

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Characterization of microencapsulated cardamom (*Elettaria cardamomum*) oil extracted using supercritical fluids on a semi-industrial scale

María Eugenia Villada Ramírez¹, Leonidas de Jesús Millán Cardona², Carlos Alberto Peláez Jaramillo³, Catalina Arroyave Quiceno³, María Isabel González Hurtado⁴, Maritza Andrea Gil Garzón^{1*}

¹ Corporación Universitaria Lasallista, Grupo de Investigación de Ingeniería de Alimentos (GRIAL), Caldas, Antioquia - Colombia

² Corporación Universitaria Lasallista, Facultad de Ingenierías, Caldas, Antioquia - Colombia

³ Universidad de Antioquia, Grupo de investigación GIEM, Medellín, Antioquia - Colombia

⁴ Industria de Alimentos Zenú S. A. S., Investigación y Desarrollo, Medellín, Antioquia - Colombia

*Corresponding Author

Maritza Andrea Gil Garzón, Corporación Universitaria Lasallista, Grupo de Investigación de Ingeniería de Alimentos (GRIAL), Cra. 51 N° 118 Sur - 57, Caldas, Antioquia - Colombia, e-mail: magil@unal.edu.co

Cite as: Characterization of microencapsulated cardamom (*Elettaria cardamomum*) oil extracted using supercritical fluids on a semi-industrial scale. *Braz. J. Food Technol.*, v. 20, e2015099, 2017.

Received: Dec. 01, 2015; Accepted: June 12, 2017

Resumen

El objetivo de este trabajo radicó en encontrar las condiciones óptimas para la obtención de un aceite de cardamomo, extraído por FSC 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 del aceite que permitieran incrementar la solubilidad, sin afectar las características sensoriales como aroma y sabor. Las semillas de cardamomo se obtuvieron en el municipio de Tarso, (Antioquia, Colombia), se acondicionaron para ser extraídas por FSC a escala de laboratorio a 200.400 bar y 50 °C, 60 °C, con tres réplicas al centro a 300 bar y 55 °C, de acuerdo a un diseño central compuesto y la optimización de los resultados por superficie de respuesta según el rendimiento (%) y contenido de 1,8-cineol y acetato de α -terpenilo. Las condiciones finales (50 °C, 400 bar) se escalaron a un extractor semi-industrial hasta obtener un aceite con un rendimiento de $8,54 \pm 1,09\%$ y una concentración de 1,8-cineol ($28,37 \pm 1,80\%$ p/p) y acetato de α -terpenilo ($32,93 \pm 1,24\%$ p/p), analizados por GC-FID. La caracterización complementaria del aceite 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 fue microencapsulado por secado por aspersión con una mezcla de goma arábica, maltodextrina y almidón modificado (4/6, 1/6, 1/6) respectivamente. 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 13,18 μm , lo que permitió el aumento de la solubilidad del aceite en una matriz polar a temperatura ambiente.

Palabras clave: *Elettaria cardamomum*; Fluidos supercríticos; Microencapsulación; Secado por aspersión; 1,8-cineol; Acetato de α -terpenilo.

Abstract

The objective of this study was to find the optimal conditions to obtain cardamom oil extracted by SCF on a semi-industrial scale, with yields equal or superior to those obtained using the conventional methods, but with sensory quality and a technique competitive for international markets. In addition microcapsules were produced allowing for an increase in oil solubility, without affecting sensory features such as aroma and flavour. The cardamom seeds were obtained in the city of Tarso-Antioquia (Colombia), and were conditioned to be extracted by SCF on a laboratory scale at 200 and 400 Bar and 50 to 60 °C with three replicates at the centre point at 300 Bar and 55 °C, according to a central compound design. The results



Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

were optimized by response surface methodology according to efficiency (%) and the contents of 1,8-cineole and α -terpenyl acetate. The final conditions (50 °C, 400 Bar) were scaled up for a semi-industrial extractor, obtaining an oil with a yield of $8.54 \pm 1.09\%$ and concentrations of 1,8-cineole of ($28.37 \pm 1.80\%$ w / w) and α -terpenyl acetate of ($32.93 \pm 1.24\%$ w/w), as analysed by GC-FID. A complementary characterization of the oil was mainly focused on the sensory profile and physicochemical tests, obtaining a balance in the scores for the attributes (herbal 3.0, mint 2.6, floral 2.4 and citric 2.3) and for the colour index (+2 to +20). The oil was microencapsulated by spray drying with a mixture of gum Arabic, maltodextrin and modified starch (4/6, 1/6, 1/6), respectively. Microcapsules were obtained with a particle size between 12.2 and 25.78 μm , allowing for distribution in an aqueous solution at 13.18 μm , with an increase in the solubility of the oil in the polar matrix at room temperature.

Keywords: *Elettaria cardamomum*; Supercritical fluid; Microencapsulation; Spray drying; 1,8-cineole; α -terpenyl acetate.

1 Introducción

El cultivo de cardamomo es una planta perenne de la familia *Zingiberácea*, originaria de los bosques de la India meridional, donde aún se cultiva, aunque en la actualidad es producida principalmente por Guatemala, al que se le atribuye el dominio en el precio a nivel mundial por su capacidad productiva y de respuesta ante una demanda constante por Arabia Saudita, India, Singapur y Paquistán, países que han llegado a concentrar hasta el 73% de las importaciones mundiales y en menores proporciones la demanda corresponde a China y países europeos (Alemania, Francia y Reino Unido) y EEUU, entre otros (OLENNIKOV; ROKHIN, 2013; KISHORE et al., 2011; LUCCHESI et al., 2007; NAIR, 2006; SANGAKKARA, 1995).

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, ya que por sus condiciones agronómicas similares y experiencia en el manejo técnico de cultivos homólogos, como el café, han planteado proyectos para aumentar la producción del cardamomo, estrategia que ha ubicado a Colombia entre los seis mayores productores mundiales (TAMAYO, 2007; OLENNIKOV; ROKHIN, 2013; GUARDIOLA; BERNAL, 2009).

Los compuestos volátiles responsables del aroma y el sabor del cardamomo forman parte de una mezcla de aceites volátiles, como el acetato de α -terpenilo, 1,8-cineol, α -terpinilo, limoneno, sabineno y pineno, entre otros, composición que constituye una de las características distintivas de cada país productor, ya que el perfil de volátiles dependerá de la variedad, las condiciones agroclimáticas y el manejo del cultivo. Este factor diferenciador permite el direccionamiento del producto a los grandes consumidores con preferencias definidas (HUANG et al., 2000, 2007).

Uno de los principales retos de los productores es proponer alternativas para conservar las características de aroma y sabor, que tienden a ser inestables por la naturaleza de los compuestos responsables, antes mencionados, los cuales a su vez están relacionados con propiedades antibacterianas, antivirales y antioxidantes (EDRIS, 2007).

Dos alternativas que favorecen una sinergia para aumentar el valor agregado del cardamomo son la extracción de su aceite por fluidos supercríticos (FSC) y la microencapsulación por secado por aspersión, puesto que el aceite esencial obtenido del cardamomo es uno de los principales de la semilla, por su aplicación en industrias de la perfumería, alimentaria, cosmética y farmacéutica (SENGOTTUVELU, 2011; CABRERA-PADILHA et al., 2014; NAJAFI et al., 2011).

La obtención del aceite de cardamomo por FSC ha sido una alternativa propuesta de acuerdo a diferentes condiciones de operación, que fueron evolucionando desde 1988 hasta 2008, con el fin establecer condiciones de extracción bajo esta tecnología considerada de producción limpia por las condiciones del producto final que se obtiene, libre de solventes orgánicos y con características especiales en cuanto a composición y condiciones selectivas del proceso para extraer ciertos componentes de interés (GOPALAKRISHNAN; NARAYANAN, 1991; MARONGIU et al., 2004). En el último estudio reportado, Hamdan et al. (2008) publicaron los resultados a diferentes presiones (8 y 10 MPa) y temperaturas (25 °C y 35 °C) con el uso de solventes (CO_2 supercrítico y propano sub-crítico), así como etanol como co-solvente, variables de estudio bajo las cuales alcanzaron una extracción selectiva de compuestos volátiles, pigmentos (clorofila y β -caroteno), y también algunos ácidos grasos y un rendimiento máximo con CO_2 de 6,65 g/100 g semilla. Al mejor de nuestro conocimiento no hay reporte de estudios a escalas superiores que sirvan como referencia para realizar una transferencia tecnológica para la industria (HAMDAN et al., 2008).

La microencapsulación del aceite de cardamomo es otra alternativa de valor agregado debido a la protección que brinda a los compuestos aromáticos volátiles, conservación de los atributos de calidad del aceite por más tiempo y aumento de la solubilidad; que lleva a ofrecer este producto de interés como aditivo para matrices polares. Existen dos estudios previos reportados acerca de la microencapsulación del aceite de cardamomo (2001 y 2005), sin que se especifique el método de extracción del

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

aceite, donde 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 et al., 2001; KRISHNAN et al., 2005).

Por lo anterior, este trabajo tuvo como objetivo encontrar las condiciones óptimas para la obtención de un aceite 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 internacionales, así como la producción de microcápsulas del aceite que permitiera la conservación del perfil sensorial y el aumento de la solubilidad, sin afectar la capacidad de aroma y sabor.

2 Materiales y métodos

2.1 Materiales

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 1266 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 (EE UU) y acetato de α -terpenilo (95,0%) Sigma-Aldrich (EEUU). 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, humedad < 0.2%, se obtuvo de la empresa CRYOGAS (Antioquia-Colombia).

2.2 Metodología

2.2.1 Preparación de las semillas

El tamaño de partícula de las semillas fue reducido en un molino (A11, IKA, China), hasta alcanzar la granulometría óptima para la extracción. La caracterización de la granulometría se llevó a cabo en un tamizador (Tyler ASTM E 11/2009, USA) con malla de tamaño 80. La semilla molida se almacenó en un cuarto con humedad relativa y temperatura controlada (52% y 22 °C).

2.2.2 Caracterización de la semilla de cardamomo

Las semillas de cardamomo molidas se sometieron a la caracterización bromatológica con base en los siguientes métodos: humedad (AOAC 926.12, 2005), cenizas

(ICONTEC, 2011), extracto etéreo (AOAC 2003.06, 2005), proteína (AOAC 2001.11, 2005), fibra cruda (AOAC 920.168, 2005). Físicoquímica: ácidos grasos libres (AOAC, 2005), actividad acuosa (AOAC 978.18, 2005) y calor específico (HORWITZ; LATIMER, 2005). 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 (INEN, 1999).

La obtención del aceite a partir de la semilla de cardamomo se efectuó a escala de laboratorio y semi-industrial:

2.2.3 Extracción del aceite a escala de laboratorio

130 g de semilla molida al 8.99% \pm 0.07 de humedad fue dispuesta en el extractor de fluidos supercríticos (Appel modelo S4BJ4KON, USA) a escala de laboratorio con capacidad de 1 L. 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, 2000).

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

2.2.4 Extracción de aceite a escala semi-industrial

A partir de los resultados obtenidos como óptimos 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., China y se conservaron las mismas variables respuesta (rendimiento y concentración de compuestos volátiles). Se realizó la presurización del CO₂ líquido y 4050 g de semilla de cardamomo molida fueron dispuestos en el cilindro extractor con capacidad para 12 L. El CO₂ fue suministrado a un flujo de 48 \pm 3 mL/min durante 120 min y el aceite obtenido se recogió del primer cilindro de separación a 45 °C, para luego ser almacenado a -20 °C.

2.2.5 Caracterización del aceite de cardamomo

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

La separación se realizó con una columna Carbowax-capilar (50 m x 200 μ m x 20 μ m nominal) y H₂ como gas de arrastre. Las condiciones del método consistieron en 180 °C de temperatura de inyección, 31,80 psi, modo

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

splitless, 1 µL de aceite diluido en 1 mL de acetato de etilo inyectado y un flujo total de 51,5 mL/min. El horno del detector se programó inicialmente a una 60 °C x 3 min, seguido por un aumento de 15 °C x min hasta alcanzar 170 °C sostenidos por 3 min, 12 °C x min hasta 200 °C durante 3 min. Finalmente, se llevó la temperatura hasta 210 °C por 3 min, con un incremento de 10 °C x min. La cuantificación fue realizada por normalización externa usando los estándares de 1,8-cineol y acetato de α-terpenilo a una concentración entre 500 a 2000 ppm y, 650 a 10410 ppm, respectivamente.

La caracterización fisicoquímica realizada al aceite de cardamomo se realizó según las normas AOAC (HORWITZ; LATIMER, 2005) para muestreo y análisis comercial de grasas y aceites: compuestos polares (AOAC 982.27, 2005), gravedad específica (AOAC 920.212, 2005), índice de refracción (AOAC 921.08, 2005), índice de yodo (AOAC 993.20, 2005), índice de peróxido (AOAC 953.33, 2005), índice de saponificación (AOAC 920.160, 2005), prueba de frío (Cc 11-53), punto de humo (AOAC 920.157, 2005) y ácidos grasos libres (AOAC 920.156, 2005) y la Resolución 0002154 de 2012, del Ministerio de Salud y Protección Social (BOGOTÁ, 2012).

El método ORAC fue empleado para determinar la capacidad antioxidante basado en reportes previos de Álvarez et al. (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 2 minutos durante 2 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 1:

$$ORAC = \frac{ABC_{AH}}{ABC_{Trolox}} \times \frac{[Trolox]}{[AH]} \quad (1)$$

donde ABC_{AH} es el área bajo la curva en presencia de antioxidante, ABC_{Trolox} área bajo la curva de Trolox, $[Trolox]$ concentración de Trolox y $[AH]$ concentración de antioxidante (ÁLVAREZ 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 2:

$$IC = \frac{a \cdot 1000}{L \cdot b} \quad (2)$$

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 et al., 2006).

2.2.6 Microencapsulación del aceite de cardamomo

Una mezcla de goma arábica, maltodextrina y almidón modificado en una relación 4/6, 1/6, 1/6 respectivamente fue empleada para la microencapsulación del aceite de cardamomo extraído a escala semi-industrial. 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 almidón modificado 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, Alemania) a 3000 rpm por 15 min y se alcanzó $28 \pm 1^\circ$ Brix, medidos con un refractómetro ATAGO, China. La solución fue alimentada a un equipo de secado por aspersión Mini Buchi B-290, Brasil. La temperatura de inyección fue $178 \pm 2^\circ$ C y 85° C $\pm 5^\circ$ 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, protegido de rayos ultravioleta y mantenido 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 determinadas a partir de los resultados óptimos encontrados por (KRISHNAN et al., 2005).

2.2.7 Caracterización del aceite microencapsulado

Se realizaron varias pruebas relacionadas con el tamaño y la distribución de partícula, al igual que con la solubilidad.

Para la determinación del tamaño de partícula de las microcápsulas del aceite, se realizó un análisis por microscopía 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 (USA) y se analizaron en el microscopio electrónico de barrido (JSM 6490 LV Jeol, USA), con una tensión de aceleración de 30 KV, sistema de vacío junto con la bomba mecánica, el 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).

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elektaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

La distribución del tamaño de partícula también se efectuó 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.

La prueba de solubilidad fue realizada en medio acuoso en función de la temperatura. 0,1 g de las microcápsulas fue disuelto en 100 g de H₂O, con homogenización en una placa de agitación durante 1 min hasta disolver, se incrementó la muestra en 0,1 g y se repitió el procedimiento a temperatura ambiente, hasta que hubo precipitado. Para la evaluación de la variación de la solubilidad en función de la temperatura, la muestra fue preparada de igual forma, pero se sometió a calentamiento en un baño María a 30 °C y una vez alcanzada esta temperatura, se realizaron incrementos de 10 °C hasta 90 °C. El procedimiento se realizó por triplicado (LARGO AVILA et al., 2015).

2.2.8 Análisis sensorial

El perfil sensorial del aceite y microcápsulas de cardamomo se realizó por un equipo conformado por cinco panelistas pertenecientes a los laboratorios de Análisis Sensorial de la Universidad de Antioquia y el Centro de Investigación y Desarrollo de Industria de Alimentos Zenú - Grupo Nutresa, entrenados según las normas: metodología, métodos de perfil de sabor (ICONTEC, 2009) y metodología, métodos de perfil de textura (ICONTEC, 1996).

2.2.9 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 que se evaluaron fueron presión y temperatura, y como variable respuesta se tomaron en cuenta el rendimiento expresado en (g de aceite extraído/g de semilla de cardamomo x 100) y la concentración (% p/p) de dos compuestos responsables de aroma y sabor (1,8-cineol y acetato de α -terpenilo).

Para optimizar 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), con licencia amparada por la Corporación Universitaria Lasallista.

3 Resultados y discusión

3.1 Caracterización de la semilla de cardamomo

En la Tabla 1 se presentan los resultados obtenidos de la caracterización bromatológica, fisicoquímica y microbiológica de la semilla molida 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.

De acuerdo con la Resolución 4241 de 1991 del Ministerio de Salud de Colombia (BOGOTÁ, 1991) y según reportes USDA 2011, en los que 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 1 para la semilla de cardamomo molida cumplen con los parámetros establecidos para ser empleada como materia prima en la obtención del aceite y como aditivo natural para la industria de alimentos.

Pavas y Vega (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 (6,0%), humedad (9,0%) 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 (PAVAS; VEGA, 2005; NAIR, 2006).

3.2 Extracción del aceite de cardamomo

El tamaño de partícula de la semilla de cardamomo molida fue el correspondiente a 303 μ m, el cual presentó un desempeño adecuado, al no dejar pasar material

Tabla 1. Caracterización bromatológica, fisicoquímica y microbiológica de la semilla de cardamomo molida.

Bromatológica	
Cenizas (%)	5,20 \pm 0,5
Humedad (%)	8,99 \pm 0,07
Extracto etéreo (%)	5,95 \pm 0,5
Proteína (%)	7,8 \pm 0,5
Fibra (%)	4,42 \pm 0,5
Fisicoquímica	
Actividad de agua (A _w) (g H ₂ O/100 g materia seca)	0,643 \pm 0,05
Capacidad calorífica (kcal)	362,64 \pm 0,5
Microbiológica	
Recuento de microorganismos aerobios, mesófilos (UFC/g)	2600 UFC/g
Recuento de coliformes (NMP/g)	< 3
Recuento de <i>Clostridium</i> sulfo-reductores (UFC/g)	Ausente
Recuento de hongos y levaduras (UFC/g)	3100 UFC/g
<i>E. Coli</i> (NMP/g)	Ausente
Aislamiento de Salmonella en 25 g	Ausente

AOAC 926.12, 2005; Norma Técnica Colombia-NTC 5167, 2011; AOAC 2003.06, 2005; AOAC 2001.11, 2005; AOAC 920.168, 2005; AOAC, 2005; 978.18, 2005 (ICONTEC, 2011; HORWITZ; LATIMER, 2005).

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

vegetal particulado (sólido) del tanque de extracción al de separación, aspecto que es indeseado para el óptimo funcionamiento del equipo. La humedad fue $8,99\% \pm 0,07\%$.

3.2.1 Extracción del aceite de cardamomo por fluidos supercríticos a escala de laboratorio

Los resultados fueron 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 2^2 con réplica al centro. 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 tres 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 2, con los niveles de las variables codificadas.

De acuerdo con los resultados presentados, se puede observar que el mayor rendimiento del aceite de cardamomo se obtuvo en los valores de presión evaluados más altos (400 bar) y de temperatura (50 °C), lo que puede ser explicado por la capacidad que tiene el CO_2 en sus condiciones supercríticas de aumentar su difusividad a altas presiones y penetrabilidad y transferencia de masa del soluto a altas temperaturas, mejorando los rendimientos de extracción a pesar de no presentar una solubilidad superior a la de los solventes líquidos (LUQUE DE CASTRO et al., 1993).

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 CO_2 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; NAIR, 2006).

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 de evaluados de las variables evaluadas (CAREY; SUNDBERG, 2007).

El diseño central compuesto empleado permitió elaborar una prueba de bondad de ajuste para la evaluación estadística del modelo matemático ajustado. En la Tabla 3, se muestra el análisis de varianza del rendimiento de aceite. El término residual que resultó al extraer la variabilidad total correspondiente al del modelo, fue a su vez, utilizado para generar una prueba de bondad de ajuste al descomponerse en un término

Tabla 2. 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 bar	1,45	$1,99 \pm 0,005$	$37,00 \pm 0,2$
2	60 °C, 400 bar	0,68	$2,00 \pm 0,02$	$39,70 \pm 0,2$
3	50 °C, 200 bar	1,24	$1,71 \pm 0,003$	$25,70 \pm 0,2$
4	60 °C, 200 bar	0,58	$1,61 \pm 0,02$	$24,40 \pm 0,1$
5	55 °C, 300 bar	0,78	$2,50 \pm 0,2$	$38,69 \pm 0,09$
6	55 °C, 300 bar	0,88	$4,16 \pm 0,006$	$46,48 \pm 0,01$
7	55 °C, 300 bar	0,97	$4,01 \pm 0,02$	$52,60 \pm 0,4$

Tabla 3. Análisis de varianza para el rendimiento.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	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			

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

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 ajusta bien los datos, por lo tanto, se pudo tomar su función polinómica para encontrar las combinaciones óptimas que se analizaron de la presión y la temperatura. Además, se puede observar que la temperatura afectó de forma significativa ($p < 0,05$) la variable respuesta, caso contrario sucede con la presión.

El coeficiente de determinación para el modelo es de 93,22%, lo cual indica que la variable independiente (temperatura) afecta el porcentaje de rendimiento del producto. El R^2 ajustado es de un 86,44%, lo que indica que el polinomio empleado para hacer la optimización es adecuado para el experimento, ya que de un 100% presenta un ajuste superior al 86%.

En la Ecuación 3 se describe el polinomio ajustado que permite determinar que la temperatura, cuando aumenta del nivel inferior al superior, causa disminución del rendimiento en 0,055, contrario al comportamiento

de la presión que, al avanzar del nivel inferior al superior, incrementa el rendimiento en 0,0038, respectivamente.

$$y = 3.7325 - 0.055x_1 - 0.0038x_2 + 0.00055x_1x_2 \quad (3)$$

donde, y representa el rendimiento, X_1 la temperatura, X_2 la presión y la expresión $X_1 X_2$ representa la interacción entre temperatura y presión.

A partir de la Ecuación 3 se calculó la superficie de respuesta que se muestra en la Figura 1, y los valores más destacados para la obtención del máximo rendimiento y concentración de los compuestos objeto de estudio fueron 50 °C y 400 bares, variables empleadas para realizar la extracción a escala semi-industrial.

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

Se obtuvo un rendimiento de $8,54\% \pm 1,09\%$, que supera considerablemente el porcentaje reportado a escala de laboratorio (1,1%), a causa de las ventajas técnicas del equipo semi-industrial, por la disponibilidad de dos

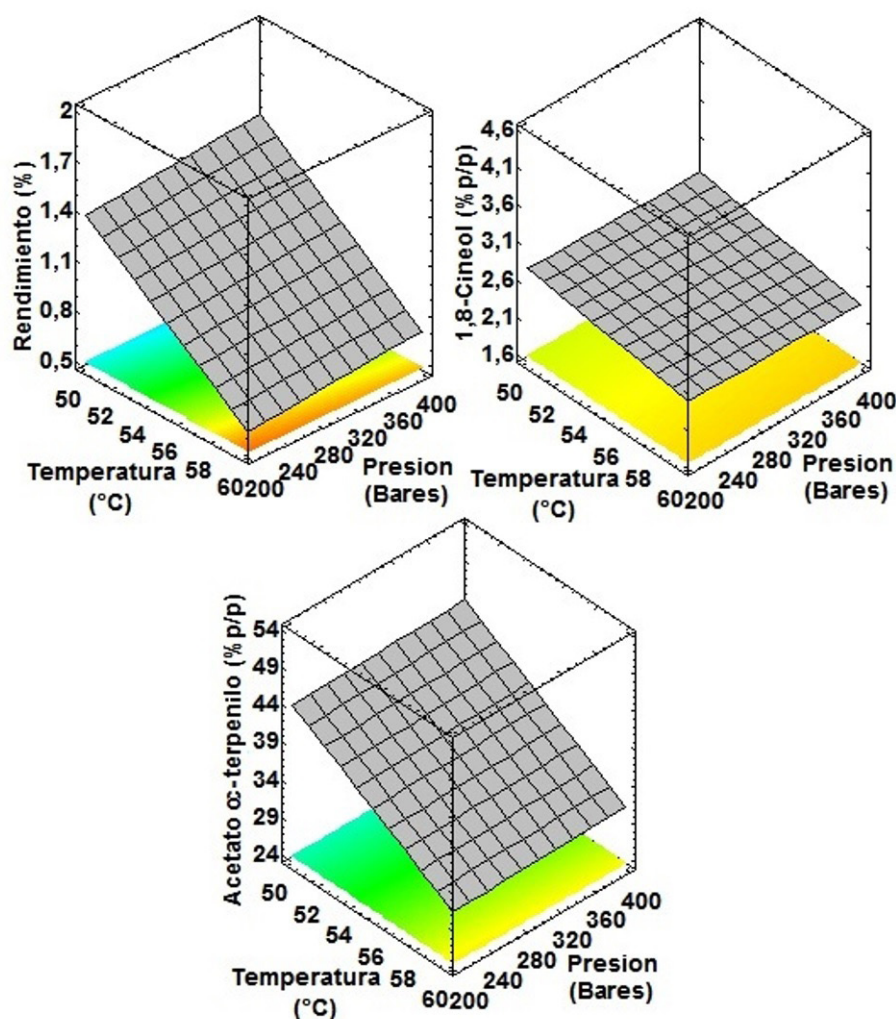


Figura 1. Superficie de respuesta del rendimiento del aceite y concentración del 1,8-cineol (% p/p) y del acetato de α -terpenilo (% p/p).

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

separadores y el control que se tiene sobre la temperatura y la presión de salida del extractor. Este último parámetro no es controlado en el equipo Thar.

Hamdan et al. (2008) reportaron un rendimiento de $6,65\% \pm 0,41\%$ obtenido con CO_2 como solvente a 300 bar y $35\text{ }^\circ\text{C}$ y los porcentajes más altos los encontraron empleando propano a 500 bar y $25\text{ }^\circ\text{C}$ ($7,24\% \pm 0,37\%$). 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., 2008).

Otros estudios realizados por métodos convencionales reportan rendimientos menores por arrastre con vapor (4,7%), hidrodestilación (5,0%) y con solventes orgánicos (6,5%) (PAVAS; VEGA, 2005), 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 $40\text{ }^\circ\text{C}$, CO_2 : $D_{12} \times 10^4\text{ cm}^2/\text{s}$ y líquidos: $0,1\text{-}0,4\text{ cm}^2/\text{s}$), menor viscosidad, sumado a su baja tensión superficial (VESOVIC; WAKEHAM, 1991).

Con respecto a los compuestos volátiles, se encontró una concentración de $28,37\% \pm 1,80\%$ p/p del 1,8-cineol y $32,93\% \pm 1,24\%$ p/p para el acetato de α -terpenilo, los cuales se detectaron a 3,4 min y 9,3 min, respectivamente como se muestra en la Figura 2.

Nair (2006), con base en todos los estudios realizados a esa fecha, reporta la presencia de 16,6% de 1,8-cineol y 57,3% de acetato de α -terpenilo, obtenidos por extracción con solventes orgánicos y por FSC, 29,7% de 1,8-cineol y 37,0% de acetato α -terpenilo. Se pueden

evidenciar valores similares a los obtenidos al utilizar FSC y los valores de 1,8-cineol inferiores para la extracción con solvente, pero similar al obtenido a escala piloto (NAIR, 2006). Lucchesi et al. (2007) reportaron un comportamiento contrario para 1,8-cineol (51,79%) y acetato de α -terpenil (29,22%) al extraer el aceite por microondas, con solventes orgánicos, aunque con un rendimiento de extracción total del aceite inferior (5%).

Las diferencias en la eficiencia mediante los métodos de extracción mencionados comparados con la realizada con FSC pueden estar relacionadas en una instancia con la capacidad de absorber la irradiación microonda al presentar mayor polaridad, como fue el comportamiento con el 1,8-cineol, que es superior a la del acetato α -terpenilo (LUCCHESI et al., 2007). Con respecto a la extracción con hexano, el comportamiento va en vía contraria, por tener una naturaleza no polar que tendrá más afinidad con el acetato de α -terpenilo. En general, las diferencias reportadas, además de emplear diferentes métodos de extracción se verá afectada por el origen y variedad de la semilla, así como los factores agronómicos, determinantes en el perfil químico del aceite (CHEMPAKAM; SINDHU, 2008; OLLE; BENDER, 2010).

3.3 Caracterización de aceite de cardamomo extraído por FSC a escala semi-industrial

En Tabla 4 se describe la caracterización del producto final válido como ficha técnica del aceite de cardamomo cultivado en el Suroeste antioqueño, extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial.

Los diferentes índices reportados están relacionados con la calidad del aceite, de esta forma, el valor obtenido para el índice de peróxido por encima de 5 indica el

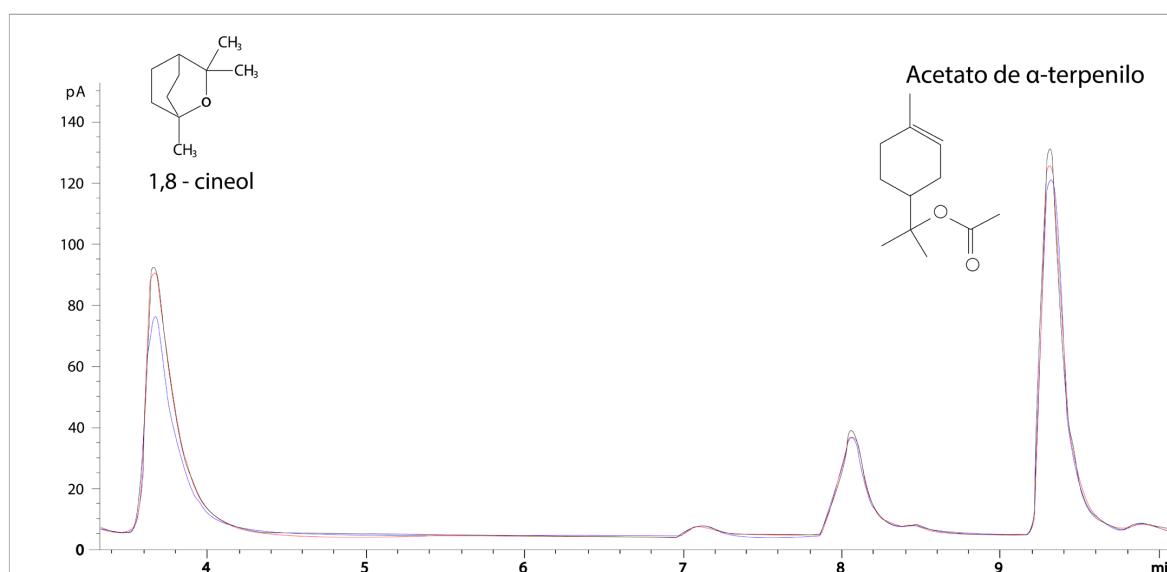


Figura 2. Cromatogramas obtenidos por triplicado por GC-FID correspondientes al 1,8-cineol y del acetato de α -terpenilo presentes en el aceite extraído por FSC a escala semiindustrial.

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

Tabla 4. Caracterización del aceite de cardamomo extraído por FSC a escala semi-industrial.

Característica	Valores
Rendimiento (%)	8,54 ± 1,09
Ácidos grasos libres (mg KOH/g aceite)	21,31 ± (0,005)
Índice de saponificación (mg KOH/g aceite)	78,08 ± 0,07
Índice de peróxido (meq/kg)	11,28 ± 0,02
Índice de yodo (cg I ₂ /g)	102,92 ± 0,03
Índice de refracción a 25 °C	1,48 ± 0,05
Densidad a 20 °C	0,93 ± 0,05
Punto de humo (° C)	116,25 ± 8,5
Punto de frío (° C/h)	6
Compuestos polares triglicéridos	No
Capacidad de Absorbancia del oxígeno radical (ORAC) μmol TE/100 g	4990,57
Color (IC)	108 ± 4,7
1,8-cineole/1,8 epoxi- <i>p</i> -metano o Eucaliptol (% p/p)	23,5 ± 3,59
Acet.3-ciclohexeno-1-metanol, α-4-trimetilo o acetato de α-terpenilo (% p/p)	38,8 ± 1,6

comienzo de un deterioro por oxidación al exponer la muestra a 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 (SIDDIQUE et al., 2010; CONSLEG, 1991).

Como control es importante considerar la protección del empaque o de una tecnología complementaria como la microencapsulación.

Una de las propiedades que presenta del aceite de cardamomo extraído por fluidos supercríticos es la preservación en gran medida de compuestos termolábiles, especialmente aquellos insaturados y terpenos con los que se pueden relacionar las principales propiedades funcionales, atribuidos al material vegetal de origen y esto debido a las condiciones controladas del proceso, lo cual permite conservar una mayor concentración de los compuestos responsables de su capacidad antioxidante, a pesar de los procesos oxidativos a los que se expondrá el producto al entrar en contacto con la luz y el oxígeno después de su obtención. Es así como bajo las condiciones de extracción a escala industrial por FSC del aceite de cardamomo se encontró una capacidad antioxidante 4990,97 μmol TE/100 g, determinada en la fase lipofílica por el método de ORAC, valor que supera la capacidad reportada para una porción (media taza) de moras azules crudas (*blueberries*) que equivale a 4848 μmol TE/100 g y el de las manzanas rojas sin piel 4859 μmol TE/100 g. Los valores reportados permiten, por una parte, complementar estudios previos sobre la identificación de

compuestos responsables de la capacidad antioxidante del cardamomo y el reporte obtenido de la medida de esta propiedad evaluado por otros métodos como FRAP y DPPH (YADAV; BHATNAGAR, 2007; SINGH et al., 2008). Por otro lado, inferir sobre la permanencia de valores de índice de peróxido dentro de los límites recomendados para aceites similares, en comparación con los aceites mencionados anteriormente (HAYTOWITZ; BHAGWAT, 2010).

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 linoleico.

El índice de saponificación para el aceite de cardamomo es similar a algunos valores reportados para el aceite esencial del Guggul (SIDDIQUI et al., 2013).

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 (NUEVO MÉXICO, 2006; NAIR, 2006).

Con respecto al color, el aceite se encuentra dentro del rango (+2 y +20) que corresponde a un rango comprendido entre amarillo pálido y naranja intenso, lo cual coincide con su aspecto y se aleja de descripciones realizadas antes por Naik y Maheshwari (1988) para la extracción por FSC, que lo clasifican como verde pálido por tener valores de IC entre (-2 y +2). Esta diferencia puede deberse 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 estudios realizados con propano como fluido súper crítico (HAMDAN et al., 2008). Además, la semilla tratada en este estudio estaba libre de cáscara, y esta tiene un

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

mayor contenido de clorofila (NAIK; MAHESHWARI, 1988; HAMDAN et al., 2008).

3.4 Caracterización sensorial del aceite de cardamomo y de las microcápsulas

Cada una de las características que definen este aceite de cardamomo conduce a un producto con valor agregado de un perfil sensorial único, las cuales son reportadas por primera vez para este material vegetal proveniente del departamento de Antioquia. Los resultados se describen a continuación en la Figura 3.

De acuerdo con Raghavan et al. (1991) y Govindarajan et al. (1982) la calidad sensorial del cardamomo y sus derivados está clasificada como intensa 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).

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

dos atributos ausentes en el aceite: resinoso (1,8) y amargo (0,6). El sabor resinoso puede estar relacionado con la presencia de los terpenos característicos del aceite que se acentúa al entrar en contacto con la goma arábica empleada para la microencapsulación, a la cual se le atribuye este tipo de perfil. Adicionalmente, al someter el aceite a un tratamiento térmico algunos compuestos pueden ser oxidados lo que conlleva al desarrollo de otros como el *p*-cimeno que confiere un sabor a petróleo, aspecto que se ve disminuido (< 2) después de la microencapsulación en comparación con el aceite sometido a altas temperaturas o pH bajo cuando es empleado en bebidas (BELITZ et al., 2009).

Por su parte el sabor amargo responde a la presencia de compuestos fenólicos, terpenoides, ésteres, entre otros, algunos de ellos responsables de la capacidad antioxidante presentes en el aceite de cardamomo. La referencia del descriptor *amargo* tiene una similitud con el aceite de oliva, pero que en éste se ha considerado como un atributo positivo en el producto final ya que ayuda a resaltar notas deseables, esto aplica en general para aceites esenciales cuando la intensidad es baja, como se observa en el aceite microencapsulado (VILLEGAS-RUÍZ et al., 2010).

La diferencia entre el aceite y las microcápsulas puede ser debido a la susceptibilidad de los compuestos mencionados presentes en el aceite de cardamomo, que al exponerse a cambios de temperatura o exposición al oxígeno durante todas las etapas previas al secado por aspersión pueden afectarse en mayor proporción, pero al entrar en contacto con los encapsulantes puede ser disminuido este efecto. En el caso del aceite sin

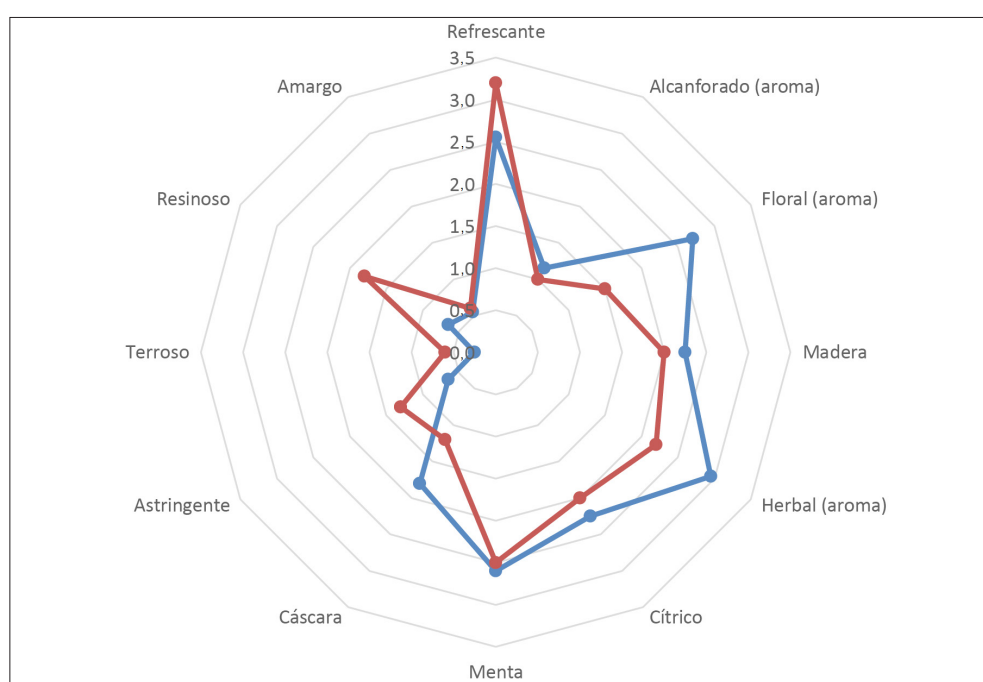


Figura 3. Perfil sensorial del aceite de cardamomo extraído por FSC a escala semiindustrial.

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

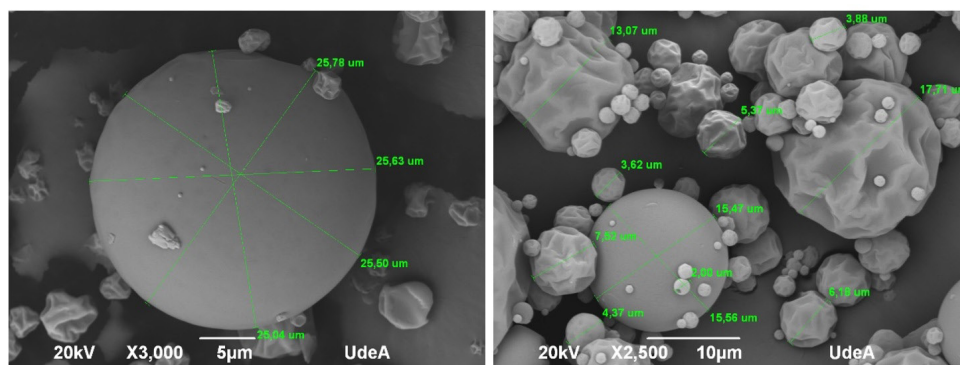
microencapsular pudo ser controlado por las condiciones de almacenamiento óptimo (envase ámbar y temperaturas bajas de congelación) (CHEMPAKAM; SINDHU, 2008).

3.5 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

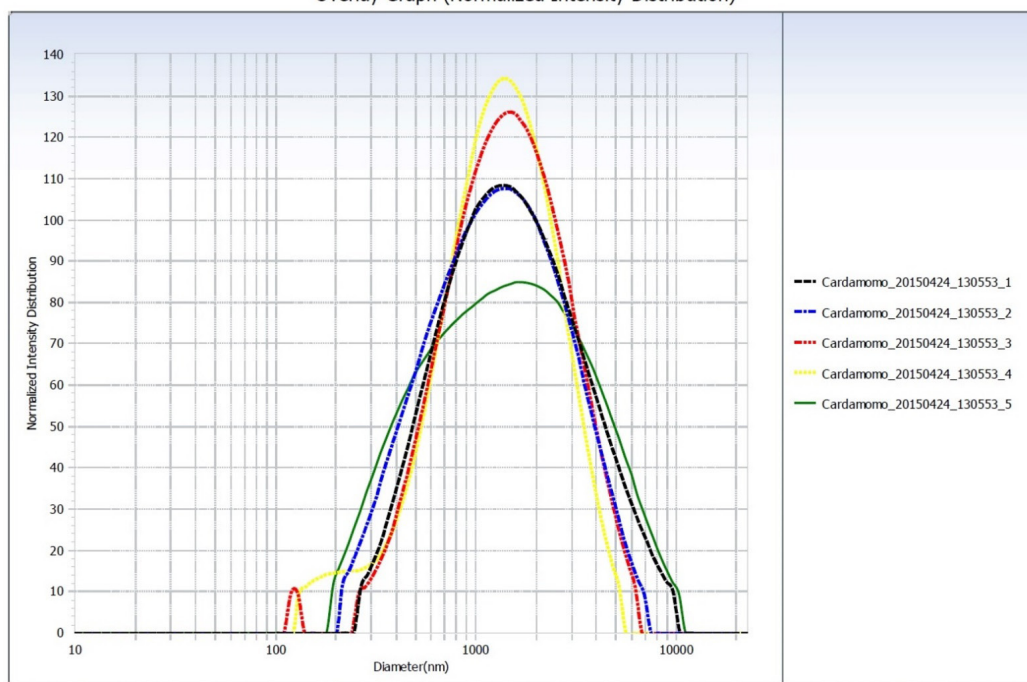
es el caso del aceite de cardamomo. Por esta razón el tamaño de partícula y la distribución de esta determinarán su capacidad de solubilizar los compuestos aromáticos.

En la Figura 4A se observa la micrografía de un conjunto de micro-partículas semi-esféricas con forma definida por el empleo de temperatura de secado superior a 160 °C, pero con una mezcla de superficies lisas y rugosas, estas últimas debido posiblemente a la velocidad



A

Overlay Graph (Normalized Intensity Distribution)



No	Data	Repet. No	pH	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	Cardamomo_20150424_130553_1	1	NA	1038.3	0.371	2022.9	518.3	1407.5	4160.1
2	Cardamomo_20150424_130553_2	2	NA	934.0	0.364	1661.2	423.1	1232.5	3330.7
3	Cardamomo_20150424_130553_3	3	NA	993.5	0.367	1728.0	536.2	1361.8	3252.0
4	Cardamomo_20150424_130553_4	4	NA	1028.5	0.378	1513.9	451.6	1242.9	2779.7
5	Cardamomo_20150424_130553_5	5	NA	980.9	0.399	2061.5	377.1	1349.2	4558.8
Average :				995.0	0.376	1797.5	461.3	1318.8	3616.3

B

Figura 4. (A) Microscopía Electrónica de Barrido del aceite microencapsulado; (B) Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas de aceite de cardamomo.

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

de evaporación del agua durante la encapsulación (inferior a 10 mL/min), similar a reportes previos de infusión de canela microencapsulada (ALAMILLA-BELTRÁN et al., 2005). El tamaño de las microcápsulas, exceptuando los valores inferiores a 10 micrones, se encuentran en un rango que va entre 13,07 y 25,78 μm , actúan como un indicador del efectivo proceso de recubrimiento.

En la Figura 4B se muestra la distribución del tamaño de partícula donde el pico máximo correspondiente al tamaño de partícula del 50% de las microcápsulas en solución acuosa a temperatura ambiente es 13,18 μm de un rango entre 4 y 33 micrones. Una distribución quasi-modal correspondiente a un solo modo con una amplia base, lo cual puede ser un indicador de una distribución uniforme de pequeñas partículas y las de mayor tamaño, ubicadas en los espacios libre como reflejo de la homogenización de la emulsión (SANTIAGO-ADAME et al., 2015).

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 lo cual 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 indica que a valores de potencial Z más positivo a +30 mV o más negativo que -30 mV normalmente se consideran más estables.

La confirmación de la microencapsulación y la reducción del tamaño de partícula por el efecto de la homogenización de la emulsión llevan a asociar esta presentación del aceite con una solubilidad en medio acuoso de 0,3 g/100 g H₂O a temperatura ambiente y de 4,5 g/100 g 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 0,3% 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.

4 Conclusiones

La obtención del aceite de cardamomo por fluidos supercríticos a escala semi-industrial, a partir de un análisis optimizado previamente a nivel de laboratorio, permitió obtener un producto con un rendimiento superior a los métodos convencionales, resultado de relevancia ya que confirma el alcance inicial de esta investigación, así como da a conocer un procedimiento para futuros escalados de condiciones de extracción similares, que se acercan cada vez más a la realidad de la capacidad industrial, facilitando la transferencia de conocimiento.

El análisis de diferentes condiciones de proceso de extracción, a partir de un material vegetal promisorio,

permite, como lo demuestran las concentraciones de los componentes volátiles obtenidos y el perfil sensorial evaluado, posicionar el aceite de cardamomo cultivado en Antioquia, Colombia, como un potencial aditivo, competitivo por su rendimiento, libre de solventes tóxicos, con bajo perfil astringente y más refrescante.

El uso del secado por aspersion del aceite de cardamomo es una alternativa para obtener un aditivo con características mejoradas de solubilidad desde el aceite de cardamomo con carácter no polar, lo cual amplía la posibilidad de usos en matrices acuosas de la industria alimenticia, para aprovechar las propiedades de aroma y sabor, al igual que su capacidad antioxidante.

En general, el uso de las dos tecnologías aplicadas permitió dar un valor agregado a las semillas de cardamomo, acorde a las exigencias mundiales para la industria de alimentos.

Agradecimientos

A la Corporación Universitaria Lasallista y la Fundación El Cinco por financiar el proyecto "Extracción por fluidos supercríticos y microencapsulación por *spray-dryer* de cardamomo: dos alternativas de desarrollo tecnológico para mejorar el perfil innovador de la industria de alimentos" y a las empresas *Bell Chem International S. A.* y *Duas Rodas Colombia S. A. S.* por brindar materia prima.

Referencias

- ALAMILLA-BELTRÁN, L.; CHANONA-PÉREZ, J. J.; JIMÉNEZ-APARICIO, A. R.; GUTIÉRREZ-LÓPEZ, G. F. Description of morphological changes of particles along spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 67, n. 1, p. 179-184, 2005. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.05.063>.
- ÁLVAREZ, R.; CARVALHO, C. P.; SIERRA, J.; LARA, O.; CARDONA, D.; LONDOÑO-LONDOÑO, J. Citrus juice extraction systems: effect on chemical composition and antioxidant activity of clementine juice. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 60, n. 3, p. 774-781, 2012. PMID:22225414. <http://dx.doi.org/10.1021/jf203353h>.
- BELITZ, H. D.; GROSCH, W.; SCHIEBERLE, P. Aroma compounds. In: BELITZ, H. D.; GROSCH, W.; SCHIEBERLE, P. **Food chemistry**. 4th ed. Heidelberg: Springer-Verlag, 2009. chap. 5, p. 340-401.
- BERISTAIN, C. I.; GARCÍA, H. S.; VERNON-CARTER, E. J. Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. **Lebensmittel-Wissenschaft Und-Technologie**, v. 34, n. 6, p. 398-401, 2001. <http://dx.doi.org/10.1006/food.2001.0779>.
- BOGOTÁ. Ministerio de Salud Pública y Protección Social. Resolución número 4241, de 9 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

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elektaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

- productos y de sus mezclas. **Diario Oficial de Colombia**, Bogotá, Colombia, 1991. 13 p. Disponible: <https://www.invima.gov.co/images/stories/resoluciones/resolucion_4241_1991.pdf>. Acceso: 1 dic. 2015.
- BOGOTÁ. Ministerio de Salud y Protección Social. Resolución número 0002154: reglamento técnico sobre los requisitos sanitarios que deben cumplir los aceites y grasas de origen vegetal o animal que se procesen, envasen, almacenen, transporten, exporten, importen y/o comercialicen en el país, destinados para el consumo humano. **Diario Oficial de Colombia**, Bogotá, Colombia, 2012. 32 p. Disponible: <<http://www.aduanimex.com.co/Documentos/TLC/RES%202154%20AGO%202%202012%20REGL%20TEC%20GRASAS%20Y%20ACEITES.pdf>>. Acceso: 1 dic. 2015.
- CABRERA-PADILHA, R. Y.; OLADEINDE, T. O.; FINZER, J. R. D.; LIMAVERDE, J. R. Drying of banana paste in rotatory dryer with inert bed. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 17, n. 1, p. 41-50, 2014. <http://dx.doi.org/10.1590/bjft.2014.007>.
- CAREY, F., SUNDBERG, R. J. Structural effects on stability and reactivity. In: CAREY, F. A.; SUNDBERG, R. J. **Advanced organic chemistry**. 5th ed. Berlin: Springer, 2007. 272 p.
- CHEMPAKAM, B.; SINDHU, S. Small cardamom. In: PARTHASARATHY, V. A.; CHEMPAKAM, B.; ZACHARIAH, T. J. (Ed.). **Chemistry of spices**. Calicut: Cab International, 2008. p. 41-58.
- EDRIS, A. E. Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents: a review. **Phytotherapy Research**, v. 21, n. 4, p. 308-323, 2007.
- GOLDSTEIN, J. **Microscopía electrónica de barrido y microanálisis de rayos X**. Dordrecht: Academic Kluwer; Madrid: Plenum Publishers, 2003.
- GOPALAKRISHNAN, N.; NARAYANAN, C. S. Supercritical carbon dioxide extraction of cardamom. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 39, n. 11, p. 1976-1978, 1991. <http://dx.doi.org/10.1021/jf00011a018>.
- GOVINDARAJAN, V. S.; NARASIMHAN, S.; RAGHUVEER, K. G.; LEWIS, Y. S. Cardamom: production, technology, chemistry and quality. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 9, n. 2, p. 227-326, 1982.
- GUARDIOLA, J.; BERNAL, J. Factores influyentes en la adopción de cultivos no tradicionales: el caso de Guatemala. **Agroalimentaria**, v. 15, n. 29, p. 27-37, 2009.
- HAMDAN, S.; DAOOD, H. G.; TOTH-MARKUS, M.; ILLÉS, V. Extraction of cardamom oil by supercritical carbon dioxide and sub-critical propane. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 44, n. 1, p. 25-30, 2008. <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2007.08.009>.
- HAYTOWITZ, D. B.; BHAGWAT, S. **USDA database for the oxygen radical absorbance capacity (ORAC) of selected foods: release 2**. Beltsville: US Department of Agriculture, 2010. 48 p.
- HORWITZ, W.; LATIMER, G. W. **Official methods of analysis of AOAC International**. 18th ed. Gaithersburg: AOAC International, 2005.
- HUANG, Y.; LAM, S. L.; HO, S. H. Bioactivities of essential oil from *Elektaria cardamomum* (L.) Maton to *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Stored Products Research**, v. 36, n. 2, p. 107-117, 2000. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-474X\(99\)00040-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-474X(99)00040-5).
- HUANG, Y. L.; YEN, G.-C.; SHEU, F.; LIN, J. Y.; CHAU, C. F. Dose effects of the food spice cardamom on aspects of hamster gut physiology. **Molecular Nutrition & Food Research**, v. 51, n. 5, p. 602-608, 2007. PMID:17440996. <http://dx.doi.org/10.1002/mnfr.200600249>.
- INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN – ICONTEC. **NTC 3932**: análisis sensorial. Identificación y selección de descriptores para establecer un perfil sensorial por una aproximación multidimensional. Bogotá, 1996. 5 p.
- INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN – ICONTEC. **NTC 3929**: análisis sensorial: metodología: métodos del perfil del sabor. Bogotá, 2009. 8 p.
- INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN – ICONTEC. **NTC 5167**: productos para la industria agrícola: productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas o acondicionadores de suelo. Bogotá, 2011. 10 p. Disponible: <<https://tienda.icontec.org/wp-content/uploads/pdfs/NTC5167.pdf>>. Acceso: 1 dic. 2015.
- INSTITUTO ECUATORIANO DE NORMALIZACIÓN – INEN. **NTE INEN 1 529-2:99**: control microbiológico de los alimentos, toma, envío y preparación de muestras para el análisis microbiológico. Quito, 1999. 24 p.
- KISHORE, K.; KALITA, H.; SINGH, M.; AVASTHE, R.; PANDEY, B.; DENZONGPA, R. Pollination studies in large cardamom (*Amomum subulatum* Roxb.) of Sikkim Himalayan region of India. **Scientia Horticulturae**, v. 129, n. 4, p. 735-741, 2011. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scienta.2011.05.031>.
- KRISHNAN, S.; BHOSALE, R.; SINGHAL, R. S. Microencapsulation of cardamom oleoresin: evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 61, n. 1, p. 95-102, 2005. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2005.02.020>.
- LARGO AVILA, E.; CORTES RODRÍGUEZ, M.; CIRO VELÁSQUEZ, H. J. Influence of maltodextrin and spray drying process conditions on sugarcane juice powder quality. **Revista Facultad Nacional de Agronomía**, v. 68, n. 1, p. 7509-7520, 2015. <http://dx.doi.org/10.15446/rfnam.v68n1.47839>.
- LUCCHESI, M. E.; SMADJA, J.; BRADSHAW, S.; LOUW, W.; CHEMAT, F. Solvent free microwave extraction of *Elektaria cardamomum* L.: a multivariate study of a new technique for the extraction of essential oil. **Journal of Food Engineering**, v. 79, n. 3, p. 1079-1086, 2007. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.03.029>.
- LUQUE DE CASTRO, M. D.; VALCÁRCEL, M.; VALCÁRCEL CASES, M. Características fisicoquímicas de los fluidos supercríticos. In: LUQUE DE CASTRO, M. D.; VALCÁRCEL, M.; VALCÁRCEL

Caracterización del aceite microencapsulado de cardamomo (*Elettaria cardamomum*) extraído por fluidos supercríticos a escala semi-industrial

Villada Ramírez, M. E. et al. Original Article

- CASES, M. **Extracción con fluidos supercríticos en el proceso analítico**. Barcelona: Reverté, 1993. p. 47-118.
- MARONGIU, B.; PIRAS, A.; PORCEDDA, S. Comparative analysis of the oil and supercritical CO₂ extract of *Elettaria cardamomum* (L.) Maton. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, n. 20, p. 6278-6282, 2004. PMID:15453700. <http://dx.doi.org/10.1021/jf034819i>.
- MONTGOMERY, D. C. Response surface methods and other approaches to process optimization. In: MONTGOMERY, D. **Design and analysis of experiments**. 5th ed. New York: Wiley, 2001.
- MUKHOPADHYAY, M. **Natural extracts using supercritical carbon dioxide**. Florida: CRC Press, 2000. 360 p. <http://dx.doi.org/10.1201/9781420041699>.
- NAIK, S. N.; MAHESHWARI, R. C. Extraction of essential oils with liquid carbon-dioxide. **PAFAI Journal**, v. 10, n. 3, p. 18-24, 1988.
- NAIR, K. P. P. The agronomy and economy of *Cardamom* (*Elettaria cardamomum* M.): the "queen of spices". **Advances in Agronomy**, v. 91, n. 6, p. 179-471, 2006. [http://dx.doi.org/10.1016/S0065-2113\(06\)91004-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0065-2113(06)91004-9).
- NAJAFI, M. N.; KADKHODAEI, R.; MORTAZAVI, S. A. Effect of drying process and wall material on the properties of encapsulated cardamom oil. **Food Biophysics**, v. 6, n. 1, p. 68-76, 2011. <http://dx.doi.org/10.1007/s11483-010-9176-x>.
- MÉXICO. Secretaría de Economía. **PROY-NMX-F-161-SCFI-2006: alimentos-aceite comestible puro de cártamo-especificaciones**. Nuevo México: Secretaría de Economía, 2006.
- OFICINA DE PUBLICACIONES OFICIALES DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS – CONSLEG. **Reglamento (CE) N° 2568/91**: relativo a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sobre sus métodos de análisis. Bruselas: CONSLEG, 1991. 122 p. Disponible: <<http://www.aceitesantana.com/ley/NORMAS-R-2568-1991.pdf>>. Acceso: 1 dic. 2015.
- OLENNIKOV, D. N.; ROKHIN, A. V. Water soluble glucans from true Cardamom (*Elettaria cardamomum* White at Maton) seeds. **Prikladnaia Biokhimiia i Mikrobiologiia**, v. 49, n. 2, p. 197-202, 2013. PMID:23795480.
- OLLE, M.; BENDER, I. The content of oils in umbelliferous crops and its formation. **Agronomy Research**, v. 8, n. 3, p. 687-696, 2010.
- PAVAS, E. G.; VEGA, A. S. Evaluación a escala de planta piloto del proceso industrial para la obtención de aceite esencial de cardamomo, bajo la filosofía "Cero Emisiones". **Cuaderno de Investigación**, n. 30, p. 1-38, 2005. Disponible: <<http://publicaciones.eafit.edu.co/index.php/cuadernos-investigacion/article/view/1363/1234>>. Acceso: 1 dic. 2015.
- RAGHAVAN, B.; ABRAHAM, K. O.; SANKARACHARYA, N. B.; SHANKARANARAYANA, M. L. Cardamom: studies on quality of volatile oil and product development. **Indian Spices**, v. 28, n. 3, p. 20-24, 1991.
- SANTIAGO-ADAME, R.; MEDINA-TORRES, L.; GALLEGOS-INFANTE, J. A.; CALDERAS, F.; GONZÁLEZ-LAREDO, R. F.; ROCHA-GUZMÁN, N. E.; OCHOA-MARTÍNEZ, L. A.; BERNAD-BERNAD, M. J. Spray drying-microencapsulation of cinnamon infusions (*Cinnamomum zeylanicum*) with maltodextrin. **Lebensmittel-Wissenschaft + Technologie**, v. 64, n. 3, p. 571-577, 2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2015.06.020>.
- SANGAKKARA, U. R. Pod, seed and germination characteristics of selected Cardamom (*Elettaria cardamomum* (Linn.) Maton) varieties. **Journal Agronomy & Crop Science**, v. 175, n. 1, p. 51-56, 1995. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1439-037X.1995.tb01128.x>.
- SENGOTTUVELU, S. Cardamom (*Elettaria cardamomum* Linn. Maton) seeds in health. In: PREEDY, V. R.; WATSON, R. R.; PATEL, V. B. (Ed.). **Nuts and seeds in health and disease prevention**. India: Academic Press, 2011. chap. 34, p. 289.
- SIDDIQUE, B. M.; AHMAD, A.; IBRAHIM, M. H.; HENA, S.; RAFATULLAH, M.; OMAR, M. A. K. Physico-chemical properties of blends of palm olein with other vegetable oils. **Grasas y Aceites**, v. 61, n. 4, p. 423-429, 2010. <http://dx.doi.org/10.3989/gya.010710>.
- SIDDIQUI, M. Z.; THOMAS, M.; PRASAD, N. Physicochemical characterization and antioxidant activity of essential oils of Guggul (*Commiphora wightii*) collected from Madhya Pradesh. **Indian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 75, n. 3, p. 368-372, 2013. PMID:24082356. <http://dx.doi.org/10.4103/0250-474X.117422>.
- SINGH, G.; KIRAN, S.; MARIMUTHU, P.; ISIDOROV, V.; VINOGROROVA, V. Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and various oleoresins of *Elettaria cardamomum* (seeds and pods). **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 88, n. 2, p. 280-289, 2008. <http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.3087>.
- TAMAYO, A. C. Caracterización de genotipos seleccionados de cardamomo *Elettaria cardamomum* L. (Matón) (Zingiberaceae). **Tierra Tropical**, v. 3, n. 2, p. 233-241, 2007.
- VESOVIC, V.; WAKEHAM, W. Transport properties of supercritical fluids and fluid mixtures. In: BRUNO, T.; ELY, J. (Ed.). **Supercritical fluid technology**. Boca Ratón: CRC Press, 1991, p. 245-289.
- VIGNONI, L. A.; CÉSARI, R. M.; FORTE, M.; MIRÁBILE, M. L. Determinación de índice de color en ajo picado. **Información Tecnológica**, v. 17, n. 6, p. 63-67, 2006. <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642006000600011>.
- VILLEGAS-RUIZ, X.; RUIZ-ESPINOSA, H.; BÁRCENAS-POZOS, M. E. Tecnologías de enmascaramiento de sabor amargo en alimentos. **Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos**, v. 4, n. 1, p. 27-36, 2010. Disponible: <[http://www.udlap.mx/WP/tsia/files/No4-Vol-1/Tsia-4\(1\)-Villegas-Ruiz-et-al-2010.pdf](http://www.udlap.mx/WP/tsia/files/No4-Vol-1/Tsia-4(1)-Villegas-Ruiz-et-al-2010.pdf)>. Acceso: 1 dic. 2015.
- YADAV, A. S.; BHATNAGAR, D. Free radical scavenging activity, metal chelation and antioxidant power of some of the Indian spices. **BioFactors**, v. 31, n. 3-4, p. 219-227, 2007. PMID:18997285. <http://dx.doi.org/10.1002/biof.5520310309>.