds from cardamom (*Elettaria cardamomum* (L.) Maton) (págs. 135-139). *Journal of Bioscience and Biotechnology*, vol. 1(2).
- [3] Jaramillo Colorado, B., Olivero Verbel, J., Stashenko, E., Wagner Dobler, I., & Kunze, B. (2012). En Anti-quorum sensing activity of essential oils from Colombian plants (págs. 1075 - 1086). *Natural Products Research: Formely Natural Products Letters*, vol. 26.
- [4] Revista Dinero.com. (9 de Sep de 2013). Recuperado el 7 de Marzo de 2016, de <http://www.dinero.com/internacional/articulo/colombia-afianza-investigacion-su-industria-aceites-esenciales/185099>
- [5] Banco de la Republica actividad cultura. (19 de Dic de 2001). Recuperado el 23 de Marzo de 2016, de <http://www.banrepultural.org/blaavirtual/historia/puti/puti1.htm>
- [6] Castro Restrepo, D., Díaz García, J. J., Serna Betancur, R., Martínez Tobón, M. D., Urrea, P. A., Muñoz Durango, K., y otros. (2013). Cultivo y producción de plantas aromáticas y medicinales. Rionegro Antioquia: Fondo Editorial Universidad Católica del Oriente.
- [7] Horticultura.tv. (21 de Sep de 2011). Plantas para infusiones. Medellín.
- [8] Rodríguez-Álvarez, M. A.-M.-C. (2012). En: Procedimientos para la extracción de aceites esenciales en plantas aromáticas (pág. 38). La Paz, Baja California Sur, México: Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C.
- [9] Bandoni, A. (2000). Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica. La Plata: Universidad Nacional de la Plata.

- [10] Stashenko, E., & Martínez, J. R. (2011). Instituto Internacional de Cromatografía, Bucaramanga.
- [11] Icontec. (20 de abril de 2006). Recuperado el 2016 de marzo de 11, de <http://www.icontec.org/index.php/es/inicio/comites-tecnicos-de-normalizacion/91-comite-54>
- [12] Cenivam. (20 de abril de 2016). Recuperado el 26 de febrero de 2016, de <http://cenivam.uis.edu.co/cenivam/>: <http://cenivam.uis.edu.co/cenivam/>
- [13] Cisneros Ortiz, R. (1988). Destilación industrial del aceite de citronela. Guatemala: Tesis Ing. Química universidad San Carlos, Facultad de Ingeniería.
- [14] Colombia.com. (26 de febrero de 2014). (Colombia.com) Recuperado el 20 de marzo de 2016, de www.colombia.com/innovacion/colombia-afianza-con-investigacion-su-industria-de-aceires-esenciales.html
- [15] Avellaneda Rojas, G. A., & Roa Pardo, G. H. (2008). Estudio de la estructura de mercado para la comercialización de aceites esenciales en Colombia. Bucaramanga: Tesis Escuela de Economía. Facultad Ciencias Humanas Universidad Industrial de Santander.
- [16] Instituto de Agricultura, Recursos Naturales, y. (1994). En Programa de fortalecimiento académico de las sedes regionales (PROFASR) (págs. 4-5-6 y 7). Guatemala: Universidad Rafael Landívar, Radio NEDERLAND TRAINING CENTRE.
- [17] Sánchez Ortuño, M. F. (2006). En: Manual Práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes (pág. 123). España: Aiyana Ediciones.
- [18] Garcilaso, El Inca (1561 - 1614). *El Inca Garcilaso en Montilla* (Vol. XXXV). (1. Instituto de Historia, Ed., & p. p. Barrenechea, Trad.) Lima, Peru: Universidad Nacional Mayor de San Marcos.
- [19] Patiño, V. M. (1912 - 2001). *Historia de la cultura material en la America Equinoccial* (Vol. 8 Trabajo y ergología). Bogotá, Colombia: Instituto Caro y Cuervo.

- [20] Adams, R. P. (2004). *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography / Mass Spectroscopy* (Segunda ed.). Illinois, USA: Allured Publishing Corporation.
- [21] NIST-Wiley. (2008). *The Wiley/NBS registry of mass spectral data* (8 ed.). Nueva York, USA: Ed. J. Wiley y Sons, Inc.
- [22] Jaramillo-Colorado, B. (2010). *Chemical composition and antioxidant activity of essential oils isolated*. Colombia: Brazilian Journal of Pharmacognosy.
- [23] Luis Rios, G. L. (Marzo de 2007). *Extraccion y caracterizacion de aceite de cardamomo (Elettaria cardamomum)*. Dyna, 74(151), 47-52.
- [24] SENA. (2010). *Introducción a la Industria de los Aceites Esenciales extraídos de Plantas Medicinales y Aromaticas* (3.0 ed.). (I. u. Reconocimiento, Ed.) Bogota: Sistemas de bibliotecas SENA.

BIBLIOGRAFIA

ADAMS, R. P. *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography / Mass Spectroscopy* (Segunda ed.). Illinois, USA: Allured Publishing Corporation. 2004.

AVELLANEDA, G. A., & ROA, G. H. Estudio de la estructura de mercado para la comercialización de aceites esenciales en Colombia. Bucaramanga: Tesis Escuela de Economía. Facultad Ciencias Humanas Universidad Industrial de Santander. 2008.

Banco de la Republica actividad cultura. (19 de Dic de 2001). Recuperado el 23 de Marzo de 2016, de <http://www.banrepcultural.org/blaavirtual/historia/puti/puti1.htm>

BANDONI, A. Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica. La Plata: Universidad Nacional de la Plata. 2000.

CASTRO, D. y otros. Cultivo y producción de plantas aromáticas y medicinales. Rionegro Antioquia: Fondo Editorial Universidad Católica del Oriente. 2013.

CENIVAM. (20 de abril de 2016). Recuperado el 26 de febrero de 2016, de <http://cenivam.uis.edu.co/cenivam/>: <http://cenivam.uis.edu.co/cenivam/>

Cisneros Ortiz, R. Destilación industrial del aceite de citronela. Guatemala: Tesis Ing. Química universidad San Carlos, Facultad de Ingeniería. 1988.

Colombia.com. (26 de febrero de 2014). (Colombia.com) Recuperado el 20 de marzo de 2016, de www.colombia.com/innovacion/colombia-afianza-con-investigacion-su-industria-de-aceires-esenciales.html

GARCILASO, El Inca. *El Inca Garcilaso en Montilla* (Vol. XXXV). (1. Instituto de Historia, Ed., & p. p. Barrenechea, Trad.) Lima, Peru: Universidad Nacional Mayor de San Marcos. 1561, 1614.

GOCHEV, V., GIROVA, T., ATANASOVA, T., NENOV, N., STANCHEV, V., & SOYANOVA, A. En Low temperature extraction of essential oil bearing plants by liquefied gases. 7. Seeds from cardamom (*Elettaria cardamomum* (L.) Maton) (págs. 135-139). *Journal of Bioscience and Biotechnology*, vol. 1(2). 2012.

Horticultura.tv. (21 de Sep de 2011). Plantas para infusiones. Medellín.

ICONTEC. (20 de abril de 2006). Recuperado el 2016 de marzo de 11, de <http://www.icontec.org/index.php/es/inicio/comites-tecnicos-de-normalizacion/91-comite-54>

Instituto de Agricultura, Recursos Naturales, y. En Programa de fortalecimiento académico de las sedes regionales (PROFASR) (págs. 4-5-6 y 7). Guatemala: Universidad Rafael Landívar, Radio NEDERLAND TRAINING CENTRE. 1994.

JARAMILLO, B., OLIVERO, J., STASHENKO, E., WAGNER, I., & KUNZE, B. En Anti-quorum sensing activity of essential oils from Colombian plants (págs. 1075 - 1086). *Natural Products Research: Formely Natural Products Letters*, vol. 26. 2012.

JARAMILLO, B. *Chemical composition and antioxidant activity of essential oils isolated*. Colombia: *Brazilian Journal of Pharmacognosy*. 2010.

RIOS, G. L. *Extraccion y caracterizacion de aceite de cardamomo (Elettaria cardamomum)*. *Dyna*, 74(151), 2007. 47-52.

NIST-Wiley. *The Wiley/NBS registry of mass spectral data* (8 ed.). Nueva York, USA: Ed. J. Wiley y Sons, Inc. 2008.

PATIÑO, V. M. *Historia de la cultura material en la America Equinoccial* (Vol. 8 Trabajo y ergología). Bogotá, Colombia: Instituto Caro y Cuervo. 1912, 2001.

Revista Dinero.com. (9 de Sep de 2013). Recuperado el 7 de Marzo de 2016, de <http://www.dinero.com/internacional/articulo/colombia-afianza-investigacion-su-industria-aceites-esenciales/185099>

RODRÍGUEZ, M. A.-M.-C. En: Procedimientos para la extracción de aceites esenciales en plantas aromáticas (pág. 38). La Paz, Baja California Sur, México: Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C. 2012.

SÁNCHEZ, M. F. En: Manual Práctico de aceites esenciales, aromas y perfiles (pág. 123). España: Aiyana Ediciones. 2006.

SENA. *Introducción a la Industria de los Aceites Esenciales extraídos de Plantas Medicinales y Aromaticas* (3.0 ed.). (I. u. Reconocimiento, Ed.) Bogota: Sistemas de bibliotecas SENA. 2010.

STASHENKO, E. En: Aceites Esenciales (pág. 16). Bucaramanga, Santander: División de Publicaciones Universidad Industrial de Santander. 2009.

STASHENKO, E., & MARTÍNEZ, J. R. Instituto Internacional de Cromatografía, Bucaramanga. 2011.

ANEXOS

Anexo A. Recursos

1. Talento humano

Directora ELENA E. STASHENKO, Química, Ph.D., es egresada de la Universidad Druzhbi Narodov (UDN) de Moscú (URSS-Rusia), con Doctorado de la misma universidad en el área de Análisis Instrumental (Espectrometría de Masas y Técnicas de Separación). Ha realizado estancias post-doctorales en las Universidades de California (Davis, Estados Unidos), Braunschweig (Alemania), Centro de Control de Doping, Québec (Canadá) y en el Royal Melbourne Institute of Technology (Australia).

Codirector del trabajo Andrés Fernando Ramírez, Ingeniero Químico, estudiante de Maestría en Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander.

Estudiantes realizadores de la investigación: Ruby Capera Perdomo y José Virgilio Cárdenas Suarez

2. Recursos Físicos

La investigación se realizó en el Centro Nacional de Investigación para la Agroindustrialización de Especies Vegetales Aromáticas y Medicinales Tropicales (CENIVAM) ubicado en la Universidad Industrial de Santander; es uno de los Centros de Investigación de Excelencia, articulados y financiados por COLCIENCIAS, alrededor de proyectos de investigación en diferentes áreas científicas y tecnológicas estratégicas para el país.

3. Equipos

a. Trillador. Para el trillado de la semilla, se utilizó una trituradora de material vegetal de 8-12 mm, TRF-300 EQ-26, rpm rotor 1400-1800, potencia de 50/60 Hp. (Véase **Figura 5**)

Figura 5. Trituradora de material vegetal TRF-300 EQ-26.



b. Destilador. Para realizar las destilaciones, se empleó un equipo de destilación de 1m³ de capacidad, conformado por un alambique con su respectivo intercambiador de calor y su vaso separador (Florentino) Como generador de vapor, se utilizó una caldera de referencia 58,86 Kw (Tecnik Ltda., Bogotá, Colombia) (Véase **Figura 6**)

Figura 6. Equipo de destilación por arrastre con vapor de 1 m³ de capacidad.



c. Caldera. Como fuente generadora de calor se utilizó una caldera automática a gas referencia EQ20 capacidad 6 BHP (Tecnick Ltda., Bogotá Colombia) (Véase **Figura 7**).

Figura 7. Caldera automática a gas EQ20.



d. Cromatógrafos. *Agilent Technologies 7890A* (HP, Palo Alto, California, EE.UU), acoplado a un espectrómetro de masas *Agilent Technologies 5975C*, con analizador cuadrupolar, columna capilar *DB-Wax* (J&W, Scientific, Folsom, CA, USA) de 60 m x 0.25 mm, D.I. x 0.25 μ m, df, el modo de inyección fue split (30:1) a 250°C.

Figura 8. Cromatógrafo *Agilent Technologies 7890A*. Laboratorio instrumental CROM-MASS, UIS.



Agilent Technologies 6890A (HP, Palo Alto, California, EE.UU), acoplado a un espectrómetro de masas *Agilent Technologies 5975C*, con analizador cuadrupolar, columna capilar DB-5MS (J&W, Scientific, Folsom, CA, USA) de 60 m x 0.25 mm, D.I. x 0.25 μm , d_f , el modo de inyección fue split (30:1) a 250°C.



Figura 9. *Agilent Technologies 6890A*. Laboratorio instrumental CROM-MASS, UIS.

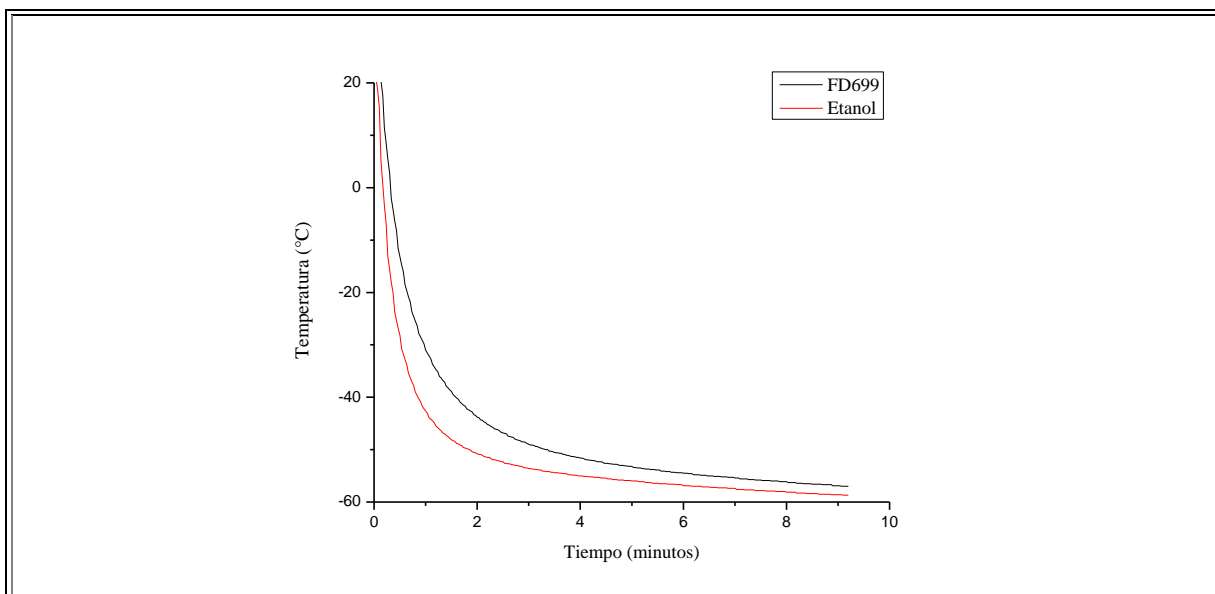


e. Elementos menores

- › Balón de vidrio de 500 mL
- › Balón de vidrio de 1000 mL
- › Columna de refrigeración
- › Manguera de hule
- › Varilla de soporte
- › Pinzas de soporte
- › Tubos de ensayo
- › Pipetas y micropipetas
- › Frascos de vidrio
- › Balanza marca METTLER TOLEDO, modelo 5200

**Anexo B. Ficha técnica del aceite esencial de *Elettaria cardamomum*
“Cardamomo”**

		Nombre común	Cardamomo	
		Nombre científico	<i>Elettaria cardamomum</i>	
		Código del aceite FD966	-	
		Nombre del productor	-	
Propiedades fisicoquímicas				
Norma	Parámetro	Resultado	n	
ISO 1242: 1999	Índice de acidez ¹ (mg de KOH/g de AE)	2,763 ± 0.002	3	
ISO 709: 2001	Índice de ésteres ² (mg de KOH/g de AE)	96,8 ± 0.3	2	
ISO 279: 1998	Densidad relativa	0.9234 ± 0.0001	3	
ISO 280: 1998	Índice de refracción (n _D)	1.460 ± 0.005	3	
ISO 11021: 1999	Humedad (%)			
ISO/TR 11018:1997	Flash point (°C)			
ISO 1041:1973	Punto de congelación (°C) ³	< -60.0 ± 0.1	1	
ISO 592: 1998	Rotación óptica ⁴	+0.55 ± 0.1	3	
Solubilidad en etanol (Norma ISO 875: 1999)⁵				
Concentración, % (v/v)	75 %	85%	95%	
V (Miscible)	1.1 – 20.0 mL	0.3 - 20.0 mL	0.1 - 20.0 mL	
V'' (Miscible con turbidez)	0.1 mL	0.1 mL		
V''' (Desaparición turbidez)	0.9 mL	0.3 mL		
Inmiscible				
Nubosidad	0.9 – 1.1 mL			
Observaciones:				
1. Titulaciones realizadas a 25 °C				
2. La reacción de hidrólisis se llevó a cabo durante una hora, en baño maría. Titulación a 25 °C.				
3. El AE no solidificó entre 20 y -66 °C. Cerca a los -16 °C se observó la formación de un precipitado blanco.				
4. Determinada a 25 °C, longitud del portamuestras 10 cm.				
5. Prueba realizada con 1.000 ± 0.005 g de AE a 25 °C				
n: número de mediciones; AE: aceite esencial				



Componentes mayoritarios del aceite esencial

Nº	Compuesto	Cantidad relativa, %
1	α -Pino	0.8
2	Sabino	2.1
3	β -Mirco	1.0
4	Eucalipto	34.2
5	Linalool	6.6
6	<i>p</i> -Cimen-8-ol	1.4
7	α -Terpineol	1.9
8	Acetato de linalil	7.9
9	Acetato de α -terpinil	31.8

