

Comparación de dos métodos de extracción para el aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*)

José Ángel Colina-Márquez*¹ , Escarleth Contreras*¹, Juan Ruiz*¹ & Luis Monroy*²

* Universidad de Cartagena – Colombia

ACCESO  ABIERTO

Para citaciones: Colina Márquez, J., Contreras, E., Ruiz, J., Monroy, L. (2022). Comparación de dos métodos de extracción para el aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*). *Ing-NOVA*, 7(1), 85-98.
<https://doi.org/10.32997/rin-2022-3729>

Recibido: 28 de julio 2021

Revisado: 05 de noviembre 2021

Aprobado: 08 de noviembre 2021

Autor de correspondencia:

José Ángel Colina-Márquez

jcolinam@unicartagena.edu.co

Editor: Miguel Ángel Mueses. Universidad de Cartagena-Colombia.

Copyright: © 2022. Colina Márquez, J., Contreras, E., Ruiz, J., Monroy, L. Este es un artículo de acceso abierto, distribuido bajo los términos de la licencia

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/> la cual permite el uso sin restricciones, distribución y reproducción en cualquier medio, siempre y cuando que el original, el autor y la fuente sean acreditados.



RESUMEN

La cáscara de pomelo (*Citrus maxima*) es un residuo producido a partir del consumo de esta fruto que no posee valor comercial y que puede ser utilizado como materia prima para la producción de aceites esenciales. Esta biomasa es abundante en la Región Caribe y su potencial de aprovechamiento es significativo, por lo que puede representar una oportunidad de negocios para las comunidades rurales que dependen del pomelo. En esta investigación se realizó el estudio comparativo de dos métodos de extracción con el fin de obtener el aceite esencial de cáscaras de pomelo cultivados en el departamento de Bolívar. Los métodos evaluados fueron la hidrodestilación y la destilación por arraste con vapor de agua, en equipos a escala de laboratorio. Se analizaron los efectos del tamaño de partícula y el tiempo de extracción de cada proceso en el rendimiento de la extracción. Por medio del análisis de superficie de respuesta se encontraron las condiciones óptimas para los métodos de extracción por destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación, siendo el método de destilación por arraste el de mayor rendimiento para la extracción del aceite esencial con 1,832% (con un tiempo de extracción de 66,21 min y con un tamaño de partícula de 0,59 cm) mientras que con la hidrodestilación fue de 0,032% (con un tiempo de 46,42 min y con un tamaño de partícula de 1,94 cm).

Palabras clave: Superficie de respuesta; aceite esencial; optimización; rendimiento.

Comparison of Two Methods for Essential Oil Extraction from Grapefruit (*Citrus Maxima*) Peels

ABSTRACT

The grapefruit peel (*Citrus maxima*) is a waste produced the consumption of this fruit and it does not have any commercial value and can be used as raw material for the production of essential oils. This biomass is quite abundant in the Caribbean region and its potential of exploitation is significant; therefore, this represents a business opportunity for the rural communities that depend on the grapefruit production. In this research, we carried out a comparison between two extraction methods, in order to obtain the essential oil from the grapefruit peels cultivated in the Department of Bolivar. The assessed methods were: steam distillation and hydrodistillation, in lab-

¹ Grupo de Modelado y Aplicación de Procesos Avanzados de Oxidación, Programa de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad de Cartagena, Cartagena de Indias, Colombia.

² Programa de Ingeniería de Alimentos, Facultad de Ingeniería, Universidad de Cartagena, Cartagena de Indias, Colombia.

scale equipment. We analyzed the effect of the particle size and the extraction time on the extraction yield for each process. Furthermore, we found the optimal conditions for each extraction method by using the response surface methodology, resulting that the steam distillation was the best extraction process with an extraction yield of 1.832% (with an extraction time of 66.21 min and a particle size of 0.59 cm); whereas this yield was 0.032% for the hydrodistillation (with an extraction time of 46.42 min and a particle size of 1.94 cm).

Keywords: Response surface; essential oils; optimization; yield.

1. Introducción

Los aceites esenciales se han empleado como materias primas básicas en la industria de aromatizantes, perfumes, sabores, insecticidas, acaricidas y la industria farmacéutica. Debido a sus variadas aplicaciones comerciales, la extracción de aceites esenciales es un área con un potencial alto de crecimiento en investigación y desarrollo en diversos países [1]. Siendo Colombia un país con una gran biodiversidad, no se ha aprovechado esta ventaja para desarrollar investigaciones de mercado que identifiquen las oportunidades concretas de negocios y favorezcan al desarrollo del aprovechamiento de los recursos de esta biodiversidad, especialmente en el renglón de los aceites esenciales [2]. Para el año 2020, el área cultivada de frutas cítricas en Colombia era de 100.000 hectáreas para un total de 1.200 toneladas al año [3], de los cuáles, alrededor del 5% correspondían a diferentes variedades de pomelo. Aunque no hay estadísticas reportadas para la cantidad de residuos producidos a partir de las cáscaras de pomelo, tomando como referencia que las cáscaras son el 45% del peso total de la fruta [4], se tendrían alrededor de 30 toneladas al año de este residuo. Con un rendimiento del 2% de la extracción, potencialmente se podrían producir 540.000 kg al año de aceites esenciales extraídos de la cáscara de pomelo en Colombia.

Los aceites esenciales históricamente han sido materias primas de la industria de la perfumería; sin embargo, las propiedades antioxidantes de éstos se han investigado ya que se pueden emplear como una alternativa en la industria alimenticia para prevenir la degradación de productos cárnicos [5, 6]. Por otro lado, el uso de aceite esenciales en la industria cosmética y de higiene personal, se ha extendido también por sus conocidas propiedades como repelentes para insectos [7]. De esta forma, desde el punto de vista comercial, los aceites esenciales extraídos a partir de productos naturales siguen siendo muy prometedores. Además, en el caso particular de Colombia, se cuenta con una gran variedad de frutos cítricos, cuyos residuos se pueden aprovechar para la producción de este tipo de aceites.

Existen diferentes métodos para obtener aceites esenciales, entre ellos se encuentran: la extracción por solventes, la maceración, el enfleurage o el prensado. La extracción mediante estos métodos requieren largos períodos de tiempo y generan productos no deseados, como ceras, pigmentos, extractos y ácidos grasos, entre otros, lo que dificulta la separación del aceite. Así mismo, existen algunas técnicas complementarias que mejoran los rendimientos de producción de aceites esenciales como: la extracción asistida por microondas sin uso de disolventes (MWA-SD), la extracción con fluidos supercríticos (SCFE) y la extracción con agua supercalentada [8-12], pero son demasiado costosas. Métodos más convencionales como la destilación por arrastre con vapor y la hidrodestilación se siguen manteniendo vigentes por su simplicidad y fácil operación, aunque el consumo energético sea elevado por la generación de vapor. Por ejemplo, Mande y Sekar (2021) exploraron la alternativa de usar la hidrodestilación asistida con microondas para extraer aceite esencial a partir de semillas de *Amomum subulatum*. El aceite esencial obtenido demostró tener buenas propiedades antioxidantes y antibacteriales [13].

Respecto a la extracción de aceites esenciales a partir de cítricos como materia prima, se han presentado rendimientos favorables entre el 1% para hojas de *Citrus maxima* y el 5% para *Citrus reticulata* [14]. Tuan y col. (2019) ensayaron la hidrodestilación para extraer aceites esenciales de la cáscara de pomelo (*Citrus grandis*), usando la co-extracción con pectina para mejorar el rendimiento del proceso [15]. En este estudio se encontró que la concentración de ácido cítrico no afectaba la extracción, pero el método se benefició con la co-extracción con pectina. Las cáscaras de pomelo *Citrus maxima* han sido empleadas en otros estudios, como el reportado por Phat y col. (2021), en el que se investigó la cinética de extracción mediante destilación convencional [16]. Esto ha demostrado que hay un nicho de investigación en este tema, en especial porque se debe profundizar en el aprovechamiento de biomasa residual y técnicas que permitan extraer aceites esenciales, transformando un residuo de bajo nivel comercial a un producto de alto valor. Los métodos de hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor han sido reportados en varios estudios [17-20], y fueron seleccionados en este trabajo por su simplicidad y su desempeño satisfactorio para extraer una gran variedad de aceites esenciales. Aunque hay otros métodos más eficaces, la diferencia entre rendimientos de extracción no es significativa, o en el caso de que sea mucho mayor se requiere de procesos adicionales de separación para purificar el producto final.

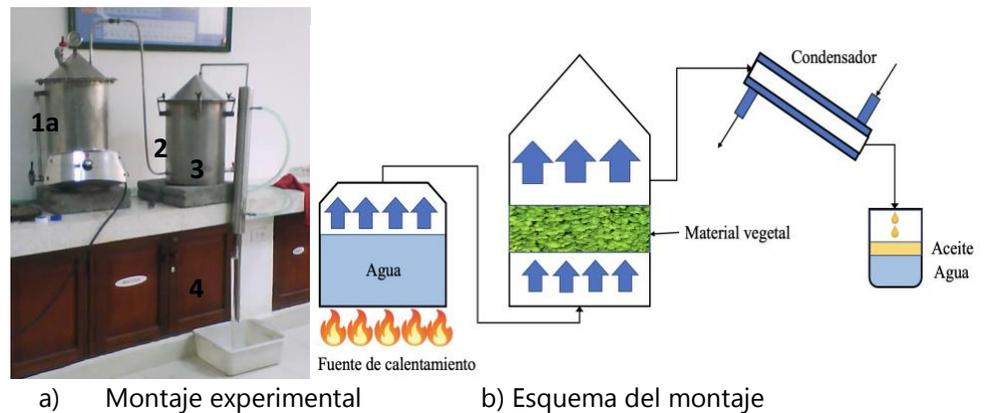
En investigaciones previas se ha logrado determinar que los métodos de destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación ofrecen buenos resultados [1, 8, 14, 21, 22], al trabajar con diversas materias primas, al igual

que con cítricos. Pero en Colombia no se han reportado estudios empleando la cáscara de pomelo como materia prima. En este trabajo se estudió el efecto del tamaño de partícula y del tiempo de extracción en el rendimiento de extracción de aceite esencial de la cáscara de pomelo usando destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación.

2. Metodología

2.1 Materiales y equipos

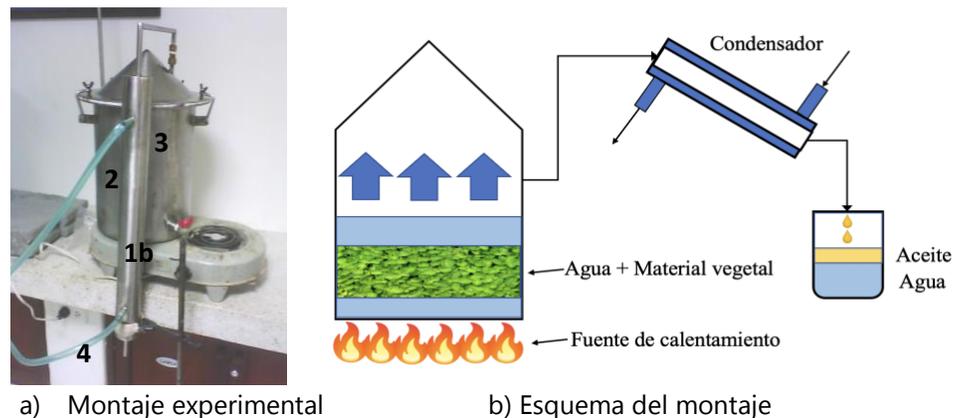
Para los ensayos de extracción por destilación con arrastre de vapor e hidrodestilación se utilizó un equipo de extracción (Figura 1), diseñado por el Grupo de Productos Naturales (Universidad de Córdoba, Colombia) el cual podía ser adaptado de manera indistinta con destilación por arrastre con vapor y con hidrodestilación. La configuración de ambos equipos que constaba de: 1a) generador de vapor, 1b) estufa, 2) cámara de extracción, 3) condensador, 4) recolector de aceite.



a) Montaje experimental

b) Esquema del montaje

Figura 1. Montaje para destilación por arrastre con vapor.



a) Montaje experimental

b) Esquema del montaje

Figura 2. Montaje para hidrodestilación.

La diferencia en la configuración de ambos sistemas de extracción fue la fuente de calentamiento. Mientras en la destilación por arrastre con vapor, se

generó el vapor de agua para arrastrar el aceite esencial por contacto; en la hidrodestilación se calienta directamente el agua con los residuos de las cáscaras de pomelo, generándose una corriente de vapor de agua con contenidos de aceites esenciales, los cuales (en ambos casos) son condensados y recuperados en el recolector de aceite.

2.2 Procedimiento experimental

La Fig. 3 muestra los pasos secuenciales que se llevaron a cabo para extraer el aceite esencial de la cáscara de pomelo, mediante los métodos de hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor.

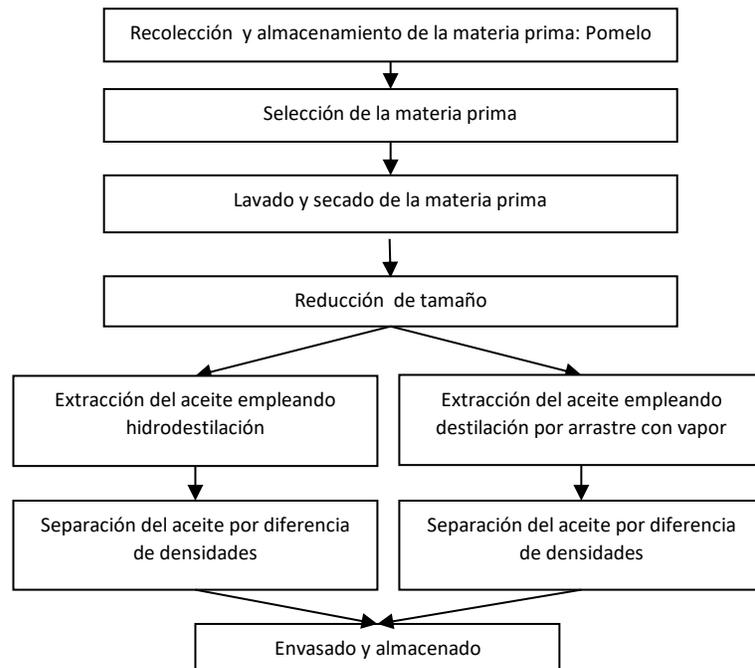


Figura 3. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

2.2.1 Preparación de la materia prima

Los residuos de las cáscaras de pomelo se recolectaron en diferentes locales del Mercado de Bazurto. (Cartagena, Colombia). Estos pomelos provienen en su mayoría de cultivos del Valle del Cauca y Tolima, pero no fue posible tipificar su origen preciso. A pesar de esta circunstancia, se obtuvo una muestra muy homogénea de los residuos, con aspectos morfológicos muy semejantes entre sí.

Se realizó el raspado del material vegetal en el cual se retiró la corteza blanca (mesocarpo) sin comprometer la cáscara verde (exocarpo), la cual posee el aceite. Se cortaron las cortezas finamente en trozos cuadrados dependiendo del tamaño de partícula requerido para el diseño experimental (ver Tabla 1). El tamaño de partícula se estableció de acuerdo al tamaño de este corte, cuidando que la superficie de contacto fuese uniforme y regular (forma

cuadrada), considerando el tamaño de partícula como la longitud del lado del cuadrado cortado a partir del exocarpo. Posterior a este paso, se procedió a pesar la muestra de material, estableciendo una masa de 500 g para cada ensayo.

2.2.2 Extracción del aceite esencial

La extracción del aceite esencial se llevó a cabo mediante dos procedimientos: destilación por arrastre de vapor e hidrodestilación. En la destilación por arrastre con vapor se depositó sobre la malla de la cámara de extracción, una muestra de 500 g, luego se hizo pasar vapor caliente a través de la malla dejando el material expuesto al vapor, para el caso de hidrodestilación se adicionaron tres litros de agua destilada y 500 gramos de muestra al interior de la cámara de extracción. Ésta se colocó encima de la fuente de calor que fue previamente encendida. Posteriormente, por efecto del calor suministrado en ambos procesos el aceite fue arrastrado por el vapor de agua, para luego ser condensado y separado por diferencia de densidades. El tiempo de extracción se varió en un rango entre 23,8 y 66,0 min, acorde con lo requerido por el diseño experimental (Tabla 1). El extracto se almacenó en un vial color ámbar, donde se garantizó que estuviera libre de agua adicionándole sulfato de sodio anhidro y finalmente se refrigeró a 4°C, para conservarlo.

Para purificar el aceite, se empleó una extracción Soxhlet convencional con hexano grado reactivo analítico para solubilizar el aceite esencial. Este procedimiento se realizó usando el solvente para separar el agua remanente del extracto, y luego someter la fase orgánica a un calentamiento para evaporar el hexano y dejar el aceite esencial en fase líquida. El solvente (hexano) se recuperó condensándolo en un serpentín enfriado con agua de la llave. Para evaluar el desempeño de cada método de extracción se procedió a pesar el producto final (el aceite esencial purificado) y se calculó el porcentaje en peso como rendimiento del proceso a partir del material vegetal inicial sometido a la extracción, tal cómo se muestra en la Ec. (1):

$$\%R = \frac{P_p}{P_m} * 100 \quad (1)$$

En donde P_p es el peso del producto final (aceite esencial) y P_m el peso de la materia prima, ambos en gramos.

2.2.3 Diseño experimental

Para la comparación de los dos métodos propuestos para la extracción de los aceites esenciales de los residuos de las cáscaras de pomelo, se evaluó el desempeño de cada uno en lo concerniente a la recuperación del aceite esencial. Se usó un diseño experimental factorial compuesto con puntos

centrales y estrellas para cada método de extracción, en los cuales se variaron el tamaño de partícula y el tiempo de extracción; con lo cual se encontraron los puntos óptimos para cada variable. En la Tabla 1 se muestran los niveles de las variables controlables usadas en estos experimentos, siendo α el valor codificado de 1,4141:

Tabla 1. Niveles de las variables controlables.

Nivel	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo de extracción (min)
$-\alpha$	0,6	23,8
-1	1,0	30,0
0	2,0	45,0
+1	3,0	60,0
$+\alpha$	3,4	66,0

Se eligió como variable de respuesta para los dos procedimientos, el porcentaje de rendimiento de la extracción ($\%R$) que se describió en la Ec. (1).

Para obtener la superficie de respuesta se utilizó el método de factorial 2^k compuesto con puntos estrellas, sin réplicas. El número de ensayos tomando cuatro puntos centrales y dos puntos estrellas fue de 10 para cada método de extracción. Los experimentos se realizaron empleando muestras de diferentes tamaños comprendidos entre 0,6 a 3,4 cm y por tiempos de 24 a 66 minutos para cada método de extracción.

3. Resultados y Discusión

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos a partir de la extracción de los aceites esenciales de los residuos de cáscaras de pomelo. Los rendimientos obtenidos evidencian que el proceso de destilación por arrastre con vapor tuvo mejor desempeño en la extracción.

Tabla 2. Resultados experimentales.

Experimento	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo de extracción (min)	Rendimiento Destilación por arrastre con vapor (%)	Rendimiento Hidrodestilación (%)
1	1,0	30,0	0,1408	0,0099
2	3,0	30,0	0,0745	0,0108
3	3,0	60,0	0,1063	0,0200
4	3,4	45,0	0,0579	0,0000
5	0,6	45,0	0,1153	0,0259
6	1,0	60,0	0,1819	0,0124
7	2,0	45,0	0,0613	0,0251

8	2,0	23,8	0,0622	0,0048
9	2,0	45,0	0,1049	0,0372
10	2,0	66,0	0,0645	0,0258

Para evaluar la incidencia de los factores controlables (tamaño de partícula y tiempo de extracción) en el rendimiento de la extracción, se usó un diagrama de Pareto, tal como se muestra en las Figs. 4a y 4b:

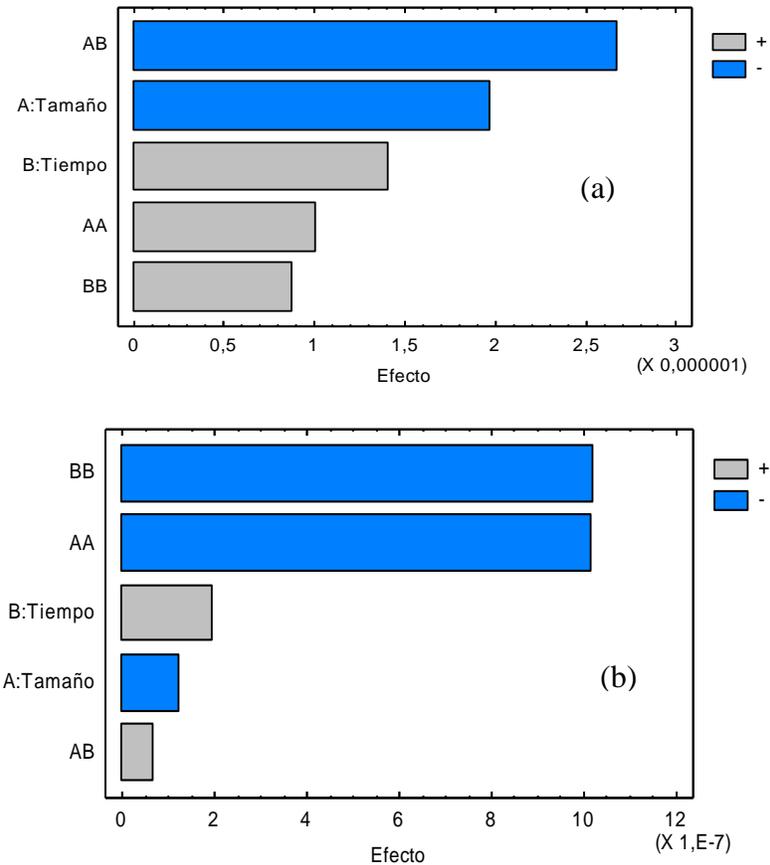


Figura 4. Diagrama de Pareto (a) Destilación por arrastre con vapor; (b) Hidrodestilación.

Para los dos métodos, ningún efecto o interacción es considerado estadísticamente significativo. Sin embargo, vale la pena anotar que, por ejemplo, para la destilación por arrastre con vapor, la interacción entre el tamaño de partícula y el tiempo de reacción, y el efecto del tamaño de partícula son los que más inciden en el rendimiento de la extracción. Mientras que para la hidrodestilación, las interacciones dobles son las que más afectan al rendimiento. El color azul de las barras quiere decir que los efectos son negativos o que las interacciones son antagónicas. En el caso de la destilación por arrastre con vapor, si se aumenta el tamaño de partícula disminuye el rendimiento de la extracción del aceite esencial.

Las Figs. 5a y 5b muestran las superficies de respuesta para cada método de extracción, obtenidas a partir del ajuste de parámetros polinomiales de los datos experimentales mostrados en la Tabla 2.

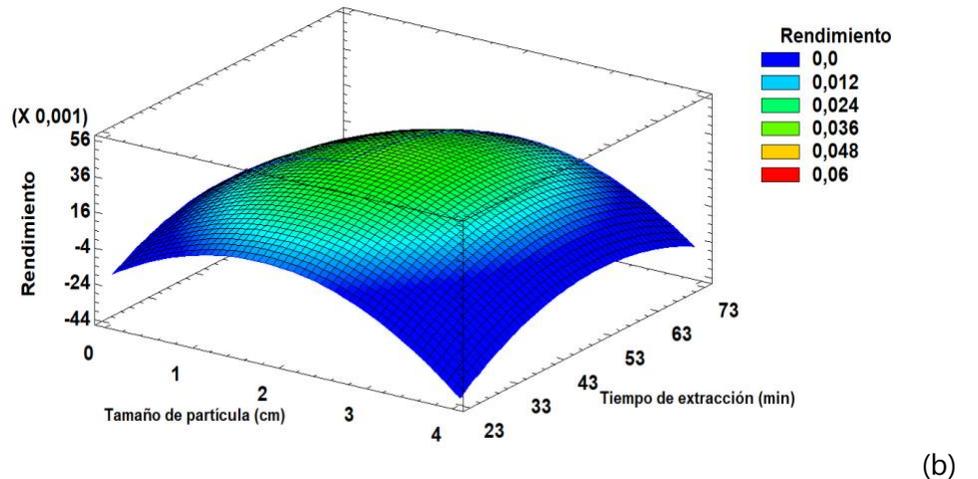
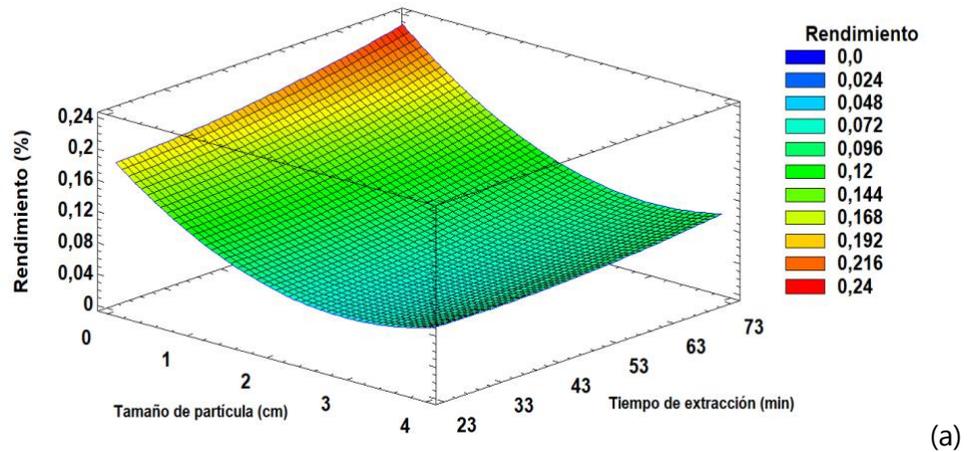


Figura 5. Superficies de respuesta (a) Destilación por arrastre con vapor; (b) Hidrodestilación.

La Ecs. (2) y (3) representan el ajuste polinomial que permitió encontrar las condiciones óptimas de experimentación para el método de destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación respectivamente:

$$(Z)^7 = -2,11533 \times 10^{-6} + 1,00332 \times 10^{-6}X + 4,95389 \times 10^{-8}Y + 5,05696 \times 10^{-7}X^2 - 8,91914 \times 10^{-8}X \cdot Y + 1,95328 \times 10^{-9}Y^2 \quad (2)$$

$$(Z)^4 = -5,43998 \times 10^{-6} + 1,87235 \times 10^{-6}X + 2,06141 \times 10^{-7}Y - 5,08407 \times 10^{-7}X^2 + 2,20598 \times 10^{-9}X \cdot Y - 2,26667 \times 10^{-9}Y^2 \quad (3)$$

Donde Z es el rendimiento en porcentaje, X es el tamaño de partícula en cm y Y es el tiempo de extracción en min.

En la destilación por arrastre con vapor, los tamaños menores de partícula presentaron el mejor rendimiento, lo cual es congruente con lo descrito anteriormente en el diagrama de Pareto de la Fig. 4a. Este comportamiento se puede explicar debido a que la reducción de tamaño hace que las celdas contenedoras del aceite esencial estén más expuestas en los cortes. Además, se aumentó la superficie de contacto y se favoreció la entrada del vapor a través de la matriz herbácea. El calor suministrado por el vapor genera un aumento del tamaño de las celdas ocasionando su rompimiento, logrando la liberación del aceite [22]. El aceite esencial se transporta a la fase líquida a través de tres fenómenos difusivos de transferencia de masa: la exudación, la vaporización instantánea del aceite a la interfase de la película formada entre material vegetal y el vapor circundante; y por último, la difusión del aceite vaporizado del seno del aceite a la corriente del vapor circundante [21].

Para el proceso de hidrodestilación, la ebullición directa del agua con el material da lugar al proceso de transferencia de masa por difusión a través de las membranas o hidrodifusión. En este fenómeno, el aceite es arrastrado al exterior por el vapor generado dentro de la misma cámara de extracción. Este método mostró mejores resultados para tamaños de partícula intermedios. El diagrama de Pareto para este método de extracción (Fig. 4b) mostró que las interacciones dobles eran más incidentes que el resto de factores. Esto sucede cuando no hay una variación significativa entre los niveles de las variables controlables seleccionadas (diferente a lo observado con la destilación por arrastre de con vapor). Esto puede ser explicado debido a que el calentamiento directo, y el contacto directo con el agua y las celdas contenedoras del aceite esencial aceleran los procesos de hidrólisis y la degradación térmica de los componentes afectando el rendimiento de la extracción de estos aceites [23, 24].

Al aumentar el tiempo de extracción, en la destilación por arrastre con vapor se incrementa la exposición de las cavidades oleosas a la corriente de vapor. De esta forma, para tamaños pequeños las celdas contenedoras del aceite quedan al descubierto más tiempo a las corrientes de vapor. Esto permite romper una mayor cantidad de celdas y los fenómenos difusivos ocurren repetidamente, favoreciendo el desgaste de las cavidades del material y logrando mejores rendimientos.

La Tabla 3 muestra los resultados de la optimización de los modelos estadísticos mostrados en las Ecs. (2) y (3) que se obtuvieron con el método de la primera derivada parcial incluido en el software *Statgraphics XVI Centurion*.

Tabla 3. Optimización de la extracción de aceites esenciales.

Factor	Destilación por arrastre con vapor			Hidrodestilación		
	Bajo	Alto	Óptimo	Bajo	Alto	Óptimo
Tamaño (cm)	0,586	3,414	0,586	0,586	3,414	1,942
Tiempo (min)	23,786	66,213	66,213	23,786	66,213	46,418
Rendimiento (%)	-	-	1,836	-	-	0,032

Los resultados de la Tabla 3 nos muestra que a menores tamaños y mayores tiempos la interacción mejora y ofrece mejores resultados. Esta información es consistente con la representada gráficamente en las superficies de respuesta (Figs. 5a y 5b). Para el caso de hidrodestilación, se presentan mejores valores de rendimiento con rangos intermedios de tiempo, debido a que la velocidad de extracción disminuye al transcurrir el tiempo. Esto debido a que los componentes del aceite empiezan a reaccionar con el agua a través de la hidrólisis, formando alcoholes y ésteres de tal forma que no se apreciarán cambios en el rendimiento del aceite esencial [24]. En cambio para el proceso de hidrodestilación, se logra apreciar que las condiciones óptimas para la realización del experimento se hallan dentro de los valores intermedios del tiempo y el tamaño de partícula, región en el cual se puede encuentra el óptimo. Los rendimientos estimados mediante la herramienta del Statgraphics para el método de hidrodestilación son menores a los reportados en la literatura. Tuan y col. [15] obtuvieron rendimientos cercanos al 1% (en base húmeda del material vegetal), adicionando ácido cítrico al proceso de extracción de aceite esencial a partir de cáscaras de pomelo. En un trabajo semejante, en el que Dao y col. [16] modelaron la cinética de extracción de aceite a partir de cáscaras de *Citrus maxima* con el método de destilación por arrastre con vapor. En esta investigación se reportaron rendimientos alrededor del 2,0%, los cuales fueron muy similares a los obtenidos con este método en nuestro estudio. Aunque la cantidad de material vegetal, la forma de reducir el tamaño de partícula y el tiempo de extracción fueron diferentes, los rendimientos de extracción del aceite esencial fueron similares en el caso de la destilación por arrastre con vapor. La eficiencia de los rendimientos está ligada a la composición de los componentes volátiles y no volátiles del aceite esencial. Por ejemplo, se ha reportado que para el aceite esencial extraído de las cáscaras del pomelo (y de otros cítricos), el componente principal es el limoneno; aunque el contenido del mismo varía entre las mismas variedades de pomelo [15]. El limoneno es hidrofílico y no volátil, lo cual su extracción se ve favorecida por estos métodos de extracción (hidrodestilación y destilación con vapor) en los que se involucra el agua como vehículo para extraer el aceite. El tamaño de partícula influye de manera significativa en el rendimiento, siendo favorecido por tamaños más pequeños que aumentan el área de transferencia.

4. Conclusiones

Al realizar la comparación en los rendimientos de extracción del aceite esencial de las cáscaras de pomelo, se pudo comprobar que el proceso de destilación por arrastre con vapor fue el mejor, ya que se obtuvieron rendimientos hasta 60 veces mayor que con la hidrodestilación. Esto fue congruente con lo reportado en la literatura y estuvo ligado a la naturaleza hidrofílica y no volátil de los aceites esenciales extraídos a partir de cítricos.

Aunque los efectos estudiados (tamaño de partícula y tiempo de extracción) no fueron estadísticamente significativos, tuvieron una incidencia relativa en la variable de respuesta, en especial con el rendimiento de la destilación por arrastre con vapor, en la que menores tamaños de partícula favorecieron al proceso. Esto era esperable, ya que se aumenta el área de transferencia de masa para las fases involucradas.

Finalmente, fue posible encontrar condiciones óptimas a partir del modelo estadístico de los datos experimentales para cada método de extracción. En el caso de la destilación por arrastre con vapor, el comportamiento de la superficie de respuesta mostró que es probable que haya mejores rendimientos con menores tamaños de partícula y mayores tiempos de extracción a los usados en nuestro estudio.

Referencias

- [1] G. C. Albarracín-Montoya, S. G. Gallo-Palma, "Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando Piper Aduncum (Cordoncillo) procedente de la zona cafetera," B.S. Thesis, Dep. Ing. Quím., Univ. Nal. Col. Manizales, Manizales, Colombia, 2003.
- [2] I. A.V. "Estudio del mercado Colombiano de aceites esenciales," en "Biocomercio Sostenible," Instituto Alexander Von Humboldt, Bogotá, Colombia, 2003.
- [3] J. O. Ordúz-Rodríguez, "Situación Actual y Perspectivas de la Citricultura Colombiana en los Nuevos Escenarios Fitosanitarios," presentado en I Simposio intensificación sostenible de la fruticultura Andina, Manizales, Colombia, Nov. 20, 2020.
- [4] A. M. Rincón, A. Vásquez, M. Padilla, "Composicion química y compuestos bioactivos de las harinas de cascara de naranja (citrus sinensis), mandarina (Citrus reticulata) y toronja (Citrus paradisi) cultivadas en Venezuela," *ALAN*, vol. 55, pp. 305-310, 2005.
- [5] M. Pateiro, F. J. Barba, R. Domínguez, A. S. Sant'Ana, A. Mousavi-Khaneghah, M. Gavahian, B. Gómez, J. M. Lorenzo, "Essential oils as natural additives to

- prevent oxidation reactions in meat and meat products: A review," *Food Res. Int.* vol. 113, pp. 156-166, Jul. 2018.
- [6] M. Wrona, F. Silva, J. Salafranca, C. Nerín, M. J. Alfonso, M. A. Caballero, "Design of new natural antioxidant active packaging: Screening flowsheet from pure essential oils and vegetable oils to ex vivo testing in meat samples," *Food Control.*, vol. 120, Art. no. 107536, 2021.
- [7] W. Khaled-Gasmi, A. B. Hamouda, I. Chaieb, R. Souissi, R. Ascrizzi, G. Flamini, S. Boukhris-Bouhachem, "Natural repellents based on three botanical species essential oils as an eco-friendly approach against aphids," *S. African J. Bot.*, vol. 141, pp. 133-141, Sep. 2021.
- [8] O. Chienthavorn, W. Insuan, "Superheated Water Extraction of Lime Peel: a Comparison with Conventional Methods," *Anal. Lett.* vol. 37, pp. 2393-2409, 2004.
- [9] M. Khaje, Y. Yamini, S. Shariati, "Comparison of essential oils compositions of *Nepeta persica* obtained by supercritical carbon dioxide extraction and steam distillation methods," *Food. Bioprod. Process.* vol. 88, pp. 227-232, 2010.
- [10] M. Ozel, H. Kaymaz, "Superheated water extraction, steam distillation and Soxhlet extraction of essential oils of *Origanum onites*," *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 379, pp. 1127-1133.
- [11] N. Sahraoui, M.A. Vian, M. El Maataoui, C. Boutekedjiret, F. Chemat, "Valorization of citrus by-products using Microwave Steam Distillation (MSD)," *Innovative Food Sci. Emerg. Technol.*, vol. 12, no. 2, pp. 163-170, 2011.
- [12] X. Yáñez Rueda, L. L. Lugo-Mancilla, D. Y. Parada-Parada, "Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (*Citrus sinensis*, variedad Valenciana) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia)," *Bistua.*, vol. 5, no. 1, pp. 3-8, 2007.
- [13] P. Mande, N. Sekar, "Comparative study of chemical composition, antibacterial and antioxidant activity of essential oils isolated from the seeds of *Amomum subulatum* by using microwave extraction and hydro-distillation methods," *J. Indian. Chem. Soc.* vol. 98, no. 11, Art. no. 11201, 2021.
- [14] K. Hosni, N. Zahed, R. Chrif, I. Abid, W. Medfei, M. Kallel, N. Ben-Brahim, H. Sebei, "Composition of peel essential oils from four selected Tunisian Citrus species: Evidence for the genotypic influence," *Food. Chem.*, vol. 123, no. 4, pp. 1098-1104, 2010.

- [15] N. T. Tuan, L. N. Dang, B. T. C. Huong, L. T. Danh, "One step extraction of essential oils and pectin from pomelo (*Citrus grandis*) peels," *Chem. Eng. Process. Process Intensif.*, vol. 142, Art. no. 107550, 2019.
- [16] P.T. Dao, N. Y. T. Tran, Q. N. Tran, G. L. Bach, T. V. Lam, "Kinetics of pilot-scale essential oil extraction from pomelo (*Citrus maxima*) peels: Comparison between linear and nonlinear models," *Alexandria Eng.*, vol. 31, no. 3, pp. 2564-2572, March. 2022.
- [17] S. El Kharraf, S. El-Guendouz, A. Farah, B. Bennani, M. C. Mateus, E. M. El Hadrami, M. Graca-Miguel, "Hydrodistillation and simultaneous hydrodistillation-steam distillation of *Rosmarinus officinalis* and *Origanum compactum*: Antioxidant, anti-inflammatory, and antibacterial effect of the essential oils," *Ind. Crops Prod.*, vol. 168, Art. no. 113591, Sep. 2021.
- [18] E. Lainez-Cerón, M. T. Jiménez-Munguía, A. López-Malo, N. Ramírez-Corona, "Effect of process variables on heating profiles and extraction mechanisms during hydrodistillation of eucalyptus essential oil," *Heliyon.*, vol. 7, no. 10, Art. no. e08234, 2021.
- [19] R. Manouchehri, M. J. Saharkhiz, A. Karami, M. Niakousari, "Extraction of essential oils from damask rose using green and conventional techniques: Microwave and ohmic assisted hydrodistillation versus hydrodistillation," *Sustainable. Chem.Pharm.*, vol. 8, pp. 76-81, 2018.
- [20] S. Périno-Issartier, C. Ginies, G. Cravotto, F. Chemat, "A comparison of essential oils obtained from lavandin via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and hydrodistillation," *J. Chromatogr. A.*, vol. 1305, pp. 41-47, Aug. 2013.
- [21] M. Cerpa, "Hidrodestilación de aceites esenciales: Modelado y Caracterización," Ph.D. Disertación, Dep. Ing. Quím. Universidad de Valladolid, Valladolid, España, 2007.
- [22] X. M. Li, S. L. Tian, Z. C. Pang, J. Y. Shi, Z. S. Feng, Y. M. Zhang, "Extraction of *Cuminum cyminum* essential oil by combination technology of organic solvent with low boiling point and steam distillation," *Food. Chem.* vol. 115, no. 3, pp. 1114-1119, 2009.
- [23] E. Guenther, "The Essential Oils Vol II," Creative Media Partners, LLC; 2018.
- [24] A. J. B. Serrano, N. S. À. Cruz, "Tecnología Farmacéutica," Editorial Club Universitario; 2012.