



Artículo original / Original article

Aceites Esenciales de *Zingiber Officinale*: extracción por pulsos de vapor en cascada

Zingiber Officinale Essential Oils: cascade steam pulse extraction

Ali Epifanio Díaz-Cama^{1*}; Marleni Vilma Bautista-Espinosa¹; Patricia Quispe-Barrantes¹; Jesús Manuel Flores-Arizaca²

¹ Universidad Nacional Federico Villarreal, Lima – Perú

² Universidad Nacional Amazónica de Madre de Dios, Puerto Maldonado – Perú

Recibido: 12/08/2023

Aceptado: 10/11/2023

Publicado: 20/12/2023

Autor de correspondencia: adiazc@unfv.edu.pe

Resumen: La extracción de aceites esenciales mediante hidrodestilación y destilación en corriente de vapor, muestran una baja cinética, degradación térmica e hidrolítica de algunos compuestos insaturados y ésteres, y reducido rendimiento, siendo necesarios el desarrollo de alternativas más eficientes, como la destilación por pulsos de vapor en cascada. El objetivo del estudio es determinar las condiciones operativas óptimas para maximizar el rendimiento en aceite esencial extraído de los rizomas de *Zingiber officinale*. Se utilizó el diseño de superficie respuesta del tipo compuesto central y la función de deseabilidad, considerando a X1: número de pulsos de vapor (20 a 60 pulsos/ciclo), X2: tiempo de extracción (10 a 75 min) y X3: presión de vapor (0,5 a 2,5 bar) como variables independientes y la respuesta el rendimiento en aceite esencial extraída en base seca. El rendimiento máximo fue de $2,76 \pm 0,021$ g de aceite esencial en base seca, superior en 2,4 veces a la Hidrodestilación, siendo las condiciones operativas 44,7 pulsos, 38,8 min y 1,8 bares a una deseabilidad de 0,856. La Destilación por pulsos de vapor en cascada, resultó ser una alternativa muy eficiente en la extracción de aceites esenciales de los rizomas de *Zingiber officinale*. Siendo este un proceso amigable con el medio ambiente, operación a condiciones no extremas, con reducido consumo energético y de fácil operación.

Palabras clave: Aceites esenciales; cascada; hidrodestilación; jengibre.

Abstract: The extraction of essential oils by hydrodistillation and steam distillation show low kinetics, thermal and hydrolytic degradation of some unsaturated compounds and esters, and reduced yield, making it necessary to develop more efficient alternatives, such as steam pulse distillation. in cascade. The objective of the study is to determine the optimal operating conditions to maximize the yield of essential oil extracted from the rhizomes of *Zingiber officinale*. The response surface design of the central composite type and the desirability function were used, considering X1: number of steam pulses (20 to 60 pulses/cycle), X2: extraction time (10 to 75 min) and X3: pressure of steam (0.5 to 2.5 bar) as independent variables and the response is the yield of essential oil extracted on a dry basis. The maximum yield was 2.76 ± 0.021 g of essential oil on a dry basis, 2.4 times higher than Hydrodistillation, with the operating conditions being 44.7 pulses, 38.8 min and 1.8 bars at a desirability of 0.856. Cascade steam pulse distillation turned out to be a very efficient alternative in the extraction of essential oils from the rhizomes of *Zingiber officinale*. This being an environmentally friendly process, operation under non-extreme conditions, with reduced energy consumption and easy operation.

Keywords: Essential oils; cascade; hydrodistillation; ginger

1. Introducción

Los aceites esenciales (AEs) son productos naturales formados por varios compuestos volátiles (Sangwan et al., 2001), solubles en solventes orgánicos, pero a temperatura ambiente son insolubles en agua (Ringuelet & Viña, 2013), presentan olores aromáticos característicos en forma de fenoles, alcoholes simples, cetonas, aldehídos y ésteres (Casado, 2018), debido a sus múltiples propiedades asociadas a su consumo, se pueden usar como antioxidante (Ezez & Tefera, 2021), saborizante e ingrediente aromático en preparación de alimentos, aplicaciones farmacéuticas (Jorge-Montalvo et al., 2020), cosméticos o agentes terapéuticos en aplicaciones médicas (Tellez-Monzón & Nolazco-Cama, 2017). Además, dentro de ellos están presentes diferentes terpenoides principalmente en los monoterpenos y sesquiterpenos, que desde la antigüedad se han utilizado para tratar enfermedades diversas, tales como espasmos, fiebre, problemas respiratorios, enfermedades cardiovasculares, problemas gastrointestinales y ansiedad (Bermúdez-Vásquez et al., 2019; Golmakani, et al., 2017). Existen varios trabajos que ha demostrado la actividad antimicrobiana, actividad antibacteriana (AL-Jabri & Hossain, 2018; Albado et al., 2001; Castillo, 2018) y actividad antiinflamatoria (Young et al., 2005).

La composición química de los (AEs) de *Zingiber Officinale* están compuestos por neral y geranial (9,7-10,4 % y 11,6-14,0 % respectivamente), zingibereno (7,7-8,4 %), canfeno (5,4-6,4 %), arcurcumeno (2,8-3,3 %), α -farneseno (3,2-3,6 %), 1,8-cineol geraniol y citronelol (Leyva et al., 2007). De acuerdo al tipo de compuestos se pueden agrupar en: Terpenos: decanal, β -burboneno y linoleato de etilo, α -zingibereno, β -sesquifelandreno, citral y α -farneseno, citronelal, linalol, borneol, α -terpineol, nerol, linalol, α -bisabolol, longipinocarveol, limoneno, zingerona, α -terpineol y docosano (Reyes-Najar et al., 2011).

Los aceites esenciales (AEs) de jengibre se extraen comúnmente mediante métodos convencionales tales como Destilación por arrastre de Vapor (SD), siendo este método el más utilizado para la extracción de aceites esenciales (Masango, 2005). En el estudio de obtención de aceite esencial de jengibre con esta tecnología, se obtuvieron rendimientos de 0,8 % en peso del material seco (Vásquez et al., 2001). Otro estudio similar con la influencia de la temperatura y tiempo de secado, se determinó un rendimiento 0,00977 mL/g b.s (Limache, 2017). Otro método convencional es el de Hidrodestilación (HD) (Guenter, 1948), la ventaja de esta técnica es que el material a extraer se puede destilar a una temperatura por debajo de 100 °C (Tongnuanchan & Benjakul, 2014), se menciona un estudio con Hidrodestilación (HD), donde se realizaron corridas en varios ciclos de extracción de 15 minutos, el rendimiento de extracto de aceites esenciales que alcanzó fue de 0,5 % a partir de 100 g de material de partida (Phat et al., 2020). Es necesario mencionar el proceso de extracción por Hidrodifusión, en esta técnica el vapor se aplica desde la parte superior del material a extraer (Tongnuanchan & Benjakul, 2014), esta es superior a la destilación por arrastre de vapor debido a que mejora el rendimiento en la producción y la tendencia a disminuir el consumo energético de manera homogénea y permanente en el tiempo (Guillen, 2022). En estos procesos el vapor se distribuye en forma uniforme a través de toda la materia prima, en donde se genera una mezcla azeotrópica de vapor de agua y componentes volátiles provenientes de la matriz vegetal separando dos mezclas denominadas fase oleosa casi frecuentemente insolubles en agua, constituido principalmente por terpenos, terpenoides y otras moléculas orgánicas y la fase acuosa compuesta de una mezcla de agua (agua floral) y componentes solubles en ella (Bruneton, 1993; Geankoplis, 1998).

En cuanto a los métodos emergentes, se tienen los procesos de Extracción Asistida por Microondas (MAE), esta permite una extracción rápida y permite ahorros de energía (Guillen, 2022), se le considera un producto libre de solventes que reduce el tiempo de extracción y el consumo de energía (Cordova et al., 2020); por otra parte se tiene la Extracción Asistida por Ultrasonido (UAE), esta técnica reporta resultados superiores en comparación con los métodos convencionales, es amigable con el medio ambiente (Ramón & Gil-Garzón, 2021). La importancia de estas técnicas radica en el aumento del rendimiento, acortar tiempos y consumo de energía (Barotto, 2021); otra técnica en mencionar es la extracción de fluidos supercríticos (SFE), que es una tecnología respetuosa con el medio ambiente y generalmente reconocida como técnica segura "GRAS" (Ahmad et al., 2019; Reyes-Najar et al., 2011).

La posibilidad de mejorar estas técnicas, nos lleva a estudios mucho mas emergentes. Se tiene el estudio realizado por Palomino (2016), que utiliza pulsos de vapor saturada a presión en multiples etapas en una columna de relleno. En este estudio se realiza el aislamiento de (AEs) con flujo de vapor pulsante (SPF), donde reporta un incremento del 55 % en el rendimiento alcanzado respecto a la destilación con (SD). La cantidad de especie aislada en (AEs) con (SPF) es casi el triple de lo conseguido con (SD) y la productividad es 11 veces más productivo con respecto a la destilación por (SD).

Para entender esta tecnología, se cuentan con estudios previos, como condensación diferencial (DC) y vaporización diferencial (DV), estas se consideran una alternativa a la destilación ordinaria, como resultado se pueden requerir menos etapas en comparación con la destilación convencional (McCandless, 2002). Por otra parte se tiene el uso de módulos de destilación por membrana de contacto directo de flujo cruzado (XF-DCMD), el cual permite velocidades y flujos volumétricos bajos y mantiene buenos coeficientes de transferencia de calor (Gilron et al., 2007). En relación a estudios con enfoque en cascada, se tiene el de Hidrodestilación Asistida por Microondas (MAHD) en un aparato Clevenger para obtener el aceite esencial de limón (LEO) (Martínez-Abad et al., 2020).

Mediante el presente estudio de extracción de aceites esenciales, se estableció las condiciones operativas óptimas de la extracción de aceites esenciales de los rizomas de Jengibre (*Zingiber officinale*) mediante destilación por pulsos de vapor en cascada maximizando el rendimiento y la calidad del aceite extraído.

Se estableció la relación cuantitativa entre las condiciones de operación del proceso de extracción de aceite esencial respecto al rendimiento en aceite extraído, utilizando diseño de superficie respuesta del tipo compuesto central y la función de deseabilidad.

Se optimizó el modelo matemático de diseño superficie respuesta del tipo compuesto central del proceso de extracción, maximizando el rendimiento del aceite extraído.

2. Materiales y métodos

2.1. Preparación de las muestras

Las muestras de rizomas de *Z. officinale* utilizada previamente establecida fue de 82 kg, las que se lavaron con agua, después del cual, se procedió a cortarlos en trozos pequeños y deshidratarlos en un secador de bandejas (Bruneton, 1993), con corriente de aire a 50 °C hasta una humedad menor al 10 %. Estas muestras se almacenaron en recipientes cerradas a una temperatura de 5 °C antes de su extracción por pulsos de vapor en cascada.

2.2. Extracción de aceites esenciales por el Método Clevenger - hidrodestilación

Se tomaron por triplicado 100 g de muestra y se sometieron a extracción con la adición de 1:3 partes en masa de muestra: agua, llevando a ebullición para luego coleccionar los aceites esenciales en frascos, el método utilizado de Clevenger (Guenther, 1948) de extracción de aceites esenciales, es recomendado por la farmacopea americana como estándar para comparación con otros métodos de extracción, así como para establecer la calidad de los aceites esenciales extraídos. El equipo utilizado consta de una manta calefactora con una potencia de 500 watt comandado por un controlador de temperatura PID de la serie TZ4ST, 240VCA 50/60Hz, sensor de temperatura Pt-100, 1-5VCC y salida tipo SSR 12 VCC+- 3V 30 mA. Además de un balón de destilación de 1000 mL, y un condensador - separador de fases en un tubing con escala de 0 a 2 mL, según la Figura 1. El tamaño medio de partícula de la muestra fue de ca. 2,5 mm, con una humedad ca. 56 % b.s. La cantidad de muestra fue de 100 g, que se trasvasa a un balón de destilación de 1000 mL, añadiéndose agua destilada como solvente en una relación másica entre muestra particuladas y agua de 1: 5.



Figura 1. Módulo de hidrodestilación de aceite esencial.

2.3. Configuración del destilador por pulsos de vapor en cascada (DPVC)

El montaje experimental se configura en la Figura 2 el cual incluye una caldera donde se genera vapor. La caldera de vapor saturado a presión (1 a 4 bar), posee una tubería conectada a la cámara de extracción, donde la presión y flujo de vapor saturados, los ciclos de pulsos por cascada son controlada por dos válvulas servoaccionadas desde el tablero de control bajo un programa de trabajo establecido según el diseño experimental.

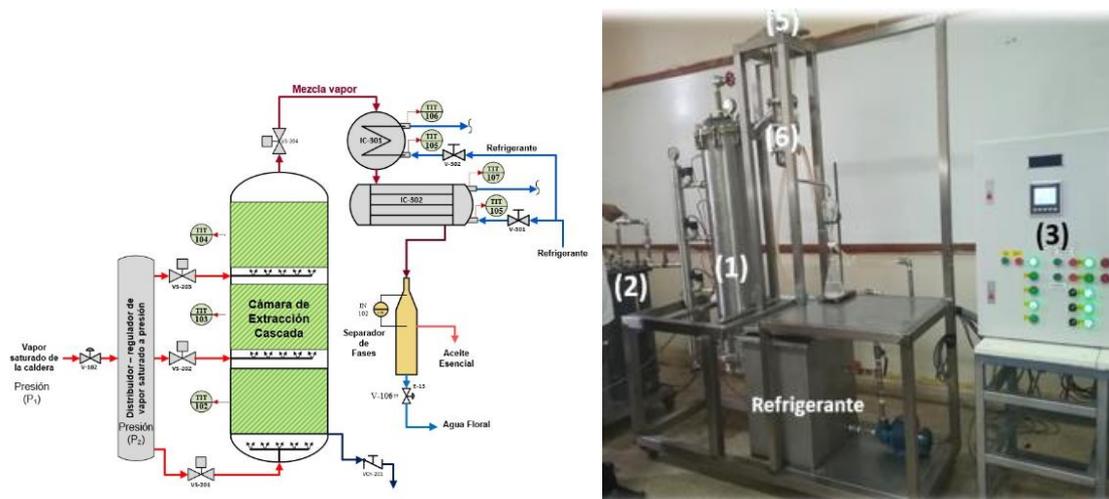


Figura 2. Módulo DPVC para aislamiento de aceites esenciales.

2.4. Descripción del proceso

La recolección de datos fue tomada de cada experimento, registrándose la variación de la temperatura en la cámara de extracción, siendo esta alimentada con una carga de muestra deshidratada de 2 kilogramos por tratamiento, luego del cual se cierra la tapa de la cámara de extracción y se sometieron a pulsos de corriente de vapor saturado a presión en cascada. La mezcla de vapor que se evacúa por la tubería de conexión entre la salida de mezcla vapor-aceite esencial de la cámara de extracción y el condensador total; en el intercambiador de calor, la mezcla de vapor extraída se condensó a una temperatura de 5 °C y los condensados se colectaron en un florentino de separación de fases ejecutado en vidrio borosilicatado. En este punto se tomaron lecturas de la altura de aceite separado en el tiempo utilizando una cámara automática y vía visión computacional se establece la cinética de extracción y la cantidad de aceite extraído en cada tratamiento experimental, registrándose según la matriz de diseño experimental. Del florentino se separó la fase oleosa y se colectó en un frasco de vidrio de color ámbar previamente pesada y etiquetada, y la diferencia de peso se registra para determinar la cantidad de aceite esencial extraído. Se añadió una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro para deshidratar el aceite esencial y se almacenó a una temperatura de 2 °C hasta su análisis por cromatografía de gases acoplado con espectrómetro de masas (GC-MS).

2.5. Diseño experimental

Para el establecimiento de las mejores condiciones de extracción de los aceites esenciales contenidos en la matriz vegetal de los rizomas de *Z. officinale* por el método de destilación por pulsos de vapor en cascada (DPVC), se utilizó un diseño de superficie en respuesta del tipo compuesto central (DCC) con repeticiones en todos los puntos del diseño, de 2 niveles, un punto central y los puntos axiales, así como 3 factores para establecer las mejores condiciones de extracción de aceites esenciales en un equipo a escala banco que se diseñó y se adecuó para este estudio. La matriz de factores y niveles se presenta en la Tabla 1. Las variables de entrada consideradas como condiciones operativas significativas fueron X1: Número de ciclos de vapor; X2: Tiempo extracción y X3: Presión de vapor saturado. El ciclo de pulsos de vapor se varió de 20 a 60 pulsos/ciclo, el tiempo extracción de 15 a 75 min y presión de vapor saturado de 0,5 a 2,5 bar, considerándose el tamaño y humedad de la matriz vegetal como constante con valores que se determinaron previamente. Las variables respuesta, fueron el rendimiento en aceites esenciales

extraída en base seca, el que se determinó con la Ecuación 1 y la calidad del aceite esencial obtenido, índice de refracción y la densidad (kg/ m3).

$$\eta_{AES} = \frac{w_{AES}}{w_M} \times 100\% \quad (1)$$

donde, η_{AES} , es el rendimiento en masa de aceite esencial extraído (%)

w_{AES} , es la masa de aceite esencial extraído en cada tratamiento, (g)

w_M , es la masa rizomas de *Z. officinale* en base seca (100 g)

El número de tratamientos fue de 19, según la matriz de diseño, el que obtuvo de la siguiente relación:

$$N = 2^k + 2k + \alpha \quad (2)$$

donde, N, es el número de experimentos o tratamientos,

k, es el número de factores (k = 3);

α , son los puntos estrella o extremos para el DCC

Tabla 1. Matriz de variables y niveles.

Factor	Nombre	Unidades	Nivel de Factores			Std. Dev.
			Mínimo	Medio	Máximo	
A	Número de ciclos de vapor	Pulsos/ciclo	20	40	60	4,41
B	Tiempo de extracción	min	15	45	75	8,82
C	Presión de vapor saturado	Bar	0,5	1,5	2,5	0,441

2.6. Técnica de optimización

Se optimizó del proceso de destilación por pulsos de vapor en cascada (DPVC), mediante el método de superficie respuesta, diseño compuesto central (CCD) recomendado por Montgomery (2004), se utilizó la estrategia de la función de deseabilidad con la ayuda del software Design Expert V. 13 (versión prueba), siguiendo la secuencia de la Figura 3.

El propósito consistió en seleccionar la mejor combinación de los parámetros de control, de modo que el producto o proceso se robusteció con respecto a los factores de ruido. El método CCD, utilizó un modelo polinómico de orden superior (segundo, tercera, etc.), según:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{\substack{j \neq i \\ j=1}}^k \sum_{i=1}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (3)$$

El estudio sistemático con el método CCD, utiliza 10 etapas, según la Figura 3.

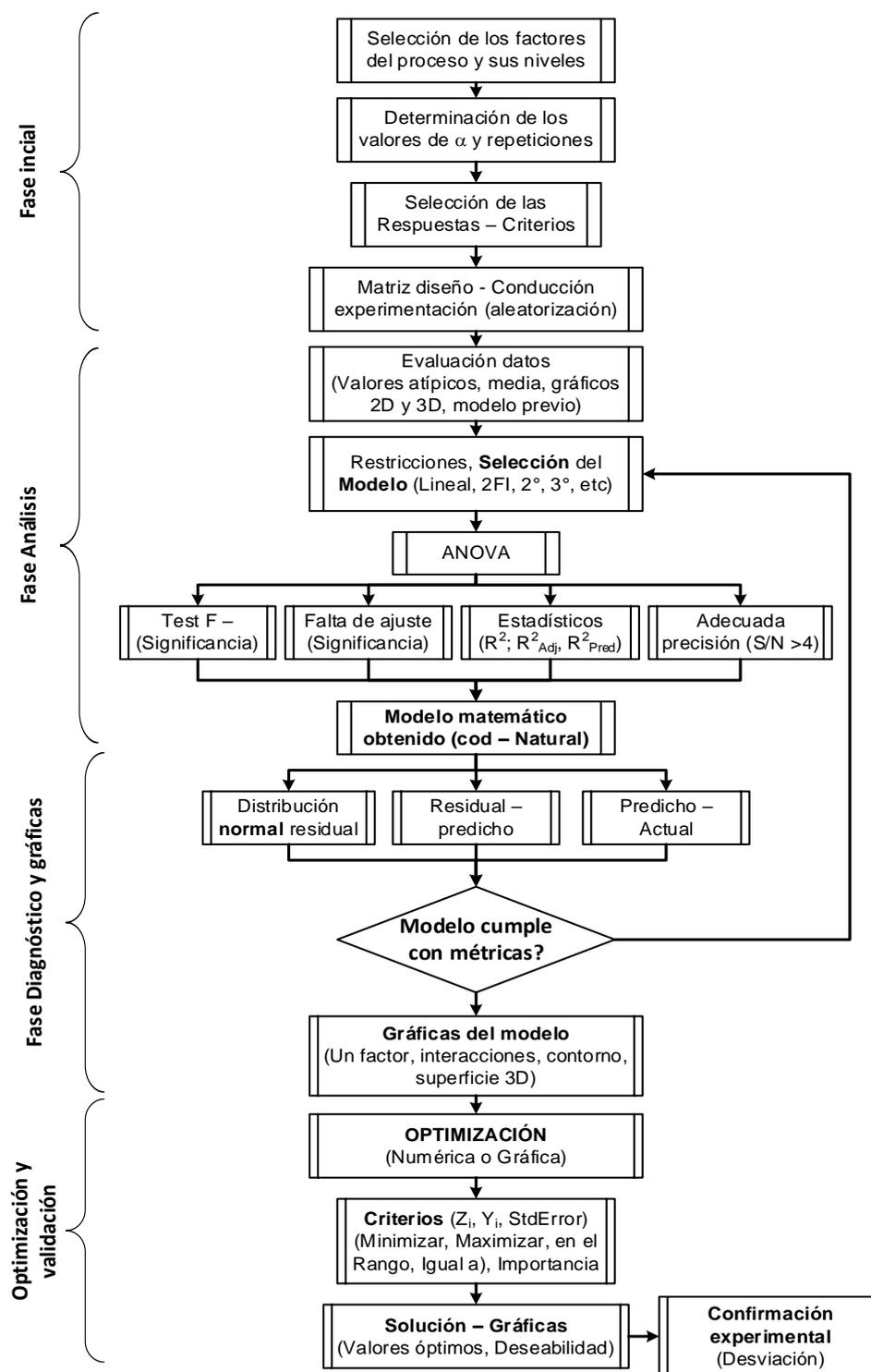


Figura 3. Metodología superficie respuesta (MSR) – diseño compuesto central (CCD).

Una vez establecido el modelo matemático polinomial, se evaluó según el siguiente procedimiento. El análisis de los resultados utilizando el método CCD, se realizó mediante ANOVA, evaluando los efectos relativos de todos los factores en la respuesta. Los parámetros usando ANOVA son calculados con las ecuaciones presentados en la tabla 2 de Montgomery (2004).

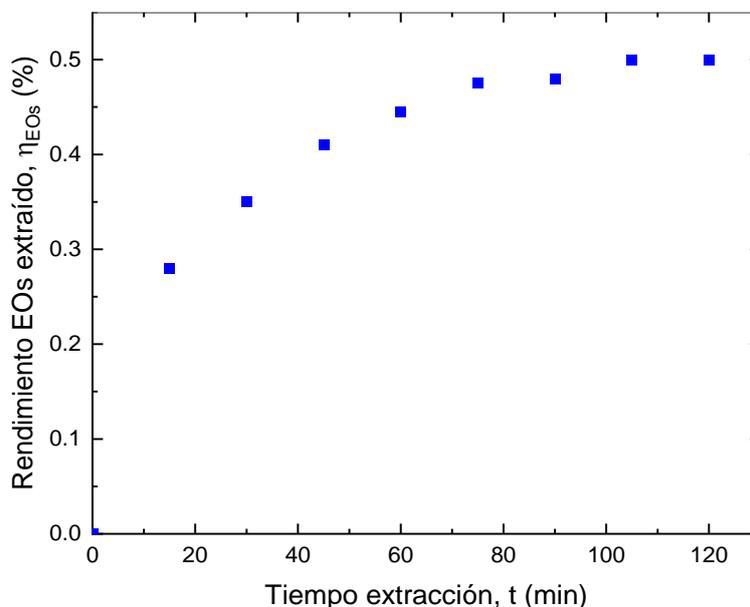
Tabla 2. Análisis estadístico (ANOVA)

Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	F _{obs}
Regresión	$SS_{reg} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (\hat{y}_i - \bar{y})^2$	$p - 1$	$MS_{reg} = \frac{SS_{reg}}{p - 1}$	$\frac{MS_{reg}}{MS_{res}}$
Residual	$SS_{res} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \hat{y}_i)^2$	$n - p$	$MS_{res} = \frac{SS_{res}}{n - p}$	
Falta de ajuste	$SS_{reg} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_i - \hat{y}_i)^2$	$m - p$	$MS_{lof} = \frac{SS_{lof}}{m - p}$	$\frac{MS_{lof}}{MS_{puro}}$
Error puro	$SS_{reg} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$	$n - m$	$MS_{puro} = \frac{SS_{puro}}{n - m}$	
Total	$SS_{reg} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y})^2$	$n - 1$		

3. Resultados y discusión

3.1. Rendimiento mediante el método de Clevenger

La primera gota de aceite esencial extraído se lleva a cabo a los 20 minutos de iniciado el calentamiento, luego se contabiliza la extracción de aceite esencial por el lapso de 150 minutos, según recomendación por la Farmacopea europea. La cantidad de aceite esencial extraído al principio es rápida y luego disminuye lentamente, hasta llegar a un instante donde no se observa el incremento de aceite esencial en el capilar de separación de fases del Clevenger. La Figura 4, ilustra el rendimiento de aceite esencial resultante de la extracción, cuya curva indica que la eficiencia del aceite aumentó proporcionalmente con el tiempo de destilación, luego permaneció constante después de 90-150 min.

**Figura 4.** Rendimiento en aceite esencial de Jengibre mediante Clevenger.

El rendimiento de aceite esencial de jengibre obtenido después del proceso de extracción alcanzó el 0,5 % (v/w, v/100g de muestra húmeda) a los 95 min. A partir de los 95 min en adelante, la

cantidad de EO obtenidos fue un cambio insignificante. Los resultados en base seca corresponden a 1,1364 % b.s, este resultado es 0,4464 veces mayor a los reportados por Souza et al. (2020) y 0,9364 mayor que Al-Dhahli et al. (2020).

3.2. Rendimiento en aceite esencia por pulsos de vapor en cascada

El proceso de extracción de AE por pulsos de vapor en cascada, consiste en la liberación de AEs contenidos en la matriz vegetal por efecto termo-mecánico de pulsos de vapor en ciclos cortos de tiempo a distintas presiones de vapor saturado y una disminución súbita de la misma a un nivel inferior a la atmosférica, provocando una caída de presión en las proximidades de los tejidos epidermales donde están ubicados los de los EAs, induciendo a un proceso isoentálpico y de baja presión relativa del vapor de agua que implica una auto vaporización parcial de la humedad y componentes volátiles contenidas en la matriz vegetal. En la Tabla 3 se muestra los datos experimentales, observándose que, 71,43 % en el rango de 2,14 a 3,08 g EA/100 g y 28,57 % en el rango de 1,2 a 2,14 g EA/100 g, con un mínimo de rendimiento de 1,2 g EA/100 g a las condiciones operativas de 40 pulsos, 45 min y 0,5 bar de presión, mientras un máximo de 3,08 g EA/100 g a 50 pulsos, 30 min y 2 bares, con un promedio $2,356 \pm 0,132$ g EA/100 g.

Tabla 3. Análisis de Superficie Respuesta.

Std	Run	A: Pulsos	B: Tiempo (min)	C: Presión (bar)	Rendimiento (g EA/100 g)	Predicción (g EA/100 g) (Ec. 4)
14	1	0	0	0	2,32	2,39
10	2	0	0	2	2,92	2,93
13	3	0	0	0	2,35	2,39
1	4	1	1	-1	1,89	1,87
6	5	2	0	0	2,72	2,72
9	6	0	0	-2	1,2	1,21
2	7	1	-1	1	3,08	3,06
11	8	0	0	0	2,45	2,39
4	9	-1	-1	-1	1,78	1,76
8	10	0	2	0	2,56	2,57
3	11	-1	1	1	2,72	2,70
12	12	0	0	0	2,4	2,39
7	13	0	-2	0	2,55	2,56
5	14	-2	0	0	2,05	2,05

Los datos experimentales muestran que la presión del vapor saturado inyectado a la cámara de extracción como los pulsos de vapor tienen un efecto significativo en la variación del rendimiento, así a una presión de 2 bares y 50 pulsos de vapor se tiene un rendimiento de 3,08 g EA/100 g muestra y a 0,5 bares y 40 pulsos de vapor 1,2 g EA/100 g muestra (Figura 5a). Mientras que el tiempo de operación tiene un leve efecto significativo en el rendimiento de aceite esencial extraído. El efecto de los parámetros operativos en la extracción DIC fueron abordados por Allaf et al. (2013); Besombes et al. (2010); Kristiawan et al. (2008) que concuerdan que la presión de vapor saturado, tiempo de extracción y el número de ciclos tienen efectos diversos en el rendimiento de AE extraídos desde matrices vegetales, debido a la expansión y ruptura de la estructura celular y mejora la difusividad efectiva, incremento del contacto entre el solvente (agua) y los solutos con la consecuente vaporización de la mezcla de AE y agua. Efecto similar

observada en el estudio de extracción DPVC, con la subsecuente disminución de tiempo de proceso.

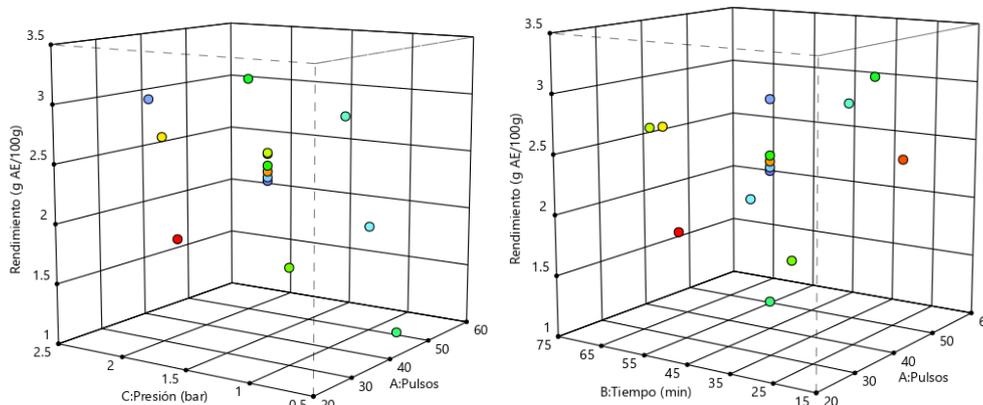


Figura 4. Rendimiento en aceite esencial de Jengibre mediante Clevenger.

Al realizar la comparación en el rendimiento con las muestras extraídas por hidrodestilación se pudo apreciar que el método DPVC es superior en 1,9436 veces al de HD, así como una reducción en tiempo de extracción de 120 a 30 minutos. Esta observación es concordante con resultados reportados por Allaf et al. (2013) y Kristiawan et al. (2008) para el proceso de extracción mediante caída súbita de presión (DIC).

Para un grado de confiabilidad del 95 % ($\alpha = 0,05$), el modelo cuadrático reducido representa adecuadamente los datos experimentales, con un valor F de 174,87. Solo un $1,08 \times 10^{-3}$ % de probabilidad de que un valor F tan grande se produzca debido al ruido. En este caso, los factores individuales del número de pulsos de vapor (X_1), la presión de vapor saturado (X_3), las interacciones de X_1X_2 , y los términos cuadráticos de X_2^2 y X_3^2 fueron considerados significativos (Tabla 4), al cambiar el valor de los niveles de los factores establecidos en la Tabla 3.

Tabla 4. ANOVA para modelo cuadrático reducido.

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value
Model	3,17	8	0,3958	174,87	1,08E-05
X_1 -Pulsos	0,2245	1	0,2245	99,17	0,0002
X_2 -Tiempo	0	1	0	0,0221	0,8877
X_3 -Presión	1,48	1	1,48	653,58	1,71E-06
X_1X_2	0,028	1	0,028	12,38	0,0169
X_1X_3	0,0113	1	0,0113	4,98	0,0761
X_2X_3	0,0067	1	0,0067	2,95	0,1468
X_2^2	0,0468	1	0,0468	20,69	0,0061
X_3^2	0,1537	1	0,1537	67,93	0,0004
Residual	0,0113	5	0,0023		
Lack of fit	0,0015	2	0,0008	0,2321	0,8059
Pure error	0,0098	2	0,0033		
Cor Total	3,18	13			

La desviación estándar como porcentaje de la media fue de 4,76 %, lo que sugiere que el modelo es confiable y utilizarse para navegar en el dominio del diseño. El coeficiente de determinación, R^2 de 99,64 indica una variación de 0,36 % de los datos experimentales alrededor de la media. El

R_{Adj}^2 de 0,9307, considera la cantidad de variación de 0,93 % alrededor de la media explicada por el modelo polinomial modificado ajustado para representar el comportamiento del proceso de extracción de AE por DPVC. Mientras R_{Pred}^2 de 0,9428 está razonablemente de acuerdo con el R_{Adj}^2 con una diferencia inferior a 0,2. Las pruebas de homogeneidad Shapiro-Wilk y Kolmogorov-Smirnov para el residual ($\alpha = 0,05$), indican que los datos guardan una distribución normal, con p-valores de 0,1061 y 0,298 respectivamente.

Tabla 5. Coeficientes de Variabilidad en términos de valores codificados

Factor	Coefficient Estimate	df	Standard Error	95% CI Low	95% CI High	VIF
Intercept	2.39	1	0,0182	2,34	2,43	
X_1 -Pulsos	0.1675	1	0,0168	0,1243	0,2107	1,5
X_2 -Tiempo	0.0025	1	0,0168	-0,0407	0,0457	1,5
X_3 -Presión	0.43	1	0,0168	0,3868	0,4732	1,5
X_1X_2	-0.1025	1	0,0291	-0,1774	-0,0276	1,5
X_1X_3	0.065	1	0,0291	-0,0099	0,1399	1,5
X_2X_3	0.05	1	0,0291	-0,0249	0,1249	1,5
X_2^2	0.044	1	0,0097	0,0191	0,0689	1,06
X_3^2	-0.0797	1	0,0097	-0,1046	-0,0549	1,06

Con base a los estadísticos de la Tabla 5 y la prueba t, se seleccionó los coeficientes de regresión significativos a niveles de probabilidad del 95 % para desarrollar el modelo polinómico en término de los variables en estado natural:

$$\eta_{AEs} = 9,9764 \times 10^{-2} + 2,80 \times 10^{-2} X_1 - 1,03 \times 10^{-4} X_2 + 0,996912 X_3 - 6,83 \times 10^{-4} X_1 X_2 + 1,30 \times 10^{-2} X_1 X_3 + 6,667 \times 10^{-3} X_2 X_3 + 1,96 \times 10^{-4} X_2^2 - 0,31897 X_3^2 \quad (4)$$

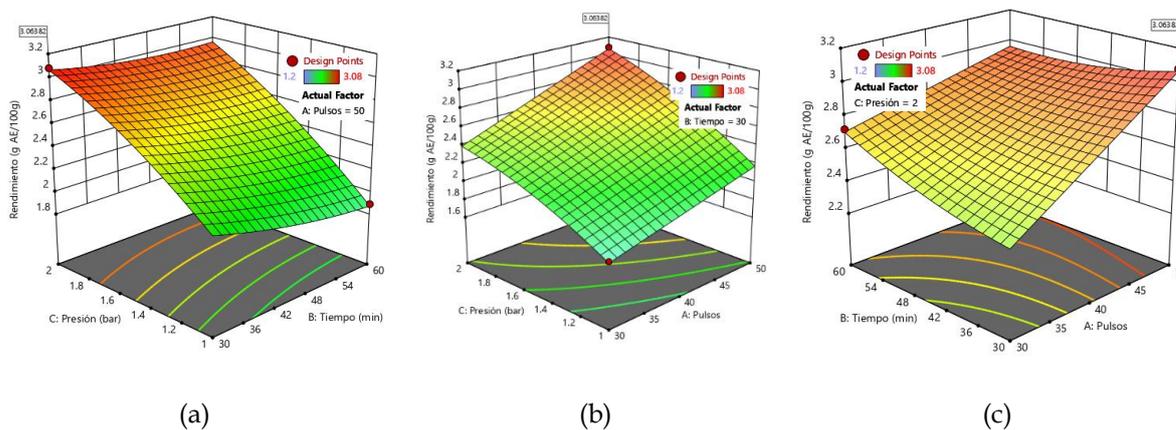


Figura 5. Gráfico de Superficie de Respuesta 3D de la interacción del rendimiento con (a) B y C, (b) A y C, (c) A y B

3.3. Optimización de las condiciones operativas DPVC

El objetivo de la optimización fue encontrar las condiciones DPVC que proporcione el máximo rendimiento de extracción de aceites esenciales. Para todas las respuestas, se eligieron para la

optimización $\eta_i^{\min} = 93\%$ y $\eta_i^{\max} = 100\%$, que se consideraron como los valores mínimo y máximo de las respuestas. Según los trabajos de Derringer G & Suich R., (2018), el usuario especifica el valor de la constante r . Cuando $r < 1$, la deseabilidad d_i primero aumenta rápidamente a medida que η_i comienza a aumentar, luego se aplanan a medida que η_i se acerca a $\eta_i^{\max} = 100\%$. Se eligió $r = 0,3$ porque, en la práctica, es difícil lograr un rendimiento del 100%; por lo que sería deseable cuando el rendimiento se desvía moderadamente de $\eta_i^{\min} = 93\%$. Por otro lado, se minimiza el error estándar relacionado al rendimiento. Para cada factor se tomó el rango de valores como restricciones en la optimización, $30 \leq X_1 \leq 50$; $30 \leq X_2 \leq 60$ min y $1,0 \leq X_3 \leq 2,0$ bar. Con estas métricas, se obtienen las soluciones óptimas, con una deseabilidad de 0,856, como se muestra en la Tabla 6. Los resultados indicaron que los niveles a escala natural, las condiciones optimizadas fueron 44,7 pulsos de vapor, tiempo de 38,8 min y 1,8 bares de presión, con un rendimiento previsto de $2,76 \pm 0,021$ g AE/100 g muestra en base seca.

Tabla 6. Optimización.

Nombre	Óptimos
A: Pulsos	44,7
B: Tiempo (min)	38,8
C: Presión (bar)	1,8
Rendimiento	2,76
StdErr (Rendimiento)	0,021
Deseabilidad	0,856

4. Conclusiones

La Destilación por pulsos de vapor en cascada (DPVC), resultó ser una alternativa muy eficiente en la extracción de AE de los rizomas de *Zingiber officinale*. En la ejecución del proyecto se utilizó un diseño de compuesto central (DCC) y una función de deseabilidad (D) considerando los pulsos de vapor (X_1 : 20 a 60), tiempo de extracción (X_2 : 10 a 75 min) y la presión de vapor (X_3 : 0,5 a 2,5 bar) como variables independientes y la respuesta el rendimiento (g AE/100 g. s). El rendimiento máximo fue $2,76 \pm 0,021$ g AE/100 g, superior en 2,4 veces a la HD, a las condiciones operativas 44,7 pulsos, 38,8 min y 1,8 bares a una deseabilidad de 0,856. Se trabajó en un prototipo construido a escala banco (UNAMAD-Puerto Maldonado), donde se modeló y optimizó el proceso (DPVC). Siendo este un proceso amigable con el medio ambiente (utiliza vapor de agua), Flexibilidad y versatilidad, Operación a condiciones no extremas, reducción del consumo energético y de fácil operación.

Agradecimientos

La presente investigación se realizó en las instalaciones del Laboratorio Piloto de la Universidad Nacional de Madre de Dios de Puerto Maldonado. Agradecer al Ing. Dr. Jesús Manuel Flores

Arizaca, por habernos permitido desarrollar las pruebas en su equipo de extracción piloto. El cual participó en el desarrollo de la presente investigación.

Agradecer a la Oficina de Investigación, Innovación y Emprendimiento y los Departamentos Académicos de la Facultad de Ingeniería Industrial y de Sistemas de la Universidad Nacional Federico Villarreal por la motivación para este proyecto.

Financiamiento

Proyecto financiado como parte de los Proyectos de Investigación con incentivos a nivel de Facultades 2022, de acuerdo a la RESOLUCIÓN R. N° - 243 -2022-CU-UNFV

Conflicto de intereses

No existe conflictos de interés en relación con su trabajo.

Contribución de autores

Conceptualización: Ali Epifanio Díaz Cama, Marleni Vilma Bautista Espinosa, Patricia Quispe Barrantes, Jesús Manuel Flores Arizaca.

Metodología: Ali Epifanio Díaz Cama, Marleni Vilma Bautista Espinosa, Patricia Quispe Barrantes, Jesús Manuel Flores Arizaca.

Administración del proyecto: Ali Epifanio Díaz Cama.

Referencias bibliográficas

- Ahmad, T., Masoodi, F. A., A. Rather, S., Wani, S. M., & Gull, A. (2019). Supercritical Fluid Extraction: A Review. *Journal of Biological and chemical Chronicles*, 5(1), 114-122. <https://doi.org/10.33980/jbcc.2019.v05i01.019>
- Al-Dhahli, A. S., Al-Hassani, F. A., Mohammed, K., Mohamed, H., Al Lawati, W. M., Najmul Hejaz Azmi, S., & Alam Khan, S. (2020). Essential oil from the rhizomes of the Saudi and Chinese Zingiber officinale cultivars: Comparison of chemical composition, antibacterial and molecular docking studies. *Journal of King Saud University - Science*, 32(8), 3343-3350. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2020.09.020>
- AL-Jabri, N. N., & Hossain, M. A. (2018). Chemical composition and antimicrobial potency of locally grown lemon essential oil against selected bacterial strains. *Journal of King Saud University - Science*, 30(1), 14-20. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2016.08.008>
- Albado, E., Saez, G., & Grabiell, S. (2001). Composición química y actividad antibacteriana del aceite esencial del Origanum vulgare (orégano). *Revista Medica Herediana*, 12(1).
- Allaf, T., Tomao, V., Ruiz, K., & Chemat, F. (2013). Tecnología de caída de presión controlada instantánea y extracción asistida por ultrasonido para la extracción secuencial de aceites esenciales y antioxidantes. *Ultrasonidos Sonoquímica*, 20(1), 239-246.

- Barotto, A. J. (2021). Extracción Verde de Aceites Esenciales. *Investigación Joven*, 8(2), 36-41.
- Bermúdez-Vásquez, M. J., Granados-Chinchilla, F., & Molina, A. (2019). Composición química y actividad antimicrobiana del aceite esencial de *Psidium guajava* y *Cymbopogon citratus*. *Agronomía Mesoamericana*, 30(1), 147-163. <https://doi.org/10.15517/am.v30i1.33758>
- Besombes, C., Berka-Zougali, B., & Allaf, K. (2010). Instant controlled pressure drop extraction of lavandin essential oils: Fundamentals and experimental studies. *Journal of Chromatography A*, 1217(44), 6807-6815. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2010.08.050>
- Bruneton, J. (1993). *Farmacognosia: Fitoquímica plantas medicinales* (2da ed.). Acribia.
- Casado, I. (2018). *Optimización de la extracción de aceites esenciales por destilación en corriente de vapor*. [Tesis de pregrado, Universidad Politecnica de Madrid].
- Castillo, B. N. (2018). *Efecto in Vitro antibacteriano del Aceite esencial y extracto etanólico de Jengibre (Zingiber Officinale) frente al Streptococcus Mutans*. [Tesis de posgrado, Universidad Autónoma los Andes].
- Cordova, C., Guillén, J., & Tuesta, T. (2020). Extracción por microondas libre de solvente del aceite esencial de naranja (*Citrus sinensis*), y el efecto de las condiciones de proceso en su rendimiento, composición y actividad antimicrobiana. *Revista chilena de nutrición*, 47(6), 965-974. <https://doi.org/10.4067/S0717-75182020000600965>
- Ezez, D., & Tefera, M. (2021). Effects of Solvents on Total Phenolic Content and Antioxidant Activity of Ginger Extracts. *Journal of Chemistry*, 2021, 1-5. <https://doi.org/10.1155/2021/6635199>
- Geankoplis, C. J. (1998). *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias* (era). Ceca.
- Gilron, J., Song, L., & Sirkar, K. K. (2007). Design for Cascade of Crossflow Direct Contact Membrane Distillation. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 46(8), 2324-2334. <https://doi.org/10.1021/ie060999k>
- Golmakani, M. T., Farahmand, M., Ghassemi, A., & Eskandari, M. H. (2017). Enriquecimiento de isómeros de citral en diferentes extracciones asistidas por microondas de aceite esencial de hojas frescas y secas de hierbaluisa (*Aloysia citridora*). *Revista de Procesamiento y Conservación de Alimentos*, 41(6).
- Guenter, E. (1948). *The Essential Oils - Vol 1: History - Origin in Plants - Production - Analysis*. Lancaster.
- Guillen, M. J. (2022). *Aplicación del Ultrasonido en la Extracción por Hidrodestilación y Microondas de Aceite Esencial de Cascara de Limón (Citrus aurantifolia)*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Agraria la Molina].
- Jorge-Montalvo, P., Vílchez-Perales, C., & Visitación-Figueroa, L. (2020). Pharmacological properties of ginger (*Zingiber officinale*) for the prevention and treatment of COVID-19. *Agroindustrial Science*, 10(3), 329-338. <https://doi.org/10.17268/agroind.sci.2020.03.16>
- Kristiawan, M., Sobolik, V., Al-Haddad, M., & Allaf, K. (2008). Effect of pressure-drop rate on the isolation of cananga oil using instantaneous controlled pressure-drop process. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 47(1), 66-75.

<https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.08.011>

- Leyva, M. A., Ferrada, P. J., Martínez, J. R., & Stashenko, E. E. (2007). Rendimiento y composición química del aceite esencial de zingiber officinale en función del diámetro de partícula. *Scientia Et Technica*, 1(33).
- Limache, E. (2017). *Influencia de la temperatura y tiempo de secado en la extracción del aceite esencial de jengibre (zingiber officinale) variedad amarillo jamaicano ecotipo de Junín*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann].
- Martínez-Abad, A., Ramos, M., Hamzaoui, M., Kohlen, S., Jiménez, A., & Garrigós, M. C. (2020). Optimisation of Sequential Microwave-Assisted Extraction of Essential Oil and Pigment from Lemon Peels Waste. *Foods*, 9(10), 1493. <https://doi.org/10.3390/foods9101493>
- Masango, P. (2005). Cleaner production of essential oils by steam distillation. *Journal of Cleaner Production*, 13(8), 833-839. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2004.02.039>
- McCandless, F. P. (2002). Distillation Cascades Based on Differential Vaporization and Differential Condensation Stages. I. Two-Stage DCDV Cascades. *Separation Science and Technology*, 37(12), 2913-2938. <https://doi.org/10.1081/SS-120005473>
- Montgomery, D. C. (2004). *Diseño y Análisis de Experimentos*. LIMUSA WILEY.
- Palomino, R. A. (2016). *Aislamiento de aceites esenciales con flujo pulsante de Vapor*. [Tesis de posgrado, Universidad Nacional Mayor de San Marco].
- Phat, D. T., Quyen, N. T. C., Minh, P. T. H., & Huyen, L. V. (2020). Modeling the kinetics of essential oil hydrodistillation from Vietnamese ginger (*Zingiber officinale*). *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 991(1), 012108. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/991/1/012108>
- Ramón, C., & Gil-Garzón, M. A. (2021). Efecto de los parámetros de operación de la extracción asistida por ultrasonido en la obtención de polifenoles de uva: una revisión. *Tecnológicas*, 24(51), e1822. <https://doi.org/10.22430/22565337.1822>
- Reyes-Najar, A., Castro-Vargas, H. I Rodríguez-Varela, L. I Quijano-Celis, C. E., & Parada-Alfonso, F. (2011). Obtención de Extractos de Jengibre (*Zingiber officinale*) empleando CO₂ Supercrítico. *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, 35(136).
- Ringuelet, J., & Viña, S. (2013). *Productos Naturales Vegetales*. Edulp.
- Sangwan, N. S., Farooqi, A. H., Shabith, F., & Sangwan, R. S. (2001). Regulation of Essential oil Production in Plants. *Plant Growth Regulation*, 34, 3-21.
- Souza, E. T. de, Siqueira, L. M., Almeida, R. N., Lucas, A. M., Silva, C. G. F. da, Cassel, E., & Vargas, R. M. F. (2020). Comparison of Different Extraction Techniques of Zingiber officinale Essential Oil. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 63. <https://doi.org/10.1590/1678-4324-2020190213>
- Tellez-Monzón, L. A., & Nolasco-Cama, D. M. (2017). Estudio de la composición química del aceite esencial de orégano (*Origanum vulgare* spp.) de Tacna. *Ingeniería Industrial*, 35(035), 195. <https://doi.org/10.26439/ing.ind2017.n035.1801>

- Tongnuanchan, P., & Benjakul, S. (2014). Essential Oils: Extraction, Bioactivities, and Their Uses for Food Preservation. *Journal of Food Science*, 79(7). <https://doi.org/10.1111/1750-3841.12492>
- Vásquez, O., Alva, A., & Marreros, J. (2001). Extracción y Caracterización del Aceite Esencial de Jengibre (*Zingiber officinale*). *Revista Amazónica de Investigación Alimentaria*, 1(1).
- Young, H.-Y., Luo, Y.-L., Cheng, H.-Y., Hsieh, W.-C., Liao, J.-C., & Peng, W.-H. (2005). Analgesic and anti-inflammatory activities of [6]-gingerol. *Journal of Ethnopharmacology*, 96(1-2), 207-210. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2004.09.009>