

Extracción por fluidos supercríticos y microencapsulación por *spray dryer* del aceite esencial de cardamomo (*Elettaria cardamomum* L.), como alternativa de desarrollo para la industria de alimentos.

Trabajo de investigación presentado para optar por el título de Magíster en Innovación Alimentaria y Nutrición

María Eugenia Villada Ramírez

Asesora

Maritza Andrea Gil Garzón

Magíster en Ciencias Químicas

Corporación Universitaria Lasallista

Facultad de Ingenierías

Caldas Antioquia

2016

Dedicatoria

El logro de esta Investigación lo dedico de manera especial a DIOS, por su maravilloso e infinito amor y por ser la luz que me guía para alcanzar todas las metas que me propongo.

A mi Papá, quien a pesar de su larga enfermedad siempre está pendiente de saber qué estoy haciendo; a mi Mamá por ser un ser tan aguerrido, noble, valioso y ejemplo de mujer; a mis hermanos y hermanas, por sus consejos y orientaciones para lograr alcanzar el ser que soy; a mi esposo, por el amor sincero que me trasmite; a mis sobrinos por su ternura; a mi cuñado, por su apoyo incondicional; a Emilia Bernal, por ser esa segunda Mamá que siempre está ahí queriendo lo mejor para esta familia, de la cuál hago parte... a todos ustedes por el apoyo incondicional que siempre me han brindado y por los días de ausencia que les ha tocado vivir, y que a pesar de esto, siempre están ahí como pilar de todos mis ideales.

Agradecimientos

Los frutos de este trabajo de investigación fueron posibles gracias a los aportes de:

Las directivas de la Corporación Universitaria Lasallista: el Rector J. Eduardo Murillo Bocanegra, el doctor Luis Fernando Garcés Giraldo, la doctora Lucía Mercedes De la Torre Urán, José Alberto Montoya Cano, Vicerrector Administrativo, Julián Alberto Londoño Londoño, Director del grupo de investigación GRIAL del Programa de Ingeniería de los Alimentos, Claudio Jiménez Cartagena, Director del grupo de investigación GAMA del programa de Ingeniería Ambiental.

A mi equipo de trabajo del Centro de Laboratorios, demás empleados y docentes, que permitieron el desarrollo de esta investigación.

A la Magíster Maritza Andrea Gil Garzón, Asesora de mi trabajo de investigación, por sus valiosos aportes, entrega, dedicación, paciencia y por su gran profesionalismo para guiar el desarrollo de esta investigación.

Al Doctor Carlos Alberto Peláez Jaramillo, director del Grupo GIEM de la Universidad de Antioquia, a Catalina Arroyave Quiceno, docente Investigadora de este grupo y demás personas que conforman este equipo.

A María Isabel González Hurtado, del Centro de Investigación y Desarrollo Cárnico de Zenú.

Al MSc. Rodrigo Vargas Ortega, por sus valiosos aportes.

A Norbey de la Cruz Tobón Aroyave, su esposa Carmen Tulia Arroyave Vargas y a su hijo Emmanuel, por su apoyo incondicional.

A Leonidas de Jesús Millán Cardona, por su orientación en la parte estadística.

A todos los profesores de la Maestría en Innovación Alimentaria y Nutrición, por sus enseñanzas y orientaciones en el trabajo de investigación.

A los evaluadores que permitieron con sus sugerencias mejorar los resultados de este trabajo de Investigación.

Finalmente a todos mis familiares, amigos y compañeros que no he mencionado y que aportaron para el desarrollo de esta investigación.

Tabla de contenido

Introducción.....	20
Justificación.....	23
Planteamiento del problema.....	27
Objetivos	30
Objetivo general.....	30
Objetivos específicos	30
Marco teórico	31
Generalidades del cardamomo	31
Composición del cardamomo.....	33
Propiedades y aplicaciones del cardamomo.....	38
Obtención de aceite esencial de las semillas de cardamomo.....	39
Métodos convencionales de extracción de aceite esencial de cardamomo:	
<i>Extracción por arrastre con vapor:</i>	39
Métodos no convencionales de extracción de aceite esencial de cardamomo ...	41
Técnicas de cuantificación e identificación de compuestos	47
Cromatografía de gases (GC).....	48
Cromatografía de Gases-Espectrometría de Masas (GC-EM).....	48
Conservación de aceites esenciales.....	49
Análisis fisicoquímicos de los aceites esenciales	49
Ácidos grasos libres	50
Densidad.....	50

Índice de Refracción	51
Índice de peróxido.....	51
Índice de Saponificación	51
Índice de Yodo	51
Punto de Humo	52
Punto de Frío	52
Compuestos polares	52
Capacidad antioxidante.....	52
Determinación de color	53
Análisis sensorial	56
Norma Técnica Colombiana 3929 Metodología métodos de perfil de sabor y la 3932	
Metodología métodos de perfil de Textura.....	56
Secado por atomización o aspersion (spray-dryer).....	57
Análisis de la emulsión y de las microcápsulas de cardamomo.....	60
Potencial zeta.....	60
Tamaño de partícula	61
Solubilidad.....	62
Materiales y metodología	63
Materiales y Métodos	64
Preparación de las semillas de cardamomo	65
Caracterización de la semilla de cardamomo	65
Determinación de humedad	66
Determinación de Cenizas	66

Determinación de Extracto Etéreo	66
Determinación de Proteína	66
Determinación de Fibra	67
Determinación de Calorías.....	67
Caracterización microbiológica realizada en las semillas de cardamomo.....	67
Diseño Estadístico	67
Extracción del aceite esencial de cardamomo por FSC a escala de laboratorio.....	69
Extracción del aceite esencial de cardamomo por FSC a escala semi-industrial.	70
Identificación de los compuestos volátiles del aceite esencial de cardamomo por cromatografía gaseosa GC.	71
Identificación semicuantitativa de compuestos por cromatografía de gases acoplada a masas (CG-EM)	71
Caracterización fisicoquímica aceite esencial de cardamomo	72
Análisis ORAC	72
Potencial Z:	74
Microencapsulación del aceite de cardamomo.	74
Caracterización del aceite de cardamomo microencapsulado	75
Tamaño de partícula Microscopia de Barrido Electrónico-MEB	75
Distribución del tamaño de partícula	75
Solubilidad.....	76
Eficiencia de Microencapsulación	76
Análisis sensorial	77
Resultados y discusión.....	78

Obtención de la materia prima (semilla).....	78
Semilla de cardamomo utilizada para la extracción de aceite esencial	78
Caracterización de la semilla de cardamomo	79
Extracción del aceite de cardamomo	81
Extracción del aceite esencial de la semilla de cardamomo por fluidos supercríticos a escala de laboratorio.....	81
Extracción de aceite de cardamomo por fluidos supercríticos a escala semi- industrial.....	87
Caracterización de los componentes del aceite esencial de cardamomo extraído por FSC a nivel semi-industrial	90
Evaluación de color al aceite de cardamomo.....	94
Estabilidad de la emulsión	95
Caracterización de las microcápsulas.....	96
Eficiencia de la microencapsulación	96
Tamaño de partícula	97
Solubilidad.....	99
Caracterización sensorial del aceite de cardamomo y de las microcápsulas.....	99
Conclusiones.....	102
Referencias	104
Ministerio de Salud de Colombia-Minsalud. (1991). Resolución 4241 de abril de 1991. Por la cual se definen las características de las especias o condimentos vegetales y se dictan normas sanitarias y de calidad de estos productos y de sus mezclas. Bogotá: Minsalud.	¡Error! Marcador no definido.

Apéndices	111
-----------------	-----

Lista de tablas

Tabla 1. Importaciones estimadas en dólares realizadas por Colombia de aceites esenciales, resinoides, oleorresinas, destilados y concentrados acuosos de aceites esenciales entre 2010 y 2015.	23
Tabla 2. Jerarquía Taxonómica.....	31
Tabla 3. Características de algunos de los principales componentes de la fracción volátil del cardamomo	35
Tabla 4. Propiedades críticas de fluidos de interés en procesos supercríticos	44
Tabla 5. Valores de densidad, difusividad y viscosidad de los gases, FSC y líquidos ..	45
Tabla 6. Actividades y resultados relacionados a cada objetivo específico	63
Tabla 7. Factores y niveles evaluados para el diseño central compuesto.....	68
Tabla 8. Información de la finca La Fortuna proveedora de las semillas de cardamomo	78
Tabla 9. Análisis de granulometría la de semilla de cardamomo	79
Tabla 10. Caracterización bromatológica y microbiológica de la semilla de cardamomo	80
Tabla 11. Rendimiento del aceite de cardamomo y concentración de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo, obtenidos por FSC a escala laboratorio.....	82
Tabla 12. Análisis de varianza para el Rendimiento	84
Tabla 13. Resultado del Diseño estadístico para escalar la extracción por fluidos supercríticos a nivel semi-industrial.....	86
Tabla 14. Resultados estimados para rendimiento (%).....	87

Tabla 15. Perfil semi-cuantitativo del extracto obtenido por GC-EM	89
Tabla 16. Caracterización del extracto de cardamomo extraído por FSC a escala semi-industrial.....	93
Tabla 17. Potencial Z de la emulsión del extracto de cardamomo	96
Tabla 18. Solubilidad Microcápsulas de Cardamomo	99

Lista de gráficos

Gráfico 1. Diagrama de Fases	43
Gráfico 2. Esquema fluidos supercríticos equipo semi industrial.....	47
Gráfico 3. Diagrama de color CIELAB.....	55
Gráfico 4. Diámetro de partícula de la semilla de cardamomo.....	79
Gráfico 5. Perfil cromatográfico del extracto obtenido a escala de laboratorio.....	82
Gráfico 6. Resultado del diseño estadístico para escalar la extracción por fluidos supercríticos a nivel semi-industrial.....	86
Gráfico 7. Perfil cromatográfico del extracto obtenido a escala semi-industrial	88
Gráfico 8. Color del aceite de cardamomo	95

Lista de Ecuaciones

Ecuación 1. Modelo del diseño central compuesto	68
Ecuación 2. Determinación de capacidad antioxidante	73
Ecuación 3. Determinación de color.....	73
Ecuación 4. Determinación de solubilidad.....	76
Ecuación 5. Análisis estadístico	85

Lista de Apéndices

Apéndice A. Ficha técnica semilla de cardamomo.....	111
Apéndice B. Ficha técnica aceite de cardamomo.	112
Apéndice C. Ficha técnica microcápsulas de cardamomo	114
Apéndice D. Ficha general del Cardamomo.....	116

Resumen

El Cardamomo es un cultivo promisorio en Colombia dadas las condiciones agronómicas que posee, especialmente en el Suroeste antioqueño, a la demanda debido a sus propiedades atribuidas al mejoramiento de la salud y a la tendencia de su uso en el área gastronómica, pero con la necesidad de avanzar en el desarrollo tecnológico para la obtención de su principal derivado, que es el aceite esencial, por medio de la extracción con tecnologías limpias como fluidos supercríticos y la búsqueda de alternativas que conlleven al aumento de la solubilidad y preservación de los compuestos responsables del aroma, como la microencapsulación por secado por aspersion.

Dados los requerimientos actuales en el Mercado por alimentos naturales, obtenidos utilizando tecnologías limpias, la extracción por fluidos supercríticos se ha convertido en una buena alternativa para eliminar el uso de solventes tóxicos y obtener productos con especificaciones comerciales importantes para la industria. Así mismo, la microencapsulación por secado por aspersion complementa el valor agregado alcanzado durante la extracción, específicamente al aceite esencial de cardamomo, prolongando la estabilidad de sus componentes aromáticos y solubilidad.

Por lo anterior, el objetivo de este trabajo de investigación fue encontrar las mejores condiciones para la obtención del aceite esencial de cardamomo, extraído por FSC (Fluidos Supercríticos) a escala semi-industrial, con rendimientos iguales o superiores a los métodos convencionales, pero con calidad sensorial y técnica, competitiva para los mercados internacionales, así como la producción de

microcápsulas de aceite que permitan incrementar la solubilidad, sin afectar las características sensoriales como aroma y sabor.

Las semillas de cardamomo fueron obtenidas en el municipio de Tarso-Antioquia (Colombia), se acondicionaron para ser extraídas por FSC a escala de laboratorio a 200 y 400 bar y a 50 y 60 °C con tres replicas al centro a 300 bar y 55 °C, de acuerdo a un diseño central compuesto, la obtención de las mejores condiciones se basaron en el análisis por superficie de respuesta de acuerdo al rendimiento (%) y el contenido de 1,8-cineol y del acetato de α -terpenilo.

Las condiciones finales (50°C, 400 bar) se escalaron a un extractor semi-industrial hasta obtener un aceite esencial con un rendimiento de 8.54 ± 1.09 % y una identificación semicuantitativa de 27 compuestos por cromatografía de gases acoplada a masas (CG-EM), en la que se destacó una concentración de 1,8-cineol (28.37 ± 1.80 %p/p) y acetato de α -terpenilo (32.93 ± 1.24 %p/p), analizados por cromatografía gaseosa con detector de ionización de llama GC-FID.

La caracterización complementaria del aceite esencial se encaminó al perfil sensorial y pruebas fisicoquímicas, con un resultado de atributos balanceados (herbal: 3.0, menta: 2.6, floral: 2.4 y cítrico: 2.3) e índice de color entre (+2 y +20).

El aceite esencial fue microencapsulado por *spray-dryer* con una mezcla de goma arábica, maltodextrina y almidón modificado; se obtuvieron microcápsulas con un tamaño de partícula entre 12,2 y 25,78 μm y una distribución de la misma en solución acuosa de d_{50} : 13,18 μm , lo que permitió el aumento de la solubilidad del aceite esencial en una matriz polar a temperatura ambiente, posibilitando la ampliación del uso como aditivo en alimentos.

Palabras clave: *Elettaria cardamomum* L, Fluidos supercríticos, microencapsulación, secado por aspersión, 1,8-cineol, acetato de α -terpenilo.

Abstract

Cardamom is a promising crop in Colombia because of its agronomic conditions, especially in the southwest region of Antioquia. The importance of a technological development to improve the production of this crop lies in the import volumes from its main derivative: essential oil, its functional properties are attributed to the health improvement and a tendency to use it in the gastronomic area, that is becoming important in the incursion of intense flavors such as those aromatic compounds produced by cardamom.

Given the current market requirements to achieve natural raw materials using clean technology, supercritical fluid extraction has become an alternative to eliminate the use of toxic solvents and obtain arrays with very specific characteristics of commercial interest. Likewise microencapsulation by spray drying complements the added value that can be given to it, specifically to the cardamom oil, prolonging the stability of its aromatic compounds and solubility.

Due to the above, the objective of this research was to find the best conditions to obtaining cardamom essential oil, extracted by Supercritical Fluid in a semi-industrial scale, with an equal or higher performance as conventional methods, but with sensory and technical quality, competitive to international markets, as well as production of microcapsules of oil that allow increasing the solubility, without affecting the sensory characteristics such as aroma and flavor.

Cardamom seeds were obtained in the municipality of Tarso–Antioquia and were conditioned to be introduced at the SCF laboratory scale to 200 and 400 bar and 50 to

60 ° C with three core repetitions to 300 bar and 55 ° C, according to the central composite design and optimization of results by response surface according to efficiency (%) and content of 1,8-cineole and ethyl α -terphenyl.

The final conditions (50 ° C, 400 bar) were scaled to a semi-industrial extractor to obtain the essential oil, with a performance of 8.54 ± 1.09 % and a concentration of 1,8-cineole (28.37 ± 1.80 % w / w) and ethyl α -Terpenyl (32.93 ± 1.24 % w/w), determined by GC-FID.

Complementary characterization of the extracted oil headed to sensorial profile and physicochemical tests, with a balanced attributes score (herbal 3.0, mint 2.6, floral 2.4 and citric 2.3) and color index between (+2 to +20).

The essential oil was microencapsulated by spray drying with a mixture of arabic gum, modified starch and maltodextrin. Microcapsules were obtained with a particle size between 12.2 and 25.78 μm and a distribution of itself in aqueous solution 13, 18 μm , allowing and increased essential oil solubility in a polar array at room temperature enabling its expanded use as a feed additive.

Key words: *Elettaria Cardamomum* L, Supercritical Fluid, microencapsulation, spray drying, 1,8-cineole, α -terpenyl acetate.

Introducción

El cultivo de cardamomo desempeña un papel vital en la economía agrícola de países desarrollados y en vía de desarrollo, en la actualidad es producido principalmente por Guatemala, país al que se le atribuye el dominio en el precio a nivel mundial por su capacidad productiva.

Países como Arabia Saudita, India, Singapur y Paquistán, concentran hasta el 73 % de las importaciones mundiales de cardamomo y en menores proporciones la demanda corresponde a China, países europeos (Alemania, Francia y Reino Unido) y EEUU, entre otros (Lucchesie, Smadja, Bradshaw, Louw, & Chemat, 2007a, 1079; Nair, 2006, 182; Olenikova y Rokhin, 2011, 182; Sangakkara, 1995, 51).

El crecimiento en la demanda ha llamado la atención desde hace algunas décadas por parte de otros países diferentes a Guatemala, como es el caso de Colombia, Costa Rica y Ecuador, que por poseer condiciones agronómicas similares y experiencia en el manejo técnico de cultivos homólogos como el café, razón por la cual se han planteado proyectos para aumentar la producción del cardamomo, estrategia que ha ubicado a Colombia entre los seis mayores productores mundiales (Guardiola y Bernal, 2009a, 28).

El cardamomo es una de las principales especias que se consume a nivel mundial y es utilizado en forma de polvo molido, pero el uso de otras formas, tales como su aceite esencial u oleorresina debido a su facilidad de aplicación se emplea en confitería, panadería, té, café, productos lácteos, también es usado en la industria farmacéutica y cosmética (Najafi, Rassoul & Mortazavi, 2010, 69; Sengottuvelu, 2011).

Los compuestos volátiles responsables del aroma y sabor del cardamomo hacen parte de una mezcla de aceites volátiles como: el *acetato de α -terpenilo*, el *1,8 cineol*, el *limoneno*, el *sabineno* y el *pineno*, entre otros, composiciones que constituyen una de las características distintivas del cardamomo en cada país productor, ya que el perfil sensorial dependerá de la variedad, condiciones agroclimáticas, manejo del cultivo y la tecnología de extracción para el aceite. Este factor diferenciador permite el direccionamiento del producto a los grandes consumidores con preferencias definidas (Huang, Lam & Ho, 2000, 108; Huang, Yen, Sheu, Lin & Chau, 2007, 602).

Dos alternativas que favorecen una sinergia para proveer al aceite esencial de cardamomo con un perfil diferenciador son la extracción por Fluidos Supercríticos (FSC) y la microencapsulación por *spray dryer* (Cabrera, 2014, 42; Najafi et al., 2010, 68).

La obtención de aceite esencial de cardamomo por fluidos supercríticos ha sido una alternativa propuesta bajo diferentes condiciones de operación, que han ido evolucionando desde 1988 hasta 2008 (Marongiu, Piras & Porcedda, 2004, 6278). En el último estudio reportado por Hamdan y otros (2008) se publicaron los resultados a diferentes presiones (8 y 10 MPa) y temperaturas (25°C y 35°C) usando solventes como (CO₂ supercrítico y propano sub-crítico) y etanol como co-solvente, estas variables de estudio alcanzaron una extracción selectiva de compuestos volátiles: pigmentos (clorofila y α -caroteno), así como algunos ácidos grasos; a la fecha no hay reporte de estudios a escalas superiores que sirvan como referencia para realizar una transferencia tecnológica para la industria (Hamdan, Daood, Toth-Markus & Illés, 2007, 25).

La microencapsulación de aceite esencial de cardamomo, es otra alternativa de uso, ya que el principal uso que se la ha dado al cardamomo es como aditivo; por lo que es necesaria la protección de los componentes volátiles que posee, para conservar los atributos de calidad por más tiempo y mejorar su solubilidad cuando se adicione en diferentes matrices con características polares, que sería no viable si se adicionara directamente. Existen estudios previos reportados acerca de la microencapsulación del aceite esencial de cardamomo, en los que la variable de estudio en ambos trabajos fue el material encapsulante en diferentes proporciones, obteniendo en el último estudio un tiempo de vida media de 223,54 semanas con una mezcla de goma arábica, almidón modificado y maltodextrina en una proporción de (4/6, 1/6, 1/6), respectivamente (Beristain, Garcia, & Vernon-Carter, 2001, 16; Krishnan et al., 2005, 95-96; Najafi, Rassoul & Mortazavi, 2011, 68).

Por lo anterior, este trabajo tiene como objetivo encontrar las mejores condiciones para la obtención del aceite esencial de cardamomo, extraído por FSC a escala semi-industrial, con rendimientos iguales o superiores a técnicas tradicionales, pero con calidad sensorial competitiva para los mercados nacionales e internacionales, así como la producción de microcápsulas de cardamomo que permitan conservar el perfil sensorial y el aumento de la solubilidad, sin afectar la capacidad de aroma y sabor.

Justificación

Según las estadísticas del Comité de Comercio Exterior (Comex, 2015), Colombia es un país que se caracteriza por sus altos volúmenes de importaciones de aceites esenciales, resinoides, oleorresinas, entre otros, como se describe en la Tabla 1, destinados principalmente para la industria cosmética, farmacéutica y alimentaria, a pesar de tener una amplia biodiversidad y un potencial de capacidad productiva en el sector agrícola.

Tabla 1. Importaciones estimadas en dólares realizadas por Colombia de aceites esenciales, resinoides, oleorresinas, destilados y concentrados acuosos de aceites esenciales entre 2010 y 2015.

Fecha/ País Exportador	2010	2011	2012	2013	2014	2015
Estados Unidos	3.227.690	3.169.046	3.660.126	3.632.736	3.539.091	2.413.718
Brasil	1.116.519	1.540.500	2.037.829	1.558.421	1.532.917	1.953.799
India	555.623	852.832	1.410.060	983.891	1.136.347	1.160.496
España	483.140	738.781	701.615	761.063	892.345	1.024.784
Alemania	529.740	626.807	588.748	697.934	876.156	805.748
Belice	1.133.723	1.106.009	401.782	83.031	474.755	516.175
Reino Unido	698.414	750.099	449.668	313.354	337.792	280.207
China	363.503	528.837	417.396	332.134	524.179	423.922
Francia	307.451	424.722	421.837	373.710	403.943	577.117
Suiza	514.076	562.683	273.764	225.380	206.452	50.006
Otros	1.004.523	1.470.128	848.497	723.934	1.301.588	1.356.802
TOTAL	9.934.402	11.770.445	11.211.321	9.685.589	11.225.565	10.562.774

Fuente: <http://trade.nosis.com/es/Comex/Importacion-Exportacion/Colombia/aceites-esenciales-aceites-esenciales-desterpenados-o-no-incluidos-los-concretos-o-absolutos-resino/CO/330>, marzo 12 de 2016.

Ante esta situación, se han venido creando diversos apoyos por parte del Gobierno para contrarrestar esta demanda con el apoyo de nuevos cultivos y renovación de los existentes, lo que se ve reflejado en una ligera disminución de importaciones desde el 2012, a la vez que se ha incentivado sus exportaciones, las cuales alcanzaron USD 68.388 en 2015 equivalentes a 44,5 % más que en 2010 (Comex, 2015).

Con la generación de cultivos promisorios, como el cardamomo, Colombia busca conquistar nuevos mercados tanto nacionales como internacionales y competir con estándares de calidad frente a la producción de los principales oferentes mundiales, como Guatemala, país con el cual se comparten similitudes en las características de sus extensiones agrícolas productivas.

La Fundación El Cinco desde esta década inició un proceso de identificación de las capacidades productivas en el Suroeste antioqueño y evidencia el potencial de los municipios de Jericó, Pueblo Rico y Tarso para la producción de cardamomo, debido a que se tiene el cultivo en varias zonas y sus condiciones agronómicas son óptimas por su clima y altura, además se cuenta con una experticia en el cultivo de café, análogo del cardamomo, pero que tiene un valor comercial superior y es superado por su aceite debido a sus propiedades aromatizantes y funcionales, que la caracteriza a nivel mundial como la Reina de las Especies.

Por lo anterior, la Fundación El Cinco en alianza con la Corporación Universitaria Lasallista inició un proyecto de investigación en el cual se busca alternativas de transformación de la semilla de cardamomo.

La primera opción tecnológica competitiva de extracción de aceite esencial de cardamomo es por fluidos supercríticos que en los últimos años ha tenido una mayor acogida a nivel mundial; ya que se pueden obtener extractos vegetales libres de solventes tóxicos, lo cual contribuye con el cuidado del medio ambiente, además permite obtener un aceite diferenciado en términos de la obtención de la fracción responsable del aroma y sabor, por la capacidad cambiante que tiene en términos de extraer compuestos de diferente polaridad de acuerdo a los cambios de las condiciones de operación (presión y temperatura).

La otra opción que complementa la extracción, es la microencapsulación del aceite esencial, si bien la aplicación directa es la más usada, la estabilidad de sus componentes responsables del aroma son inestables en su mayoría, lo que implica que sea necesario el desarrollo de métodos que permitan conservar por más tiempo la calidad aromática y de sabor para disminuir el tiempo de oxidación, una alternativa es la protección mediante el secado por aspersion con uso de vehículos (gomas, almidones, entre otros) que permitan el recubrimiento de los compuestos aromáticos del aceite esencial de cardamomo durante su almacenamiento, pero con una liberación efectiva en diferentes matrices, incluyendo aquellas polares a las que se tendría acceso restringido por problemas de solubilidad si se aplica el aceite.

Tanto la extracción por fluidos supercríticos del aceite esencial de cardamomo y la microencapsulación son alternativas de desarrollo tecnológico, ya que actualmente el 93 % de aceites esenciales se extrae por arrastre de vapor, y el 7 % por hidrodestilación y extracción con solventes, así mismo al complementarla con la técnica

de microencapsulación permite extender la vida útil del producto, al mejorar la estabilidad.

Planteamiento del problema

En el ámbito mundial, la preocupación por encontrar nuevas fuentes de aditivos de origen natural ha tomado gran fuerza entre la comunidad científica y sobre todo en el sector de alimentos, en donde la tendencia del consumidor es hacia una alimentación saludable. Razón por la cual, los países de tradición agrícola han enfatizado sus esfuerzos en identificar las fortalezas por regiones para la producción de materiales vegetales que puedan convertirse en una fuente segura que cubra la demanda, no solo de productos de consumo directo, sino también como una opción que permita la transformación de estos en ingredientes bioactivos o aditivos de forma tal que puedan reemplazar las ofertas de productos sintéticos que representan un riesgo para la salud.

Colombia ha incursionado en la búsqueda de materiales vegetales que puedan ser sometidos a procesos competitivos a nivel nacional e internacional, ya sea a partir de los productos agrícolas de gran trayectoria o de aquellos no tradicionales con el fin de impulsarlos por su proyección, como la curuba, gulapa, cúrcuma, entre otros (Gil, Restrepo, Millán, Alzate, & Rojano, 2014). De igual forma, la necesidad de fortalecer la producción agrícola va encaminada a suplir las importaciones de vegetales o sus subproductos que pueden ser obtenidos en el país, ejemplo de ello son los aceites esenciales y oleorresinas, en los cuales se ha avanzado en la obtención de oleorresina de paprika y ajo (Gil, Tamayo, Sanchez-Camargo, & Cardona, 2011; Gil, Londono, Hurtado, Millan & Sanabria, 2013).

A pesar de los avances mencionados, aún falta incentivar la producción de cultivos no tradicionales y la adquisición de tecnologías para la obtención de productos de buena calidad, para poder ser competitivos a nivel internacional, la extracción por fluidos supercríticos podría ser una alternativa para generar productos de buena calidad.

La Fundación El Cinco propuso a inicios de esta década la reorganización de regiones que propendan por la especialización de acuerdo a sus fortalezas, de allí que haya identificado la capacidad productiva en el suroeste de Antioquia para el cultivo de cardamomo, el cual tiene una demanda importante y su valor comercial es superior a otros cultivos de la zona. Sin embargo, se podría generar mejor costo al producto, si se comercializa no solo en semilla, molido, si no en aceite y otros, que aún no cobran auge entre los productores por desconocimiento de que se podría hacer con el producto para aumentar su posibilidad de aplicación con calidad e inocuidad, como la microencapsulación por *spray-dryer* para conservar su aroma y sabor y la solubilidad de este, lo cual podría permitir aumentar el potencial de obtener un producto diferenciado que responda al vasto mercado mundial.

Aunque los productos del cardamomo obtenido por fluidos supercríticos representan un costo mayor comparado con los métodos tradicionales como la hidrodestilación o arrastre por vapor, las grandes ferias de aditivos para alimentos concentran su oferta en el aceite esenciales obtenidos por FSC, ya que permiten a partir de un material vegetal con un perfil sensorial que puede ir diferenciado por las condiciones agronómicas, aumentar este factor con la variación de condiciones del proceso que permite obtener una fracción volátil responsable del aroma y sabor del

cardamomo agradable por sus componentes que harán que el producto final tenga unos atributos únicos, demandados por los usuarios del sector alimentario. De igual forma, es importante destacar que el uso de dióxido de carbono permite asegurar la obtención de un aceite esencial libre de residuos tóxicos, lo que responde a la necesidad de aditivos o ingredientes saludables y seguros.

Pese a esta preferencia por aditivos naturales, éstos aún presentan algunas desventajas comparados con los sintéticos, como: la baja estabilidad de los compuestos volátiles y la fracción fija de aceite y la solubilidad que dificultan la aplicación en algunos alimentos a los que se les quiere dar un sabor diferente. Es por esto que en los últimos años se ha vuelto común el uso de sustancias encapsuladas para incorporar en productos, que requieren estabilidad a la luz, la temperatura, el pH y una alta compatibilidad con otros componentes de las formulaciones.

Por lo tanto, este proyecto trata de dar respuesta, en parte, a algunas de las necesidades expuestas para el desarrollo del sector agrario y de alimentos del país, se plantea este interrogante: ¿Es la extracción por fluidos supercríticos y la microencapsulación por *spray dryer* alternativas de desarrollo tecnológico para la obtención del aceite esencial de cardamomo y microcápsulas?

Objetivos

Objetivo general

Extraer el aceite esencial del cardamomo (*Elettaria cardamomum* L.) mediante la tecnología de fluidos supercríticos y microencapsulación por *spray dryer*, como alternativa de desarrollo para la industria de alimentos.

Objetivos específicos

- Evaluar la composición químico proximal y microbiológica de la semilla de cardamomo. (*Elettaria cardamomum* L.).
- Extraer el aceite esencial de cardamomo por fluidos supercríticos a escala semi-industrial a partir de las mejores condiciones encontradas a nivel de laboratorio.
- Microencapsular el aceite esencial de cardamomo por medio de secado por aspersion, bajo condiciones establecidas en estudios previos, y evaluar la eficiencia, el perfil sensorial y la solubilidad.

Marco teórico

Generalidades del cardamomo

El cardamomo (*Elettaria cardamomum* L.) es una planta aromática y medicinal, conocida como la “Reina de las especias” (Lucchesie, Smadja, Bradshaw, Louw & Willem, 2007b, 1079). Es distinguida en todo el mundo oriental como una de las especies más saludable y se ha utilizado con fines medicinales por decenas de miles de años.

En la tabla 2 se muestra la clasificación taxonómica de El cardamomo (*Elettaria cardamomum* L.).

Tabla 2. Jerarquía Taxonómica

Jerarquía	Descripción
Reino	<i>Plantae</i>
Subreino	<i>Tracheobionta – Planta vascular</i>
División	<i>Magnoliophyta – Angiosperma</i>
Subdivisión	<i>Spermatophyta-Plantas con semillas</i>
Clase	<i>Liliopsida – Monocotiledóneas</i>
Subclase	<i>Commelinidae</i>
Orden	<i>Zigiberales</i>
Familia	<i>Zingiberaceae</i>
Género	<i>Elettaria</i>
Especie	<i>E. Cardamomum</i>

Fuente: online.com/cardamomo_planta.htm, abril 17 de 2014.

La 2,4-dihidroxi-6-metoxichalcona fue aislado por primera vez de las semillas del *Amomo subulatum* y posteriormente de otras plantas pertenecientes a la familia Zingiberaceae (Carvalho, Gonçalves, Valente, Rodrigues, & Barros, 2011, 397).

El cultivo de cardamomo se caracteriza por ser una planta herbácea perenne que se cultiva en alturas entre 600 y 2000 metros sobre el nivel del mar, la cual se propaga por rizomas y tarda entre tres y cuatro años en comenzar a producir vainas de color verde y amarillo, estas contienen semillas negras pequeñas en su interior de las que se puede obtener un extracto con gran cantidad de componentes aromáticos.

Los frutos son recogidos antes de su maduración y su calidad está determinada por la predominancia del color verde de la vaina, y el tamaño grande y uniforme. El proceso de polinización del fruto es la etapa predominante para garantizar el mejor rendimiento, calidad y sostenibilidad del cultivo (Kishore et al., 2011, 735; Sangakkara, 1995, 51).

Los primeros informes sobre el cultivo de cardamomo datan del año IV A.C y es oriundo de las selvas tropicales de la India Meridional, pero se cultiva también en Nepal, Tailandia y Latinoamérica. Actualmente Guatemala es el mayor productor seguido, por la India (Guardiola & Bernal, 2009, 28).

El auge del cardamomo en Guatemala inicia en 1970, época de Bangladesh, principal productor de especies de cardamomo en el mundo, sufre grandes inundaciones que destruyen sus plantaciones. En 1978 el cardamomo comienza a ocupar el tercer lugar en las exportaciones del país, después del café y del algodón, y antes del plátano y el banano. Actualmente, Guatemala produce entre 18000 y 20000 toneladas, lo que representa aproximadamente el 67 % de la producción mundial (De Suremain, 1993, 159).

En los últimos años, el cultivo de cardamomo ha tomado gran importancia en Colombia, convirtiéndose en una alternativa laboral y económica en áreas rurales, en

generador de divisas y potencial de diversificación agrícola en zonas cafeteras. El mejoramiento genético del cultivo se ha realizado con semillas de diferentes departamentos y proveniente de Costa Rica. Las investigaciones con este material vegetal empleado en las últimas décadas, han tomado gran importancia debido a su alta productividad comparada con otros países y con las cifras promedio nacionales, los materiales mejorados tienen un promedio de producción entre ellos de 5.4 kg (secos)/planta por año, frente a los comunes que producen 1.2 kg (secos)/planta por año.

Composición del cardamomo

La semilla seca de cardamomo está compuesta por aceites volátiles, aceite grasos, pigmentos (clorofila, β -caroteno, feofitina), celulosa, lignanos, flavonoides, glucósidos esteroideos, cumarinas, estilbenos, compuestos fenólicos, almidón, silica, oxalato de calcio y minerales (Mukhopadhyay, 2000b; Purseglove, Brown, Green, & Robbins, 1981).

Los principales componente de la semilla son el almidón (50 %) y fibra cruda, pero su fracción volátil es la responsable del aroma y sabor la cual depende de la variedad, las condiciones agronómicas, poscosecha, secado y tiempo de almacenamiento (Purseglove et al., 1981; Gochev et al., 2012, 135).

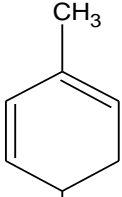
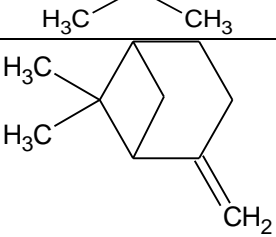
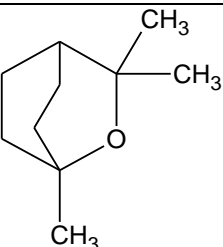
La fracción volátil del cardamomo puede ser obtenida, por arrastre por vapor, destilación seca (prensado) o por métodos mecánicas sin calentamiento, siendo la primera la más empleada para el cardamomo (Asbahani et al., 2015, 221-222; Torrenegra, 2014, 18). Por otra parte, la extracción con solventes es conocida como oleorresina de cardamomo, la cual posee entre 52 % y 58 % de la fracción volátil en

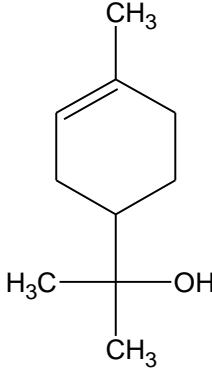
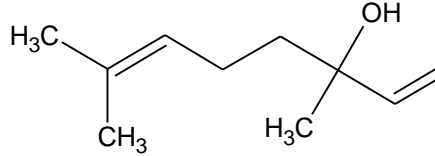
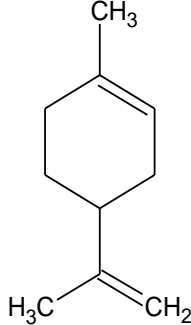
mezcla con otros compuestos saponificables de mayor peso molecular (Purseglove et al., 1981).

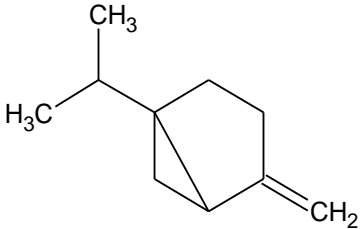
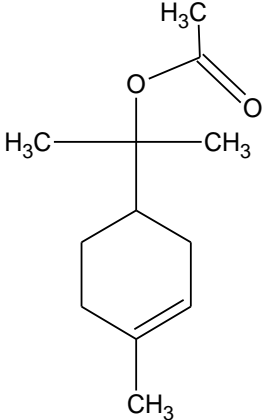
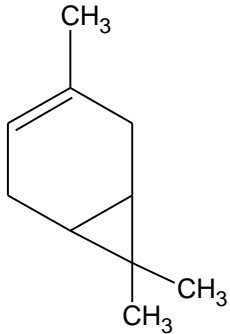
La fracción volátil se caracteriza por compuestos alifáticos de bajo peso molecular (alcano, alcoholes, aldehídos, ésteres y ácidos) y un alto contenido de monoterpenos, triterpenoides y sesquiterpenoides. Los dos compuestos mayoritarios son el 1,8 cineol Eucaliptol característico por su aroma alcanforado y el acetato de α -terpenilo reconocido por su perfil herbáceo y picante dulce. Otros compuestos presentes han sido reportados como el α -felandreno, α -pineno, α -terpineol, acetato de linalilo, acetato de nerilo, β -felandreno, β -pineno, borneol, cineol (eucaliptol), farnesol, geraniol, isosafrol, limoneno, linalool, linalil antralino, mirceno, nerol, nerolidol, sabineno, 3-careno, entre otros. El aroma base es producida por una combinación de los componentes principales *1,8 cineol* y *α -terpenilo* (Gil & Sáez, 2000, 21; Rios, Lopra & Caicedo, 2006, 47).

En la tabla 3 se relacionan las características de algunos de los principales componentes de la fracción volátil del cardamomo.

Tabla 3. Características de algunos de los principales componentes de la fracción volátil del cardamomo

Componentes	Nombre Químico	Fórmula Química	Estructura	Características
β -felandreno	α :2-Methyl-5-(1-methylethyl)-1,3-cyclohexadiene o α : 3-Methylene-6-(1-methylethyl) cyclohexen	$C_{10}H_{16}$		Se utilizan en fragancias por su agradable aroma. El olor descrito como picante-menta y ligeramente cítrico; son insolubles en agua, pero miscibles en éter
β -pineno	6,6-Dimetil -2- Metilen-Biciclo- 3,1,1,- Heptano – sinónimos L- α - Pineno; Nopineno; Pseudopineno; 2-pineno	$C_{10}H_{16}$		Pertenece a la familia de los terpenos. Posee propiedades carminativas, estomacales, estimulantes, aromáticas, antisépticas y es eficaz contra microorganismos patógenos; a diferentes concentraciones se puede inhibir el crecimiento de bacterias, de <i>Pseudomonas auroginosa</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Staphilococcus aureus</i> y <i>Candida albicans</i> . Intermedio quirral usado en la síntesis de productos naturales, tales como 1- <i>grandisol</i> y <i>robustadial</i> .
1,8-cineol (eucaliptol)	1,3,3- trimetil- 2- oxabicyclo [2.2.2] octano, 1,8-cineol, 1,8-epoxi p -menthane, Eucaliptol	$C_{10}H_{18}O$		Pertenece a la familia de los terpenos, está compuesto de pequeñas cantidades de aldehídos aromáticos volátiles, terpenos, sesquiterpenos, alcoholes y fenoles, tiene propiedades antisépticas de las vías respiratorias (descongestionante y espectorante) y urinarias. Actúa para aliviar la fiebre, es balsámico, afecciones musco esqueléticas y estimulante, se usa para dar aroma, no apto para uso farmacéutico.

Componentes	Nombre Químico	Fórmula Química	Estructura	Características
□-Terpineol	4-Trimethyl-3-cyclohexene-1-methanol	$C_{10}H_{18}O$		Tiene un olor agradable y es un ingrediente común en perfumes, cosméticos, y sabores. α -terpineol es uno de los dos más abundantes aromas constituyentes del té; se origina en el humo de pino. Aroma adecuado para ser usado en alimentos
Linalool	3,7-Dimethyl-1,6-octadien-3-ol	$C_{10}H_{17}O$		Se utiliza en la síntesis de la vitamina E, en alimentos procesados, bebidas, perfumes, cosméticos, jabones, detergentes y ceras para buenas propiedades aromáticas. Se utiliza para el control de plagas de alimentos almacenados. Sustancia indicador adecuado para el sabor de lúpulo en la cerveza, aumenta la estabilidad de envejecimiento, minimiza la evaporación de sustancias aromáticas durante la cocción del mosto.
Limoneno	4-Isopropenil-1-metilciclohexeno	$C_{10}H_{16}$		Amigable con el medio ambiente, evita contaminación y no representa riesgos para la salud. Utilizado como fragancia en la industria de alimentos y cosmética, ingrediente para limpiador biodegradable, de agradable aroma a limón, que es gran removedor del alquitrán y del asfalto, muy utilizado para la limpieza de maquinaria, de piezas electrónicas, inyectores, etc.

Componentes	Nombre Químico	Fórmula Química	Estructura	Características
Sabineno	4-Metileno-1-(1-Metiletil)Biciclo(3.1.0)H exano	$C_{10}H_{18}O$		Es un monoterpeno, que contribuye al sabor picante de la pimienta negra
Acetato de α -Terpenilo	Acet.3-ciclohexeno-1-metanol, alfa, alfa, 4-trimetilo	$C_{12}H_{20}O_2$		Es utilizado en la industria de la perfumería y la de alimentos por su gran aroma, constituyente abundante del té
3- careno	3,7,7-Trimetilbiciclo[4.1.0]hept-3-ene; Monoterpenos; Delta-3-Careno	$C_{10}H_{16}$		Se usa como ingrediente en la fabricación de bases aromáticas

Fuente: <http://www.sigmaaldrich.com/safety-center.html>, mayo 26 de 2014.

Propiedades y aplicaciones del cardamomo

Dada la composición antes descrita, se han reportado estudios sobre la composición nutricional y funcional del cardamomo.

Surendra y otros (2012) reportaron que el cardamomo posee actividad hipolipidémica, ya que se reducen los lípidos aterogénicos hasta un 12 % (Kumar, Vartika, & Dharm, 2012, S739) de igual forma, Kumar y colaboradores (2012) confirmaron la actividad fibrinolítica y la capacidad antioxidante total estudiada en pacientes con cardiopatía isquémica. Moteki y colaboradores (2002) realizaron un estudio sobre la influencia positiva del 1,8-cineol sobre pacientes con leucemia HL-60. Así mismo, Huang y otros (2007) realizaron un estudio sobre la recuperación del tejido gastrointestinal de los ratones sometidos a diferentes dosis de un extracto de cardamomo (Huang, et al., 2007, 603; Moteki et al., 2002; Kumar et al., 2012, S739).

Otras propiedades atribuidas al cardamomo como carminativo, estimulante, antiespasmódico, así como su capacidad de conferir un aroma y sabor característico lo han posicionado en la industrias alimentaria y farmacológica (Hoyos & Afanador, 2010, 156; Kumari & Abhijit, 2013, 526; Rubilar et al, 2012, 423).

Lo anterior, ha permitido que el uso del cardamomo en la industria de los alimentos se origine desde la cultura hindú y en la actualidad se haya extendido con mayor fuerza en Asia, por toda Europa y Norteamérica, no solo por sus atributos sensoriales sino, además, por sus beneficios sobre la salud (Sentil & Bhat, 2010, 48).

Las especias y aromas son usadas en casi todo el mundo en productos alimenticios y para conferir sabor tanto en productos salados como dulces, en la mayoría de países el cardamomo se usa para preparar café, también con té y

chocolate (Sengottuvelu, 2011, 2). Otras aplicaciones que se distinguen para el uso directo del cardamomo en alimentos es en dulces, productos de panadería, postres, encurtidos, condimentos, salsas, arroz, carnes, productos cárnicos, lácteos, bebidas y licores (Lucchesie et al., 2007a, 1084; Sengottuvelu, 2011, 285).

Obtención de aceite esencial de las semillas de cardamomo

Existen diferentes métodos para la extracción del aceite esencial de las semillas de cardamomo como son los métodos convencionales y no convencionales, los cuales influyen directamente sobre la calidad y el rendimiento:

Métodos convencionales de extracción de aceite esencial de cardamomo:

Extracción por arrastre con vapor:

En esta técnica se aprovecha la propiedad que tienen las moléculas de agua en estado de vapor para asociarse con moléculas de aceite, la extracción se realiza en un sistema compuesto por un balón o tanque donde se deposita agua, se calienta hasta temperatura de ebullición, se inyecta el vapor por el material vegetal para liberar los componente volátiles, formando una fase inmisible que cederá su calor latente a la mezcla a destilar el extracto que se produce pasa por un condensador el cual es enfriado, el extracto que se obtiene se trata con un material secante y se obtiene el aceite (Huang, Lam & Ho, 2000; Asbahani et al., 2015, 227). Los rendimientos de aceite de cardamomo que se han encontrado usando la extracción por arrastre de vapor son del 6,5% y los componentes encontrados son β - fenaldreno 2.97% - β - Pineno 1.48% - cineol 32.58% - linalol 7.72% - linalil 10.45% - terpinil acetato 35.19% (Huang et al., 2000, 2).

Hidrodestilación:

Consiste en poner a hervir agua, bien sea por fuego directo, camisa de vapor o camisa de aceite, en la cual se sumerge previamente el material vegetal, preferiblemente en polvo, con el objeto de que el vapor de agua ejerza su acción en el mayor número posible de partículas vegetales; algunos rendimientos que se han encontrado 3.7 % y los componentes encontrados son β -feneol 2.87 %, β -Pino 1.51 %, cineol 32.57 %, linalol 7.46 %, linalil 9.86 %, terpinil acetato 34.12 %. Poco aconsejada, ya que presenta pérdida de compuestos volátiles, degradación de compuesto insaturados o ésteres y utiliza gran cantidad de agua (Ríos, Lopra, & Caicedo, 2006, 48).

Prensado en frío:

Los aceites obtenidos por prensado en frío, se extraen del pericarpio de raspando o rompiendo los sacos de aceite cercanos a la superficie de la fruta. Este proceso involucra la abrasión de la piel, a medida que se extrae el aceite se agrega agua para lavar la piel formando un líquido viscoso, con el beneficio de aumentar la retención fitoquímicos funcionales, empleado principalmente para la extracción de cítricos y aceite de semillas. El uso de una cantidad excesiva de agua puede arrastrar material que puede absorber importantes constituyentes, tales como aldehídos, los cuales luego son removidos (Pitre & Mieres, 2010, 3; Martínez, 2007, 27; Cerutti & Neumayer, 2004, 152). Parry y colaboradores (2006) reportaron valores significativos de la Capacidad de Absorción de Radicales de Oxígeno (ORAC) para aceites esenciales prensados en frío a partir de cebolla, perejil, calabaza; específicamente para el cardamomo reportaron 8415 $\mu\text{mol TE}/1 \text{ g}$ de aceite (Parry et al., 2006).

Extracción Soxhlet:

Se basa en la facilidad de los solventes orgánicos para penetrar en el material vegetal y disolver sus aceites volátiles, debido a las diferencias de punto de ebullición entre el aceite esencial y el solvente. La muestra seca y molida entra en contacto con solventes tales como éter de petróleo, pentano, éter etílico, alcohol, cloroformo. El solvente saturado arrastra los componentes por efecto sifón, por el contacto sólido-líquido y se produce la transferencia de masa interfacial y selectiva. En el extracto de cardamomo se obtiene un rendimiento que fluctúa entre 4,7 y 6,2 % con la presencia de 1,8-cineol (16,6 %) y acetato de α -terpenilo (57,35), α -terpineol (5,0 %), linalol (2,3 %), sabineno (2,2 %), α -pineno (1,7 %) y limoneno (2,2 %) al realizar la extracción con hexano. (Martínez, 2007, 29; Gopalakrishnan & Narayanan, 1991; (Fernández-Trujillo, 2007).

Métodos no convencionales de extracción de aceite esencial de cardamomo***Extracción Asistida por Microondas:***

El principal efecto de las microondas consiste en su capacidad de producir cambios en la rotación molecular y en la movilidad iónica del medio sin alterar la muestra. El material vegetal se coloca en la cámara del equipo, se hace circular y una vez que la radiación de microondas provoque el calentamiento surgirán los vapores volátiles. Zhi-Yong y colaboradores (2006) reportaron la extracción de un aceite esencial de cardamomo con una composición de 1,8-cineol, acetato de α -terpenilo, linalol, acetato de linalilo, α -terpineol, y terpin-4-ol en ese orden de importancia, los que

representaban el 90% de los aromáticos del aceite esencial (Zhi-Yong et al., 2006, 348;Feng, Yangb, & Wang, 2011,32; Lucchesi et al., 2007, 1083).

Extracción por Ultrasonido:

Este sistema de extracción líquido-líquido suministra gran cantidad de energía para romper las glándulas que contienen el aceite, mejora la eficacia de la extracción para liberar el aceite esencial a temperaturas reducidas, proporciona una transferencia de masa entre la fase inmisible y la emulsión a baja a baja frecuencia (MHz) para evitar degradar los componentes, facilitar la emulsificación, filtración y evitar destrucción de células. Se han encontrado rendimientos del 3,1 % del aceite esencial de cardamomo con presencia de acetato de α -terpenilo (46,0 %), 1,8-cineol (27,7 %) y linalol (5,3 %) (Hassan Sereshti et al, 2012, 7; Khan, Albert-Vian, Fabiano-Tixier, Dangles, & Chemat, 2010).

Extracción por fluidos supercríticos (FSC):

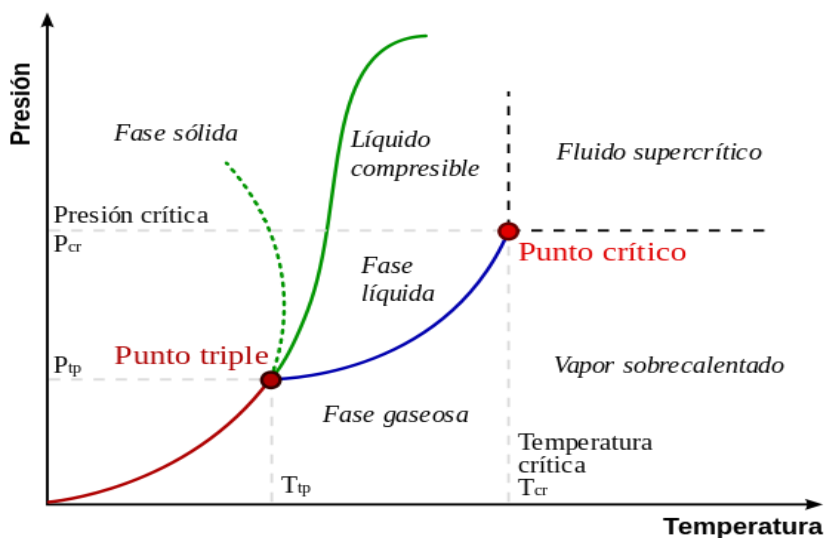
La tecnología de extracción por fluidos supercríticos surge como una alternativa para sustituir métodos convencionales como la extracción sólido-líquido Soxhlet.

El principio de esta tecnología consiste en el empleo de un gas o un líquido que a condiciones ambientales es calentado y comprimido hasta alcanzar un estado superior a su punto crítico, lo cual es denominado como fluido supercrítico. El proceso se basa en cuatro principios básicos: extracción, expansión, separación y compresión del fluido.

En el gráfico 1 se describe el diagrama de fases de los solventes supercríticos en el cual se observa que los tres estados de la materia están separados por líneas que representan los equilibrios sólido-líquido o de fusión, sólido-gas o de sublimación y

líquido-gas o de vaporización. También aparecen dos puntos característicos: el punto triple, PT, donde coexisten los tres estados, y el punto crítico, PC, al final de la curva de vaporización. Se advierte, además, que la línea de vaporización, línea PT–PC, tiene la singularidad de desaparecer en el punto PC, el punto crítico, a unos valores termodinámicos de presión y temperatura que se denominan presión crítica (P_c) y temperatura crítica (T_c), respectivamente (Velásquez, 2008, 100-101).

Gráfico 1. Diagrama de Fases



Fuente: (Sotelo & Ovejero, 2008)

En la tabla 4, se muestran los principales solventes empleados en la extracción por FSC y sus propiedades críticas.

Tabla 4. Propiedades críticas de fluidos de interés en procesos supercríticos

Fluido	Temperatura crítica, Tc (K)	Presión crítica, Pc (bar)	Volumen crítico, Vc (cm ³ ·mol ⁻¹)
Dióxido de carbono	304.12	73.7	94.07
Etano	305.3	48.7	145.5
Propano	369.8	42.5	200.0
Agua	647.1	220.6	55.95
Amonio	405.4	113.5	72.47
n- hexano	507.5	30.2	368.0
Metanol	512.6	80.9	118.0

Fuente: (Sotelo & Ovejero, 2008)

El dióxido de carbono (CO₂) en estado supercrítico es uno de los disolventes más utilizados en este tipo de tecnología, pues abunda en la naturaleza, es barato, fácil de transportar y no es tóxico. En la obtención de extractos con fracciones volátiles compuestos de carácter lipofílico el CO₂ supercrítico es el solvente más empleado, ya que solubiliza fácilmente este tipo de compuestos a bajas temperaturas evitando la pérdida de los principios biológicos de estos compuestos termolábiles, además de una posible extracción selectiva al permitir el equipo la variación de las condiciones por encima de sus condiciones críticas (Han & Zhang, 2009).

Las propiedades mencionadas del CO₂ y en general de los solventes supercríticos se debe a la capacidad de presentar un comportamiento comprendido entre líquido (capacidad de diluir) y de los gases (capacidad de penetrar superficies porosas). En la Tabla 5 se pueden comparar algunas propiedades físicas de los fluidos supercríticos con las de los gases y las de los líquidos.

Tabla 5. Valores de densidad, difusividad y viscosidad de los gases, FSC y líquidos

Propiedad	Gas	FSC	Líquido
Densidad (Kg/m ³)	1	100-900	600-1600
Difusividad (mm ² /s)	1-10	0,01-0,1	0,001
Líquido (cP)	0,01	0,05-0,1	0,5-1,0

Fuente: (Velasquez, 2008)

La densidad de un fluido supercrítico es similar a la de los líquidos, lo que le confiere la característica de poseer un gran poder solvatante, mientras que la viscosidad es similar a la de los gases y la difusividad es superior a la de los líquidos, propiedades que favorecen la capacidad de penetración en matrices porosas y también posee baja tensión superficial permitiendo con ello el agotamiento rápido y prácticamente total de los componentes extraíbles (Luque de Castro, Valcárcel, & Valcárcel Cases, 1993).

Otra de las ventajas del uso del CO₂ durante la obtención de extractos vegetales es que después de la etapa de despresurización y aislamiento del producto final, el gas puede ser recogido y reciclado, lo que reduce la contaminación ambiental y representa reducción de costos operativos dentro del proceso, lo cual impacta en la obtención de un extracto libre de solventes orgánicos confiriendo condiciones seguras para el consumo humano directo (Herrero, Mendiola, Cifuentes, & Ibañez, 2010, 17; Mukhopadhyay, 2008, 6).

La extracción por fluidos supercríticos es recomendable para la obtención del aceite esencial de cardamomo, ya que mediante esta tecnología se conservan sus componentes volátiles, el aceite puede obtener mayor cantidad de antioxidantes en el

extracto y contribuye a mejorar el daño oxidativo de los aceites por la cantidad de tocoferoles que posee (Hamdan et al., 2007, 25). Así mismo, se ha reportado que la extracción por FSC empleando dióxido de carbono, permite obtener un extracto muy similar en aroma y sabor a la semilla de cardamomo (Gopalakrishnan & Narayanan, 1991, 1977).

El mayor rendimiento se ha encontrado, realizando la extracción a 40 °C, 9,0 MPa y 1,2 kg/h de flujo, con un rendimiento de 5,5 % y tamaño de partícula entre 250 y 425 µm. Los principales componentes encontrados son: *acetato de terpinilo* 42,3 %; *1,8-cineol* 21,4 %; *acetato de linalilo*, 8,2 %; *limoneno* 5,6%; y *linalol* 5,4 %.

Gopalakrishnan y Narayanan encontraron rendimiento constante del extracto a 40 °C, presión de 10 y 30 MPa, tiempo de 3 horas y con un rendimiento entre 7,6 y 7,9 %. (Marongiu et al., 2004, 6278).

El sistema de Extracción Supercrítico que se usa para la extracción del aceite de cardamomo se muestra en el grafico 2.

Cromatografía de gases (GC)

La cromatografía de gases es una técnica en la que la muestra se volatiliza. La cromatografía es un conjunto de técnicas basadas en el principio de retención selectiva, cuyo objetivo es determinar cuantitativa y cualitativamente los componentes de una muestra y separar mezclas orgánicas complejas, compuestos organometálicos y sistemas bioquímicos. Esta técnica analítica ofrece su capacidad de separación y sensibilidad para separar compuestos volátiles.

En la cromatografía de gases la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de la columna cromatográfica donde comienza la elución, la cual se produce por el flujo de una fase móvil gaseosa, que es un gas inerte, que la transporta a través de la fase estacionaria; la fase estacionaria puede ser un sólido (cromatografía gas-sólido), produciéndose entonces la retención de las moléculas de analito por adsorción; lo más habitual es que la fase estacionaria sea un líquido (cromatografía gas-líquido), en éste caso la fase estacionaria es un líquido no volátil inmovilizado sobre la superficie de un sólido inerte, donde los analitos se distribuyen entre las fases móvil y estacionaria, después de que los analitos son separados llegan al detector, el cual se mantiene a una temperatura más alta que la columna, de forma que los analitos se encuentren en forma gaseosa (Museo Nacional de Ciencias Naturales, n.d; Arias, 2012).

Cromatografía de Gases-Espectrometría de Masas (GC-EM)

Es una herramienta analítica muy eficiente para el estudio de la composición de los AE, y muy adecuada para la identificación de cada uno de sus componentes. La inyección de la muestra puede hacerse directamente al cromatógrafo, sin ningún tratamiento previo, debido a que los componentes de los AE son regularmente de bajo

peso molecular y relativamente volátiles; este es un aspecto importante ya que se eliminan en gran medida las posibles modificaciones en la composición y/o la estructura de los constituyentes. En el cromatógrafo, los componentes de la muestra se separan y pasan al espectrómetro de masas, permitiendo registrar el espectro de cada una de las sustancias presentes en el AE. De esta forma los constituyentes de la muestra se pueden identificar mediante los patrones de fragmentación que se observan en sus espectros de masas (Masada, 1997, 330; Bauer, Kurt; Dorothea, 2001, 176, 177; Lawrence, 2003).

Conservación de aceites esenciales

La estabilidad de los aceites esenciales depende de factores ambientales como la luz, Luz ultravioleta, el oxígeno, la temperatura y otros factores que los pueden descomponer; para evitar oxidaciones y reacciones de deterioro de las características sensoriales, es necesario realizar un buen control extrínseco de almacenamiento y realizar los análisis fisicoquímicos que determinen la calidad de los aceites. En especial, los aceites esenciales volátiles tienen una alta susceptibilidad a deteriorarse (Turek & Stintzing, 2012, 40). Por lo que se describen los análisis fisicoquímicos que se realizan a los aceites esenciales.

Análisis fisicoquímicos de los aceites esenciales

El uso de los aceites esenciales en las diferentes ramas de la industria está relacionado con sus propiedades físico-químicas; las propiedades sensoriales y la composición química, que comprende compuestos mayoritarios y los presentes a nivel de trazas, por esto es importante contar con la ficha técnica de los aceites esenciales, para garantizar su calidad.

Cualquier alimento que se adquiriera en el mercado como saborizante para alimentos debe provenir de materias primas vegetales de buena calidad, ya que dependiendo del origen, la variedad, método de obtención, condiciones de procesamiento y almacenamiento, será la calidad inferior o superior de los aceites esenciales.

Existe gran cantidad de pruebas que ayudan a reconocer la calidad de los aceites esenciales, estas pruebas ayudan a definir si está adulterado, si es una mezcla, si se ha conservado en buen estado y su vida útil. A continuación se presentan las principales pruebas que existen para examinar la calidad fisicoquímica de los aceites esenciales.

Ácidos grasos libres

La técnica usada para evaluar este parámetro es por titulación, es una medida de la cantidad de la cadena de ácido graso que ha sido hidrolizado de la estructura básica del triglicérido, se expresa como % de ácido oleico, El contenido en ácidos grasos libres se expresa mediante la acidez calculada según método convencional (Reglamento CE, 1999, 28).

Densidad

Permite identificar si el aceite es natural o sintético, se realiza entre 20 y 25°C, se expresa en unidades de masa/volumen g/cm^3 . La mayoría de aceites esenciales están compuestos por terpenos, derivados y compuestos orgánicos (C, O, H) generalmente tienen densidad menor a la del agua; pero algunos aceites esenciales como los de almendras amargas, perejil, mostaza, canela o clavo tienen densidad mayor (Ortuño Sánchez, 2006).

Índice de Refracción

Se realiza con un refractómetro, la medida cambia según se diluya o mezcle con otras sustancias, mide el cambio de dirección que se produce cuando un rayo de luz pasa a través de la sustancia problema. Este parámetro tiene interés para detectar adulteraciones y sus principales ventajas son la rapidez y sencillez con que pueden obtenerse, se realiza a 25 °C. (Paucar, 2013, 8).

Índice de peróxido

Los peróxidos son los radicales inestables formados a partir de los triglicéridos, mide el estado de oxidación de los aceites, dando un indicio de la rancidez de este, que puede darse por exposición prolongada al aire, temperaturas elevadas y a la acción directa de la luz solar. Se expresa en meq/Kg. El índice de peróxidos es la cantidad (expresada en mili-equivalentes de oxígeno activo por kg de grasa) de peróxidos en la muestra que ocasionan la oxidación del yoduro de potasio en las condiciones de trabajo (Paucar, 2013, 23).

Índice de Saponificación

Es una medida aproximada del peso molecular promedio de los ácidos grasos, no es exacto incluye los ácidos grasos libres y los glicéridos, cuanto menor sea el peso molecular medio de los ácidos presentes mayor será el número de moléculas de triglicéridos (y por lo tanto de ácidos), se expresa como meq/KOH/g. (Herráez y Maurí, 2010, 16).

Índice de Yodo

Mide el valor de insaturación de los aceites, el yodo es agregado a los enlaces dobles de los ácidos grasos insaturados, es la cantidad de yodo que absorbe una grasa

o aceite expresado en g por cada 100 g de muestra. $I_2/100g$. (Herráez y Maurí, 2010, 18).

Punto de Humo

Temperatura a la cual el aceite empieza a hacer humo, puntos críticos cuando el aceite se va a usar en fritura, en el caso del aceite de cardamomo será para usar como aditivo, pero se debe tener en cuenta la temperatura de punto de humo para evitar usar en procesos que sobrepase dicha temperatura, se expresa en °C

Punto de Frío

Mide la resistencia de la muestra a la cristalización, es la medida en horas a la cual es sometido el aceite, a congelación aparecen los primeros cristales, importante para definir en qué alimentos se debe usar, se expresa en °C/h. (Paucar, 2013, 12).

Compuestos polares

Parámetro que sirve para medir la degradación de los aceites, los materiales polares son compuestos no triglicéridos, al someter los aceites a temperaturas, altas los triglicéridos se pueden convertir en productos de degradación, mide la degradación acumulativa del aceite.

Capacidad antioxidante

La capacidad antioxidante de los aceites esenciales se debe a los fenoles presentes en su estructura. Casi todos los fenoles pueden funcionar como antioxidantes de la peroxidación de los lípidos, porque pueden atrapar la cadena transportadora de los radicales de lípidos, la capacidad que tenga cada uno para actuar como agente antioxidante está determinada por factores como reactividad, especificidad, selectividad y difusividad. La capacidad de las especias está

estrechamente relacionada con la presencia de componentes químicos con actividad antioxidante.

Determinación de color

Para determinar el color de un alimento es importante contar con un instrumento de medición que explícitamente identifique un color, para distinguir un color de otro y asignarle un valor numérico; los instrumentos más usados son los espectrofotómetros, la tecnología espectral mide la luz reflejada o transmitida en muchos puntos del espectro visible lo que da como resultado una curva. Dado que la curva de cada muestra de color es única como una firma o huella digital la curva es una excelente herramienta para identificar, especificar e igualar color. También son usados los colorímetros, son dispositivos triestimulares (tres filtros) que usan filtros rojo, verde y azul para emular la respuesta del ojo humano al color y la luz. En algunas aplicaciones de control de calidad estas herramientas representan una forma de bajo costo al análisis (Engelman, 1865,14).

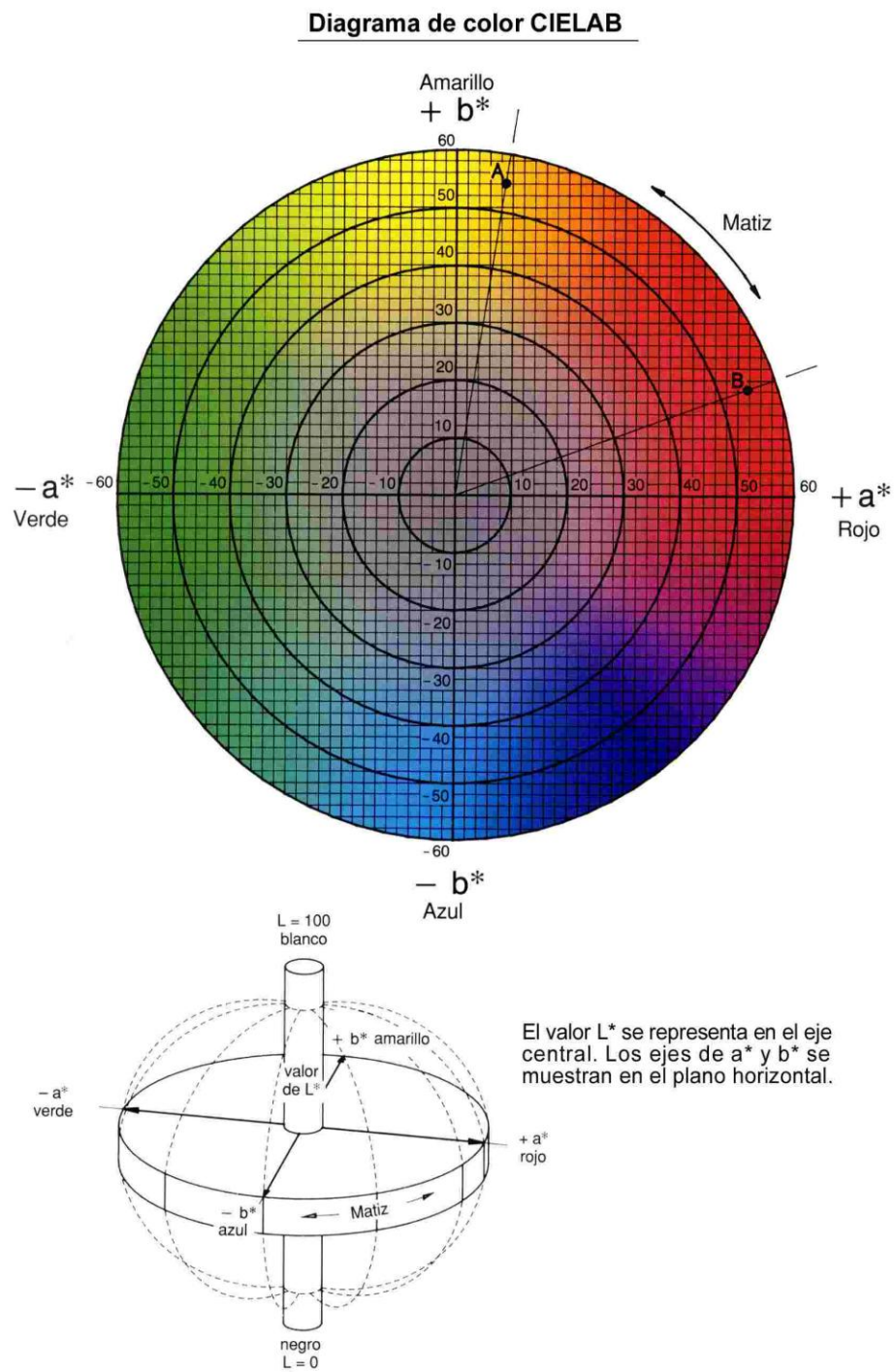
En cuanto a los atributos de color, cada uno tiene su propia apariencia basada en tres elementos: matiz como se percibe el color, el valor relacionado con la intensidad lumínica o grado de claridad y la croma o sea lo llamativo o apagado. Al describir un color usando estos tres atributos se identifica con precisión un color específico y se distingue de cualquier otro, por ejemplo, cuando se colocan lado a lado un tomate y un rábano, el rojo del tomate parece ser mucho más tenue. En contraste el rábano tiene un valor de rojo más oscuro.

En 1905 el artista Albert H. Munsell dio origen a un sistema de orden de color o escala de color que sigue en uso hoy en día y le asigna valores numéricos a las tres propiedades del color: matiz, valor y croma (X-Rite, 2002, 7).

Estas escalas de color se basan en la teoría de los colores opuestos que establece que un color no puede ser verde y rojo al mismo tiempo. Como resultado se pueden usar valores sencillos para describir los atributos rojo/verde y amarillo/azul. Cuando un color se expresa en

CIELAB, la L^* define la claridad, a^* denota el valor rojo/verde y b^* el valor amarillo/azul (X-Rite, 2002, 13). El Gráfico 3. Muestra el diagrama de color para $L^*a^*b^*$.

Gráfico 3. Diagrama de color CIELAB



Fuente:(Paucar, 2013, 39)

Análisis sensorial

La mayoría de alimentos tienen un olor y sabor característico debido a sustancias químicas que se encuentran presentes en partes por millón (ppm), en el caso del aceite de cardamomo posee diferentes componentes volátiles especialmente el Eucaliptol 1,8 cineol y el Acetato de α -terpenilo adecuados para ser usados como aditivo en la industria de los alimentos y en la farmacéutica.(Soto, Rodriguez, Rojas, & Sulbarán, 2013, 266).

La Evaluación Sensorial es la disciplina científica utilizada para evocar, medir, analizar e interpretar las reacciones a aquellas características de un determinado producto que son percibidas por los sentidos de la vista, olfato, gusto, tacto y oído. Permite obtener una descripción completa de las características sensoriales de un producto (Ares, 2011, 2-4).

Norma Técnica Colombiana 3929 Metodología métodos de perfil de sabor y la 3932 Metodología métodos de perfil de Textura.

Estas normas identifican y seleccionan el conjunto de descriptores relevantes que dan la máxima información sobre los atributos sensoriales de producto objeto de estudio, con el propósito de establecer un perfil sensorial valorando las intensidades con el panel entrenado utilizando una escala de calificación de 0 a 5 para todos los descriptores.

Secado por atomización o aspersión (spray-dryer)

El secado por aspersión es una operación de secado que consiste en dejar un material sólido o en un polvo fino de alimentos líquidos. Se ha utilizado en la industria farmacéutica y en la industria de alimentos, ya que posee grandes ventajas por trabajar a bajas temperaturas y corto tiempo, también ideal para materiales sensibles y por la tendencia a lo natural (Soltani, Gerde, Acevedo, & Rasmuson, 2015, 163). Técnica importante utilizado en la industria alimentaria para dar sabor a diferentes alimentos y bebidas, protege la liberación de ingredientes activos y susceptibles de las condiciones ambientales y pérdida de sabor durante la vida útil del producto, prolonga la percepción de sabor por largo tiempo en la boca y mejora la biodisponibilidad y eficacia de ingredientes activos (Najafi et al., 2010, 68).

El secado implica pulverización de un líquido suspendida por una corriente de aire caliente, generalmente el aire recubre los cuerpos inertes, formando una capa delgada que seca debido al calor transferido por las partículas con calefacción y por el aire caliente (Dizaji, Hamidi, Chegini, Khazaei, & Mansuri, 2015, 115).

La microencapsulación es un método que se emplea para dar estabilidad, con el objeto de conservar algunas propiedades físicas de líquidos o sólidos, para protegerlos o hacerlos más manejables. Con esta técnica, se pueden convertir sustancias líquidas en productos sólidos; se proporciona cubierta protectora a sustancias alterables; es posible controlar algunos parámetros para modificar algunas propiedades coloidales y superficiales de las sustancias que se recubren. Permite, además, mezclar y almacenar en forma conjunta, sustancias que reaccionan o que son incompatibles entre sí. También se emplea para enmascarar el mal sabor, o para reducir o conservar las

características volátiles de algunas sustancias y de demás componentes activos de diferentes sustancias (Gangurde et al., 2015, 275).

Es importante tener en cuenta el tamaño de partícula para el secado por atomización; ya que este influye en la retención del sabor y en el contenido de aceite de las microcápsulas, se han realizado estudios donde se ha trabajado a 20.000rpm/min (Ultra-Turrax T25, IKA, Alemania) para obtener emulsiones finas. La microencapsulación es importante en la industria de alimentos y en la de bebidas, además mejora la biodisponibilidad de los componentes.

El proceso de secado por pulverización se ha usado durante décadas para encapsular ingredientes alimenticios tales como sabores, lípidos, carotenoides, entre otros. El solvente que generalmente se evapora es agua y el proceso de atrapamiento del compuesto de interés se produce de una forma rápida (Krishnan et al., 2005, 25).

El cardamomo líquido posee aromatizantes que son inestables en presencia de aire, luz, humedad y altas temperaturas; los compuestos cíclicos se convierten en cetonas, causando deterioro de los compuestos y convirtiéndolos en peróxidos que confieren un efecto sensorial no deseable (Najafi et al, 2010, 89; Senthil & Bhat, 2010, 49).

La formación de compuestos no deseables es una desventaja, lo que crea la necesidad de usar procesos para la conservación del aceite de cardamomo, para conservar sus propiedades aromatizantes; una tecnología que se puede emplear es la microencapsulación. El contenido de componentes volátiles del aceite de cardamomo que se han encontrado en la oleoresina comercial de cardamomo es entre el 52 y 58 %. Para el secado por atomización (*Spray Dryer*) se usan Almidones Modificados,

Capsul, maltodextrina, gomas emulsionantes, entre otras, que tengan la capacidad de albergar compuestos hidrófilos y/o hidrófobos, la goma arábica proporciona emulsiones estables en la mayoría de los aceites y a un amplio rango de pH, la mezcla de goma arábica y maltodextrina se ha usado y ha sido eficaz para la microencapsulación de aceite de cardamomo y oleorresina de pimentón; el uso de maltodextrina DE aumenta la retención de los compuestos de sabor volátiles.

Los sabores encapsulados se preparan por bloqueo del extracto en una matriz especial para mejorar la estabilidad térmica y garantizar vida útil. Se ha observado estabilidad por este método en carotenoides de zanahoria. (Krishnan et al., 2005, 26).

Se han encontrado datos de encapsulación por co-cristalización de oleorresina de cardamomo, para obtener cubitos con sabor, donde se usó goma de acacia y solución sobresaturada de sacarosa; los ensayos fueron realizados a 25 °C y humedad de 33 %, 63 % y 93 %. La eficiencia de encapsulación de los componentes *1;8 cineol* y de *α -terpenilo* fue de 35,23 % y 67,18 %, respectivamente. Dentro de algunos compuestos que se han encapsulado para retener compuestos de sabor son la miel, gránulos de Jamaica y aceite de cáscara de naranja (Sardar & Singhal, 2013, 522).

El aceite de cardamomo que se obtiene, tiene la capacidad para ser trabajada a altas temperaturas y también posee antioxidantes naturales que lo hacen más estable; el contenido de aceites volátiles es del 60 % y no volátiles del 40 % (Sardar & Singhal, 2013, 61).

Es necesario luego del secado por atomización almacenar de forma adecuada las microcápsulas. Las temperaturas más bajas y las humedades relativas inferiores

proporcionaron la mejor protección a los compuestos del 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo del cardamomo (Najafi et al., 2010, 71).

Según algunos estudios se han realizado secados con un 5 % de aceite de cardamomo añadido al material de revestimiento, se han realizado ensayos de secado a 180 °C +/- 10 °C y aire de salida 90 °C +/- 10 °C (Najafi et al., 2010, 69).

En estudios de secado por atomización se ha encontrado que la cantidad de sólidos iniciales para realizar el secado fue de 3,5 % y se ajustó a 10, 15, 20, y 25 % (w / w) con la adición de maltodextrina. Las temperaturas del aire de entrada y salida se ajustaron a 160/80, 180/90, y 200/100 °C, donde la temperatura fue controlada, mediante la regulación de la tasa de flujo de alimentación: Al producto en polvo obtenido se le analizaron pH, color, contenido de fenoles totales, actividad antioxidante, densidad aparente, humectabilidad, solubilidad, y la microestructura (Gulsah, 2013, 539).

Análisis de la emulsión y de las microcápsulas de cardamomo

Potencial zeta

El potencial zeta se define como el potencial en el cual la velocidad relativa de desplazamiento de los iones con respecto a la partícula deja de ser nula, o más precisamente, corresponde al potencial en la superficie de cizallamiento en mV, determina si las partículas dentro de un líquido se tienden a flocular o no, por lo que el conocimiento del potencial zeta es útil y muy eficaz para el estudio de estabilidad de la emulsión (Viii & De, 2011a, p.309).

La estabilidad de las emulsiones puede ser medida a partir del potencial zeta, pues la velocidad de coalescencia está inversamente relacionada con este, cuanto

mayor es la carga neta superficial, menor es la coalescencia. La carga de la partícula es uno de los factores que determinan la estabilidad física de las emulsiones y suspensiones, mientras más alta sea la repulsión electrostática entre las partículas, mayor es la estabilidad física. Típicamente, la carga de la partícula se cuantifica como el potencial zeta, que se puede determinar por medio de un grupo de fenómenos, conocidos colectivamente como efectos electro-cinéticos (Malvern, 2004, 2.6).

La magnitud del potencial zeta da una indicación de la estabilidad potencial de un sistema coloidal. Si todas las partículas en suspensión tienen un gran potencial zeta positivo o negativo entonces tienden a repelerse entre sí y no hay tendencia a flocular. Sin embargo, si las partículas tienen bajos valores de potencial zeta entonces no hay fuerza para evitar que las partículas se unan y floculen. Las partículas con un potencial zeta más positivo a +30 mV o más negativo que -30mV normalmente se consideran estables. El factor más importante que afecta el potencial zeta es el pH. Para valores de potencial Z negativos se deben seleccionar agentes dispersantes/estabilizantes aniónicos mientras que para valores positivos del potencial electro-cinético es conveniente emplear surfactantes del tipo catiónico (Viii & De, 2011b, p 311).

Tamaño de partícula

La distribución del tamaño de partícula es una propiedad fundamental para caracterizar sistemas de partículas en suspensión, se diferencian en función del tamaño y la forma. Para caracterizarlas, entonces, es necesario conocer las dimensiones y la forma de cada partícula del modo más exacto posible con equipos como microscopio electrónico de barrido para dicho caso, SEM. (Diaz, Vallejo y Miranda, 2013, 187).

El fundamento del SEM radica en que los electrones emitidos por un cátodo de tungsteno pasan a través de una columna en la que se ha hecho un vacío de alrededor de 10^{-7} Torr. En ella, el haz inicial es concentrado por una serie de lentes electromagnéticas (condensadora, objetivo) (Fig.3) desde unos 25.000-50.000 nm hasta unos 10 nm; es decir, su diámetro va disminuyendo hasta hacerse casi puntual. Al mismo tiempo, la intensidad de corriente se disminuye desde unos 10^{-14} A hasta unos 10^{-10} - 10^{-12} A. Esta disminución en la intensidad implica una menor cantidad de electrones primarios ya que la intensidad inicial de 10^{-14} A supone una emisión de 1015 e-/seg, mientras que en la definitiva, de 10^{-12} A, es de 6.106 e-/seg. (Renau & Faura, 1965, 77).

Solubilidad

En los aceites esenciales están compuestos por esteroides, tocoferoles y ceras que están relacionados con la solubilidad.

La solubilidad de una sustancia en polvo está directamente relacionada con su microestructura. Las formas cristalinas y amorfas de las superficies de los polvos presentan diferencia en los tamaños y forma de las partículas, las propiedades químicas, su estabilidad químicas, la solubilidad en agua y la higroscopicidad (Cano-Chauca, Stringheta, Ramos, & Cal-Vidal, 2005). A mayor grado de superficies amorfas, se incrementa la solubilidad de las sustancias en polvos en agua y a mayor presencia del estado cristalino, se disminuye su solubilidad, ya que le confiere una mayor organización de las partículas. Los sólidos amorfos tienen una mayor solubilidad y velocidad de disolución, que la del estado cristalino (Ceballos, 2008, 61).

Materiales y metodología

En la Tabla 6 se relacionan las actividades y resultados que corresponde a cada objetivo.

Tabla 6. Actividades y resultados relacionados a cada objetivo específico

Objetivo 1: Evaluar la composición químico proximal y microbiológica de la semilla de cardamomo. (<i>Elettaria cardamomum</i> L.).		
Actividad	Determinaciones	Resultado esperado
Salida de campo	Identificación de las fincas productoras de cultivos orgánicos y tecnificados (Tarso-Antioquia).	Elección de finca productora Condiciones agronómicas: altura, edad y procedencia del cultivo
Caracterización bromatológica	Cenizas, humedad, grasa, proteína, fibra, actividad acuosa, capacidad calorífica	Ficha técnica de la semilla como punto de partida para la extracción del aceite
Caracterización microbiológica	Mesófilos, mohos y levaduras, coliformes totales, coliformes fecales, E. coli y Salmonella	
Objetivo 2: Extraer el aceite esencial de cardamomo por fluidos supercríticos a escala semi-industrial a partir de las mejores condiciones encontradas a nivel de laboratorio.		
Actividad	Determinaciones	Resultado esperado
Estandarización de semilla para la extracción por FSC	Humedad Tamaño de partícula	Semilla molida con las condiciones para extracción a escala de laboratorio y semi-industrial
Definición de las condiciones del diseño experimental (central compuesto: presión y temperatura) para la extracción por FSC a escala de laboratorio.	Revisión bibliográfica	Rango de presión y temperatura para operación de equipo a escala de laboratorio
Extracción por FSC del aceite de cardamomo a escala de laboratorio	Extracción modificando presión y temperatura, según un diseño central compuesto	Aceite
Caracterización del aceite obtenido a escala de laboratorio	Cuantificación de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo por cromatográfica por GC-FID Rendimiento	Perfil del aceite a escala de laboratorio

Obtención de condiciones óptimas de extracción (P y T) del aceite	Diseño central compuesto Superficie de respuesta	Condiciones de P y T para maximizar rendimiento y concentración de algunos compuestos aromáticos para escalado de la extracción
Extracción por FSC a escala semi-industrial	Extraer el aceite a escala semi-industrial con las condiciones de P y T encontradas como óptimas Cuantificación de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo por cromatográfica por GC-FID Rendimiento Sensorial	Aceite
Caracterización del aceite obtenido a escala semi-industrial	Índice de yodo, peróxido, refracción y saponificación Densidad Ácidos grasos libres Punto de humo y de frío Compuestos polares Capacidad antioxidante (ORAC) Color	Ficha técnica del aceite extraído a escala semi-industrial

Objetivo 3: Microencapsular el aceite esencial de cardamomo por medio de secado por aspersión, bajo condiciones establecidas en estudios previos, y evaluar la eficiencia, el perfil sensorial y la solubilidad.

Actividad	Determinaciones	Resultado esperado
Preparación de la emulsión	Sólidos solubles totales Sólidos totales Potencial Z	Emulsión con potencial Z y SST bajo las condiciones de operación
Secado por aspersión	Rendimiento	Aceite de cardamomo microencapsulado
Caracterización del aceite microencapsulado	Distribución de tamaño de partícula Solubilidad Sensorial	Ficha técnica de las microcápsulas del aceite de cardamomo extraído por FSC escala semi-industrial

A continuación se detalla la metodología que corresponde a las actividades propuestas.

Materiales y Métodos

Las semillas de cardamomo (*Elettaria Cardamomum* L.) sin cáscara, fueron obtenidas de la finca La Fortuna, en el Vivero Canán ubicado en Tarso (Antioquia–

Colombia) a una altitud 5°52'44.64" Norte, longitud 75°51'56.51" oriente y la altura sobre el nivel del mar hasta 1.266 m.

La maltodextrina (90 %) con equivalente de dextrosa, ED 10, goma arábica (96,0 %) y almidón modificado HiCap 100 (99,0 %) fueron proporcionados por Duas Rodas Colombia S. A. S. (Sabaneta, Antioquia). Los estándares 1,8-cineol (98,0 %) de Pfaltz&Bauer y acetato de α -terpenilo (95,0 %) Sigma-Aldrich. Los solventes y reactivos de Merck® (Alemania) empleados en la caracterización de las semillas y el aceite fueron: éter etílico (99,7 %), etanol (99,9 %), hidróxido de sodio (99,0 %), cloroformo (99,5 %), yoduro de potasio (99,5 %) hidróxido de potasio (85,0 %), reactivo de Wijs para análisis. El dióxido de carbono grado reactivo con 99,5 % de pureza, se obtuvo de la empresa CRYOGAS (Antioquia-Colombia).

Preparación de las semillas de cardamomo

El tamaño de partícula de las semillas de cardamomo fue reducido en un molino IKA 11. La caracterización de la granulometría se llevó a cabo en un tamizador Tyler ASTM 11/2009 con malla de tamaño 80. La semilla molida se almacenó en un cuarto con humedad relativa y temperatura controlada (52 % y 22 °C).

Caracterización de la semilla de cardamomo

Las semillas de cardamomo fueron sometidas a la caracterización bromatológica con base en los siguientes métodos: humedad (AOAC 926.12, Ed, 2005), cenizas (Norma Técnica Colombia–NTC 5167, 2011), extracto etéreo (AOAC 2003.06 Ed, 2005), proteína (AOAC 2001.11, Ed 2005), fibra cruda (AOAC 920.168, Ed 2005). Físico, actividad acuosa (978.18, Ed 2005) y calor específico. Finalmente, la caracterización microbiológica se llevó a cabo según la Norma Técnica de Ecuador

(NTE), para el recuento de mesófilos, mohos y levaduras, coliformes totales, coliformes fecales, *E. coli* y salmonella (Normalización, 1999).

Determinación de humedad

El análisis de humedad se realizó en un analizador de humedad Mettler Toledo HB43 a 95 °C, a +/- 5g de semillas con tiempo por desconexión automática.

Determinación de Cenizas

La determinación del contenido de minerales de +/- 5g de semillas de cardamomo se realizó en una mufla Terrigeno a 550 °C por 2 horas.

Determinación de Extracto Etéreo

Para determinar el contenido de grasa de las semillas de cardamomo se utilizó un extractor Soxhlet Velp Scientific SER 148, usando como solvente hexano sometiendo ± 15 g de muestra a 69 °C, por 60 minutos en inmersión, seguido de lavado, recuperación del hexano y evaporación final del hexano en estufa convencional Memmert a 65 ± 5 °C.

Determinación de Proteína

La determinación del contenido de nitrógeno para las semillas de cardamomo se realizó en un equipo Vep Scientific, el cual consta de tres etapas, la primera es someter 0,5 g de muestra en un digestor DK 20 a 420 °C, por 45 minutos, la segunda consiste en liberar el amonio con una base (NaOH), se recoge por destilación el amonio que se libera en H_3BO_3 para formar el Borato de amonio, operación realizada en un destilador UDK 142 y finalmente se tituló hasta alcanzar el punto de equivalencia con HCl 0.1N, con un titulador SCHOTT Titroline.

Determinación de Fibra

La determinación del contenido de fibra para las semillas de cardamomo se realizó en un equipo Vep Scientific FIWE , se tomaron 0,3 g de muestra en los crisoles previamente secos, se adicionaron 125 ml de H₂SO₄ (1,25 %) a 95 °C, se calentaron los tubos a 90 % de potencia, se dejaron en ebullición durante 30 minutos, luego se adicionaron 3-5 gotas de n-octanol como agente antiespumante, se apagó presión, se lavaron 3 veces con 30 ml de agua caliente destilada, se lavaron con KOH precalentado, se calentaron nuevamente los tubos a 90 % de potencia, se realizaron tres lavados con agua destilada a 4 °C y finalmente lavaron con acetona a 4 °C.

Determinación de Calorías

El análisis del contenido de calorías para las semillas de cardamomo se realizó en una Bomba Calorimétrica marca Parr, sometiendo ±1g de muestra a combustión, para determinar el calor específico.

Caracterización microbiológica realizada en las semillas de cardamomo

A los aceites esenciales extraídos por fluidos supercríticos, los análisis se le realizaron en placas y en tubos, se determinaron mesófilos UFC/g, mohos y levaduras UFC/g, coliformes totales NMP/g, coliformes fecales NMP/g , *E. coli* y salmonella en 25 gramos, según NTE INEN 1529.

Diseño Estadístico

Se realizó un diseño central compuesto para la obtención de las condiciones principales de operación del equipo de extracción a escala de laboratorio. Las variables

independientes a evaluar son (presión y temperatura) y como variable respuesta se tomaron en cuenta:

Rendimiento expresado en (g de aceite extraído/g de semilla de cardamomo x 100). Valor esperado superior a 1,52 %

Concentración en (% p/p) de dos compuestos responsables de aroma y sabor (1,8-cineol y acetato de α -terpenilo). Valores esperados para 1,8-cineol (27,4 %) y acetato de α -terpenilo (44,93 %)

En la Tabla 7 se muestran las variables independientes y sus respectivos niveles evaluados:

Tabla 7. Factores y niveles evaluados para el diseño central compuesto

Variables independientes	Variable codificada			Variable codificada		
	Niveles			Niveles		
Presión (bar)	-1	0	1	200	300	400
Temperatura (°C)	-1	0	1	50	55	60

Fuente: propia del autor

El modelo aplicado se describe por la siguiente ecuación:

Ecuación 1. Modelo del diseño central compuesto

$$\mu_y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{1,2} x_1 x_2 + \varepsilon \quad (1)$$

μ_y : valor promedio de la variable respuesta (rendimiento, concentración de compuestos aromáticos (1,8-cineol y acetato de α -terpenilo)

β_0 = Valor promedio de la respuesta, en ausencia del efecto de los factores X_1 (Presión) y X_2 (Temperatura).

β_1 = Razón de cambio (efecto lineal) del factor 1 (Presión) sobre la respuesta promedio

β_2 = Razón de cambio (efecto lineal) del factor 2 (Temperatura) sobre la respuesta promedio.

$\beta_{1,2}$ = Razón de cambio del efecto de interacción entre X_1 y X_2 sobre la respuesta promedio.

ε = Término de error (efectos no explicados por el modelo)

Para encontrar las mejores condiciones de la variable respuesta, se utilizó la metodología de la pendiente ascendente con el fin de hallar los puntos que maximizan o minimizan la ecuación de superficie de respuesta y recorrer secuencialmente la trayectoria (Montgomery, 2001). El análisis fue llevado a cabo en el software STATGRAPHICS (XV), licencia amparada por la Corporación Universitaria Lasallista.

Extracción del aceite esencial de cardamomo por FSC a escala de laboratorio.

130g de semilla molida al $11,65 \pm 0.52$ de humedad fue dispuesta en el extractor de fluidos supercríticos a escala de laboratorio con capacidad de 1 L, del Equipo Appel modelo S4BJ4KON. Las condiciones evaluadas fueron temperatura a 50 °C y 60 °C, presión a 200 y 400 bares, con tres réplicas de los valores centrales (55 °C, 300 bares). Los valores de referencia para la variable independiente (presión) fueron tomados de estudios reportados previamente como óptimos (Mukhopadhyay, 2000a).

Se empleó CO₂ como solvente a un flujo de 100g/min durante de 90 min, tiempo en el cual se despresurizó el equipo y se recogió el aceite obtenido del cilindro separador en un recipiente ámbar y fue almacenado a -20 °C. Con esta extracción se

encuentran las condiciones para escalar la extracción del aceite de las semillas de cardamomo en el equipo semi-industrial.

Extracción del aceite esencial de cardamomo por FSC a escala semi-industrial.

A partir de los resultados obtenidos como mejores valores a escala de laboratorio se realizó por triplicado la extracción a escala semi-industrial en el equipo, SFE CO₂ *Guangzhou Masson New Separation Technology Company* Ltda., y se conservaron las mismas variables respuesta (rendimiento y concentración de compuestos volátiles). La metodología seguida para esta extracción del aceite de cardamomo consiste en la presurización del CO₂ líquido, hasta las condiciones de 50 °C y 400 bares y este es llevado al cilindro de extracción; simultáneamente se pasa el gas supercrítico y el aceite por la válvula de regulación de presión al cilindro de separación. Para las diferentes condiciones establecidas se emplean aproximadamente 4.050 g de semilla de cardamomo molida y seca, de Ø de partícula 303µm, el cual es cargado en un cilindro extractor de 12L.

Durante el proceso de extracción, la presión, la temperatura y el caudal CO₂ fueron controlados por ajuste en las válvulas sobre el panel de control. Cuando el tiempo previsto alcanzó los 120 minutos, el proceso es detenido, el cilindro de extracción es despresurizado y el aceite es recogido solo del primer cilindro de separación, ya que en el segundo cilindro no se obtuvo producto. El CO₂ fue suministrado a un flujo de $48 \pm 3 \text{ mL} \times \text{min}^{-1}$ durante 120 min y el aceite obtenido se recogió del primer cilindro de separación a 45 °C, para luego ser almacenado a -20 °C.

Identificación de los compuestos volátiles del aceite esencial de cardamomo por cromatografía gaseosa GC.

El perfil cromatográfico para la identificación y cuantificación de los compuestos responsables del aroma y sabor del aceite esencial, definidos para el seguimiento durante la extracción, se realizó por cromatografía gaseosa acoplada a un detector de ionización de llama (GC-FID Agilent 6890N).

La separación se realizó con una columna Carbowax–capilar (50 m x 200 μm x 20 μm nominal) y se usó H_2 como gas de arrastre. Las condiciones del método consistieron en 180 $^{\circ}\text{C}$ de temperatura de inyección, 31,80 psi, modo *splitless*, 1 μL de aceite inyectado y un flujo total de 51,5 mL/min. El horno del detector se programó inicialmente a una temperatura de 60 $^{\circ}\text{C}$ x 3 min, seguido por un aumento de 15 $^{\circ}\text{C}$ x min hasta alcanzar 170 $^{\circ}\text{C}$ sostenidos por 3 min, 12 $^{\circ}\text{C}$ x min hasta 200 $^{\circ}\text{C}$ durante 3 min. Finalmente, se llevó la temperatura hasta 210 $^{\circ}\text{C}$ por 3 min, con un incremento de 10 $^{\circ}\text{C}$ x min.

Los estándares de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo fueron cuantificados en un rango de concentración del estándar comprendido entre 500 a 2000 ppm y, 650 a 10410 ppm respectivamente.

Identificación semicuantitativa de compuestos por cromatografía de gases acoplada a masas (CG-EM)

Se utilizó un cromatógrafo Agilent 6890, en interfase con un detector selectivo de masas HP5973 Network, conectado en línea con un sistema HP-MS ChemStation y la base de datos NIST-2008. Se utilizó un extracto de aceite de cardamomo al 10 % en

metanol; se inyectaron 1,0 μL en el modo split (50:1), la temperatura del inyector fue de 350 °C, se utilizó una columna capilar DB5 enlazada de silicio (30mm x 250 mm x 0.25 mm); como gas de arrastre se empleó Helio (Aga-Fano) a flujo constante de 1 mL / min, presión del gas 7.6354 psi y velocidad lineal de 36 cm / seg. La temperatura inicial fue 45 °C y la temperatura de la línea de transferencia de 280 °C. Los espectros de masas (EM) se obtuvieron por ionización electrónica (70 eV) con barrido automático en el rango de masas m/z 30-550 u.m.a. a 3.85 scan / s. La identidad de los componentes se asignó por comparación de cada espectro con los estándares de la base de datos NIST-2011 y los datos reportados en la literatura (Tomy, et al, 1997).

Caracterización fisicoquímica aceite esencial de cardamomo

La caracterización fisicoquímica realizada al aceite de cardamomo fue según las normas AOAC para muestreo y análisis comercial de grasas y aceites como: compuestos polares (982.27, Ed 2005), gravedad específica (920.212, Ed 2005), índice de refracción (921.08, Ed 2005), índice de yodo (993.20, Ed 2005), índice de peróxido (953.33, Ed 2005), índice de saponificación (920.160, Ed 2005), prueba de frío (Cc 11-53), punto de humo (920.157, Ed 2005) y ácidos grasos libres (920.156, Ed 2005).

Análisis ORAC

El método ORAC fue empleado para determinar la capacidad antioxidante basado en reportes previos de Álvarez y otros (2012), en el cual se empleó Trolox como estándar a condiciones controladas de temperatura a 37 °C y pH 7,4. Las lecturas se realizaron cada dos minutos durante dos horas con longitud de onda de excitación y emisión de 485 y 520 nm, respectivamente. Para el desarrollo de la técnica se utilizaron soluciones de fluoresceína 1 μM en PBS (10 mM), AAPH (250 mM) en la

misma PBS. La muestra contenía 150 μL de fluoresceína, 25 μL de PBS, 25 μL de una dilución de Trolox (5, 10, 25, 50, 100, 150 y 200 μM), 25 μL de muestra diluida 1:10, fue incubada durante 30 min y se adicionó 25 μL de AAPH. El efecto protector del antioxidante fue calculado usando las diferencias de áreas bajo la curva de decaimiento de la fluoresceína entre el blanco y la muestra, se comparó contra la curva del Trolox y se expresó en moles equivalentes de Trolox por litro de muestra, de acuerdo con la ecuación 2:

Ecuación 2. Determinación de capacidad antioxidante

$$\text{ORAC} = \frac{ABC_{\Delta H}}{ABC_{\text{Trolox}}} \times \frac{[\text{Trolox}]}{[\Delta H]} \quad (2)$$

Donde :

$ABC_{\Delta H}$ es el área bajo la curva en presencia de antioxidante,

ABC_{Trolox} área bajo la curva de trolox,

[Trolox] concentración de trolox y

[ΔH] concentración de antioxidante (Alvarez, et al., 2012).

La determinación del color fue llevada a cabo en un Nanocolor UV/Vis, fuente de luz D65, el barrido se realizó de 360 nm a 830 nm. El índice de color (IC) se calculó a partir de la ecuación 3:

Ecuación 3. Determinación de color

$$\text{IC} = \frac{a \cdot 1000}{L \cdot b} \quad (3)$$

Donde: a, b y L son los parámetros del sistema color CIELAB, donde L proporciona un valor de luminancia o brillo de la muestra: a indica la zona de variación

entre el rojo y el verde del espectro y b se refiere a la zona de variación entre el amarillo y el azul del espectro (Vignoni, Césari, Forte y Mirábile, 2006).

Potencial Z:

Donde: W_1 es el peso inicial de las microcápsulas, W_2 peso de los 25 mL de sobrenadante y W_3 peso del residuo. Se realizó potencial z en un equipo Nanoplus diluyendo la emulsión de las microcápsulas de cardamomo en una relación 1:100, mezclando durante 5 minutos con agitación magnética en vortex, la emulsión diluida se deposita sobre una celda capilar, la cual se llena con ayuda de una jeringa, para minimizar la formación de burbujas al interior de la celda, luego la celda se introduce dentro de la cámara del Nanoplus y se realiza la medición de acuerdo al procedimiento del equipo T 25 °C, Viscosidad 0,8873 Cp, RI: 1.330 y Constante Dieléctrica 78,5.

Microencapsulación del aceite de cardamomo.

Para la microencapsulación del aceite de cardamomo extraído a escala semi-industrial fue empleada una mezcla de goma arábica, maltodextrina y almidón modificado en una relación 4/6,1/6,1/6 respectivamente. Las cápsulas fueron preparadas de la siguiente forma: 1,5 g de aceite (5% del material encapsulante) se adicionaron a la mezcla de encapsulantes y 2 mg del emulsificante Tween 80. El AM fue previamente hidratado con 350 mL de agua destilada durante 12 h entre 12 °C y 15 °C. Cada preparación fue homogenizada con un Ultraturrax IKA T50 a 3000 rpm por 15 min hasta alcanzar 28 °Brix. La solución fue alimentada a un equipo de secado por aspersión Mini Buchi B-290. La temperatura de inyección fue 178 ± 2 °C y 85 °C ± 5 °C de salida, el flujo de aire, porcentaje de aspiración y la velocidad de alimentación fueron 50 L/h, 60% y 300 g/h, respectivamente.

El producto en polvo que se obtuvo se almacenó en bolsas metalizadas protegiendo de rayos ultravioleta y mantenidos en un cuarto con humedad y temperatura controlada, al igual que el aceite.

El proceso de secado se realizó por triplicado y las condiciones de operación y material encapsulante fueron determinados a partir de los resultados óptimos encontrados por (Krishnan et al., 2005).

Caracterización del aceite de cardamomo microencapsulado

Se realizaron varias pruebas relacionadas con el tamaño y distribución de partícula, eficiencia de microencapsulación, así como de solubilidad.

Tamaño de partícula Microscopia de Barrido Electrónico-MEB

Para la determinación del tamaño de partícula de las microcápsulas del aceite se realizó un análisis por Microscopia de Barrido Electrónico-MEB. Las microcápsulas se fijaron en una cinta de grafito para realizar un recubrimiento en oro (Au) en un equipo Denton Vacuum Desk (IV) y se analizaron en el microscopio electrónico de barrido (MEB) Jeol JSM 6490 LV, con una aceleración de tensión de 30 KV, aplicando vacío con una bomba mecánica de filamento de tungsteno, con detector de electrones secundarios (SE), retro proyectadas (EEB) y de rayos X tipo de EDS y WDS, para evaluar la morfología y topografía de las muestras (Goldstein , 2003).

Distribución del tamaño de partícula

La distribución del tamaño de partícula también se llevó a cabo en un equipo Nanoplus, método CONTIN. 5 mg de microcápsulas se diluyeron en 1,5 mL de H₂O ultrapura, se agitó en un vortex mixer, Fisher Scientific por 1 min, se realizó la medida

en celda de cuarzo, 5 repeticiones de 30 mediciones con intensidad de ajuste a 30.000 cps.

Solubilidad

Para la prueba de solubilidad se pesó 1 ± 0.0001 g de las microcápsulas de aceite de cardamomo (W_1) y adicionó en tubos Falcon, se midió con pipeta volumétrica 50mL de agua desionizada, se agitó en vortex a 24.000 rpm/2 min, la solución que se obtuvo se centrifugó a 3.000 rpm/5 min, con pipeta volumétrica se tomó 25mL del sobrenadante sobre una caja de petri (previamente pesado W_2), se sometió a calentamiento en una estufa convectiva Memmert a 105 °C por 5 h, se colocó la caja de Petri en desecador hasta bajar la temperatura, se pesó la caja de petri después del calentamiento (W_3) y se realizó el cálculo de solubilidad, el procedimiento se realizó 5 veces.

Ecuación 4. Determinación de solubilidad

$$\% \text{ de Solubilidad} = \frac{W_2 - W_1}{W_1} * 100 \quad (4)$$

Eficiencia de Microencapsulación

Procedimiento basado en Xue et al; (2013,441) con modificaciones. Se tomó una muestra de 50 mg, se adicionó 600 µL de acetato de etilo, se agitó durante 2 min en vortex (Fisher Scientific, EEUU) a 300 rpm, se centrifugó 10 min a 14.000 rpm (Micro 120, Hettich, Alemania), se descartó el sobrenadante y se le adicionó 1mL de agua destilada, se llevó la muestra a agitación mecánica por 2 min a 3000 rpm, luego se llevó a sonicación por 3 min, 25 KHz, 99 % de potencia y 20 °C en un ultrasonido (Serie

DYT, Scientez, Ningbo-China). Se adicionó 500 μ L de acetato de etilo y se llevó a agitación mecánica por 2 min a 3000 rpm, luego se centrifugó a 14.000 rpm durante 5 min. Se tomó el sobrenadante y se transfirió a un microtubo de 2 mL, el proceso de extracción fue repetido dos veces más. El total del sobrenadante se secó bajo corriente de nitrógeno y reconstituido en cloroformo para su posterior análisis por Cromatografía Gaseosa GC. Para determinar la cantidad de acetato de α -terpenilo y de 1,8-cineol, En el microencapsulado y entrapado, se tomó 50 mg del producto, se adicionó 600 μ L de etanol y se agitó durante 2 min en vortex (Fisher Scientific, EEUU) a 3000 rpm.

Análisis sensorial

El perfil sensorial del aceite y microcápsulas de cardamomo se realizó por un equipo conformado por cinco panelistas entrenados según las normas: Métodos de Perfil de sabor (NTC 3929, ICONTEC 2009) y métodos de perfil de Textura (NTC 3932, ICONTEC, 2002).

Se diluyeron 2 gotas de cada muestra en 50 ml de agua previamente calentada a una temperatura aproximada de 50 °C, posteriormente se entregaron para ser evaluadas por un equipo conformado por cinco panelistas entrenados, donde se identificó y seleccionó el conjunto de descriptores relevantes que dan la máxima información sobre los atributos sensoriales del producto objeto de estudio y se valoró las intensidades con el panel entrenado utilizando una escala de calificación de 0 a 5 para todos los descriptores donde: 0: Ausencia 1: Muy bajo 2: Bajo 3: Moderado 4: Alto 5: Muy Alto.

Resultados y discusión

Obtención de la materia prima (semilla)

En la Tabla 8 se describe la información correspondiente a la Finca la Fortuna que se seleccionó como proveedora de la semilla de cardamomo empleadas en la extracción.

Tabla 8. Información de la finca La Fortuna proveedora de las semillas de cardamomo

INFORMACION DE CAMPO-PROYECTO CARDAMOMO (<i>Elettaria cardamomum</i> L)	
Productor: Dora M. Roman	Finca: La Fortuna
Vereda: Chaguaní	Municipio: Tarso
Latitud Norte: 5°52'44.64"	Longitud Este: 75°51'56.51"
ASNM: 1.266 m	Zona de vida: Bosque húmedo Premontano
T (°C): 22,4	Clima: Templado a Cálido
Tipo de suelo: FA	Sombrío MM RR BB O
Fecha de siembra 1: Julio 2011	Procedencia Vivero Canán
N° plantas vivas: 550	Área (Ha): 11
Distancia de siembra: Calle 3 m; plantas 3 m	N° Plantas: 1.000

Semilla de cardamomo utilizada para la extracción de aceite esencial

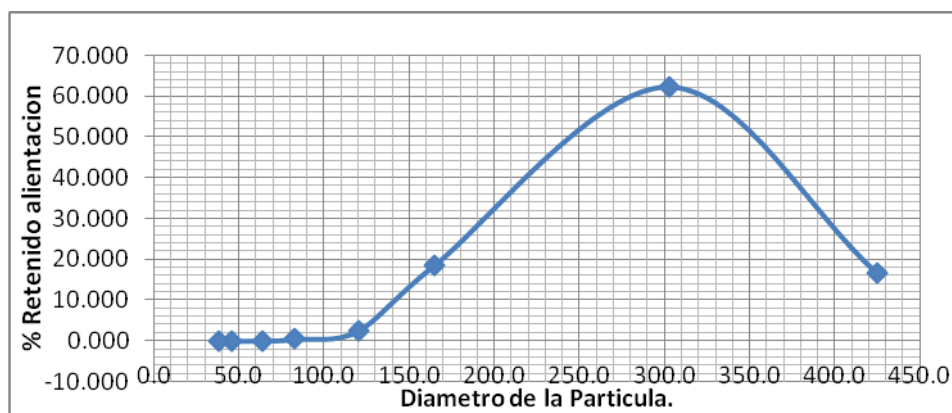
El tamaño de partícula de la semilla utilizada para la extracción por fluidos supercríticos tanto en el equipo a nivel laboratorio como en el semi-industrial fue de de 180 μm y \emptyset de 303, correspondiendo a un porcentaje del 62% del material retenido en la malla 80, tamaño ideal para ser sometida a la extracción. La tabla 9 y el gráfico 4 muestran los resultados del tamaño de partícula empleado para el proceso de

extracción; posterior al análisis granulométrico se analizó la humedad para la semilla molida, obteniendo un resultado por evaporación del agua de 11.65 ± 0.52 %.

Tabla 9. Análisis de granulometría la de semilla de cardamomo

Datos Tamiz		Alimentación		Resultados del tamizaje		
Malla	Abertura tamiz	Masa muestra	% retenido	ϕ Partícula	%retenido acumulado	% que pasa acumulado
#	μm	(g)	%	μm	%	%
40	425	41	17	425	17	83
80	180	154	62	303	79	21
100	150	46	19	165	97	3
170	90	6	2	120	100	0
200	75	1	0	83	100	0
270	53	0	0	64	100	0
400	38	0	0	46	100	0
Colector base	0	0	0	38	100	0

Gráfico 4. Diámetro de partícula de la semilla de cardamomo



Caracterización de la semilla de cardamomo

En la tabla 10 se presentan los resultados obtenidos de la caracterización bromatológica, fisicoquímica y microbiológica de la semilla de cardamomo con

denominación "oro" (sin cáscara), datos relevantes para definir los parámetros característicos de la materia prima proveniente del Suroeste antioqueño, para la obtención del aceite de cardamomo.

Tabla 10. Caracterización bromatológica y microbiológica de la semilla de cardamomo

Bromatológica	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación
Cenizas (%)	5.21	0,060	1,167
Humedad (%)	11.65	0,52	4,462
Extracto etéreo (%)	5.95	0,03	0,504
Proteína (%)	7.8	0,40	5,128
Fibra (%)	4.42	0,269	6,102
Fisicoquímica	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación
Actividad de agua (A_w) (g H ₂ O/100 g materia seca)	0.643	0,001	0,155
Capacidad calorífica (Kcal)	362.64	1,68	0,463
Microbiológica			
Recuento de microorganismos aerobios, mesófilos (UFC/g)		2600	
Recuento de coliformes (NMP/g)		<3	
Recuento de <i>Clostridium</i> sulfo-reductores (UFC/g)		Ausente	
Recuento de hongos y Levaduras (UFC/g)		310	
<i>E.coli</i> (NMP/g)		Ausente	
Aislamiento de Salmonella en 25g		Ausente	

De acuerdo con la Resolución 4241 de 1991 del Ministerio de Salud de Colombia (Minsalud, 1991) y según reportes USDA 2011, en la cual se definen las características de las especias o condimentos vegetales y se dictan normas sanitarias y de calidad de estos productos y de sus mezclas, los valores descritos en la Tabla 10 para la semilla de cardamomo molida, cumplen con los parámetros establecidos para ser empleada como materia prima en la obtención del aceite, como aditivo natural para la industria de alimentos.

Gil & Sáez (2005) reportaron los resultados de la caracterización bromatológica y fisicoquímica de semillas cultivadas en Antioquia para la extracción del aceite por arrastre de vapor, en el que se encontraron valores similares de cenizas (5,5 %), humedad (8,3 %), extracto (6,7 %) y calorías (341 kcal). De igual forma, los valores son similares a los reportados para la semilla de cardamomo, variedad Malabar, con proteína (6 %), humedad (9 %) y extracto etéreo (5,3 %), en todos los casos la fibra estuvo por debajo de los valores reportados debido posiblemente al empleo de la semilla sin cáscara (Gil y Sáenz, 2005; Nair, 2006). Ver Apéndice A.

Extracción del aceite de cardamomo

El tamaño de partícula de la semilla de cardamomo molido fue el correspondiente a 303 μm , el cual presentó un desempeño adecuado, al no dejar pasar material vegetal particulado (sólido) del tanque de extracción al de separación, aspecto que es indeseado para el óptimo funcionamiento del equipo. La humedad final promedio de la semilla de cardamomo fue 11.65 ± 0.52 %.

Extracción del aceite esencial de la semilla de cardamomo por fluidos supercríticos a escala de laboratorio.

Los resultados obtenidos de la extracción a escala de laboratorio para realizar el análisis estadístico, se describen en la Tabla 11. Estos fueron los resultados obtenidos de la extracción a escala de laboratorio a partir de las condiciones dispuestas en función de la variación de presión y temperatura, mediante el diseño central compuesto. La cantidad de ensayos se determinó según la cantidad de factores, aquí se tuvieron cuatro ensayos del componente factorial, más puntos centrales dando como resultado los ensayos. La matriz que genera el diseño de experimentos está compuesta

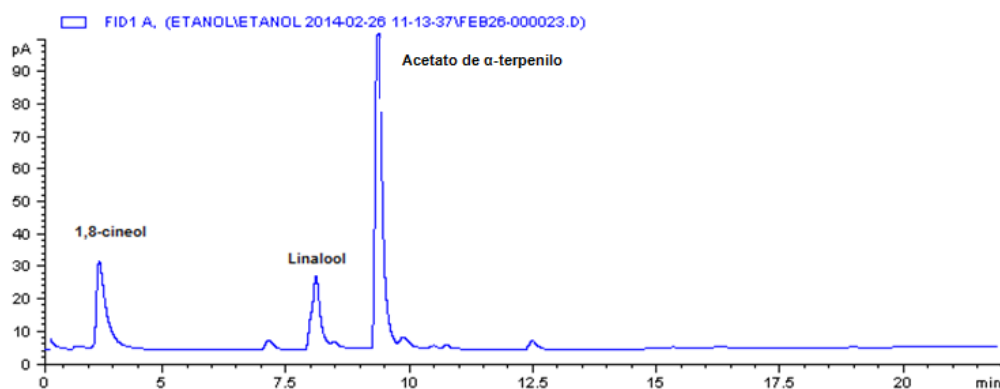
por los puntos factoriales (nivel 1 y nivel -1) y puntos centrales (nivel 0). Involucrando las variables y sus niveles reportados, se elaboró la matriz de experimentos con siete ensayos, cuyos resultados se presentan en la tabla 11, con los niveles de las variables codificadas.

Tabla 11. Rendimiento del aceite de cardamomo y concentración de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo, obtenidos por FSC a escala laboratorio.

Muestra	Condiciones de extracción	Rendimiento (%)	Concentración de 1,8-cineol (%p/p)	Concentración de acetato de α -terpenilo (%p/p)
1	50°C, 400 bares	1,45	1.99 \pm 0.005	37.00 \pm 0.2
2	60°C, 400 bares	0,68	2.00 \pm 0.02	39.70 \pm 0.2
3	50°C, 200 bares	1,24	1.71 \pm 0.003	25.70 \pm 0.2
4	60°C, 200 bares	0,58	1.61 \pm 0.02	24.40 \pm 0.1
5	55°C, 300 bares	0,78	2.50 \pm 0.2	38.69 \pm 0.09
6	55°C, 300 bares	0,88	4.16 \pm 0.006	46.48 \pm 0.01
7	55°C, 300 bares	0,97	4.01 \pm 0.02	52.60 \pm 0.4

El cromatógrama correspondiente al perfil del extracto encontrado a escala de laboratorio se muestra en el gráfico 5.

Gráfico 5. Perfil cromatográfico del extracto obtenido a escala de laboratorio



De acuerdo con los resultados presentados, se puede observar que el mayor rendimiento del aceite de cardamomo se obtuvo en los valores de (400 bares) y a una temperatura (50 °C). Lo que puede ser explicado por la capacidad que tiene el CO₂ en sus condiciones supercríticas de aumentar su difusividad, penetrabilidad y mayor transferencia de masa del soluto a las condiciones utilizadas, mejorando los rendimientos de extracción a pesar de no presentar una solubilidad superior a la de los solventes líquidos según (Luque de Castro et al., 1993, 31).

Por su parte, la concentración de acetato de α -terpenilo puede ser considerada la variable dependiente más susceptible, por afectarse con el aumento de la presión, debido al comportamiento que presenta el solvente con respecto a su capacidad baja de extraer compuestos polares y solubilizando mejor los compuestos apolares, de esta forma el CO₂ tendrá la capacidad de extraer mayor concentración del acetato de α -terpenilo por presentar una estructura cíclica como la del ciclohexeno y la cadena alifática, a pesar de poseer un grupo funcional polar como el éster, similar a los resultados obtenidos en las extracciones realizadas con hexano (Luque de Castro et al., 1993, 78; Nair, 2006, 359).

Por último, la concentración de 1,8-cineol no fue afectada por la variación de temperatura ni presión a pesar de ser menos polar que el acetato de α -terpenilo y posiblemente sea debido al impedimento estérico por presencia de un oxa-biciclo en su estructura que dificulta la penetrabilidad del solvente y se refleja en una concentración del compuesto en una escala menor en todos los rangos evaluados de las variables (Carey, 2000).

El diseño central compuesto utilizado en el presente trabajo permitió elaborar una prueba de bondad de ajuste para la evaluación estadística del modelo matemático ajustado. En la tabla 12, se muestra el análisis de varianza del Rendimiento de aceite. El término residual que resulta al extraer la variabilidad total correspondiente a los términos del modelo fue, a su vez, utilizado para generar una prueba de bondad de ajuste al descomponerse en un término de error puramente aleatorio, y en un término de error, debido a la falta de ajuste del modelo. La falta de ajuste no significativa ($p > 0.05$) indica que la superficie de respuesta ajustan bien los datos, por lo tanto, se pudo tomar su función polinómica para encontrar las combinaciones óptimas que se deseen analizar de la presión y temperatura. Además, se puede observar que la temperatura afecta de forma significativa ($p < 0,05$) la variable respuesta caso contrario sucede con la presión.

Tabla 12. Análisis de varianza para el Rendimiento

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Temperatura	0,511225	1	0,511225	56,59	0,0172
B:Presión	0,024025	1	0,024025	2,66	0,2445
AB	0,003025	1	0,003025	0,33	0,6213
Falta de ajuste	0,0210583	1	0,0210583	2,33	0,2664
Error puro	0,0180667	2	0,00903333		
Total (corr.)	0,5774	6			

El coeficiente de determinación para el modelo es de 93,22 %, lo cual indica que las variables independientes (Temperatura, presión y la interacción) afectan un 93,22 % el rendimiento del producto. Y el R^2 ajustado es de un 86,44 %, lo cual indica que el modelo cuadrático ajusta un 86,44 % los resultados experimentales.

En la ecuación 5 se observa el polinomio ajustado correspondiente al experimento del trabajo de investigación, según esta ecuación se puede determinar que la temperatura cuando aumentan del nivel inferior al nivel superior, causa disminución del rendimiento en 0,055 y la presión cuando aumenta del nivel inferior al superior, aumenta el rendimiento en 0,0038 respectivamente.

Ecuación 5. Análisis estadístico

$$y = 3,7325 - 0,055x_1 - 0,0038x_2 + 0,000055x_1x_2 \quad (5)$$

Donde,

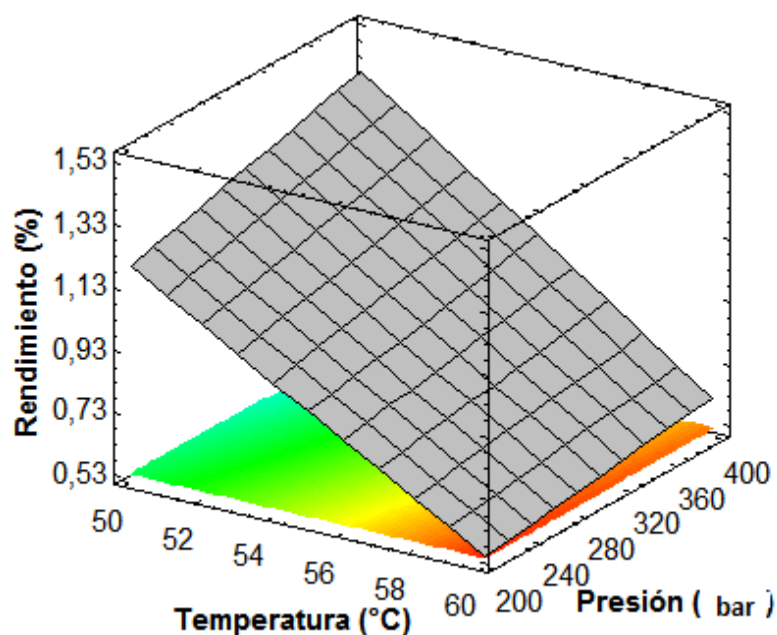
y= Rendimiento

X₁= Temperatura

X₂= Presión

La ecuación 5 se empleó para generar la superficie de respuesta que se muestra en el Gráfico 6, de los resultados obtenidos del efecto de las variables se puede inferir que el rendimiento de aceite aumenta a altas presiones, y a bajas temperaturas.

Gráfico 6. Resultado del diseño estadístico para escalar la extracción por fluidos supercríticos a nivel semi-industrial.



Con base en el comportamiento descrito, los mejores valores encontrados para escalar el proceso de extracción por fluidos supercríticos en el equipo semi-industrial en el rango establecido son 50 °C y 400 bar, de acuerdo al Análisis de Superficie de Respuesta, como se muestra en la tabla 13.

Tabla 13. Resultado del Diseño estadístico para escalar la extracción por fluidos supercríticos a nivel semi-industrial

Factor	Bajo	Alto	Mejores valores
Temperatura	50,0	60,0	50,0
Presión	200,0	400,0	400,0

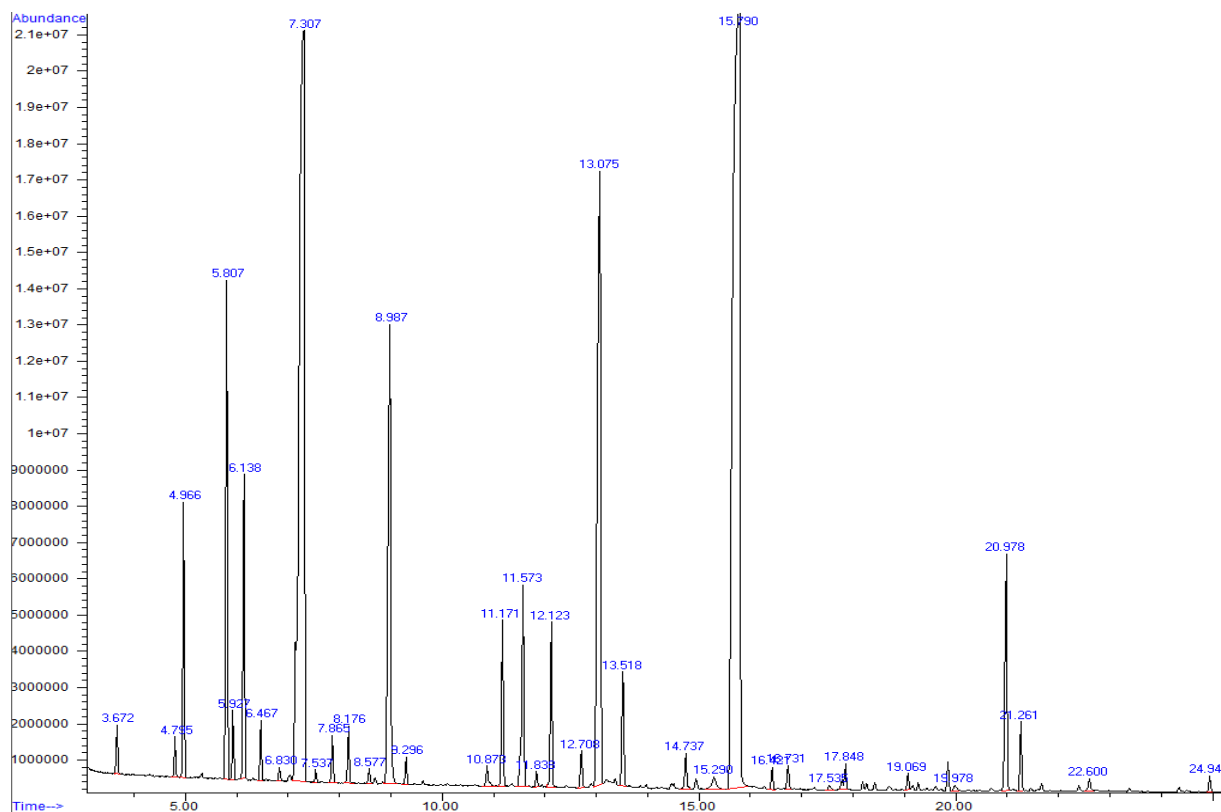
Los valores observados y ajustados por el polinomio cuadrático, se presentan en la tabla 14.

Tabla 14. Resultados estimados para rendimiento (%)

Orden	Valores Observados	Valores Ajustados
1	1,45	1,40
2	0,68	0,63
3	1,24	1,19
4	0,58	0,53
5	0,78	0,94
6	0,88	0,94
7	0,97	0,94

Extracción de aceite de cardamomo por fluidos supercríticos a escala semi-industrial.

En el Gráfico 7 se detalla el perfil cromatográfico semi-cuantitativo obtenido por GC-EM correspondiente al extracto producido a escala semi-industrial.

Gráfico 7. Perfil cromatográfico del extracto obtenido a escala semi-industrial

Se identificaron a partir del análisis por GC-EM 27 compuestos, en los que se destaca la presencia de los dos compuestos objeto de estudio, seguidos por el linalol y α -terpineol. En la Tabla 15 se listan los compuestos identificados al comparar con los espectros de la librería NIST, con porcentajes de concordancia superior a 90 %.

Tabla 15. Perfil semi-cuantitativo del extracto obtenido por GC-EM

Pico	Compuesto	Formula	Tiempo de retención (min)	Área	Porcentaje (%)
1	Y-terpinene	C ₁₀ H ₁₆	4.795	21.207.359,00	0,33
2	α-pineno	C ₁₀ H ₁₆	4.966	143.336.595,00	2,26
3	Sabineno	C ₁₀ H ₁₆	5.807	309.808.800,00	4,89
4	B-pineno	C ₁₀ H ₁₆	6.138	175.411.338,00	2,77
5	Octanal	C ₈ H ₁₆ O	6.467	35.135.598,00	0,55
6	Eucaliptol	C ₁₀ H ₁₈ O	7.307	1.507.847.015,00	23,81
7	Y-terpineno	C ₁₀ H ₁₆	7.865	28.120.754,00	0,44
8	cis-β-terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	8.176	32.841.071,00	0,52
9	Linalool	C ₁₀ H ₁₈ O	8.987	455.940.831,00	7,20
10	L-4-terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	11.171	107.592.721,00	1,70
11	α-terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	11.573	158.533.632,00	2,50
12	Pentacosene	C ₂₅ H ₅₀	12.123	100.804.609,00	1,59
13	Citral	C ₁₀ H ₁₆ O	12.710	23.588.696,00	0,37
14	Antranilato Linalil	C ₁₇ H ₂₃ NO ₂	13.078	768.923.058,00	12,14
15	Geraniol (α-citral)	C ₁₀ H ₁₆ O	13.516	72.720.547,00	1,15
16	α-terpineol acetate	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	15.775	2.112.792.806,00	33,36
17	Geraniol acetate	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	16.422	13.946.863,00	0,22
18	α-terpinyl propionato	C ₁₃ H ₂₂ O ₂	16.850	1.352.106,00	0,02
19	D-germacreno	C ₁₅ H ₂₄	19.204	4.960.738,00	0,08
20	Y-cadineno	C ₁₅ H ₂₄	19.849	19.207.200,00	0,30
21	Trans-nerolidol	C ₁₅ H ₂₆ O	20.981	175.760.800,00	2,78
22	Dendrasaline	C ₁₅ H ₂₆ O	21.368	43.792.026,00	0,69
23	Trans-Trans- famesal	C ₁₅ H ₂₄ O	24.889	10.231.883,00	0,16
24	Cis-Ácido oléico	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	33.000	3.176.872,00	0,05
25	Trans- geranigeraniol	C ₂₀ H ₃₄ O	33.587	1.169.415,00	0,02

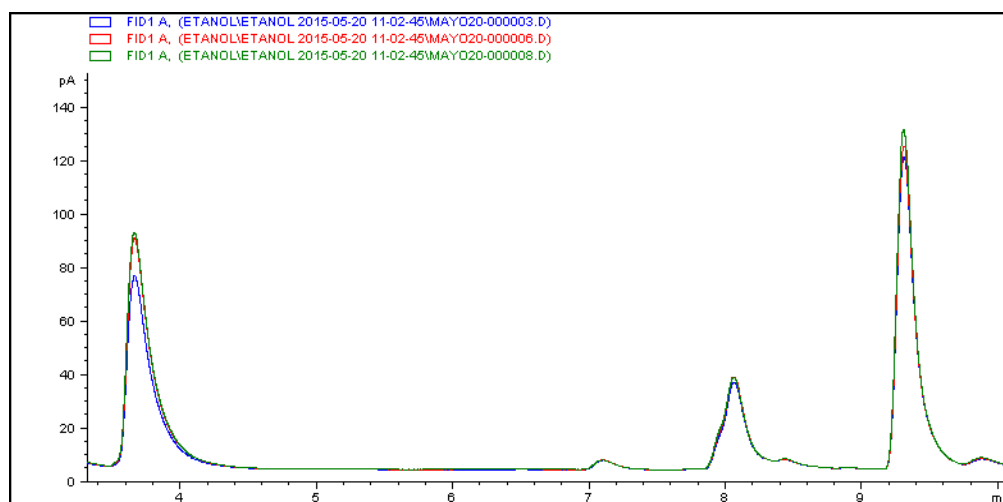
Pico	Compuesto	Formula	Tiempo de retención (min)	Área	Porcentaje (%)
26	Eicosano	C ₂₀ H ₄₂	35.739	1.814.729,00	0,03
27	Hexacoseno	C ₂₆ H ₅₄	38.994	3.478.057,00	0,05
TOTAL				6.333.496.119,00	100,00

Se puede observar un ligero desplazamiento de los tiempo de retención, ya que al cambiar algunas de las condiciones del método con respecto al evaluado por GC-FID, se pudieron separar un mayor número de compuestos lo que puede influir en este resultado, por esta razón se procedió a la cuantificación con los respectivos estándares para los compuestos de seguimiento (1,8-cineol y acetato de α -terpenilo).

Caracterización de los componentes del aceite esencial de cardamomo extraído por FSC a nivel semi-industrial

Los compuestos evaluados por GC-FID fueron α -fenaldreno, β -fenaldreno, α -terpineol, acetato de α -terpenilo y 1,8-cineol o Eucaliptol, pero de acuerdo al perfil encontrado se identificaron el acetato de α -terpenilo, 1,8-cineol y el Linalool, con tiempos de retención de 9.3, 3.4 y 8.1, respectivamente como se muestra en el Gráfico 9.

Gráfico 9. Caracterización de los componentes del aceite de cardamomo extraído a nivel semi-industrial



Las concentraciones en promedio que se encontraron de los compuestos de interés en el aceite esencial de cardamomo extraído a escala semi-industrial fueron $28,37 \pm 1,80$ % p/p del 1,8-cineol y $32,93 \pm 1,24$ % p/p para el acetato de α -terpenilo. El coeficiente de variación entre cada replica realizada en el método de cuantificación para las tres muestras fue de máximo 2,67 % y desviaciones por debajo de 0.8 %, valor inferior a los porcentajes recomendados por la AOAC (2005).

Nair (2006) a partir de todos los estudios realizados a esa fecha, para la obtención de aceite esencial reportó la presencia de 29,7 % de 1,8-cineol y 37,0 % de acetato α -terpenilo extraído por fluidos supercríticos similares a los encontrados en el presente estudio a escala semi-industrial (Nair, 2006) y Gochev y otros (2012) reportaron 29,2 % de 1,8-cineol y 36,8 % de acetato de α -terpenilo.

Se obtuvo un rendimiento de 8.54 ± 0.04 %, el cual supera el porcentaje reportado a escala de laboratorio (1,1%) debido a las ventajas técnicas del equipo

semi-industrial, por la disponibilidad de dos separadores y el control que se tiene sobre la temperatura y presión de salida del extractor, este último parámetro no es controlado en el equipo Thar.

Hamdam, et al., (2007) reportó un rendimiento de $6,65 \pm 0,41$ % obtenido con CO_2 como solvente a 300 bares y 35 °C y los porcentajes más altos los encontraron empleando propano a 500 bares y 25 °C ($7,24 \pm 0,37$ %). En todos los casos, los rendimientos fueron inferiores a los obtenidos en el presente estudio, lo cual pudo estar influenciado por la diferencia en la temperatura empleada tanto en el extractor como en la salida del separador (Hamdan et al, 2007).

En otros estudios realizados por métodos convencionales se encontraron rendimientos por arrastre con vapor (4,7 %), hidrodestilación (5 %) y con solventes orgánicos (6,5 %) contraste que se presenta con los resultados obtenidos en este estudio, debido a las capacidades hidrodinámicas y de transferencia de masa del CO_2 en condiciones críticas con respecto a la de los líquidos, especialmente por su difusividad (A 40 °C, CO_2 : $D_{12} \times 10^4 \text{ cm}^2/\text{s}$ y líquidos: $0,1-0,4 \text{ cm}^2/\text{s}$), menor viscosidad, sumado a su baja tensión superficial (Vesovic y Wakeham, 1991).

Para la caracterización del extracto líquido y libre de precipitados obtenido a escala semi-industrial realizado a las condiciones maximizadas para los rangos evaluados de presión y temperatura obtenidos a escala de laboratorio, se realizó las pruebas descritas en Tabla 16, donde se resume el perfil del aceite esencial y demás componentes obtenidos a partir del cardamomo cultivado en el Suroeste antioqueño. Ver Apéndice B.

Tabla 16. Caracterización del extracto de cardamomo extraído por FSC a escala semi-industrial.

Característica	Valores	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación
Rendimiento (%)	8,54	0,04	0,468
Ácidos grasos libres (mg/KOH/g)	21,39	0,244	1,14
Índice de saponificación (mg/KOH/g)	78,06	0,05	0,067
Índice de peróxido (meq/kg)	11,29	0,023	0,20
Índice de yodo (cg I ₂ /g)	102,91	0,085	0,083
Índice de refracción a 25°C	1,48	0,01	0,675
Densidad a 20°C	0,931	0,002	0,284
Punto de humo (°C)	116,23	0,103	0,088
Punto de frio (°C/h)	6,0	0,152	2,450
Compuestos polares triglicéridos	No	No	No
Capacidad de Absorbancia del oxígeno radical (ORAC) μmol TE/100g	4991,77	3,248	0,065
Color (IC)	+2 a +20	No	No
1,8-cineole/1,8 epoxi- <i>p</i> -metano o Eucaliptol (%p/p)	28,372	1,979	6,976
Acet.3-ciclohexeno-1-metanol,α-4-trimetilo o acetato de α-terpenilo(%p/p)	32,93	1,6	3,453

Los resultados para los diferentes índices reportados están relacionados con la calidad del aceite, el valor obtenido para el índice de peróxido por encima de 5, indican el comienzo de un deterioro por oxidación al exponer la muestra a la luz u oxígeno, ya que el análisis fue realizado posterior a la tercera semana de la extracción, pero el resultado presentado aún se encuentra dentro de los límites estipulados según la reglamentación de la Comunidad Económica Europea CEE N.º 2568/91 para uno de los aceites vegetales de mayor uso, como es el de oliva, que define un índice máximo de 20 meq/kg. Adicionalmente conserva valores por debajo a los determinados para el aceite de soya (70 meq/kg) y de palma-canola después de tres semanas de almacenamiento (Mobin et al., 2010). Como control es importante la protección del

material encapsulado, seleccionando un buen y adecuado empaque o de una tecnología complementaria como la microencapsulación.

El índice de saponificación para el aceite de cardamomo fue similar a algunos valores reportados para el aceite esencial del Guggul (Siddique, Thomas & Prasad, 2013).

El índice de yodo hace referencia a la cantidad de insaturaciones presentes, para el aceite de cardamomo este índice ubicado entre 100 y 150 corresponde aceites con presencia de ácidos grasos que poseen dobles enlaces, similar al aceite de girasol, algodón y soya, probablemente por la presencia de ácido linoléico.

Los valores obtenidos para la densidad e índice de refracción coinciden con los reportados en estudios previos del aceite de cardamomo y son similares al aceite de cártamo (Secretaría de Economía, 2007; Nair, 2006).

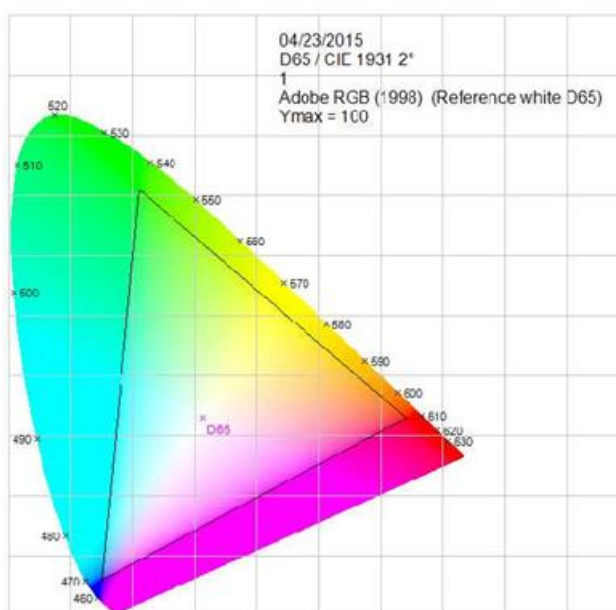
Adicionalmente, el aceite presentó una capacidad antioxidante de 4990,97 $\mu\text{mol TE}/100\text{ g}$ por el método de ORAC, para moras azules crudas (*blueberries*) otros autores reportan valores de 4848 $\mu\text{mol TE}/100\text{ g}$ y para manzanas rojas sin piel 4859 $\mu\text{mol TE}/100\text{ g}$, propiedad funcional que puede estar relacionada con algunos de los beneficios sobre la salud, que se relacionan con este material vegetal (Haytowitz & Bhagwat, 2010).

Evaluación de color al aceite de cardamomo

Con respecto al color, el aceite se encontró dentro del rango (+2, +20) que corresponde a amarillo pálido y naranja intenso, lo cual coincide con su aspecto y se aleja de descripciones realizadas antes por Naik & Maheswari (1988) para la extracción por FSC, que lo clasifican como verde pálido por tener valores de IC entre (-2 y +2),

esta diferencia puede ser debida a las condiciones de extracción empleadas por los autores (20 °C y 55–58 bar), las cuales pueden permitir una mayor extracción de clorofila y feofitinas, tanto con el empleo de CO₂ como solvente al igual que con propano, así como lo demuestra el estudio posterior realizado por Hamdan et al. (2008). Además, la semilla tratada en este estudio estaba libre de cáscara, la cual tiene un mayor contenido de clorofila (Naik y Masheshwri, 1988; Hamdan et al, 2008). Los resultados de color obtenidos se muestran en el gráfico 8.

Gráfico 8. Color del aceite de cardamomo



Estabilidad de la emulsión

Una de las pruebas de soporte para verificar la estabilidad de la emulsión es el potencial Z y según los resultados obtenidos con valores menores a -32,15 Mv (Tabla 17) indican que la emulsión de cardamomo de partida del proceso de microencapsulación fue estable, ya que coincide con la recomendación realizada por Rabino Karla (2015), en la cual recomienda un potencial Z más positivo a +30 mV o

más negativo que -30mV, valores correspondiente a las fuerzas electrostáticas generadas en la doble capa de Sturmer que generan una mayor repulsión entre las cargas produciendo mejor estabilidad.

Tabla 17. Potencial Z de la emulsión del extracto de cardamomo

Muestra	Valores	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación
Muestra 1	-32,38			
Muestra 2	-32,15	-32,15	0,23	-0,715
Muestra 3	-31,92			

Caracterización de las microcápsulas

Una de las principales ventajas de la microencapsulación es la protección de los sabores y la capacidad para incorporar aditivos no polares en matrices polares, como es el caso del aceite esencial de cardamomo, por esta razón la estabilidad de la emulsión, la eficiencia de la microencapsulación, el tamaño de partícula y la distribución de esta en las microcápsulas entre otras propiedades determinarán su capacidad de solubilizar los compuestos aromáticos, de allí que a continuación se reporten los resultados obtenidos correspondientes a su caracterización.

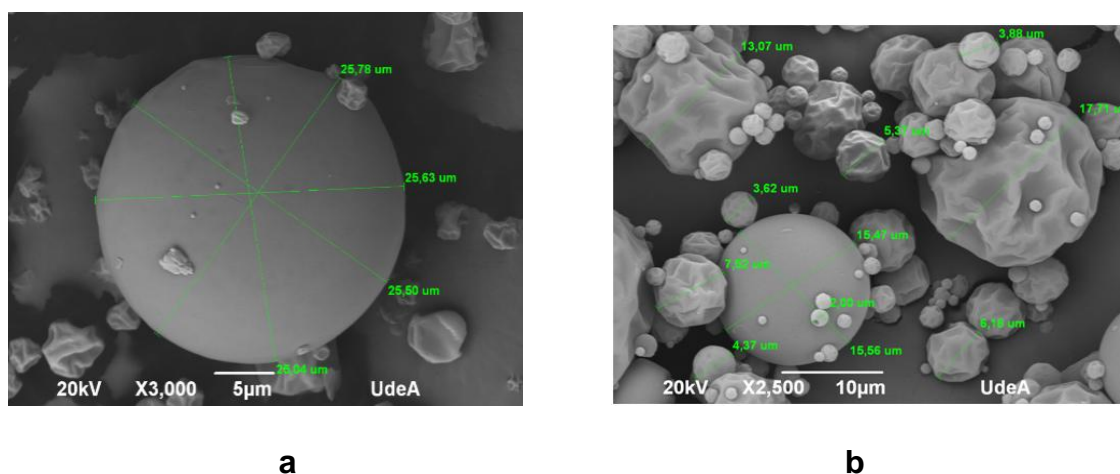
Eficiencia de la microencapsulación

La eficiencia de la microencapsulación fue de $36,4 \pm 0,03$ % para el 1,8-cineol y $34,7 \pm 0,05$ % de acetato de α -terpenilo. Krishnan y Col (2005) reportaron una eficiencia de encapsulación máxima aproximadamente de 22 % para los dos compuestos.

Tamaño de partícula

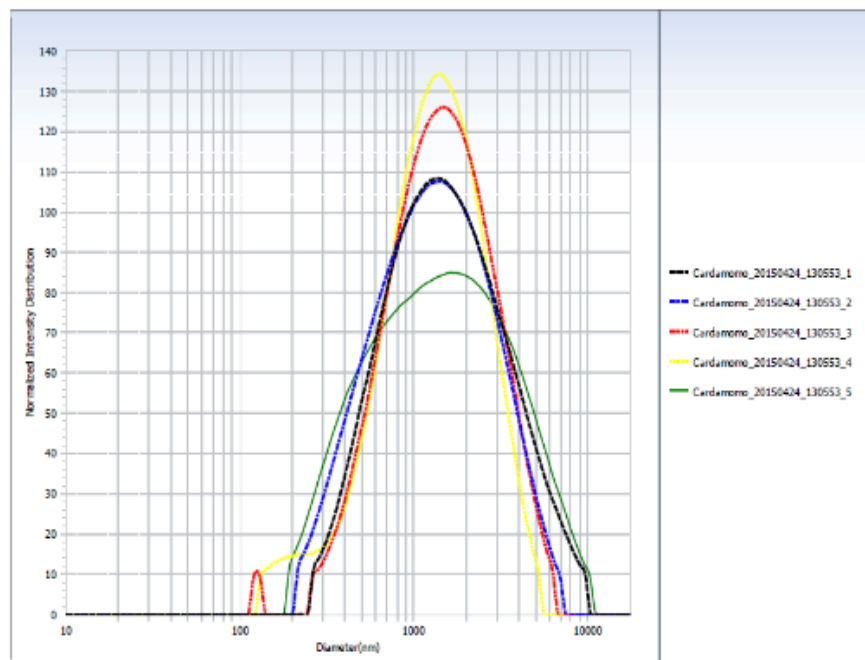
En el Gráfico 10 se observa el tamaño de partícula de las microcápsulas obtenido por SEM que van entre 12,20 y 25,78 μm , rango que actúa como un indicador del efectivo proceso de recubrimiento y no de un simple secado.

Gráfico 10. Tamaño de partícula de las microcápsulas determinadas por SEM



En el Gráfico 11 el pico máximo correspondiente a la distribución del tamaño de partícula del 50% de las microcápsulas en solución acuosa a temperatura ambiente correspondió a 13,18 μm .

Gráfico 11. Distribución del tamaño de partícula calculado por Nanoplus



La confirmación de la microencapsulación y la reducción del tamaño de partícula por el efecto de la homogenización de la emulsión, conllevan a asociar esta presentación del aceite con una solubilidad en medio acuoso de 0,2 g/100g H₂O a temperatura ambiente y de 4,5 g/100g H₂O a 90 °C. El valor de solubilidad a temperatura ambiente es un referente que encaja en la recomendación de la industria para la aplicación de aromas en polvo (entre 0,2 y 0,5 %), lo cual indica la posible aplicación de este aditivo en bebidas acuosas, sin que se alejen de las características sensoriales del aceite, como se demostró anteriormente y como alternativa para usarlo en matrices polares sin que se presente separación de fases, como ocurre con el aceite en estado líquido.

Solubilidad

El valor de la solubilidad para las microcápsulas de cardamomo fue de 0,400g/50mL de agua, lo que equivale a un 0,2 % de solubilidad, como se muestra en la tabla 18.

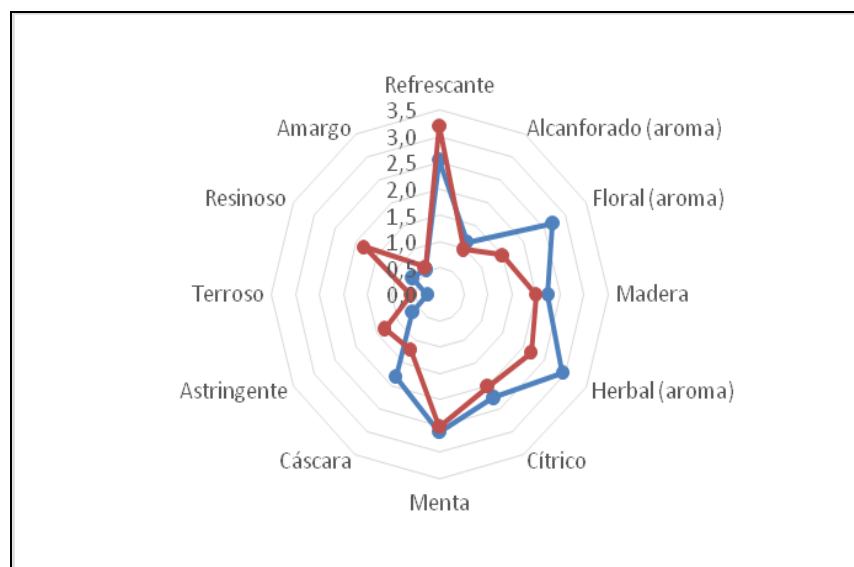
Tabla 18. Solubilidad Microcápsulas de Cardamomo

Característica	Valores	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación
Solubilidad (%)				
Muestra 1	0,2			
Muestra 2	0,2			
Muestra 3	0,19	0,198	0,004	2,258
Muestra 4	0,2			
Muestra 5	0,2			

Caracterización sensorial del aceite de cardamomo y de las microcápsulas

Cada una de las características que definen este aceite esencial de cardamomo conduce a un producto con valor agregado de un perfil sensorial, las cuales son reportadas por primera vez para este material vegetal proveniente del departamento de Antioquia. Los resultados se describen de color azul para el aceite y de color rojo para las microcápsulas en la Gráfico 12.

Gráfico 12. Análisis sensorial aceite de cardamomo y microcápsulas



De acuerdo con Raghavan (1996) y Govindarajan (1982) la calidad sensorial del cardamomo y sus derivados están clasificados como balanceado, intenso o ausente de sabores indeseados.

Según el análisis realizado, los descriptores comprendidos por una escala definida entre 0 y 5, que más sobresalieron en el aceite, fueron: Herbal (3.0 ± 0.4), Menta (2.6 ± 0.3), Floral (2.7 ± 0.4), Cítrico (2.3 ± 0.4) y Refrescante (2.6 ± 0.4) diferenciando el producto de aquellos aditivos obtenidos a partir de cardamomo, empleados como refrescantes bucales que se caracterizan por su astringencia, además corresponde a los atributos principales como balanceados debido a la presencia de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo, similar al cardamomo largo que es considerado superior al cardamomo común (Nair, 2006, 323e).

Con respecto al aceite microencapsulado, se puede resaltar que los atributos refrescante (3,2) y Menta (2,5) son los que más sobresalen por su intensidad y

aparecen dos atributos no deseados Resinoso (1,8) y Amargo (0,6), debido posiblemente a las condiciones de temperatura durante el tratamiento térmico y su comportamiento en la presencia de los materiales encapsulantes, de allí que este atributo solo se presente en el aceite microencapsulado. Ver apéndices C y D: fichas técnicas.

Conclusiones

La caracterización bromatológica y microbiológica de la semilla de cardamomo proveniente del suroeste antioqueño cumple con los estándares exigidos en la normativa colombiana para ser categorizada como materia prima para la industria de alimentos. Siendo el mayor porcentaje que se encontró la proteína.

La extracción por fluidos supercríticos con CO₂ a escala semi-industrial del aceite esencial de las semillas de cardamomo se realizó a las mejores condiciones de presión (400 bares) y temperatura (50 °C) condiciones que se encontraron en el análisis a escala de laboratorio, permitieron obtener buen rendimiento del aceite esencial (8,54 %), caracterizado por la presencia de compuestos volátiles superiores al 90 % destacándose la presencia de el 1,8-cineol (28,37 %) y el acetato de α -terpenilo (32,93 %) tanto en la identificación por cromatografía gaseosa GC y por cromatografía gaseosa acoplada a masas GC-EM, que corresponde a un perfil sensorial con atributos que sobresalen a herbal, menta, floral y refrescante, pero bajo en aroma alcanforado.

Las microencapsulación del extracto permitió obtener una eficiencia con respecto al porcentaje encapsulado de 1,8-cineol (36,4 %) y de acetato de α -terpenilo (34,7 %), así mismo esta presentación del extracto es una opción para el uso del extracto de cardamomo en polvo a temperatura ambiente con una solubilidad en medio acuoso de 0,2 g/100g H₂O, propiedad que facilita la incorporación en diferentes matrices alimentarias dado el tamaño de partícula

que se evaluó por SEM que van entre 12,20 y 25,78 μm , y donde el 50 % de las microcápsulas en solución acuosa a temperatura ambiente correspondió a 13,18 μm y con un perfil sensorial donde sobresalen el refrescante, el herbal y la menta, pero bajo en aroma astringente.

Referencias

- Álvarez, R., Carvalho, C. P., Sierra, J., Lara, O., Cardona, D., & Londoño-Londoño, J. (2012). Citrus juice extraction systems: effect on chemical composition and antioxidant activity of clementine juice. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(3), 774–81. <http://doi.org/10.1021/jf203353h>
- Ares, G. (2011). Nuevas metodologías para la caracterización sensorial de alimentos. *Nuevas Metodologías Para La Caracterización Sensorial de Alimentos*. Uruguay. Retrieved from <http://www.innova-uy.info/docs/presentaciones/20111013/GastonAres>
- Arias Gonzáles, A. M. G. C. D. M. (2012). *Estandarización de la técnica cromatografía gaseosa capilar para la identificación y cuantificación de fitoesteroles en semillas de Luffa Cylindrica*. Pereira.
- Asbahani, a. El, Miladi, K., Badri, W., Sala, M., Addi, E. H., Casabianca, H., ... Elaissari, A. (2015). Essential oils: From extraction to encapsulation. *International Journal of Pharmaceutics*, 483(1-2), 220–243. <http://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2014.12.069>
- Bauer, Kurt; Dorothea, G. (2001). *Common Fragrance and Flavor Materials. Preparation, Properties and Uses*. (Wiley-VCH). Weinheim (Germany).
- Beristain, C. I., Garcia, H. S., & Vernon-Carter, E. J. (2001). Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. *Lebensmittel-Wissenschaft Und-Technologie*, 34(6), 398–401. <http://doi.org/10.1006/fstl.2001.0779>
- Bikash R. Sardar, R. S. S. (2013). Characterization of co-crystallized sucrose entrapped with cardamom oleoresin. *Journal of Food Engineering*, 117, 521–529. Retrieved from elsevier.com/locate/jfoodeng
- Cabrera Padilla, R. Y. (2014). Drying of banana paste in rotatory dryer with inert bed. *Secagem de pasta de banana em secador rotativo com recheio de inertes*, 17(41-50), 10. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1590/bjft.2014.007>
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(1), 420–428.
- Carey, F. A. (2000). *Stereochemistry, Conformation, and Stereoselectivity. Advanced Organic Chemistry: Part A: Structure and Mechanisms* (5th Editio). Springer.
- Carvalho, A. M., Gonzalez, L. M., Valente, I. M., A., R., Barros, J., & A., A. (2011). Analysis of Cardamonin by Square Wave Voltammetry, 23, 396–399.
- Ceballos, A. M. (2008). *Estudio Comparativo De Tres Sistemas De Secado Para La Producción De Un Polvo Deshidratado De Fruta (Tesis de Maestría)*. Universidad Nacional de Colombia.
- Cerutti, M., & Neumayer, F. (2004). Aceite Esencial de Limón, 149–155. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=87701214>.
- Comex. (2015). *Comité de Comercio Exterior*. Recuperado de:[http:](http://)

[//trade.nosis.com/es/Comex/Importacion-Exp](http://trade.nosis.com/es/Comex/Importacion-Exp).

- De Suremain, C. E. (1993). Entre la “tradición” y la “situación” las causas del abandono del cultivo de cardamomo en una gran finca cafetalera de Guatemala. *Diario Oficial de la Comunidad Europea*. (1999). Sustancias aromatizantes utilizadas en o sobre los productos alimenticios.
- Diaz, Carlos; Vallejo William; Miranda, J. (2013). tetracarboxifenilporfirina de hierro (III) adsorbida sobre dióxido de silicio por dispersión dinámica de luz, (Iii), 187–195.
- Dizaji, M., Hamidi, A., Chegini, G., Khazaei, J., & Mansuri, A. (2015). Influence of Hot Bed Spray Dryer Parameters on Physical Properties of Peppermint (*Mentha piperita* L.) Tea Powder. *International Journal of Food Engineering*, 11(1), 115–125. <http://doi.org/10.1515/ijfe-2014-0182>
- Engelman, E. (1865). Los colores. Retrieved from <https://adelossantos.files.wordpress.com/2010/10/teroria-del-color>.
- Feng, Z. H., Yangb, X.-H., & Wang, Y. (2011). Microwave assisted extraction of secondary metabolites from plants: Current status and future directions. In *Trends in Food Science and Technology*.
- Fernández-Trujillo, J. P. (2007). Extracción convencional de oleorresina de pimentón dulce y picante I. Generalidades, composición, proceso e innovaciones y aplicaciones. *Grasas Y Aceites*, 58(3), 252–263.
- Gangurde, A. ;, Sav, A. ;, Javeer, S., Moravkar, K., Pawar, J., & Amin, P. (2015). Modified extrusion-spherionization as a technique of microencapsulation for stabilization of choline bitartrate using hydrogenated soya bean oil, 5(4). <http://doi.org/10.4103/2230-973X.167696>
- Garzón, M. A. G., Tamayo, L. M. A., Sánchez-Camargo, A. D. P., & Cardona, L. D. J. M. (2011). Secado por aspersion: Una alternativa para la conservación de los compuestos bioactivos y aromáticos del extracto de ajo (*Allium sativum* L.). *Revista Lasallista de Investigacion*, 8(2), 40–52.
- Gil Garzón, M. A., Londoño-Londoño, J., Hurtado, María Isabel Millán Cardona, L. D. J., & Sanabria Rincón, C. C. (2013). Aplicación de la páprika extraída por fluidos supercríticos y microencapsulada por spray-drying en un producto embutido. Una alternativa como colorante natural. *Revista Lasallista de Investigacion*, 9(2), 87–101.
- Gil Pavas, E., & Sáenz Vega, A. (2005). Evaluación a escala de planta piloto del proceso industrial para la obtención de aceite esencial de cardamomo, bajo la filosofía “Cero Emisiones,” 42.
- Gil, M., Restrepo, A., Millán, L., Alzate, L., & Rojano, B. (2014). Microencapsulation of Banana Passion Fruit (*Passiflora tripartita* Var . *Mollissima*): A New Alternative as a Natural Additive as Antioxidant, (March), 671–682.
- Gochev, V., Girova, T., Stoilova, I., Atanasova, T., Nenov, N., & Soyanova, A. (2012). Low temperature extraction of essential oil bearing plants by liquefied gases . 7 . Seeds from cardamom (*Elettaria cardamomum* (L .) Maton), 1(2), 135–139. <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.12.012>
- Goldstein, J. (2003). *Microscopía electrónica de barrido y microanálisis de rayos X-Ray Microanalysis, Second Edition; Scanning Plenum Press*.
- Gopalakrishnan, N., & Narayanan, C. S. (1991). Supercritical carbon dioxide extraction

- of cardamom. *J. Agric. Food Chem.*, *39*, 1976–1978.
- Guardiola Jorge y Bernal Jenifer. (2009). Factores que influyen en la adopción de los cultivos no tradicionales: El Caso de Guatemala 1. *Agroalimentaria*, *28*.
- Guardiola, J., & Bernal, J. (2009). Factores influyentes en la adopción de cultivos no tradicionales: el caso de Guatemala. *Agroalimentaria*, *15*, 31,33,.
- Gulsah, C. S. (2013). The effects of the different drying conditions and the amounts of maltodextrin addition during spray drying of sumac extract, *10*.
- Hamdan, S., Daood, H. G., Toth-Markus, M., & Illés, V. (2007). Extraction of cardamom oil by supercritical carbon dioxide and sub-critical propane, *6*. Retrieved from <http://doi.org/10.1016/j.supflu.2007.08.009>.
- Hamdan, S., Daood, H. G., Toth-Markus, M., & Illés, V. (2008). Extraction of cardamom oil by supercritical carbon dioxide and sub-critical propane. *Journal of Supercritical Fluids*, *44*(1), 25–30. <http://doi.org/10.1016/j.supflu.2007.08.009>
- Han, B., & Zhang, J. (2009). Supercritical CO₂-continuous microemulsions and compressed CO₂-expanded reverse microemulsions. *Journal of Supercritical Fluids*, *47*, 531–536.
- Haytowitz, D. B., & Bhagwat, S. (2010). *USDA Database for the Oxygen Radical Absorbance Capacity (ORAC) of Selected Foods, Release 2 Prepared by*.
- Herráez, R; Maurí, A. (2010). Curso Teórico-Práctico de Análisis Industrial.
- Herrero, M., Mendiola, J. A., Cifuentes, A., & Ibañez, E. (2010). Supercritical fluid extraction: Recent advances and applications, *17*.
- Hoyos, R., & Afanador, L. (2010). Evaluación de Plántulas de Cardamomo (*Elletaria cardamomum* (L.) Maton) por su resistencia in vitro al filtrado de cultivo de *Fusarium oxysporum*.pdf, *17*, 11.
- Huang, Y., S.L, L., & S.H, H. (2000). Bioactivities of essential oil from *Elletaria cardamomum* (L.) Maton. to *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst), *11*.
- Huang, Y.-L., Gow-Chin Yen¹, F. S., Lin, J.-Y., & Chau, C.-F. (2007). Dose effects of the food spice cardamom on aspects of hamster gut physiology, *602*. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17440996>.
- Khan, M. K., Abert-Vian, M., Fabiano-Tixier, A.-S., Dangles, O., & Chemat, F. (2010). Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis* L.) peel. *Food Chemistry*, *119*(2), 851–858. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.08.046>
- Kishore, K., Kalita, H., Singh, M., Avasthe, R., Pandey, B., & Denzongpa, R. (2011). Pollination studies in large cardamom (*Amomum subulatum* Roxb.) of Sikkim Himalayan region of India, *7*.
- Krishnan, Savitha, Bhosale, Rajesh, Singhal, & S., R. (2005). Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials, *8*.
- Kumar Surendra, V., Vartika, J., & Dharm Pal, S. (2012). Effect of Greater cardamom (*Amomum subulatum* Roxb.) on blood lipids, fibrinolysis and total antioxidant status in patients with ischemic heart disease, *5*.
- Kumari, S., & Abhijit, D. (2013). Protective effect of *Elletaria cardamomum* (L.) Maton against Pan masala induced damage in lung of male Swiss mice, *7*.

- Lawrence, B. M. (2003). *Essential Oils 1995-2000* (Natural Fl). 183, Allured Publishing Corp. Carol Stream, IL, USA.
- Lucchesi, M. E., Smadja, J., Bradshaw, S., Louw, W., & Chemat, F. (2007). Solvent free microwave extraction of *Elletaria cardamomum* L.: A multivariate study of a new technique for the extraction of essential oil. *Journal of Food Engineering*, 79(3), 1079–1086. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.03.029>
- Lucchesie, M. E., Smadja, J., Bradshaw, S., Louw c, W., & Chemat, F. (2007). Solvent free microwave extraction of *Elletaria cardamomum* L.: A multivariate study of a new technique for the extraction of essential oil2., 1.
- Luque de Castro, M. D., Valcárcel, M., & Valcárcel Cases, M. (1993). Características fisicoquímicas de los fluidos supercríticos. In S. A. Reverté (Ed.), *Extracción con fluidos supercríticos en el proceso analítico* (pp. 47–118). Barcelona.
- Malvern. (2004). Zetasizer Nano Series User Manual. *Department of Biochemistry Biophysics Facility , University of Chambridge*, (2), 207. [http://doi.org/10.1016/S0294-3506\(99\)80105-7](http://doi.org/10.1016/S0294-3506(99)80105-7)
- Marongiu, Bruno, Piras, Alessandra, & Porceda, S. (2004). Comparative Analysis of the Oil and Supercritical CO2 Extract of *Elettaria cardamomum* (L.) Maton.pdf, 5. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15453700>.
- Masada, Y. (1997). *Analysis of Essential Oils by gas chromatography and Mass spectrometry* (John Wiley). Nueva York.
- Miguel, A. M. (2007). *Evaluación antimicrobiana y antioxidante de extractos de la cáscara de naranja (Citrus Sinensis) variedad valencia*.
- Mobin Siddique, B., Ahmad, A., Hakimi Ibrahim, M., Hena, S., Rafatullah, M., & Omar A. K. M. (2010). Physico-chemical properties of blends of palm olein with other vegetable oils. *Grasas Y Aceites*, 61(4), 423–429. <http://doi.org/10.3989/gya.010710>
- Montgomery, D. (2001). Response surface methods and other approaches to process optimization. In *Design and analysis of experiments* (5th ed.). new York: Wiley.
- Moteki, H., Hibasami, H., Yamada, Y., Katsuzaki, H., Imai, K., & Komiya, T. (2002). Specific induction of apoptosis by 1,8-cineole in two human leukemia cell lines, but no a in human stomach cancer cell line. *Oncol Rep*, 9, 757–760.
- Mukhopadhyay, M. (2000a). *Natural Extracts using supercritical carbon dioxide*. (T. & F. Group, Ed.) (Pimera). Florida: CRC Press.
- Mukhopadhyay, M. (2000b). Spice extracts. In *Natural extracts using supercriticl carbon dioxide* (First, pp. 177–200). New York: CRC Press.
- Mukhopadhyay, M. (2008). Extraction and processing with supercritical fluids, 7.
- Museo Nacional de Ciencias Naturales. (n.d.). Cromatografía gaseosa. Museo Nacional de Ciencias Naturales. Retrieved from http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio//es_ES//investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf
- Naik, S., & Maheshwari, R. (1988). Extraction of essential oils with liquid carbon-dioxide. *PAFAI J*, 10(3), 18–24.
- Nair, K. P. P. (2006). The Agronomy and Economy of Cardamom (*Elettaria cardamomum* M.): The “Queen of Spices.” *Advances in Agronomy*, 91(06), 179–471. [http://doi.org/10.1016/S0065-2113\(06\)91004-9](http://doi.org/10.1016/S0065-2113(06)91004-9)

- Najafi, M. N., Rassoul, K., Mortazavi, & Ali, S. (2010). Effect of Drying Process and Wall Material on the Properties of Encapsulated Cardamom Oil (p. 9).
- Najafi, M. N., Rassoul, K., Mortazavi, & Ali, S. (2011). Effect of Drying Process and Wall Material on the Properties of Encapsulated Cardamom Oil, 6, 68–76. Retrieved from <http://link.springer.com/article/10.1007/s11483-010-9176-x>.
- Normalización, I. E. de. (1999). Norma Técnica Ecuatorian. NTE INEM 1 529-2:99.
- Olennikova, D. N., & Rokhin, A. V. (2011). Water Soluble Glucans from True Cardamom (*Elettaria cardamomum* White at Maton) Seeds, 182. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23795480>.
- Ortuño Sánchez, M. F. (2006). *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes* (Primera Ed). Esoaña.
- Parry, J., Hao, Z., Luther, M., Su, L., Zhou, K., & Lucy, L. (2006). Characterization of Cold-Pressed Onion , Roasted Pumpkin , and Milk Thistle Seed Oils. *JAOCS*, 83(10), 847–854.
- Paucar Menacho, L. M. (2013). Guía de práctica de tecnología de aceites y grasas, 1–44. Universidad Nacional del Santa Facultad de Ingeniería E.A.P. Agroindustria. http://biblioteca.uns.edu.pe/saladocentes/archivoz/curzoz/guia_de_practicas_de_aceites_y_grasas.
- Pavas, G., Edison, saéz V., & Alex. (2000). Obtención de aceite esencial de cardamomo, 7.
- Pitre, C. H., & Mieres, A. (2010). Rendimiento de la extracción por prensado en frío y refinación física del aceite de la almendra del fruto de la palma corozo (*Acrocomia aculeata*). *Universidad de Carabobo*.
- Purseglove, J., Brown, E. G., Green, C. L., & Robbins, S. R. (1981). *Spices* (1st ed.). New York: Longman.
- Renau-piqueras, J., & Faura, M. (1965). Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido. *Centro de Investigación hospital “La Fé,”* 73–92.
- Rios, L., Lopra, G., & Caicedo, R. (2006). Extracción y caracterización de aceite de cardamomo (*Elettaria cardamomum*), 7.
- Rubilar, M., Morales, E., Contreras, K., Ceballos, C., Acevedo, F., Villarroel, M., & Shene, C. (2012). Development of a soup powder enriched with microencapsulated linseed oil as a source of omega-3 fatty acids (p. 11).
- Sahena, F., Zaidul, I. S. M., Jinap, S., Karim, A. A., Abbas, K. A., Norulaini, N. A. N., & Omar, A. K. M. (2009). Application of supercritical CO₂ in lipid extraction. *Journal Food Engineering*, 95, 240–253. Retrieved from www.elsevier.com/locate/jfoodeng
- Salud, M. de. (1991). Por la cual se definen las características de las especies o condimentos vegetales y se dictan normas sanitarias y de calidad de estos productos y de sus mezclas. Resolución 4241. Bogotá, DE.
- Sangakkara. U. R. (1995). Pod, Seed and Germination Characteristics of Selected Cardamom (*Elettaria cardamomum* (Linn.) Maton) Varieties, 51.
- Sardar, B. R., Tarade, K. M., & Singhal, R. S. (2013). Stability of active components of cardamom oleoresin in co-crystallized sugar cube during storage. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 8.
- Secretaría de Economía. (2007). Alimentos – Aceite Comestible Puro de cártamo, México. <http://aniame.com/mx/wp-content/uploads/Normatividad/CTNNIAGS/NMX->

F-161-SCFI.

- Sengottuvelu, S. (2011). Cardamom (*Elettaria cardamomum* Linn. Maton) Seeds in Health (p. 7).
- Senthil, A., & Bhat, K. . (2010). Best estimated Taste detection threshold for cardamomun (*Elletaria Cardamomun* Maton) Aroma in Different Media, 6.
- Serathi, H., Rohanifar, A., Sadjad, B., & Samadi, siheila. (2012). Bifunctional ultrasound assisted extraction and determination of *Elettaria cardamomum* Maton essential oil, 8.
- Siddiqui, M. Z., Thomas, M., & Prasad, N. (2013). Physicochemical Characterization and Antioxidant Activity of Essential Oils of Guggul (*Commiphora wightii*) Collected from Madhya Pradesh. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 75(3), 368–72. <http://doi.org/10.4103/0250-474X.117422>
- Soltani, S., Gerde, P., Acevedo, F., & Rasmuson, A. (2015). Counter-current spray drying with stream separation: Computational modeling of a novel dryer design. *Chemical Engineering Research and Design*, 93(June), 163–173. <http://doi.org/10.1016/j.cherd.2014.05.023>
- Sotelo, J. L., & Ovejero, G. (2008). Propiedades de los fluidos supercríticos. *Anales de La Real Sociedad Española de Química*, (2), 15–23.
- Soto, L., Rodriguez, G. O. De, Rojas, L., & Sulbarán, B. (2013). Caracterización química del aceite esencial de toronja (*Citrus paradisi* L .) Chemical characterization of essential oils of grapefruit (*Citrus paradisi* L .) Resumen Introducción, 266–283.
- Tamayo, A. (2007). Caracterización de genotipos seleccionados de cardamomo *Elettaria cardamomum* L. (Matón) (Zingiberaceae), 234. Tierra Tropical, Universidad EARTH Las Mercedes de Guácimo, Limón, Costa Rica.
- Tomy, G; Stern, G; Muir, D; fISK, A; Cymbalisty, C; Westmore, J. (1997). Quantifying C10-C13 Polychloroalkanes in Environmental Samples by High-Resolution Gas Chromatography/Electron Capture Negative Ion High-Resolution Mass Spectrometry. *Analytical Chemistry*, 69, 2762–2771.
- Torrenegra Alarcon, M. E. (2014). *Evaluación de la actividad antioxidante del aceite esencial foliar extraído de especias de orégano (Origanum vulgare), orégano “Borde balnco” (Origanum vulgare ssp) y oreganito (Lippia alba mill) cultivado en la zona norte del departamento de Bolivar(Col.*
- Turek, C., & Stintzing, F. C. (2012). Stability of Essential Oils. In Food Science and Food Safety, 14.Vol. 12 N° 1. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/1541-4337.12006/>.
- Velasquez, A. M. (2008). La tecnología de fluidos supercríticos , un proceso limpio para el sector industrial *. *Producción + Limpia*, 3(2), 98 – 104.
- Vesovic, V., & Wakeham, W. (1991). Transport properties of supercritical fluids and fluid mixtures. In *Supercritical Fluid Technology* (p. 245). Boca Ratón: CRC Press.
- Vignoni, L. A., Césari, R. M., Forte, M., & Mirábile, M. L. (2006). Determinación de Índice de Color en Ajo Picado. *Información Tecnológica*, 17(6), 63–67. <http://doi.org/10.4067/S0718-07642006000600011>
- X-Rite, I. (2002). Guia para Entender la Comunicación del Color. http://www.mcolorcontrol.com/archivos/L10-001_Understand_Color_es.

Zhi Yong, Y., Zu gagaang, L. ., Dan, W. ., & Maw Rong, L. (n.d.). Microwave-Assisted Extraction/Dispersive Liquid–Liquid Microextraction Coupled with DSI-GC-IT/MS for Analysis of Essential Oil from Three Species of Cardamom.

Apéndices

Apéndice A. Ficha técnica semilla de cardamomo.



CORPORACIÓN UNIVERSITARIA LASALLISTA
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA DE ALIMENTOS



FICHA TÉCNICA

NOMBRE DEL PRODUCTO:		Semilla Cardamomo (<i>Elettaria Cardamomum</i> L.)																																																					
PROTOTIPO		DESCRIPCIÓN DEL PRODUCTO																																																					
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Jerarquía Taxonomica:</th> </tr> <tr> <th>Jerarquía</th> <th>Descripción</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Reino</td> <td>Plantae</td> </tr> <tr> <td>Subreino</td> <td>Tracheobionta- Planta vascular</td> </tr> <tr> <td>División</td> <td>Magnoliophyta- Angiosperma</td> </tr> <tr> <td>Subdivisión</td> <td>Spermatophyta-Plantas con semillas</td> </tr> <tr> <td>Clase</td> <td>Liliopsida- Monocotiledóneas</td> </tr> <tr> <td>Subclase</td> <td>Commelinidae</td> </tr> <tr> <td>Orden</td> <td>Zingiberales</td> </tr> <tr> <td>Familia</td> <td>Zingiberaceae</td> </tr> <tr> <td>Género</td> <td>Elettaria</td> </tr> <tr> <td>Especie</td> <td><i>E. Cardamomum</i></td> </tr> </tbody> </table>		Jerarquía Taxonomica:		Jerarquía	Descripción	Reino	Plantae	Subreino	Tracheobionta- Planta vascular	División	Magnoliophyta- Angiosperma	Subdivisión	Spermatophyta-Plantas con semillas	Clase	Liliopsida- Monocotiledóneas	Subclase	Commelinidae	Orden	Zingiberales	Familia	Zingiberaceae	Género	Elettaria	Especie	<i>E. Cardamomum</i>	<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Cenizas (%)</td> <td>5,21±0,06</td> </tr> <tr> <td>Actividad de agua (Aw)</td> <td>0,643±0,001</td> </tr> <tr> <td>Humedad (%)</td> <td>11,65 ± 0,52</td> </tr> <tr> <td>Extracto etéreo (%)</td> <td>5,95±0,03</td> </tr> <tr> <td>Proteína (%)</td> <td>7,8±0,40</td> </tr> <tr> <td>Fibra (%)</td> <td>4,42±0,269</td> </tr> <tr> <td>Capacidad calorífica (Kcal)</td> <td>362,64±1,68</td> </tr> <tr> <td>Recuento de microorganismos aerobios, mesófilos (UFC/g)</td> <td>2600</td> </tr> <tr> <td>Recuento de coliformes (NMP/g)</td> <td><3</td> </tr> <tr> <td>Recuento de Clostridium sulfito reductores (UFC/g)</td> <td>Ausente</td> </tr> <tr> <td>Recuento de hongos y Levaduras (UFC/g)</td> <td>310</td> </tr> <tr> <td>E. Coli (NMP/g)</td> <td>Ausente</td> </tr> <tr> <td>Aislamiento de Salmonella en 25g</td> <td>Ausente</td> </tr> <tr> <td>Semilla de cardamomo molida φ Partícula (µm)</td> <td>303</td> </tr> </tbody> </table>		Cenizas (%)	5,21±0,06	Actividad de agua (Aw)	0,643±0,001	Humedad (%)	11,65 ± 0,52	Extracto etéreo (%)	5,95±0,03	Proteína (%)	7,8±0,40	Fibra (%)	4,42±0,269	Capacidad calorífica (Kcal)	362,64±1,68	Recuento de microorganismos aerobios, mesófilos (UFC/g)	2600	Recuento de coliformes (NMP/g)	<3	Recuento de Clostridium sulfito reductores (UFC/g)	Ausente	Recuento de hongos y Levaduras (UFC/g)	310	E. Coli (NMP/g)	Ausente	Aislamiento de Salmonella en 25g	Ausente	Semilla de cardamomo molida φ Partícula (µm)	303
Jerarquía Taxonomica:																																																							
Jerarquía	Descripción																																																						
Reino	Plantae																																																						
Subreino	Tracheobionta- Planta vascular																																																						
División	Magnoliophyta- Angiosperma																																																						
Subdivisión	Spermatophyta-Plantas con semillas																																																						
Clase	Liliopsida- Monocotiledóneas																																																						
Subclase	Commelinidae																																																						
Orden	Zingiberales																																																						
Familia	Zingiberaceae																																																						
Género	Elettaria																																																						
Especie	<i>E. Cardamomum</i>																																																						
Cenizas (%)	5,21±0,06																																																						
Actividad de agua (Aw)	0,643±0,001																																																						
Humedad (%)	11,65 ± 0,52																																																						
Extracto etéreo (%)	5,95±0,03																																																						
Proteína (%)	7,8±0,40																																																						
Fibra (%)	4,42±0,269																																																						
Capacidad calorífica (Kcal)	362,64±1,68																																																						
Recuento de microorganismos aerobios, mesófilos (UFC/g)	2600																																																						
Recuento de coliformes (NMP/g)	<3																																																						
Recuento de Clostridium sulfito reductores (UFC/g)	Ausente																																																						
Recuento de hongos y Levaduras (UFC/g)	310																																																						
E. Coli (NMP/g)	Ausente																																																						
Aislamiento de Salmonella en 25g	Ausente																																																						
Semilla de cardamomo molida φ Partícula (µm)	303																																																						
		Material vegetal: Cardamomo (<i>Elettaria Cardamomum</i>)																																																					
		Procedencia: Colombia-Suroeste Antioqueño																																																					
		Fecha de procesamiento																																																					


Apéndice B. Ficha técnica aceite de cardamomo.



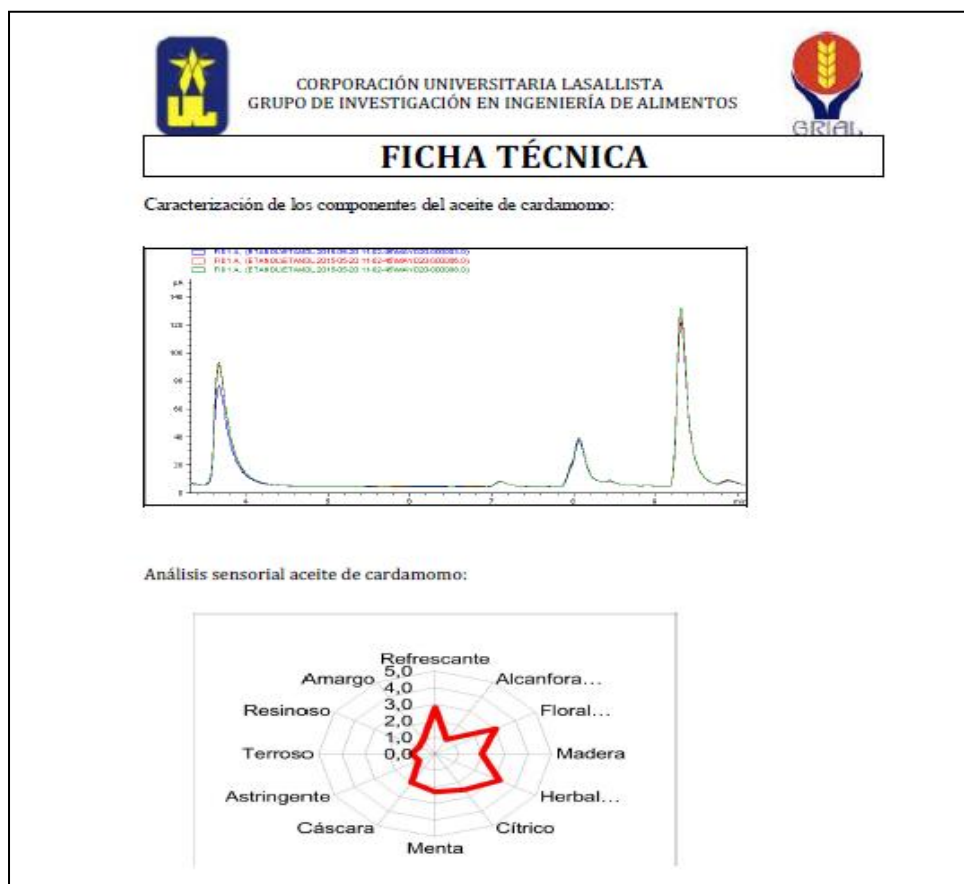
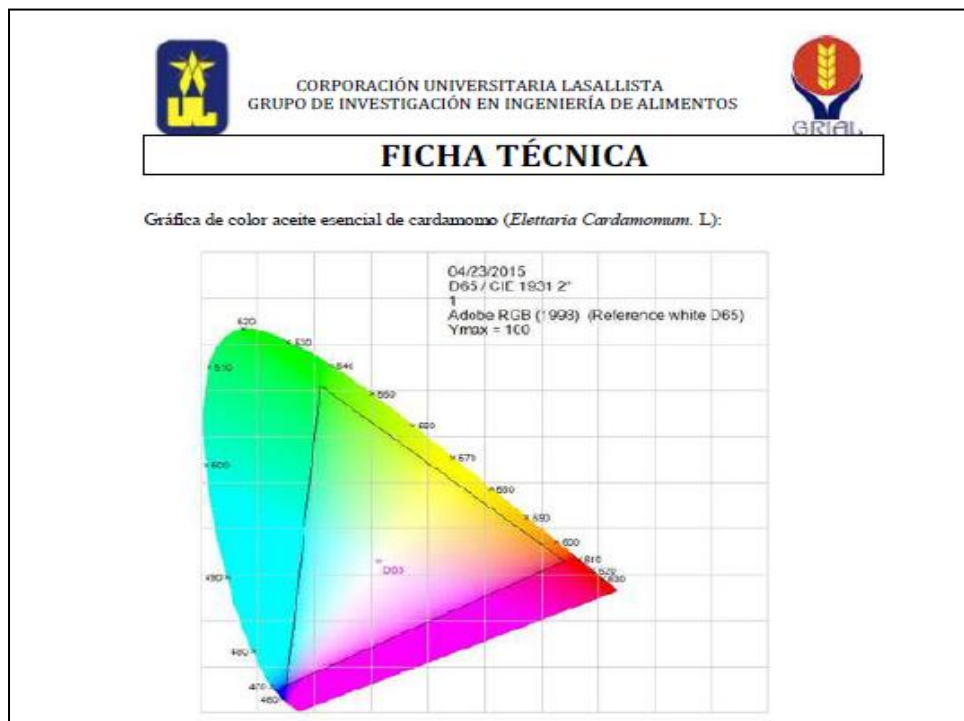
CORPORACIÓN UNIVERSITARIA LASALLISTA
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA DE ALIMENTOS



FICHA TÉCNICA

NOMBRE DEL PRODUCTO:	Aceite esencial de Cardamomo (<i>Elettaria Cardamomum. L.</i>)	
PROTOTIPO	DESCRIPCIÓN DEL PRODUCTO	
	Rendimiento (%)	8,54 ± 0,040
	Ácidos grasos libres (mg/KOH/g)	21,39 ± 0,244
	Índice de peróxido (meq/kg)	11,29 ± 0,023
	Índice de saponificación (mg/KOH/g)	78,08 ± 0,070
	Índice de yodo (cg I ₂ /g)	102,91 ± 0,085
	Índice de refracción a 25°C	1,48 ± 0,010
	Densidad a 20°C	0,931 ± 0,002
	Punto de humo (°C)	116,23 ± 0,103
	Punto de frío (°C/h)	6 ± 0,152
	Compuestos polares triglicéridos	No
	Capacidad de absorción del oxígeno radical (ORAC) μmol TE/100g	4991,57 ± 3,248
	Color (IC)	L: 18,3 ± 6,9 a: 16,7 ± 4,3 b: 48,6 ± 624,6 +2 a +20
	Análisis sensorial	herbal (3,0 ± 0,4), menta (2,6 ± 0,3), floral (2,7 ± 0,4), cítrico (2,3 ± 0,4) y Refrescante (2,6 ± 0,4)
	1,8-cineole/1,8 epoxy-p-menthane 1,3,3-trimethyl-2-oxabicyclo(2,2,2) octane-Cineol o Eucaliptol (%p/p)	28,372 ± 1,979
p-menth-1-en-8-ol-a-terpineol, acetato de α-Terpineol (%p/p)	32,93 ± 1,6	
Material vegetal:	Aceite esencial de Cardamomo (<i>Elettaria Cardamomum. L.</i>)	
Procedencia:	Colombia-Suroeste antioqueño	
Fecha de procesamiento		

Continuación Apéndice B. Ficha técnica aceite de cardamomo



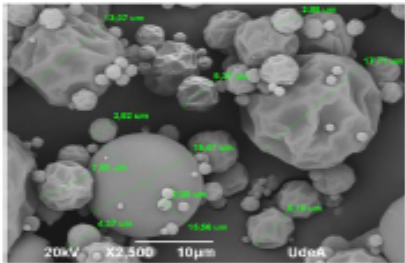
Apéndice C. Ficha técnica microcápsulas de cardamomo



CORPORACIÓN UNIVERSITARIA LASALLISTA
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA DE ALIMENTOS



FICHA TÉCNICA

NOMBRE DEL PRODUCTO:	Microcápsulas de de Cardamomo (<i>Elettaria Cardamomum</i> . L)	
PROTOTIPO	DESCRIPCIÓN DEL PRODUCTO	
	Tamaño de partícula SEM (µm)	12.20 y 25.78
	Distribución de tamaño de partícula a D 50 (µm)	13.18
	Solubilidad (g/100mL)	0.2± 0.004
	Análisis sensorial	Refrescante 3.2, manta 2.5, floral 1.5, cítrico 2.0 y herbal 2.2
	Eficiencia 1,8-cineol (%)	36,4 ± 0,03
	Eficiencia acetato de α-terpenilo (%)	34,7 ± 0,05
	Análisis Físicoquímicos	
	Cenizas (%)	0.54± 0.003
	Humedad (%)	6.70± 0.123
	Análisis Microbiológicos	
	Mesófilos UFC / g	4.1E+04
	Termófilos UFC / g	2.0E+02
	Mohos UFC / g	0.0E+00
	Levaduras UFC / g	0.0E+00
	Nemátodos y/o Protozoos	Ausentes
Entero bacterias UFC / g	0.0E+00	
Salmonella UFC/ 25 g	Ausente	
NMP Coliformes totales / 100 g	< 3	
NMP Coliformes fecales / 100 g	< 3	
Material vegetal: Microcápsulas de Cardamomo (<i>Elettaria Cardamomum</i> . L)		
Procedencia: Colombia-Suroeste Antioqueño		
Fecha de procesamiento		

Continuación Apéndice C. Ficha técnica microcápsulas de cardamomo



CORPORACIÓN UNIVERSITARIA LASALLISTA
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA DE ALIMENTOS



FICHA TÉCNICA

Análisis sensorial del aceite esencial y de las microcápsulas (*Elettaria Cardamomum*. L) de cardamomo:



Apéndice D. Ficha general del Cardamomo.

EL CARDAMOMO

El cardamomo (*Elleteria cardamomum* L.) es una planta aromática y medicinal, conocida como la "Reina de las especias".

Jerarquía Taxonómica

Jerarquía	Descripción
Reino	Plantae
Subreino	Tracheobionta – Planta vascular
División	Magnoliophyta – Angiosperma
Subdivisión	Spermatophyta-Plantas con semillas
Clase	Liliopsida – Monocotiledóneas
Subclase	Commelinidae
Orden	Zingiberales
Familia	Zingiberaceae
Género	Eleteria
Especie	<i>E. Cardamomum</i>

http://www.botanicaonline.com/cardamomo_planta.htm, abril 17 de 2014

Cardamomo:



APLICACIONES

Aditivo: se usa en alimentos para dar aroma a partir de su aceite esencial a bebidas (café y chocolate), dulces, productos de panadería, postres, encurtidos, condimentos, salsas, arroz, productos cármicos y lácteos.

Farmacéutica, nutracéutica, cosmética, perfumería: se utiliza por sus efectos positivos sobre la salud como antibacterianos, antivirales, antioxidantes, broncodilatadores, hipolipidémicos. Previene el Alzheimer, asma, Parkinson, enfermedades cardiovasculares, cáncer de colon, gástrico, de hígado, pulmones, mama, leucemia. Posee propiedades gastrointestinales y protectoras para la piel. (Kumar Surendra, Vartika, & Dharm Pal, 2012, p 5739).

Control biológico: es usado en programas de control de insectos y hongos.

FICHA TÉCNICA

Análisis microbiológicos de semillas	
Hongos y Levaduras (UFC/g)	310
Mesófilos (UFC/g)	2600
Salmonella (UFC/ 25 g)	Ausente
Recuento de Clostridium (UFC/g)	Ausente
NMP Coliformes fecales /g	<3
NMP Coliformes totales /g	<3
E.Coli	Ausente
Bromatológicos AOAC semillas	
Actividad acuosa	0,643± 0,001
Humedad (%)	11,65 ± 0,52
Cenizas (%)	5,21±0,06
Extracto etéreo (%)	5,95±0,03
Proteína (%)	7,8±0,40
Fibra (%)	4,42±0,269
Capacidad calorífica (Kcal)	362,64±1,68
Tamaño de partícula de semilla molida (µm)	303
Rendimiento de aceite esencial extraído por FSC a escala de laboratorio	
Aceite esencial (%)	1,0±0,5
Rendimiento de aceite esencial extraído por FSC a escala semi-industrial	
Aceite esencial (%)	8,54 ±0,040
Análisis físico y químico del aceite esencial	
Ácidos grasos libres (mg/KOH/g)	21,39±0,244
Índice de refracción a 25 °C	1,485± 0,010
Densidad a 20 °C	0,9331± 0,02
Color	L*18,8±, 9- a*16,7±4,3- b*48,6±62,4 +2 a +20
Análisis sensorial	Herbal (3.0±0.4), menta (2.6±0.3), floral (2.7±0.4), cítrico (2.3±0.4) y Refrescante (2.6±0.4)
Índice de peróxido (meq/kg)	11.29±0.023
Índice de saponificación (mg/KOH/g)	78,08± 0,070
Índice de yodo (cg 12/g)	102,91± 0,085

FICHA TÉCNICA

Análisis físico y químico del aceite esencial	
Ácidos grasos libres (mg/KOH/g)	21,39±0,244
Índice de refracción a 25 °C	1,485± 0,010
Densidad a 20 °C	0,9331± 0,02
Color	L*18,8±, 9- a*16,7±4,3- b*48,6±62,4 +2 a +20
Análisis sensorial	Herbal (3.0±0.4), menta (2.6±0.3), floral (2.7±0.4), cítrico (2.3±0.4) y Refrescante (2.6±0.4)
Índice de peróxido (meq/kg)	11.29±0.023
Índice de saponificación (mg/KOH/g)	78,08± 0,070
Índice de yodo (cg 12/g)	102,91± 0,085
Análisis de microcápsulas	
Tamaño de partícula SEM (µm)	12,20 y 25,78
Tamaño de partícula D (50%) (µm)	33,18
Solubilidad (g/100 ml)	0,2± 0,004
Análisis sensorial microcápsulas	Refrescante 3,2, menta 2,0, floral 1,5, cítrico 2,0 y herbal 2,2
Eficiencia de microencapsulación L-licinal (%)	36,4 ± 0,03
Eficiencia de microencapsulación acetato de aserpenilo (%)	34,7 ± 0,05
Análisis fisicoquímico	
Cenizas (%)	0,54± 0,003
Humedad (%)	6,70± 0,123
Análisis microbiológicos	
Mesófilos (UFC/g)	4,1E-04
Termófilos (UFC/g)	2,0E-02
Mohos (UFC/g)	0,0E-00
Levaduras (UFC/g)	0,0E-00
Nematodos o Protozoos	Ausentes
Enterobacterias (UFC/g)	0,0E-00
Salmonella (UFC/25 g)	Ausente
NMP Coliformes totales/100 g	<3
NMP Coliformes fecales/100 g	<3

Fuente: de la investigación.

Continuación Apéndice D. Ficha general del Cardamomo.

ACEITE ESENCIAL DE CARDAMOMO

La extracción por Fluidos Supercríticos (FSC) es un proceso que permite obtener un aceite esencial de cardamomo libre de solventes tóxicos y con unos beneficios especiales, ya que se puede tener un producto con mejor calidad de los componentes responsables del aroma y sabor (Herrero, Mendiola, Cifuentes, & Ibañez, 2010, p.2496) (A et al., 2009, p.241).

Principales compuestos presentes en el aceite esencial de cardamomo extraído por FSC.

COMPUESTO	CARACTERÍSTICA
1,8 Cineol, Cineol o Eucaliptol	Compuesto de aldehídos aromáticos volátiles, terpenos, sesquiterpenos, alcoholes y fenoles, tiene propiedades antisépticas
Acetato de terpenilo	Usado en la industria de alimentos por su gran aroma y en perfumería
Linalool	Se utiliza en la síntesis de la vitamina E, en alimentos procesados, bebidas, perfumes, cosméticos, jabones, detergentes y ceras para buenas propiedades aromáticas. Se utiliza para el control de plagas de alimentos almacenados. Sustancia indicador adecuado para el sabor de rúpulo en la cerveza, aumenta la estabilidad de envejecimiento, minimiza la evaporación de sustancias aromáticas durante la cocción del mosto

Fuente: <http://www.sigmaaldrich.com/safety-center.html>, mayo 26 de 2014.





PBX: 320 1999
www.lasallista.edu.co





Propiedades

del Cardamomo



MICROENCAPSULACIÓN ACEITE ESENCIAL

El secado por aspersión permite conservar los compuestos del aceite esencial en polvo, al ser recubiertos por materiales que los protegen por más tiempo del proceso de oxidación, mejoran la solubilidad, para adicionar a bebidas a temperatura ambiente con un máximo poder aromatizante. (Turek & Stintzing, 2012, p.40)

