

Una revisión de la obtención de compuestos bioactivos a partir de subproductos de cítricos procesados: fermentación en estado sólido y métodos de extracción

A review of bioactive compounds from processed citrus by-products: solid-state fermentation and extraction methods

Carlos Juárez Ojeda¹

E.P. Industrias Alimentarias – UNF

RESUMEN

En los últimos años el interés por la investigación de los subproductos generados por la industria de mandarina, limón y toronja se ha incrementado con la finalidad de agregar valor a estos subproductos, asimismo, estudios que emplean tecnologías emergentes, usando solvente amigables con el ambiente, se ha incrementado con el mismo propósito. En este contexto, la fermentación en estado sólido (SSF) y los métodos de extracción asistida por microondas y por ultrasonido, extracción con agua subcrítica y fluido supercrítico son presentados como alternativas potenciales para ayudar a recuperar compuestos bioactivos presentes en los subproductos de mandarina, limón y toronja. El objetivo de este manuscrito fue describir la composición química de los subproductos de la mandarina, limón y toronja, así mismo fueron descritos los factores que influyen en la SSF cuando se emplean estos subproductos como sustrato. También se describieron las condiciones de los diferentes procesos de extracción para obtener los compuestos bioactivos presentes en los subproductos de mandarina, limón y toronja. La SSF se centra en la recuperación de pectina de la cáscara de limón y los factores como humedad relativa, temperatura, inóculo son los factores determinantes en este proceso.

Palabras Clave: cítricos, extracción, fermentación, compuestos fenólicos, aceite esencial

ABSTRACT

In recent years, interest in research on the by-products generated by the mandarin, lemon and grapefruit industry has increased in order to add value to these by-products, as well as studies that use emerging technologies, using environmentally friendly solvents, has been increased for the same purpose. In this context, the solid-state fermentation (SSF) and the microwave and ultrasound assisted extraction, subcritical water extraction and supercritical fluid extraction methods are presented as potential alternatives to help recover bioactive compounds present in mandarin, lemon and grapefruit by-products. The objective of this manuscript was to describe the chemical composition of mandarin, lemon and grapefruit by-products, as well as the factors that influence SSF when using these by-products as substrate. The conditions of the different extraction processes to obtain the bioactive compounds present in mandarin, lemon and grapefruit by-products were also described. The SSF focuses on the recovery of pectin from lemon peel and factors such as relative humidity, temperature and inoculum are the determining factors in this process.

Keywords: citrus fruits, extraction, fermentation, phenolic compounds, essential oil.

¹ E.P. Industrias Alimentarias – Universidad Nacional de Frontera. Email: 2016103041@unf.edu.pe

1. INTRODUCCIÓN

Los cítricos pertenecen a la familia de los Rutaceae existen unos 140 géneros y alrededor de 1300 especies, sus orígenes se dieron en el Sur-este de Asia, son uno de los cultivos de frutas con mayor extensión a nivel mundial (Chen et al., 2019; Mahato et al., 2019; Ndayishimiye et al., 2018; Tian et al., 2018) alcanzando una producción de más de 152 millones de toneladas, de las cuales la mandarina (*Citrus reticulada*) representa el 22,6%, limón (*Citrus limón*) y lima (*Citrus aurantiifolia*) 12,7% y toronja (*Citrus aurantium*) 6,2% (Reynoso-Camacho et al., 2021), incrementándose cada año, consumiéndose principalmente como fruta fresca, en jugo o en productos derivados de jugo concentrado, debido a su agradable sabor, alto valor nutricional y beneficio en la salud (Larios-Cruz et al., 2018; Ndayishimiye et al., 2018; Smeriglio et al., 2019; Tian et al., 2018). Además de la naranja (*Citrus sinensis*) los cítricos de mayor importancia son mandarina, limón y toronja (Larios-Cruz et al., 2018) los cuales alcanzan una producción mundial de 32 968.5, 15 981.8 y 8 321.6 toneladas respectivamente (FAO, 2016).

El Perú es uno de los principales exportadores ocupando el sexto lugar con 116.1 miles de toneladas de cítricos; además ocupa el cuarto lugar en producción con 1159 miles de toneladas (FAO, 2015). Las zonas donde se obtiene mayor producción son las regiones de Piura (57,3% de la cosecha total) y de Lambayeque (19% de la cosecha total). Dentro de la región Piura encontramos como principales productores a las provincias de Sullana con participación del 48,3% y Piura (45,7%), del área cosechada en el departamento, con rendimientos entre 13,1 toneladas/ha y 14,5 toneladas/ha (MINAGRI, 2017).

El principal procesamiento de la mandarina, limón y toronja es la producción de jugos y aceites esenciales (Eryildiz et al., 2020; Mahato et al., 2019), esto genera una gran cantidad de subproductos cada año (Berk, 2016; Ndayishimiye & Chun, 2017) siendo entre el 50 a 60% del peso total de la fruta y están conformados por cáscara, semilla y residuos de membranas (Espinosa-Pardo et al., 2017; Kundu et al., 2020; Mahato et al., 2019; Tian et al., 2018). Estos subproductos de cítricos tienen diferentes aplicaciones como suplemento alimenticio de los animales, producción de pectinas, etanol, metano y limoneno (Larios-Cruz et al., 2018), además son ricos en compuestos bioactivos como flavonoides, cumarinas y carotenoides (Espinosa-Pardo et al., 2017; Kundu et al., 2020; Madeira et al., 2014; Nakajima et al., 2016; Ndayishimiye et al., 2018; Ramful et al., 2010). Estos compuestos bioactivos demostraron tener propiedades antimicrobianas, antioxidantes, antialérgicas, anticancerígenas y antidiabéticas (Madeira et al., 2014; Mahato et al., 2019).

En el mundo, una gran cantidad de subproductos son generados durante el procesamiento agroindustrial y representan un problema para el medio ambiente (Duba & Fiori, 2015; Fernández et al., 2018), la idea de poder convertir los subproductos en riquezas puede ayudar significativamente al desarrollo sostenible (Fernández et al., 2018) dando valor agregado a los subproductos ya que contienen en su estructura compuestos bioactivos (Ndayishimiye et al., 2018).

Los compuestos bioactivos están presentes en plantas y alimentos de manera natural y en cantidades reducidas, son capaces de participar en los procesos de la actividad metabólica contribuyendo a un mejor estado de salud de las personas (Sadh et al., 2018); principalmente contribuyen en la prevención de enfermedades como la prevención de problemas cardiovasculares (Duba & Fiori, 2015). Estos compuestos bioactivos

representan una clase extremadamente heterogénea de compuestos entre los cuales se encuentran compuestos fenólicos, fibra dietética, aceites esenciales, carotenoides, pectinas, etc; presentes en los subproductos de mandarina, limón y toronja (Duba & Fiori, 2015; Sath et al., 2018).

Uno de los procesos bioquímicos como la fermentación en estado sólido (SSF) es una alternativa de importancia para agregar valor a los subproductos generados por la agroindustria (López-Gómez et al., 2020) presentándose como una ayuda para la recuperación de compuestos bioactivos a partir de los subproductos de cítricos (Biz et al., 2016; Larios-Cruz et al., 2018), es así que también la SSF se presenta como una tecnología potencial para la producción de productos microbianos como lo son piensos, combustibles, alimentos, productos farmacéuticos y productos químicos, empleando subproductos agroindustriales como fuente de sustrato (Bier et al., 2019; Soccol et al., 2017). Los procesos de extracción es uno de los pasos iniciales en la recuperación de los compuestos bioactivos a partir de los subproductos de cítricos.

Dentro de los diferentes métodos de extracción encontramos métodos de extracción convencionales entre los cuales se encuentra extracción por maceración e hidrodestilación (Gómez-Mejía et al., 2019), también encontramos métodos de extracción no convencionales como extracción asistida por microondas y asistida por ultrasonido (Dahmoune et al., 2013); extracción con agua subcrítica (Cheigh et al., 2012) y fluido supercrítico (Xiong & Chen, 2020).

Ante lo expuesto, el objetivo de este manuscrito fue describir la composición química de los subproductos de la mandarina, limón y toronja, así mismo fueron descritos los factores que influyen en la fermentación en estado sólido cuando se emplean estos subproductos como sustrato. También se describieron las condiciones de los diferentes procesos de extracción para obtener los compuestos bioactivos presentes en los subproductos de mandarina, limón y toronja.

2. MÉTODOS Y MATERIALES

Los cítricos después del procesamiento industrial generan una gran cantidad de subproductos como residuos de membranas, cáscara y semilla (Lachos-Perez et al., 2018; Shan, 2016), además los subproductos representan entre el 50 al 60% del peso total de las frutas como limón, toronja y mandarina.

La cáscara de estas frutas en su estructura comprende una serie de compuestos (Lachos-Perez et al., 2018; Shan, 2016) tales como aceites esenciales (4%), el cual contiene aproximadamente 90% de monoterpenos, 5% de compuestos minoritarios oxigenados (Bustamante et al., 2016; Yaqoob et al., 2020) y limonina (4.69 mg/g) (Yaqoob et al., 2020). También se encuentra presente en la cáscara fibra dietética encontrando celulosa (22%), pectina (25%), hemicelulosa (11%) (Bustamante et al., 2016); compuestos fenólicos (4,5%) (Bustamante et al., 2016) encontrando hesperidina en mayor proporción (Londoño-Londoño et al., 2010) y en menor proporción dentro de la cáscara se encuentran los carotenoides (Costa et al., 2019; Cruz et al., 2020; Routray & Orsat, 2019) los cuales se han reportado 110 xantofilas y carotenos (Yaqoob et al., 2020). La semilla contiene en su estructura limosina (9.50 mg/g) (Yaqoob et al., 2020); así mismo, en los subproductos de mandarina, limón y toronja encontramos azúcares (23%) (Bustamante et al., 2016).

Los compuestos bioactivos presentes en los subproductos cítricos representan un gran beneficio para la salud humana (Lachos-Perez et al., 2018) como por ejemplo los compuestos fenólicos presenta beneficios tales como antivirales, antibacterianos, antineoplásicos, antifúngico, antipalúdicos, antialérgicos, anticancerígeno (Yaqoob et al., 2020), cardioprotectores, antiinflamatorios y antioxidantes (Lachos-Perez et al., 2018).

2.1. Subproductos del procesamiento de mandarina

La producción de mandarina representa el 22,6% de los cítricos producidos a nivel mundial (Reynoso-Camacho et al., 2021), y su procesamiento industrial genera una gran cantidad de subproductos como cáscara, residuos de membrana y semilla (Chen et al., 2019). La cáscara representa entre el 35 al 40% del peso de la fruta (Safdar et al., 2017) y contiene ceniza (5.05 % de peso seco (dw)), grasa (1.59 % de dw), proteína (7.50 % del dw), azúcar (10.07 % de dw), pectina (16.01 % del dw), celulosa (22.55 % de dw), lignina (8.59 % del dw), hemicelulosa (6.01 % de dw) y flavonoides (5.09 % del dw) (Marín et al., 2007), además de carotenoides en un 94%, donde se encuentran como principales carotenoides a las xantofilas (68% - 90%) (Yaqoob et al., 2020). Por otro lado, están las semillas las cuales representan el 4 % de la fruta (Berk, 2016) y hasta la fecha no se ha reportado información.

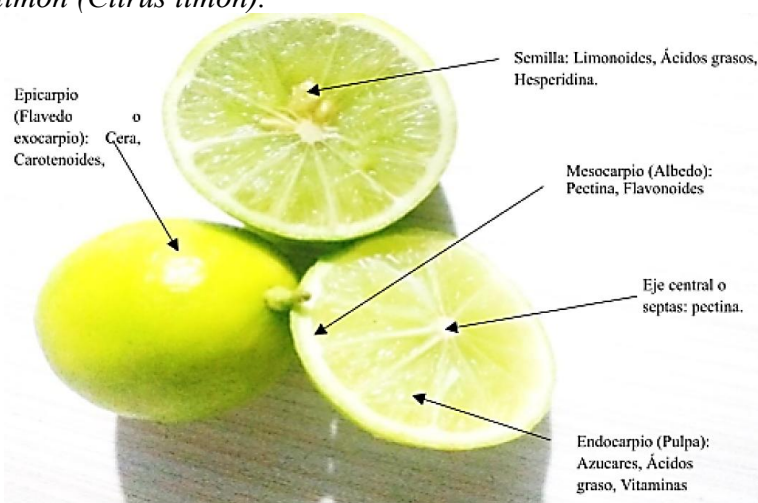
2.2. Subproductos del procesamiento del limón

El limón es uno de los cítricos de mayor importancia (Larios-Cruz et al., 2018), la figura 1 muestra la anatomía y los diferentes compuestos bioactivos presentes en cada una de las partes. La industria del procesamiento del limón genera subproductos como cáscara la cual representa entre el 50 al 65% del peso de la fruta (Jagannath & Biradar, 2019), la semilla representa el 2% de la fruta (Berk, 2016) y los residuos de membrana representan entre el 33% al 48% (Chen et al., 2019).

La cáscara en peso fresco (wf) contiene fibra dietética (14 g/100 g), fibra soluble (4.93 g/100 g) y fibra insoluble (9.04 g/100 g) y en base dw contiene ceniza (2.52 % de dw), grasa (1.51 % de dw), proteína (7 % de dw), azúcar (6.52 % de dw), pectina (13 % de dw), celulosa (23.06 % de dw), lignina (7.56 % de dw), hemicelulosa (8.09 % de dw) y flavonoides (12.54 % de dw) (Marín et al., 2007) y compuestos fenólicos (190 mg de equivalente de ácido gálico (GAE) /100 g de wf) (Gorinstein et al., 2001) dentro de los compuestos fenólicos contiene lignano 335 µg/100 g de wf, pinoresinol 185 µg/100 g de wf, medioresinol 64 µg/100 g de wf (Peterson et al., 2010).

El albedo contiene entre 2.5–5.5% de pectina cuando se encuentra en estado fresco y 30–40% cuando está seco (Berk, 2016). Por otro lado, los residuos de membrana contienen ceniza (2.54 % de peso seco (dw), grasa (3.09 % de dw), proteína (8.72 % de dw), azúcar (9.01 % de dw), pectina (22.53 % de dw), celulosa (36.22 % del dw), lignina (7.55 % de dw), hemicelulosa (11.05 % de dw) y flavonoides (4.52 % de dw) (Marín et al., 2007).

Figura 1:
Anatomía del limón (Citrus limón).



2.3. Subproductos del procesamiento de toronja

En el mundo se producen 8 321.6 toneladas de toronja (FAO, 2016). El procesamiento industrial de la obtención de jugos de toronja genera subproductos que representan el 50% de la fruta fresca, los cuales están compuestos por residuos de membrana, cáscara (El Kantar et al., 2019) y semillas (7% del peso total de la fruta) (Berk, 2016).

La mezcla de cáscara, semilla y residuos de membrana contiene ceniza (8.09 % de dw, grasa (0.52 % del dw), proteína (12.51 % de dw), azúcar (8.02 % de dw), celulosa (26.57 % de dw), lignina (11.52 % de dw), hemicelulosa (5.59 % de dw), flavonoides (3.04 % de dw) (Marín et al., 2007) y pectina la cual se encuentra entre el 25% – 30% (Bagherian et al., 2011).

Así mismo, la cáscara contiene fibra dietética (13.9 g/100 g de wf), fibra soluble (4.7 g/100 g de wf) y fibra insoluble (9.16 g/100 g de wf) y compuestos fenólicos (155 mg de equivalente de ácido gálico (GAE)/100 g de wf) (Gorinstein et al., 2001), dentro de los cuales la naringina que encuentra en mayor proporción (El Kantar et al., 2019).

2.4. Fermentación en estado sólido

La fermentación en estado sólido (SSF) es el proceso en el cual una matriz sólida tiene el contenido de humedad necesario entre el 70 y 90%, para el desarrollo y metabolismo de los microorganismos (Mantzouridou et al., 2015; Soccol et al., 2017); por tal razón, los metabolitos que se producen y concentran, y los procesos de purificación son menos costosos (Rosales et al., 2018); por otro lado, la SSF tiene la ventaja de generar un secado en tiempo menor de los sólidos fermentados al finalizar el proceso de fermentación (Biz et al., 2016). La SSF es una técnica que permite la utilización de subproductos agroindustriales como sustrato ya que estos en su estructura contienen carbohidratos, los cuales son una buena fuente de nitrógeno (Ruiz et al., 2012; Soccol et al., 2017).

La SSF fue utilizado por Larios-Cruz et al. (2018) para la recuperación de compuestos fenólicos a partir de cáscara y residuos de membrana de limón, toronja y mandarina; empleando una inoculación de *Aspergillus niger* GH1 (2x10⁶ esporas/g de dw), tiempo de fermentación de 96 horas (h) para limón y toronja; 120 h para mandarina. Posterior a la fermentación estos compuestos fenólicos fueron extraídos mediante una maceración

empleando etanol al 70% (15 mL) como solvente, agitación de 320 rpm durante 15 minutos (min) y posterior a ello fue prensado y filtrado el extracto obtenido. Algunos de los compuestos fenólicos identificados a partir del extracto obtenido fueron el ácido clorogénico; didimina; apigenina 7-O-apiosil-glucósido (apiina); pinoresinol; medioresinol; hesperidina y naringina.

Asimismo, la SSF fue empleada para la producción de hongos por Larios-Cruz et al. (2018) que evaluaron 4 hongos en la SSF de subproductos como cáscara y residuos de membrana de limón, toronja y mandarina encontrando *Aspergillus niger* GH1 con mejor desarrollo seguido de *Trichoderma harzianum* T1-04, *Penicillium purpurogenum* GH2 y *Fusarium oxysporum* bajo condiciones como inoculación 1×10^5 esporas/g de dw y el crecimiento fue medido cada 8 h durante un tiempo de fermentación de 120 h, además en cuanto a la capacidad antioxidante posterior a la SSF la mandarina posee mejor actividad antioxidante (AA) de todos los hongos evaluados y el limón la menor AA; en la recuperación de antioxidantes la toronja presenta mayor rendimiento comparado con la mandarina sin mostrar resultados de cuantificación de la AA.

En otro estudio Ruiz et al. (2012), determinaron una biomasa máxima (X_{max}) y tasa máxima (T_{max}) de desarrollo de *Aspergillus niger*, $X_{max} = 8$ mg de glucosamina/g de orujo de cáscara de limón (LPP) de dw y $T_{max} = 0.127$ L/h empleando diferentes condiciones como inoculación (2×10^7 esporas/g de LPP) y desarrollo de fermentación a 30 °C, humedad al 70% y tiempo de 96 h. Determinando que la cáscara de cítricos tiene los suficientes macro y micronutrientes para el desarrollo de *Aspergillus niger* en el proceso de SSF, ya que las enzimas fúngicas hidrolizan la membrana celular con el tiempo liberando mayor cantidad de compuestos con AA.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Para la recuperación de compuestos bioactivos presentes en los subproductos de mandarina, limón y toronja existen diferentes técnicas de extracción entre las cuales tenemos la extracción convencional y extracción no convencional (Dar et al., 2015).

3.1. Extracción convencional

Los procesos de extracción convencional como la maceración e hidrodestilación (Gómez-Mejía et al., 2019) están asociados con tiempos prolongados, cantidades significativas de solventes y la posibilidad de degradación térmica de los compuestos fenólicos. En su mayoría los solventes orgánicos como acetona y éter son inflamables, volátiles, explosivos, tóxicos y perjudiciales; por tal motivo no son compatibles con procesos de extracción amigables con el medio ambiente (El Kantar et al., 2019).

3.1.1. Extracción convencional por maceración y soxhelt.

La extracción por maceración es realizada generalmente con solventes como metanol, etanol, acetona, butanol y cloroformo durante tiempos de extracción prolongados (Ko et al., 2016). Uno de los compuestos bioactivos que puede ser recuperado mediante extracción por maceración es la pectina la cual es producida comercialmente de la cáscara de mandarina, donde está presente entre el 20% y 30% (Colodel et al., 2018), es así que bajo condiciones óptimas de pH de 1.6, tiempo del proceso de extracción de 100 minutos,

relación de líquido: sólido de 36 ml/g de dw se obtuvieron 25.65% de pectina de la cáscara de mandarina (Colodel et al., 2018).

También la extracción por maceración es empleada para la recuperación de compuestos fenólicos y ácido ascórbico es así que Al-Juhaimi (2014) utilizó etanol al 80% como solvente, tiempo de extracción de 3 h y temperatura de 70 °C. Donde determinó compuestos fenólicos totales (169,54 mg de equivalente de ácido gálico (GAE)/100 g dw en cáscara de mandarina y limón) y (61,22 mg GAE/ 100 dw de cáscara de limón); así mismo determinó 54,87 mg de ácido ascórbico/ 100 g de dw de la cáscara de mandarina y 25,68 mg de ácido ascórbico/ 100 g de dw de la cáscara de limón. En otro estudio Safdar et al. (2017) emplearon maceración para la obtención de compuestos fenólicos a partir de la cáscara de mandarina kinnow, obtuvieron 28,40 mg GAE/g de dw, usando metanol al 80% como solvente, relación muestra: disolvente (1:15), temperatura de 40 °C y tiempo de maceración 20 h.

El método de extracción por soxhlet es un método de extracción convencional. Franco - Arnedo et al. (2020), emplearon para la recuperación de compuestos fenólicos a partir de cáscara de mandarina usando etanol al 70% como solvente, tiempo (8 h), temperatura (60 °C), considerando 5 g de cáscara de mandarina seca. Bajo las condiciones antes mencionadas obtuvieron rendimiento de extracto de 34.85%, donde pudieron determinar el contenido de compuestos fenólicos (1057.50 mg GAE/ 100 g de dw) y contenido de flavonoides totales (9.50 mg de equivalente de naringina/100 g de dw).

3.1.2. Extracción convencional usando como pre tratamiento tecnologías emergentes

Los pre tratamientos son aplicados con el objetivo de aumentar los rendimientos de la extracción de compuestos bioactivos presentes en diferentes matrices; algunos de los métodos de pre tratamiento no convencionales son la electricidad de alto voltaje (HVED), el ultrasonido y microondas (El Kantar et al., 2019). La HVED fue empleado en la cáscara de toronja antes de la extracción por maceración para la recuperación de naringina y obtuvieron 1.96 g/100 g de dw usando como solvente glicerol acuoso al 20% p/v, 1.86 g/100 g de dw empleando ácido láctico: glucosa (50%:50% v/v), incrementándose la recuperación de la naringina 3 veces comparándola con la extracción empleando agua como solvente 0,57 g/100 g de dw y teniendo una recuperación similar (2,09 /100g ms) cuando utilizaron como solvente etanol 50% v/v (El Kantar et al., 2019).

3.1.3. Extracción por hidrodestilación

La hidrodestilación es un proceso de extracción tradicional, en el cual el mecanismo de acción es mediante arrastre de vapor de agua donde el material de interés se encuentra en el mismo recipiente en el cual se realizará el proceso. La hidrodestilación es empleada para la recuperación de aceites esenciales (EO) de los subproductos del limón, mandarina y toronja (Rossi et al., 2020).

En la extracción de EO a partir de cáscara de mandarina mediante proceso de hidrodestilación, la cáscara fue mezclada con agua destilada y empleando tiempo de extracción de 2 h y temperatura de 100 °C, Rossi et al. (2020), identificaron al Dlimoneno con una concentración elevada en el estado maduro (MAT) 65.6%, seguido por el estado intermedio (INT) 65.4% e inmaduro (IM) 62.8%; así mismo, seguido del D-limoneno también se identificó al γ -terpineno con un mayor nivel en IM (25.5%), seguido del MAT (25.2%) e INT (23.5%). Además, también fueron identificados β -pineno con niveles de

1.99% MAT, 1.89% IM e 1.69% INT, β -mirreno 1.59% para MAT y IM e 1.58% IMT, L- α -terpineol con 1.47% INT, 1.46% IM e 0.80% MAT, éster 2-(metilamino)-metil del ácido benzoico 1.39% INT, 1.24% IM e 0.74% MAT.

4.1.Extracciones no convencionales

Los métodos de extracción no convencionales son empleados para mejorar la calidad y aumentar el rendimiento de los extractos obtenidos, estas tecnologías presentan mejores ventajas a las tecnologías convencionales, como menores tiempos en el proceso, menor gasto energético (Xiong & Chen, 2020), entre los cuales tenemos el método de extracción con agua subcrítica que se emplea para reducir la utilización de solventes contribuyendo con la preservación del ambiente (Lachos-Perez et al., 2020), extracción con fluido supercríticos (Xiong & Chen, 2020), extracción asistida por ultrasonido (Hosseini et al., 2019) y microondas (Su et al., 2019).

3.2.1. Extracción con agua subcrítica

El método de extracción con agua subcrítica (SWE) es un método basado en la utilización del agua como solvente a temperaturas entre 100 y 374 °C y una presión que sea lo suficientemente alto para mantener el agua en estado líquido (>10 MPa) (Cheigh et al., 2012), así mismo la SWE es una técnica viable que puede ser empleada para extraer compuestos polares como flavonoides pudiendo extraerse por completo en menos de 30 min (Cheigh et al., 2012; Ko et al., 2016).

Ko et al. (2016), emplearon la SWE en la extracción de hesperidina (117.8 mg/g de dw) a partir de cáscara de mandarina Satsuma utilizando temperatura de 130 °C, tiempo de 10 min y presión de 14 MPa. En otro estudio Cheigh et al. (2012), determinaron hesperidina (72 mg/g de dw) y narirutina (11,7 mg/g de dw) en cáscara de mandarina, variedad unshiu empleando diferentes condiciones de proceso como temperatura de 160 °C, en un periodo de 10 min y presión de 10 MPa.

3.2.2. Extracción con fluido supercríticos

La extracción con fluidos supercríticos es un método de extracción amigable con el ambiente, el CO₂ se promueve como un solvente sostenible (Cornelio-Santiago et al., 2017) y es empleado en la extracción supercrítica, debido a las ventajas que presenta como no tóxico, no inflamable, temperatura crítica baja (31,1 °C) y presión baja (7,38 MPa) comparado a otros compuestos puros utilizados como solvente (Cornelio-Santiago et al., 2017; Xiong & Chen, 2020). Además de ser reconocido como Generally Recognized As Safe (GRAS), seguro para su utilización en productos alimenticios (Cornelio-Santiago et al., 2017).

Por lo tanto, varios autores han investigado la extracción con CO₂ supercrítico y CO₂-cosolvente para la recuperación de compuestos bioactivos como aceites esenciales, compuestos fenólicos y carotenoides a partir de cáscara de mandarina (Franco-Arnedo et al., 2020; Tsitsagi et al., 2018; Xiong & Chen, 2020).

Xiong and Chen (2020), bajo las condiciones de temperatura de 45 °C, presión de 14 MPa, tiempo de extracción de 147 min y flujo de CO₂ (20 L/h) y usando 270 g de dw de cáscara de mandarina, lograron obtener rendimiento de extracción de aceite esencial de la cáscara de mandarina de 1.34% y al reducir el tamaño de partícula de la cáscara de

mandarina de 1.0 mm a 0.4 mm obtuvieron un incremento de aceite esencial de 0.72% a 0.89%. Además, lograron determinar ácidos grasos tales como el ácido n-hexadecanoico (14,62%), ácido linoleico (32,3%) y ácido oleico (20,42%).

Por otro lado, Franco-Arnedo et al. (2020) mediante la extracción con CO₂ supercrítico como solvente y etanol como cosolvente, considerando 5 g de cáscara de mandarina seca y parámetros de extracción fijos como tiempo (210 min) y flujo de CO₂ (9 g/min) obtuvieron rendimiento de extracción de 28.47% y determinaron mayor contenido de compuestos fenólicos (1729.11 mg GAE/ 100 g de dw) cuando utilizaron temperatura (80 °C), presión (12 MPa) y etanol (15%) y en diferentes condiciones de temperatura (80°), presión (22 MPa) y etanol (15%) determinaron el mayor contenido de flavonoides totales (37.91 mg de equivalente de naringina/100 g de dw) y bajo esta mismas condiciones el rendimiento de extracción fue 15.78%.

Otro estudio presentado por Tsitsagi et al. (2018), empleando una extracción secuencial de CO₂ supercrítico en la obtención de β-caroteno de la cáscara de mandarina y utilizando una presión de 10 MPa, temperatura de 35 °C y tiempo de extracción de 15 min, determinaron β-caroteno en los extractos obtenidos (1.475-1.491 µg/mL).

3.2.3. Extracción asistida por ultrasonido

EL ultrasonido de alta potencia es un método emergente el cual se está utilizando en procesos productivos de la industria alimentaria (Bruna-Maynou et al., 2020). Es una técnica la cual provoca un efecto de cavitación por las ondas ultrasónicas lo que provoca el rompimiento de la pared celular (Hosseini et al., 2019) acelerando el proceso de extracción, el gasto energético requerido es menor, es un método limpio, requiere bajas temperaturas, no provoca degradación en los compuestos extraídos y tampoco provoca contaminación química (Khandare et al., 2020).

La EAU es una de las tecnologías emergentes que se viene estudiando para la recuperación de aceites esenciales a partir de cáscara de limón dulce (Khandare et al., 2020) y semillas de mandarina (Montoya et al., 2019), carotenoides a partir de cáscara de mandarina (Ordóñez-Santos et al., 2020; Sun et al., 2011), compuestos fenólicos a partir de cáscara de limón (Jagannath & Biradar, 2019; Londoño-Londoño et al., 2010) y pectina a partir de la cáscara de toronja (Wang et al., 2015).

En la extracción de aceites esenciales de la cáscara de limón dulce utilizando EAU, Khandare et al. (2020), obtuvieron un rendimiento de 97% de aceite esencial a partir de cáscara de limón dulce y determinaron d-limoneno 32,9 mg/g de wf, empleando condiciones de velocidad de agitación de 300 rpm a 60 °C de temperatura, potencia ultrasónica de 80 W, frecuencia de 25 kHz y un ciclo de trabajo al 50%, empleando hexano como solvente no polar de grado alimentario con relación de biomasa: disolvente de 1:10, partícula de tamaño 2 mm y un periodo de 15 min.

Asimismo, en otro estudio para la recuperación de aceite esencial, Montoya et al. (2019), obtuvieron un rendimiento de aceites esencial (75%) mediante EAU a partir de semillas de mandarina y mandarina-limón, dentro de los cuales lograron identificar limonina (2846 mg/kg de dw) y nomilina (4651 mg/kg de dw) en semillas de mandarina y para las semillas de mandarina-limón identificaron limonina (2447 mg/kg de dw) y nomilina

(2902 mg/kg de dw) empleando éter de petróleo (17 mL/g de muestra), tiempo de 20 min, temperatura de 40 °C, frecuencia de 37 kHz y potencia de 40 W.

En la obtención de carotenoides mediante EAU de la cáscara de la mandarina con una temperatura de 60 °C, tiempo de 60 min, relación sólido-líquido de 0,0004 g/mL, frecuencia de 42 kHz y potencia de 240 W, se alcanzaron niveles de 140 mg β -caroteno/100 g de dw (Ordóñez-Santos et al., 2020); por otra parte, Sun et al. (2011) determinaron que el rendimiento máximo de β -caroteno mediante extracción EAU se obtuvo bajo condiciones de 25 °C, donde fue 2,99 veces mayor a un tamaño de partícula de 0,45 a 2 mm empleando una potencia de 950 W y frecuencia de 21-25 kHz sin mostrar datos de cuantificación de los niveles obtenidos, así mismo la extracción se vio influenciada de manera significativa por el tamaño de las partículas y el diclorometano provocó la degradación del β -caroteno extraído durante la EAU y el etanol mostró un nivel de rendimiento más elevado durante la EAU.

En la recuperación de compuestos fenólicos fue empleada EAU a una temperatura de extracción de 33 °C, tiempo de 40 min para obtener niveles máximos de compuestos fenólicos (88.06 mg GAE/100 g de wf) y contenido de flavonoides (13.92 mg catequina equivalentes (CE)/100 g de wf) de la cáscara de limón bajo condiciones como la relación muestra: disolvente (80% de metanol), potencia de 200 W, frecuencia de 30 kHz y tiempo de extracción de 40 min (Jagannath & Biradar, 2019). En otro estudio Londoño-Londoño et al. (2010) lograron obtener compuestos fenólicos de la cáscara de limón dulce en niveles de 74,80 mg GAE/g de wf y para cáscara de mandarina obtuvieron niveles de 58,68 mg GAE/g de wf, bajo condiciones de frecuencia de 60 kHz, tiempo de 60 min, temperatura de 40 °C y empleando metanol al 100% como disolvente. Demostrando que la cáscara de limón y mandarina tienen un alto contenido compuestos fenólicos (Londoño-Londoño et al., 2010).

Asimismo, Safdar et al. (2017), utilizaron EAU para la recuperación de compuestos fenólicos, obtuvieron (32,48 mg GAE/g de dw) utilizando etanol al 80% como solvente, relación muestra: disolvente (1:20), temperatura 45 °C, tiempo 60 min y frecuencia de 35 kHz. Así mismo dentro del extracto extraído, fueron identificados 11 compuestos fenólicos, incluyendo cinco ácidos fenólicos y seis flavonoides, donde el ácido ferúlico y la hesperidina fueron los compuestos fenólicos con mayor concentración, mientras que el ácido cafeico fue el compuesto fenólico de menor concentración. Por otro lado, Dahmoune et al. (2013) obtuvieron niveles máximos (15.08 mg GAE/g de dw) de compuestos fenólicos a partir de la cáscara de limón empleando EAU utilizando etanol al 63,93% como solvente, 40 ml/g de líquido: sólido, tiempo de 15 min y frecuencia de 20 kHz. En otro estudio Hayat et al. (2010) en la recuperación de compuestos fenólicos a partir de la cáscara de mandarina Kinnow empleando EAU determinaron que las condiciones óptimas para alcanzar niveles máximos (3583.5 μ g/g de dw) de compuestos fenólicos fueron potencia de 200 W, frecuencia de 59 kHz, temperatura ambiente, tiempo de 60 min y utilizando metanol al 80% (80 mL) considerando 4g de muestra.

En la extracción de pectina empleando EAU, Wang et al. (2015), determinan rendimiento de 27,34% de pectina, bajo condiciones de intensidad de potencia 12,56 W/cm², temperatura de extracción de 66,71 °C y tiempo de zonificación de 27,95 min, así mismo la pectina extraída por EAU presento un mejor color y una composición de microestructura más suelta; por otro lado, poseía una viscosidad, peso molecular y grado de esterificación más bajos; pero mayor grado de ramificación y pureza. En otro estudio

para la obtención de pectina a partir de cáscara de toronja mediante EAU Bagherian et al. (2011) obtuvieron un rendimiento (17,92%) utilizando temperatura de 70 °C, tiempo de 25 min, frecuencia de 24 kHz, 200 W, 300 mL de agua destilada como solvente, pH 1.5 y considerando 6 g de cáscara de toronja seca.

3.2.4. Extracción asistida por microondas

Ante los métodos de extracción convencional se presenta como alternativa la extracción asistida por microondas (MAE), teniendo como ventaja tiempo de proceso menor, menor cantidad de solventes, mayor rendimiento de extracción y es un proceso económico (Su et al., 2019), la MAE puede incrementar la presión intracelular provocando el rompimiento de la membrana celular y la liberación de compuestos de interés (Gan et al., 2020). Es así que Gan et al. (2020) utilizaron distintos tratamientos como hidróxido de sodio por microondas (MST), tratamiento enzimático por microondas (MET) y el tratamiento por microondas y ultrasonido (MUT) la recuperación y determinación del rendimiento de las fibras dietéticas solubles extraíbles (SDF) presente en la cáscara de toronja mediante método de extracción asistida por microondas, obteniendo un rendimiento para MST-SDF de 17,19 %, siendo mayor en comparación a MET-SDF (9.13 %) y MUT-SDF (8.35 %) mostrando una pureza elevada de fibra dietética extraíble, empleando condiciones de extracción de temperatura de 80 °C, tiempo de 40 min y 500 W.

Por otra parte, la extracción de compuestos fenólicos a partir de cáscara de limón a sido reportado por Dahmoune et al. (2013), donde para la recuperación de compuestos fenólicos a partir de la cáscara de limón por MAE utilizaron etanol al 48% como solvente, relación (28:1) disolvente: sólido, 123 segundos y 400 W, donde bajo estas condiciones lograron rendimientos máximos de compuestos fenólicos (15.74 mg GAE/g de dw). Por otro lado, Ahmad and Langrish (2012), determinaron que las condiciones de extracción para alcanzar niveles máximos (23.2 mg GAE/g dw) de compuestos fenólicos a partir de la cáscara de mandarina son relación sólida: disolvente (1:2), temperatura de 135°C, potencia máxima (MW) de 400 w, tiempo en el proceso de extracción de 3 min y pH entre 1.5 – 2.5, alcanzando niveles de ácidos fenólicos de 23,2 mg GAE/g de wf.

La MAE es empleada para la recuperación de pectina de cáscara de limón dulce donde el rendimiento de pectina alcanzado fue de 25.31% bajo condiciones de potencia de microondas de 700 W, tiempo de irradiación de 3 min, y pH de 1.5, asimismo, la pectina recuperada en condiciones óptimas fue caracterizada mostrando que contiene ácido galacturónico (GalA 60.0%) y ácido galactosa Gal (27.2%) peso molecular (615.836 kDa); además contiene en su estructura 55.7% de homogalacturonan (HG) y 42.2% de rhamnogalacturonan-I (RG-I) (Rahmani et al., 2020). En otro estudio para la recuperación de pectina de cáscara de toronja empleando MEA, Bagherian et al. (2011), encontraron un rendimiento máximo de pectina (27,81%), usando condiciones tales como tiempo de 6 min, potencia de 900 W, frecuencia de 2450 MHz, temperatura de 70 °C, 300 mL de agua destilada como solvente, pH 1.5 y considerando 6 g de cáscara de toronja seca.

3.2.5. Extracción mediante tecnología emergente empleando un tratamiento tradicional como pre tratamiento.

Los métodos de extracción tradicionales como la maceración representan una serie de inconvenientes hasta cierto grado, por lo cual para dar solución a estos inconvenientes en

la recuperación de compuestos se emplean posteriormente tecnologías emergentes como la EAU (Ma et al., 2009). Posterior a un tratamiento de maceración con una temperatura de 40 °C entre 1 a 8 h, Ma et al. (2009), determinaron compuestos fenólicos a partir de cáscara de mandarina donde encontraron ácidos cafeico de 12.46 a 31.72 µg/g de dw, ferúlico de 189.99 a 763.54 µg/g de dw y vainílico de 19,23 a 29,99 µg/g de dw, empleando EAU bajo las condiciones de temperatura de 15 °C durante 1 h, empleando metanol al 80% (40 mL) como solvente y frecuencia de 60 kHz.

4. CONCLUSIONES

Esta revisión analizó la composición de los subproductos de mandarina, limón y toronja generados por la industria del procesamiento industrial, encontrando en su composición carotenoides, compuestos fenólicos, fibra dietética, vitamina C, aceites esenciales, pectina los cuales se encuentran en diferentes niveles en los cítricos analizados, asimismo los subproductos que se generan se encuentran entre el 50% - 60% del peso total de la fruta. Pocas investigaciones se han centrado en la utilización de la fermentación en estado sólido. Este proceso fue empleado de forma general para la recuperación de pectina de la cáscara de limón y para el desarrollo de diferentes hongos siendo el *A. niger* quien tiene un mejor desarrollo, teniendo como factores más determinantes la humedad relativa, temperatura, inóculo dentro de su proceso de desarrollo los cuales deben estar controlados.

La mayoría de las investigaciones que fueron descritas en esta revisión se han centrado en la recuperación de compuestos bioactivos usando tecnologías emergentes las cuales presentaron mayores rendimientos en los extractos obtenidos, los diferentes estudios presentados se centran en recuperación de compuestos como aceites esenciales, pectina y compuestos fenólicos, por otra parte pocos estudios se presentan para obtención de carotenoides y fibra dietética de los subproductos de mandarina, limón y toronja, los diferentes métodos de extracción no tradicionales se presentan como una técnica de interés para la recuperación de dichos compuestos, sustituyendo las tecnologías tradicionales, donde los principales factores a tener en cuenta son la temperatura requerida, presión, solvente y tiempo necesario para el desarrollo de los procesos.

5. AGRADECIMIENTOS

Agradecer de manera muy especial a la Universidad Nacional de Frontera y en especial a la E.P. Industrias Alimentarias por todas las facilidades brindadas. Asimismo, a la revista Aypate, y de manera muy especial a su Editor en Jefe y a su Comité Editorial, por la oportunidad brindada de difundir nuestros trabajos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ahmad, J., & Langrish, T. A. G. (2012). Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction. *Journal of Food Engineering*, 109(1), 162-174. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.09.017
- Al-Juhaimi, F. (2014). CITRUS FRUITS BY-PRODUCTS AS SOURCES OF BIOACTIVE COMPOUNDS WITH ANTIOXIDANT POTENTIAL.
- Bagherian, H., Zokaee Ashtiani, F., Fouladitajar, A., & Mohtashamy, M. (2011). Comparisons between conventional, microwave- and ultrasound-assisted methods

- for extraction of pectin from grapefruit. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 50(11), 1237-1243. doi: 10.1016/j.cep.2011.08.002.
- Berk, Z. (2016). Chapter 10 - By-products of the citrus processing industry. In Z. Berk (Ed.), *Citrus Fruit Processing* (pp. 219-233). Academic Press. doi: 10.1016/B978-0-12-803133-9.00010-2.
- Bier, M. C. J., Medeiros, A. B. P., De Kimpe, N., & Soccol, C. R. (2019). Evaluation of antioxidant activity of the fermented product from the biotransformation of R- (+) - limonene in solid-state fermentation of orange waste by *Diaporthe* sp. *Biotechnology Research and Innovation*, 3(1), 168-176. doi: 10.1016/j.biori.2019.01.002.
- Biz, A., Finkler, A. T. J., Pitol, L. O., Medina, B. S., Krieger, N., & Mitchell, D. A. (2016). Production of pectinases by solid-state fermentation of a mixture of citrus waste and sugarcane bagasse in a pilot-scale packed-bed bioreactor. *Biochemical Engineering Journal*, 111, 54-62. doi: 10.1016/j.bej.2016.03.007
- Bruna-Maynou, F. J., Castro, R., Rodríguez-Dodero, M. C., G. Barroso, C., & Durán-Guerrero, E. (2020). Flavored Sherry vinegar with citric notes: Characterization and effect of ultrasound in the maceration of orange peels. *Food Research International*, 133, 109165. doi: 10.1016/j.foodres.2020.109165
- Bustamante, J., van Stempvoort, S., García-Gallarreta, M., Houghton, J. A., Briers, H. K., Budarin, V. L., Matharu, A. S., & Clark, J. H. (2016). Microwave assisted hydro-distillation of essential oils from wet citrus peel waste. *Journal of Cleaner Production*, 137, 598-605.
- Colodel, C., Vriesmann, L. C., Teófilo, R. F., & de Oliveira Petkowicz, C. L. (2018). Extraction of pectin from ponkan (*Citrus reticulata* Blanco cv. Ponkan) peel: Optimization and structural characterization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 117, 385-391. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2018.05.048
- Cornelio-Santiago, H. P., Gonçalves, C. B., de Oliveira, N. A., & de Oliveira, A. L. (2017). Supercritical CO₂ extraction of oil from green coffee beans: Solubility, triacylglycerol composition, thermophysical properties and thermodynamic modelling. *The Journal of Supercritical Fluids*, 128, 386-394. doi: 10.1016/j.supflu.2017.05.030
- Costa, R., Albergamo, A., Arrigo, S., Gentile, F., & Dugo, G. (2019). Solid-phase microextraction-gas chromatography and ultra-high performance liquid chromatography applied to the characterization of lemon wax, a waste product from citrus industry. *Journal of Chromatography A*, 1603, 262-268. doi: 10.1016/j.chroma.2019.06.049.
- Cruz, A. G., Mtz-Enríquez, A. I., Díaz-Jiménez, L., Ramos-González, R., Valdés, J. A. A., Flores, M. E. C., Martínez, J. L. H., & Ilyina, A. (2020). Production of fatty acid methyl esters and bioactive compounds from citrus wax. *Waste Management*, 102, 48-55. doi: 10.1016/j.wasman.2019.10.021

- Cheigh, C.-I., Chung, E.-Y., & Chung, M.-S. (2012). Enhanced extraction of flavanones hesperidin and narirutin from Citrus unshiu peel using subcritical water. *Journal of Food Engineering*, 110(3), 472-477. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.12.019.
- Chen, Y., Barzee, T. J., Zhang, R., & Pan, Z. (2019). Chapter 9 - Citrus. In Z. Pan, R. Zhang, & S. Zicari (Eds.), *Integrated Processing Technologies for Food and Agricultural By-Products* (pp. 217-242). Academic Press. doi: 10.1016/B978-0-12-814138-0.00009-5
- Dahmoune, F., Boulekbache, L., Moussi, K., Aoun, O., Spigno, G., & Madani, K. (2013). Valorization of Citrus limon residues for the recovery of antioxidants: Evaluation and optimization of microwave and ultrasound application to solvent extraction. *Industrial Crops and Products*, 50, 77-87. doi: 10.1016/j.indcrop.2013.07.013
- Dar, N. G., Hussain, A., Paracha, G. M., & Akhter, S. (2015). Evaluation of different techniques for extraction of antioxidants as bioactive compounds from citrus peels (industrial by products). *American-Eurasian Journal of Agriculture and Environmental Science*, 15(4), 676-682.
- Duba, K. S., & Fiori, L. (2015). Extraction of bioactives from food processing residues using techniques performed at high pressures. *Current Opinion in Food Science*, 5, 14-22. doi: 10.1016/j.cofs.2015.06.009
- El Kantar, S., Rajha, H. N., Boussetta, N., Vorobiev, E., Maroun, R. G., & Louka, N. (2019). Green extraction of polyphenols from grapefruit peels using high voltage electrical discharges, deep eutectic solvents and aqueous glycerol. *Food Chemistry*, 295, 165-171. doi: 10.1016/j.foodchem.2019.05.111
- Eryildiz, B., Lukitawesa, & Taherzadeh, M. J. (2020). Effect of pH, substrate loading, oxygen, and methanogens inhibitors on volatile fatty acid (VFA) production from citrus waste by anaerobic digestion. *Bioresource Technology*, 302, 122800. doi: 10.1016/j.biortech.2020.122800
- Espinosa-Pardo, F. A., Nakajima, V. M., Macedo, G. A., Macedo, J. A., & Martínez, J. (2017). Extraction of phenolic compounds from dry and fermented orange pomace using supercritical CO₂ and cosolvents. *Food and Bioproducts Processing*, 101, 1-10. doi: 10.1016/j.fbp.2016.10.002
- FAO. (2015). Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura. Mercados principales de cítricos y jugos de cítricos orgánicos.
- FAO. (2016). Citrus Fruit - Fresh and Processed Statistical Bulletin
- Fernández, M. d. I. Á., Espino, M., Gomez, F. J. V., & Silva, M. F. (2018). Novel approaches mediated by tailor-made green solvents for the extraction of phenolic compounds from agro-food industrial by-products. *Food Chemistry*, 239, 671-678. doi: 10.1016/j.foodchem.2017.06.150
- Franco-Arnedo, G., Buelvas-Puello, L. M., Miranda-Lasprilla, D., Martínez-Correa, H. A., & Parada-Alfonso, F. (2020). Obtaining antioxidant extracts from tangerine (*C. reticulata* var. *Arrayana*) peels by modified supercritical CO₂ and their use as

- protective agent against the lipid oxidation of a mayonnaise. *The Journal of Supercritical Fluids*, 165, 104957. doi: 10.1016/j.supflu.2020.104957
- Gan, J., Huang, Z., Yu, Q., Peng, G., Chen, Y., Xie, J., Nie, S., & Xie, M. (2020). Microwave assisted extraction with three modifications on structural and functional properties of soluble dietary fibers from grapefruit peel. *Food Hydrocolloids*, 101, 105549. doi: 10.1016/j.foodhyd.2019.105549
- Gómez-Mejía, E., Rosales-Conrado, N., León-González, M. E., & Madrid, Y. (2019). Citrus peels waste as a source of value-added compounds: Extraction and quantification of bioactive polyphenols. *Food Chemistry*, 295, 289-299. doi: 10.1016/j.foodchem.2019.05.136
- Gorinstein, S., Martín -Belloso, O., Park, Y.-S., Haruenkit, R., Lojek, A., Čiž, M., Caspi, A., Libman, I., & Trakhtenberg, S. (2001). Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits. *Food Chemistry*, 74(3), 309-315.
- Hayat, K., Zhang, X., Chen, H., Xia, S., Jia, C., & Zhong, F. (2010). Liberation and separation of phenolic compounds from citrus mandarin peels by microwave heating and its effect on antioxidant activity. *Separation and Purification Technology*, 73(3), 371-376. doi: 10.1016/j.seppur.2010.04.026
- Hosseini, S. S., Khodaiyan, F., Kazemi, M., & Najari, Z. (2019). Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125, 621-629. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2018.12.096
- Jagannath, A., & Biradar, R. (2019). Comparative Evaluation of Soxhlet and Ultrasonics on the Structural Morphology and Extraction of Bioactive Compounds of Lemon (*Citrus limon L.*) Peel. *J Food Chem Nanotechnol*, 5(3), 56-64.
- Khandare, R. D., Tomke, P. D., & Rathod, V. K. (2020). Kinetic modeling and process intensification of ultrasound-assisted extraction of d-limonene using citrus industry waste. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 108181. doi: 10.1016/j.cep.2020.108181
- Ko, M.-J., Kwon, H.-L., & Chung, M.-S. (2016). Pilot-scale subcritical water extraction of flavonoids from satsuma mandarin (*Citrus unshiu* Markovich) peel. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 38, 175-181. doi: 10.1016/j.ifset.2016.10.008
- Kundu, D., Das, M., Mahle, R., Biswas, P., Karmakar, S., & Banerjee, R. (2020). Chapter 7 - Citrus fruits. In C. M. Galanakis (Ed.), *Valorization of Fruit Processing By-products* (pp. 145-166). Academic Press. doi: 10.1016/B978-0-12-817106-6.00007-1
- Lachos-Perez, D., Baseggio, A. M., Mayanga-Torres, P. C., Maróstica, M. R., Rostagno, M. A., Martínez, J., & Forster-Carneiro, T. (2018). Subcritical water extraction of flavanones from defatted orange peel. *The Journal of Supercritical Fluids*, 138, 7-16. doi: 10.1016/j.supflu.2018.03.015

- Lachos-Perez, D., Baseggio, A. M., Torres-Mayanga, P. C., Ávila, P. F., Tompsett, G. A., Marostica, M., Goldbeck, R., Timko, M. T., Rostagno, M., Martínez, J., & Forster-Carneiro, T. (2020). Sequential subcritical water process applied to orange peel for the recovery flavanones and sugars. *The Journal of Supercritical Fluids*, 160, 104789. doi: 10.1016/j.supflu.2020.104789
- Larios-Cruz, R., Rodríguez-Jasso, R. M., Ruiz, H. A., Prado-Barragán, A., Wong-Paz, J. E., Rodríguez-Herrera, R., Montañez, J. C., & Aguilar, C. N. (2018). Utilization of Citrus Waste Biomass for Antioxidant Production by Solid-State Fermentation. In *Waste to Wealth* (pp. 83-96). Springer.
- Londoño-Londoño, J., Lima, V. R. d., Lara, O., Gil, A., Pasa, T. B. C., Arango, G. J., & Pineda, J. R. R. (2010). Clean recovery of antioxidant flavonoids from citrus peel: Optimizing an aqueous ultrasound-assisted extraction method. *Food Chemistry*, 119(1), 81-87. doi: 10.1016/j.foodchem.2009.05.075
- López-Gómez, J. P., Manan, M. A., & Webb, C. (2020). Chapter 7 - Solid-state fermentation of food industry wastes. In M. R. Kosseva & C. Webb (Eds.), *Food Industry Wastes (Second Edition)* (pp. 135-161). Academic Press. doi: 10.1016/B978-0-12-817121-9.00007-3
- Ma, Y.-Q., Chen, J.-C., Liu, D.-H., & Ye, X.-Q. (2009). Simultaneous extraction of phenolic compounds of citrus peel extracts: Effect of ultrasound. *Ultrasonics Sonochemistry*, 16(1), 57-62. doi: 10.1016/j.ultsonch.2008.04.012
- Madeira, J. V., Nakajima, V. M., Macedo, J. A., & Macedo, G. A. (2014). Rich bioactive phenolic extract production by microbial biotransformation of Brazilian Citrus residues. *Chemical Engineering Research and Design*, 92(10), 1802-1810. doi: 10.1016/j.cherd.2014.07.014
- Mahato, N., Sinha, M., Sharma, K., Koteswararao, R., & Cho, M. H. (2019). Modern Extraction and Purification Techniques for Obtaining High Purity Food-Grade Bioactive Compounds and Value-Added Co-Products from Citrus Wastes. *Foods*, 8(11), 523.
- Mantzouridou, F. T., Paraskevopoulou, A., & Lalou, S. (2015). Yeast flavour production by solid state fermentation of orange peel waste. *Biochemical Engineering Journal*, 101, 1-8. doi: 10.1016/j.bej.2015.04.013
- Marín, F. R., Soler-Rivas, C., Benavente-García, O., Castillo, J., & Pérez-Alvarez, J. A. (2007). By-products from different citrus processes as a source of customized functional fibres. *Food Chemistry*, 100(2), 736-741. doi: 10.1016/j.foodchem.2005.04.040
- MINAGRI, (2017). Ministerio de Agricultura. Citricos. Lima, Perú Montoya, C., González, L., Pulido, S., Atehortúa, L., & Robledo, S. M. (2019). Identification and quantification of limonoid aglycones content of Citrus seeds. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 29(6), 710-714. doi: 10.1016/j.bjp.2019.07.006

- Nakajima, V. M., Madeira, J. V., Macedo, G. A., & Macedo, J. A. (2016). Biotransformation effects on anti lipogenic activity of citrus extracts. *Food Chemistry*, 197, 1046-1053. doi: 10.1016/j.foodchem.2015.11.109
- Ndayishimiye, J., & Chun, B. S. (2017). Optimization of carotenoids and antioxidant activity of oils obtained from a co-extraction of citrus (Yuzu ichandrin) byproducts using supercritical carbon dioxide. *Biomass and Bioenergy*, 106, 1-7. doi: 10.1016/j.biombioe.2017.08.014
- Ndayishimiye, J., Lim, D. J., & Chun, B. S. (2018). Antioxidant and antimicrobial activity of oils obtained from a mixture of citrus by-products using a modified supercritical carbon dioxide. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 57, 339-348. doi: 10.1016/j.jiec.2017.08.041
- Ordóñez-Santos, L. E., Esparza-Estrada, J., & Vanegas-Mahecha, P. (2020). Ultrasound-assisted extraction of total carotenoids from mandarin epicarp and application as natural colorant in bakery products. *LWT*, 110598. doi: 10.1016/j.lwt.2020.110598
- Peterson, J., Dwyer, J., Adlercreutz, H., Scalbert, A., Jacques, P., & McCullough, M. L. (2010). Dietary lignans: physiology and potential for cardiovascular disease risk reduction. *Nutrition Reviews*, 68(10), 571-603. doi: 10.1111/j.1753-4887.2010.00319.x
- Rahmani, Z., Khodaiyan, F., Kazemi, M., & Sharifan, A. (2020). Optimization of microwave-assisted extraction and structural characterization of pectin from sweet lemon peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 147, 1107-1115. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.10.079
- Ramful, D., Bahorun, T., Bourdon, E., Tarnus, E., & Aruoma, O. I. (2010). Bioactive phenolics and antioxidant propensity of flavedo extracts of Mauritian citrus fruits: Potential prophylactic ingredients for functional foods application. *Toxicology*, 278(1), 75-87. doi: 10.1016/j.tox.2010.01.012
- Reynoso-Camacho, R., Rodríguez-Villanueva, L. D., Sotelo-González, A. M., Ramos-Gómez, M., & Pérez-Ramírez, I. F. (2021). Citrus decoction by-product represents a rich source of carotenoid, phytosterol, extractable and nonextractable polyphenols. *Food Chemistry*, 350, 129239. doi: 10.1016/j.foodchem.2021.129239
- Rosales, E., Pazos, M., & Ángeles Sanromán, M. (2018). Chapter 15 - Solid-State Fermentation for Food Applications. In A. Pandey, C. Larroche, & C. R. Soccol (Eds.), *Current Developments in Biotechnology and Bioengineering* (pp. 319-355). Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-444-63990-5.00015-3
- Rossi, R. C., da Rosa, S. R., Weimer, P., Lisbôa Moura, J. G., de Oliveira, V. R., & de Castilhos, J. (2020). Assessment of compounds and cytotoxicity of Citrus deliciosa Tenore essential oils: From an underexploited by-product to a rich source of high-value bioactive compounds. *Food Bioscience*, 38, 100779. doi: 10.1016/j.fbio.2020.100779

- Routray, W., & Orsat, V. (2019). 15 - Agricultural and Food Industry By-Products: Source of Bioactive Components for Functional Beverages. In A. M. Grumezescu & A. M. Holban (Eds.), *Nutrients in Beverages* (pp. 543-589). Academic Press. doi: 10.1016/B978-0-12-816842-4.00015-0
- Ruiz, H. A., Rodríguez-Jasso, R. M., Rodríguez, R., Contreras-Esquivel, J. C., & Aguilar, C. N. (2012). Pectinase production from lemon peel pomace as support and carbon source in solid-state fermentation column-tray bioreactor. *Biochemical Engineering Journal*, 65, 90-95. doi: 10.1016/j.bej.2012.03.007
- Sadh, P. K., Kumar, S., Chawla, P., & Duhan, J. S. (2018). Fermentation: a boon for production of bioactive compounds by processing of food industries wastes (byproducts). *Molecules*, 23(10), 2560.
- Safdar, M. N., Kausar, T., Jabbar, S., Mumtaz, A., Ahad, K., & Saddozai, A. A. (2017). Extraction and quantification of polyphenols from kinnow (*Citrus reticulata* L.) peel using ultrasound and maceration techniques. *Journal of food and drug analysis*, 25(3), 488-500.
- Shan, Y. (2016). Chapter 3 - Extraction Processes of Functional Components From Citrus Peel. In Y. Shan (Ed.), *Comprehensive Utilization of Citrus By-Products* (pp. 31-58). Academic Press. doi: 10.1016/B978-0-12-809785-4.00003-4
- Smeriglio, A., Cornara, L., Denaro, M., Barreca, D., Burlando, B., Xiao, J., & Trombetta, D. (2019). Antioxidant and cytoprotective activities of an ancient Mediterranean citrus (*Citrus lumia* Risso) albedo extract: Microscopic observations and polyphenol characterization. *Food Chemistry*, 279, 347-355. doi: 10.1016/j.foodchem.2018.11.138
- Socol, C. R., Costa, E. S. F. d., Letti, L. A. J., Karp, S. G., Woiciechowski, A. L., & Vandenberghe, L. P. d. S. (2017). Recent developments and innovations in solid state fermentation. *Biotechnology Research and Innovation*, 1(1), 52-71. doi: 10.1016/j.biori.2017.01.002
- Su, D.-L., Li, P.-J., Quek, S. Y., Huang, Z.-Q., Yuan, Y.-J., Li, G.-Y., & Shan, Y. (2019). Efficient extraction and characterization of pectin from orange peel by a combined surfactant and microwave assisted process. *Food Chemistry*, 286, 1-7. doi: 10.1016/j.foodchem.2019.01.200
- Sun, Y., Liu, D., Chen, J., Ye, X., & Yu, D. (2011). Effects of different factors of ultrasound treatment on the extraction yield of the all-trans- β -carotene from citrus peels. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(1), 243-249. doi: 10.1016/j.ultsonch.2010.05.014
- Tian, X., Liu, Y., Feng, X., Khaskheli, A. A., Xiang, Y., & Huang, W. (2018). The effects of alcohol fermentation on the extraction of antioxidant compounds and flavonoids of pomelo peel. *LWT*, 89, 763-769. doi: 10.1016/j.lwt.2017.11.049

- Tsitsagi, M., Ebralidze, K., Chkhaidze, M., Rubashvili, I., & Tsitsishvili, V. (2018). Sequential extraction of bioactive compounds from tangerine (*Citrus Unshiu*) peel. *Annals of Agrarian Science*, 16(2), 236-241. doi: 10.1016/j.aasci.2018.02.007
- Wang, W., Ma, X., Xu, Y., Cao, Y., Jiang, Z., Ding, T., Ye, X., & Liu, D. (2015). Ultrasound-assisted heating extraction of pectin from grapefruit peel: Optimization and comparison with the conventional method. *Food Chemistry*, 178, 106-114. doi: 10.1016/j.foodchem.2015.01.080
- Xiong, K., & Chen, Y. (2020). Supercritical carbon dioxide extraction of essential oil from tangerine peel: Experimental optimization and kinetics modelling. *Chemical Engineering Research and Design*, 164, 412-423. doi: 10.1016/j.cherd.2020.09.032
- Yaqoob, M., Aggarwal, P., Aslam, R., & Rehal, J. (2020). Chapter 15 - Extraction of bioactives from citrus. In Inamuddin, A. M. Asiri, & A. M. Isloor (Eds.), *Green Sustainable Process for Chemical and Environmental Engineering and Science* (pp. 357-377). Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-12-817388-6.00015-5