

EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ACEITE DE CARDAMOMO (*Elettaria cardamomum*)

EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF CARDAMOM OIL (*Elettaria cardamomum*)

LUIS RIOS

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín, larios@udea.edu.co

GUILLERMO LOPERA

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín

ROSARIO CAICEDO

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín

FIDEL GRANDA

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín

ANA MONTOYA

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín

GLORIA RESTREPO

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín

RICARDO SUÁREZ

Grupo Procesos Fisicoquímicos Aplicados, Universidad de Antioquia, Medellín

Recibido para revisar 6 de Octubre de 2005, aceptado 13 de Marzo de 2006, versión final 11 de Septiembre de 2006

RESUMEN: El cardamomo (*Elettaria cardamomum*) es un producto agrícola con potencial industrial y comercial. En este artículo se reportan los resultados encontrados en la investigación para la extracción del aceite esencial de cardamomo, evaluando tres métodos: arrastre con vapor, hidrodestilación y extracción con solventes. Los componentes del aceite se identificaron y cuantificaron por técnicas de cromatografía gaseosa asociada con espectrometría de masas y detector TCD. Los rendimientos obtenidos están alrededor del 4.7% para arrastre con vapor, 3.7% para hidrodestilación, y 6.5% para extracción con solventes. Los principales compuestos identificados son: cineol, acetato de terpinilo, linalol y β -pineno. No se detectó agua en las muestras de aceite, y la concentración máxima de solvente residual en el aceite fue de 72.4 p.p.m. Los resultados obtenidos permiten determinar las principales variables operacionales para dimensionar una planta piloto para extracción del aceite.

PALABRAS CLAVE: Aceite de cardamomo, Arrastre con vapor, Hidrodestilación, Extracción con solventes, Productos naturales.

ABSTRACT: Cardamom (*Elettaria cardamomum*) is an agricultural product with high industrial and commercial potential. Results on the extraction of essential oil of cardamom are reported. Three extraction techniques were studied: steam distillation, hydrodistillation and extraction with solvents. The components of the oil were identified and quantified by gas chromatography with mass and TCD detectors, respectively. The obtained yields were 4,7% by steam distillation, 3,7% by hydrodistillation, and 6,5% by extraction with solvents. The main identified compounds were: cineol, terpinyl acetate, linalol and β -pinene. Results show that there is not water in the oil sample, and the maximum concentration of residual solvent in the oil is 72,4 p.p.m. The obtained results allow to determine the main operational variables to perform the basic desing of a pilot plant for extraction of the oil.

KEYWORDS: Cardamom oil, Vapor distillation, Hydrodistillation, Extraction with solvent, Natural products.

1. INTRODUCCIÓN

La producción agrícola en Colombia representa aproximadamente el 16% del producto interno bruto (PIB) y un 29% de la fuerza laboral colombiana está vinculada a la agricultura (Center for the International Earth Science Information Network, Columbia University, 2004). No obstante la importancia de estas cifras, la agricultura de los pequeños cultivadores en Colombia no presenta un nivel de tecnificación suficiente que la haga rentable (González, 1984).

En Colombia existen algunas regiones en donde se ha empezado a cultivar cardamomo, especialmente en el Suroeste Antioqueño, donde ya existen grandes zonas sembradas con cardamomo y en producción; sólo en el municipio de Támesis, en el año 2002, existían 31 hectáreas sembradas con cardamomo. En otro municipio de esta región, en Valparaíso (Antioquia), se formó la Cooperativa Agroindustrial del Suroeste Antioqueño (COOPAGRINSA), la cual es una de las entidades que participa en este proyecto. Esta cooperativa tiene en la actualidad alrededor de 50000 plantas de cardamomo, las cuales se estima que produjeron a finales del año 2003 unos 75000 kg de semilla, que se exportaron a Arabia (Anuario estadístico del sector agropecuario, 2003). La semilla de cardamomo se cotiza en el mercado internacional a un precio que es más del triple del precio del café (US \$ 2.30 - 5.30 por kg), la planta es más fácil de cultivar que el café y puede permanecer hasta 15 años en producción; el precio del aceite es trece veces superior (US Agency for International Development, 2003).

Con el objetivo de incrementar, en Colombia, las ganancias derivadas de este cultivo, se inició un estudio de optimización técnica y económica para extraer aceite, dicha optimización conducirá al diseño de un proceso industrial. Los parámetros de diseño fundamentales se obtendrán a partir del estudio técnico a escala de laboratorio y de la evaluación técnica y económica en planta piloto. En este artículo se reportan los

resultados de la investigación desarrollada a nivel de laboratorio.

Las técnicas a escala de laboratorio evaluadas para la extracción de aceite fueron arrastre con vapor, hidrodestilación (Sáez y Pavas, 2000) y extracción con solventes (Martínez, 2003). Se usaron solventes polares-próticos (etanol y metanol) y apolares-apróticos (pentano, hexano y ciclohexano).

Los aceites esenciales son metabolitos secundarios, no indispensables para el desarrollo de las funciones vitales de la planta. Químicamente consisten en mezclas de pequeñas moléculas orgánicas del grupo de los terpenoides, cuya molécula unitaria con cinco átomos de carbono es el isopreno. Un aceite esencial suele poseer de diez a quince componentes principales y otros tantos muy escasos, o trazas. El número y tipo de componentes, así como sus proporciones, pueden experimentar importantes cambios dentro de una misma especie botánica, sea por razones ecológicas (luz, temperatura, altitud), agronómicas (época de siega, abonado) o puramente genéticas (quimiotipos o variedades químicas) (King y Catch Pole, 1993).

En esta investigación se realizó un estudio exploratorio de variables determinantes en el diseño de una planta piloto para extraer aceite esencial de cardamomo, usando tres técnicas de extracción. Resultados de este tipo no han sido reportados previamente, además, la literatura disponible no permite hacer una comparación entre las técnicas de extracción. En el método de arrastre con vapor se analizó el efecto del tamaño de partícula y la razón altura/diámetro del lecho; para la hidrodestilación se evaluó el tamaño de partícula y la razón semilla/agua; y en la extracción con solventes se analizó el tipo de solvente y el número de ciclos empleados en un extractor Soxhlet. Las variables respuesta medidas en este estudio fueron rendimiento (mL de aceite / g de semilla) y calidad del aceite (comparado con el comercial). Las variables antes mencionadas no han sido estudiadas aun.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

En la extracción con solventes se usaron solventes polares-próticos (etanol y metanol) y apolares-apróticos (pentano, hexano y ciclohexano), todos grado comercial. La semilla de cardamomo fue suministrada por la Cooperativa Agroindustrial del Suroeste Antioqueño - COOPAGRINSA.

La semilla de cardamomo se molió usando un molino de cuchillas, el cual también permitió retirar la cáscara. Las densidades aparente de la semilla es: sin moler, 1.20 g/mL, con tamaño entre 8 y 14 mallas (Serie Tyler), 0.68 g/mL, y con tamaño inferior a 14 mallas es 0.58 g/mL. En la Tabla 1 se presenta la distribución de tamaño de partícula; el contenido de cáscara, determinado por pelado manual, fue 32.70%, similar al obtenido con la molienda. En esta investigación se usaron un tamaño de partícula grueso (diámetro de partícula entre 8 y 14 mallas) y un tamaño fino (diámetro de partícula inferior a 14 mallas), para evaluar el efecto de esta variable en la extracción.

Tabla 1. Distribución de tamaño de partícula para la semilla de cardamomo

Table 1. Particle size distribution for cardamom seed.

Malla	Diámetro promedio de partícula (mm)	Fracción (%)	Material obtenido
-4+6	3.327	27.5	(cáscara)
-6+8	2.844	7.0	(cáscara y semilla)
-8+10	2.006	5.0	(semilla)
-10+14	1.409	13.3	(semilla)
-14+20	1.025	17.6	(semilla)
-20+35	0.650	19.6	(semilla)
-35+45	0.377	8.9	(semilla)
-45	0.323	1.1	(semilla)

2.2 Equipos y procedimientos

Las muestras de aceite se analizaron mediante cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masas y a un detector de

conductividad térmica, utilizando una columna DB-WAX, de 30 m de longitud y 0.32 μm de diámetro interno, y un espesor de película de 0.25 μm , utilizando helio como gas de arrastre. Se trabajó con una rampa de 2 min a 50°C, y con una rapidez de calentamiento de 4°C/min se subió hasta 250°C y se mantuvo por 8 min.

Para el *arrastre con vapor* se utilizó: a) un balón de 500 mL con manta de calentamiento, como generador de vapor, b) una cámara cilíndrica con aislamiento que contenía la semilla de cardamomo, c) un condensador, y d) una bureta recolectora de condensado. Para la extracción se procede a llenar la cámara de semilla hasta una determinada altura, luego se conecta al balón y al condensador; la salida del condensador se conecta a la bureta. Finalmente se enciende la manta y el flujo de vapor se hace pasar durante media hora a través del lecho de semillas; el vapor efluente con el aceite se condensa y se recoge en una bureta, y finalmente se separa del agua por decantación.

Para las pruebas de *hidrodestilación* se empleó: a) un balón de 500 mL, b) un condensador, y c) una bureta recolectora, los cuales se conectaron en serie. La semilla de cardamomo se carga en el balón junto con una cantidad determinada de agua y se lleva a ebullición; los vapores generados se hacen pasar por el condensador y se recogen en la bureta. Después de media hora se detiene el proceso, y el aceite se separa del agua por decantación.

En la *extracción con solventes* se dispuso: a) un baño de aceite térmico como medio de calentamiento, b) un balón de 500 mL, c) una cámara Soxhlet con crisol, y d) un condensador. En el crisol se coloca la semilla de cardamomo y en el balón el solvente. La temperatura del baño se controla en 20°C por encima de la temperatura de ebullición del solvente. Al final del experimento el solvente con el aceite se filtra y después se retira el solvente del aceite utilizando un sistema de rotoevaporación con vacío.

3 RESULTADOS

Los resultados se evaluaron considerando el rendimiento y la calidad del aceite comparado con un aceite comercial. El rendimiento se calcula como volumen de aceite recuperado dividido entre el peso de semilla utilizada.

Los experimentos fueron realizados por duplicado y los datos reportados corresponden al promedio de los valores en los cuales la diferencia fue inferior al 2.5% como máximo.

3.1 Arrastre con vapor

Se analizó el efecto del tamaño de partícula y de la relación altura/diámetro del lecho de semillas (H/D); se trabajó con dos tamaños de partícula: semillas entre 8 y 14 mallas y semillas de diámetro inferior a 14 mallas. Solo se evaluaron dos relaciones H/D para simplificar los experimentos teniendo en cuenta que relaciones muy altas requieren tiempos de experimentación muy largos. Los resultados se reportan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados obtenidos en arrastre con vapor

Table 2. Results for steam distillation				
Tamaño de partícula (mallas)	-8+14	-8+14	-14	-14
H/D*	1.5	2.0	1.5	2.0
Tiempo de extracción (h)	0.5	0.5	0.5	0.5
Agua en aceite (ppm)	N.D**	N.D	N.D	N.D
Rendimiento mL aceite/g semilla (% v/p)	4.66	4.00	5.08	4.20

* H/D: Relación altura/diámetro del lecho de semillas

** N.D: No detectable

3.2 Hidrodestilación

Se estudiaron relaciones de mezcla semilla/agua de 30g/300mL y 20g/300mL, y dos tamaños de partícula: semillas entre 8 y 14 mallas y semillas de diámetro inferior a 14 mallas. Solo se evaluaron dos relaciones de mezcla para simplificar los experimentos teniendo en cuenta que el aumento en la cantidad de agua aumenta también el tiempo de la etapa de rotoevaporación. Los resultados obtenidos aparecen en la Tabla 3.

Tabla 3. Resultados obtenidos con hidrodestilación

Table 3. Results for Hydrodistillation				
Tamaño de partícula (mallas)	-8+14	-8+14	-14	-14
Relación de mezcla g semilla/mL agua	1/10	1/15	1/10	1/15
Tiempo de extracción (h)	0.5	0.5	0.5	0.5
Agua en aceite (ppm)	N.D*	N.D	N.D	N.D
Rendimiento mL aceite/g semilla (% v/p)	2.83	2.75	4.66	4.25

N.D: No detectable

3.3 Extracción con solventes

Se evaluaron las siguientes variables: a) tipo de solvente (naturaleza química, polaridad y proticidad), y b) ciclos de extracción. La temperatura de extracción fue la correspondiente a la temperatura de ebullición de cada solvente (aproximada mente 646 mmHg en Medellín); todos los experimentos se llevaron a cabo con una relación semilla/solvente de 20g/150mL y un tamaño de partícula inferior a 14 mallas. Se usaron solventes polares-próticos (etanol y metanol), apolares-apróticos (hexano, ciclohexano y pentano).

Los solventes aromáticos y polares-apróticos no se evaluaron debido a que las cantidades remanentes que pueden quedar de éstos en el aceite presentan riesgo de toxicidad (Resolución 4241 de 1991 del Ministerio de Salud Pública, hoy Ministerio de Protección Social) cuando se usa como aditivo en alimentos. Solo se evaluaron dos valores de número de ciclos para simplificar los experimentos teniendo en cuenta que un número de ciclos muy alto extiende el tiempo de los experimentos y puede presentar bajos rendimientos por escape de solventes. Los resultados encontrados se presentan en la Tabla 4.

El aceite obtenido con esta técnica es de un color verde oliva, mientras que el aceite extraído por arrastre con vapor e hidrodestilación es transparente (al igual que la muestra comercial).

Las muestras extraídas con metanol y etanol contenían abundante material blanco y untuoso, aún sin identificar.

Tabla 4. Resultados obtenidos en extracción con solventes

Table 4. Results for extraction with solvents			
Solvente	Ciclos	Solvente residual en aceite (p.p.m)	Rendimiento mL aceite/g semilla (% v/p)
Hexano	10	11.82	6.02

Hexano	20	29.17	6.55
Ciclohexano	10	60.65	5.96
Ciclohexano	20	72.36	7.29
Pentano	10	1.41	6.17
Pentano	20	2.58	7.51

Tabla 5. Porcentaje de las sustancias identificadas en las muestras de aceite extraído

Table 5. Percentages of identified substances in extracted oil samples

Compuesto		6,6-dimetil-2-metileno- (1S)-biciclo [3.1.1] heptano [(-)-β-Pineno]		3,7-dimetil-1,6-Octadien-3-ol [Linalol]	1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimetil-, 2-aminobenzoato [Linalil antranilato]	3-ciclohexeno-1-metanol, β,β,4-trimetil-acetato [Terpinil acetato]
Muestra comercial	3.26	2.33	32.07	6.63	8.78	34.96
Arrastre con vapor	2.97	1.48	32.58	7.72	10.45	35.19
Hidrodestilación	2.87	1.51	32.57	7.46	9.86	34.126
Extracción con pentano	2.48	1.26	26.85	7.20	11.55	39.38
Extracción con hexano	2.50	1.33	28.07	7.19	11.46	39.36
Extracción con ciclohexano	2.40	1.34	26.61	7.14	11.76	39.74

En la Tabla 5 se muestra la composición del aceite extraído mediante las diferentes técnicas.

4 CONCLUSIONES

La extracción con arrastre con vapor sobre lechos de semilla es más efectiva cuando el lecho es de menor longitud, posiblemente porque no se da lugar a la condensación sobre las semillas, ya que este fenómeno crearía una película que impediría que el vapor entre en contacto con la matriz vegetal y arrastre el extracto. El efecto del tamaño de partícula tanto en arrastre con vapor como en hidrodestilación es evidente, presentándose lo esperado, que a menor tamaño de partícula mayor sea el rendimiento. Comparando los rendimientos encontrados para estas dos

técnicas se puede decir que el arrastre con vapor presenta más ventajas.

La extracción con arrastre con vapor sobre lechos de semilla es más efectiva cuando el lecho es de menor longitud, posiblemente porque no se da lugar a la condensación sobre las semillas, ya que este fenómeno crearía una película que impediría que el vapor entre en contacto con la matriz vegetal y arrastre el extracto. El efecto del tamaño de partícula tanto en arrastre con vapor como en hidrodestilación es evidente, presentándose lo esperado, que a menor tamaño de partícula mayor sea el rendimiento. Comparando los rendimientos encontrados para estas dos técnicas se puede decir que el arrastre con vapor presenta más ventajas.

Los mayores rendimientos se obtuvieron en la extracción con solventes (rendimientos superiores al 6%), pero esta técnica también extrae sustancias colorantes que restringen el uso del extracto como aditivo para alimentos. Adicionalmente los extractos obtenidos con hexano y ciclohexano presentan un contenido de solvente remanente superior a 12 p.p.m.; en este aspecto el pentano resulta ser mejor alternativa ya que la cantidad de solvente en el aceite no supera las 4 p.p.m. Los resultados encontrados con pentano son muy promisorios y novedosos, si se considera que éste será un nuevo subproducto de las refinerías una vez se implemente en el país el uso de alcohol carburante en la gasolina (gasohol), puesto que, para cumplir con el índice RVP el pentano deberá ser removido de la gasolina.

Los tres solventes evaluados, pentano, hexano y ciclohexano extraen prácticamente las mismas sustancias y en similares proporciones. El eucaliptol y el terpinil acetato, que son los componentes de mayor concentración en el aceite comercial de cardamomo, son igualmente extraídos por las técnicas evaluadas. Los componentes del cardamomo que le dan el color a los extractos de solventes no han sido identificados totalmente.

Tanto el contenido de solvente residual como la presencia de color son características a mejorar en el aceite obtenido para fines comestibles, no obstante, el aceite de cardamomo extraído con solventes encontraría aplicaciones en productos cosméticos y de perfumería.

Los resultados encontrados serán usados para diseñar una planta piloto para extraer aceite mediante arrastre con vapor para uso comestible, o con solventes para usos no comestibles. A partir de los resultados obtenidos en planta piloto se realizará un análisis de costo para determinar la factibilidad económica del proyecto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen los servicios de análisis cromatográfico prestados por el grupo de Energía, Universidad Nacional de Colombia – Medellín, y la financiación del Comité para el Desarrollo de la Investigación – Universidad de Antioquia.

REFERENCIAS

- [1] Agency for International Development, 2003.
- [2] www.usaid.org/ni/historiasententacuatro.htm.
- [3] Anuario estadístico del sector agropecuario año 2003, Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, Antioquia.
- [4] Center for the International Earth Science Information Network, Columbia University, 2004. www.ciesin.org.
- [5] King, M.B., Catch Pole, O., 1993, "Extraction of natural products using near-critical solvents". Eds. M.B. King and T.R. Bott. Blackie Academic Press, London.
- [6] González P., 1984. "Utilización Terapéutica de Nuestras Plantas Medicinales", Universidad de La Salle, Bogotá, Capítulo VI.
- [7] Martínez M.A., 2003, "Aceites Esenciales". Universidad de Antioquia, p.p. 1-34.
- [8] Sáez V.A. y Pavas, E.G., 2000, Revista Universidad EAFIT, abril-junio, p.p. 15-21.