

**ESTUDIO COMPARATIVO DE DOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN
PARA EL ACEITE ESENCIAL PRESENTE EN LA CÁSCARA DE
POMELO (*Citrus maxima*)**



**Escarleth del Carmen Contreras Puentes
Juan Diego Ruiz Pérez**

Trabajo de grado para optar el título de “Ingeniero Químico”

**José Ángel Colina Márquez, Ph.D.
Ing. Luis Monroy Rodríguez**

**Universidad de Cartagena
Facultad de Ingeniería
Programa de Ingeniería Química
Cartagena de Indias D.T. y C.**

2012

Nota de aceptación:

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Le dedico este proyecto a Dios principalmente, a Él le debemos todo.

A mi Padre por su confianza, nunca dejó de creer en mí, en los momentos que más lo necesitaba.

A mi Madre por su cariño y su plena atención, indispensable para lograr esta meta.

A mis hermanos por su permanente acompañamiento en este proceso.

A mi compañera de tesis, sin sus consejos, apoyo y ganas no alcanzaríamos este gran logro.

A mi querida y amada Universidad de Cartagena, formadora de grandes profesionales, a su excelente cuerpo académico y directivo, por todos los conocimientos y ayuda brindados.

Al profesor José Colina y al profesor Luis Monroy por sus valiosos conocimientos.

A mis Amigos por los buenos momentos vividos, especialmente a Astrid Medina, Rafael Pájaro, Jorge Herrera, Rafael Martinez, Orlando Martinez, Kelly Martinez y Rocio Alvarez.

Juan Diego Ruiz Pérez

A Dios que sin él no tendríamos la oportunidad de alcanzar este gran logro de ser profesionales.

A mis padres por su incansable espíritu de lucha, por enseñarme a enfrentar los retos con la convicción de vencer y la seguridad de triunfar, por ser mi impulso incondicional y darme las bases para construir mi futuro.

A mis familiares y amigos por estar presentes en todas las etapas de mi vida y por estar dispuestos a ayudarme en todo momento.

Escarleth del Carmen Contreras Puentes

AGRADECIMIENTOS

A nuestros tutores, por todas sus asesorías y por todos los conocimientos compartidos, así mismo por ayudarnos a crecer como profesionales y personas integrales.

Al personal del laboratorio de Ingeniería de Alimentos, de Ingeniería Química y de Física de la universidad de Cartagena sede Piedra Bolívar por su ayuda oportuna.

Al personal del Grupo de Productos Naturales y el Grupo de Aguas, Química Aplicada y Ambiental de la Universidad de Córdoba de la ciudad de Montería, por su colaboración y la buena atención prestada.

A todas aquellas personas que oportunamente colaboraron en el desarrollo del proceso de nuestro trabajo de grado.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN.....	15
1. OBJETIVO	19
1.1 OBJETIVO GENERAL.....	19
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
2. MARCO DE REFERENCIA.....	20
2.1 ESTADO DEL ARTE	20
2.2 MARCO TEÓRICO.....	24
2.2.1 Descripciones generales de los aceites esenciales	24
2.2.2 Procedencia de los aceites esenciales.....	24
2.2.3 Clasificación de los aceites esenciales.....	25
2.2.4 Materia prima seleccionada.....	26
2.2.5 Procesos de obtención.....	34
2.2.6 Productos.....	38
2.2.7 Subproductos.....	39
2.2.8 Usos y aplicaciones.....	39
2.2.9 Multicolinealidad.....	39
2.2.10 Linealidad.....	39
3. METODOLOGÍA	40
3.1 TIPO DE INVESTIGACIÓN	40
3.2 TECNICAS DE RECOLECCIÓN DE INFORMACION.....	42
3.2.1 Fuentes de información primaria.....	42
3.2.2 Fuentes de información secundaria.....	42
3.3 POBLACION Y MUESTRA.....	43
3.3.1 Población.....	43
3.3.2 Muestra.....	43
3.4 VARIABLES	43
3.5 DISEÑO DE EXPERIMENTO.....	46

3.6	OBTENCIÓN DEL EXTRACTO DE POMELO MEDIANTE UN MÉTODO CONVENCIONAL (SOXHLET)	47
3.6.1	Preparación de la materia prima.....	47
3.6.2	Preparación del solvente.....	48
3.6.3	Materiales para el montaje de Soxhlet. (Ver anexo A).....	48
3.6.4	Montaje.	49
3.6.5	Procedimiento para la extracción del aceite esencial de pomelo.	49
3.6.6	Recuperación de disolvente (Hexano).....	50
3.7	OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE POMELO MEDIANTE LOS MÉTODOS PROPUESTOS (DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR E HIDRODESTILACIÓN).....	51
3.7.1	Selección del equipo.	52
3.7.2	Preparación de la materia prima.....	52
3.7.3	Extracción del aceite esencial mediante destilación por arrastre de vapor	54
3.7.4	Extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación.....	58
3.7.5	Determinación del rendimiento de la extracción.	61
3.7.6	Optimización del rendimiento del aceite esencial de la cáscara de pomelo (<i>Citrus maxima</i>).....	61
4.	RESULTADOS Y ANÁLISIS	62
4.1	OBTENCIÓN DEL EXTRACTO DE LA CÁSCARA DE POMELO, MEDIANTE UN MÉTODO CONVENCIONAL (SOXHLET) (Ver ANEXO C.1)	62
4.2	ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL RENDIMIENTO EN LA EXTRACCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE POMELO MEDIANTE DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR E HIDRODESTILACIÓN.....	63
4.2.1	Destilación por arrastre con vapor de agua.	63
4.2.2	Hidrodestilación.....	73
4.2.3	Comparación de los métodos de extracción.	83
5.	CONCLUSIONES	84
6.	RECOMENDACIONES	86
	REFERENCIAS	87

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Componentes de los aceites más importantes del mercado.....	26
Tabla 2. Clasificación científica del pomelo (<i>C. maxima</i>).....	28
Tabla 3. Cultivo de cítricos en el departamento de Bolívar.....	29
Tabla 4. Municipios con cultivos de naranjas en el departamento de Bolívar.....	30
Tabla 5. Perfil químico del aceite esencial de la cáscara de pomelo (<i>C. maxima</i>)	31
Tabla 6. Componentes de los grupos estudiados en la cromatografía.....	33
Tabla 7. Variables independientes involucradas en el proceso.....	44
Tabla 8. Variables dependientes involucradas en el proceso.....	44
Tabla 9. Variables intervinientes involucradas en el proceso de destilación por arrastre con vapor.....	45
Tabla 10. Variables intervinientes involucradas en el proceso de hidrodestilación.....	45
Tabla 11. Propiedades físicas del extracto	62
Tabla 12. Rendimiento de la extracción del aceite esencial de pomelo (<i>C. maxima</i>) mediante destilación por arrastre con vapor de agua.....	63
Tabla 13. Efectos estimados para Rendimiento ^{7,0}	64
Tabla 14. Análisis de Varianza para Rendimiento ^{7,0}	66
Tabla 15. Coeficiente de regresión para Rendimiento ^{7,0}	69
Tabla 16. Resultados Estimados para Rendimiento ^{7,0}	70
Tabla 17. Optimización del proceso de destilación por arrastre con vapor.....	73

Tabla 18. Rendimiento de la extracción del aceite esencial de pomelo (<i>C. maxima</i>) mediante hidrodestilación.....	74
Tabla 19. Efectos estimados para Rendimiento ^{4,0}	74
Tabla 20. Análisis de Varianza para Rendimiento ^{4,0}	76
Tabla 21. Coeficientes de regresión para Rendimiento ^{4,0}	78
Tabla 22. Resultados Estimados para Rendimiento ^{4,0}	79
Tabla 23. Optimización del proceso para hidrodestilación.....	82
Tabla 24. Sifonadas en la extracción Soxhlet.....	97
Tabla 25. Pesos de envases vacíos y con aceite para arrastre con vapor.....	99
Tabla 26. Pesos de envases vacíos y con aceite hidrodestilación.....	99

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Clasificación de los aceites esenciales.....	25
Figura 2. Corte transversal del fruto y hoja del Pomelo (<i>Citrus maxima</i>).....	27
Figura 3. Métodos de extracción de mezclas aromáticas.....	35
Figura 4. Actividades de la metodología	41
Figura 5. Diagrama de bloques preliminar del proceso.....	51
Figura 6. Equipo de hidrodestilación/ Destilación por arrastre con vapor (Universidad de Córdoba – Montería).....	52
Figura 7. Generador de vapor para destilación por arrastre con vapor.....	54
Figura 8. Cámara de extracción para destilación por arrastre con vapor.....	55
Figura 9. Condensador para destilación por arrastre con vapor.....	56
Figura 10. Recolector de aceite esencial para destilación por arrastre con vapor.....	56
Figura 11. Fuente de calentamiento para hidrodestilación.....	58
Figura 12. Cámara de extracción para hidrodestilación.....	59
Figura 13. Condensador para hidrodestilación.....	59
Figura 14. Recolector de aceite esencial para destilación por arrastre con vapor.....	60
Figura 15. Diagrama de Pareto para Rendimiento ^{7,0}	65
Figura 16. Grafica de efectos principales para Rendimiento ^{7,0}	67
Figura 17. Superficie de respuesta estimada. (a) gráfica 3-D, (b) curvas de contorno.....	71

Figura 18. Diagrama de Pareto para Rendimiento^{4,0}.....75

Figura 19. Grafica de efectos para Rendimiento^{4,0}.....77

Figura 20. Superficie de respuesta estimada. (a) gráfica 3-D, (b) curvas de contorno.....80

Figura 21. Tiempo vs Sifonadas.....98

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. ARCHIVO FOTOGRAFICO (EXTRACCIÓN PRELIMINAR – LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA, UNIVERSIDAD DE CARTAGENA).....	92
ANEXO B. ARCHIVO FOTOGRAFICO (EXTRACCIÓN MEDIANTE LSO METODOS PROPUESTOS – LABORATORIO DE RECURSOS NATURALES, UNIVERSIDAD DE CORDOBA).....	94
ANEXO C. DISEÑOS EXPERIMENTALES PARA LOS METODOS PROPUESTOS.....	97

RESUMEN

El aceite esencial presente en la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*) procedente de la región Caribe de Colombia, se extrajo del exocarpo del fruto, utilizando los métodos de destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación, con el fin de comparar los rendimientos de la extracción y optimizar las condiciones de obtención de los métodos antes mencionados.

Los métodos de extracción fueron comparados teniendo en cuenta el rendimiento de la extracción a partir de variables influyentes como el tiempo y el tamaño de partícula, lo cual permitió determinar el mejor de los métodos. El mejor rendimiento (0,182 %) se registró para el método de destilación por arrastre con vapor. Del mismo modo, se observó que el tamaño de partícula es la variable de mayor incidencia en el rendimiento de la extracción con destilación por arrastre con vapor, mientras que para el método de hidrodestilación, el tiempo y el tamaño de tamaño de partícula fueron las más significativas.

La optimización de las condiciones de extracción para cada uno de los métodos se realizó por medio de un análisis estadístico usando superficies de respuestas, las cuales permitieron definir que el proceso de destilación por arrastre con vapor debe realizarse por un tiempo de extracción de 66,21 min y con un tamaño de partícula de 0,59 cm para obtener un rendimiento del 0,182%, mientras que el proceso de hidrodestilación se debe realizar durante un tiempo de 46,42 min y con un tamaño de partícula de 1,94 cm, condiciones con las cuales se obtendría un rendimiento del 0,033%.

ABSTRACT

The essential oil from the pomelo peel (*Citrus maxima*), cultivated in the Caribbean region of Colombia, were extracted from the fruit exocarp by using steam distillation and hydrodistillation, in order to compare the performance and to optimize the extraction yield in both mentioned methods.

Both extraction methods were compared regarding on the extraction yield by considering time and particle size as controllable factors, which allowed determining the best method. The best performance (0.1819%) was obtained with steam distillation. Similarly, it was observed that the particle size was the most incident variable on the extraction yield obtained by steam distillation. In the case of hydrodistillation method, both factors, time and particle size, were the most significant.

The optimization of the extraction yield for each method were performed by using a statistical analysis called response surface. For steam distillation, the optimized operating conditions were: an extraction time of 66,21 min and a particle size of 0.586 cm, obtaining an extraction yield of 0.182%; whereas for hydrodistillation process, the optimized operating conditions were: an extraction time of 46.42 min and a particle size of 1.942 cm, obtaining a extraction yield of 0.033%.

INTRODUCCIÓN

El estudio de los aceites esenciales como materias primas básicas para la elaboración de productos terminados, de la industria de aromatizantes, perfumes, sabores, insecticidas, acaricidas y la industria farmacéutica. Es un área con un potencial alto de crecimiento en investigación y desarrollo en diversos países. El uso de estos depende de los constituyentes mayoritarios identificados; la presencia o ausencia de unos u otros está supeditada a: condiciones geobotánicas, método de cultivo, época de recolección de la planta, método de almacenamiento del material vegetal, al método de obtención del aceite y edad de la planta [1].

Colombia es un país mega-biodiverso, sin embargo, esta inmensa ventaja no ha repercutido en su desarrollo económico, entre otras cosas porque no se han realizado investigaciones de mercado que identifiquen las oportunidades concretas de negocios, evitando adelantar programas y proyectos productivos para el aprovechamiento sostenible y rentable de nuestra biodiversidad. Investigaciones previas, han identificado la potencialidad del renglón de los aceites esenciales en el país [2].

Existen diferentes métodos para obtener aceites esenciales, entre ellos se encuentran: la extracción por solventes, la maceración, el enfleurage o el prensado. Estos métodos son demorados y conllevan a la formación de productos no deseados, como ceras, pigmentos, extractos y ácidos grasos, entre otros, lo que dificulta la separación del aceite. Así mismo, existen nuevas técnicas que mejoran los rendimientos del aceite como: la extracción por microondas sin uso de disolventes (*MWA-SD*) y la extracción con fluidos supercríticos (*SFE*), pero son demasiado costosas. Lo anterior conlleva a la búsqueda de alternativas que no presenten estas limitaciones.

La realización de estudios para extraer aceites esenciales a partir de cítricos como materia prima han presentado rendimientos favorables entre el 1% para la (*Citrus maxima*) y el 5% para la (*Citrus reticulata*) [10], pese a esto la información existente sobre estudios de extracción con la corteza del pomelo en Colombia son limitados, evidenciando que es un área de mínimo desarrollo e investigación a nivel nacional. Por lo tanto, se decidió realizar el estudio usando esta materia prima, teniendo en cuenta los parámetros y las condiciones de extracción que influyen de forma determinante para obtener el mejor rendimiento de aceite esencial al emplearse materias primas afines.

El estudio de la extracción del aceite esencial de la corteza del pomelo, realizado en la Universidad de Cartagena, se llevó a cabo con el fin de presentar la solución a un problema económico y medioambiental, que permitió transformar un residuo sin ningún valor comercial en un producto de alto valor, empleando métodos limpios como destilación por arrastre con vapor de agua e hidrodestilación, descartando la obtención de subproductos contaminantes. Con esto se podría satisfacer un porcentaje de la demanda local y nacional de aceites esenciales, con miras a disminuir las importaciones del producto.

Otro beneficio es el fortalecimiento de la investigación en el campo de aceites esenciales empleando materias primas nuevas, como en este caso, la cáscara de pomelo. En cuanto a los procesos de extracción considerados en esta investigación, son métodos económicos y amigables con el medio ambiente además de lograr el máximo aprovechamiento de la materia prima en la extracción del aceite esencial. Los subproductos con un alto valor agregado, como las pectinas, poseen gran importancia en la industria farmacéutica y alimentaria, haciendo rentable la aplicación de los procesos a escala industrial.

De esta forma se establece la importancia que tienen las investigaciones en este campo, ya que es posible estudiar los efectos que influyen de forma determinante en los procesos de extracción utilizando biomasa residual de frutas con un alto potencial de utilización. Por otro lado, la optimización de estos procesos es de mucha relevancia en Ingeniería Química, ya que ayuda a desarrollar procesos a escala industrial, técnica y económicamente viables, que simultáneamente contribuyan a la generación de nuevo conocimiento.

Entre las diferentes investigaciones que se han realizado a lo largo de los años se mencionan importantes hallazgos encontrados por autores como Khajed y colaboradores (2008), Rojas y colaboradores (2008), Rueda y colaboradores (2007), Mustafa y Kaymaz (2004), Chienthavorn e Insuan (2004), Albarracin y Gallo (2003), los cuales aplicaron las técnicas de destilación por arrastre con vapor y fluidos supercríticos (*SFE*), hidrodestilación, hidrodestilación asistida por microondas (*HDMO*), destilación por arrastre con vapor, Soxhlet y agua supercalentada, agua supercalentada con solventes (metanol alcohol) y la comparación de métodos de destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación, respectivamente para la extracción de aceites esenciales con diferentes cítricos.

Los resultados obtenidos por las investigaciones anteriores arrojan que los porcentajes del rendimiento de la extracción de aceites esenciales para estas materias primas esta en el rango de 0,2 a 2,1493%. Los análisis de los productos los realizaron por la técnica analítica de cromatografía de gases acoplada con espectroscopia de masa con lo cual determinaron los componentes mayoritarios y el porcentaje en el cual están presentes [1, 13, 14, 15, 16, 17].

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. Para hacer el análisis de los resultados desde un punto de vista estadístico se planteó un

diseño experimental factorial con puntos centrales y estrella, que permitió hacer un análisis de varianza (ANOVA) y optimizar la extracción con una superficie de respuesta. Se empleó el programa *Statgraphics Centurion XV* para agilizar los cálculos estadísticos necesarios y graficar los resultados obtenidos del análisis. De acuerdo a la cantidad de aceite esencial obtenido, el método que arrojó el mejor rendimiento fue el de destilación por arrastre con vapor de 1.84 % con un tamaño de 0.58 cm y un tiempo de 66.21 min .

1. OBJETIVO

1.1 OBJETIVO GENERAL

Comparar el rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*) mediante hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Estimar el rendimiento del extracto obtenido de la cáscara de pomelo (*C. maxima*) por medio de un proceso convencional a escala de laboratorio.
- Evaluar el efecto del tamaño de partícula y del tiempo de extracción, en el rendimiento de aceites esenciales de la cáscara de pomelo mediante hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor.
- Optimizar el rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo mediante hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor considerando los efectos del tamaño de partícula y el tiempo de extracción.

2. MARCO DE REFERENCIA

2.1 ESTADO DEL ARTE

Houcine y colaboradores (2011), desarrollaron mediante CO₂ supercrítico la extracción del aceite esencial de semillas de cilantro (*Coriandrum sativum*), en pasos consecutivos para diferentes condiciones experimentales. Los resultados mostraron que el desempeño global del proceso dependió principalmente de la presión, la razón de flujo de CO₂ y el tamaño de partícula de las semillas. En la segunda parte se estudiaron los efectos en las condiciones de operación, la calidad del extracto y más precisamente en la composición del aceite vegetal. La extracción mediante CO₂ supercrítico no tuvo mayor efecto en la composición de los ácidos grasos del aceite vegetal comparado con técnicas de extracción clásicas. Al final, se propuso un procedimiento para la separación del disolvente y el aceite ajustando la densidad del CO₂ y las condiciones de separación [5].

Sardá y colaboradores (2011), estudiaron las propiedades acaricidas del aceite esencial *Hesperozygis ringens* (*Lamiaceae*) en la garrapata del ganado vacuno *Rhiphicephalus* (*Boophilus*), dicho aceite esencial estaba constituido principalmente de pulegona (86%) y fue obtenido mediante hidrodestilación con una duración de extracción de 4 h. Luego se realizaron pruebas de toxicidad para determinar la concentración óptima de aceite, que inhibiera significativamente el crecimiento de dicho parásito, teniendo una concentración de 50 µL/ml y 25 µL/ml, para una inhibición del 95% y 35% respectivamente [6].

Zoubiri y Baaliouamer (2011), evaluaron la bioactividad del aceite esencial extraído mediante hidrodestilación a partir de hojas de *Lantana camara*. La composición del aceite esencial de la *L. camara* incluye grandes cantidades de sesquiterpenos, principalmente β-cariofileno (35.70%) y óxido de cariofileno

(10.04%). La prueba del aceite esencial mostró una buena actividad fumigante con una semana de exposición para todas las dosis ensayadas. Además, otros estudios confirmaron que el aceite fue eficiente durante dos semanas [7].

Yujing y colaboradores (2011), investigaron los efectos del tamaño de partícula del material, el disolvente de extracción, la relación sólido / disolvente, temperatura, tiempo de extracción, intensidad acústica eléctrica, altura del líquido y ciclo de trabajo de la exposición de ultrasonido en el rendimiento de extracción del *all-trans-b-caroteno* a partir de cáscaras de cítricos mediante la extracción asistida por ultrasonido (EAU). En donde el rendimiento de extracción se vio afectado significativamente por el tamaño de partícula. El diclorometano causó la degradación del *all-trans-b-caroteno* extraído durante la EAU. El etanol mostró un mayor rendimiento de extracción durante la EAU en comparación con la extracción clásica (EC). El rendimiento de extracción de la EAU tuvo un valor máximo a 25°C. En comparación con la extracción clásica, el rendimiento de extracción de la EAU no llegó a un equilibrio fácilmente [25].

Mighri y colaboradores (2010), examinaron la actividad antimicrobiana y antioxidante de cuatro tipos de aceite esencial obtenidos mediante hidrodestilación a partir de diferentes partes de la *Artemisia herba-alba* cultivada en el sur Tunicina. Los mayores componentes en estos aceites fueron: β -*thujone*, α -*thujone*, α -*thujone*/ β -*thujone* y 1,8-*cineole*/*camphor*/ α -*thujone*/ β -*thujone*. La actividad antimicrobiana de los diferentes aceites fue examinada mediante el método de difusión y determinando la zona de inhibición. Los resultados mostraron que todos los tipos de aceites ensayados tuvieron una gran actividad antimicrobiana. En adición, la labor antioxidante fue evaluada en diferentes pruebas in vitro y se encontró una actividad débil para estos aceites [8].

Orav y colaboradores (2010), analizaron la composición del aceite de enebro común (*Juniperus communis* L.) procedente de Estonia. Se obtuvieron distintos

rendimientos y composiciones del aceite esencial mediante los métodos de destilación y extracción simultánea (*SDE*) por sus siglas en inglés, y dióxido de carbono supercrítico (*SFE*) dichos resultados se compararon con diferentes partes del enebro. El rendimiento del aceite estuvo entre el 0,7 y el 2,1%. El contenido de pineno del aceite esencial del grano de enebro fue del 47,9%, y del enebro *needleoil* fue de 36,4%. El rendimiento y la composición obtenida mediante *SDE* y *SFE* para el enebro *needles* fueron similares. El aceite obtenido mediante *SFE* del grano de enebro contenía más sesquiterpenos y compuestos con altas temperaturas de ebullición que el aceite obtenido mediante *SDE* [9].

Hosni y colaboradores (2010), analizaron el aceite esencial de la cáscara de cuatro especies cítricas tunecinas: naranja dulce (*Citrus sinensis Osbeck*), mandarina (*Citrus reticulata Blanco*); naranja agria (*Citrus aurantium L.*) y pomelo (*Citrus grandis Osbeck*), mediante cromatografía de gases (*GC*) por sus siglas en inglés y cromatografía de gases acoplada con espectroscopia de masas (*GC/MS*) por sus siglas en inglés. Los aceites esenciales de pomelo y mandarina presentaron contenidos desde el 1,06% al 4,62% (p/p). Mediante los análisis cualitativos y cuantitativos se identificaron más de 70 componentes en todos los aceites anteriormente indicados. Los análisis mostraron que los aceites estaban constituidos principalmente de: monoterpenos (97,59-99,3%), limonenos (92,52-97,3%) y β -pínenos (1,37-1,82). los compuestos químicos remanentes representaron menos del 1% [10].

Vila y colaboradores (2010), obtuvieron mediante hidrodestilación el aceite esencial de hojas frescas de *Plinia cerrocampensis Barrie (Myrtaceae)*. Se identificaron cuarenta componentes del aceite esencial que representaron más del 91% del mismo. Los sesquiterpenos oxigenados representaron la mayor fracción, con α -bisabolol (42,8%) como mayor constituyente, haciendo esta planta una nueva fuente para la obtención de dicha sustancia. El aceite esencial mostró una

fuerte condición inhibidora y bactericida, causando una efectividad del 100% para la *A. aegypti* con una concentración de aceite de 500 µg/ml [11].

Mortazavi y colaboradores (2010), realizaron un estudio comparativo entre la extracción con agua supercalentada y dos métodos de extracción convencionales (hidrodestilación y Soxhlet) para el *Bunium persicum Boiss*. Se investigó la influencia de las condiciones de operación como la temperatura desde 100 a 150 °C, el tamaño de partícula desde 0,5 hasta 1 mm y la razón de flujo desde 2 a 4 mL/min. La identificación de los componentes se realizó mediante (GC/MS). La extracción óptima para el agua supercalentada se determinó a 125 °C, 4mL/min y el tamaño de partícula de 0,5 mm. Para esa condición de operación, la eficiencia en la extracción fue más baja en los métodos de hidrodestilación y Soxhlet [12].

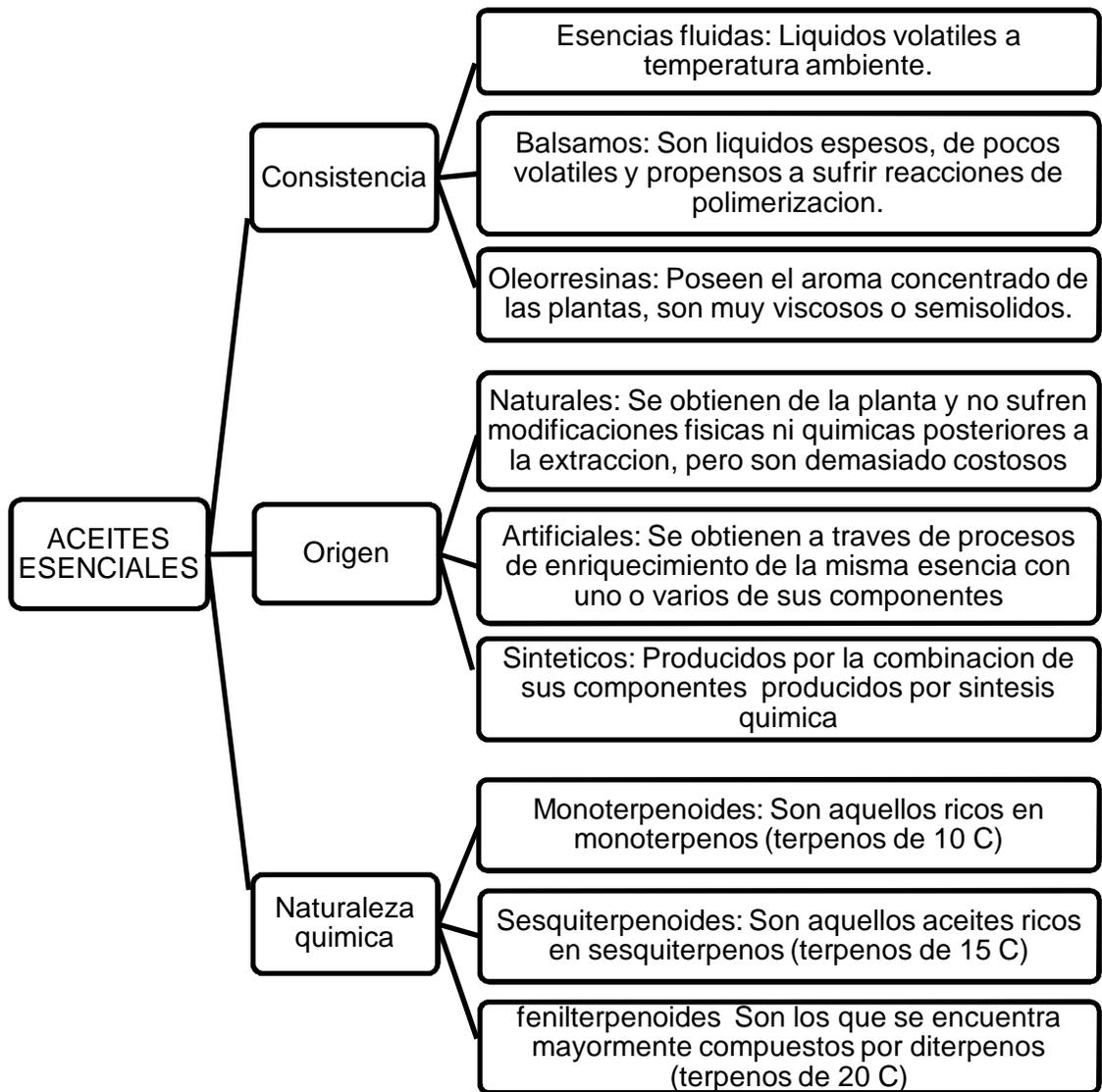
2.2 MARCO TEÓRICO

2.2.1 Descripciones generales de los aceites esenciales. Son mezclas homogéneas de compuestos químicos orgánicos, constituidos principalmente de terpenoides. Tienen la propiedad en común, de generar diversos aromas agradables. A condiciones ambientales, son líquidos menos densos y más viscosos que el agua. Poseen un color en la gama del amarillo, hasta ser transparentes en algunos casos. Son inflamables, no son tóxicos, aunque pueden provocar alergias en personas sensibles a determinados terpenoides. Son inocuos, mientras la dosis suministrada no supere los límites de toxicidad. Sufren degradación química en presencia de la luz solar, del aire, del calor, de ácidos y álcalis fuertes, generando oligómeros de naturaleza indeterminada. Son solubles en los disolventes orgánicos comunes. Casi inmiscibles en disolventes polares asociados (agua, amoníaco). Tienen propiedades de solvencia para los polímeros con anillos aromáticos presentes en su cadena [4].

2.2.2 Procedencia de los aceites esenciales. Se les puede encontrar en diferentes partes de la planta: en las hojas (ajenjo, albahaca, eucalipto, hierbabuena, mejorana, menta, pachulí, romero, salvia, etc.), en las raíces (angélica, cúrcuma, jengibre, sándalo, sasafrás, valeriana, vetiver, etc.), en el pericarpio del fruto (cítricos como limón, mandarina, naranja, etc.), en las semillas (anís, cardamomo, hinojo, comino, etc.), en el tallo (canela, etc.), en las flores (lavanda, manzanilla, piretro, tomillo, rosa, etc.) y en los frutos (nuez moscada, perejil, pimienta, etc.) [1].

2.2.3 Clasificación de los aceites esenciales. En la Figura 1 se establece la clasificación de los aceites esenciales teniendo en cuenta diferentes criterios, con los cuales se establecen los diferentes tipos de aceites esenciales que se comercializan en la actualidad.

Figura 1. Clasificación de los aceites esenciales



Fuente: [24]

Tabla 1. Componentes de los aceites más importantes del mercado

Materia prima	Componente (s)
Citronella	Geraniol, Citronelal
Clove	Eugenol, Cariofileno
Eucalipto	Cineol, Eucaliptol
Lemongras	Citral
Limon	Limoneno
Lavanda	Acetato de linal
Menta	Mentol
Hierbabuena	Carbona
Naranja	Limoneno, 3-Hexil piridina
Angelica	Alfa-pineno, Limoneno
Salvia	Alfa y Beta Tuyona
Romero	Acido rosmarinico

Fuente: [18, 19, 20]

2.2.4 Materia prima seleccionada.

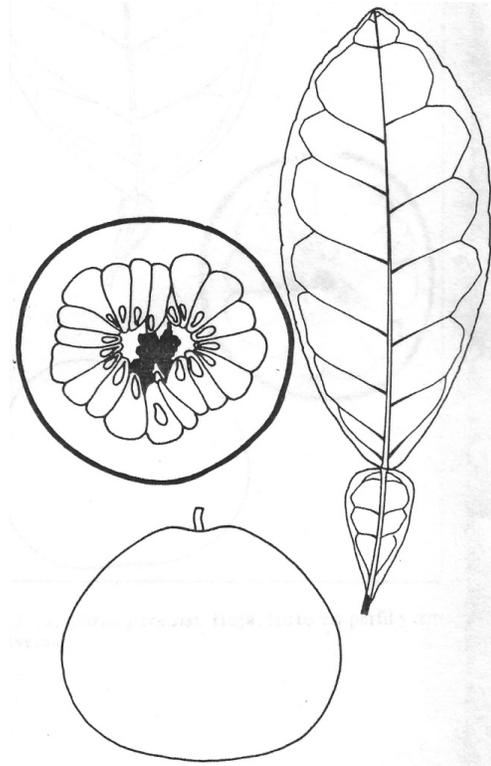
- **Generalidades de la materia prima.** El cultivo del pomelo pudo iniciarse en el sureste de Asia; era conocido en China al inicio de la era cristiana y en India. Al cercano Oriente y al sur de Europa llegó entre los siglos IX a XI, pero su expansión fue muy reducida. Se cultivaba en las Antillas (Jamaica) hacia la mitad del siglo XVII, posiblemente introducido de india.

El árbol de pomelo alcanza hasta 15 m de alto; el tronco se divide cerca de la base en unas pocas ramas primarias, muy gruesas. Las ramillas son angulares a menudo pubescentes. Las hojas elípticas miden hasta 20 cm de largo, con la base obtusa o redondeada y el ápice ancho o poco acuminado; pecíolo alado, de forma acorazonada. Los nervios de la cara inferior de la hoja son a menudo pubescentes. Flores grandes, solitarias o en racimos, axilares o subterminales; cinco sépalos; cinco pétalos; 20 a 25

estambres, en grupos de tres a cinco; ovario esférico, claramente delimitado del pistilo, dividido en 11 a 16 lóculos.

Frutos grandes, subglobosos o subpiriformes de 10 a 30 cm de diámetro y aun mayores, amarillo claro en la madurez, con puntos verdosos que forman las glándulas de aceite; cáscara gruesa y suave, blanca o rosada, hasta de tres centímetros; pulpa blanca a roja, compacta; semillas grandes, rugosas y blancas interiormente, monoembrionicas [26].

Figura 2. Corte transversal del fruto y hoja del Pomelo (*Citrus maxima*)



Fuente: [33]

Tabla 2. Clasificación científica del pomelo (*C. maxima*)

Clasificación científica	
Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Subclase	Rosidae
Orden	Sapindales
Familia	Rutaceae
Subfamilia	Citroideae
Tribu	Citreae
Genero	<i>Citrus</i>
Especie	<i>C. maxima</i>
Nombre binomial	
<i>Citrus maxima</i>	
Sinonimia	
<i>Citrus decumana</i> (L.) L. <i>Citrus grandis</i> (L.) Osbeck	

Fuente: [27]

- Información relevante de cítricos y pomelo en Colombia.

La participación colombiana en el mercado mundial del pomelo no es tan relevante dado que la producción colombiana es equivalente al

1,5% de la producción del mayor productor mundial, Brasil, y tan solo el 4,6% de la producción de otro importante competidor en el mercado de los Estados Unidos: México [34].

Los cultivos de pomelo en Colombia se realizan mayoritariamente en la región Caribe, mediante parcelas en paralelo con otros cultivos cítricos, principalmente con la naranja, de acuerdo a esto en Bolívar el principal productor de cítricos es el municipio de MAHATES [35], (ver ANEXO C.3), la información de la Tabla 3 registra las cifras que sustenta lo antes mencionado.

Tabla 3. Cultivo de cítricos en el departamento de Bolívar.

Municipio	Mahates
Cultivo	Cítricos
Periodo	2010
Área Sembrada (Hectáreas)	200
Área cosechada (Hectáreas)	200
Producción (Toneladas)	3000
Rendimiento (Ton./Hect.)	15
Número de fincas productoras	220

Fuente: [35]

Además , los municipios que implementan el cultivo de pomelo junto con el de naranja son: Túrbaco y San Juan Nepomuceno [35].

Tabla 4. Municipios con cultivos de naranjas en el departamento de Bolívar.

Municipio	Turbaco	San Juan Nepomuceno
Cultivo	Naranja	Naranja
Periodo	2010	2010
Área Sembrada (Hectáreas)	175	85
Área cosechada (Hectáreas)	175	60
Producción (Toneladas)	2625	720
Rendimiento (Ton./Hect.)	15	12
Número de fincas productoras	6	80

Fuente: [35]

Así mismo se registran fincas con cultivos de pomelo en los departamentos de sucre, Córdoba entre los cuales se pueden mencionar plantaciones en Sincelejo, San Marcos, en mata de caña, el roble para el caso de Sucre y San Antero, San Pelayo para el caso de Córdoba¹.

¹ Jenny Puentes Ortiz, Sincelejo, Sucre 2012.

- Composición química del aceite de la cáscara de pomelo.

Tabla 5. Perfil químico del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*C. maxima*) procedente del “*École Supérieure d’Agriculture de Mograne, ESAM, Zaghuan, Tunisia*”. Food Chemistry. 2010; 123: 1098–1104.

No.	Compuestos	RI	%
1	<i>α-Pinene</i>	930	0,15±0,05
2	<i>Sabinine</i>	961	0,19±0,01
3	<i>β-Pinine</i>	979	1,52±0,06
4	<i>β-Myrcene</i>	989	0,03±0,00
5	<i>α-Phellandrene</i>	998	tr
6	<i>Limonene</i>	1021	95,4±3,91
7	<i>(Z)- β-Ocimene</i>	1032	0,01±0,01
8	<i>(E)- β-Ocimene</i>	1038	0,26±0,09
9	<i>γ-Terpinene</i>	1044	0,01±0,00
10	<i>trans-Sabinene hydrate</i> ^A	1055	0,01±0,00
11	<i>cis- Sabinene hydrate</i> ^A	1073	0,01±0,00
12	<i>Linalool</i>	1083	0,09±0,02
13	<i>trans-Pinocarvemol</i>	1131	0,03±0,01
14	<i>Borneol</i>	1151	tr
15	<i>Terpinen-4-ol</i>	1164	0,01±0,00
16	<i>Verbenone</i>	1183	0,35±0,04
17	<i>β –Cyclocitral</i> ^A	1198	0,04±0,01
18	<i>Citronellol</i>	1208	0,02±0,01
19	<i>trans-Para-menth-2-ene-1-ol</i> ^A	1222	0,01±0,00
20	<i>Geranial</i>	1228	0,03±0,01
21	<i>(E)-(E)-2,4-Decadienal</i>	1284	0,02±0,00

Tabla 5. (Continuación)

22	<i>trans-Pinocarvyl acetate</i> ^A	1292	0,02±0,01
23	<i>trans Carveol</i> ^A	1297	0,01±0,00
24	<i>Myrtenyl acetate</i> ^A	1318	0,1±0,00
25	<i>α-Terpinyl acetate</i> ^A	1327	0,11±0,02
26	<i>Neryl acetate</i>	1343	0,08±0,02
27	<i>Geranyl acetate</i>	1364	0,01±0,00
28	<i>α-Copaene</i>	1374	0,03±0,02
29	<i>β –Elemene</i>	1388	0,42±0,04
30	<i>Bornyl Isobutyrate</i> ^A	1405	0,01±0,00
31	<i>β –Copaene</i>	1426	0,06±0,01
32	<i>Aromadendrene</i>	1445	0,02±0,01
33	<i>α-Humulene</i>	1454	0,1±0,01
34	<i>β –Ionone</i>	1468	0,05±0,01
35	<i>Germacrene-D</i>	1477	0,05±0,01
36	<i>Cubebol</i>	1488	0,01±0,00
37	<i>Bicyclogermacrene</i> ^A	1499	0,15±0,04
38	<i>δ-Cadinene</i>	1517	0,01±0,00
39	<i>(E)-Nerolidol</i>	1542	0,03±0,01
40	<i>Germacrene-B</i> ^A	1556	0,01±0,00
41	<i>Humulene 6,7-epoxide</i> ^A	1595	0,01±0,01
42	<i>Rpi-cubenol</i>	1613	0,02±0,00
43	<i>γ-Eudesmol</i>	1617	0,01±0,00
44	<i>Γ-Cadinol</i>	1625	0,03±0,01
45	<i>β-Sinensal</i> ^A	1663	0,01±0,00
46	<i>α-Cyperone</i> ^A	1722	0,4±0,06
47	<i>Geranyl α-terpinene</i> ^A	1949	0,01±0,00

Fuente: [10]

Los valores se expresan como: media \pm desviación estándar de tres determinaciones.

RI: índices de retención relativas a n-alcanos en columna Rtx-1.

tr: cantidad (<0,01%).

^A Identificación tentativa.

Tabla 6. Componentes de los grupos estudiados en la cromatografía.

Componentes del grupo	%
Hidrocarburos monoterpenicos	97,6
Monoterpenos oxigenados	0,84
Hidrocarburos sesquiterpenicos	0,71
Sesquiterpenos oxigenados	0,53
Otros	0,07
Identificación total	99,7

Fuente: [10]

Hosni K. y colaboradores (2010), realizaron el análisis de cromatografía de gases en un equipo Shimadzu HRGC-2010 (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japón) equipado con detector de ionización de llama (FID), auto-inyector AOC-20i y muestreador automático AOC-20s. Utilizaron una columna no polar Rtx-1 (30 m x 0,25 mm, espesor de película 0,32 μ m). La temperatura del horno se mantuvo a 50 °C durante 10 min y después se programa en 2 °C / min a 190 °C. La temperatura del inyector y detector fueron programados a 230 °C. El flujo del gas portador (N₂) fue de 1,6 ml / min y la ración de división fue 1:20. El volumen de inyección para todas las muestras fue de 0,5 μ l de aceites diluidos en n-pentano (LabScan Dublín, Irlanda).

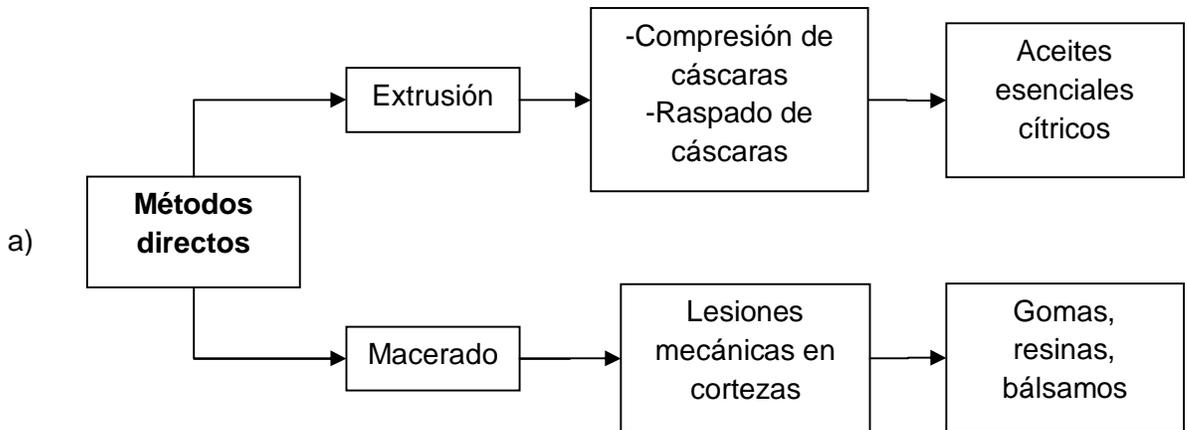
El análisis de GC-MS lo realizaron en un cromatógrafo de gases HP 6890 (II) en interfaz con un espectrómetro de masas HP 5973 (Agilent Technologies, Palo Alto, CA, EE.UU.) con ionización por impacto electrónico (70 eV). Utilizaron una columna capilar HP-5MS (60 m x 0,25 mm, espesor de película 0,25 μm). La temperatura de la columna se programó para elevarse desde 40 hasta 280 °C a una velocidad de 5 ° C / min. El gas portador fue helio, con una velocidad de flujo de 1,2 ml / min. El tiempo de análisis y el rango de masas fueron de 1 s y 50-550 m / z, respectivamente.

Los compuestos volátiles fueron identificados por comparación de sus índices de retención relativos a (C7-C20) n-alcanos con los de la literatura (Barboni et al, 2009;. Paolini, Costa, y Bernardini, 2005) y / o con los de compuestos auténticos disponibles en su laboratorio, y haciendo coincidir sus patrones espectrales de masas de fragmentación con los datos correspondientes (Wiley biblioteca 275.L) y otros espectros de masas publicado (Adams, 2001), así como por comparación de los índices de retención con los datos de la biblioteca de espectros de masas "los terpenoides y Constituyentes de los aceites esenciales relacionados" (Dr. Detlev Hochmuth, la Ciencia consultoría, Hamburgo, Alemania), utilizando el software MassFinder 3 (www.massfinder.com). Las cantidades relativas porcentuales de los compuestos identificados fueron obtenidos de la integración electrónica de las áreas de los picos de FID sin el uso del factor de corrección. Los resultados se expresan como la media de los triplicados [10].

2.2.5 Procesos de obtención. Los principales métodos de extracción de los aceites son: métodos directos (compresión, raspado, lesiones mecánicas de la corteza), destilación (con agua o hidrodestilación, destilación con agua y vapor, destilación con vapor seco), extracción (con solventes volátiles, con solventes no volátiles, con fluidos supercríticos), *Enfleurage* (adsorción sólido-líquido y/o sólido-gas), y *headspace* (purga y trampa simultáneas, purga y extracción con solvente simultáneas) [3].

Figura 3. Métodos de extracción de mezclas aromáticas

Método	Procedimiento	Productos obtenidos
--------	---------------	---------------------



Método	Procedimiento	Productos obtenidos
--------	---------------	---------------------

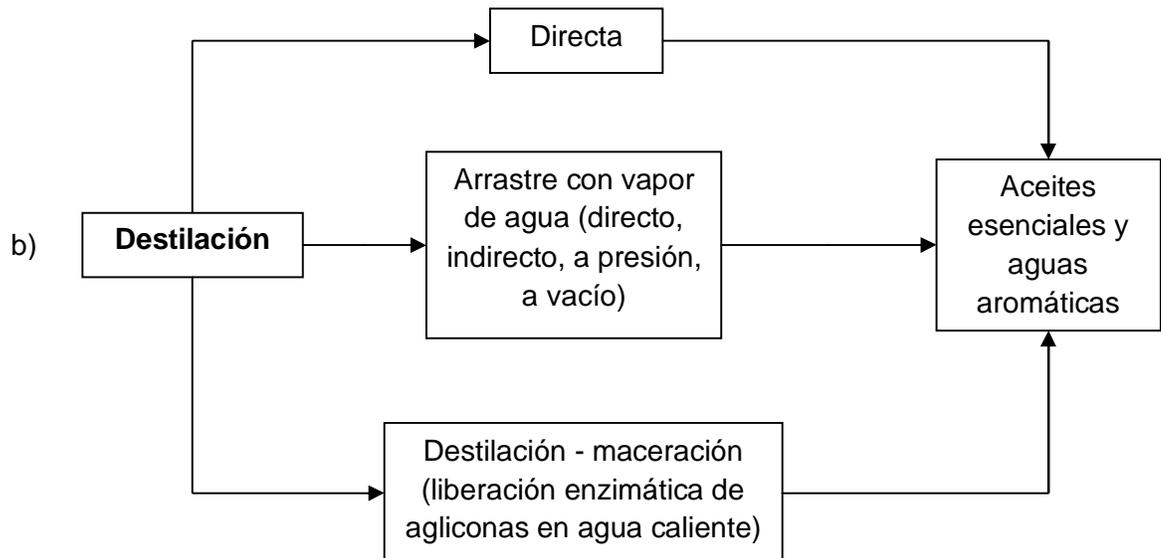
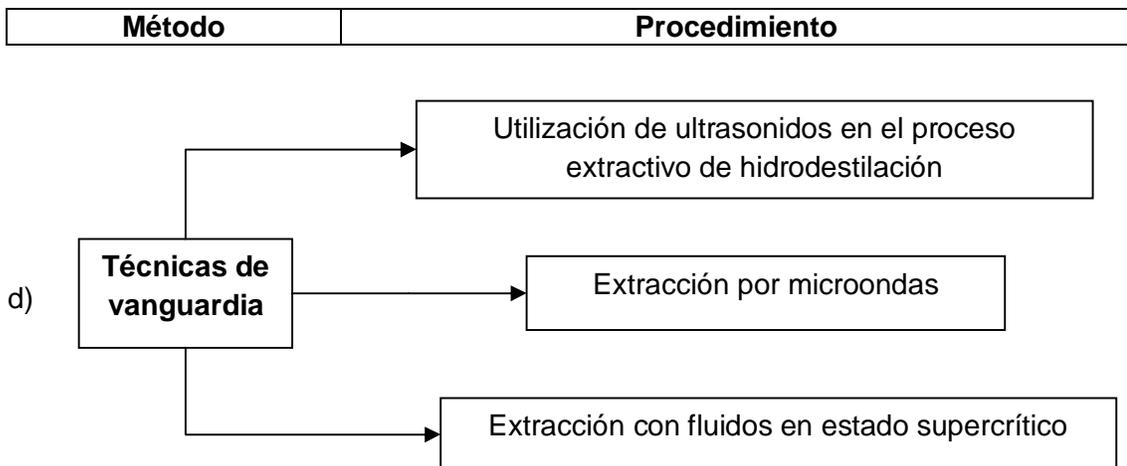
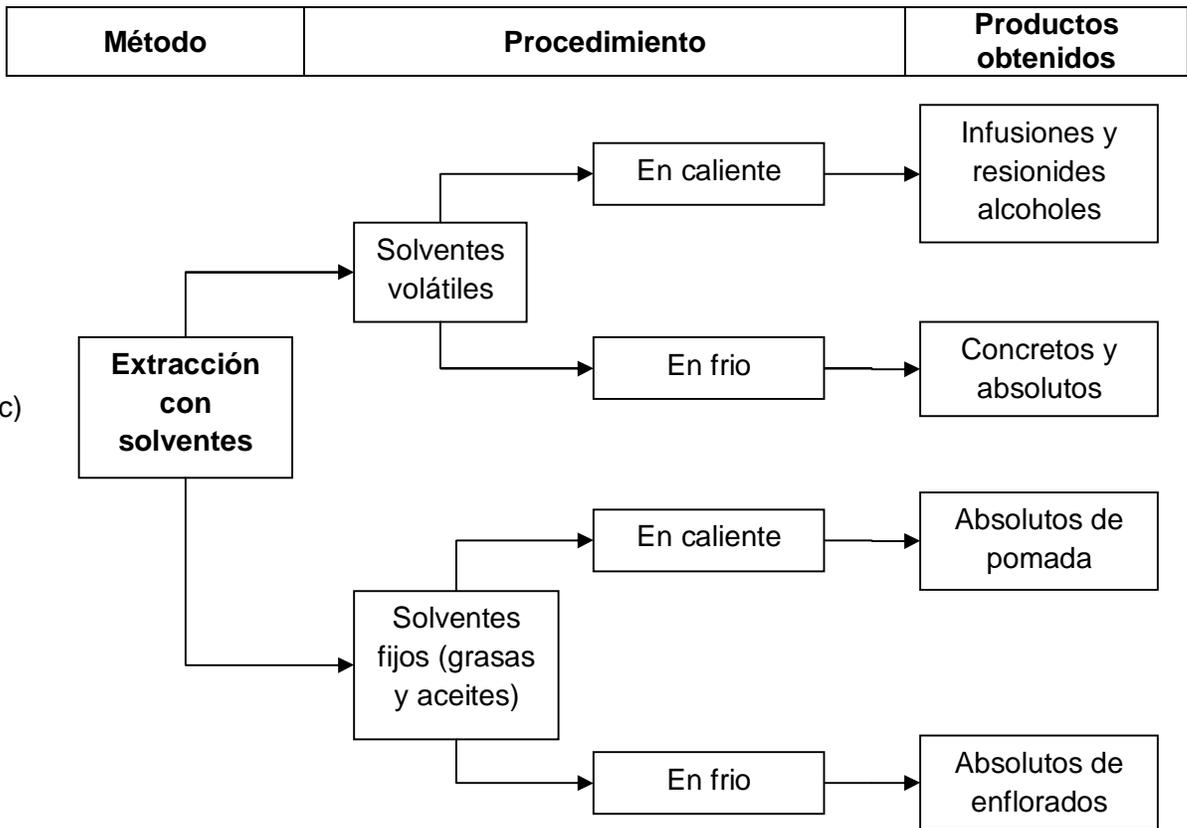


Figura 3. (Continuación)



Fuente: [1]

- **Hidrodestilación.** Se denomina hidrodestilación a la destilación de las flores u otras partes de la planta por medio de vapor de agua. En donde dicho vapor se encarga de arrastrar el aceite esencial presente en la parte sometida al proceso. Los aceites esenciales poseen un punto de ebullición superior al del agua, pero en la mezcla de aceite esencial más agua presenta un punto de ebullición inferior y por esto puede ser destilada. Al pasar por el condensador los vapores se enfrían, se condensan y se transforman en un líquido formado por dos fases inmiscibles:

Fase orgánica: Es la parte que contiene el aceite esencial.

Fase acuosa: La cual contiene cierta cantidad de esencia como es el caso del agua de rosas debido a que los aceites esenciales contienen una fracción de componentes solubles en el agua.

La separación de estas fases es posible gracias a la diferencias de densidades y a la inmiscibilidad debido a que la fase orgánica es la fase menos densa y flota sobre la fase acuosa, pero pueden existir excepciones [23].

- **Destilación por arrastre con vapor.** En la destilación por arrastre con vapor de agua, la muestra vegetal generalmente fresca y cortada en trozos pequeños, se coloca en un recipiente cerrado y sometida a una corriente de vapor de agua, la esencia así arrastrada es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa. Esta técnica es muy utilizada especialmente para esencias muy volátiles, por ejemplo las utilizadas para perfumería. Se utiliza a nivel industrial debido a su alto rendimiento, a la pureza del aceite obtenido y porque no requiere tecnología sofisticada [1].

La destilación por arrastre con vapor que se emplea para extraer la mayoría de los aceites esenciales es una destilación de mezcla de dos líquidos inmiscibles y consiste en una vaporización a temperaturas inferiores a las de ebullición de cada uno de los componentes volátiles por efecto de una corriente directa de vapor de agua, el cual ejerce la doble función de calentar la mezcla hasta su punto de ebullición y adicionar tensión de vapor a la de los componentes volátiles del aceite esencial; los vapores salientes de la cámara extractora se enfrían en un condensador donde regresan a la fase líquida, los dos productos inmiscibles, agua y aceite finalmente se separan en un dispositivo decantador o vaso florentino [1].

2.2.6 Productos. En un aceite esencial pueden encontrarse hidrocarburos alicíclicos y aromáticos, así como sus derivados oxigenados; Ej., alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres, etc., sustancias azufradas y nitrogenadas. Los compuestos más frecuentes derivan biológicamente del ácido mevalónico; se les cataloga como terpenos: monoterpenos (C10) y sesquiterpenos (C15) [21].

- **Monoterpenoides.** Estas sustancias constituyen una amplia familia de alcoholes, hidrocarburos, cetonas monoterpénicas, etc., los cuales son un grupo importante de compuestos presentes en los aceites esenciales obtenidos a partir de las raíces, hojas y tallos de varias plantas.

- **Sesquiterpenoides.** En los AE los sesquiterpenos son una fracción más pesada y menos volátil, que los monoterpenoides. Ellos se forman por la unión de tres unidades de isopreno. Estos compuestos son relativamente más “nuevos”, que los monoterpenos, pues sólo hasta finales del siglo XIX fueron descubiertos y sólo hasta 1920 se logró conocer más a fondo sobre su estructura. [22].

2.2.7 Subproductos. El residuo sólido obtenido al final de la extracción puede ser usado para compostaje o como abono orgánico, el agua residual de la extracción es no tóxica y se puede utilizar para agua de enfriamiento o para riego de plantas o cultivos.

2.2.8 Usos y aplicaciones. Los aceites esenciales son usados frecuentemente de forma indirecta como aditivos en perfumes, en productos de aseo personal, de aseo del hogar o de forma directa para inhibir la producción de mohos de alimentos con diferentes contaminantes y bacterias debido a su actividad antiaflatoxigénica, antifúngica, antioxidante así como por la capacidad de captar radicales libres [33].

2.2.9 Multicolinealidad. Es la presencia de varias variables independientes en un modelo de regresión múltiple que están estrechamente correlacionadas entre sí. La multicolinealidad puede causar resultados extraños al intentar estudiar qué tan bien las variables individuales independientes contribuyen a la comprensión de la variable dependiente. Cuando existe multicolinealidad en el modelo, se puede ver el error estándar muy alto y de bajo estadísticos t, los cambios inesperados en magnitudes o signos coeficiente, o los coeficientes no significativos a pesar de un alto R-cuadrado [39].

2.2.10 Linealidad. Indica que el valor esperado de la variable dependiente depende linealmente de las variables independientes, además el impacto esperado por un cambio unitario de cada una de las variables independientes, manteniendo las otras constantes, es siempre el mismo [33].

3. METODOLOGÍA

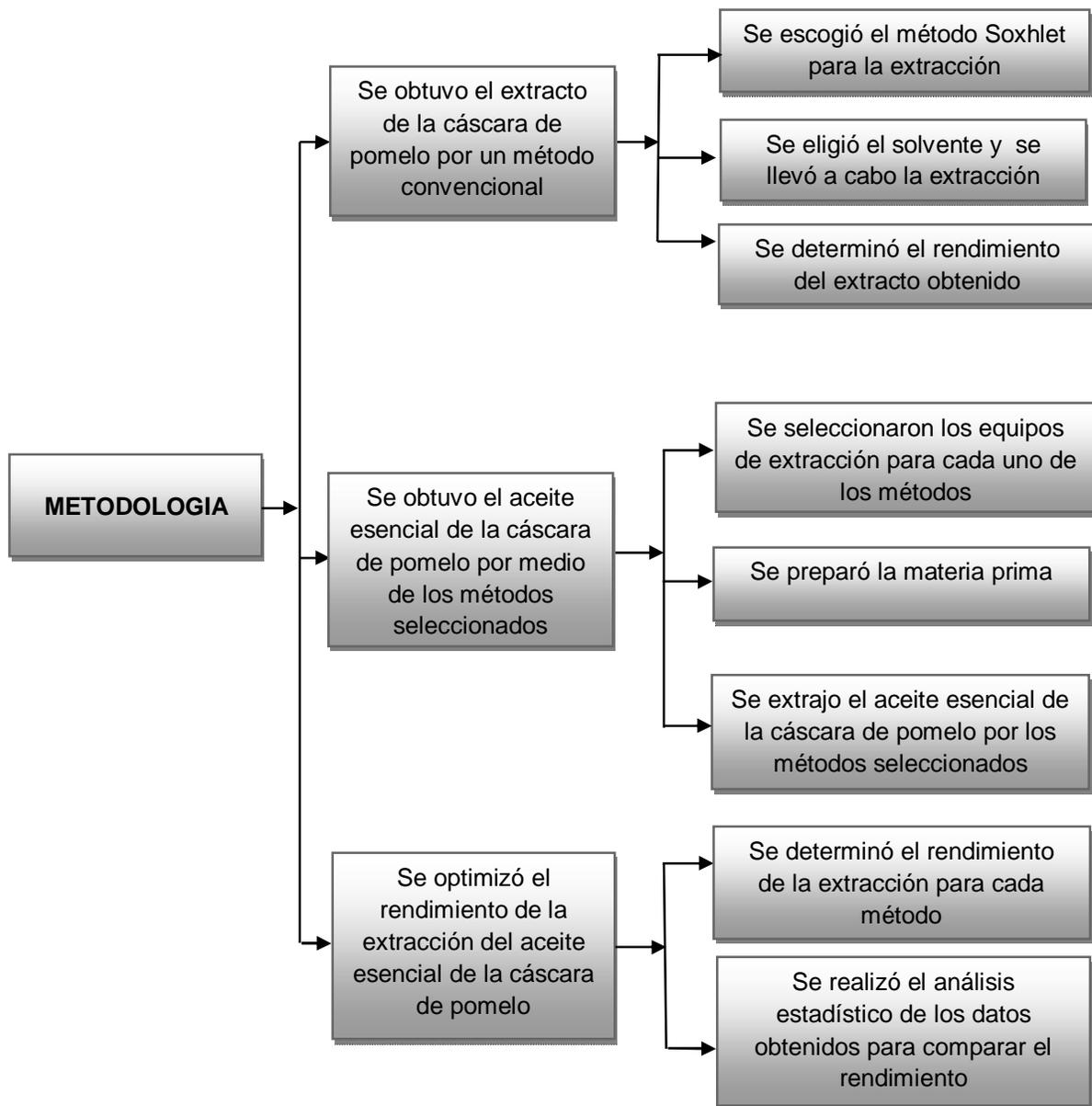
Se determinó el desempeño de la extracción de aceites esenciales a partir de la cáscara de pomelo utilizando dos procesos: Destilación por arrastre con vapor y el método de hidrodestilación. Para esto, se realizaron diferentes pruebas que permitieron comparar el desempeño obtenido para cada método definiendo las variables principales en el proceso de extracción.

3.1 TIPO DE INVESTIGACIÓN

Mediante la realización de investigación cualitativa experimental se determinaron los parámetros óptimos que permitieron comparar los métodos de hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor, de tal forma que se evaluó el rendimiento de la extracción de aceites a partir de cada método, utilizando como materia prima las cáscaras de pomelo. Analizando las variables: tamaño de partícula del lecho empacado y tiempo de extracción, debido a la significativa influencia que presentaron en la variación del rendimiento del aceite esencial obtenido.

Se realizó satisfactoriamente el estudio de los efectos de la extracción del aceite esencial de pomelo, desarrollando múltiples etapas que se cumplieron mediante las actividades propuestas en la Figura 2, lo cual permitió el desarrollo de los objetivos planteados.

Figura 4. Actividades de la metodología



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

3.2 TECNICAS DE RECOLECCIÓN DE INFORMACION

3.2.1 Fuentes de información primaria. Las fuentes primarias de éste proyecto fueron: los datos obtenidos de forma experimental, llevando a cabo las extracciones en los equipos para los métodos de hidrodestilación y destilación por arrastre de vapor del grupo de investigación de Química de los Productos Naturales de la Universidad de Córdoba, partiendo de la selección y preparación de la materia prima, la realización de extracciones preliminares con un método convencional; estableciendo las condiciones del proceso y finalmente las corridas en los extractores para cada método.

3.2.2 Fuentes de información secundaria. Las fuentes secundarias de éste proyecto fueron suministradas por el Investigador de la facultad de ingeniería profesor Luis Monroy Rodríguez; la Secretaria de Agricultura de Bolívar, mediante el ingeniero David Acuña y el doctor José Marrugo coordinador del grupo de Aguas, Química Aplicada y Ambiental de la Universidad de Córdoba. La información suministrada para la extracción del aceite esencial de pomelo (*Citrus maxima*), se hizo a través de artículos obtenidos de internet: Science Direct, Scielo, el estudio realizado para la extracción de aceite esencial de *Piper Aduncum* (cordoncillo) procedente de la zona cafetera (Universidad Nacional de Colombia - sede Manizales); La hidrodestilación de aceites esenciales: Modelado y caracterización (Universidad de Valladolid) y material suministrado por los ingenieros anteriormente mencionados.

3.3 POBLACION Y MUESTRA

3.3.1 Población. En éste proyecto se seleccionó como población, el pomelo (*Citrus maxima*) procedente de la región Caribe colombiana.

3.3.2 Muestra. La capacidad máxima del equipo a trabajar es de 3000 g y la capacidad mínima de trabajo es de 200 g, el tamaño de la muestra fue de 500 g de cáscara.

3.4 VARIABLES

Mediante la revisión de las publicaciones relacionadas con extracciones de aceite esencial a partir de materias primas afines con el pomelo, se encontraron las variables principales en el proceso de obtención del aceite esencial mediante los métodos planteados. Para esto, se clasificaron las variables predominantes en los estudios anteriores y se escogieron como las variables que afectan el rendimiento de los procesos de extracción, el tiempo de extracción y el tamaño de partícula de la materia prima. A partir de lo anterior se logró obtener la relación existente entre ellas, lo que permitió comparar los rendimientos de cada método de forma pertinente.

De esta forma las variables del proceso para cada método se definen así:

Tabla 7. Variables independientes involucradas en el proceso

Variables independientes	Definición	Unidades
Tiempo de extracción	El tiempo que tarda en obtenerse el aceite esencial de la cáscara de pomelo	Minutos (min)
Tamaño de partícula	El tamaño al cual se reduce las cáscaras para ser sometidas a la extracción por cada método	Centímetros (cm)

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

Tabla 8. Variables dependientes involucradas en el proceso

Variables dependientes	Definición	Unidades
Rendimiento de la extracción	Gramos de aceite obtenido por cada gramo de cáscara de pomelo	Porcentaje (%)

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

Tabla 9. Variables intervinientes involucradas en el proceso de destilación por arrastre con vapor

Variables intervinientes	Definición	Valor	Unidades
Presión	Presión de operación de la cámara extractora	1	Atmósferas (atm)
Temperatura	Temperatura de operación de la cámara extractora	110	Grados Celsius (°C)
Cantidad de agua en el calderin	Agua desionizada y esterilizada necesaria para el proceso	3	Litros (l)
Cantidad de materia prima	Gramos de pomelo picado necesarios para cargar el extractor	500	gramos (g)

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

Tabla 10. Variables intervinientes involucradas en el proceso de hidrodestilación

Variables intervinientes	Definición	Valor	Unidades
Presión	Presión de operación de la cámara extractora	1	Atmósferas (atm)
Temperatura	Temperatura de operación de la cámara extractora	110	Grados Celsius (°C)

Tabla 10. (Continuación)

Cantidad de agua en la cámara extractora.	Agua necesaria para el proceso desionizada y esterilizada	3	Litros (l)
Cantidad de materia prima	Gramos de pomelo picado necesarios para cargar el extractor	500	gramos (g)

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

3.5 DISEÑO DE EXPERIMENTO

La investigación se encaminó a determinar el comportamiento de la variable de respuesta, en éste caso el porcentaje de rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo, a partir de las interacciones y variaciones del tamaño de partícula y tiempo de extracción, que son variables limitantes y determinantes para cada uno de los procesos que se realizaron, lo cual se ha demostrado en estudios anteriores.

En éste trabajo se planteó un estudio comparativo, entre dos métodos convencionales: destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación. Para ello se realizaron dos diseños experimentales, en los cuales se variaron el tamaño de partícula y el tiempo de extracción, para cada método; con lo cual se encontraron los puntos óptimos para cada variable. Se eligió como variable de respuesta para

los dos procedimientos, el porcentaje de rendimiento de la extracción. Para esto se utilizó el método de factorial 2^k compuesto con puntos estrellas, sin réplica.

El número de corridas tomando 4 puntos centrales y 2 puntos estrellas fue de:

$$2^2 + 4 \text{ puntos centrales} + 2 \text{ puntos estrellas} = 10 \text{ experimentos}$$

Para cada método de extracción, dando un total de 20 experimentos. Los experimentos se realizaron sin réplica, debido a que el error experimental está dado por los puntos centrales.

3.6 OBTENCIÓN DEL EXTRACTO DE POMELO MEDIANTE UN MÉTODO CONVENCIONAL (SOXHLET)

Estas pruebas se realizaron en el Laboratorio de Ingeniería Química, de la Universidad de Cartagena – Sede de Piedra de Bolívar, utilizando equipos del Programa de Ingeniería Química, de Ingeniería de Alimentos y del Laboratorio de Física.

3.6.1 Preparación de la materia prima. 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 picaron las cortezas, en trozos de aproximadamente 0,2 cm por lado, cuidando que la superficie de contacto fuese uniforme y lo más pequeño posible para aumentar el contacto con el disolvente una vez este en el equipo. Luego se pesaron 20 g de material vegetal.

3.6.2 Preparación del solvente. La extracción se realizó con hexano, debido a que los datos en la literatura registran que este solvente es ideal para la realización de trabajos delicados en los que la identidad de los componentes puede resultar comprometida, por ser abundante, económico, porque la producción se da con las condiciones de pureza adecuadas, y los residuos en la extracción son pocos por el punto de ebullición que maneja que es altamente alejado del punto de ebullición de los aceites esenciales [28].

Las mezclas de etanol-agua, hexano o fracciones ligeras del petróleo o "éter de petróleo", a veces han sido añadidas a medida que han mejorado los procesos de separación. Sin embargo, estos son líquidos altamente inflamables y se debe tener cuidado con su uso [29]. El solvente seleccionado para realizar las extracciones fue hexano grado analítico con un 95% de pureza, éste posee un rango de ebullición entre 67-69 °C. La operación se llevó a cabo midiendo 100 ml de hexano y se dejó como margen de error 20 ml de exceso previniendo las pérdidas por evaporación.

3.6.3 Materiales para el montaje de Soxhlet. (Ver anexo A)

- Matraz de fondo plano de 250 ml.
- Cámara de extracción de aceite de diámetro 45/50.
- Condensador de diámetro 45/50.
- Plancha de calefacción Heidolph MR Hei standard.
- Soporte universal.
- 3 pinzas para soporte.
- 2 mangueras.
- 1 tapón.

3.6.4 Montaje.

- Se instaló la tubería de agua para el flujo que ingresa al sistema de refrigeración, a contracorriente.
- Se llenó el material vegetal (exocarpo) en la cámara de extracción, para lograr compactarlo.
- Luego, se llenó la cámara de extracción con el disolvente (hexano grado analítico), de tal forma que el disolvente atravesase el lecho y se deposite en el fondo del matraz.

3.6.5 Procedimiento para la extracción del aceite esencial de pomelo.

- Se realizó la conexión del flujo de agua, que ingresa y sale del condensador llenándolo por completo y que no presente ninguna burbuja de aire.
- Se empacó el lecho depositando el material vegetal preparado, en la cámara de extracción. Acomodando el lecho de tal forma que se compacte y se logre disminuir la porosidad, garantizando el contacto entre el solvente y la materia prima.
- Se colocó de forma vertical, el balón sobre la plancha calefactora y luego la cámara de extracción sobre el balón.
- Se llenó la cámara de extracción con el disolvente alimentándolo en exceso, de tal forma que se logro llevar a cabo la primera extracción del proceso. Por esto el nivel del solvente dentro de la cámara de extracción superó el nivel del lecho y cayó por el tubo sifón, el cual trasladó al solvente al matraz. Se trabajó con una relación disolvente/material de 6:1, es decir, se trabajó con 120 ml de disolvente y 20 g de exocarpo.

- Se colocó el condensador encima de la cámara de extracción. Se abrió el flujo de agua para mantener el sistema refrigerado, asegurando la condensación del hexano.
- La estufa se energizó y se encendió aumentando la temperatura gradualmente hasta alcanzar los 212 °C aproximadamente garantizando la ebullición del disolvente garantizando el contacto del vapor con el lecho.
- El proceso se llevó a cabo durante 170 minutos en los cuales se determinaron las etapas de forma experimental, contabilizando cada vez que el disolvente pasaba por el sifón y descendía por el mismo hacia el matraz.

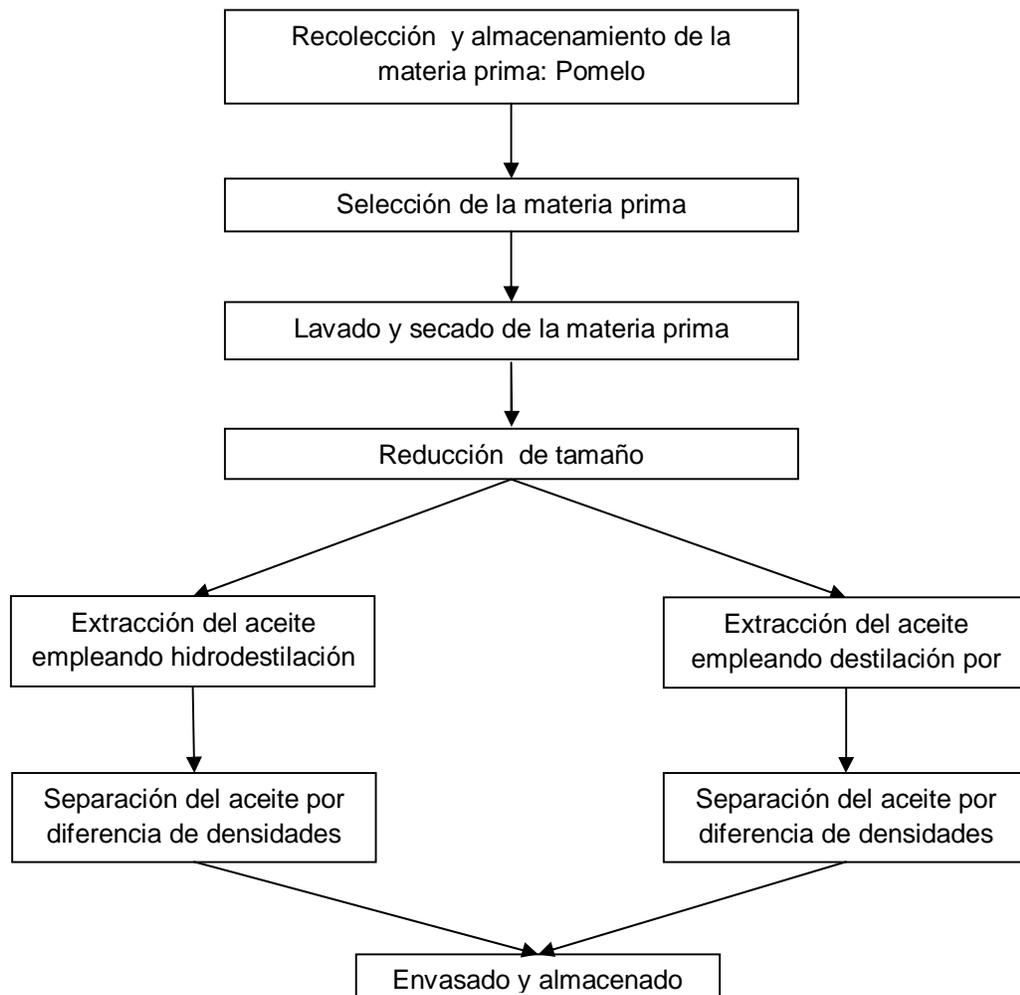
3.6.6 Recuperación de disolvente (Hexano).

- Para la recuperación del hexano, se retiró el lecho de cáscaras de pomelo (*Citrus maxima*) de la cámara de extracción.
- Luego, se tomó, el disolvente junto con el aceite obtenido después de la última sifonada, se realizó el montaje con la cámara de extracción vacía y el matraz con la mezcla.
- La mezcla se sometió a calentamiento alcanzando una temperatura de 212 °C por 57 minutos hasta lograr que el aceite se evapore casi en su totalidad logrando obtener como residuo en el matraz el aceite con trazas de disolvente. Y en la cámara de extracción queda contenido el solvente recuperado.
- El solvente fué vertido en un recipiente que se esterilizó previamente y se almacenó para otros usos.

3.7 OBTENCIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE POMELO MEDIANTE LOS MÉTODOS PROPUESTOS (DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR E HIDRODESTILACIÓN)

En la figura 5 se representa el procedimiento general, de la extracción de aceites esenciales, mediante los métodos seleccionados para la realización del presente estudio, en el cual se contempla las etapas que se deben seguir para llevar a cabo la obtención del aceite esencial libre de humedad y otros contaminantes.

Figura 5. Diagrama de bloques preliminar del proceso



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

3.7.1 Selección del equipo. Las extracciones se realizaron en el equipo de extracción de aceites esenciales del grupo de investigación de productos naturales de la Universidad de Córdoba con sede en Montería. El cual ofrece la posibilidad de realizar las extracciones por los métodos de destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación.

Figura 6. Equipo de hidrodestilación/ Destilación por arrastre con vapor (Universidad de Córdoba – Montería)



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

3.7.2 Preparación de la materia prima.

- Se seleccionó el material vegetal, teniendo en cuenta el aspecto de la corteza, es decir pomelos que se observaron libres del ataque de microorganismos, con un estado de maduración adecuada y buen aspecto externo, puesto que la calidad del aceite esencial está ligada con la calidad de la cáscara. Por lo que se adquirió la variedad y cantidad necesaria.

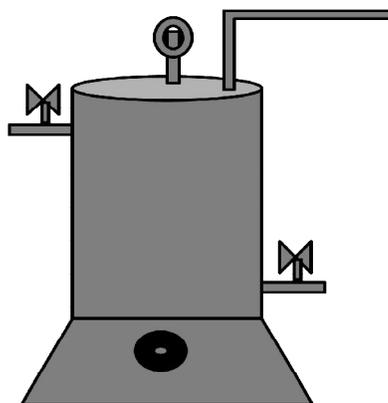
- Se realizó el lavado con agua y jabón de cada lote de pomelos seleccionados, en recipientes previamente desinfectados, luego se les retiró el exceso de humedad con un paño limpio y seco.
- Se sometieron los pomelos a un proceso de despulpado de forma manual teniendo en cuenta no hacer demasiada presión sobre las cortezas del material, evitando el deterioro de las mismas. Al tener las cáscaras libres; las pulpas se refrigeraron conservándolas para su uso en otros procesos y las cortezas se almacenaron para dar inicio al proceso de raspado.
- Las cáscaras estaban compuestas por dos partes; el exocarpio y el mesocarpio, este último se retiró en su totalidad logrando despejar las cavidades oleosas de la corteza del pomelo, donde está contenido el aceite, evitando romperlas. De esta forma se retiró el exceso de mesocarpio raspándolo con navajas y cuchillos, obteniendo así láminas delgadas de exocarpio.
- El proceso de cortado se debe realizar dependiendo de la distribución de los tamaños correspondientes al diseño experimental planteado. De tal forma que se sometieron las laminas resultantes a cortes entre 0,6 a 3,4 cm medidos de forma aproximada. Estos cortes se realizaron para completar muestras de 1000 gramos para cada tamaño, cantidad necesaria para la realización de cada experimento para cada uno de los métodos, el proceso se realizó hasta completar 10000 gramos de materia prima para la realización de los experimentos.
- Cada 500 gramos de material se empacó en bolsas ziploc y se etiquetaron con la cantidad y el tamaño. Finalmente se llevaron a enfriamiento, para poder conservarlos.
- Las muestras se prepararon obedeciendo al diseño experimental planteado es decir para un rango de tamaños entre 0,6 a 3,4 cm y para tiempos comprendidos entre 23 a 66 minutos, la selección de tamaños y tiempos fue apoyada por la bibliografía consultada [32, 12, 23].

3.7.3 Extracción del aceite esencial mediante destilación por arrastre de vapor.

- **Descripción del equipo de extracción de aceites esenciales.** La extracción se realizó en un montaje a escala de laboratorio constituido por: el generador de vapor, la cámara de extracción, el condensador y el separador de aceite (Ver ANEXO B).

El generador de vapor: es un calderín en acero inoxidable con una capacidad máxima de 6L, además cuenta con una válvula para llenado de agua y un linimetro para lograr verificar el nivel del contenedor, posee dos salidas; una para el vapor que se alimenta a la cámara de extracción y la otra es una válvula de seguridad para liberar vapor en caso de sobrepresión. El flujo de vapor se controla a través de tres niveles de calentamiento regulados por medio de un botón de encendido en alto, medio o bajo. El vapor de arrastre alcanza una temperatura entre un rango de 100 a 110°C.

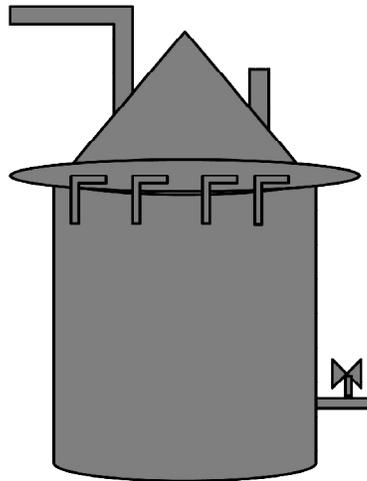
Figura 7. Generador de vapor para destilación por arrastre con vapor



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

La cámara de extracción: es un alambique elaborado en acero inoxidable con una capacidad máxima de 3 Kg de muestra, dispone de una entrada para el vapor proveniente del generador ubicada en a la parte inferior y dos salidas laterales; una para conectar el condensador y la otra es una válvula de seguridad para operar en forma segura. Cuenta con una malla interna removible para facilitar la distribución del vapor a través del material.

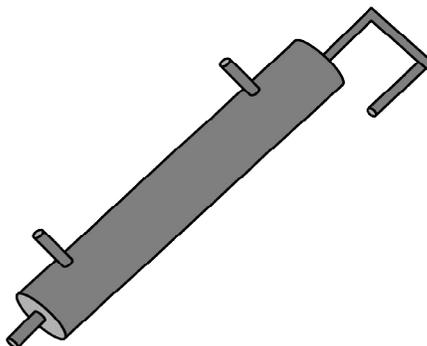
Figura 8. Cámara de extracción para destilación por arrastre con vapor



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

El condensador: es un doble tubo liso y recto en acero inoxidable de 89 cm de longitud, incluyendo las entradas y las salidas el cual trabaja a contracorriente. Presenta dos entradas una para acoplarlo a la salida de la cámara de extracción y la otra para la entrada de agua de enfriamiento así mismo posee dos salidas una para conectar el recolector de aceite y la otra para el agua de enfriamiento.

Figura 9. Condensador para destilación por arrastre con vapor



Fuente: Elaborada en al presente investigación.

El recolector de aceite consta de un tubo de 70 cm, sumergido en otro tubo de mayor diámetro en vidrio, lleno de agua destilada que se conecta al condensador. El cual permite la separación de aceite.

Figura 10. Recolector de aceite esencial para destilación por arrastre con vapor



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

- Procedimiento utilizado para la extracción del aceite esencial.

- Se energizó el generador de vapor, luego se encendió en el nivel bajo media hora antes de empezar el experimento con lo cual se logro mantener el equilibrio de la temperatura para cada operación.
- Los 500 gramos del material picado se depositaron en la cámara de extracción sobre la malla que se encuentra dentro del equipo, con la cual se evitó el deterioro del material por quemaduras.
- Posteriormente se selló el equipo, evitando el escape de la mezcla de vapor con aceite esencial arrastrado.
- Se conectó el condensador a la salida de la cámara de extracción.
- Luego se conecto el recolector de aceite al condensador.
- Se procedió a subir el nivel del generador al nivel medio y luego se contabilizó el tiempo, una vez se observaron las gotas de condensado de forma continua.
- El condensado se recolectó en la parte superior del tubo interno, de tal forma que se logró apreciar la capa de aceite separada del agua.

Al finalizar el tiempo para cada experimento se apagó el generador de vapor y se espero que finalizara el goteo del condensador, logrando finalmente obtener el aceite contenido en el tubo, a través de una micropipeta, el aceite se seco con sulfato de sodio anhidro, se filtró, se almacenó en un vial de color ámbar (previamente pesado) y fue llevado a 4°C para su mayor conservación.

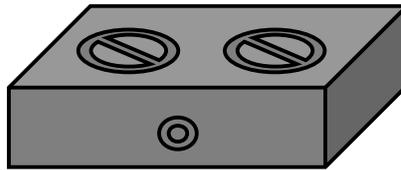
3.7.4 Extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación.

- Descripción del equipo de extracción de aceites (Ver ANEXO B).

El montaje usado para la extracción del aceite esencial fue realizado, utilizando:

Estufa HACEB 120V: posee dos resistencias con tres niveles de calentamiento, bajo medio y alto.

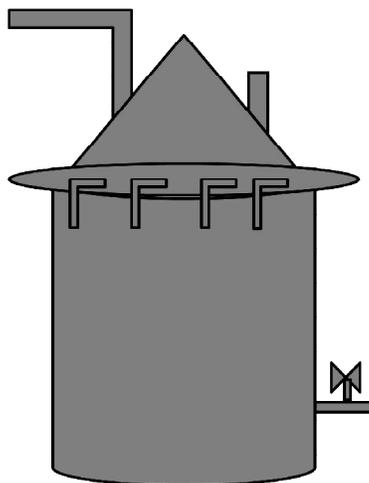
Figura 11. Fuente de calentamiento para hidrodestilación



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

La cámara de extracción: es un recipiente a presión de acero inoxidable con capacidad de 3 kg, con dos salidas; una para el condensador y la otra para la válvula de seguridad.

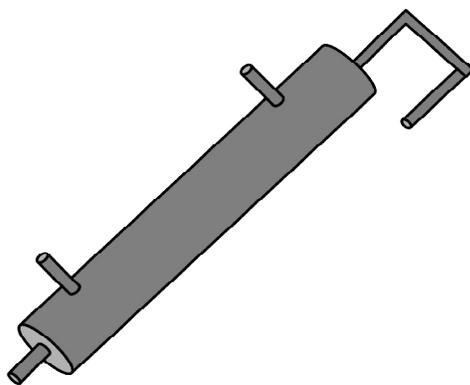
Figura 12. Cámara de extracción para hidrodestilación



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

El condensador: es un doble tubo recto y liso en acero inoxidable, con dos entradas una para el vapor que contiene el aceite esencial y la correspondiente al agua de enfriamiento y dos salidas, una para el agua de enfriamiento que se dirige al desagüe y la otra al recipiente recolector de aceite esencial.

Figura 13. Condensador para hidrodestilación



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

El recolector de aceite: consta de un tubo de 70 cm, sumergido en otro tubo de mayor diámetro en vidrio.

Figura 14. Recolector de aceite esencial para hidrodestilación



Fuente: Elaborada en la presente investigación.

- **Procedimiento utilizado para la extracción del aceite esencial.**
 - Los 500 gramos de cáscara de pomelo fueron cargados directamente en la cámara de extracción.
 - Se midieron 3 litros de agua destilada y se adicionaron en la cámara de extracción, de tal forma que quedó totalmente sumergida la materia prima. Con esta cantidad se garantizó compensar las pérdidas producidas por el vapor que se condensa evitando el deterioro del material vegetal.
 - Se procedió a sellar la cámara de extracción colocándole el empaque para evitar escapes de vapor con aceite esencial arrastrado.
 - Se verificaron las conexiones de entrada y salida del condensador y se ensambló a la cámara de extracción.
 - Finalmente se conectó el recolector de aceite.

- Se encendió la estufa en el nivel alto, el equipo se calentó hasta que alcanzó una temperatura entre los 100 a 110°C, se verificó que la entrada del condensador estuviese caliente y se aumento el flujo de agua. Garantizando la condensación evitando pérdidas de agua.
- Cuando se obtuvieron las primeras gotas de condensado se contabilizó el tiempo.

Al finalizar el tiempo para cada experimento se apagó el generador de vapor y se esperó que finalizara el goteo del condensador, logrando finalmente obtener el aceite contenido en el tubo, a través de una micropipeta, el aceite se secó con sulfato de sodio anhidro, se filtró, se almacenó en un vial de color ámbar (previamente pesado) y fue llevado a 4°C para su mayor conservación.

3.7.5 Determinación del rendimiento de la extracción. El rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo se obtuvo por medio de la ecuación:

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

%R= Porcentaje de rendimiento de la extracción

P_p = Peso de producto (g)

P_m = Peso de materia prima (g)

3.7.6 Optimización del rendimiento del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*). El análisis y la optimización de los datos del rendimiento de la extracción, se realizó, para cada uno de los métodos seleccionados, mediante el software *Statgraphics Centurion XV*.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 OBTENCIÓN DEL EXTRACTO DE LA CÁSCARA DE POMELO, MEDIANTE UN MÉTODO CONVENCIONAL (SOXHLET) (Ver ANEXO C.1)

Para confirmar la hipótesis de presencia de aceite esencial en la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*), se procedió a realizar una extracción con un método convencional que para éste estudio fue el método Soxhlet.

Tabla 11. Propiedades físicas del extracto

Nombre	Valor
Peso del extracto (aceite + disolvente)	1,279 g
Volumen de extracto	1,68 ml
Densidad del extracto	0,761 g/ml
Rendimiento de la extracción	6,323 %

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

En la Tabla 11, se observa las propiedades físicas que se obtuvo del aceite extraído, cuya densidad es más baja que la del agua, esto debido a la presencia de disolvente (hexano) y presentó un rendimiento apreciable.

4.2 Análisis estadístico del rendimiento en la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo mediante destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación.

Estos cálculos se realizaron apoyados del paquete estadístico *Statgraphics Centurion XV* utilizando una optimización estadística a partir de una superficie de respuesta. Este diseño experimental se realizó con aleatorización de los ensayos para evitar sesgos de selección (distorsión en el análisis estadístico).

4.2.1 Destilación por arrastre con vapor de agua. La matriz del diseño experimental con los resultados para la variable de respuesta evaluada para el método de destilación por arrastre con vapor se presenta en la Tabla 12.

Tabla 12. Rendimiento de la extracción del aceite esencial de pomelo (*C. maxima*) mediante destilación por arrastre con vapor de agua

Experimento	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo de extracción (min)	Rendimiento (%)
1	1,0	30,0	0,1408
2	3,0	30,0	0,0745
3	3,0	60,0	0,1063
4	3,4	45,0	0,0579
5	0,6	45,0	0,1153
6	1,0	60,0	0,1819
7	2,0	45,0	0,0613
8	2,0	23,8	0,0622
9	2,0	45,0	0,1049
10	2,0	66,0	0,0645

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

Tabla 13. Efectos estimados para Rendimiento^{7,0}*

Efecto	Estimado	V.I.F.
promedio	7,152E-8	
A:Tamaño	-1,975E-6	1,000
B:Tiempo	1,408E-6	1,000
AA	1,011E-6	1,225
AB	-2,680E-6	1,000
BB	8,790E-7	1,225

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

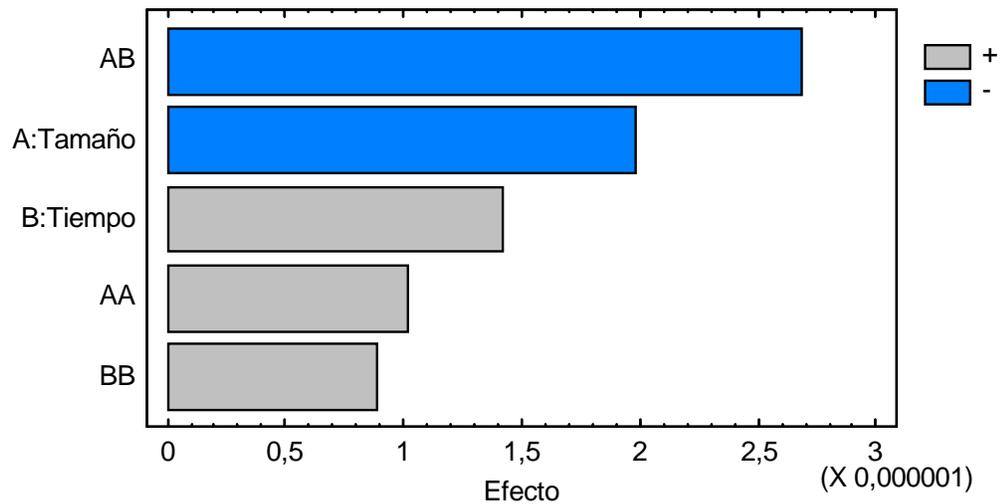
*modelo ajustado exponente a la 7.

Los errores estándar están basados en el error total con cuatro grados de libertad. Para éste modelo de ajuste se obtuvo, para todos los efectos que el error estándar es igual a cero.

La Tabla 13. Muestra las estimaciones para cada uno de los efectos y las interacciones. También se detalla el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo y el factor de inflación de varianza (V.I.F.), siendo éste último la manera más sencilla y directa de diagnosticar la multicolinealidad y linealidad, requisitos que deben cumplirse para que la regresión sea independiente y así lograr medir el deterioro producido por la falta de independencia.

Si las variables explicativas no son redundantes, entonces el VIF es igual a la unidad. Valores del VIF mayores que 4 sugieren la existencia de multicolinealidad y valores mayores a 10 indican la existencia de multicolinealidad grave [30].

Figura 15. Diagrama de Pareto para Rendimiento^{7,0*}



Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 7.

El diagrama de Pareto mostrado en la Figura 15. Es una representación grafica del análisis de varianza donde igualmente se observan los factores más influyentes, en su respectivo orden sobre el proceso de extracción del aceite esencial mediante arrastre con vapor de agua.

Los efectos de color azul (-) son inversamente proporcionales a la variable de respuesta (% Rendimiento), mientras que los de color gris (+) son efectos directamente proporcionales a la variable de respuesta. Del diagrama se observa que los factores más influyentes sobre el proceso son, en su orden, las interacciones de tamaño – tiempo, tamaño, tiempo. Esto indica que un cambio en la interacción de tamaño – tiempo tendrá un efecto más relevante que cualquier otro cambio de otra variable, por lo tanto la interacción tamaño-tiempo es la de mayor importancia en el control del proceso.

El comportamiento que se muestra en la Figura 15, se da por la incidencia que tiene el tamaño y el tiempo en los procesos de destilación, debido a la difusión del vapor de agua en el lecho del material utilizado. El tiempo de residencia es un factor importante para favorecer un mayor contacto entre el vapor y las cavidades oleosas del material vegetal facilitando así el arrastre de este aceite con el vapor de agua.

Por lo que el diagrama de Pareto permite determinar que el efecto principal del proceso es aquel que se obtiene de la relación tamaño-tiempo por lo que se ha demostrado que el proceso de extracción requiere el tiempo necesario para que se lleven a cabo los fenómenos de exudación vaporización instantánea y el de difusión del aceite al exterior del equipo. Lo cual dependerá del corte que se haga al material y el tiempo de exposición a la corriente de vapor.

Tabla 14. Análisis de Varianza para Rendimiento^{7,0}*

Fuente	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrado Medio
A:Tamaño	7,801E-12	1	7,801E-12
B:Tiempo	3,968E-12	1	3,968E-12
AA	1,169E-12	1	1,169E-12
AB	7,160E-12	1	7,160E-12
BB	8,830E-13	1	8,830E-13
Error total	0,0	4	0,0
Total (corr.)	3,788E-11	9	-

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 7

R-cuadrada = 100,0 porciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 100,0 porciento

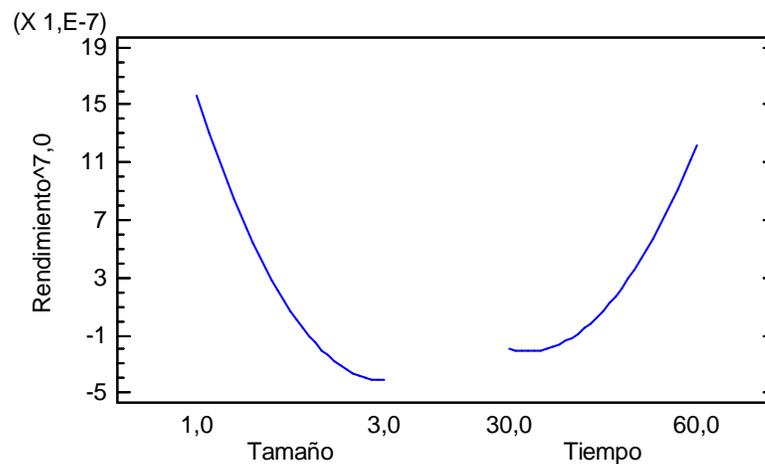
Error estándar del est. = 0,0

Error absoluto medio = 9,737E-7

El ANOVA (Tabla 14) particiona la variabilidad de Rendimiento^{7,0} en piezas separadas para cada uno de los efectos. Entonces prueba la significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental.

El parámetro estadístico R-Cuadrado indica que el modelo, así ajustado, explica 100,0% de la variabilidad en Rendimiento^{7,0}. El parámetro estadístico R-cuadrado ajustado, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 100,0%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,0. El error medio absoluto (MAE) de 9,737E-7 es el valor promedio de los residuos.

Figura 16. Grafica de efectos principales para Rendimiento^{7,0}*



Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 7

El efecto particular de cada una de las variables de entrada sobre la variable de respuesta se observa con mayor claridad en la Figura 16. Las representaciones de los efectos del tamaño y tiempo presentan pendientes que explican la gran significancia de estos para el proceso y la sensibilidad

de la variable de respuesta a estos factores tal como se observó en el diagrama de Pareto (Figura 15).

El tamaño es la variable que presenta menor pendiente; esto indica que un pequeño cambio en el valor representa un gran aumento o disminución en la obtención del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*C. maxima*). El efecto del tiempo también presenta una pendiente significativa, pero menos pronunciada que la pendiente del tamaño, por lo tanto es de menor importancia.

Se observa que para cortos periodos de tiempo el comportamiento del rendimiento presenta una tendencia lineal, al igual que se evidencia en la relación tamaño rendimiento. Se aprecia que para variaciones pequeñas de tamaño el rendimiento igual adquiere un comportamiento lineal.

Los efectos principales están determinados por los fenómenos de transferencia de masa que rigen los procesos de extracción del aceite esencial, ya que al reducir el tamaño de partícula favorece la exposición de las tricomas del material vegetal de presentándose los fenómenos de forma inmediata sin necesidad de romper las barreras que impiden que estos se den. En esta operación se presentan los procesos de vaporización instantánea del aceite esencial, la exudación y el proceso de difusión desde el seno del aceite hasta el vapor.

El transporte del aceite a la parte superficial del material vegetal, es el fenómeno que se conoce como exudación, luego se presenta una evaporación del aceite en la interfase de la película, formada en la superficie del material vegetal y el vapor circundante, lo cual se conoce como vaporización instantánea, de igual forma el aceite vaporizado se transfiere del seno de la corriente de vapor al exterior del equipo, fenómeno que se lleva a cabo debido a la convección que ejerce el vapor sobre el lecho [4].

Tabla 15. Coeficiente de regresión para Rendimiento^{7,0}*

Coeficiente	Estimado
Constante	-2,115E-6
A:Tamaño	1,003E-6
B:Tiempo	4,954E-8
AA	5,056E-7
AB	-8,919E-8
BB	1,953E-9

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 7

La Tabla 15, presenta los valores de los parámetros con el modelo ajustado.

La ecuación del modelo ajustado es:

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

Donde:

Z= Rendimiento

X=Tamaño

Y=Tiempo

Se eligió este modelo para ajustar los datos del proceso debido a la poca desviación que presenta respecto a los resultados obtenidos. Lo cual está de acuerdo con el coeficiente de correlación que fue de 1. Al elegir éste modelo se buscó que los datos experimentales se ajustaran lo mejor posible de tal forma que se lograra la obtención de las condiciones óptimas del proceso. Debido a que con el modelo de primer orden no se observó un ajuste adecuado, fue necesario adicionar más parámetros; los cuales minimizaron las desviaciones y favorecieron un ajuste adecuado de los datos.

Los valores de las variables están especificados en sus unidades originales.

Tabla 16. Resultados Estimados para Rendimiento^{7,0}*

	Observados	Ajustados	Inferior 95,0%	Superior 95,0%
Fila	Valores	Valores	para Media	para Media
1	1,097E-6	-3,794E-8	-3,794E-8	-3,794E-8
2	1,274E-8	6,628E-7	6,628E-7	6,628E-7
3	1,534E-7	-6,044E-7	-6,044E-7	-6,044E-7
4	2,181E-9	-3,136E-7	-3,136E-7	-3,136E-7
5	2,708E-7	2,480E-6	2,480E-6	2,480E-6
6	6,589E-6	4,046E-6	4,046E-6	4,046E-6
7	3,252E-9	7,151E-8	7,151E-8	7,151E-8
8	3,602E-9	-4,550E-8	-4,550E-8	-4,550E-8
9	1,398E-7	7,151E-8	7,151E-8	7,151E-8
10	4,644E-9	1,946E-6	1,946E-6	1,946E-6

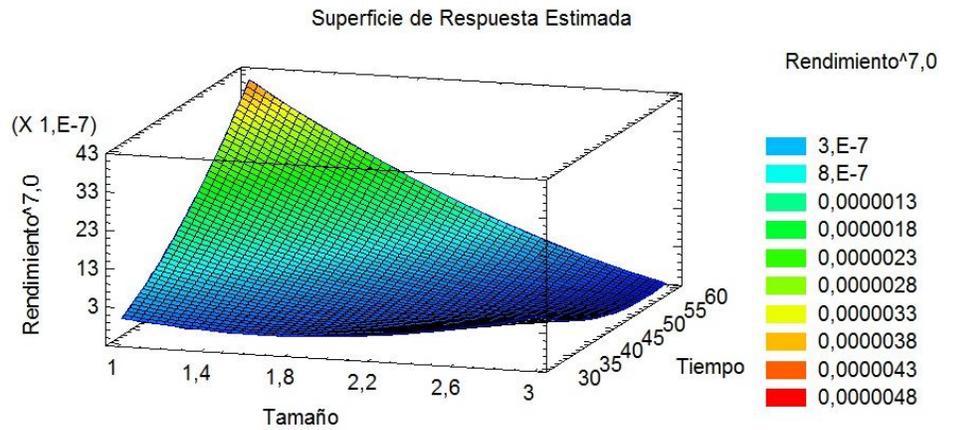
Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 7

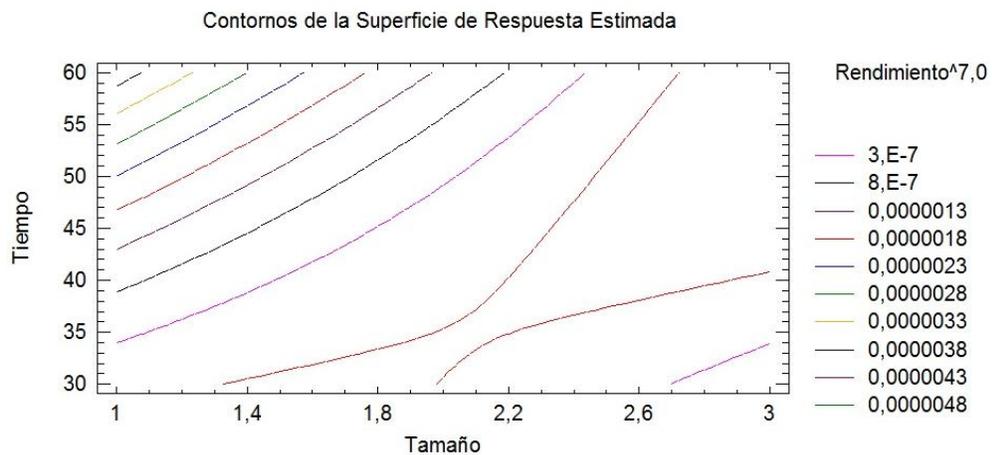
Esta tabla contiene información acerca de los valores de Rendimiento^{7,0} generados usando el modelo ajustado.

- (1) Los valores observados de Rendimiento^{7,0}.
- (2) El valor predicho de Rendimiento^{7,0} usando el modelo ajustado.
- (3) Intervalos de confianza del 95,0% para la respuesta media.

Figura 17. Superficie de respuesta estimada de Rendimiento^{7,0}*. (a) gráfica 3-D, (b) curvas de contorno



(a)



(b)

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 7.

En la Figura 17. Se muestra gráficamente la superficie de respuesta obtenida por el modelo ajustado. En esta se encuentran representadas las variables de entrada: Tamaño (eje x), y Tiempo (eje y) vs la variable de respuesta: Rendimiento de la extracción (eje z).

En la superficie de respuesta se aprecian diferentes contornos que muestran el aumento del rendimiento de la extracción desde la zona azul a la zona amarilla e indican la forma en que éste modelo responde a las variaciones de las variables de entrada. Se observa una superficie semi-plana, curvada en ascenso en las intercesiones de tamaño vs tiempo, sin formas complejas. El óptimo se representa por el punto máximo de la superficie.

En la figura 17, la reducción del tamaño del material vegetal favorece que el vapor de agua arrastre el aceite esencial ya que las células que lo contienen están expuestas debido a los cortes. En este método de obtención de aceites esenciales se presentan tres fenómenos de difusión que rigen la transferencia de masa: la exudación (o excreción) del aceite esencial desde el interior de los tricomas glandulares, a través de su cutícula, a la película superficial del material vegetal.

La vaporización instantánea del aceite esencial en la interfase de la película, formada en la superficie del material vegetal y el vapor circundante.

La difusión del aceite vaporizado al seno de la corriente del vapor circundante, debido a la convección que ejerce el vapor en el lecho, para transportarlo al exterior del equipo [4].

Estos efectos se ven influenciados de forma positiva al reducir el tamaño de partícula y aumentar el tiempo de extracción. Debido a que al aumentar el tiempo de extracción incrementa la exposición de las cavidades oleosas a la corriente de vapor, de tal forma que para tamaños pequeños las células contenedoras del aceite, quedan al descubierto logrando aumentar la superficie de contacto y el vapor de arrastre penetra a la matriz herbácea,

de esta forma por efectos de la temperatura del vapor, las células de las cáscaras se inflan hasta romperse favoreciendo la liberación del aceite. Además de esto al efectuar la operación para tiempos mayores el vapor podrá romper mayor cantidad de células y los fenómenos difusivos ocurrirán repetidamente, favoreciendo el desgaste de las cavidades del material logrando mejores rendimientos.

Tabla 17. Optimización del proceso de destilación por arrastre con vapor

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tamaño (cm)	0,586	3,414	0,586
Tiempo (min)	23,786	66,213	66,213
Rendimiento (%)	-	-	1,836

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

Mediante el modelo se optimizó la variable de respuesta, para este caso, maximizando el porcentaje de Rendimiento^{7,0}. La Tabla 17 muestra la combinación de los niveles de los factores.

Los valores óptimos para la variable de respuesta se hallan dentro del rango determinado previamente para el diseño de experimentos, sin embargo, todos esta ubicados en los extremos de cada variable de entrada (Tamaño y Tiempo).

4.2.2 Hidrodestilación. La matriz del diseño experimental con los resultados para la variable de respuesta evaluada para el método de hidrodestilación se presenta en la Tabla 18.

Tabla 18. Rendimiento de la extracción del aceite esencial de pomelo (*C. maxima*) mediante hidrodestilación

Experimento	Tamaño de partícula	Tiempo de extracción	Rendimiento (%)
1	1,0	30,0	0,0099
2	3,0	30,0	0,0108
3	3,0	60,0	0,0200
4	3,4	45,0	0,0000
5	0,6	45,0	0,0259
6	1,0	60,0	0,0124
7	2,0	45,0	0,0251
8	2,0	23,8	0,0048
9	2,0	45,0	0,0372
10	2,0	66,0	0,0258

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

Tabla 19. Efectos estimados para Rendimiento^{4,0}*

Efecto	Estimado	V.I.F.
Promedio	1,156E-6	
A:Tamaño	-1,240E-7	1,0
B:Tiempo	1,966E-7	1,0
AA	-1,016E-6	1,225
AB	6,618E-8	1,0
BB	-1,020E-6	1,225

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

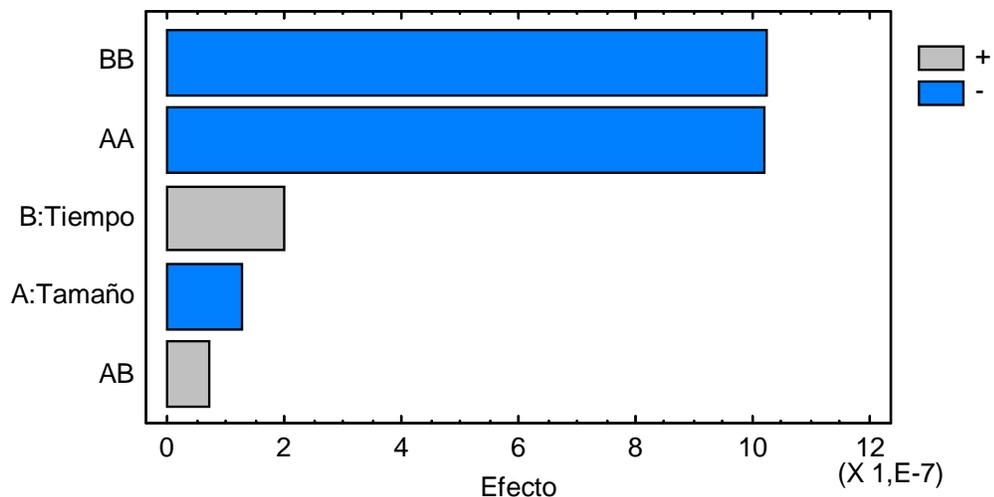
*modelo ajustado exponente a la 4.

Los errores estándar están basados en el error total con 4 grados de libertad. Para éste modelo de ajuste se obtuvo, para todos los efectos que el error estándar es igual a cero.

En la Tabla 19, se aprecian los estimativos para cada uno de los efectos y sus interacciones. También se detalla el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Además se percibe que el factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1,225. El factor de inflación de varianza es la manera más sencilla y directa de diagnosticar la multicolinealidad y linealidad, que son los requisitos que deben cumplirse para que la regresión sea independiente y medir el deterioro producido por la falta de independencia.

Si las variables explicativas no son redundantes, entonces el VIF es igual a la unidad. Valores del VIF mayores que 4 sugieren la existencia de multicolinealidad y valores mayores a 10 indican la existencia de multicolinealidad grave [37].

Figura 18. Diagrama de Pareto para Rendimiento^{4,0}*



Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 4.

El diagrama de Pareto mostrado en la Figura 19, es una representación grafica del análisis de varianza donde igualmente se observan los factores más influyentes, en su respectivo orden sobre el proceso de extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación. Los efectos de color azul (-) son inversamente proporcionales a la variable de respuesta (% Rendimiento), mientras que los de color gris (+) son efectos directamente proporcionales a la variable de respuesta.

Algunos autores indican que las interacciones dobles no se deben tener en cuenta en el diagrama de Pareto, debido a que no presentan una clara explicación física, por lo tanto, los factores más influyentes sobre el proceso son, en su orden, el tiempo y el tamaño. Esto indica que dichas variables para el método de hidrodestilación tendrán un efecto más relevante que cualquier cambio de otra variable, por lo tanto estos efectos son las de mayor importancia en el control del proceso.

Tabla 20. Análisis de Varianza para Rendimiento^{4,0*}

Fuente	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrado Medio
A:Tamaño	3,075E-14	1	3,075E-14
B:Tiempo	7,728E-14	1	7,728E-14
AA	1,182E-12	1	1,182E-12
AB	4,380E-15	1	4,380E-15
BB	1,189E-12	1	1,189E-12
Error total	0,0	4	0,0
Total (corr.)	3,085E-12	9	

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 4.

R-cuadrada = 100,0 porciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 100,0 porciento

Error estándar del est. = 0,0

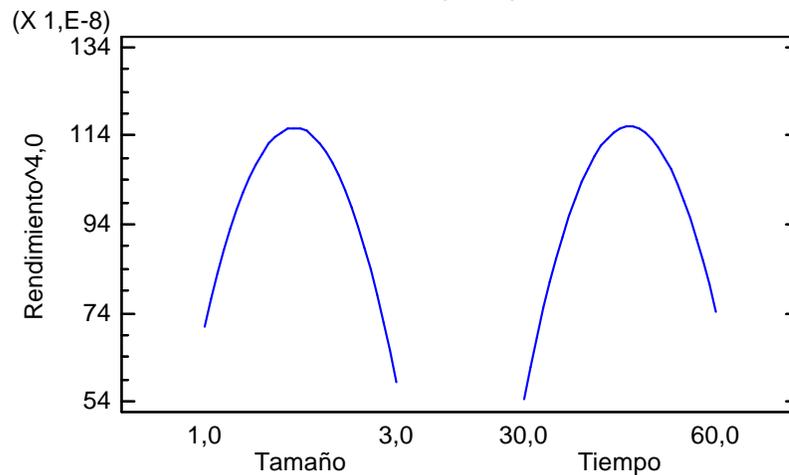
Error absoluto medio = 2,446E-7

El ANOVA (Tabla 20) particiona la variabilidad de Rendimiento^{4,0} en piezas separadas para cada uno de los efectos. Entonces prueba la significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 100,0% de la variabilidad en Rendimiento^{4,0}. El parámetro estadístico R-cuadrado ajustado, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 100,0%.

El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,0. El error medio absoluto (MAE) de 2,446E-7 es el valor promedio de los residuos.

Figura 19. Grafica de efectos para Rendimiento^{4,0}*



Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 4.

El efecto particular de cada una de las variables de entrada sobre la variable de respuesta puede observarse con mayor claridad en la Figura 19. Las representaciones de los efectos del tamaño y tiempo presentan pendientes que explican la gran significancia de estos efectos para el proceso y la sensibilidad de la variable de respuesta a estos factores, fenómeno que ya se observaba en el diagrama de Pareto (Figura 18).

Las dos variables estudiadas presentan similitud en sus pendientes, siendo la variable tiempo la que presenta mayor pendiente; esto indica que un pequeño cambio en el valor representa un gran aumento o disminución en la obtención del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*C. maxima*). El efecto del tamaño presenta una pendiente muy similar al tiempo, por lo tanto tienen igual importancia en este proceso.

Tabla 21. Coeficientes de regresión para Rendimiento^{4,0}*

Coeficiente	Estimado
Constante	5,440E-6
A:Tamaño	1,872E-6
B:Tiempo	2,061E-7
AA	-5,084E-7
AB	2,206E-9
BB	-2,266E-9

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 4.

La Tabla 21, despliega el valor de los parámetros ajustados de la ecuación del modelo.

La ecuación del modelo ajustado es:

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

Z=Rendimiento

X=Tamaño

Y=Tiempo

Al realizar el ajuste con el modelo de regresión de primer orden el coeficiente de correlación fue demasiado bajo, prediciendo que el modelo no era adecuado, por lo cual fue necesario realizar un ajuste con un modelo de mayor grado. Al escoger el modelo de cuarto orden el coeficiente de correlación es igual a uno, demostrando que este modelo es el adecuado para realizar la optimización de las condiciones del proceso. Debido a que no presenta dispersión con respecto a los datos obtenidos.

Los valores de las variables están especificados en sus unidades originales.

Tabla 22. Resultados Estimados para Rendimiento^{4,0}*

	Observados	Ajustados	Inferior 95,0%	Superior 95,0%
Fila	Valores	Valores	para Media	para Media
1	9,606E-9	1,343E-7	1,343E-7	1,343E-7
2	1,360E-8	-5,582E-8	-5,582E-8	-5,582E-8
3	1,600E-7	2,069E-7	2,069E-7	2,069E-7
4	0,0	5,146E-8	5,146E-8	5,146E-8
5	4,499E-7	2,268E-7	2,268E-7	2,268E-7
6	2,364E-8	2,647E-7	2,647E-7	2,647E-7
7	3,969E-7	1,156E-6	1,156E-6	1,156E-6
8	5,308E-10	-3,035E-9	-3,035E-9	-3,035E-9
9	1,915E-6	1,156E-6	1,156E-06	1,156E-06
10	4,430E-7	2,750E-7	2,750E-7	2,750E-7

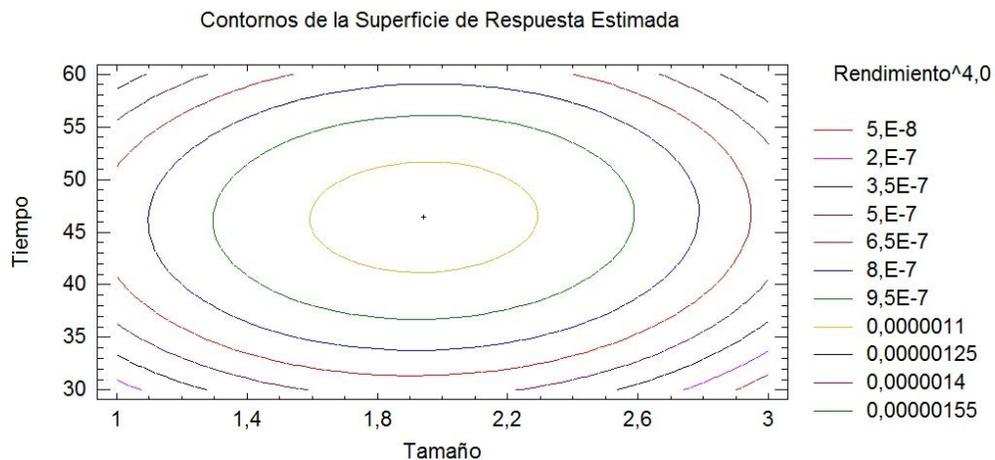
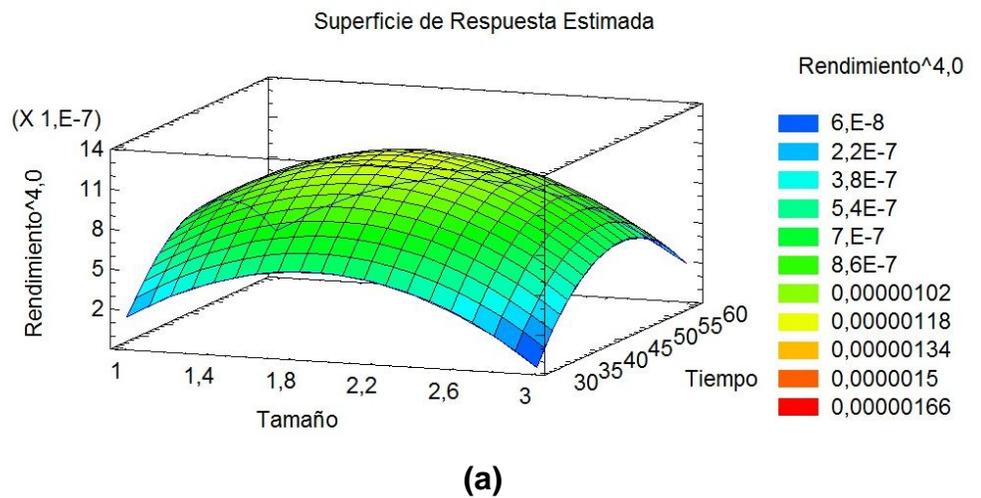
Fuente: Statgraphic Centurion XV – 2005

*modelo ajustado exponente a la 4.

Esta tabla contiene información acerca de los valores de Rendimiento^{4,0} generados usando el modelo ajustado.

- (1) Los valores observados de Rendimiento^{4,0}.
- (2) El valor predicho de Rendimiento^{4,0} usando el modelo ajustado.
- (3) Intervalos de confianza del 95,0% para la respuesta media.

Figura 20. Superficie de respuesta estimada de Rendimiento^{4,0}*. (a) gráfica 3-D, (b) curvas de contorno



Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

*modelo ajustado exponente a la 4.

En la Figura 21. Se muestra gráficamente la superficie obtenida por el modelo ajustado. En esta se muestra las dos variables de entrada: Tamaño (eje x), Tiempo (eje y) y Rendimiento (eje z). En la superficie de respuesta a su vez se muestran diferentes contornos, el cual muestra como aumenta el rendimiento de extracción desde la zona azul a la zona amarilla e indica la forma en que éste modelo responde a las variaciones de las variables de entrada. La superficie muestra una superficie curvada en ascenso desde los extremos de los valores de las variables de entrada, sin formas complejas. El óptimo se representa por el punto máximo de la superficie.

La Figura 21 muestra los efectos de difusión logrados a diferentes tamaños, por lo que se observa que para tamaños medianos las cavidades oleosas de las cáscaras, quedan al descubierto logrando aumentar la superficie de contacto con el vapor de agua ascendente, obteniendo un mejor rendimiento, pero no tan alto como el logrado mediante destilación por arrastre con vapor. Además el tiempo presenta mejores valores en rangos intermedios. Esto se presenta porque la temperatura y el movimiento del agua aceleran las fuerzas de difusión.

De la superficie de respuesta para el proceso de hidrodestilación se observa que el comportamiento de la operación de transferencia de masa se presenta gracias al proceso de ebullición, en el cual el material está sumergido en el agua y es sometido a una fuente de calentamiento directa, esto provoca que el material por efecto del calor ceda el aceite esencial desde la matriz herbácea al exterior. El fenómeno de transferencia de masa que se lleva a cabo en el proceso de hidrodestilación es la difusión del aceite a partir de las membranas o hidrodifusión, la hidrólisis de ciertos componentes y la descomposición por calor de los mismos ocurren simultáneamente, influyendo el uno al otro [31].

La relación de los tres factores observada en la superficie de respuesta explica que el aceite esencial se puede extraer con tamaños medios en el cual las células no necesariamente deben presentar cortes tan pequeños para la liberación del aceite al seno del vapor y que el tiempo de extracción no debe ser demasiado prolongado para las condiciones de operación con las que se trabajó el experimento. Pues las reservas de aceite en las células no son significativas para el este proceso de tal forma que no se apreciara cambios en el rendimiento del aceite esencial.

Tabla 23. Optimización del proceso para hidrodestilación

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tamaño (cm)	0,586	3,414	1,942
Tiempo (min)	23,786	66,213	46,418
Rendimiento (%)	-	-	0,032

Fuente: Statgraphic Centurion XV - 2005.

Mediante el modelo se optimizó la variable de respuesta, para este caso, maximizando el porcentaje de Rendimiento^{4,0}. Esta tabla muestra la combinación de los niveles de los factores.

Los valores óptimos para la variable de respuesta se hallan dentro del rango determinado previamente para el diseño de experimentos, se observa que estos valores difieren con respecto al método de destilación por arrastre con vapor de agua. Para este método los óptimos de las variables de entrada, están cercanos a los valores medios.

4.2.3 Comparación de los métodos de extracción. Al comparar los resultados obtenidos, respecto a la extracción de aceite, se observa que estos no presentan similitudes en el comportamiento, ya que en el proceso de hidrodestilación, se observa que los valores óptimos se encuentran en ubicados en los rangos medios de las variables de entrada (tamaño y tiempo), mientras que el proceso por destilación por arrastre con vapor muestra los valores óptimos a valores bajos de tamaño y altos valores de tiempo.

Esto se explica debido a la diferencia de los fenómenos de transferencia de masa que se presentan en las dos operaciones. Es decir en el proceso de destilación por arrastre de vapor se presenta una mejor extracción de aceite esencial, por la correcta distribución del vapor en el lecho del material empacado debido a la malla porosa sobre la cual está depositado el material, lo cual facilita que se lleve a cabo la evaporación instantánea, la exudación y la difusión del aceite hacia el vapor de arrastre. Mientras que en la hidrodestilación el material es sumergido en el agua de forma directa en la cámara de extracción lo cual limita, la distribución correcta del vapor de arrastre, debido a que se genera dentro de la misma cámara y no entra en contacto con todo el material por las aglomeraciones que se presentan entre las mismas partículas y el fondo del equipo [1].

Además, en este último proceso el aceite para ser liberado debe vencer la fuerza de tensión superficial del agua que no ebulle y no cambia de fase. De igual modo las partículas se agrupan en una masa que impide el paso del vapor por la matriz herbácea debido a la acumulación del material vegetal al interior del recipiente de extracción [1].

De igual forma al comparar el presente estudio con la literatura existente, se encontró que el rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*C. maxima*) con otros autores es representativo.

5. CONCLUSIONES

- El método que presenta el mayor rendimiento en la extracción de aceite esencial de la cáscara de pomelo fue el método de destilación por arrastre con vapor, para el cual se registró un porcentaje de 0,1819 % lo cual se obtuvo para la muestra de 0,6 cm con un tiempo de 66 minutos de extracción, comparado con el método de hidrodestilación extrajo casi 6 veces más aceite.

Esto debido a que los fenómenos de transferencia de masa se presentan con mayor eficiencia para este proceso, al igual que en la hidrodestilación los componentes más polares sólo se solubilizarían de forma parcial y no por completo con lo cual no se logra obtener la cantidad del aceite que se obtiene con el otro método. Además se presenta la hidrólisis de muchos componentes debido a la reacción con el agua que no cambia de fase.

- Las variables influyentes en el proceso de extracción de aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*) fueron el tiempo de extracción y el tamaño, para los métodos propuestos en este estudio, comprobándose así que el método de destilación por arrastre con vapor arroja mayores rendimientos con tamaños inferiores a 1 cm y tiempos mayores de 60 min. Mientras que para hidrodestilación los rendimientos son mayores para rangos de tamaños comprendidos entre 1,8 a 2,2 cm y tiempos entre 40 y 50 minutos.
- El tiempo de extracción es la variable de mayor incidencia en el método de hidrodestilación, mientras que para el método de destilación por arrastre con vapor la variable más significativa resultó ser el tamaño de partícula, lo cual se observó de las diferentes gráficas que muestran éste comportamiento, que para el método de destilación la difusión del aceite a el exterior del

equipo está determinado por la apertura que tenga las células que poseen el aceite lo cual lo dan los cortes que se proporcionan al reducir el tamaño, sin embargo para la hidrodestilación al aumentar el tiempo se notó una mayor extracción del aceite sin prolongar tanto el experimento.

6. RECOMENDACIONES

- Es recomendable realizar una segunda extracción con mayores tiempos en el método de hidrodestilación, debido a su bajo rendimiento. Y compararlo con el método de destilación por arrastre con vapor.
- Para la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*), por medio del método soxhlet se deben realizar estudios para lograr la separación del solvente del aceite esencial, mejorando la calidad y la comercialización del mismo.
- El método que se debe seleccionar para extracciones del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*Citrus maxima*), es el método de destilación por arrastre con vapor debido a que es el que presenta mejores rendimientos.

REFERENCIAS

- [1] Albarracín G, Gallo S. Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando *Piper aduncum* (cordoncillo) procedente de la zona cafetera. Trabajo de grado. Universidad Nacional de Colombia. 2003.
- [2] Instituto de investigación de recursos biológicos: “Alexander Von Humbolt”, Estudio del mercado Colombiano de Aceites esenciales. 2003.
- [3] Stashenko E. Plantas aromáticas y aceites esenciales. Universidad Industrial de Santander. Grupo de fitoquímica, escuela de química. 1995.
- [4] Cerpa M. Hidrodestilación de aceites esenciales: Modelado y caracterización. Trabajo de grado. Universidad de Valladolid. 2007.
- [5] Mhemdi H, Rodier E, Kechaou N, Fages J. A supercritical tuneable process for the selective extraction of fats and essential oil from coriander seeds. *Journal of Food Engineering*. 2011; 105: 609-616.
- [6] Sardá V, Campiol J, Bordignon S, Apel M, Henriques A, Von Poser G. Acaricidal properties of the essential oil from *Hesperozygis ringens* (Lamiaceae) on the cattle tick *Rhipicephalus* (Boophilus) microplus. *Bioresource Technology*. 2010; 101: 2506–2509.
- [7] Zoubiri S, Baaliouamer A. GC and GC/MS analyses of the Algerian *Lantana camara* leaf essential oil: Effect against *Sitophilus granarius* adults. *Journal of Saudi Chemical Society*. 2011.

- [8] Mighri H, Hajlaoui H, Akrouit A, Najjaa H, Neffati M. Antimicrobial and antioxidant activities of *Artemisia herba-alba* essential oil cultivated in Tunisian arid zone. *Comptes Rendus Chimie*. 2010; 13: 380–386.
- [9] Orav A, Koel M, Kailas T, Müürisepp M. Comparative analysis of the composition of essential oils and supercritical carbon dioxide extracts from the berries and needles of Estonian juniper (*Juniperus communis* L.). 5th Conference by Nordic Separation Science Society (NoSSS2009), *Procedia Chemistry*. 2010; 2: 161–167.
- [10] Hosni K, Zahed N, Chrif R, Abid I, Medfei W, Kallel M, Ben Brahim N, Sebei H. Composition of peel essential oils from four selected Tunisian Citrus species: Evidence for the genotypic influence. *Food Chemistry*. 2010; 123: 1098–1104.
- [11] Vila R, Santana A, Pérez-Rosés R, Valderrama A, Castelli M, Mendonca S, Zacchino S, Gupta M, Cañigüeral S. Composition and biological activity of the essential oil from leaves of *Plinia cerrocampaensis*, a new source of α -bisabolol. *Bioresource Technology*. 2010; 101: 2510–2514.
- [12] Mortazavi S, Eikani M, Mirzaei H, Jafari M, Golmohammad F. Extraction of essential oils from *Bunium persicum* Boiss, using superheated water. *Food and bioproducts processing*. 2010; 88: 222–226.
- [13] Chienthavorn O, Insuan W. Superheated water extraction of lime peel: a comparison with conventional methods. *Analytical letters*. 2004; 37: 2393–2409.
- [14] Mustafa O, Hilal Kaymaz H. Superheated water extraction, steam distillation And Soxhlet extraction of essential oils of *Origanum onites*. *Anal Bioanal Chem*. 2004; 379: 1127–1133.

- [15] Rueda X, Mancilla L, Parada D. Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (*Citrus Sinensis*) cultivada en Labateca (Norte de Santander). Revista de la facultad de ciencias básicas (universidad de pamplona). 2007; 5: 3-8.
- [16] Khajeh M, Yamini Y, Shariati S. Comparison of essential oils compositions of *Nepetapersica* obtained by supercritical carbon dioxide extraction and Steam distillation methods. Food and bioproducts processing. 2008; 88: 227–232.
- [17] Rojas J, Perea A, Stashenko E. Obtención de aceites esenciales y pectinas a partir de subproductos de jugos cítricos, BISTUA; 2008; 5; 001: 3-8.
- [18] Rojas D. “Experiencia Piloto de Extracción de Aceites Esenciales a Partir de Limoncillo (*Cymbopogon Citratus*) y Citronela (*Cymbopogon Nardus*) en el Oriente Antioqueño” PHYTON LTDA. Mimeo. 2001.
- [19] Bandoni A, *et al.* “Los Recursos Vegetales Aromáticos en Latinoamérica”, Ciencia y Tecnología para el Desarrollo CYTED. Editorial de la Universidad Nacional de la Plata, La Plata- Argentina. 2000.
- [20] Blanco C, Stashenko E, Combariza M, Martínez J. Comparative study of Colombian citrus oils by high-resolution gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. 1995; 697 (1-2): 501-513.
- [21] Judd W, Campbell C, Kellogg E, Stevens P, Donoghue M. Plant Systematics: A Phylogenetic Approach. 2nd. ed. SinauerAxxoc. 2002; (capítulo 4).
- [22] Ruiz C. Estudio de los metabolitos secundarios volátiles de *Lippia organoides* H.B.K., en tres estados fenológicos. Universidad industrial de Santander. 2008. 10

[23] Ortuño M. Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes. Aiyana ediciones. 2006; (capítulo 2).

[24] Martínez A. Aceites esenciales. Facultad Química Farmacéutica. Universidad de Antioquia. Medellín, 2003.

[25] Yujing S, *et al.* Effects of different factors of ultrasound treatment on the extraction yield of the *all-trans-b-carotene* from citrus peels. *Ultrasonics Sonochemistry*. 2011; 18: 243–249.

[26] León J. Botánica de los cultivos tropicales. Instituto interamericano de cooperación para la agricultura. San José, Costa Rica. 1987; 245-246.

[27] Sistema Integrado de Información Taxonómica (*ITIS*), por sus siglas en inglés. 2012. Consultado Julio 25 del 2012. Disponible en:
http://www.itis.gov/servlet/SingleRpt/SingleRpt?search_topic=TSN&search_value=501574

[28] Proceso de extracción de aceites esenciales. Consultado Julio 25 del 2012. Disponible en: <http://www.emagister.com/curso-extraccion-aceite-pepa-calabaza/proceso-extracion-aceites-grasas>

[29] Can Baser H, Buchbauer G. Handbook of essential oils. 2010. Pag.114.

[30] Mandeville P. ¿Porqué se deben centrar las covariables en regresión lineal?. Red de Revistas Científicas de América Latina y el Caribe, España y Portugal (Redalyc). Universidad Autónoma de Nuevo León. Monterrey, México. 2008. pp.300-305

[31] Uso industrial de plantas aromáticas y medicinales. Tema 12: análisis químico de plantas aromáticas y medicinales. Universidad politécnica de Madrid. 2012. Consultado Septiembre 19 del 2012. Disponible en: <http://ocw.upm.es/ingenieria-agroforestal/uso-industrial-de-plantas-aromaticas-y-medicinales/contenidos/material-de-clase/tema12.pdf>

[32] Investopedia US, A Division of ValueClick, Inc. 2012. Consultado Septiembre 19 del 2012. Disponible en:

<http://www.investopedia.com/terms/m/multicollinearity.asp#ixzz26ybwboxh>

[33] Universidade de Vigo. España. 2012. Consultado Septiembre 19 del 2012. Disponible en: <http://webs.uvigo.es/cjardon/Transparencias/unidad4.pdf>

[34] Velásquez J., Giraldo P. Posibilidades competitivas de productos prioritarios de Antioquia frente a los acuerdos de integración y nuevos acuerdos comerciales. Secretaría de Productividad y Competitividad. Departamento de Planeación Gobernación de Antioquia. Colombia. 2005.

[35] Acuña D. Ingeniero Agrónomo. Secretaria de Agricultura de Bolívar. 2010. Información suministrada mediante entrevista en el 2012.

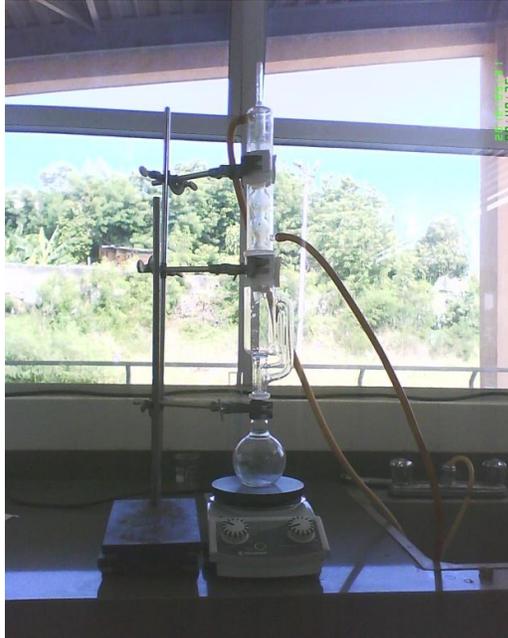
ANEXO A

ARCHIVO FOTOGRAFICO (EXTRACCIÓN PRELIMINAR – LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA, UNIVERSIDAD DE CARTAGENA)

A1. MATERIA PRIMA – POMELO (*C. maxima*)



A2. MONTAJE PARA LA EXTRACCIÓN DE EXTRACTO DE POMELO (C.
maxima)



A.3 EXTRACTO OBTENIDO



ANEXO B

ARCHIVO FOTOGRAFICO (EXTRACCIÓN MEDIANTE LSO METODOS PROPUESTOS – LABORATORIO DE RECURSOS NATURALES, UNIVERSIDAD DE CORDOBA)

B.1 MUESTRAS DE 500 g CON DIFERENTES TAMAÑOS PARA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DE POMELO



B.2 MONTAJE PARA DESTILACION POR ARRASTRE CON VAPOR



B.3 MUESTRA DESPUES DE DESTILACION POR ARRASTRE CON VAPOR



B.4 MONTAJE PARA EXTRACCION MEDIANTE HIDRODESTILACIÓN



B.5 MUESTRA DESPUES DE EXTRACCION MEDIANTE HIDRODESTILACIÓN



B.6 MUESTRA DE ACEITE OBTENIDO



ANEXO C

DISEÑOS EXPERIMENTALES PARA LOS METODOS PROPUESTOS

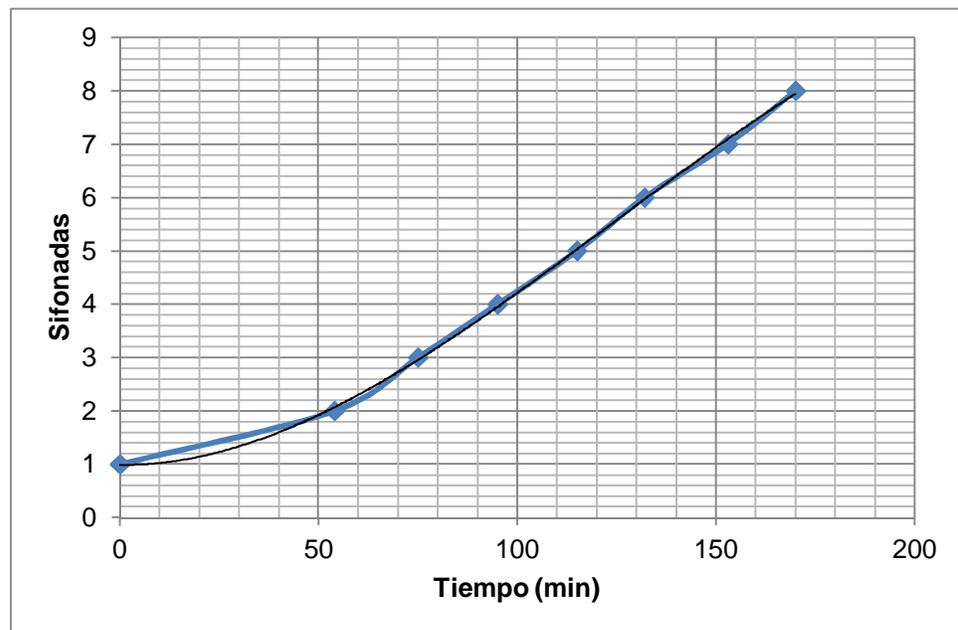
C.1 EXTRACCIÓN POR UN MÉTODO CONVENCIONAL

Tabla 24. Sifonadas en la extracción Soxhlet

Tiempo (min)	Sifonada
0	1
54	2
75	3
95	4
115	5
132	6
153	7
170	8

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

Figura 21. Tiempo vs Sifonadas



$$y = -1x10^{-6}x^3 + 0,0005x^2 - 0,001x + 0,0995$$

y: Sifonadas, x: Tiempo.

$$R^2 = 0,9994$$

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

En la Figura 21, se observa la dependencia de las sifonadas que realiza el equipo de extracción, con respecto al tiempo que toma el proceso. También de la tendencia lineal que presenta la grafica después de los 60 minutos, se aprecia que entre etapa y etapa de extracción el tiempo es el mismo; lo que quiere decir que el sistema adquiere un estado estacionario después de este tiempo, en el cual no se observa dependencia del poder de extracción del disolvente con respecto del tiempo.

**C.2 CANTIDAD DE ACEITE ESENCIAL OBTENIDO POR DESTILACIÓN POR
ARRASTRE DE VAPOR**

Tabla 25. Pesos de envases vacíos y con aceite

Numero de muestra	Peso del envase vacío (g)	Peso con aceite (g)	Diferencia (g)
M-1	39,6610	40,3649	0,7039
M-2	39,0013	39,3739	0,3726
M-3	37,8854	38,4170	0,5316
M-4	37,3642	37,6538	0,2896
M-5	39,1220	39,6984	0,5764
M-6	37,3826	38,2921	0,9095
M-7	39,5431	39,8494	0,3063
M-8	39,4295	39,7406	0,3111
M-9	38,5374	39,0618	0,5244
M-10	38,9455	39,2682	0,3227

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

C.3 CANTIDAD DE ACEITE ESENCIAL OBTENIDO POR HIDRODESTILACION

Tabla 26. Pesos de envases vacíos y con aceite

Numero de muestra	Peso del envase vacío (g)	Peso con aceite (g)	Diferencia (g)
M-1	39,6882	39,7375	0,0493
M-2	39,2177	39,2719	0,0542
M-3	39,3692	39,4694	0,1002
M-4	37,4481	37,4481	0,0000
M-5	39,8341	39,9638	0,1297
M-6	39,7590	39,8211	0,0621
M-7	39,6319	39,7573	0,1254
M-8	39,6594	39,6834	0,0240
M-9	38,9310	39,1168	0,1858
M-10	38,5983	38,7272	0,1289

Fuente: Elaborada en la presente investigación.

C. 3 CIFRAS DE CULTIVOS EN EL DEPARTAMENTO DE BOLÍVAR.

DEPARTAMENTO DE BOLÍVAR
SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL
CIFRAS DE CULTIVOS PERMANENTES POR ZONES
AREA SEMBRADA, COSECHADA, PRODUCCION Y RENDIMIENTO
EVALUACION AÑO 2010

DEPARTAMENTO	MUNICIPIO	CULTIVO	SA	PERIODO	AREA SEMBRADA (Has)	AREA COSECHADA (Has)	PRODUCCION (Tons)	RENDIMIENTO (Tons/Has)	NUMERO DE FINCAS PRODUCTORAS
13	ACHI	AGUACATE	S	2010	80	80	480	6,00	45
13	BARRANCO DE LOBA	AGUACATE	S	2010	18	18	144	8,00	24
13	EL CARMEN BOLIVAR	AGUACATE	S	2010	3.310	3.260	32.600	10,00	400
13	EL PENON	AGUACATE	S	2010	60	60	600	10,00	65
13	SAN JACINTO	AGUACATE	S	2010	500	100	1.400	14,00	400
13	SAN JACINTO	AGUACATE	S	2010	500	60	720	12,00	300
13	SAN MARTIN DE LOBA	AGUACATE	S	2010	10	10	50	5,00	20
13	SANTA CATALINA	AGUACATE	A	2010	5	5	30	6,00	7
					4.483	3.593	36.024		1.261
13	ACHI	CACAO	S	2010	100	30	15	0,50	50
13	ALTOS DEL ROSARIO	CACAO	S	2010	20	10	2	0,20	12
13	ARENAL	CACAO	S	2010	87	72	18	0,25	65
13	CANTAGALLO	CACAO	S	2010	574	308	62	0,20	280
13	EL CARMEN BOLIVAR	CACAO	A	2010	313	190	143	0,75	188
13	MARIA LA BAJA	CACAO	A	2010	240	0	0	0,00	240
13	MONTECRISTO	CACAO	S	2010	77	20	10	0,50	30
13	MORALES	CACAO	S	2010	117	77	19	0,25	55
13	NOROSI	CACAO	S	2010	20	15	5	0,30	24
13	FINILLOS	CACAO	S	2010	235	150	60	0,40	173
13	RIO VIEJO	CACAO	S	2010	25	10	3	0,30	20
13	SAN JACINTO	CACAO	A	2010	180	2	8	4,00	100
13	SAN JACINTO DEL CAUCA	CACAO	S	2010	15	15	8	0,50	12
13	SAN MARTIN DE LOBA	CACAO	S	2010	15	15	6	0,40	15
13	SAN PABLO	CACAO	S	2010	1.160	600	120	0,20	660
13	SANTA ROSA DEL SUR	CACAO	S	2010	2.478	1.390	284	0,21	1.294
13	SIMITI	CACAO	S	2010	744	460	120	0,27	538
13	TIGUISIO	CACAO	S	2010	70	50	35	0,70	30
					6.470	3.415	933		3.783
13	SANTA ROSA DEL SUR	CAFE TIPICA	S	2010	1.030	850	510	0,60	485
13	MAHATES	CAÑA PANELERA	S	2010	350	350	3.500	10,00	200
13	VILLANUEVA	CAÑA PANELERA	A	2010	62	60	1.080	18,00	31
13	ACHI	CAÑA PANELERA	S	2010	60	80	240	4,00	35
13	MARAGARITA	CAÑA PANELERA	S	2010	20	10	18	1,80	55
13	SANTA ROSA DEL SUR	CAÑA PANELERA	S	2010	360	360	1.980	0,60	225
13	TIGUISIO	CAÑA PANELERA	S	2010	22	22	92	4,20	70
13	TURBACO	CAÑA PANELERA	S	2010	140	140	2.100	15,00	20
					2.044	1.852	9.500		1.121
13	CANTAGALLO	CAUCHO	S	2010	6	6	0	0,00	2
13	SAN PABLO	CAUCHO	S	2010	297	0	0	0,00	107
13	SIMITI	CAUCHO	S	2010	331	0	0	0,00	98
					634	6	0		207
13	CARTAGENA	CIRUELA	S	2010	39	39	98	2,50	160
13	MAHATES	CITRICOS	S	2010	200	200	3.000	15,00	220
13	ACHI	COCO	S	2010	50	50	100	2,00	180
13	CARTAGENA	COCO	S	2010	253	253	2.118	8,37	98
13	MAHATES	COCO	S	2010	85	85	850	8,00	80
13	FINILLOS	COCO	S	2010	20	20	40	2,00	55
13	SANTA CATALINA	COCO	A	2010	35	36	108	3,00	40
13	TALAIGA NUEVO	COCO	S	2010	50	50	300	6,00	10
					494	494	3.348		483

					469	416	4.305		1.082
13	CLEMENCIA	LIMON	S	2010	80	60	720	12,00	600
13	SAN ESTANISLAO	LIMON	S	2010	40	40	400	10,00	1
13	SANTA CATALINA	LIMON	A	2010	11	11	154	14,00	70
13	TURBANA	LIMON	S	2010	18	18	360	20,00	5
13	TURBANA	LIMON	A	2010	5	5	100	20,00	10
					134	134	1.734		808
	EL CARMEN DE ROLIVAR	MADERA	S	2010	70	0	0		10
13	SAN JACINTO	MADERA	S	2010	300	200	10.000	50,00	10
	SAN JACINTO	MADERA	A	2010	180	100	2.000	20,00	10
13	SAN JUAN NEPONUCENO	MADERA	S	2010	4.000	0	0	0,00	10
13	ZAMBRANO	MADEIRA	S	2010	13.340	0	0	0,00	1
					17.890	0	0		41
13	ACHI	MANGO	S	2010	30	30	240	8,00	130
13	ARJONA	MANGO	S	2010	30	30	600	20,00	30
13	BARRANCO DE LOBA	MANGO	S	2010	15	15	120	8,00	40
13	CALAMAR	MANGO	S	2010	17	15	225	15,00	100
13	CARTAGENA	MANGO	S	2010	17	17	119	7,00	120
13	CLEMENCIA	MANGO	S	2010	210	210	1.680	8,00	500
13	EL PERON	MANGO	S	2010	80	80	640	8,00	90
13	MAGANQUE	MANGO	S	2010	42	42	336	8,00	85
13	MAHATES	MANGO	A	2010	240	200	2.800	14,00	200
13	MOMPOX	MANGO	S	2010	30	20	200	10,00	105
13	PINILLOS	MANGO	S	2010	12	12	96	8,00	32
13	SAN CRISTOBAL	MANGO	S	2010	7	7	35	5,00	25
13	SAN FERNANDO	MANGO	S	2010	11	10	100	10,00	95
13	SANTA ROSA DE LIMA	MANGO	S	2010	108	75	1.350	18,00	115
13	SOPLAVENTO	MANGO	A	2010	5	4	32	8,00	6
13	TALAIGA NUEVO	MANGO	S	2010	27	18	360	20,00	80
13	TURBACO	MANGO	S	2010	70	70	1.400	20,00	527
13	VILLANUEVA	MANGO	A	2010	114	109	1.088	18,00	120
13	SANTA CATALINA	MANGO	A	2010	115	115	2.070	18,00	59
13	TURBANA	MANGO	A	2010	80	63	504	8,00	30
					1.260	1.142	14.875		2.560
13	MARAGARITA	NARANJA	S	2010	76	25	425	17,00	200
13	SAN ESTANISLAO	NARANJA	S	2010	8	8	80	10,00	1
13	SAN FERNANDO	NARANJA	S	2010	270	200	4.000	20,00	332
13	SAN JUAN NEPONUCENO	NARANJA	S	2010	85	80	720	12,00	80
13	TALAIGA NUEVO	NARANJA	S	2010	130	80	1.600	20,00	45
13	TURBACO	NARANJA	S	2010	175	175	2.625	15,00	6
					744	648	9.450		654
13	TURBANA	NISPERO	A	2010	20	20	200	10,00	15
13	ARJONA	PALMA	S	2010	324	250	2.500	10,00	80
13	MARIA LA BAJA	PALMA	S	2010	5.300	4.700	131.600	28,00	600
	ALTOS DEL ROSARIO	PALMA	S	2010	2.040	0	0	0,00	2
13	MORALES	PALMA	S	2010	1.950	0	0	0,00	20
13	REGIDOR	PALMA	S	2010	3.795	1.700	6.800	4,00	20
13	RIO VIEJO	PALMA	S	2010	2.971	2.580	7.740	3,00	32
13	SAN PABLO	PALMA	S	2010	4.442	3.800	36.100	9,50	375
13	SANTA CATALINA	PALMA	S	2010	60	6	0	0,00	1
13	SIMITI	PALMA	S	2010	4.949	3.989	33.907	8,50	255
13	ARENAL	PALMA	S	2010	122	0	0	0	15
13	CANTAGALLO	PALMA	S	2010	1.442	1.130	16.950	15	113
13	MAHATES	PALMA	S	2010	850	400	8.000	20,00	21
					28.266	18.569	243.797		1.548

Fuente: [35]