

OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR DE ACEITE ESENCIAL DE *Mentha piperita* L. Y *Origanum vulgare* L.

Romero E. *, Bistoni S. y Comelli N.

Facultad de Ciencias Agrarias, Universidad Nacional de Catamarca.

evange_ro@yahoo.com.ar

OPTIMIZATION OF THE EXTRACTION PROCESS BY STEAM DRAG OF ESSENTIAL OIL OF *Mentha piperita* L. AND *Origanum vulgare* L.

RESUMEN.

Desde la perspectiva de producción de bioinsumos y especialidades químicas, el cultivo de plantas aromáticas traza diversos nichos de mercado con oportunidad de desarrollo productivo sustentable diversificado e impulsa la economía regional agroecológica. Particularmente, los aceites esenciales de *Mentha piperita* L. (menta) y *Origanum vulgare* L. (orégano) son fuente de componentes activos con atributos de utilidad para la sostenibilidad de los sistemas agrícolas. Al respecto, determinar las condiciones óptimas de extracción de estos derivados (máximo rendimiento y mínimo costo/ml) es importante para la descripción de la rentabilidad de la actividad. En este trabajo se presentan los niveles de masa vegetal y tiempo de destilación que producen una respuesta óptima durante el proceso extracción por arrastre de vapor usando un destilador de 10 litros. Utilizando la metodología de superficie de respuesta y un diseño central compuesto se obtuvo que las condiciones óptimas de extracción del aceite de menta corresponden a 297,5 g de masa y tiempo de 1,07 h, para los cuales se obtiene un rendimiento de 2,74 ml% y un costo de 1,20 \$/ml. Por otra parte, las condiciones óptimas de extracción de aceite de orégano corresponden a 331,4 g de masa y tiempo de 1,54 h, para un rendimiento de 1,12 ml% y un costo de 3,39 \$/ml.

Palabras Claves: menta, orégano, aceite esencial, destilación.

SUMMARY.

From the perspective of production of bioinputs and chemical specialties, the cultivation of aromatic plants traces various market niches with opportunities for diversified sustainable productive development and promotes the regional agroecological economy. Particularly, the essential oils of *Mentha piperita* L. (mint) and *Origanum vulgare* L. (oregano) are a source of active components with useful attributes for the sustainability of agricultural systems. In this regard, determining the optimal conditions for the extraction of these derivatives (maximum performance and minimum cost/ml) is important for

describing the profitability of the activity. In this work, the levels of plant mass and distillation time that produce an optimal response during the steam extraction process using a 10 liter distiller are presented. Using the response surface methodology and a central composite design, it was obtained that the optimal extraction conditions for peppermint oil correspond to 297.5 g of mass and a time of 1.07 h, for which a yield of 2.74 ml% and a cost of \$1.20/ml are obtained. On the other hand, the optimal conditions for extracting oregano oil correspond to 331.4 g of mass and a time of 1.54 h, for a yield of 1.12 ml% and a cost of \$3.39/ml.

Key words: mint, oregano, essential oil, distillation.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, el uso de materiales derivados de plantas aromáticas en el sector alimentario y no alimentario es esencial para la economía y el bienestar de las sociedades contemporáneas. Factores promotores de esta tendencia son: (1) limitada disponibilidad de recursos naturales no renovables para la sostenibilidad de la industria en general; (2) sustentabilidad de la agricultura, la economía rural y la protección del medio ambiente; (3) nuevas legislaciones para la seguridad ambiental y el crecimiento sostenible con altos costos por incumplimiento; (4) demanda social y (5) acuerdos internacionales de varios tipos que exigen el uso de materias primas renovables en la industria (Bandoni, 2003).

Catamarca, por sus condiciones edafoclimáticas, presenta una amplia diversidad de plantas aromáticas y reúne condiciones privilegiadas para un cultivo de calidad y la producción de materiales derivados (Elechosa *et al.*, 2003). Factores ambientales como intensidad de la luz y duración de períodos de iluminación, pocas precipitaciones, altas temperaturas durante el día y bajas durante la noche dan origen a ecotipos y quimiotipos con atributos y funciones que pueden ser de utilidad para la sostenibilidad de los sistemas agrícolas (bioinsumos) y como materiales especiales (especialidades químicas) en la industria alimentaria, de cosméticos, textil, farmacéutica, entre otros.

Desde la perspectiva de producción de bioinsumos, los aceites esenciales pueden ser utilizados en la producción agrícola para el desarrollo integral de plantas y animales, su protección y en el control de plagas. Su uso en dicho contexto es una alternativa para bajar la huella del carbono, disminuir el uso de pesticidas de síntesis y reducir los costos de producción. Como principio activo en la producción de bioinsumos puede contribuir a una agricultura más amigable con el ambiente y garantizar una mayor competitividad en los sistemas productivos (Tencio, 2017).

Los aceites esenciales como parte en la formulación de bioinsumos para el control de plagas (Comelli *et al.*, 2018, Denett; *et al.*, 2023) o para promover el desarrollo de plantas, no dejan residuos tóxicos al ambiente y su utilización no implica riesgos para la salud de los agricultores y de los consumidores. Particularmente, los aceites esenciales de *Mentha piperita* L. (menta) y *Origanum vulgare* L. (orégano)

son conocidos desde la antigüedad por sus propiedades medicinales y culinarias. En la actualidad tienen diferentes usos en industrias como la cosmética, alimentaria y farmacéutica (Arango *et al.*, 2012) y poseen principios activos biocidas (de repelencia y toxicidad) contra una amplia gama de insectos plagas de importancia agronómica (Ramírez *et al.*, 2010; Pupiro Martínez *et al.*, 2018, Comelli *et al.*, 2021).

Es amplio el conocimiento disponible sobre el proceso de obtención de aceites esenciales usando el agua como agente de extracción. Sin embargo, es limitada la información disponible sobre su modelado para la optimización del proceso de extracción en términos de rendimiento y costo. Este análisis es importante porque permite desarrollar modelos matemáticos descriptivos sobre el proceso de extracción, determinar la importancia de las variables de operación, con influencia en el rendimiento, el costo del aceite esencial y proyectar las dimensiones de equipos a una escala superior (Moreno *et al.*, 2010).

Dado que la extracción de aceites esenciales de menta y orégano es de importancia económica porque permite la obtención de productos de mayor valor agregado y la diversificación de la producción de aromáticas, en este trabajo se propone un estudio experimental de las variables físicas que contribuyen a determinar las condiciones operativas óptimas para el proceso de extracción de aceites esenciales de menta y orégano, utilizando la técnica de arrastre de vapor-cohobación y un diseño estadístico compuesto central rotacional de la metodología Superficie de Respuesta (MSR).

MATERIALES Y MÉTODOS

Material Vegetal

Las partes aéreas (flores y hojas) de menta y orégano fueron cosechadas durante los meses de diciembre y enero en las localidades de Nueva Coneta (departamento Capayán) y Fray Mamerto Esquiú (departamento Fray Mamerto Esquiú), provincia de Catamarca. El material vegetal fue secado a la sombra hasta que el contenido de humedad final fue del 11 %. Para determinar el contenido de humedad final del material vegetal se dispusieron tres muestras en estufa a 102 °C, durante 24 horas hasta peso constante.

Método de destilación

Para el estudio se utilizó la técnica de arrastre de vapor y un destilador eléctrico de acero inoxidable, de 10 litros de capacidad. En todos los casos se utilizó agua de la red para el refrigerante, en un rango entre 20 y 25°C con un caudal entre 34 y 36 ml/s; 2,5 litros de agua en el destilador y un variac para medir el consumo de energía. Su rendimiento se determinó en ml de aceite por cada 100 g de hoja (ml%). Los aceites obtenidos fueron conservados en frascos ámbar y luego almacenados a 4 °C. El costo del aceite esencial fue determinado como la suma de energía requerida para que el agua entre en ebullición y luego

destile (7,838 \$/KWh), y fue expresado como \$/ml de aceite esencial. La información experimental se procesó con el software estadístico Design Expert para el análisis de resultados.

Diseño experimental utilizando MSR

MSR es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas útiles para el modelado y análisis de un problema en el que una respuesta de interés está influenciada por diferentes variables y el objetivo es su optimización (Myers *et al.*, 2009).

Dado que la determinación de las condiciones óptimas para la extracción de aceites esenciales plantea la identificación de los valores de las variables que maximizan el rendimiento y minimizan los costos de extracción, para la optimización del proceso de extracción de los aceites bajo estudio, se utilizó un diseño compuesto central rotacional de 2+4 puntos axiales +5 repeticiones en el punto central. Se evaluó el efecto de la masa de material vegetal, el tiempo de extracción y el costo de energía eléctrica en el rendimiento de aceite esencial. En Tabla 1 se presenta la matriz experimental (variables naturales masa y tiempo, sus variables codificadas x^1 y x^2 y los resultados que se obtuvieron para la optimización del proceso de extracción, rendimiento del aceite esencial (y^1) y costo (y^2). Las diferencias en las masas empleadas para los ensayos son consecuencia de las diferencias en el tamaño de las partes aéreas de ambas especies. El menor tamaño de la hoja de orégano permitió colocar una mayor cantidad de masa de este material, aprovechando mejor la capacidad del destilador.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 1. Datos experimentales, variables codificadas y de respuesta para la extracción de aceite esencial de: A) *Mentha piperita* L. y B) *Origanum vulgare* L.

A)

Variables Naturales		Variables Codificadas		y_1 (ml%)	y_2 (\$/ml)
m(g)	t(h)	x_1	x_2		
100	1	-1	-1	2,2	4,46
300	1	1	-1	2,8	1,17
100	3	-1	1	2,6	9,65
300	3	1	1	2,9	2,88
200	2	0	0	2,9	3,01
200	2	0	0	2,6	3,36
200	2	0	0	2,75	3,17
200	2	0	0	2,65	3,29
200	2	0	0	2,65	3,29
200	0,59	0	-1,41	2,6	1,28
200	3,41	0	1,41	2,9	4,87
59	2	-1,41	0	1,86	15,87
341	2	1,41	0	2,8	1,84

B)

Variables Naturales		Variables Codificadas		y_1 (ml%)	y_2 (\$/ml)
m(g)	t(h)	x_1	x_2		
200	1	-1	-1	0,75	6,37
400	1	1	-1	1,1	2,22
200	3	-1	1	1	12,42
400	3	1	1	1,2	5,65
300	2	0	0	1,2	4,91
300	2	0	0	1,2	4,91
300	2	0	0	1,2	4,91
300	2	0	0	1,1	5,21
300	2	0	0	1,2	4,65
300	0,59	0	-1,41	0,9	2,38
300	3,41	0	1,41	1,2	7,99
159	2	-1,41	0	0,75	14,33
441	2	1,41	0	0,7	5,37

Con la extracción por arrastre de vapor de menta y orégano se obtiene un rendimiento promedio de 2,63 y 1,04 ml% de aceite esencial, respectivamente (Tabla 1). Experimentado con iguales tiempos de extracción y diferentes masas, el mayor rendimiento de aceite esencial de menta indica que su extracción es más rentable en términos del costo de extracción.

Respecto del efecto de la masa sobre el rendimiento en el lecho de extracción del equipo, se obtiene mayor cantidad de aceite cuando se usa mayor cantidad de masa vegetal. Bajo estas condiciones ocurre un mayor contacto del vapor con el material vegetal por unidad de volumen. En este contexto, se asume que la mayor parte del vapor suministrado es aprovechado para lograr el rompimiento de las estructuras celulares que contienen el aceite esencial y su evaporación aumenta. Por el contrario, cuando se usa poca masa, el vapor sigue trayectorias a través del material vegetal por donde no encuentra resistencia. En esta situación no hay un buen contacto entre el vapor y el material vegetal y disminuye el rendimiento del aceite esencial.

La significancia estadística de los factores sobre las variables de respuesta se determinó utilizando un análisis de varianza utilizando el programa Design Expert. En las Tablas 2 A-B se muestra el análisis de varianza y los coeficientes de correlación, para ambas especies.

Tabla 2. Análisis de varianza y coeficientes de correlación de la variable rendimiento (y^1) y costo (y^2) de: A) *Mentha piperita* L. y B) *Origanum vulgare* L.

A)

y_1						y_2					
Fuente	Suma de cuadrad.	gl	Cuadrad. medio	F	p	Fuente	Suma de cuadrad.	gl	Cuadrad. medio	F	p
Modelo	0,9426	3	0,3142	21,83	0,0002	Modelo	0,2613	5	0,0523	233,38	<0,0001
X_1	0,6213	1	0,6213	43,16	0,0001	X_1	0,1603	1	0,1603	715,64	<0,0001
X_2	0,1068	1	0,1068	7,42	0,0235	X_2	0,0809	1	0,0809	361,07	<0,0001
X_1^2	0,2146	1	0,2146	14,91	0,0038	X_1X_2	0,002	1	0,002	9,15	0,0192
Resid.	0,1295	9	0,0144			X_1^2	0,0075	1	0,0075	33,57	0,0007
Error puro	0,057	4	0,0142			X_2^2	0,0083	1	0,0083	36,92	0,0005
Total corridas	1,07	12				Resid.	0,0016	7	0,0002		
R ²	0,8792					Error puro	0,057	4	0,0142		
R ² Ajust.	0,8389					Total corridas	1,07	12			
						R ²	0,994				
						R ² Ajust.	0,9898				

B)

y_1						y_2					
Fuente	Suma de cuadrad.	gl	Cuadrado medio	F	p	Fuente	Suma de cuadrados	gl	Cuadrado medio	F	p
Modelo	0,3641	3	0,1214	10,75	0,0025	Modelo	4,67	3	1,56	221,7	<0,0001
X_1	0,0287	1	0,0287	2,54	0,1453	X_1	2,1	1	2,1	299,8	<0,0001
X_2	0,0749	1	0,0749	6,63	0,0299	X_2	1,56	1	1,56	221,86	<0,0001
X_1^2	0,2605	1	0,2605	23,06	0,001	X_1^2	1,01	1	1,01	143,43	<0,0001
Residual	0,1016	9	0,0113			Residual	0,0631	9	0,007		
Error Puro	0,008	4	0,002			Error Puro	0,0072	4	0,0018		
Total corridas	0,4658	12				Total Corridas	4,73	12			
R^2	0,7818					R^2	0,9866				
R^2 Ajus.	0,709					R^2 Ajus.	0,9822				

De las Tablas 2 A) y B) se puede observar que R^2 Ajus y R^2 son altos para ambas especies, lo que indica lo adecuado del modelo para predecir las variables de respuesta rendimiento y costo.

Utilizando los datos de la Tabla 2 A) y 2 B) y el programa Design Expert se obtuvieron los coeficientes para los modelos matemáticos. Considerando los coeficientes significativos ($p < 0,05$) los modelos para predecir las respuestas rendimiento (Ec. 1 y 3) y costo (Ec. 1 y 4) para menta y orégano respectivamente, se presentan a continuación:

$$y_1 = 1,25377 + 0,009752x_1 + 0,115533x_2 - 0,000017x_1^2 \quad (\text{Ec. 1})$$

$$\frac{1}{\sqrt{y_2+0,5}} = 0,351223 + 0,003183x_1 - 0,193156x_2 - 0,000226x_1x_2 - 0,00000328703x_1^2 + 0,034473x_2^2 \quad (\text{Ec. 2})$$

$$y_1 = -0,943408 + 0,012110x_1^2 + 0,096783x_2 - 0,000019x_2^2 \quad (\text{Ec. 3})$$

$$\sqrt{y_2 + 0,5} = 6,34619 - 0,02775x_1 + 0,441095x_2 + 0,000038x_2^2 \quad (\text{Ec. 4})$$

Los valores experimentales para el costo en las dos especies requirieron de una transformación, donde la función sugerida es la raíz cuadrada inversa para la menta y raíz cuadrada para el orégano.

Las ecuaciones (1), (2) (3) y (4) muestran que el rendimiento y el costo del aceite esencial dependen de las dos variables, masa y tiempo de extracción.

La Fig. 1 a) y 1 b) muestra la superficie de respuesta y de contorno del rendimiento de aceite esencial de menta en función del tiempo y de la masa. Las zonas donde el rendimiento es máximo ($>2,7$ ml%), se muestran en color rojo y corresponden a masas mayores a 200 g y tiempos mayores a 1 hora. Por su parte, las Fig. 2 a) y 2 b) muestran la superficie de respuesta y de contorno del costo del aceite esencial. Las zonas de mínimos costos (<4 \$/ml) se indican en color azul y corresponden a valores de masa

mayores a 200 g.

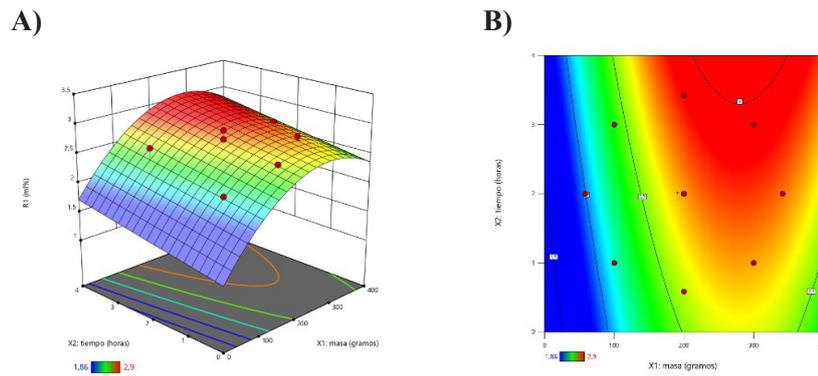


Figura 1. a) Superficie de respuesta y, b) de contorno para el rendimiento de aceite esencial de *Mentha piperita* L.

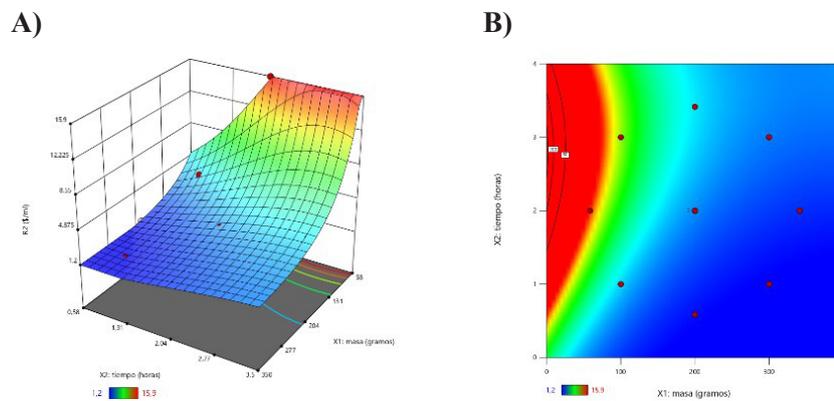


Figura 2. Superficie de respuesta y de contorno para el costo de la *Mentha piperita* L.

Asimismo, la Fig. 3 muestra la región de superposición de las curvas y^1 e y^2 . En esta grafica la curva $y^1 = 2,74$ ml% e $y^2 = 3,77$ \$/ml, definen el área de datos experimentales (zona destacada en color amarillo) donde se cumplen esas dos condiciones. Esta zona representa la región de optimización para la extracción del aceite esencial de menta. Luego, el punto de la optimización numérica donde se cumple la condición de mínimo costo y máximo rendimiento corresponde a $m = 297,5$ g y $t = 1,07$ h. Para estos valores $y^1 = 2,74$ ml% e $y^2 = 1,20$ \$/ml.

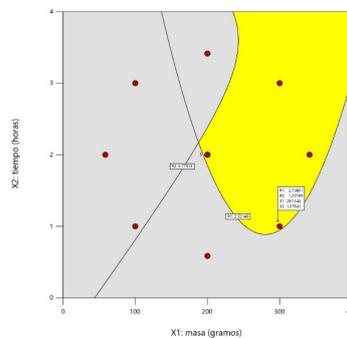


Figura 3. Región de superposición donde las condiciones operativas satisfacen simultáneamente mayor rendimiento y menor costo/ml para la extracción de aceite esencial de *Mentha piperita* L.

En contraste, las Fig. 4 y 5 muestran la superficie de respuesta y de contorno para el rendimiento y costo del aceite esencial de orégano, en función del tiempo y de la masa. Los análisis de estas gráficas demuestran que los mayores rendimientos ($>1,1$ ml%) se presentan en la zona de color rojo con masas entre 250 y 350 g y tiempos mayores a 1,4 h (Fig. 4 a-b) y los menores costos de extracción ($<5,1$ \$/ml) se localizan en la zona de color azul, para masas mayores a 260 g y tiempos menores a 2,5 h (Fig. 5 a-b).

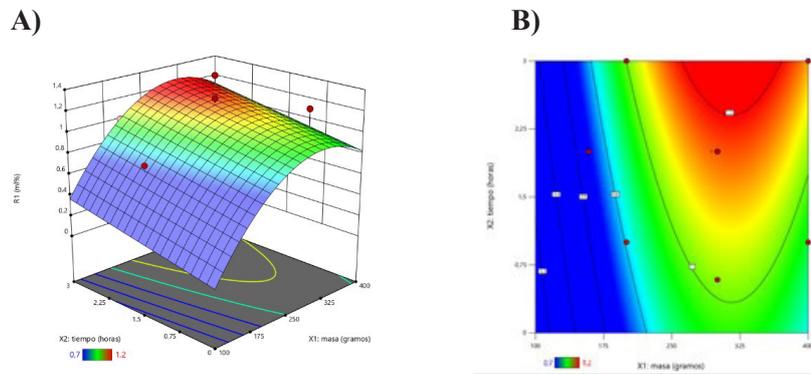


Figura 4. Superficie de respuesta y de contorno para el rendimiento de aceite esencial de *Origanum vulgare* L.

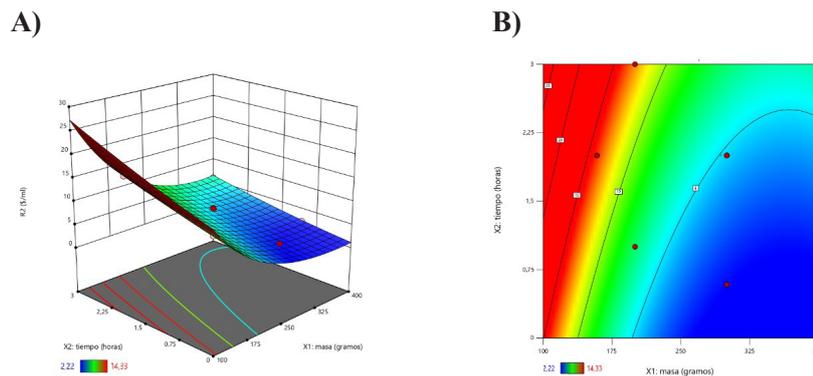


Figura 5. Superficie de respuesta y de contorno para el costo de aceite esencial de *Origanum vulgare* L.

Para encontrar las condiciones de operación de mayor rentabilidad para la extracción del aceite esencial de orégano se trazó la superposición de las curvas y^1 e y^2 (Fig. 6), las curvas $y^1 = 1,0$ ml% e $y^2 = 5,1$ \$/ml definen el área de color amarillo con datos experimentales que satisfacen tales condiciones. Esta zona representa la región de optimización para la extracción del aceite esencial de orégano. En la misma figura, aparece con un cuadro el valor óptimo para el cual se cumple la condición mínimo costo y máximo rendimiento que corresponde a $m = 331,4$ g; $t = 1,54$ h obteniéndose $y^1 = 1,1$ ml% e $y^2 = 3,39$ \$/ml.

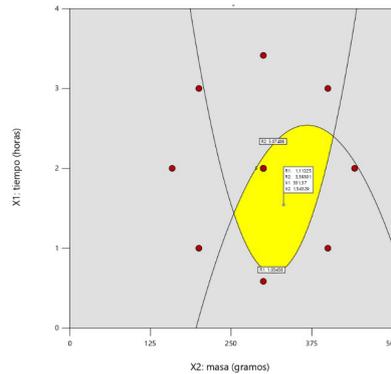


Figura 6. Región de superposición donde las condiciones operativas satisfacen simultáneamente mayor rendimiento y menor costo/ml para la extracción de aceite esencial de *Origanum vulgare* L.

CONCLUSIONES

Utilizando la metodología de Superficie de Respuesta, se estudió el efecto de la masa y el tiempo en el proceso de extracción por arrastre de vapor de los aceites esenciales de menta y orégano. Usando un destilador de 10 litros se determinaron los niveles de masa vegetal y tiempo de destilación que producen una respuesta óptima. De acuerdo a los resultados para la extracción del aceite de menta, el punto de la optimización numérica donde se cumple la condición de máximo rendimiento mínimo costo corresponde a 297,5 g de masa y tiempo de 1,07 h, para los cuales se obtiene un rendimiento de 2,74 ml% y un costo de 1,20 \$/ml.

Por otra parte, el proceso de extracción de aceite de orégano muestra 1,12 ml% y 3,39 \$/ml, para rendimiento y costo, con masa de 331,4 g y tiempo de 1,54 h. El modelado a través de esta metodología permitió predecir puntos de trabajo óptimos (máximo rendimiento y mínimo costo/ml) para la extracción de aceites esenciales de menta y orégano utilizando la técnica de arrastre de vapor-cohobación y un diseño central compuesto de la metodología Superficie de Respuesta.

BIBLIOGRAFÍA

- Arango B.O., Bolaños F., Villota O., Hurtado, A., & I. Toro. 2012. Optimización del rendimiento y contenido de timol del aceite esencial de orégano silvestre obtenido por arrastre de vapor. *Biotechnología en el sector agropecuario y agroindustrial*, 10(2): 217-226.
- Bandoni, A. L. 2003. Los recursos vegetales aromáticos en Latinoamérica. Su aprovechamiento industrial para la producción de aromas y sabores. CYTED. Ciencia y Tecnología para el desarrollo, Buenos Aires.
- Comelli, N. C., Romero O. E., Diez P. A., Marinho C. F., Schliserman P., Carrizo A., Ortiz E. V., & Duchowicz P. R. 2018. QSAR Study of Biologically Active essential oils against beetles infesting the walnut in Catamarca, Argentina. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 66(48): 12855-12865.

- Comelli, N. C., Lencina, S. I., Denett, G. O., Rodríguez, M. R., Ortiz, E. V., Romero, M. E., Bistoni, S. & Duchowicz, P. R. 2021. Bioinsumos a partir de extractos de plantas aromáticas. *Revista de Investigaciones en Facultades de Ingeniería del NOA* 7: 51-58.
- Denett, G. O., Comelli, N. C., Rodríguez, M. R., Gómez, A. A., Sánchez Matías, M. H. & Sampietro D. A. 2023. Chemical composition and insecticidal activity of essential oils from cultivated and native aromatic plants of Argentina against *Carpophilus dimidiatus* Fabricius (Nitidulidae) and *Oryzaephilus mercator* L. (Silvanidae). *Nat Prod Res.* 9: 1-5.
- Elechosa, M. A. & Juárez, M. A. 2010. Las plantas aromáticas y sus aceites esenciales. *Idia XXI: Revista de Información sobre Investigación y Desarrollo Agropecuario* 3 (5): 60-68.
- Moreno J., López G. & Siche, R. 2010. Modelación y optimización del proceso de extracción de aceite esencial de eucalipto (*Eucalyptus globulus*). *Scientia Agropecuaria* 1: 147-154.
- Montgomery, D. C. 2001. Design and analysis of experiments. 5th ed., John Wiley & Sons, New York.
- Myers; R. H., D. C. Montgomery & Anderson-Cook, C. M. 2009. Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments. John Wiley & Sons; Inc., Hoboken, New Jersey.
- Pupiro Martínez L.A., Pérez Madruga Y. & Pino-Pérez, O. 2018. Actividad acaricida de aceites esenciales de especies pertenecientes a las familias Myrtaceae, Lamiaceae y Rutaceae sobre *Tetranychus tumidus* Banks, *Revista de Protección Vegetal* 33 (3).
- Romero E., Romero O., Ovejero D., Bistoni, S. & Comelli, N. 2016. Modelado y optimización del proceso de extracción de aceite esencial de *Cuminum cyminum* L. y *Pimpinella anisum* L. *Revista de Investigaciones en Facultades de Ingeniería del NOA* 1-8.
- Ramírez J. E., Gómez J., M. I., Cotes, J. M. & C. E. Núñez. 2010. Efecto insecticida de los aceites esenciales de algunas lamiáceas sobre *Tecia solanivora* Povolny en condiciones de laboratorio. *Agronomía Colombiana* 28 (2): 255-263.
- Tencio C. R. 2017. Guía de elaboración y aplicación de bioinsumos para una producción agrícola sostenible. Instituto Nacional de Innovación y Transferencia en Tecnología Agropecuaria, Ministerio de Agricultura y Ganadería Costa Rica, Cooperación y Fondo Multilateral de Inversiones.

