

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
FACULTAD DE INGENIERÍA EN INDUSTRIAS ALIMENTARIAS
ESCUELA PROFESIONAL DE INDUSTRIAS ALIMENTARIAS



“ESTABILIDAD TÉRMICA, FENÓLICA Y ANTIOXIDANTE DE LA
ENCAPSULACIÓN POR LIOFILIZACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES DE
LA CÁSCARA DE NARANJA; VARIEDAD VALENCIA (*Citrus sinensis*)”

TESIS

Para optar el título de:

INGENIERO EN INDUSTRIAS ALIMENTARIAS

Presentado por:

KARLA ALESSANDRA MIRANDA VARGAS

Tingo María - Perú

2023



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
Tingo María
FACULTAD DE INGENIERIA EN INDUSTRIAS ALIMENTARIAS
Carretera Central Km. 1.21. Teléfono (062) 561385 Apartado Postal 156 Tingo
María E.mail; fia@unas.edu.pe

"Año de la Unidad, la Paz y el Desarrollo"

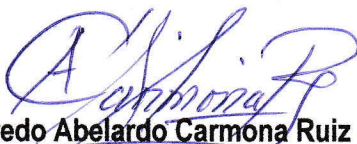
ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS N° 008-2023

Los Miembros del Jurado que suscriben la presenta Acta, reunidos en acto público el 27 de julio del 2023, a horas 11:30 a.m., en la Sala de Grados de la Universidad Nacional Agraria de la Selva, ubicada en la ciudad de Tingo María, provincia de Leoncio Prado, región Huánuco, para calificar la tesis presentada por la Bach. **KARLA ALESSANDRA MIRANDA VARGAS**, titulada:

**"ESTABILIDAD TERMICA, FENOLICA Y ANTIOXIDANTE DE LA
ENCAPSULACION POR LIOFILIZACION DE LOS ACEITES
ESENCIALES DE LA CASCARA DE NARANJA; VARIEDAD VALENCIA
(Citrus sinensis)"**

Después de haber escuchado la sustentación y las respuestas a las preguntas formuladas, lo declaran... *APROBADA*..... con el calificativo de... *MUY BUENO*.....; en consecuencia, la sustentante, queda apta para obtener el título de **Ingeniero en Industrias Alimentarias**, de conformidad con el artículo 45° numeral 45.2, de la Ley Universitaria 30220; los artículos 132 inciso "k" y 135 inciso "f" del Estatuto de la Universidad Nacional Agraria de la Selva.

Tingo María, 27 de julio del 2023


Dr. Alfredo Abelardo Carmona Ruiz
Presidente


Dr. Jaime Eduardo Basilio Atencio
Miembro


M. Sc. Luz Milagros Follegatti Romero
Miembro


Dr. Roberto Dávila Trujillo
Asesor



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
DIRECCIÓN DE GESTIÓN DE INVESTIGACIÓN - DGI
REPOSITORIO INSTITUCIONAL - UNAS
Correo: repositorio@unas.edu.pe



“Año de la unidad, la paz y el desarrollo”

CERTIFICADO DE SIMILITUD T.I. N° 308 - 2023 - CS-RIDUNAS

El Director de la Dirección de Gestión de Investigación de la Universidad Nacional Agraria de la Selva, quien suscribe,

CERTIFICA QUE:

El Trabajo de Investigación; aprobó el proceso de revisión a través del software TURNITIN, evidenciándose en el informe de originalidad un índice de similitud no mayor del 25% (Art. 3° - Resolución N° 466-2019-CU-R-UNAS).

Programa de Estudio:

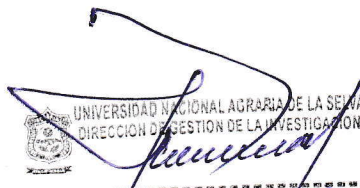
Ingeniería en Industrias Alimentarias

Tipo de documento:

Tesis	X	Trabajo de investigación	
-------	---	--------------------------	--

TÍTULO	AUTOR	PORCENTAJE DE SIMILITUD
ESTABILIDAD TÉRMICA, FENÓLICA Y ANTIOXIDANTE DE LA ENCAPSULACIÓN POR LIOFILIZACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES DE LA CÁSCARA DE NARANJA; VARIEDAD VALENCIA (Citrus sinensis)	KARLA ALESSANDRA MIRANDA VARGAS	21 % Veintiuno

Tingo María, 10 de noviembre de 2023


UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
DIRECCIÓN DE GESTIÓN DE LA INVESTIGACIÓN
Dr. Tomas Menacho Mallqui
DIRECTOR



**VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN
OFICINA DE INVESTIGACIÓN**

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA

**REGISTRO DE TESIS PARA LA OBTENCIÓN DEL
TÍTULO UNIVERSITARIO, INVESTIGACIÓN DOCENTE
Y TESISISTA**

(Resol. N° 113-2019-CU-R-UNAS)

I. Datos Generales de Pregrado

Universidad : Universidad Nacional Agraria de la Selva.
Facultad : Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias.
Título de tesis : “Estabilidad térmica, fenólica y antioxidante de la encapsulación por liofilización de los aceites esenciales de la cáscara de naranja; variedad valencia (Citrus sinensis)”
Autor : Karla Alessandra Miranda Vargas.
Asesor de tesis : Roberto Dávila Trujillo.
Programa de investigación : Ingeniería de alimentos.
Línea(s) de investigación : Ingeniería de alimentos.
Eje Temático : Liofilizado de alimentarios.
Lugar de ejecución : UNAS
Duración : Inicio : Junio 2021
Término : Mayo 2022
Financiamiento : Propio : S/5.000

Tingo María, Perú, Noviembre 2023.

KARLA

Karla Alessandra Miranda Vargas

Tesista

Roberto Dávila Trujillo

Roberto Dávila Trujillo

Asesor

DEDICATORIA

A **DIOS**, por bríndame sabiduría, ser mi guía en todo momento, y darme la fortaleza para continuar en los momentos difíciles, durante mi formación profesional y personal.

A mi querida madre: **Miriam Vargas Rengifo** por brindarme su amor, confianza, paciencia, cariño, consejos y su gran apoyo moral en todo momento y ser mi motivación para salir adelante cada día

A mi hermano: **Brando Gabriel Benavides Vargas** por su apoyo y cariño en cada paso de mi vida.

A mi abuelito: **Leodoberto Vargas Rios** por creer en mí y darme palabras de aliento para cumplir con mis metas.

AGRADECIMIENTOS

- A mis padres Miriam Vargas Rengifo y Carlos Miranda Sánchez por el apoyo, consejos, perseverancia en mi carrera profesional.
- A mis tíos y tías que me acompañaron en este proceso y me brindaron su apoyo.
- A la facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias y a los docentes que me brindaron conocimiento en mi formación académica.
- A la Universidad Nacional Agraria de la Selva por los servicios y la calidad de formación profesional.
- A la Ing. Sissy Meryll, Ing Hans Tafur Pereda, Ing. Darlym Reátegui y los técnicos de los diferentes laboratorios, por su apoyo, conocimiento y amistad durante la ejecución de la investigación.
- A mi asesor: Dr. Roberto Dávila Trujillo por su compromiso y paciencia a la investigación.
- A los miembros del Jurado Dr. Alfredo Carmona Ruiz, Dr. Jaime Basilio Atencio y Ing. Luz Milagros Follegatti Romero por su apoyo, confianza, disposición y aporte durante la investigación desarrollada

ÍNDICE

I.	INTRODUCCIÓN.....	1
II.	REVISIÓN DE LITERATURA	3
2.1.	Antecedentes.....	3
2.2.	Aspectos generales de la naranja	4
2.2.1.	Origen y distribución geográfica	4
2.3.	Clasificación taxonómica.....	5
2.3.1.	Variedad valencia	5
2.3.2.	Usos industriales de los residuos de cítricos	5
2.3.3.	Composición química.....	5
2.4.	Aceite esencial de cítricos.....	6
2.5.	Composición de aceites esenciales	6
2.6.	Métodos de extracción por destilación de vapor.....	7
2.7.	Actividad antioxidante	10
2.8.	Compuestos fenólicos en la cascara de los cítricos	10
2.9.	Encapsulación	10
2.9.1.	Proceso de encapsulación	11
2.9.2.	Maltodextrina.....	11
2.10.	Técnica de encapsulación por liofilización	11
2.11.	Morfología de las capsulas.....	11
2.11.1.	Microscopia electrónica de barrido-MEB.....	12
2.12.	Caracterización térmica.....	12
2.12.1.	Análisis termogravimétrico-TGA.....	12
2.12.2.	Calorimetría diferencial de barrido-DSC.....	12

III. MATERIALES Y MÉTODOS.....	14
3.1. Lugar de ejecución.....	14
3.2. Materia prima.....	14
3.3. Encapsulante	14
3.4. Materiales, equipos y reactivos.....	14
3.4.1. Materiales de laboratorio	14
3.4.2. Equipos de laboratorio.....	14
3.4.3. Reactivos	15
3.5. Método de análisis de la materia prima	15
3.6. Metodología experimental	16
3.6.1. Determinación de la composición fisicoquímica y químico proximal de la cáscara de naranja sus diferentes estados de madurez	16
3.6.2. Determinación del contenido fenólicos totales de la cáscara de naranja.....	18
3.6.3. Determinación de la actividad antioxidante de la cáscara de naranja	19
3.6.4. Extracción de los aceites esenciales de la cáscara de naranja por destilación con arrastre de vapor	20
3.6.5. Análisis fisicoquímico de aceites esenciales	22
3.6.6. Evaluación reológica de los aceites esenciales.....	24
3.6.7. Encapsulación de los aceites esenciales por liofilización.....	25
3.6.8. Eficiencia de microencapsulación (EE).....	27
3.6.9. Determinación del contenido fenólicos totales de los microencapsulado	27
3.6.10. Determinación de la capacidad antioxidante	28
3.6.11. Análisis sensorial	29
3.6.12. Selección de los mejores 4 tratamientos	30
3.6.13. Análisis de morfología por Microscopía de Barrido Electrónico (MEB).....	30
3.6.14. Determinación de color.....	30

3.6.15.	Análisis de termoestabilidad por termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido en simultaneo (TGA/DSC).....	30
3.6.16.	Análisis estadístico.....	30
IV.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	32
3.7.	Evaluación de la materia prima.....	32
3.7.1.	Caracterización fisicoquímica y químico proximal de la cáscara de naranja en sus diferentes estados de madurez	32
3.7.2.	Contenido fenólico de la cascara de naranja secada a 50°C.....	34
3.7.3.	Capacidad antioxidante en la cáscara de naranja secada a 50°C.....	35
3.8.	Evaluación del aceite esencial	36
3.8.1.	Evaluación fisicoquímica	36
3.8.2.	Viscosidad de los aceites esenciales.....	37
3.9.	Evaluación de los tratamientos de aceite esencial encapsulado.....	38
3.9.1.	Eficiencia de microencapsulación (EE).....	39
3.9.2.	Evaluación de Fenoles totales (FT) y capacidad antioxidante (DPPH y ABTS) del aceite esencial encapsulado.	40
3.9.3.	Análisis sensorial.....	42
3.10.	Caracterización sobre la microscopía electrónica de barrido (SEM), colorimetría, termogravimetría (TGA) y calorimetría deferencial de Barrido (DSC) de los mejores tratamientos de aceite esencial encapsulados	44
3.10.1.	Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)	44
3.10.2.	Análisis de Colorimetría	48
3.10.3.	Estabilidad térmica por Termogravimetría	49
3.10.4.	Calorimetría Diferencial de Barrido	55
V.	CONCLUSIONES.....	60
VI.	PROPUESTAS A FUTURO	62

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	63
ANEXOS	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Página
Figura 1. Flujograma de obtención de aceite esencial de cáscara de naranja por el método de destilación con arrastre de vapor.....	21
Figura 2. Flujograma de encapsulación de los aceites esenciales de la cáscara de naranja.....	26
Figura 3. Eficiencia de microencapsulación (%EE) medido de los 12 tratamientos de AEE.....	39
Figura 4. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T1, A: 1150 x; B: 3300 x.....	45
Figura 5. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T5, A: 1000 x; B: 3100 x.....	45
Figura 6. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T8, A: 1100 x; B: 3200 x.....	46
Figura 7. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T12, A:1100 x; B:2100 x.....	47
Figura 8. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T1.....	49
Figura 9. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T5.....	49
Figura 10. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T8.....	51
Figura 11. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T12.....	52
Figura 12. Termograma (DSC) tratamiento T1.....	56
Figura 13. Termograma (DSC) tratamiento T5.....	58
Figura 14. Termograma (DSC) tratamiento T8.....	58
Figura 15. Termograma (DSC) tratamiento T12.....	59

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición fisicoquímica aproximada de la cascara de naranja.....	6
Tabla 2. Componentes volátiles del aceite esencial de la cáscara de naranja.....	7
Tabla 3. Análisis comparativo de los principales métodos de extracción de aceites esenciales.....	9
Tabla 4. Formulaciones de los tratamientos de la encapsulación de los aceites esenciales.....	24
Tabla 5. Caracterización fisicoquímica del jugo de naranjas (<i>Citrus cinensis</i>).....	31
Tabla 6. Análisis químico proximal de la cascara de naranja.....	32
Tabla 7. Resultados del contenido de polifenoles de la cascara de naranja.....	33
Tabla 8. Resultados de la capacidad antioxidante DPPH de la cascara de naranja.....	34
Tabla 9. Resultados de la capacidad antioxidante ABTS de la cascara de naranja.	35
Tabla 10. Resultados del análisis fisicoquímico del aceite de la cascara de naranja.	35
Tabla 11. Resultados del análisis Reológico del aceite de la cáscara de naranja.....	37
Tabla 12. Resultados de eficiencia de microencapsulación (EE)	38
Tabla 13. Fenoles totales (FT) y capacidad antioxidante (DPPH y ABTS) del aceite esencial encapsulado.....	39
Tabla 14. Análisis de morfología y tamaño de partículas del encapsulado de aceite esencial Análisis sensorial de los tratamientos de AEE.....	42
Tabla 15. Análisis de morfología y tamaño de partículas del encapsulado de aceite esencial.....	44
Tabla 16. Colorimetría de partículas del encapsulado de aceite esencial.....	47
Tabla 17. Análisis termogravimétrico del aceite esencial encapsulado.....	53
Tabla 18. Análisis DSC en aceite esencial encapsulado.....	54
Tabla 19. Análisis DSC en aceite esencial encapsulado.....	56
Tabla 20. Análisis calorimétrico en aceite esencial encapsulado.....	58

RESUMEN

La producción de naranjas en el Perú crece constantemente generando a su vez residuos como la cascara o semillas, el tal sentido este estudio tuvo como finalidad determinar la estabilidad térmica, fenólica y capacidad antioxidante del aceite esencial de cáscara de naranja encapsulada por liofilización. La cascara de naranja se usó como materia prima presentó mayor contenido fenólico y acidez en la variedad verde. El aceite esencial se extrajo de la cáscara de naranja (verde, maduro y pintón), siendo luego encapsulados en 12 tratamientos (T1 al T12) con altos porcentajes de rendimiento (64,20 a 71,66%). Los tratamientos encapsulados con su propia biomasa (T10, T11 y T12) como material de pared presentaron mayores polifenoles totales (de 17,64 a 23,05 mg EAG/g) y actividad antioxidante (DPPH de 46,24 a 185,39 mg μ Mol ET/g y ABTS de 7,73 a 29,50 mg μ Mol ET/g). En el análisis sensorial estos mismos tratamientos tuvieron menor aceptabilidad (amargor). De los análisis descritos los mejores tratamientos fueron T1, T5, T8 y T12; a los cuales se observó por medio del microscopía que poseían formas de partículas amorfas irregulares, rugosa y lisas. Con tamaño desde 18,68 μ m (T1) hasta 54,38 μ m (T12). El T1 fue el más cercano al blanco claro absoluto. Los T1, T5 y T8 presentaron valores con una ligera tendencia al verde. Los tratamientos T1, T5 y T8 presentaron zonas similares de pérdida de masa, a comparación con el T12, debido a la presencia de su propia biomasa. El mayor rango de temperatura de estabilidad térmica lo logró el T1 (30,63°C – 161,19°C), sin embargo, el tratamiento que alcanzó la mayor temperatura fue el T5 (82,02°C), siendo el T12 el que presentó una diferenciada menor estabilidad térmica (21,01 °C).

Palabras claves: Ácido isoascórbico, criodesecación, secado por sublimación, liofilización, Citranjo, Tangor, Citrus aurantium sinensis.

ABSTRACT

The production of oranges in Peru is constantly growing, thus increasing the waste [from them]. With this in mind, the objective of this study was to determine the thermal, phenolic, and antioxidant stability of essential oil from the peels of oranges [when] encapsulated through lyophilization. The essential oil was extracted from the orange peels (green, mature, and semi-mature), [and] was later encapsulated through twelve treatments (T1 to T12), with high percentages of yield (64.20% to 71.66%). The treatments [that were] encapsulated using their own biomass (T10, T11, and T12) presented the greatest total polyphenols (from 17.64 to 23.05 mg EAG/ g) and antioxidant activity (DPPH from 46.24 to 185.39 mg μ Mol ET/g, and ABTS from 7.73 to 29.50 mg μ Mol ET/g). For the sensory analysis, these same treatments had the least acceptability (highest bitterness). The best treatments were T1, T5, T8, and T12; which presented irregular, rough and smooth, amorphous particles, with sizes from 18.68 μ m (T1) to 54.38 μ m (T12). [Treatment] T1 was the closest to an absolute clear white. [Treatments] T1, T5, and T8 presented values with a slightly green tendency. [Treatments] T1, T5, and T8 presented similar zones for loss of mass, in comparison to T12, due to the presence of the biomass. The greatest temperature range for thermal stability was achieved with T1 (30.63°C – 161.19°C), however, the treatment with which the greatest temperature was reached was T5 (82.02°C); with T12 having the least thermal stability (21.01 °C).

Keywords: erythorbic acid, cryodesiccation, drying through sublimation, lyophilization, citranjo, tangor, *Citrus aurantium sinensis*

I. INTRODUCCIÓN

La producción de naranjas en el Perú está en constante crecimiento debido al alto consumo desde el punto de vista doméstico e industrial, dentro de sus procesos se generan grandes volúmenes de residuos que están conformados por las cascara, semillas y los residuos de membrana generados especialmente en la industria de procesamiento, datos que se encuentran aproximadamente entre el 50-60% del peso total de la fruta, por lo tanto surge la necesidad de utilizar estos residuos para encontrar nuevos valores y poder explorar la conversión potencial de estos residuos en productos económicamente valiosos (WEDAMULLA *et al.*, 2022)

Los residuos de la cascara de naranja como residuos orgánicos, químicamente contiene metabolitos secundarios que son muy importantes porque tienen principios activos que tienen buenos beneficios para la nutrición y salud, en esa dirección esta investigación logró estudiar utilizando un proceso no convencional como es la encapsulación de compuestos químicos, donde los residuos de la naranja especialmente sobre la biomasa de la cascara fueron tratados para encontrar las mejores técnicas de recuperación y encapsulación con el fin de obtener una mejor biodisponibilidad para el ser humano y asegurar la más alta calidad para aplicaciones alimentarias.

Uno de los metabolitos predominantes de la cascara de naranja son los aceites esenciales compuestos que tienen buenas características físicas, químicas y organolépticas, por su propia naturaleza son insolubles en agua, volátiles, sensibles al oxígeno, la temperatura y la luz, por lo que no se pueden incorporar directamente a los alimentos. Una forma para evitar dichos problemas es la tecnología de encapsulación, en la que el ingrediente activo se envuelve en un material encapsulante. Esto permite el desarrollo de metabolitos basados en aceites esenciales partiendo de la cascara de naranja encapsulado, para extender la vida útil de los alimentos. Los aceites esenciales poseen propiedades funcionales, organolépticas, antiinflamatorias y antimicrobianas bien establecidas; por lo tanto, son potencialmente útiles como aditivos alimentarios (SINGH *et al.*, 2021).

Bajo este contexto se planteó la investigación considerando los siguientes objetivos:

- Evaluar las características fisicoquímicas, fenólicas y antioxidantes de la cáscara de naranja en sus diferentes estados de madurez.

- Extraer y encapsular los aceites esenciales de la cáscara de naranja.
- Caracterización fisicoquímica (densidad relativa, índice de refracción, pH, índice de acidez, índice de esteres e índice de peróxidos) y comportamiento reológico (viscosidad) de los aceites esenciales
- Determinar la eficiencia de encapsulación, el contenido fenólico, capacidad antioxidante y análisis sensorial de los aceites esenciales encapsulados.
- Seleccionar los 4 mejores tratamientos y realizar su caracterización de microestructura por microscopía electrónica de barrido (MEB), color y evaluar su termoestabilidad por termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC).

II. REVISIÓN DE LITERATURA

2.1. Antecedentes

La microencapsulación de aceite esencial de naranja semi madura (SOEO, 10% p/p) se obtuvo mediante emulsificación/liofilización, en la que la eficiencia de microencapsulación (MEE) de aceite esencial encapsulado (SOEO) fue tan alta como 90,19 y 75,75%, respectivamente. El análisis de microscopia electrónica de barrido mostró microesferas de SO1, SO2 y SO3 con formas irregulares. Aunque la estabilidad térmica de todas las microesferas formuladas, las curvas TG y DTG indicaron una tasa más lenta de volatilización y degradación de SOEO en SO (De Araujo et al., (2021)

Nguyen et al., (2022) utilizaron maltodextrina como materia prima y evaluaron los factores que afectan la microencapsulación del aceite esencial de cítricos (CSEO) mediante secado por aspersión. Estos parámetros de estudio incluyeron la concentración de maltodextrina (20–35 % p/p), la concentración de CSEO (1,0–2,5 % p/p), la temperatura de entrada (120–180 °C) y el caudal. Se analizaron cuidadosamente las velocidades de alimentación (120–240 ml/h). Como resultado, se determinaron para diferentes partículas Manejo de parámetros válidos a velocidad. Esta condición adecuada le da al polvo un bajo contenido de humedad (3,01%), un alto rendimiento de secado del 90,05%, un alto valor de MEE (89,94%), Después de la microencapsulación, la composición química del aceite esencial permanece sin cambios sin ningún impacto significativo en la calidad del producto.

La encapsulación de aceites esenciales de *Ocimumbasilicum* L. mediante la técnica de liofilización utilizando mezclas binarias maltodextrinas y goma de acacia para investigar su actividad insecticida contra tres plagas de insectos de productos almacenados *Rhyzoperthadominica*, *Sitophilusoryzae* y *Triboliumcastaneum* por contacto directo y efectos de toxicidad por ingestión. Los aceites esenciales se obtuvieron mediante extracción por microondas sin disolventes (SFME) y métodos convencionales de hidrodestilación (HD). Los resultados de los efectos tóxicos confirman que las cápsulas de aceites esenciales *O. basilicum* fueron altamente efectivas contra *R. dominica* que contra *S. oryzae*, a excepción de *T. castaneum* que era insensible (Chenni et al., 2020).

Dos aceites esenciales (AE), timol y carvacrol, con estructuras químicas similares se encapsularon en nanopartículas de zeína utilizando el método de dispersión líquido-líquido. Se realizaron tres tratamientos de pH diferentes aplicado para estudiar la morfología, estructura,

propiedad antioxidante y antimicrobiana de las nanopartículas. Después de la liofilización, las muestras de la condición ácida tendían a formar una película, pero las muestras de las condiciones neutras y básicas nanopartículas formadas. Las propiedades antioxidantes fueron analizadas por espectrofotométrico de radicales (DPPH) e iones férricos. El DPPH se redujo en el rango de 24,8 - 66,8% dependiendo de la formulación y más del 65% de radicales libres hidroxilos fueron apagados por muestras. Se logró una reducción de *Escherichia coli* de 0.8-1.8 log UFC/ml en presencia de nanopartículas que encapsulan OE (Wu et al., 2012).

2.2. Aspectos generales de la naranja

2.2.1. Origen y distribución geográfica

Citrus sinensis (Naranja dulce) es un pequeño árbol siempre verde de 7,5 m de altura y en algunos casos hasta 15 m. Se originó en el sur de China donde se ha cultivado durante muchos años, pero hoy se cultiva comercialmente en todo el mundo tropical, semitropical y algunas regiones templadas cálidas. La naranja produce coriáceos y hojas perennes de diferentes formas, desde elípticas hasta oblongas u ovaladas, de 6,5 a 15 cm de largo y 2,5-9,5 cm de diámetro, generalmente con alas estrechas en los pecíolos. Los frutos, pueden ser de globulares a ovalados, mide de 6,5 a 9,5 cm de diámetro, y maduran a naranja o amarillo. Anatómicamente, la fruta consta de dos partes distintas: pericarpio también llamado cáscara, piel o corteza, y el endocarpio, o saco de pulpa y jugo (Etebu y Nwauzoma, 2014).

El pericarpio consta del flavedo externo o epicarpio compuesto en su mayoría por células parenquimatosas y cutícula. Las glándulas sebáceas incrustadas crean compuestos aromáticos terpenoides como el valenciano, limoneno y alfa / beta sinesenal (Goudeau *et al.*, 2008).

Bajo la epidermis es el flavedo, con su característico color amarillo, verde o naranja. El flavedo es muy fino y frágil que contiene vesículas olíferas en el interior que pueden ser recogidas raspando la capa de flavedo. El albedo es una capa interna esponjosa e incolora de mesófilo que cambia de carácter y grosor a lo largo del desarrollo del fruto, propiedades que determinan la facilidad de pelado. El albedo o mesocarpio que se encuentra debajo del flavedo consta de células tubulares que se unen para constituir la masa de tejido comprimida en el espacio intercelular. El albedo es rico en flavonoides, que si se transfieren al jugo imparte un sabor amargo (Etebu y Nwauzom, 2014).

2.3. Clasificación taxonómica

Según Almeida (2004), La clasificación taxonómica de la naranja es como se describe a continuación: División (Espermatofitas), subdivisión (Angiospermas), clase (Dicotiledoneas), subclase (Archiclamideas), orden (Geraniales), familia (Aurantioideas), genero (Citrus), especie (sinensis).

2.3.1. Variedad valencia

Esta variedad tiene como origen en la Colección Concordia en 1940, desde California, EE.UU. Tipo: Esta es una naranja sin semillas de maduración tardía. Mercado: consumo interno y exportación. Período de cosecha: segunda quincena de agosto. El árbol tiene una fuerte vitalidad, pero las ramas enredadas le dan al follaje un aspecto enredadizo, las hojas son más grandes y crecen en racimos. Características del fruto: la fruta es más grande que la de Valencia late, de forma más ovalada y sin semillas. El color de la cáscara es naranjado fuerte. El jugo tiene una relación equilibrada de sólidos solubles y acidez con una alta proporción de jugo. Es una fruta delicada que es afectada por las bajas temperaturas (Garavello *et al.*, 2019).

2.3.2. Usos industriales de los residuos de cítricos

Los usos principales de los residuos de cítricos son limitados, tales como la producción de biogás, la alimentación de rumiantes y la extracción del aceite esencial. En el sector agrícola se utilizan como compost y biofertilizantes; además el alto contenido en fibras de los residuos cítricos se está usando en el sector textil con la producción de tejidos y prendas derivadas de tejidos naturales como por ejemplo el Orange Fiber, una pequeña empresa italiana donde extraen la celulosa de la pulpa, que es lo que queda tras el exprimir el cítrico, y obtener un tejido totalmente sostenible y biodegradable. Además, al estar enriquecidos con aceites esenciales naturales, algunos de los tejidos son capaces de liberar sobre la piel la vitamina C presente en los aceites, actuando como cosmético y crema vitamínica sobre la piel. También los aceites esenciales son utilizados en la industria farmacéutica y cosmética para la preparación de jabones, perfumes y cosméticos (Ferrara *et al.*, 2023).

2.3.3. Composición química

En el caso de la cascara de naranja de acuerdo con su composición fisicoquímica, contiene azúcares lo que le hace tener un alto valor de carbohidratos, pectina y ácido urónico, se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición fisicoquímica aproximada de la cascara de naranja

Parámetro	Valor
Sólidos Solubles (°Brix)	7,1 ± 1,2
pH	3,93 ± 0,03
Total, de Acidez (g de ácido cítrico/ 100 mL)	0,29 ± 0,03
Índice de Formol	34 ± 2,4
Humedad%	85,9 ± 1,6
Grasa % (MS)	1,55 ± 0,17
Ceniza % (MS)	3,29 ± 0,19
Proteína % (MS)	6,16 ± 0,23
Carbohidratos % (MS)	89,0 ± 1,1
Azúcares Neutrales	3,8 ± 0,3
Ácido urónico	7,1 ± 0,9
Lignina	3,2 ± 0,4
Pectina% (MS)	17 ± 5

*MS=en masa seca. Fuente: (Cerón y Cardona, 2011).

2.4. Aceite esencial de cítricos

Según Ruiz y FLOTATS (2014), los aceites esenciales de cítricos son mezclas complejas de compuestos aromáticos volátiles presentes en las pequeñas vesículas ubicadas en el flavedo (la cáscara superior de la fruta) o exocarpio de la fruta cítrica. Estos aceites se suelen extraer mediante vapor, por destilación o prensado en frío y los rendimientos pueden variar de 0,20% a 0,70% sobre el peso total del fruto.

2.5. Composición de aceites esenciales

La composición de los aceites esenciales depende de muchos factores como el tipo de variedad, el origen, el dulzor o el amargor, la madurez y la temporada de cosecha de los cítricos, se realiza el estudio de cromatografía de gases y análisis de espectrometría de masas para encontrar la composición. Los componentes volátiles comprenden más del 85 % tales como sesquiterpenos, monoterpenos y sesquiterpenoides, los monoterpenos están presentes como componente predominante (alrededor del 97%) de los aceites esenciales., mientras que los

componentes no volátiles están presentes en el 1 % al 15 % de la composición tales como son aldehídos, alcoholes, fenoles y ésteres. El limoneno es el principal compuesto monoterpénico presente en los aceites esenciales de cítricos y está presente en una concentración del 32 % al 98 %, según la variedad de cítricos; las naranjas dulces contienen del 68 % al 98 %, los limones contienen del 45 % al 76 % y la bergamota contiene del 32 % al 45 % de limoneno (Kaur *et al.*, 2023). En la Tabla 2 se presentan los principales componentes volátiles presentes en los aceites esenciales.

Tabla 2. Componentes volátiles del aceite esencial de la cáscara de naranja

Nombre compuesto	Aceite esencial de la cascara de naranja
Monoterpenos	98,56
D- limoneno	96,75
γ -terpineno	-
α pineno	0,32
β pineno	0,05
β -Mirceno	0,74
Sabinene	0,49
α -Terpinoleno	0,20
Monoterpenos oxigenados	0,14
Linalol	0,05
Terpineno-4-ol	0,01
Terpinol	0,01
Eucaliptol	0,07
Sesquiterpeno	0,00
Total	98,70

Fuente: (Bustamante *et al.*, 2016)

2.6. Métodos de extracción por destilación de vapor

La destilación al vapor se utiliza en los laboratorios para la extracción de aceites esenciales de muestras secas, los extractos de plantas se sumergen en agua y luego la mezcla sólido-líquido

se hierve a presión atmosférica. El calor libera los constituyentes aromáticos volátiles presentes en las células vegetales. Estos componentes volátiles forman una mezcla azeotrópica con agua que sufre evaporación seguida de condensación y luego se separa debido a su inmiscibilidad. (Kaur *et al.*, 2023).

Tabla 3. Análisis comparativo de los principales métodos de extracción de aceites esenciales (Esquivel y Aguilar, 2007).

Método de extracción	Ventajas	Desventajas
Destilación con vapor	<ul style="list-style-type: none"> - Métodos industriales y de laboratorio. - Buen rendimiento en aceite extraído. - Obtención de aceite puro, sin solvente. - Bajo costo. - Tecnología poco sofisticada. 	<ul style="list-style-type: none"> - Procesos auxiliares: polimerización y resignificación de los terpenos. - Hidrolisis de los esteres. - Desintegración térmica de algunos componentes.
Extracción con solventes volátiles (éter de petróleo, pentano, hexano)	<ul style="list-style-type: none"> - Manejo de temperaturas bajas. - No promueve daño térmico ni alteración química de los componentes. - Capacidad para separar componentes individualmente. 	<ul style="list-style-type: none"> - Costo elevado. - Contaminante del ambiente. - Peligro de incendio y explosión. - Difícil de eliminar absolutamente el solvente sin alterar la composición del aceite. - Co- extracción de ácidos grasos, ceras y pigmentos.
Extracción con CO2 supercrítico	<ul style="list-style-type: none"> - Alto rendimiento. - Ecológicamente limpio. - Fácil manejo y reciclaje de solvente. - Baja temperaturas de extracción. - Aceite sin cambio químico. - Al variar los parámetros operacionales se puede cambiar la composición del aceite extraído. 	<ul style="list-style-type: none"> - Extracción de otros compuestos como ácidos grasos, pigmentos y ceras. - Alta inversión inicial.

2.7. Actividad antioxidante

El aceite esencial presente en la cascara de naranja es una fuente de antioxidantes naturales que ayuda en la prevención del estrés oxidativo y enfermedades relacionadas. El aceite esencial de la cascara de naranja es un buen sustituto de los antioxidantes químicos en la industria de procesamiento de alimentos. Singh *et al.*, (2021) menciona que la actividad antioxidante de los aceites esenciales extraídos de las cáscaras de catorce variedades de cítricos cultivadas en China se probó mediante ensayos DPPH y ABTS. El estudio informó que el aceite esencial de lima, bergamota exhibieron una fuerte actividad antioxidante y tienen potencial para usarse como conservante natural de alimentos para prevenir oxidación.

2.8. Compuestos fenólicos en la cascara de los cítricos

La cascara de cítricos es una fuente abundante de polifenoles (ácidos fenólicos, flavanonas, flavanol y flavonas). En particular, es rico en flavonas polimetoxiladas que rara vez se encuentran en otras plantas. Los compuestos fenólicos no solo están presentes en las partes comestibles de los cítricos, sino también en las partes no comestibles (especialmente cáscaras de cítricos) con múltiples funciones biológicas (Singh *et al.*, 2020). Los compuestos fenólicos primarios reportados en el extracto de piel de naranja amarga (*C.aurantium* L.) fueron ácidos fenólicos (73,8%; 1,03 mg / g) y los más abundantes fueron p -cumáricos (24,68%) y ácidos ferúlicos (23,79%) (Kurowska y Manthey, 2004).

2.9. Encapsulación

La encapsulación es una tecnología mediante la cual un material o una mezcla de múltiples materiales puede recubrirse o capturarse en otro material o sistema. El material recubierto se denomina material activo o material del núcleo, y el material recubierto se denomina carcasa, material de pared, portador o encapsulante. El desarrollo de productos de microcápsulas comenzó en la década de 1950 y se utilizó para fabricar recubrimientos sensibles a la presión para papel autocopiativo (Madene *et al.*, 2006). Existen varias técnicas de encapsulación (secado por aspersión, liofilización, recubrimiento en lecho fluidizado, extrusión, cocrystalización, inclusión molecular, coacervación) y diversos materiales de recubrimiento como carbohidratos, gomas, lípidos y proteínas (los más utilizados son carragenina, quitosano, alginato de sodio, carboximetilcelulosa y fosfolípidos) En alimentos se han encapsulado aceites, compuestos

aromáticos y oleorresinas, vitaminas, minerales, colorantes y enzimas (Ferrara *et al.*, 2023).

2.9.1. Proceso de encapsulación

El proceso de encapsulación de compuestos sensibles consta de dos pasos: El primer paso suele ser emulsionar el material del núcleo (como el sistema "lipid-aroma") con una solución concentrada del material de pared (polisacáridos o proteínas) juntos. El segundo es el secado o enfriamiento de la emulsión. La encapsulación se puede utilizar para preservar el aroma en el alimento durante el almacenamiento, proteger el sabor de interacciones adversas con el alimento, minimizar la interacción del sabor, prevenir reacciones causadas por la luz y / o la oxidación y extender la vida útil del sabor y/ o permitir la liberación controlada (Madene *et al.*, 2006).

2.9.2. Maltodextrina

La maltodextrina se forma a partir de harina de maíz parcialmente hidrolizada con ácido o enzima y se proporciona en forma de glucosa equivalente. El valor DE es una medida del grado de hidrólisis de los polímeros de almidón. Manifiestan la capacidad de formar una matriz, que es importante para la formación del sistema de paredes. Al elegir el material para la pared de encapsulación, la maltodextrina es un buen compromiso entre costo y efectividad, ya que tiene un sabor suave, tiene una alta proporción de sólidos y baja viscosidad, y está disponible en diferentes pesos moleculares promedio. (Apintanapong y Athapol, 2003).

2.10. Técnica de encapsulación por liofilización

La técnica de secado por congelación es la liofilización, es uno de los procesos más útiles para secar sustancias inestables sensibles al calor en soluciones acuosas. En este proceso, después de la cristalización del agua, la solución no congelada es viscosa y la difusión de sabores es retardada. Al iniciar el secado por congelación, la superficie de la solución se convierte en un sólido amorfo en el que la difusión selectiva es posible. Llegaron a la conclusión de que el secado liofilizado es el proceso que da las propiedades más deseables para rociar polvo seco (Madene *et al.*, 2006).

2.11. Morfología de las capsulas

Generalmente la estructura de las microcápsulas consta de dos partes: los componentes encapsulados y el revestimiento. En la forma más simple, las microcápsulas son de tamaño esférico entre 1-5000 um, rodeadas por paredes uniformes. De hecho, el núcleo puede ser un

material cristalino, partículas adsorbentes, emulsión o suspensión. Según el proceso tecnológico utilizado para fabricar las microcápsulas, así como los materiales del núcleo y la pared que forman las microcápsulas, se pueden producir muchas formas, pero las dos principales son: cápsulas de un solo núcleo, donde un solo núcleo está rodeado por una capa, y los demás son agregados, es decir, muchos núcleos están envueltos en una matriz. También se pueden producir microcápsulas con múltiples paredes o capas (Leyva, 2018)

2.11.1. Microscopia electrónica de barrido-MEB

La microscopia electrónica de barrido es una herramienta importante y una de las más versátiles para examinar y caracterizar estructuras a escala nanométrica. Uno de los motivos por los que este método se usa ampliamente es porque puede lograr resoluciones de hasta 10 nm para el análisis del tamaño de partículas, y en versiones avanzadas de hasta 2,5 nm. El MEB usa un haz de electrones de baja energía como sonda de electrones que se escanea continuamente sobre la muestra. Este método requiere un alto grado de vacío, para evitar que las moléculas de aire interfieran con el análisis. Otra ventaja es poder analizar una amplia gama de tamaños de partículas. SEM tiene la capacidad de analizar la muestra desde diferentes direcciones (debido a la traslación, inclinación y rotación) (Valenzuela, 2020).

2.12. Caracterización térmica

2.12.1. Análisis termogravimétrico-TGA

Es un método utilizado para determinar la estabilidad térmica de un material y su contenido de componentes volátiles al darle seguimiento al cambio de masa que se produce cuando la muestra se calienta continuamente. Este determina la pérdida de peso endotérmica y exotérmica cuando las nanopartículas se calientan o se enfrían. TGA usa calor para forzar una reacción química y cambios físicos en un material. La única secuencia de reacciones fisicoquímicas que suceden en un rango de temperatura específico también permite que las curvas termogravimétricas caractericen compuestos específicos (Martínez *et al.*, 2017).

2.12.2. Calorimetría diferencial de barrido-DSC

La prueba DSC se utiliza para determinar las propiedades de temperatura de transición vítrea (T_g), temperatura de fusión (T_m), temperatura de cristalización (T_c), tiempo de cristalización, entalpía de fusión, porcentaje de cristalinidad, calor específico, capacidad calorífica, velocidad de curado de los polímeros, etc. La prueba mide el flujo de calor asociado

con las transiciones térmicas de los materiales en función de la temperatura y el tiempo. Es una técnica termo analítica en la cual las variaciones de entalpia de la muestra son monitoreadas con relación a un material de referencia térmicamente inerte en cuanto ambas son sometidas a una programación controlada de temperatura. La medida fundamental del DSC es un método calorimétrico en el cual son medidas diferencias de energía, mientras el DTA son registradas las diferencias en temperaturas. Existen dos tipos para obtener los datos de calorimetría exploratoria diferencial: Calorimetría exploratoria diferencial por compensación de potencia y calorimetría exploratoria diferencial por flujo de calor, la primera es un análisis donde la referencia y la muestra son mantenidas en la misma temperatura a través de calentadores eléctricos individuales. La potencia disipada por los calentadores es relacionada con la energía envuelta en el proceso de endotérmico o exotérmico. El DSC por flujo de calor más simple donde la referencia y la muestra son contenidas en su propio soporte de muestras, y son colocadas sobre un disco de metal. El cambio de calor entre el horno y la muestra ocurre preferencialmente por el disco de metal (Ionashiro, 2004).

III. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1. Lugar de ejecución

Este trabajo de investigación se realizó en las instalaciones de la Universidad Nacional Agraria de la Selva (UNAS): Laboratorio de análisis de alimentos, laboratorio central de investigación, laboratorio de Ingeniería de alimentos, laboratorio de bioquímica y en el laboratorio de HPLC, ubicado en el departamento Huánuco, provincia de Leoncio prado, distrito Rupa Rupa, altitud de 660 m.s.n.m. coordenadas 09°17'08" de Latitud Sur, 75°59'52", latitud Oeste, clima tropical húmedo, humedad relativa media anual 84% y temperatura media anual 24°C.

3.2. Materia prima

La materia prima fueron naranjas recolectadas en diferentes estados de madurez (verde, pintón y maduro), fueron obtenidas en una chacra del caserío Ricardo Palma en el distrito Luyando Naranjillo, provincia Leoncio prado, región Huánuco con una altitud de 617 m.s.n.m. coordenadas 09°10'07" de Latitud Sur, 76°0'39", latitud Oeste, clima tropical húmedo.

3.3. Encapsulante

Como encapsulante se empleó maltodextrina, de alta equivalencia de dextrosa (DE 10) de la marca Montana.

3.4. Materiales, equipos y reactivos

3.4.1. Materiales de laboratorio

Cuchillo de acero inoxidable, Probeta de 10, 100 y 1000 mL, matraces erlenmeyer de 200, 500, 750 mL, Fiola de 50, 100, 500 y 1000 mL, vasos precipitados de 50, 100 y 250 mL, pipetas de 0,5 y 2,5 mL, micropipetas 0-10,10-100,100-1000 µL picnómetro de 5 mL, bureta de 1 mL, papel filtro Whatman N°4, crisoles de porcelana, termómetros de 0-100°C, cubetas de poliestireno (1 x 1 x 4,5 cm), microtubos (1,5 – 2 mL) campanas de vidrio.

3.4.2. Equipos de laboratorio

Extractor de aceites esenciales por arrastre de vapor de agua., viscosímetro de Brookfield RV DV-III Ultra, balanza digital (Sartorius) serie BP 3100 S; estufa (Ecocell); Balanza analítica (Ohaus, modelo Pioner, Cap Max 250g); centrifuga Mikro 22 R (Hettich Zentrifugen); Congelador FFV-2065FW -20°C (Frigidaire); Refrigerador LG modelo GR-5392QLC (Corea),

T° 0-100°C SN 8513902; Refractómetro, Cocina eléctrica, Agitador magnético, PH-metro, Modelo pH-meter CG840, marca SCHOTT, Colorímetro, Mufla, Vortex, Espectrofotómetro UV-VIS, Genesys 10, (USA), liofilizador: marca LABOTEC (2011), Labsys Evo Robot – gas option TGA-DSC 800 °C (SETARAM).

3.4.3. Reactivos

Metanol 96%; carbonato de sodio al 7,5 % (Na₂CO₃) (Scharlau C. - España); 2,2-azinobis-3- etilbenzotiazoline- 6-ácidosulfónico (ABTS; Sigma Chemical Ca USA); Folin Ciocalteau (sigma Chemical Ca. USA), persulfato de potasio (K₂S₂O₈), (Emsure, Merck - Germany); etanol (C₂H₆O) al 96 % v/v, (Millipore-USA); reactivo de trolox (C₁₄H₁₈O₄), (Calbiochem, Merck-Germany); 1,1-diphenyl-2-picril-hidrazil DPPH.

3.5. Método de análisis de la materia prima

- Humedad, método gravimétrico 934.01 (AOAC, 2002).
- Proteína, método 991.29 AOAC (1997).
- Grasa, método 935, 60 AOAC. (1997).
- Cenizas, método 942.50 de calcinación directa AOAC (1997).
- Sólidos solubles 942.15 AOAC. (2000).
- Acidez titulable 942.15AOAC. (200).
- Densidad relativa (NTP 319.081)
- Índice de refracción de los aceites esenciales (NTP 319.085)
- Determinación de índice de acidez, NTP 319.085.2016
- Determinación de índice de peróxido (Revilla *et al.*, 2014)
- Determinación de índice de éster, NTP 319.088.2016
- Fenoles totales: Método espectrofotométrico folin ciocalteu, recomendado (Değirmenci y Erkurt 2020).
- Capacidad antioxidante: Método espectrofotométrico UV/VIS, sobre el radical ABTS^{•+}
- (2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazoline-6-sulfonic acid) y el radical DPPH^{•+} (1,1-Diphenyl-2-picril-hidrazil) citado por (Shetta *et al.*, 2019).
- Análisis de morfología por Microscopía de Barrido Electrónico (Romero *et al.*, 2021).
- Determinación de color (Ceballos, 2008).
- Estabilidad térmica por termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido en

simultaneo (TG/DSC) (Velmurugan *et al.*, 2017).

- Determinación de la viscosidad (Rao, 2014).
- Análisis sensorial (Alcántara, 2019)

3.6. Metodología experimental

3.6.1. Determinación de la composición fisicoquímica y químico proximal de la cáscara de naranja sus diferentes estados de madurez

- **Determinación de humedad:** Se etiquetaron y pesaron 9 placas de Petri limpias y secas (W1), en cada placa se pesó 5 g (W2) de muestra y se colocó en una estufa a 105°C durante 4 horas, una vez transcurrido el tiempo, se retiró la placa con muestra seca y se enfrió durante 10 minutos en un desecador, posteriormente se pesaron (W3), se determinó la humedad por la Ecuación (1) y las demás muestras se analizaron por triplicado.

$$\text{Humedad}(\%) = \frac{(W2) - (W3)}{W2 - W1} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

- **Determinación proteína:** Este análisis se realizó por el método Kjeldhal en el cual se pesó 1g de muestra y se llevó en un tubo de digestión, se agregó 10g de sulfato de potasio, 0,5g de sulfato de cobre y 20 mL de ácido sulfúrico, se calentaron las muestras y una vez que la solución se puso transparente, se dejó a ebullición por unos 15 minutos más, se dejó enfriar y se agregó 200 mL de agua. Para la destilación se agregó lentamente 100 mL de NaOH al 30% a los balones que van al aparato digestor, aparte se colocó en un matraz (para la recepción de los destilados) 50 mL de ácido bórico al 4% y se agregó 4 gotas de indicador (rojo de metilo y verde de bromocresol). Se inicio la destilación hasta recibir en el matraz de recepción, el color verde esmeralda. Finalmente se tituló con ácido clorhídrico HCl 0,1 N (B) hasta pH 4,6 (color rojizo-violeta), se anotó el gasto en mL (A) y se analizó por triplicado y se calculó el porcentaje de nitrógeno (%N) la muestra por triplicado y se empleó la ecuación (2):

$$N (\%) = \frac{(\text{Gasto}_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}} \times 0,014)}{\text{Peso de la muestra}} \times 6.25 \dots \dots \dots (2)$$

Donde:

0,014: Peso miliequivalente del nitrógeno molecular (meq N₂)

6,25: factor que corresponde al 16% de nitrógeno en las proteínas

- **Contenido de Grasa:** La grasa se extrajo de la muestra seca con la ayuda de solventes orgánicos, en lo que se utilizó el equipo de extracción de grasa ANKOM XT10 tal como se indica a continuación: Se utilizó filtros ANKOM XT4 que son de material inerte y resistente al calor y se colocaron en la balanza y se registró su peso, también se pesó 1g de muestra dentro del filtro y se registró el peso (C), se sella el filtro para encapsular la muestra, se entregó un filtro vacío como blanco, se puso las muestras en la estufa a 105°C durante 4 horas, se enfrió las muestras en un desecador y se registraron los pesos (B). Después se colocó las muestras en el carrusel y se puso en el extractor. Se seleccionó el tiempo de extracción, se retiraron las muestras y se pusieron en la estufa por 30 minutos, finalmente se secaron las muestras en el kit desecador y se pesó (A). Las evaluaciones se realizaron por triplicado y los resultados se calcularon mediante la Ecuación 3.

$$\text{Grasa cruda (\%)} = \frac{(B - A)}{C} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

Donde:

A: Peso de la muestra seca y filtro después de la extracción (g).

B: Peso de la muestra pre-secada más el filtro (g).

C: Peso de la muestra seca (g).

- **Determinación del contenido de cenizas:** Los crisoles limpios y secos se colocaron en la estufa a 100 °C por una hora para la eliminación de la humedad, luego los crisoles se llevaron a un desecador para que enfríe durante 10 minutos y se prosiguió hacer el pesado (B), se pesó 2 g de muestra en cada crisol (C), fueron colocados en una mufla a 600°C durante cuatro horas; transcurrido el tiempo se retiraron los crisoles que contenían las cenizas y se pusieron en un desecador para que enfriara durante 20 minutos, después de enfriar se realizó el pesado (A). Los análisis se realizaron por triplicado y resultados se obtuvieron mediante la Ecuación (4)

$$\text{Ceniza (\%)} = \frac{(A - B)}{C} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

Donde:

A: Peso de crisol a peso constante con la muestra seca (g).

B: Peso del crisol con cenizas (g).

C: Peso de la muestra seca (g).

- **Sólidos solubles totales:** Se homogenizó una muestra de 2 g y se llevó a un volumen de 10 mL con agua destilada. La mezcla se filtró y la solución se utilizó para la cuantificación con un refractómetro digital debidamente calibrado con agua destilada. Los resultados que se obtuvieron fueron expresados en °Brix.
- **Determinación de acidez titulable y pH:** se homogenizó 4 g de muestra con 36 mL de agua destilada seguidamente del filtrado. En el filtrado se calculó directamente el pH con un potenciómetro previamente calibrado con soluciones pH 4 y 7. Para determinar la acidez se colocaron 10 g de la mezcla en un matraz Erlenmeyer, se agregaron tres gotas de fenolftaleína (1% p/v en metanol) y se tituló la mezcla con una solución de NaOH requerida para neutralizarlo. Para la cuantificación se utilizó la ecuación 5 y el resultado se expresaron en g de ácido cítrico por cada 100 g de muestra.

$$g \text{ de ácido cítrico} = \frac{(mL \text{ NaOH})(0,01N) * 5,61}{100g} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

3.6.2. Determinación del contenido fenólicos totales de la cáscara de naranja

- **Preparación del extracto de la cáscara de naranja:** Las cáscaras fueron lavadas y cortadas en trozos pequeños y se secaron en estufa a 50°C por 24 horas, la cáscara seca se pulverizaron en una trituradora THOMAS TH-9005V para luego ser tamizado. De la muestra ya preparada se pesó 1 g en 20 mL de una solución (agua 20%-etanol 80%), se dejó en reposo por 24 horas, luego se filtró con papel whatman N° 2 y se centrifugó a 1000 rpm/10 min
- **Preparación de la curva estándar:** Se preparó la curva estándar con una solución madre de ácido gálico a 1000 µg mL⁻¹, seguidamente se preparó cinco concentraciones entre (1;2,5;5,0;7,5 y 10 µg mL⁻¹), en una cubeta se agregó 100 µL de agua desionizada (blanco) y en las otras cubetas 100 µL de los estándares de distintas concentraciones; luego se

adicionó 500 μL de la solución fenol Folin Ciocalteu 1/10 agitándose levemente y 400 μL de Na_2CO_3 al 7,5 %, incubándose durante 2 h a temperatura ambiente, finalmente se utilizó un espectrofotómetro UV/VIS a 740 nm para trazar las curvas de concentración vs absorbancia y se determinaron la ecuación de primer orden y el coeficiente de correlación R^2 .

- **Análisis de polifenoles totales:** la reacción se realizó con 100 μL de FDM 1:10 (1 μL de AE + 9 μL de agua destilada), repitiendo la reacción aplicada para la curva estándar, la lectura se realizó de acuerdo con la metodología descrita por Değirmenci y Erkurt (2020) utilizando un espectrofotómetro UV/VIS a una longitud de onda de 740 nm, esto se realizó por triplicado para cada muestra. Las absorbancias obtenidas se remplazaron en la ecuación de la curva estándar y los resultados se expresaron en equivalente de ácido gálico (mg EAG/g).

3.6.3. Determinación de la actividad antioxidante de la cáscara de naranja

- **Capacidad de inhibir radical libre DPPH (1,1 diphenyl-2-picril-hydrazil)**
 - **Preparación del extracto de la cascara de naranja:** Se pesó 1g de muestra en 20 mL de una solución (agua 20%-etanol 80%), se dejó en reposo por 24 horas, luego se filtró y se centrifugo a 1000 rpm/10 min
 - **Preparación del radical DPPH^{O^+} :** Se preparó una solución stock a 1 mM de DPPH^{O^+} (0,039g de DPPH con 100 mL de etanol al 96%), y se almaceno a 4 °C sin exposición a la luz. Considerando esta solución, se prepararon 50 mL a una concentración de 100 μM .
 - **Preparación de la curva estándar:** se utilizó una solución stock de vitamina E sintetizada conocido como Trolox a 2 mM (0,05 g en 100mL de agua destilada), partiendo de ello se prepararon 5 concentraciones entre 5 a 30 mM, en una cubeta se agregó 100 μL de alcohol (blanco) y a las demás 100 μL de los estándares a diferentes concentraciones, haciéndose reaccionar con 900 μL de DPPH^{O^+} , se realizó las lecturas en el espectrofotómetro UV/VIS a 515 nm, de acuerdo con los resultados obtenidos se graficó la curva concentración vs absorbancia, determinando la ecuación y el coeficiente de correlación. La capacidad antioxidante se determinó por el método descrito por SHETTA *et al.* (2019), la concentración inicial, se diluyó en proporción según el tratamiento, seguidamente se adicionaron 100 μL de esta solución en una cubeta con 900 μL de DPPH^{O^+} a 100 μM , la lectura fue realizada después de 30 minutos en un espectrofotómetro UV/VIS a 515 nm,

expresados en $\text{mmol ET} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$.

- **Capacidad de inhibir el radical ABTS (2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6 sulfonic acid)).**

- **Preparación del radical ABTS^{O^+} :** El radical, se acondicionó a 7 mM (0,088 g de ABTS en 10 mL de agua destilada) para luego hacerla reaccionar con 200 μL de persulfato de potasio y llevarlo a incubar por 16 horas a temperatura ambiente. Después de formar el radical ABTS^{O^+} , se recolectó 1 mL de este para diluirlo con 50 mL de alcohol 96 %, produciendo una solución a 140 μM con una absorbancia de 0,7.

- **Preparación de la curva estándar:** Se trabajó con la solución de Trolox a 2 mM (0,05 g en 100 mL de agua destilada, seguido de eso se prepararon 5 concentraciones de 1 a 15 μM , en una cubeta se adicionó 10 μL de alcohol (blanco) y a las demás 10 μL de cada concentración, luego se adiciono 990 μL de ABTS^{O^+} . La lectura se realizó en un espectrofotómetro UV/VIS a 734 nm, con los resultados de concentración vs absorbancia, se determinó la curva de calibración.

- **Evaluación de la capacidad antioxidante:** A partir de la muestra ya preparada se prepararon las concentraciones de trabajo, en una cubeta se colocó 10 μL de la dilución y se adicionó 990 μL de radical ABTS^{O^+} , la lectura se realizó después de 30 minutos en un espectrofotómetro a 734 nm expresando los resultados en mmol ET/g (Shetta *et al.*, 2019).

3.6.4.Extracción de los aceites esenciales de la cáscara de naranja por destilación con arrastre de vapor

En la Figura 1 se presenta el diagrama de la obtención de aceite esencial de cáscara de naranja por el método de destilación con arrastre de vapor (Cerón y Cardona, 2011), la cual se describe a continuación.

- **Recepción:** Los frutos de naranja fueron recepcionados a granel en diferentes estados de madurez en el caserío Ricardo Palma.
- **Selección y clasificación:** se seleccionaron las naranjas de acuerdo con el color entre verde, anaranjado verdoso y amarillo con la finalidad de clasificar tres estados; estado verde, pintón y maduro. Se clasificaron frutos sanos del mismo tamaño sin defectos físicos, problemas fitosanitarios u otros defectos.
- **Lavado y pelado:** Los frutos fueron sometidos a lavado con agua potable por aspersion e inmersión en un recipiente con el fin de eliminar los residuos adheridos y otras impurezas

traídas del campo, además fueron desinfectados con una solución de 100 ppm de hipoclorito de sodio por 5 minutos. También se realizó un pelado manual para retirar la cascara del fruto, posicionando los cuchillos a una cierta distancia con el objetivo de pelar la mayor cantidad de la corteza correspondiente al Flavedo.

- **Rallado y molienda:** Una vez pelado el fruto se hizo una reducción de tamaño a la cascara, se utilizó una licuadora (Oster modelo 4172/300W) para el proceso.

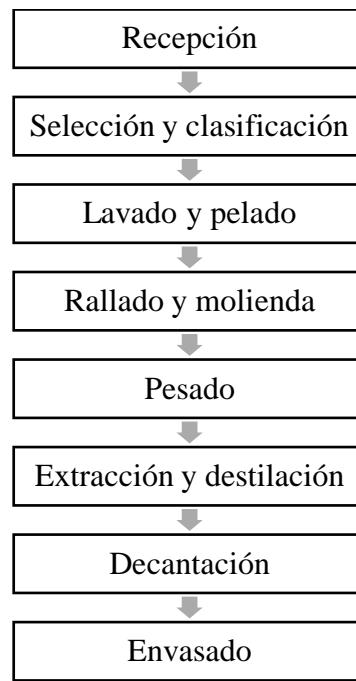


Figura 1. Flujograma de obtención de aceite esencial de cáscara de naranja por el método de destilación con arrastre de vapor.

- **Pesado:** Las cascaras molidas fueron pesadas en una balanza electrónica de precisión.
- **Extracción y destilación:** Se lleno de agua y cascara una proporción de 2/1 en un balón de capacidad de 2 Kg usando el soporte de acero inoxidable adaptado para mejorar la distribución del material dentro del balón evitando así áreas muertas, se tapa el balón y se sella de forma hermética, se encendió la cocina eléctrica para empezar con el calentamiento y posterior evaporación del agua, el vapor de agua resultante hincha las glándulas de aceite lo que permite subir a la superficie y mezclarse con el vapor, que después se condensa en una mezcla agua y aceite.
- **Decantación:** la mezcla de agua condensada y aceite se obtuvo en un decantador de 750 mL, en donde por la diferencia de densidad se separan en dos partes, el aceite se ubicó en la fase superior y el agua en la fase inferior, parte que fue eliminada.
- **Envasado:** el aceite extraído fue envasado en frascos de vidrio de color ámbar con capacidad de 100 mL, luego cerrados herméticamente y refrigerado con la finalidad de evitar la acción dañina del oxígeno del aire y exposición directa a la luz. En cada frasco se rotulo la fecha y la procedencia de la naranja.

3.6.5. Análisis fisicoquímico de aceites esenciales

- **Densidad relativa del aceite esencial:** se utilizó un picnómetro limpio y seco con capacidad de 1 mL, se pesó vacío en una balanza analítica posteriormente se llenó con 1 mL del aceite esencial, tapando y limpiando el exceso de muestra. Luego, se pesó el conjunto y se determinó la densidad relativa del aceite esencial a partir de la diferencia de pesos según la ecuación 6.

$$Densidad \left(\frac{g}{mL} \right) = \left(\frac{(peso \ de \ picnometro + muestra) - (peso \ de \ picnometro)(g)}{Volumen \ aceite \ vegetal \ (mL)} \right) \dots (6)$$

- **Índice de refracción:** La prueba se realizó usando un refractómetro. Se colocaron dos gotas de aceite esencial sobre el prisma del refractómetro, seguidamente se realizó la lectura a 20 °C.
- **Determinación del pH:** Se determinó el pH con un pHmetro digital.
- **Índice de acidez:**
Preparación: Se hirvió 100 mL de alcohol etílico al frasco neutralizador, se agregó 3 gotas

de fenoltaleína al 1% titulándose luego con la solución de NaOH hasta la aparición de un color rosa suave que indique la finalidad de neutralizar.

Procedimiento: Se pesó una muestra de 5 g, se adiciono 10 mL de alcohol neutralizado caliente y 3 gotas de indicador fenolftaleína a la muestra, se calentó hasta ebullición en baño maría. Luego se procedió a titular con hidróxido de sodio, agitando vigorosamente hasta que aparezca la primera indicación de color rosado persistente de la misma intensidad que la del alcohol neutralizado antes de añadir a la muestra. El color debe ser duradero al menos por 30 segundos al menos. Se uso la fórmula de la ecuación 7 (Huamani *et al.*, 2015):

$$\text{Indice de acidez} = \frac{V * N * 5,61}{P} \dots \dots (7)$$

Donde:

V= Gasto de NaOH utilizado

M= peso molecular del acido

P= Peso en g de la muestra

N= Normalidad de NaOH

▪ **Determinación de índice de peróxido**

Preparación de reactivos: Se preparó una solución cloroformo-ácido acético, mezclando 3 volúmenes de ácido acético y un volumen de cloroformo. Además, se preparó el IK saturado, con unas gotas de indicador de almidón.

Procedimiento: Se pesó una muestra de 2,5 g en un Erlenmeyer de 250mL con tapón esmerilado. Se agrego 15 mL de la disolución cloroformo-ácido acético y se agito para disolver la muestra. Además de añadió 0,25 mL de la preparación de IK se esperó 1 minuto revolviendo ocasionalmente, continuado de la adición de 15 mL de agua destilada que fue hervida y enfriada. Luego se tituló el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,01N dejando caer gota a gota mientras se agita vigorosamente hasta que el color amarillo del yodo desaparezca casi por completo. Se añade 0,25 mL del indicador de almidón y se continuó titulado, hasta que quedo color transparente. Paralelamente se trabajó con un blanco siguiendo todos los pasos con la diferencia que no lleva muestra. Este análisis se realizó cada dos días. Para el cálculo se utilizó la ecuación 8.

$$\text{Valor de peroxido} = \frac{(A - B) * N * F}{w} \times 100 \dots \dots (8)$$

Donde:

A= Gasto de la muestra

C= Factor de tiosulfato

B= Gasto del blanco en ml

N= Normalidad de tiosulfato

W= Peso de la muestra

- **Índice de éster:** Se peso 2 g de muestra, se introdujo la muestra pesada, en el balón del dispositivo de saponificación, se añadió 25 ml de hidróxido de potasio 0,5 N y se llevó a ebullición suave hasta que la muestra este completamente saponificada, a continuación, se dejó enfriar. Se añaden 20 ml de agua destilada, luego cinco gotas de fenolftaleína y se neutralizo la solución obtenida con HCl 0,5 N. Al mismo tiempo se repitió todo el procedimiento para un blanco (sin muestra). Para el cálculo se utilizó la ecuación 9.

$$\text{Indice de ester} = \frac{28,05 (V_1 - V)}{P} - IA \dots \dots (9)$$

Donde:

V1= Volumen en ml de HCl 0,5 N usado en la prueba en blanco

V= Volumen en ml de HCl 0,5 N usado en la prueba con muestra

P= Peso en gramos de la muestra

3.6.6. Evaluación reológica de los aceites esenciales

Mediante el uso de un viscosímetro Brookfield RV DV-III Ultra, con spindle N° 06 a temperatura de 45 °C de donde se obtuvieron la viscosidad a velocidades de rotación de 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160 y 170 rpm, se determinó el esfuerzo de corte (τ) y la velocidad de deformación (γ) y mediante la Ley de Potencia, se obtuvieron el índice reológico (n) y el índice de consistencia (k). Los datos experimentales se ajustaron a un modelo de ley de potencia (ecuación 8).

$$\tau = k\gamma^n \dots \dots (10)$$

Se utilizo el modelo matemático de ley de potencia (ecuación 10) por su gran aplicabilidad en

propiedades reológicas. Como para $n = 1$ la ecuación 10 detalla el comportamiento de un fluido newtoniano de viscosidad donde $\mu = k$, la diferencia entre n y la unidad es una medida del grado de desviación del comportamiento newtoniano. Así tenemos que si $n < 1$, el material es un fluido pseudoplástico y si $n > 1$ el material es un fluido dilatante.

3.6.7. Encapsulación de los aceites esenciales por liofilización

Los aceites esenciales de naranja a diferentes estados de madurez fueron formulados a diferentes concentraciones de maltodextrina (10, 20 y 30%) para tener un total de 9 tratamientos con dicho encapsulante, también se le agregaron tres tratamientos más que son aceites encapsulados con su propia biomasa, tal como se indica en la Tabla 4.

Tabla 4. Formulaciones de los tratamientos de la encapsulación de los aceites esenciales

Tratamientos	Agua	Material de pared	AE
T1	80%	10% Maltodextrina	AECM 10%
T2	70%	20% Maltodextrina	AECM 10%
T3	60%	30% Maltodextrina	AECM 10%
T4	80%	10% Maltodextrina	AECP 10%
T5	70%	20% Maltodextrina	AECP 10%
T6	60%	30% Maltodextrina	AECP 10%
T7	80%	10% Maltodextrina	AECV 10%
T8	70%	20% Maltodextrina	AECV 10%
T9	60%	30% Maltodextrina	AECV 10%
T10	80%	10% Biomasa verde*	AECV 10%
T11	80%	10% Biomasa pintón*	AECP 10%
T12	80%	10% Biomasa madura*	AECM 10%

AECM=aceite esencial de cascara madura, AECP =aceite esencial de cascara pintón, AECV =aceite esencial de cascara verde.
 (*) =la biomasa se refiere a la propia cascara de donde se obtuvo el aceite.

En la Figura 2 se presenta el desarrollo del proceso de encapsulación de los aceites esenciales de la cáscara de naranja.

- **Pesado 1:** El aceite esencial, la maltodextrina y el agua fueron pesadas en una balanza electrónica de precisión de acuerdo con las formulaciones de cada tratamiento.
- **Acondicionado:** Para la emulsión se preparó la encapsulante de maltodextrina al 10%, 20% y 30% y se disolvió con agua destilada con agitación, a una temperatura ambiente para asegurar la saturación completa de las moléculas de polímero.
- **Encapsulado:** Se añadió progresivamente el aceite esencial a la solución mientras se

agitaba a una velocidad de 3,500 RPM por 10 minutos utilizando una plancha magnética, continuado se congelo a -30°C durante 24 h. (Chenni *et al.*, 2020).

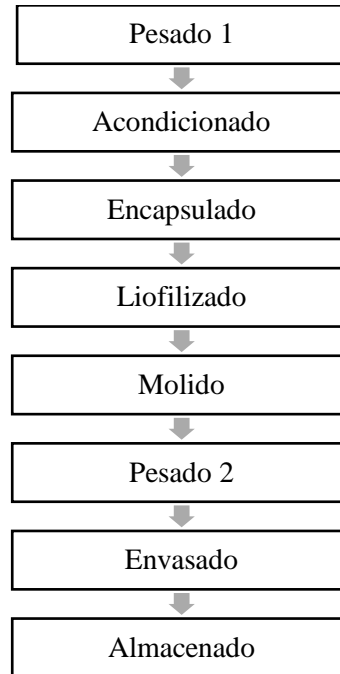


Figura 2. Flujograma de encapsulación de los aceites esenciales de la cáscara de naranja.

- **Liofilizado:** Se trabajo con las siguientes variables de proceso: cantidad de muestra 0,210 Kg, tiempo de secado: 20h, Presión de vacío: <15 pascal. Se liofilizó a -50°C.
- **Molido:** Las muestras fueron molidas para tener mayor uniformidad en el tamaño.
- **Pesado 2:** Se pesaron las muestras molidas en una balanza electrónica de precisión.
- **Envasado:** Se envaso en bolsas metalizadas con una capacidad de 50 g, selladas herméticamente con una selladora manual.
- **Almacenado:** El producto se almacenó en refrigeración hasta su uso.

3.6.8. Eficiencia de microencapsulación (EE)

Para calcular la eficiencia de microencapsulación (EE) se utilizó el método de (NGUYEN *et al.*, 2022). La eficiencia se define como la relación entre la cantidad de aceite esencial (AE) microencapsulado y el total de AE obtenido en el producto en polvo (en base seca). Se midió la cantidad de AE encapsulado de la siguiente manera: se mezclaron 30 g del polvo microencapsulado con 200 mL de n-hexano y se agitó durante una hora. Luego, se separó el n-hexano de la mezcla filtrando con papel de filtro Whatman no. 1. La mezcla de filtrado que contenía el aceite esencial se secó a 60 °C durante 7 horas para eliminar cualquier n-hexano restante. El residuo se destiló disolviéndolo en proporción 1:6 de peso de muestra/ volumen de agua destilada y agitándolo con un agitador magnético. Posteriormente, se destiló la solución por 4 horas. El aceite esencial se evaporó calentando la mezcla, luego se licuó en un condensador y se recolectó el aceite separado en la parte superior de la solución. La cantidad de aceite esencial obtenido se utilizó para calcular el porcentaje de eficiencia de microencapsulación (%EE) mediante la ecuación 11.

$$\%EE = \frac{\text{Aceites esenciales encapsulados; (masa en g) base seca}}{\text{Aceite esencial en el producto; (masa en g) base seca}} \dots \dots (11)$$

3.6.9. Determinación del contenido fenólicos totales de los microencapsulado

- **Preparación del extracto del encapsulado de la cascara de naranja:** Se peso 1 g de muestra en 20 mL de una solución (agua 20%-metanol 80%), se dejó en reposo por 24 horas, luego se filtró con papel whatman N°2 y se centrifugo a 1000 rpm/10 min
- **Preparación de la curva estándar:** Se realizo la preparación de la curva estándar con una

solución madre de ácido gálico a 1000 $\mu\text{g mL}^{-1}$, partiendo de ello se preparó cinco concentraciones entre (1;2,5;5,0;7,5 y 10 $\mu\text{g mL}^{-1}$), en una cubeta se agregó 100 μL de agua desionizada (blanco) y en las demás cubetas 100 μL de los estándares de distintas concentraciones; luego se adicionó 500 μL de la solución fenol Folin Ciocalteu 1/10 agitándose levemente y 400 μL de Na_2CO_3 al 7,5 %, incubándose durante 2 h a temperatura ambiente, finalmente se utilizó un espectrofotómetro UV/VIS a 740 nm para trazar la curva de concentración vs absorbancia, y se determinaron la ecuación de primer orden y el coeficiente de correlación R^2 .

- **Análisis de polifenoles totales:** la reacción se realizó con 100 μL de FDM 1:10 (1 μL de AE + 9 μL de agua destilada), se hizo la misma reacción aplicada para la curva estándar, la lectura se realizó de acuerdo con la metodología descrita por Değirmenci y Erkurt (2020) utilizando un espectrofotómetro UV/VIS a una longitud de onda de 740 nm, esto se realizó por triplicado para cada muestra. Las absorbancias obtenidas se remplazaron en la ecuación de la curva estándar y los resultados se expresaron en equivalente de ácido gálico (mg EAG/g).

3.6.10. Determinación de la capacidad antioxidante

- **Capacidad de inhibir radical libre DPPH (1,1 diphenyl-2-picril-hydrazil)**
 - **Preparación del extracto de la cascara de naranja:** Se pesó 1g de muestra en 20 mL de una solución (agua 20%-etanol 80%), se dejó en reposo por 24 horas, luego se filtró y se centrifugó a 1000 rpm/10 min
 - **Preparación del extracto del encapsulado de la cascara de naranja:** Se pesó 1g de muestra en 20 mL de una solución (agua 20%-metanol 80%), se dejó en reposo por 24 horas, luego se filtró y se centrifugó a 1000 rpm/10 min
 - **Preparación del radical DPPH^{o+}:** Se realizó la preparación de la solución stock a 1 mM de DPPH^{o+} (0,039g de DPPH con 100 mL de etanol al 96%), almacenándose a 4 °C sin exposición a la luz. Tomando en cuenta esta solución, se preparó 50 mL a una concentración de 100 μM .
 - **Preparación de la curva estándar:** se usó una solución stock de vitamina E sintetizada conocido como Trolox a 2 mM (0,05 g en 100mL de agua destilada), partiendo de ello se prepararon 5 concentraciones entre 5 a 30 mM, en una cubeta se incorporó 100 μL de

alcohol (blanco) y a las demás 100 μL de los estándares a diferentes concentraciones, haciéndose reaccionar con 900 μL de DPPH^{O^+} , se realizó las lecturas en el espectrofotómetro UV/VIS a 515 nm, en base a los resultados obtenidos se graficó la curva concentración vs absorbancia, para determinar la ecuación y el coeficiente de correlación. La capacidad antioxidante se determinó mediante el método descrito por Shetta *et al.* (2019), la concentración inicial, se diluyó en proporción según el tratamiento, seguidamente se adicionaron 100 μL de esta solución en una cubeta con 900 μL de DPPH^{O^+} a 100 μM , la lectura se realizó después de 30 minutos en un espectrofotómetro UV/VIS a 515 nm, expresados en $\text{mmol ET} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$.

▪ **Capacidad de inhibir el radical ABTS (2,2'-azino-bis (3-ettrylbenzothiazoline-6 sulfonic acid).**

- **Preparación del radical ABTS^{O^+} :** El radical, se acondicionó a 7 mM (0,088 g de ABTS en 10 mL de agua destilada) para luego hacerla reaccionar con 200 μL de persulfato de potasio y posteriormente incubarlo durante 16 horas a temperatura ambiente. Una vez formado el radical ABTS^{O^+} , se recolectó 1 mL de este para diluirlo con 50 mL de alcohol 96 %, originándose una solución a 140 μM con una absorbancia de 0,7.

- **Preparación de la curva estándar:** Se trabajo con la solución de Trolox a 2 mM (0,05 g en 100 mL de agua destilada, partiendo de ello se prepararon 5 concentraciones de 1 a 15 μM , en una cubeta se agregó 10 μL de alcohol (blanco) y a las demás 10 μL de cada concentración, luego se adiciono 990 μL de ABTS^{O^+} . La lectura fue realizada en un espectrofotómetro UV/VIS a 734 nm, con los resultados de concentración vs absorbancia, se determinó la curva de calibración.

- **Evaluación de la capacidad antioxidante:** A partir de la muestra ya preparada se prepararon las concentraciones de trabajo, en una cubeta se colocó 10 μL de la dilución y se adicionó 990 μL de radical ABTS^{O^+} , la lectura fue realizada después de 30 minutos en un espectrofotómetro a 734 nm expresando los resultados en mmol ET/g (Shetta *et al.*, 2019).

3.6.11. Análisis sensorial

En estas pruebas se determinó la aceptabilidad del encapsulado del aceite esencial hidratado en proporción de 1 de aceite esencial encapsulado:100 agua destilada, considerando los siguientes parámetros sabor, aroma y apariencia general. Usando escalas hedónicas descriptivas de 1 a 5, para ello se emplearon 23 panelistas, según (Alcantara,

2019) con algunas modificaciones. Los resultados obtenidos se llevaron al análisis de varianza (ANVA) para determinar la significación estadística, utilizando luego la prueba de Kruskal Wallis ($P < 0,05$).

3.6.12. Selección de los mejores 4 tratamientos

Los análisis de eficiencia de microencapsulación, contenido fenólico, capacidad antioxidante (ABTS y DPPH) y análisis sensorial se utilizaron para elegir los mejores 4 tratamientos, los cuales se sometieron a los siguientes análisis: morfología por SEM, color, termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido.

3.6.13. Análisis de morfología por Microscopía de Barrido Electrónico (MEB)

La morfología de los encapsulados se observó mediante un Microscopio Electrónico de Barrido de sobremesa PHENOM PRO-X con un porta muestras de reducción de carga. Se realizó una exploración a diferentes longitudes (20-200 μm) y voltaje de 5 kV (Romero *et al.*, 2021).

3.6.14. Determinación de color

Se realizó siguiendo la metodología indicada por Ceballos (2008) con ligeras modificaciones, las muestras encapsuladas que fueron selladas herméticamente fueron evaluadas con un colorímetro digital marca Konica Minolta, modelo CR-400. Previo análisis se calibró el equipo, para luego ser pesado 3 g de cada tratamiento, Las muestras fueron analizadas mediante el modelo CIE Lab, a partir del cual se obtuvieron los valores de las coordenadas L^* , a^* y b^* para cada muestra.

3.6.15. Análisis de termoestabilidad por termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido en simultaneo (TGA/DSC)

Se colocó 10 mg de la muestra en la bandeja de platino y se calienta en un horno de 25 a 600 $^{\circ}\text{C}$ en un crisol de aluminio, atmosfera de nitrógeno (30 mL/min) (presión 0,96 bar); tasa de calentamiento de 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Los análisis fueron determinados en las diferentes etapas de degradación térmica y se expresa en los termogramas de TGA/DSC. (Velmurugan *et al.*, 2017).

3.6.16. Análisis estadístico

Los resultados de evaluación fisicoquímica, composición-proximal, fenólicos, capacidad antioxidante, color y viscosidad, para su caracterización de la cáscara y de los

aceites esenciales y para los tratamientos de encapsulación de los aceites esenciales fueron analizados a través del diseño completo al azar (DCA) con el programa infostat. Se empleó análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de significancia de 5% ($p < 0,05$) usando prueba múltiple de tukey para determinar las diferencias significativas. Para el análisis sensorial de los tratamientos de encapsulación se usó la prueba de kruskal wallis.

IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.7. Evaluación de la materia prima

3.7.1. Caracterización fisicoquímica y químico proximal de la cáscara de naranja en sus diferentes estados de madurez

En la Tabla 5 se exponen los valores obtenidos de la caracterización fisicoquímica de la materia prima para el jugo (pH, acidez, °Brix e índice de madurez).

Con respecto al índice de madurez, las naranjas presentaron valores de madurez de 6,02; 12,31 y 19,84; valores que se pueden atribuir a que las muestras fueron seleccionadas según el color para poder clasificar sus estados de madurez, obteniendo 6,02 para la naranja verde 12,31 para el naranja pintón y 19,84 para la naranja madura. Del Río *et al.*, (2007) reportó índice de madurez de 14,9 en el aceite esencial de limón, Quintanilla-Casas *et al.*, (2015) 10,1 en el aceite esencial de naranja, Pereira *et al.*, (2018) 8,3 en aceite esencial de mandarina, Nascimento *et al.*, (2019) 12,3 en lima ácida y Brighenti *et al.*, (2016) en aceite esencial de lima Tahití encontraron un índice de madurez de 9.8. La mayoría de los autores que investigaron los aceites esenciales de cítricos o sus cascara no midieron la influencia del estado de madurez en sus propiedades.

El pH osciló entre un rango de 3,2 y 4,1 siendo el estado de madurez verde 3,2 y la madura 4,1 lo que presentan valores similares 3,0 a 4,2 hallados por Duran y Villa *et al.*, (2017); Santos y Silva (2015) encontraron en cáscara de limón pH 2,45 teniendo sentido que el limón al ser más ácido tenga un pH menor, asimismo Pino *et al.*, (2012) en aceite esencial cascara de naranja reportó pH 3,42 y Quintanilla-Casas *et al.*, (2015) en aceite esencial de naranja obtuvieron un pH de 3,52.

Tabla 5. Caracterización fisicoquímica de la cáscara de naranja (*Citrus cinensis*).

ESTADO DE MADUREZ			
ANÁLISIS	VERDE	PINTÓN	MADURO
pH	3,2 ± 0,03c	3,8 ± 0,37b	4,1 ± 0,03a
Solidos solubles (°Brix)	10,3 ± 0,1c	12,5 ± 0,1b	12,8 ± 0,1c
Acidez total (g/100 g de ácido cítrico)	1,71 ± 0,01a	1,04 ± 0,01b	0,63 ± 0,01c
Índice de madurez	6,02 ± 0,1c	12,31 ± 0,1b	19,84 ± 0,1a

Los valores representan (promedio ± SEM) provienen de tres repeticiones.

De los tres tipos de naranja, la verde fue la que presentó el mayor valor de acidez titulable 1,71 g/100 g de ácido cítrico lo cual se relaciona directamente con el menor valor de pH obtenido, siendo menor al de limón (2,3 g/100 g de ácido cítrico) reportado por Del Río *et al.*, (2007) y al de cascara de limón (3,21 g/100 g de ácido cítrico) reportado por Santos y Silva (2015). Los 3 valores de acidez fueron mayores a lo encontrado por Pereira *et al.*, (2018) en aceite esencial de mandarina (0,43 g/100 g de ácido cítrico) y Brighenti *et al.*, (2016) en aceite esencial de lima Tahiti (0,29 g/100 g de ácido cítrico).

Los valores de sólidos solubles se encuentran dentro de los límites establecidos para las diferentes variedades de naranja. Los sólidos solubles tuvieron un valor de 10,3 a 12,8 °Brix, valor muy próximo a lo presentado por De Moraes *et al.*, (2012) que fueron de 11 a 12,5 °Brix y por Pino *et al.*, (2012) en aceite esencial cascara de naranja (10,2 °Brix). Las variaciones en la composición química de las naranjas pueden deberse a su estado de madurez, tal como lo mencionan Farahmandfar *et al.*, (2020), quienes explican que las condiciones de crecimiento y el momento de la cosecha influyen en estas propiedades.

Los resultados de la evaluación químico-proximal de la cascara de naranja en sus tres estados de madurez se presentan en la Tabla 6.

Tabla 6. Análisis químico proximal de la cascara de naranja

COMPONENTES (%)	CONTENIDO		
	CNV	CNM	CNP
HUMEDAD	71,05 ± 0,01b	75,59 ± 0,01a	75,77 ± 0,02a
PROTEÍNA	3,50 ± 0,01a	3,67 ± 0,01a	3,55 ± 0,01a
GRASA	0,35 ± 0,01b	1,08 ± 0,01a	0,52 ± 0,01b
CENIZA	1,21 ± 0,002b	1,36 ± 0,002a	1,19 ± 0,001b
PH	5,88 ± 0,01b	6,13 ± 0,12a	6,24 ± 0,01a
ACIDEZ TITULABLE	5,97 ± 0,02a	2,83 ± 0,01b	4,01 ± 0,01c
SST (°Brix)	4,75 ± 0,02c	5,84 ± 0,02a	5,16 ± 0,02b

“Los valores representan (promedio ± SEM) provienen de tres repeticiones, CNV: Cascara de naranja verde, CNM: Cascara de naranja madura y CNP: Cascara de naranja pintón.

El contenido de humedad depende de la calidad de la materia prima y del grosor de la cáscara. Se obtuvieron valores de 71,05±0,01; 75,59±0,01 y 75,77±0,02 para cascara de naranja

verde, madura y pintón respectivamente; según los estudios realizados por De Moraes *et al.*, (2012) la humedad de la cascara cítrica varía de 66 a 79%.

El contenido de grasa es bajo de $0,35 \pm 0,01\%$ al $1,08 \pm 0,01\%$; valores similares a BEJAR *et al.* (2012) $0,955 \pm 0,01\%$ en cascara madura, sin embargo, MARÍN *et al.* (2007) mostró valores más altos en cáscaras de *Citrus limón* y *C. sinensis* $4,00 \pm 0,15\%$ y $1,51 \pm 0,11\%$ respectivamente.

El contenido de ceniza reporto $1,19 \pm 0,001\%$ a $1,36 \pm 0,002\%$ valores relativamente bajos a Martínez (2017) $5,17 \pm 0,02\%$.

En cuanto al contenido de proteínas varía de $3,50 \pm 0,01\%$ a $3,67 \pm 0,01\%$ valores inferiores a Bejar *et al.* (2012) en cascara de *citrus sinensis* madura $8,015 \pm 0,02$ esta variación podría deberse a la variabilidad entre las variedades de naranja, condiciones ambientales y condiciones climáticas del cultivo.

3.7.2. Contenido fenólico de la cascara de naranja secada a 50°C

Los valores de la capacidad reductora de Folin-Ciocalteu (Tabla 7) para los tres estados de madurez, oscilaron un rango de $9,88 \pm 0,13$ a $12,58 \pm 0,28$ mg AGE/g de cascara seca. los resultados obtenidos se encuentran en el rango obtenido por diferentes investigadores, por ejemplo, Lagha-Benamrouche y Madani, (2013) en Argelia cultivaron seis variedades de cáscaras de naranjas dulces y una naranja agria se informó como 9,61, 25,60, 14,95, 12,28, 14,94, 14,31 y 31,62 mg GAE/g PS, respectivamente. Nayak *et al.*, (2015) presento un valor de $10,21 \pm 0,01$ mg AGE/g de muestra seca y con valores más altos Chen *et al.*, (2017) reporto $42,0 \pm 1,5$ a $51,8 \pm 0,9$ mg AGE/ g de extracto de cascara de naranja liofilizada. Estas diferencias probablemente se deban a las diferentes variedades de naranja, el origen y el solvente de extracción.

Tabla 7. Resultados del contenido de polifenoles de la cascara de naranja.

CÁSCARA SECADA A 50°C	POLIFENOLES TOTALES (mg EAG/ g)
Naranja Verde	$12,58 \pm 0,28a$
Naranja Pintón	$11,27 \pm 0,22b$
Naranja Madura	$9,88 \pm 0,13c$

Los valores representan (promedio \pm SEM) provienen de tres repeticiones.

3.7.3. Capacidad antioxidante en la cáscara de naranja secada a 50°C

▪ Radical libre 1, 1-difenil-2-picrilhidrazil (DPPH)

Los resultados encontrados para el radical DPPH en la cascara de naranja secada a 50°C se muestran en el Tabla 8 teniendo valores $31,93 \pm 0,37$ a $102,75 \pm 0,84$ $\mu\text{Mol ET/g}$. Ferreiro *et al.* (2018) obtuvo valores similares en extractos hidroetanólicos y acuosos de mandarina (*C. reticulata* Blanco) mostrando actividad antioxidante de 32,2 y 31,0 $\mu\text{mol TE/1 g FW}$, respectivamente. Con valores más bajos De Moraes Barros *et al.*, (2012) investigo la capacidad antioxidante in vitro de las cascara de cuatro especies de cítricos (naranja Lima, naranja Pera, lima Tahití, lima dulce y mandarina Ponkan) la mandarina Ponkan mostró la mayor capacidad antioxidante (8,25 $\mu\text{mol de TE/g de PF}$) para DPPH y la cáscara de lima Tahití mostró el valor más bajo (5,35 $\mu\text{mol de TE/g de PF}$); Estos resultados probablemente estén asociados con los fenoles y con la especie de los frutos.

Tabla 8. Resultados de la capacidad antioxidante DPPH de la cascara de naranja.

CÁSCARA SECADA A 50°C	DPPH ($\mu\text{Mol ET/g}$)
Naranja Verde	$102,75 \pm 0,84a$
Naranja Pintón	$59,79 \pm 0,52b$
Naranja Madura	$31,93 \pm 0,37c$

Los valores representan (promedio \pm SEM) provienen de tres repeticiones.

▪ Radical libre 2,2-azinobis (3- etilbenzotiazolino-6-ácido sulfónico) (ABTS⁰⁺)

Los resultados encontrados para el radical ABTS en la cascara de naranja secada a 50°C se muestran en el Tabla 9 teniendo valores de $54,76 \pm 0,10$ a $217,86 \pm 0,32$ $\mu\text{Mol ET/g}$. Chen *et al.* (2017) reporto valores altos de $189,5 \pm 4,8$ a $256,2 \pm 3,1$ $\mu\text{Mol ET/g}$ de extracto de cascara de naranja teniendo como solvente único el agua y una temperatura de secado de 120°C durante 3 horas, Viuda-Martos *et al.*, (2011) encontró valores 12,04 $\mu\text{Mol trolox/g}$ en naranja Valencia, 10,45 $\mu\text{Mol trolox/g}$ en naranja Navelina y 9,51 $\mu\text{Mol trolox/g}$ en naranja Salustiana: por otro lado, la capacidad antioxidante de los aceites esenciales se debe a los fenoles presentes en su estructura.

Tabla 9. Resultados de la capacidad antioxidante ABTS de la cascara de naranja.

CÁSCARA SECADA A 50°C	ABTS ($\mu\text{Mol ET/ g}$)
Naranja Verde	217,86 \pm 0,32a
Naranja Pintón	81,39 \pm 0,18b
Naranja Madura	54,76 \pm 0,10c

Los valores representan (promedio \pm SEM) provienen de tres repeticiones.

3.8. Evaluación del aceite esencial

3.8.1. Evaluación fisicoquímica

Los resultados de aceite esencial de naranja se observan en la Tabla 10. La densidad que se obtuvo del aceite esencial de cascara osciló 0,827 y 0,889 g/m³. Como se puede observar en la Tabla 10, al aceite esencial de la cascara verde es el que menor densidad tiene con un valor 0,827 g/m³, valor similar a lo reportado por Mendoza *et al.*, (2016) 0,829 g/m³ y con un valor mayor Torres C. (2018) menciona que la densidad del aceite de naranja es 0,846 g/m³. Con respecto al índice de refracción los resultados son 1,415; 1,466 y 1,482; valores que coinciden con Leon *et al.*, (2015) quien realizó dos métodos de extracción de aceite esencial por HD presentó un valor de 1,4701, mientras que por MWHD fue de 1,4710.

Tabla 10. Resultados del análisis fisicoquímico del aceite de la cáscara de naranja.

ANÁLISIS	ESTADO DE MADUREZ		
	MADURO	PINTÓN	VERDE
DENSIDAD (kg/m ³)	0,841 \pm 0,003b	0,889 \pm 0,002a	0,827 \pm 0,001c
ÍNDICE DE REFRACCIÓN	1,482 \pm 0,001a	1,466 \pm 0,001b	1,415 \pm 0,001c
pH	5 \pm 0,15a	4,5 \pm 0,18b	3,7 \pm 0,21c
ÍNDICE DE PERÓXIDO (me/Kg)	2,50 \pm 0,21b	2,78 \pm 0,01a	2,14 \pm 0,27c
ÍNDICE DE ACIDEZ (%) *	0,905%	0,958%	1,237%
ÍNDICE DE ESTER (%)	5,11 \pm 0,23a	5,34 \pm 0,19a	4,21 \pm 0,13a

Los valores representan (promedio \pm SEM) provienen de tres repeticiones. * Expresado en % de ácido cítrico

El índice de refracción varió desde 1,415 a 1,482, similar a lo reportado por Ortega *et al.* (2007) en aceite esencial de *Citrus sinensis* variedad Valenciana que fue de 1,477 y a lo

encontrado por Güiz y Estefanía (2018). que vario de 1,451 a 1,471 por diferentes métodos de extracción de aceite esencial en naranja *Citrus maxima*. El pH varió desde 4,5 a 3,7 similar al 4,3 en aceite de a naranja Valencia reportado por Cerón-Salazar y Cardona-Alzate (2011). El índice de acidez vario desde 0,905% a 1,237% teniendo el estado verde el valor más alto, parecido a lo reportado por Llontop *et al.*, (2015) 1,318% en aceite esencial de cascara de naranja pintón. Se reportaron valores de 2,50; 2,78 y 2,14 para el índice de peróxido y 5,11; 5,34; 4,21 para el índice de éster para la cascara maduro, pintón y verde respectivamente, valores relativamente a mayores en el caso de índice de peróxido a Revilla y Rivera (2014) quien investigo cultivos de la cascara de naranja de procedencia (Ayo, Caraveli, Omate, Quillabamba, Yanatiri) obteniendo valores de 0,899 a 2,391 de la región sur del Perú, en el caso del índice de éster ocurre lo contrario, ya que según el mismo autor reporto valores superiores de 3,4 a 11,92; estas diferencias se puede deber a la procedencia de cada cultivo.

3.8.2. Viscosidad de los aceites esenciales

Con los resultados de las mediciones de viscosidad obtenidos a diferentes velocidades de rotación (RPM), se realizó los cálculos para determinar el esfuerzo de corte (τ) y velocidad de deformación (γ) para cada tratamiento, luego con estos valores se determinó el índice de flujo (n), índice de consistencia (k), utilizando el modelo matemático de la ley de potencia, los resultados se muestran en la Tabla 11. El mayor valor de índice de consistencia la obtuvo la Naranja verde con 0,282 Pa-Sⁿ seguido de Naranja madura con 0,095 Pa-Sⁿ y Naranja pintón en 0,022 Pa-Sⁿ. Valores similares a lo reportado por Coral (2019) con 0,0212 Pa-Sⁿ en aceite esencial de naranja y Ortega *et al.* (2020) entre 0,080 a 0,900 en aceite esencial de naranja, además Córdova y Escudero (2022) reporta 0,00256 Pa.S en aceite esencial de naranja, las diferencias de viscosidad de los aceites esenciales puede variar dependiendo de varios factores, como la temperatura, la composición química y la presencia de impurezas. Algunos aceites esenciales pueden tener una viscosidad similar a la de otros líquidos como el agua, mientras que otros pueden ser más densos y tener una mayor viscosidad (Tavares *et al.*, 2022). Estos resultados indicarían que el aceite esencial de la cáscara verde es más espeso y menos fluido en respuesta a un esfuerzo cortante dado, en comparación a la madura, y la más fluida fue la variedad pintón, los datos tienen concordancia con el reporte de la densidad relativa (Tabla 10), donde el efecto de esa propiedad es inversamente proporcional a la viscosidad hallada.

Tabla 11. Resultados del análisis Reológico del aceite de la cáscara de naranja.

Estado de Madurez	Índice de consistencia (k)	Índice de flujo (n)
Naranja Verde	0,282 ± 0,008 ^a	1,006 ± 0,006 ^a
Naranja Pintón	0,022 ± 0,000 ^c	0,767 ± 0,023 ^b
Naranja Madura	0,095 ± 0,012 ^b	0,994 ± 0,012 ^a

Los valores representan (promedio ± SEM) provienen de tres repeticiones. Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$).

El índice de flujo (n) en el modelo de viscosidad de potencia indica cómo varía la viscosidad del fluido con el esfuerzo cortante. Un valor de n igual a 1 representa un comportamiento newtoniano, mientras que valores superiores a 1 indican un comportamiento dilatante y valores inferiores a 1 indican un comportamiento pseudoplástico (Tavares *et al.*, 2022). En la Tabla 11, se reportan los valores de índice de flujo, donde el aceite esencial de la cáscara de naranja Verde y Madura presentan índice de flujo estadísticamente iguales de 0,994 y 1,006. Estos valores implican que el fluido muestra un comportamiento muy similar al de un fluido newtoniano, donde la viscosidad se mantiene relativamente constante independientemente del esfuerzo cortante. El aceite esencial de Naranja pintón describe un comportamiento pseudoplástico, este comportamiento es característico en aceites esenciales de frutas, lo que significa que su viscosidad disminuye a medida que aumenta el esfuerzo cortante. Esto se traduce en un índice de flujo (n) inferior a 1. Ortega *et al.* (2020) presenta valores de n en 0.84, la variación del índice de flujo (n) de los aceites esenciales puede deberse a las interacciones moleculares, la composición química y las condiciones de procesamiento de los aceites esenciales. Aziz *et al.* (2018) señalan que las diferencias de estado de madurez la extracción, separación, luz, temperatura, manipulación y almacenamiento, pueden afectar la composición química. La importancia de caracterizar el comportamiento reológico es un parámetro crítico en la industria alimentaria que afecta la producción, la estabilidad, las propiedades sensoriales y la calidad de los alimentos. El control adecuado de la viscosidad permite asegurar procesos eficientes, productos consistentes y una experiencia sensorial satisfactoria para los consumidores.

3.9. Evaluación de los tratamientos de aceite esencial encapsulado

Una vez obtenido los 12 tratamientos especificados en la Tabla 5, se prosiguió a realizarles los siguientes análisis.

3.9.1. Eficiencia de microencapsulación (EE)

La eficiencia de microencapsulación (%EE) de los tratamientos fue plasmada en la Tabla 12. La mayor eficiencia estadística se pudo apreciar en los tratamientos donde se utilizó la propia biomasa de las naranjas como material de pared (en sus tres estados), siendo estas superiores al resto de resultados.

Tabla 12. Resultados de eficiencia de microencapsulación (EE)

TRATAMIENTO	EFICIENCIA (%)
T1	66,30 ± 1,70b
T2	64,20 ± 1,82c
T3	65,81 ± 1,87b
T4	69,38 ± 1,97ab
T5	68,12 ± 1,71ab
T6	68,82 ± 2,72ab
T7	67,50 ± 1,92ab
T8	68,84 ± 1,95ab
T9	66,66 ± 1,89b
T10	70,66 ± 1,86a
T11	71,17 ± 1,83a
T12	71,66 ± 2,37a

Los valores representan (promedio ± SEM) provienen de tres repeticiones. Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$)

Los menores resultados se observaron (Figura 3) en los tratamientos correspondientes al estado maduro, siendo el T1, T2 y T3 los que presentaron menor %EE. Cabe mencionar que de los aceites esenciales encapsulados correspondiente a los de estado maduro el que obtuvo mayor %EE fue el T1, de los de estado pintón el mayor fue el T4, en el caso del estado verde el mayor fue el T8 y finalmente de los micro encapsulados en su propia biomasa, el mayor fue el estado maduro (T12). Asimismo, estos porcentajes de eficiencia fueron corroborados más adelante con el análisis TGA, asociando los porcentajes de pérdida de masa a los %EE. Los resultados encontrados son similares a lo reportado por Nguyen *et al.*, (2022) desde 74,21 % hasta 88,04 %.

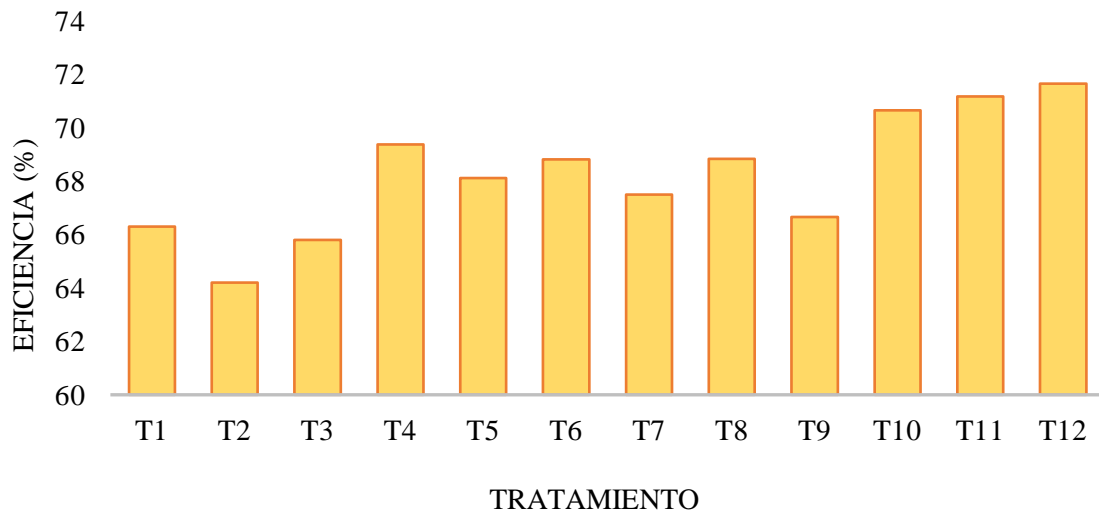


Figura 3. Eficiencia de microencapsulación (%EE) medido de los 12 tratamientos de aceite esencial encapsulado

3.9.2. Evaluación de Fenoles totales (FT) y capacidad antioxidante (DPPH y ABTS) del aceite esencial encapsulado.

Los resultados de fenoles totales y capacidad antioxidante se presentan en la Tabla 13.

Tabla 13. Fenoles totales (FT) y capacidad antioxidante (DPPH y ABTS) del aceite esencial encapsulado

Código	FENOLES TOTALES (mg EAG/ g)	DPPH ($\mu\text{Mol ET/g}$)	ABTS ($\mu\text{Mol ET/g}$)
T1	9,01 \pm 0,33 ^f	80,83 \pm 0,99 ^c	24,13 \pm 1,36 ^b
T2	13,91 \pm 0,61 ^d	53,22 \pm 0,92 ^e	11,29 \pm 0,4 ^d
T3	4,01 \pm 0,25 ^h	56,19 \pm 3,30 ^e	16,12 \pm 0,73 ^c
T4	9,15 \pm 0,59 ^f	34,46 \pm 1,55 ^g	11,63 \pm 0,25 ^d
T5	11,75 \pm 0,15 ^e	62,81 \pm 0,31 ^d	6,87 \pm 0,39 ^e
T6	3,77 \pm 0,40 ^h	11,24 \pm 0,47 ^j	3,67 \pm 0,17 ^{fg}
T7	7,24 \pm 0,17 ^g	18,73 \pm 0,88 ⁱ	5,14 \pm 0,24 ^{ef}
T8	9,46 \pm 0,15 ^f	23,77 \pm 1,11 ^h	6,79 \pm 0,15 ^e
T9	3,73 \pm 0,10 ^h	6,36 \pm 0,30 ^k	1,79 \pm 0,08 ^g
T10	20,84 \pm 0,21 ^b	46,24 \pm 1,10 ^f	7,73 \pm 0,48 ^e
T11	17,64 \pm 0,40 ^c	94,38 \pm 0,52 ^b	17,82 \pm 0,77 ^c
T12	23,05 \pm 0,62 ^a	185,39 \pm 2,08 ^a	29,50 \pm 0,85 ^a

Los valores representan (promedio \pm SEM) provienen de tres repeticiones. Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$)

- **Fenoles totales**

La capacidad antioxidante de los 12 tratamientos medidas por el método de fenoles totales, indico que el menor valor correspondió al T9 ($3,73 \pm 0,10$ mg EAG/ g), contrariamente el mayor valor fue para el T12 correspondiente al microencapsulado de AE proveniente de cascara madura utilizando como material de pared su propia biomasa ($23,05 \pm 0,62$ mg EAG/ g), de los tratamientos obtenidos de cascara verde el mayor fue el T8 ($9,46 \pm 0,15$ mg EAG/ g), de los tratamientos obtenidos de cascara en estado pintón el mayor fue el T6 ($11,75 \pm 0,15$ mg EAG/ g) y de los tratamientos de cascara madura el mayor resultado lo expresó el T2 ($13,91 \pm 0,61$ mg EAG/ g). Valores similares fueron reportados por El-Wakil *et al.*, (2019) 20,5 mg EAG/g en aceite esencial de limón, Hammouda *et al.*, (2018) 32,65 mg EAG/g en aceite esencial de pomelo, Karimi *et al.* (2018) 23,46 mg EAG/g en aceite esencial de bergamota y Rashed *et al.*, (2018) 16,5 mg EAG/g en el aceite esencial de lima.

- **Radical libre 1, 1-difenil-2-picrilhidrazil (DPPH)**

Para el caso de DPPH, el menor valor lo tuvo el T9, correspondiente al microencapsulado de AE proveniente de cascara verde utilizando como material de pared maltodextrina ($6,36 \pm 0,30$ μ Mol ET/g) y el mayor fue el T12 ($185,39 \pm 2,08$ μ Mol ET/g), de los tratamientos obtenidos de cascara verde el mayor fue el T8 ($23,77 \pm 1,11$ μ Mol ET/g), de los tratamientos obtenidos de cascara pintón el mayor fue el T5 ($62,81 \pm 0,31$ μ Mol ET/g) y de los tratamientos de cascara madura el mayor resultado lo expresó el T1 ($80,83 \pm 0,99$ μ Mol ET/g). Bouzabata *et al.*, (2019) reporto que el aceite esencial de limón tenía una actividad antioxidante de 427,18 μ mol Trolox/g, del mismo modo Beyrouthy *et al.*, (2018) indico una actividad de 264,3 μ mol Trolox/g en mandarina y Rezig *et al.*, (2012) encontró que la actividad antioxidante del aceite esencial de naranja dulce fue de 400,5 μ mol Trolox/g en el ensayo DPPH.

- **Radical libre 2,2-azinobis (3- etilbenzotiazolino-6-ácido sulfónico) (ABTS0+)**

Para el caso de ABTS, el mayor valor lo tuvo el T12 ($29,50 \pm 0,85$ μ Mol ET/g), de los tratamientos obtenidos de cascara verde el mayor fue el T8 ($6,79 \pm 0,15$ μ Mol ET/g), de los tratamientos obtenidos de cascara en estado pintón el mayor fue el T4 ($11,63 \pm 0,25$ μ Mol ET/g) y de los tratamientos de cascara madura el mayor resultado lo expresó el T1 ($24,13 \pm 1,36$ μ Mol ET/g). Valores mayores fue reportado por Al-Snafi *et al.*, (2016) quien midió la actividad

antioxidante del aceite esencial de limón usando el método ABTS y obtuvo $88,96 \pm 1,29 \mu\text{Mol ET/g}$. Asimismo, Bouzabata *et al.*, (2018) encontró que la actividad antioxidante del aceite esencial de mandarina fue de $140,74 \pm 7,92 \mu\text{Mol ET/g}$. También, Bouzabata *et al.*, (2019) reportó las siguientes actividades antioxidantes por ABTS en cítricos: AE de limón: $226,82 \pm 10,91 \mu\text{Mol ET/g}$, AE de naranja dulce: $69,08 \pm 2,05 \mu\text{Mol ET/g}$ y AE de mandarina: $285,63 \pm 7,78 \mu\text{Mol ET/g}$.

3.9.3. Análisis sensorial

Los resultados del análisis sensorial de los aceites esenciales encapsulados se reflejan en la Tabla 14, del atributo olor, los panelistas detectaron una diferencia entre los tratamientos T6 y los T10, siendo estos los extremos menor y mayor de lo reportado. Las encuestas se realizaron colocando un puntaje del 0 al 5, siendo el número 0 catalogar el olor como “me disgusta mucho” y el número 5 como me agrada mucho”. De este mismo atributo se desprende que entre los tratamientos de estado maduro no hubo diferencia estadística, catalogándose estos tratamientos en promedio de “no me gusta ni me disgusta”. Para los tratamientos del estado Pintón el mayor fue el T6 colocándose más cerca del puntaje de “me agrada poco”. De los tratamientos de estado verde no se detectó diferencia significativa y siendo en promedio catalogados como (no me gusta ni me disgusta) y para los tratamientos con propia biomasa, el diferente fue el T12, siendo el T10, T11 y T12 los que obtuvieron el menor puntaje, esto debido a la astringencia o acidez que puede provocar, además del aceite, la propia biomasa de la naranja, que pueden contener compuestos como limoneno o eugenol.

Del atributo sabor, el T5 fue que obtuvo un mayor valor de aceptación, siendo los de menos aceptación los aceites esenciales encapsulados correspondientes a los que utilizaron su biomasa como material de pared, siendo el de menor puntaje el T10 de estado verde, lo cual calzaría con el menor pH y mayor acidez de estas muestras detectadas en su análisis fisicoquímica y proximal, asimismo como a su mayor actividad antioxidante. De este atributo no hubo diferencia estadística entre los tratamientos de estado maduro. Para los tratamientos del estado Pintón el mayor fue el T5 colocándose más cerca del puntaje de “no me gusta ni me disgusta”. De los tratamientos de estado verde no se detectó diferencia significativa y para los tratamientos con propia biomasa, el diferente fue el T12, sin embargo, los tratamientos T10, T11 y T12 obtuvieron los menores puntaje de todos, esto debido a que la propia biomasa de la naranja que pueden contener aun compuestos

que proporcionen astringencia o acidez a los sentidos.

Tabla 14. Análisis sensorial de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados

Tratamiento	Olor	Sabor	Apariencia general
T1	3,043 ± 0,231 ab	3,03 ± 0,189 ab	2,91 ± 0,208 ab
T2	3,087 ± 0,198 ab	2,696 ± 0,193 ab	2,83 ± 0,205 ab
T3	2,957 ± 0,213 ab	2,957 ± 0,222 ab	2,91 ± 0,226 ab
T4	3,05 ± 0,251 ab	3 ± 0,274 ab	2,83 ± 0,205 ab
T5	2,987 ± 0,227 ab	3,13 ± 0,221 a	3,27 ± 0,221 a
T6	3,609 ± 0,175 a	3 ± 0,209 ab	3 ± 0,218 ab
T7	2,942 ± 0,247 ab	2,913 ± 0,226 ab	2,87 ± 0,238 ab
T8	3 ± 0,243 ab	3,08 ± 0,217 ab	2,96 ± 0,213 ab
T9	3,13 ± 0,221 ab	3,087 ± 0,165 ab	3,22 ± 0,208 a
T10	2,739 ± 0,276 b	1,565 ± 0,176 b	2,52 ± 0,207 ab
T11	2,522 ± 0,226 b	2,348 ± 0,214 b	2,26 ± 0,229 b
T12	2,87 ± 0,221 ab	2,575 ± 0,205 c	2,61 ± 0,206 ab

Los datos de la tabla representan promedio ± SEM. Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$)

De la apariencia general, el tratamiento mayor rankeado fue el T5 con $3,27 \pm 0,221$, entrando en el calificativo de “no me gusta ni me disgusta”. Aquí nuevamente los tratamientos calificados con menores puntajes correspondieron a los que se encapsularon con su propia biomasa y a los de estado verde, lo que evidenciaría una influencia del pH, acidez y actividad antioxidante de las cascarras donde se obtuvo el AE para estos tratamientos. De este atributo no hubo diferencia estadística entre los tratamientos de estado maduro. Para el estado Pintón el mayor fue el T5 colocándose por encima del puntaje de “no me gusta ni me disgusta”. De los tratamientos de estado verde el T9 obtuvo mayores valores de aceptación y para los tratamientos con propia biomasa, el diferente fue el T11, teniendo los tratamientos T10 y T12 los mayores puntajes de todos. Los aceites esenciales han demostrado ser beneficiosos para realzar el sabor y el aroma de diversos productos, como en el caso de los lácteos. Los aceites esenciales representan un grupo de compuestos químicos derivados de vegetales con características terpénicas. Estos aceites destacan por su capacidad para conferir olor y sabor a los alimentos, aportando una experiencia sensorial única, además de su función aromatizante, los aceites esenciales también contienen compuestos bioactivos que les confieren propiedades beneficiosas para la salud (Ponso et al., 2020).

3.10. Caracterización sobre la microscopía electrónica de barrido (SEM), colorimetría, termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de Barrido (DSC) de los mejores tratamientos de aceite esencial encapsulados

De los análisis realizados hasta este punto y de acuerdo con sus mejores características fisicoquímicas, fenólicas, antioxidantes y sensoriales, se utilizaron para elegir los mejores 4 tratamiento de AE encapsulado. En base a esto, los tratamientos que continuaron siendo analizados fueron: T1, T5, T8 y T12.

3.10.1. Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)

El SEM desempeña un papel crucial en el análisis de partículas liofilizadas al proporcionar información detallada sobre su morfología, tamaño, distribución y características superficiales. Esta información es fundamental para garantizar la calidad y consistencia de los productos liofilizados y para optimizar los procesos de liofilización. En la Tabla 15, se muestran los resultados del análisis SEM encontrándose mayor tamaño de partículas en el T12 con 54,38 μm entre 18,29 a 115,62 μm , los tratamientos T5, T8 y T1 presentaron tamaños promedios estadísticamente iguales, para T5 con promedio 26,51 μm en rango desde 8,00 hasta 71,38 μm ; T8 con promedio 18,91 μm dentro de 7,81 hasta 43,34 y T1 con tamaño promedio en 18,68 μm en intervalo de 8,45 hasta 55,53 μm . Las diferencias encontradas respecto al tamaño de partículas se deben a la presencia de la maltodextrina (material pared) usada en la formulación de los tratamientos como reportan Premjit y Mitra (2023) y Wu *et al.*, (2018) señalando que la maltodextrina forma estructuras más uniformes y que la cantidad en la formulación afectarían al tamaño de gránulos, además el complejo formado con el aceite esencial ocasionaría variación en el tamaño como lo reporta Kringel *et al.*, (2016) en encapsulado de aceite esencial de naranja observaron cambios en la forma y el tamaño de las partículas en comparación del aceite esencial puro. Respecto al tamaño de T12 que fue encapsulado con la biomasa de naranja, este presenta un mayor tamaño debido a los polímeros como la hemicelulosa y celulosa que no se fragmentaron en el proceso de liofilizado, este efecto de fragmentación si se observa en los tratamientos que tienen maltodextrina como reportar (Susy *et al.*, 2020) en encapsulados de aceite esencial de naranja con maltodextrina.

Tabla 15. Análisis de morfología y tamaño de partículas del encapsulado de aceite esencial

Morfología y Tamaño	T1	T5	T8	T12
Forma	Partículas amorfas, polígonos irregulares	Partículas amorfas	Poliédricas, amorfas	Irregulares, de aspecto pegajoso
Superficie	Rugosa presencia de poros y cavidades	Lisa, presencia de capas	Lisas, capas quebradas	Rugosa, presencia de poros grandes
Rango de Tamaño (µm)	8,45 – 55,53	8,00 – 71,38	7,81 – 43,34	18,29 – 115,62
Promedio (µm)	18,68 ± 1,84 ^b	26,51 ± 2,99 ^b	18,91 ± 1,66 ^b	54,38 ± 4,81 ^a

Los datos de la tabla representan promedio ± SEM, valores de una misma fila con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$) según la prueba tukey.

la morfología de los tratamientos con maltodextrina (T1, T5 y T8) tuvieron similar forma característico a un proceso de liofilizado, con generación de partículas amorfas, poliédricas y poligonales. (Susy *et al.*, 2020) destaca que el proceso de liofilización en aceite esencial de naranja con maltodextrina genera partículas parecidas a vidrios rotos y amorfos, tales características se observan en las Figuras 4A, 5A y 6A. respecto a la superficie estos tratamientos presentaron superficies lisas y compactas (Figuras 4B, 5B y 6B) característico a la maltodextrina, además la presencia de cavidades y poros en el T1 (figura 4B) se debe a los cristales de hielo o burbujas de aire retenidas durante el congelamiento (Premjit y Mitra, 2023), además las partículas liofilizadas también tuvieron una evidente aglomeración, esto podría deberse a la coalescencia de las partículas primarias que ocurre en la solución congelada antes de la liofilización. Para el T12 presento características más parecida a masa pegajosas con forma irregular y su superficie rugosa con poros de mayor tamaño comparado al tratamiento T1, esta estructura es característico de los polímeros que conforman la biomasa de la naranja reportada por tariq *et al.*, (2022) señalando estructura rugosa con protuberancias y poros, característico a materiales fibrosos. La aplicación del encapsulante mejoro la obtención de partículas más homogéneas y con menor tamaño que tendrán mayor aplicación en mezclas de procesos industriales.

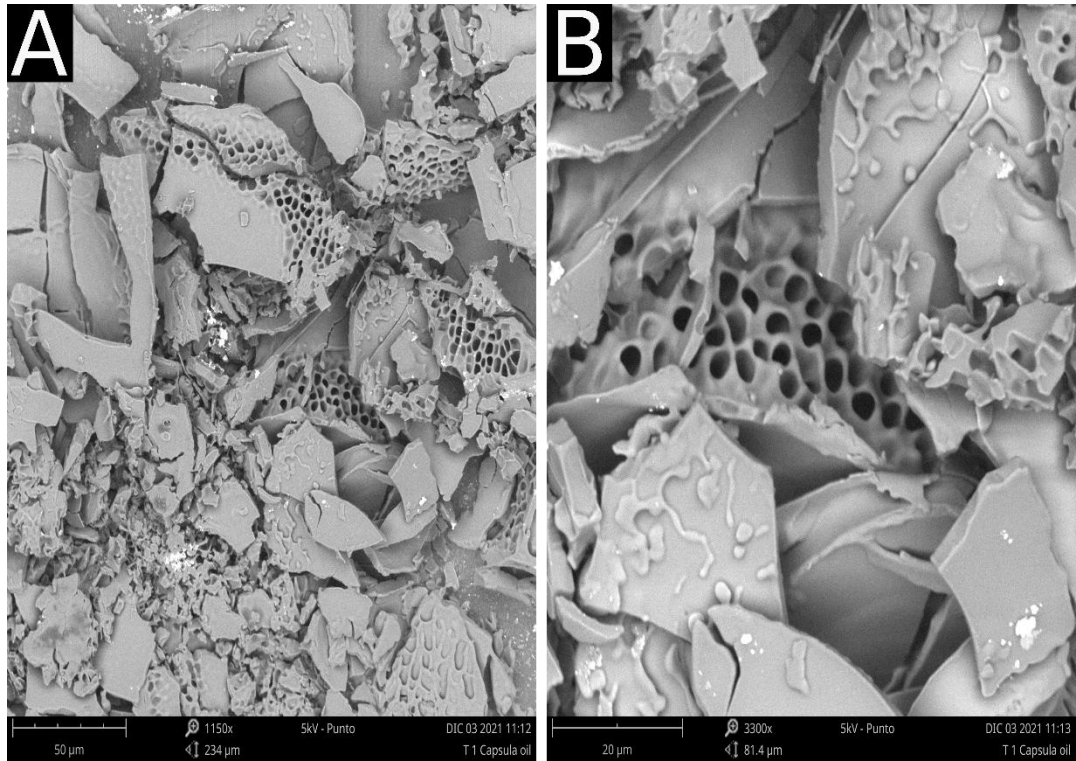


Figura 4. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T1, A: 1150 x; B: 3300 x

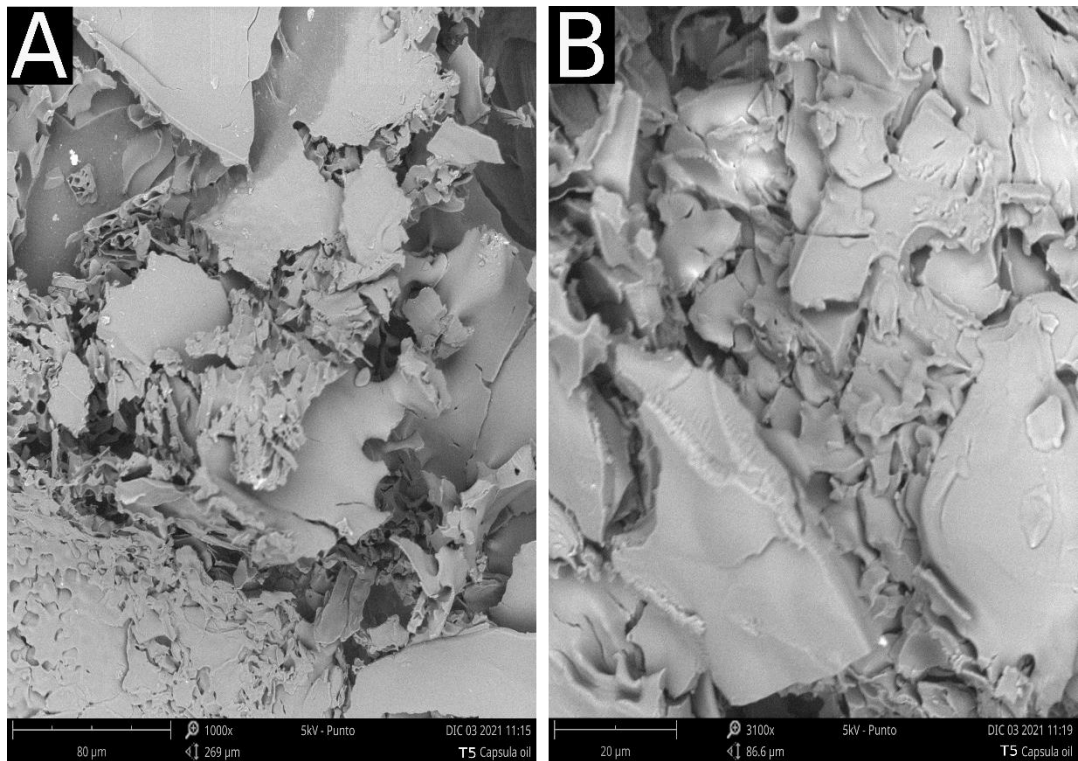


Figura 5. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T5, A: 1000 x; B: 3100 x

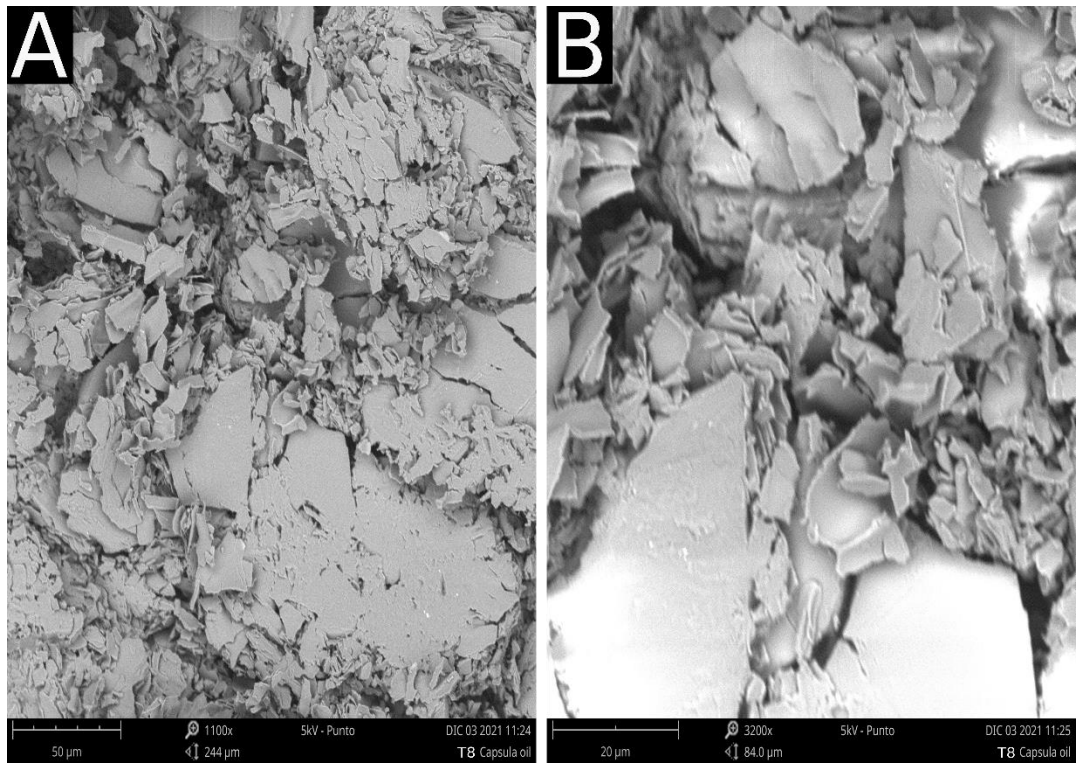


Figura 6. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T8, A: 1100 x; B: 3200 x

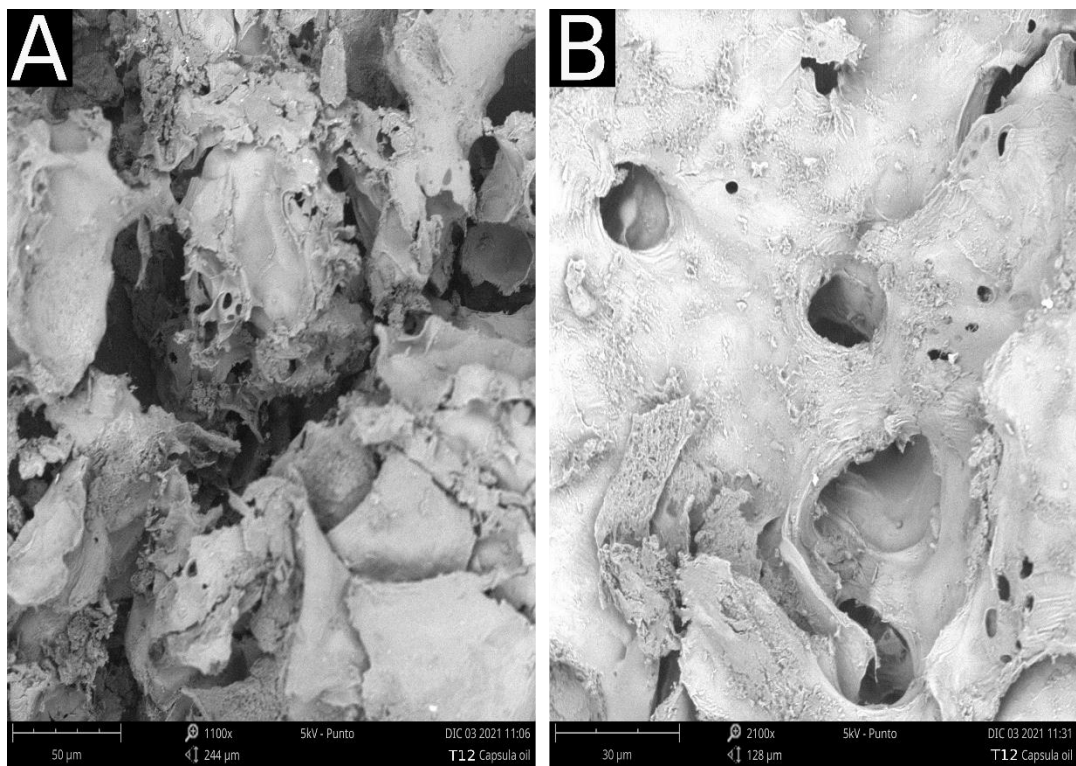


Figura 7. Micrografía SEM de aceite esencial encapsulado T12, A: 1100 x; B: 2100 x

3.10.2. Análisis de Colorimetría

El análisis de colorimetría en liofilizados es esencial para el control de calidad, la estabilidad del producto, el cumplimiento de especificaciones y la evaluación sensorial. Proporciona información objetiva y cuantitativa sobre el color de los liofilizados, lo que ayuda a garantizar la calidad y la satisfacción del cliente (Ozkan et al., 2019). En la Tabla 16 se reportan los resultados de color, los tratamientos con maltodextrina presentaron valor de Luminosidad (L^*) para T1 en 92,83, T5 en 92,84 y T8 con 92,78. Esto indica que el color es bastante claro y cercano al blanco absoluto. La componente a^* varía de verde (-a) a rojo (+a), y la componente b^* varía de azul (-b) a amarillo (+b). Los valores positivos de a y b indican tonos más cálidos, mientras que los valores negativos indican tonos más fríos. Los encapsulados T1, T5 y T8 presentaron valores muy cercanos comprendidos en -1,61, -1,68 y -1,99 respectivamente, lo que indicaría una ligera tendencia hacia el color verde en lugar del rojo. Sin embargo, al ser un valor cercano a cero, la influencia del color verde es muy baja y es posible que el color se perciba prácticamente neutro en términos de rojo-verde.

Tabla 16. Colorimetría de partículas del encapsulado de aceite esencial

Tratamiento	parámetro		
	L^*	a^*	b^*
T1	92,83 ± 0,02 ^a	-1,61 ± 0,01 ^b	0,99 ± 0,01 ^b
T5	92,84 ± 0,02 ^a	-1,68 ± 0,02 ^b	0,9 ± 0,01 ^b
T8	92,78 ± 0,01 ^a	-1,99 ± 0,01 ^c	0,82 ± 0,01 ^c
T12	92,66 ± 0,08 ^a	19,65 ± 0,03 ^a	61,08 ± 0,06 ^a

Los datos de la tabla representan promedio ± SEM Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$)

La componente b^* para T1 alcanzó 0,99, para T5 0,9 y para T8 en 0,82 lo que indica una ligera tendencia hacia el color amarillo en lugar del azul. Al igual que en el caso anterior, al ser un valor cercano a cero, es probable que el color se perciba prácticamente neutro en términos de amarillo-azul. Resultados similares fueron reportados por (Ferro et al., 2020) en encapsulado con maltodextrina con $L^*a^*b^*$ (96,80 ; 0,05 y 6,65), obteniendo partículas con alta blancura.

El T12 obtuvo alta luminosidad 92,66 L^* , croma a^* positivo con tendencia al rojo de 19,65 y croma b^* con fuerte tendencia al amarillo de 61,08, lo que indicaría que el color en la biomasa liofilizada es claro, cercano al blanco y presenta una combinación de tonalidades rojas y amarillas.

Esto indica que la biomasa liofilizada puede tener un color que tiende hacia el rojo y el amarillo, lo que puede influir en su apariencia visual y en las características sensoriales del producto. Esto se debe a la composición polimérica y interrelación del aceite esencial como reporta (Souza et al., 2013) que el incremento de valores a^* y b^* está influenciado por el contenido del núcleo del encapsulado. Por otro lado sarabandi *et al.*, (2019) destaca los encapsulados con maltodextrina tienen mayor eficiencia en la retención de materiales volátiles como los aceites esenciales y por su estructura cristalina y características hidrofílicas pueden aplicarse en procesos sin cambiar el color del alimento o mezcla.

3.10.3. Estabilidad térmica por Termogravimetría

La termogravimetría (TGA) es una técnica de análisis termo analítico que implica la medición de la variación de masa de una muestra en función de la temperatura o el tiempo, en condiciones controladas de atmósfera y cuando se deriva esta curva se convierte en DTG. Se utiliza para estudiar la estabilidad térmica y la composición de materiales orgánicos e inorgánicos, como polímeros, compuestos de metal, cerámicas, entre otros (Carrier *et al.*, 2011). Los resultados de termogravimetría se muestran en la Tabla 16. Las muestras T1, T5 y T8 presentaron similares

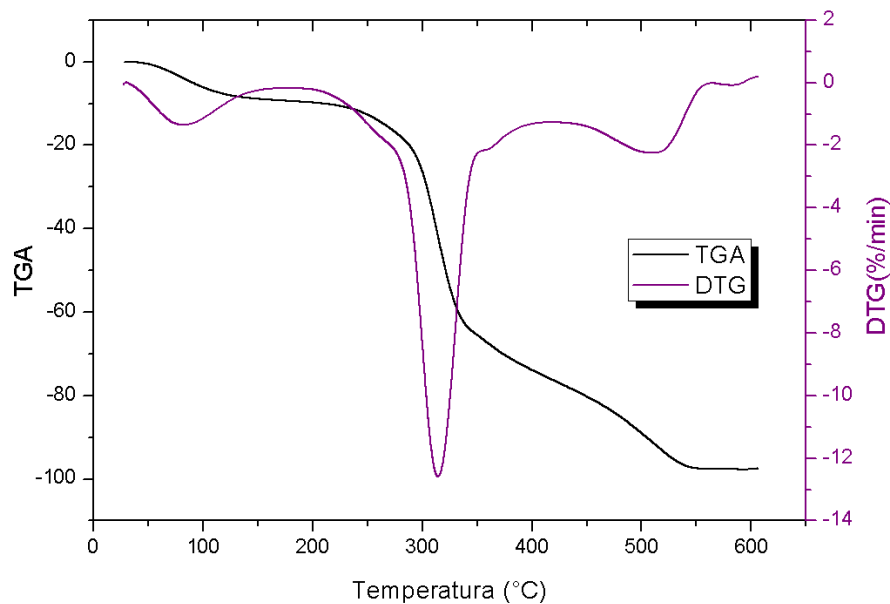


Figura 8. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T1

zonas de pérdida de masa, a comparación con el T12 esto se debe a la presencia del encapsulante

empleado en la formulación de T12 que fue con su propia biomasa.

La primera zona de pérdida de masa (Zona 1), característico a la evaporación de humedad y materiales volátiles, el tratamiento T1 presentó la mayor pérdida para esta zona con 8,55 % y con mayor intervalo de descomposición ΔT (130,56 °C) comprendido desde 30,63 °C hasta 161,19°C, seguido de T5 con 7,02% con reducción del intervalo ($\Delta T = 116,85^\circ\text{C}$) entre 29,42 hasta 146,28 °C, luego el T8 con 6,31% desde 33,45 hasta 148,38 °C ($\Delta T = 114,92^\circ\text{C}$) y por último el T12 alcanzo 5,1 % de descomposición en esta etapa dentro del intervalo 36,15°C hasta 127,29 °C, obteniendo un ΔT de 91,14 °C. Respecto a la temperatura de máxima descomposición (T_p), T1, T5 y T8 obtuvieron similares temperaturas 82,78; 82,02 °C y 79,19 °C respectivamente, este comportamiento fue ocasionado por el encapsulante al formar enlaces con el aceite esencial retuvo los materiales volátiles, requiriéndose mayor temperatura para descomponer estos enlaces (Bajac *et al.*, 2022). El incremento de encapsulante en la formulación ocasiono una reducción de este intervalo relacionado con la cristalinidad de la maltodextrina, lo que impidió la absorción de agua en el encapsulado (Wu *et al.*, 2018). El T12 presento T_p (72,49 °C) inferior a los tratamientos indicando una rápida desorción de los volátiles incrementarse su temperatura.

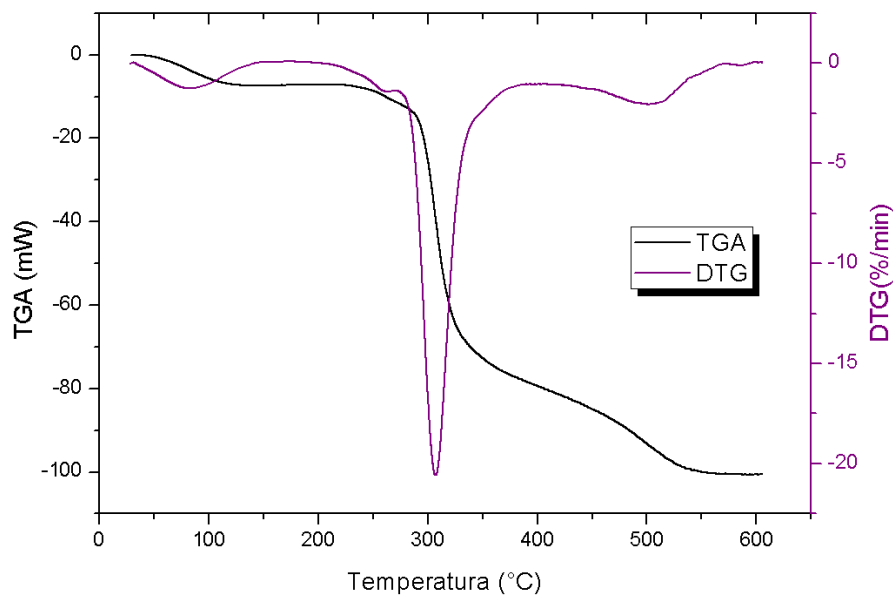


Figura 9. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T5

La identificación de la zona de estabilidad térmica es importante en muchas aplicaciones,

como el diseño de materiales para aplicaciones de alta temperatura, el control de calidad de productos químicos, farmacéuticos, productos alimenticios y cosméticos (Ferro *et al.*, 2020). Para estos tratamientos el efecto de incrementar encapsulante mejoró esta característica, obteniéndose mayor rango (ΔT) en el T5 con 81,38 °C desde 146,28°C hasta 227,65°C; seguido por el tratamiento T8 con ΔT en 79,77 °C y rango entre 148,38 – 228,15°C; después T1 con ΔT de 66,7 °C dentro 161,19 hasta 227,89 °C y por último el T12 presento la menor estabilidad con ΔT de 21,01 °C y con intervalo de 127,29 hasta 148,31 °C. Se ha demostrado que la adición de maltodextrina en los encapsulantes puede mejorar la capacidad de estos para resistir las altas temperaturas que se utilizan en algunos procesos de producción, como la deshidratación o la liofilización (Xiao *et al.*, 2019).

La segunda zona de pérdida de masa (Zona 2) los tratamientos T1, T5 y T8. Presentaron la mayor descomposición de su masa en similares temperaturas de inicio, para T1 este proceso inicio en 227,89 hasta 386,29 °C, con 62,02 %; para T5 inicio en 227,65 hasta 384,68 con 68,36% y T8 desde 228,15 hasta 381,22 °C con 66,97% de pérdida de masa, las diferencias en los porcentajes de descomposición posiblemente se deban a la naturaleza del aceite esencial extraído como se presentan en la Tabla 17.

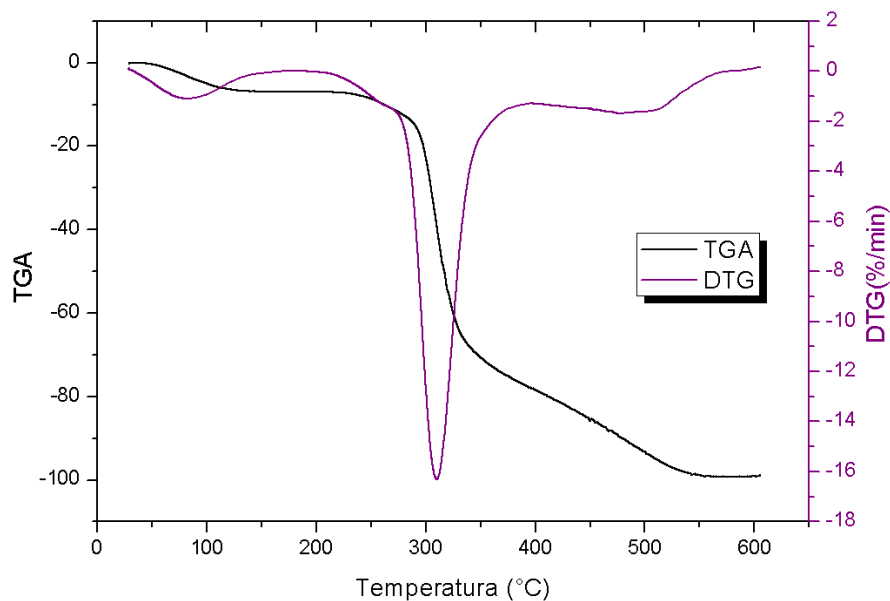


Figura 10. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T8

Resultados del contenido de polifenoles de la cascara de naranja, el aceite esencial extraído de la cascara madura presenta menor cantidad de polifenoles totales que pudieron establecer enlace con la maltodextrina (cristalización), el uso de maltodextrina como encapsulante puede mejorar la cristalización de antioxidantes y aumentar su capacidad para proteger contra la oxidación (Bajac *et al.*, 2022). Para el T12 al ser encapsulado por su propia biomasa la pérdida de masa en esta zona representa la descomposición del aceite esencial y polímeros de la biomasa esta inicia en 148,31 hasta 263,29°C con T_p en 209,67°C y 29,31% de masa evaporada. Dentro este rango reportado se encuentran la evaporación de los compuestos del aceite esencial de naranja y polímeros de la biomasa usada como encapsulante como lo reporta Balboa (2016), el limoneno compuesto aromático que se encuentra en grandes cantidades en los aceites esenciales de la naranja, y tiene una temperatura de evaporación de alrededor de 178°C. El eugenol, otro compuesto presente en algunos aceites esenciales de naranja amarga tiene una temperatura de evaporación más alta de alrededor de 250°C. El linalol y el acetato de linalil, que pueden estar presentes en pequeñas cantidades en algunos aceites esenciales de naranja dulce, tienen temperaturas de evaporación de alrededor de 198°C y 220°C, respectivamente. El polímero de la biomasa de naranja que se descompone dentro de este rango destaca la hemicelulosa como lo reportan (Quesada-González *et al.*, 2011) con rango de 124 – 256 °C y 26,5% de masa. Por otro lado, los tratamientos T1, T5 y T8 retuvieron la descomposición de estos compuestos a temperaturas superiores 227°C , lo que indicaría una conservación del limoneno (Bajac *et al.*, 2022; Velmurugan *et al.*, 2017), además dentro de esta zona 2 se encuentra la descomposición de la maltodextrina reportado por (Wu *et al.*, 2018) quienes señalan que el segundo paso de degradación térmica, con una pérdida de peso alrededor 60,55 %, la pérdida de peso en este paso se puede atribuye a la degradación térmica del componente principal de los segmentos de maltodextrina.

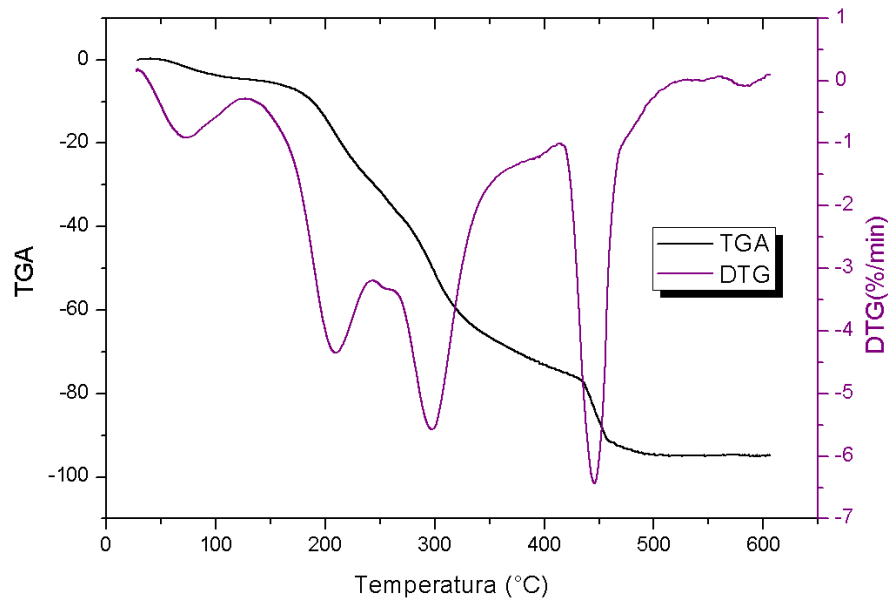


Figura 11. Termograma (TGA y DTG) tratamiento T12

La tercera zona de descomposición térmica para los tratamientos T1, T5 y T8 presentaron temperaturas cercanas de inicio y final, para T1 este proceso inicio en 386,29 hasta 560,16°C, con 26,11% de pérdida de peso, T5 desde 384,68 hasta 560,68 con 22,49% de pérdida de peso y T8 alcanzó 23,24 % de pérdida de peso entre 381,22 - 566,59 °C. Wu *et al.*, (2018) reporta que en esta zona el polímero pierde la estructura estable, como resultado de la dimerización o trimerización del isocianato por efecto de temperatura, generándose reacciones de carbonización lenta. Lo que indicaría la descomposición total del polímero pared (Xiao *et al.*, 2019). El tratamiento T12 presenta una descomposición entre 263,29°C hasta 410°C con 37,48% de reducción de masa, lo que indicaría la descomposición de la celulosa que forma parte de la biomasa, reporte similar obtuvo (Quesada-González *et al.*, 2011) señalando un tercer efecto (271-377 °C), con una pérdida de masa asociada de 31,6 %, atribuido a la degradación de la celulosa. Seguidamente el T12 presentó una cuarta zona de degradación entre 410,07 hasta 502,30°C con 20,51% atribuido al polímero con mayor termorresistencia en la biomasa de naranja, después de esta zona solo quedaría como residuo la ceniza, similar comportamiento obtuvo Quesada-González *et al.*, (2011) señalando un intervalo de temperatura de 380 a 550 °C, con una variación de masa de 36,1 %, atribuido esencialmente a la degradación de la lignina.

Tabla 17. Análisis termogravimétrico del aceite esencial encapsulado

Muestras	Parámetros	Zona 1	Estabilidad térmica	Zona 2	Zona 3	Zona 4					
T1 (maduro)	Ti-Tf/°C	30,63	161,19	161,19	227,89	227,89	386,29	386,29	560,16		
	$\Delta T/^\circ\text{C}$	130,56		66,7		158,39		173,87			
	Tp/°C	82,78		n,d		313,84		508,15			
	$\Delta m \%$	8,55		n,d,		62,02		26,11			
T5(pinton)	Ti-Tf/°C	29,42	146,28	146,28	227,65	227,65	384,68	384,68	560,68		
	$\Delta T/^\circ\text{C}$	116,85		81,38		157,03		175,99			
	Tp/°C	82,02		n,d,		307,3		498,69			
	$\Delta m \%$	7,02		n,d,		68,36		22,49			
T8 (verde)	Ti-Tf/°C	33,45	148,38	148,38	228,15	228,15	381,22	381,22	566,59		
	$\Delta T/^\circ\text{C}$	114,92		79,77		153,08		185,36			
	Tp/°C	79,19		n.d.		310,21		495,02			
	$\Delta m \%$	6,31		n.d.		66,97		23,24			
T12 (biomasa)	Ti-Tf/°C	36,15	127,29	127,29	148,31	148,31	263,29	263,29	410,07	410,07	502,3
	$\Delta T/^\circ\text{C}$	91,14		21,01		114,98		146,77		92,24	
	Tp/°C	72,49		n.d.		209,67		298,39		444,77	
	$\Delta m \%$	5,1		n.d.		29,31		37,48		20,51	

Ti : Temperatura inicial; Tf : Temperatura final; Tp : Temperatura pico; n,d, : no detectable; $\Delta m \%$: porcentaje de pérdida de masa, Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$).

3.10.4. Calorimetría Diferencial de Barrido

El análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) puede revelar información sobre las transiciones de fase, la cristalización o fusión de los componentes presentes en el liofilizado, y la estabilidad térmica del mismo. Los picos endotérmicos (absorción de calor) o exotérmicos (liberación de calor) registrados en el análisis de DSC pueden indicar eventos como la evaporación de componentes volátiles, cambios en la estructura cristalina o la presencia de impurezas (Tylewicz *et al.*, 2016). Los tratamientos T1, T5 y T8 presentaron una similar transición endotérmica (Tabla 18) correspondiente a la evaporación de la humedad y volátiles (Aguiar *et al.*, 2022), para T5 presentó la menor temperatura de inicio (T_o) en 38,72 °C hasta 135,09 °C con Temperatura pico (T_p) en 82,30 °C, seguido por T8 iniciando en 43,93°C hasta 84,05 °C con T_p 84,05 °C y T1 inicio en 45,95 °C hasta 132,30 °C con T_p 85,52 °C. Respecto a la entalpía de evaporación la mayor adsorción de energía lo obtuvo T5 (ΔH 220,85 J/g) comparada a T8 (ΔH 143,19 J/g) y T1 (ΔH 142,06 J/g), lo que sugiere que parte del agua que estaba inicialmente presente en T5 no ha sido desplazada por el aceite, debido a su mayor afinidad hidrofílica que tiene el encapsulante empleado (maltodextrina) a diferencia de los T1 y T12 que tuvieron mayor presencia de constituyentes hidrofóbicos que evitaron la retención de agua (Kringel *et al.*, 2016).

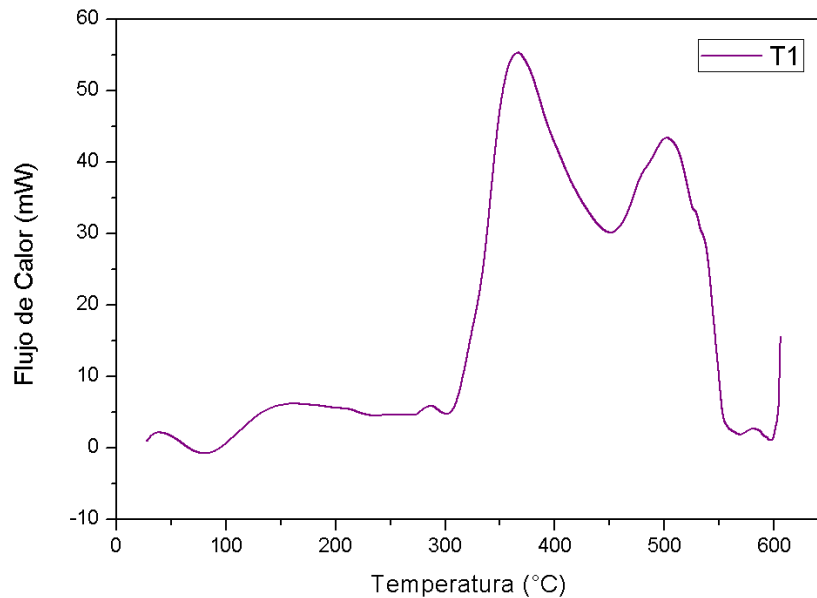
Tabla 18. Análisis DSC en aceite esencial encapsulado

Tratamiento	Transición 1			
	T_o (°C)	T_p (°C)	T_f (°C)	ΔH (J/g)
T1	45,95±0,53b	85,52±1,35b	132,30±1,24bc	142,06±0,69c
T5	38,72±0,65c	82,30±0,88b	135,09±0,64b	220,85±1,00b
T8	43,93±1,51bc	84,05±0,78b	128,50±2,26c	143,19±0,19c
T12	263,21±2,20a	307,91±0,13a	354,10±0,30a	-3073,67±35,78a

Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$).

Por otro lado el T12 presenta un comportamiento distinto, no encontrándose transición significativa en la curva DSC en el rango de temperaturas de T1, T5 y T8, debido a la ausencia de maltodextrina en su formulación, lo cual le otorga un comportamiento hidrofóbico y

encontrándose una transición exotérmica a partir de 263,21°C hasta 354,10°C lo que indicaría la descomposición (combustión) del aceite esencial (Balboa, 2016; Gabriel Ferreira *et al.*, 2020; Kringel *et al.*, 2016). Los experimentos se programaron en atmosfera oxidante por lo que T12 presento ΔH exotérmico de $-3073,67$ (J/g), indicando la descomposición del aceite esencial en ese



intervalo de temperatura.

Figura 12. Termograma calorimétrico tratamiento T1

La segunda transición detectada en los tratamientos se muestra en la Tabla 19, T5 fue el único tratamiento que presento una transición endotérmica ($\Delta H = 68,23$ J/g), con una T_o menor comparada a los demás tratamientos iniciando en 253,61 °C hasta 295,02 °C con T_p de 286,38 °C, similar comportamiento lo presenta T1 con inicio en 275,66°C hasta 296,51°C y T_p de 285,89 °C; este tratamiento presenta ΔH exotérmico $-9,02$ J/g, siendo estadísticamente igual a T5, lo que indicaría que en esta zona se estaría evaporando el aceite esencial encapsulado por la maltodextrina, como reporta Gabriel Ferreira *et al.* (2020) en D-limoneno, del aceite esencial de naranja destilado al vapor y del aceite prensado en frío en el rango entre 235°C y 241°C, atribuyendo diferencias a la composición de las muestras.

Tabla 19. Análisis DSC en aceite esencial encapsulado

Tratamiento	Transición 2			
	To (°C)	Tp (°C)	Tf (°C)	ΔH (J/g)
T1	275,66±1,04c	285,89±0,50c	296,51±0,92c	-9,02±0,05a
T5	253,61±1,11d	286,38±1,22c	295,02±1,13c	68,23±0,43a
T8	318,57±0,48b	359,04±0,47b	556,51±1,35a	-5428,23±75,04c
T12	430,79±0,38a	442,87±0,60a	457,43±1,50b	-3787,52±79,42b

Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$).

Los tratamientos T8 y T12 para esta segunda transición destacan por su elevada entalpía exotérmica (ΔH), para T8 estuvo en un intervalo de 318,57 °C – 556,51 °C con T_p de 359,04 °C y ΔH en -5428,23 J/g, para T12 esta transición inicio en 430,79 °C hasta 457,43 °C con T_p 442,87 °C y ΔH -3787,52 J/g. Esto indicaría que el T8 requiere elevada temperatura para oxidar el aceite esencial combinado con el material pared (maltodextrina), Ferro *et al.*, (2020) señala que temperaturas cercanas a 321 °C para la descomposición de maltodextrina, lo que indicaría la elevada entalpía reportada. Para T12 en ese rango de temperatura correspondería a la combustión de celulosa presente en la biomasa (Quesada-González et al., 2011).

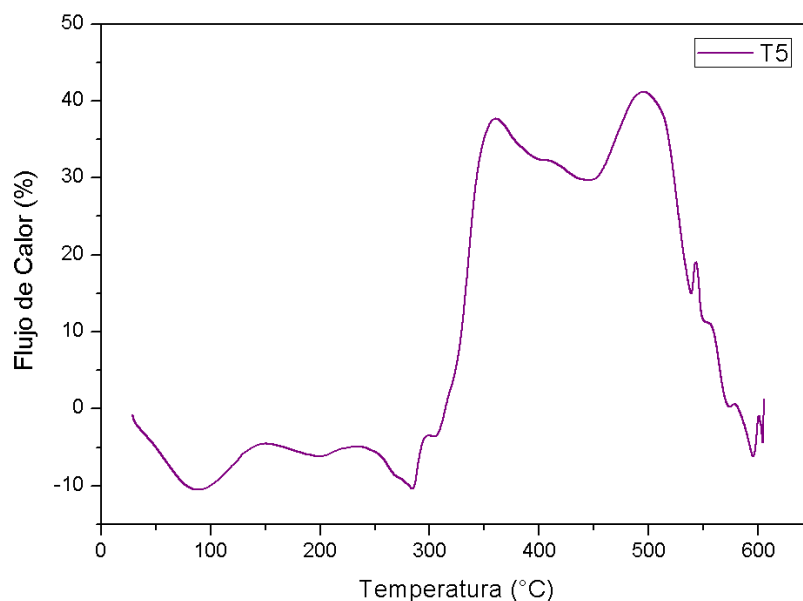


Figura 13. Termograma calorimétrico tratamiento T5

La tercera transición detectada en las muestras corresponde a procesos exotérmicos de combustión a altas temperaturas para el T8, no se encontraron transiciones significativas lo que indicaría que este tratamiento presento menor estabilidad. En la Tabla 20 se muestran los resultados de la combustión completa de los tratamientos para T1 inicio en 322,09 °C hasta 552,52 °C con Tp 366,80 °C y ΔH de -4607,42 J/g; T5 presentó rango temperatura entre 318,13 °C hasta 359,52 °C, con Tp 359,52 °C y ΔH - 3934,09 J/g. las diferencias encontradas entre estos tratamientos reflejan la interacción entre el aceite esencial y encapsulante que modificaron su estructura química, por parte del encapsulante retuvo la evaporación del aceite esencial a mayor temperatura y en el encapsulante la energía para descomponer esos enlaces aumento su entalpía exotérmica modificando su Tp, como reportan (Ferro et al., 2020; Wu et al., 2018) en descomposición de maltodextrina se encuentra entre 250 °C a 500 °C y las diferencias químicas afectaran su temperatura de degradación. Por otro lado la transición exotérmica detectada en T12 de inicio en 540,92 °C hasta 548.94°C con Tp 544,83 y ΔH -69,02 J/g, probablemente se deba a la combustión de lignina presente en la biomasa, este polímero es resistente a altas temperaturas (Quesada-González et al., 2011).

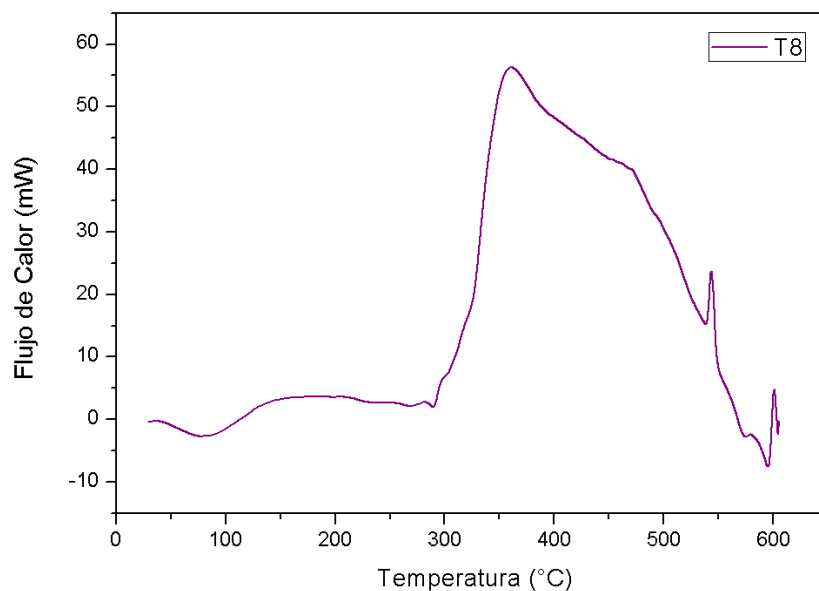


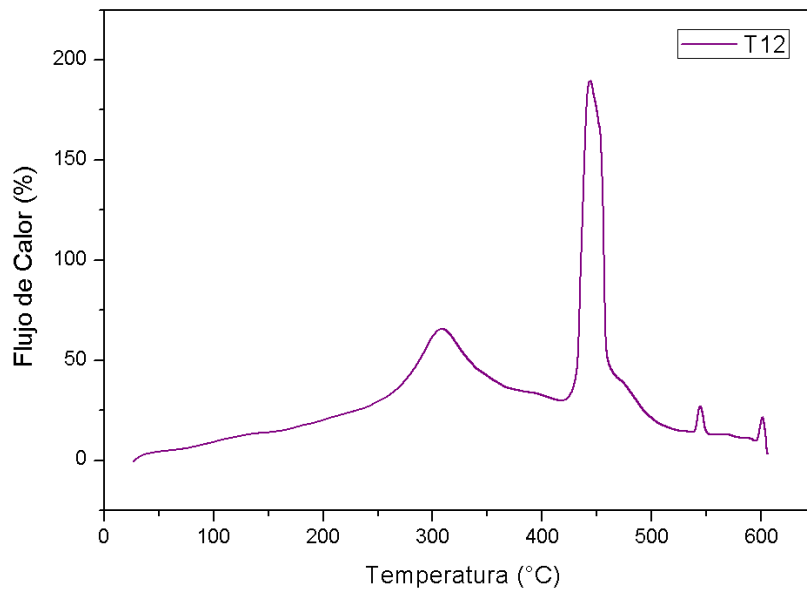
Figura 14. Termograma calorimétrico tratamiento T8

Tabla 20. Análisis calorimétrico en aceite esencial encapsulado

Tratamiento	Transición 3			
	To (°C)	Tp (°C)	Tf (°C)	ΔH (J/g)
T1	322,09±0,96b	366,80±0,38b	552,52±1,82a	-4607,42±38,36c
T5	318,13±0,75c	359,52±0,26c	550,07±0,90a	-3934,09±2,65b
T8	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
T12	540,92±0,62a	544,83±0,30a	548,94±0,22a	-69,02±3,33a

Valores de una misma columna con superíndices diferentes tienen diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$).

Los resultados obtenidos del análisis DSC son importantes en el estudio de la descomposición de la maltodextrina y los aceites esenciales, ya que permite comprender su estabilidad térmica, identificar las temperaturas críticas de descomposición y optimizar las condiciones de procesamiento y almacenamiento para preservar la calidad de estos compuestos.

**Figura 15.** Termograma calorimétrico tratamiento T12

V. CONCLUSIONES

- El contenido de azúcares, índice de madurez, sólidos solubles y pH aumentó a medida que avanzó la maduración del fruto mientras que la acidez tuvo un comportamiento inverso. Para el caso de polifenoles totales, capacidad antioxidante (DPPH y ABTS), fue mayor estas pruebas en cáscara de naranja verde que en pintón y maduro.
- El aceite esencial se extrajo de la cáscara de naranja (verde, maduro y pintón).
- De los aceites esenciales el pintón presentó mayor densidad (0,889 kg/m³), el maduro mayor índice de refracción (1,482) y menor índice de acidez (0,905%) y el verde menor pH (3,7), menor índice de peróxido (2,14 me/Kg) y menor índice de éster (4,21%). De la viscosidad se reportó que el aceite esencial de la cáscara verde es más espeso y menos fluido en respuesta a un esfuerzo cortante dado, en comparación a la madura, y la más fluida fue la variedad pintón. Así también el aceite esencial de la cáscara de naranja Verde y Madura presentan comportamiento de un fluido newtoniano y el aceite esencial de Naranja pintón describe un comportamiento pseudoplástico.
- Los aceites esenciales fueron encapsulados exitosamente obteniendo 12 tratamientos (T1 al T12). Los porcentajes de rendimiento de la microencapsulación alcanzaron valores altos (de 64,20 a 71,66%). Asimismo, los tratamientos encapsulados con su propia biomasa (T10, T11 y T12) como material de pared presentaron mayores polifenoles totales (de 17,64 a 23,05 mg EAG/ g) y actividad antioxidante (DPPH de 46,24 a 185,39 mg μ Mol ET/g y ABTS de 7,73 a 29,50 mg μ Mol ET/g). Sin embargo, en el análisis sensorial estos tratamientos fueron puntuados menor a los demás tratamientos por las características que le otorgaban su composición de material de pared. De los análisis descritos se escogió como los mejores tratamientos los tratamientos T1 (2,91), T5 (3,27), T8 (2,96) y T12 (2,61).
- De los mejores tratamientos se observó por medio del SEM que todas poseían formas de partículas amorfas irregulares y en caso de T12 pegajosa. La superficie fue rugosa (T1 y T12) y lisa (T5 y T8). El mayor tamaño promedio lo tuvo el T12 (54,38 μ m) y los menores el T1 (18,68 μ m) y T8 (18,91 μ m). El T1 fue de color bastante claro y cercano al blanco absoluto, Los encapsulados T1, T5 y T8 presentaron valores con una ligera tendencia hacia el verde sin embargo al ser un valor cercano a cero, este puede ser imperceptible al ojo humano. Los tratamientos T1, T5 y T8 presentaron zonas similares de pérdida de masa, a

comparación con el T12, debido a la presencia de su propia biomasa. El mayor rango de temperatura de estabilidad térmica lo logró el T1 ($30,63^{\circ}\text{C} - 161,19^{\circ}\text{C}$), sin embargo, el tratamiento que alcanzó la mayor temperatura fue el T5 ($82,02^{\circ}\text{C}$), siendo el T12 el que presentó una diferenciada menor estabilidad térmica ($21,01^{\circ}\text{C}$).

VI. PROPUESTAS A FUTURO

- Realizar un estudio de aplicaciones en alimentos reales, para evaluar cómo los aceites esenciales encapsulados de naranja se comportan en diferentes matrices alimentarias y cómo afectan la calidad y la estabilidad de los alimentos en aplicaciones reales.
- Evaluar la liberación controlada de los aceites esenciales. La encapsulación por liofilización puede ofrecer una liberación controlada de los aceites esenciales en alimentos, lo que podría prolongar su actividad antioxidante y mejorar su eficacia. Sería interesante investigar la liberación de los aceites esenciales encapsulados en diferentes condiciones, como en medios acuosos o en presencia de grasas, para comprender mejor su comportamiento en el entorno alimentario.
- Evaluar la estabilidad durante el almacenamiento a largo plazo para determinar la vida útil de los productos y cómo cambian las propiedades fenólicas y antioxidantes con el tiempo.
- Explorar los resultados en otras variedades de naranja.
- Investigar su aplicación y aptitud en otros sectores, como la industria cosmética y farmacéutica. Estas posibles aplicaciones podrían ampliar el alcance y la utilidad de los resultados de la investigación.

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alcántara Marte, Y, Y. (2019). Evaluación de la funcionalidad tecnológica y nutricional del zumo de lima (*Citrus latifolia tanaka*) encapsulado en pulverizado de mesocarpio de pomelos (*Citrus paradisi macf*), Proyecto de investigación:
- Al-Snafi, A,E, (2016), The antioxidant activity of the essential oil of lemon (*Citrus limon*), *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 7(3), 1245-1250.
- AOAC. (2000), *Official Methods of Analysis*, 17th edition, Association of Official Analytical Chemists, Arlington, VA.
- Apintanapong, Muanmai & Athapol Noomhorm. (2003). "The use of spray drying to microencapsulate 2-acetyl-1-pyrroline, a major flavour component of aromatic rice," *International journal of food science & technology* 38,2: 95-102,
- Ariel Ortega, Dayana Rodríguez; Elda Roncal, Milenis Rondón; Juan González-Ríos, Ana I; Cabrera, Yanela M. Pita Y Heanny González. (2020). Desarrollo De Una Emulsión De Naranja Utilizando Goma Xantana Y Arábiga. *Ciencia y Tecnología de Alimentos tecnología de Alimentos*. 30(1). pp. 22-31
- Armijo, J., Vicuña, E., Romero, P., Condorhuamán, C., & Hilario, B. (2012). Modelamiento y simulación del proceso de extracción de aceites esenciales mediante la destilación por arrastre con vapor, *Revista Peruana de Química e Ingeniería Química*, 15(2), 19-27,
- Aziz, Z. A., Ahmad, A., Setapar, S. H. M., Karakucuk, A., Azim, M. M., Lokhat, D. (2018). Essential oils: Extraction techniques, pharmaceutical and therapeutic potential-a review. *Current Drug Metabolism*, 19(13), 1100–1110.
- Balboa, M. 2016. Equipo experimental para la Destilación por Arrastre de Vapor (Dav) de aceites esenciales. *Revista Tecnológica*, 12, 2–3.
- Bouzabata, A., Adjebli, M., Berka-Zougali, B., & Aouf, N. (2018). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of mandarin (*Citrus reticulata L.*), *Journal of Materials and Environmental Science*, 9(11), 3208-3215.
- Bouzabata, A., Berka-Zougali, B., & Aouf, N. (2019). Essential oils of lemon, sweet orange, and mandarin: evaluation of antioxidant capacity and performance in the immobilization of the film, *Journal of Food Processing and Preservation*, 43(9), e14135.
- Brighenti, A, F., De Oliveira, G, M., Sardi, J, D., Ferreira, D, F., & Dória, G, A, A. (2016).

- Chemical characterization and antimicrobial activity of essential oil from Tahiti lime (*Citrus latifolia* Tanaka) fruits, *Industrial Crops and Products*, 94, 690-695,
- Ceballos, A. (2008), Estudio comparativo de tres sistemas de secado para la producción de un polvo deshidratado de fruta, Tesis de grado, Universidad Nacional de Colombia, 111 p.
- Cerón-Salazar, I., & Cardona-Alzate, C. (2011). Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de la cáscara de naranja, *Ingeniería y ciencia*, 7(13), 65-86.
- Cerón-Salazar, I., & Cardona-Alzate, C. (2011). Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de cáscara de naranja. *Ingeniería y ciencia*, 7(13), 65-86.
- Chenni, M., El Abed, D., Neggaz, S., Rakotomanomana, N., Fernandez, X., & Chemat, F. (2020). Solvent free microwave extraction followed by encapsulation of *O. basilicum* L. essential oil for insecticide purpose. *Journal of Stored Products Research*, 86, 101575.
- Córdova Ortiz, Yohaira Cedma Y Escudero Rupay, Angy Juanita Del Carmen. (2022). Elaboración de jabones líquidos antibacteriales con aceite vegetal usado, sábila (*Aloe vera*) y cáscara de naranja (*Citrus aurantium*). [Tesis pregrado, Universidad Cesar Vallejo]. Repositorio institucional de la Universidad Cesar Vallejo.
- Corral Mendoza, Carlos Guillermo. (2019). Formulación de un removedor a base de aceites esenciales (naranja, eucalipto) para la cinta adhesiva de control de bienes de la Memoria Documental y de Acervo Histórico Patrimonial de la Universidad Central del Ecuador. [Tesis pregrado, Universidad Central del Ecuador]. Repositorio institucional de la Universidad Central del Ecuador.
- De Araújo, J. S. F., de Souza, E. L., Oliveira, J. R., Gomes, A. C. A., Kotzebue, L. R. V., da Silva Agostini, D. L., de Oliveira, D. L. V., Mazzetto, S. E., da Silva, A. L., & Cavalcanti, M. T. (2020). Microencapsulation of sweet orange essential oil (*Citrus aurantium* var. *dulcis*) by liophylization using maltodextrin and maltodextrin/gelatin mixtures: Preparation, characterization, antimicrobial and antioxidant activities. *International Journal of Biological Macromolecules*, 143, 991–999. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.09.160>
- Değirmenci, H., Y Erkurt, H. (2020). Relationship between volatile components, antimicrobial and antioxidant properties of the essential oil, hydrosol and extracts of *Citrus aurantium* L, flowers, *Journal of infection and public health*, 13(1), 58-67,
- Del Río, J. A., Ortuño, A., Almela, L., & Porrás, I. (2007). Influence of the extraction method on

- the quality of citrus essential oils, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87(13), 2387-2394,
- El Beyrouthy, M., Stien, D., Leger, D, Y., Ouaini, N., Eparvier, V., Hmamouchi, M. & Tannoury, M. (2018). Chemical composition and antioxidant activity of essential oils of four citrus species growing in Lebanon, *Records of Natural Products*, 12(6), 594-606.
- El-Wakil, E, A., Mousa, A, S., Mansour, M, A., & El-Hamouly, M, A. (2019). Chemical composition and biological activities of lemon essential oil as affected by drying methods, *Journal of Essential Oil Research*, 31(6), 405-416.
- Esquivel, A., & Aguilar, P, V. (2007). Uso de aceites esenciales extraídos por medio de fluidos supercríticos para la elaboración de alimentos funcionales, *Tecnología en marcha*, 20(4), 7,
- Etebu, E., Y Nwauzoma, A, B. (2014). A review on sweet orange (*Citrus sinensis* L Osbeck): health, diseases and management, *American Journal of Research Communication*, 2(2), 33-70,
- Farahmandfar R, Tirgarian, B., Dehghan, B., Nemati, A. (2020). Cambios en la composición química y la actividad biológica del aceite esencial de la cáscara de naranja navel de Thomson (*Citrus sinensis* L, Osbeck) bajo congelación, convección, vacío y microondas métodos de secado, *Food Sci Nutr*, 8 124–138.
- Ferrara, A., Candia, V., & Ferranti, P. (2023). Technological Processes to Produce Novel Ingredients From Agri-Food Sources: Functional Compounds From Citrus Wastes. *Sustainable Food Science - A Comprehensive Approach*, 380–391. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-823960-5.00042-1>
- Ferro, D. M., Müller, C. M. O., & Ferreira, S. R. S. (2020). Photostability and characterization of spray-dried maltodextrin powders loaded with *Sida rhombifolia* extract. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 27(June).
- Gabriel Ferreira, Louise Sobral, Daniel W. Barreto, & Verônica Calado. (2020). Thermal and Compositional Analysis of Orange Essential Oil Obtained from Citrus Industry Waste. *Journal of Advanced Thermal Science Research*, 7, 48–55.
- Garavello, M, F., Beltran, V, M., & Kornowski, M, V. (2019), Catálogo de variedades de naranjas, Ediciones INTA,
- Goudeau, D., Uratsu, S, L., Inoue, K., Goes Dasilva, F., Leslie, A, Cook, D., & Dandekar, A, M. (2008). Tuning the orchestra: Selective gene regulation and orange fruit quality, *Plant*

- Science, 174(3), 310-320,
- Güiz, D., & Estefanía, D. (2018). Evaluación del rendimiento, calidad y actividad antioxidante del aceite esencial de cáscara de naranja fresca de la especie *Citrus maxima* (Burm.) Merr. Familia Rutaceae, obtenido por dos métodos de extracción (Bachelor's thesis, Quito: UCE).
- Hammouda, H., Gharbi, I., Triki, S., & Kallel, M. (2018). Chemical Composition and Antioxidant Activity of Essential Oil from Tunisian Grapefruit (*Citrus paradisi* L.), *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 21(4), 1044-1054.
- Ionashiro, M, G. (2004). Fundamentos da termogravimetria, análise térmica diferencial e calorimetria exploratória diferencial, São Paulo, Giz Editorial, 82p,
- Karimi, N., Ramezani, M., & Behbahani, B, A. (2018). Chemical Composition, Antioxidant and Antimicrobial Activities of Essential Oil and Extract of Bergamot (*Citrus bergamia*) Peel, *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 21(6), 1573-1585.
- Kaur, G., Kaur, K., & Saluja, P. (2023). Citrus essential oil (grapefruit, orange, lemon). *Essential Oils*, 179–215. <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-91740-7.00018-9>
- Kringel, D. H., Antunes, M. D., Colussi, R., & Zavareze, E. R. (2016). Orange Essential Oil Inclusion Complex With B -. *Alice.Cnptia.Embrapa.Br*, 53.
- Kurowska, E, M., Y Manthey, J, A. (2004). Hypolipidemic effects and absorption of citruspolymethoxylated flavones in hamsters with diet- inducedhypercholesterolemia, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(10), 2879-2886,
- León Méndez, G., Osorio Fortich, M, D, R., & Martínez Useche, S, R. (2015). Comparación de dos métodos de extracción del aceite esencial de *C itrussinensis*L, *Revista Cubana de Farmacia*, 49(4).
- Leyva López, R. 2018. Caracterización fisicoquímica y morfológica del almidón de maíz modificado enzimáticamente y su efecto protector y de bioaccesibilidad de ácido ascórbico,
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J., Desobry, S. (2006). Review Flavour encapsulation and controlled release e a review, *Int, J, Food Sci, Technol*. 41(1-21).
- Martínez Rivas Cj, Tarhini M, Badri W, Miladi K, Greige-Gerges H, Nazari Qa, Galindo Rodríguez Sa, Román Rá, Fessi H, Elaissari A. (2017). Nanoprecipitation process: Fromencapsulation to drug delivery, *International Journal of Pharmaceutics*, 532(1):66–81, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpharm.2017.08.064>
- Memarzadeh, Sm, Gholami, A., Pirbalouti, Ag Y Masoum, S. (2020). Aceite esencial de

- ajedrea de Bakhtiari (*Saturejabachtiarica* B.) Y su perfil químico, actividades antioxidantes y micromorfología foliar bajo técnicas de extracción verde y convencional, *Productos y cultivos industriales*, 154, 112719.
- Mimica-Dukić, N., Orčić, D., Lesjak, M., & Šibul, F. (2016). Essential oils as powerful antioxidants: Misconception or scientific fact, In *Medicinal and Aromatic Crops: Production, Phytochemistry, and Utilization* (pp, 187-208), American Chemical Society.
- Moreira, P., Smith, M, A., Zhu, X., Honda, K., Lee, H, G., Aliev, G., & Perry. (2005). Since oxidative damage is a key phenomenon in Alzheimer's disease, treatment with antioxidants seems to be a promising approach for slowing disease progression, *Oxidative damage and Alzheimer's disease: are antioxidant therapies useful*, *Drug News Perspect*, 18, 13-19,
- Nguyen, P. T. N., Nguyen, H. T. A., Hoang, Q. B., Nguyen, T. D. P., Nguyen, T. V., & Mai, H. C. (2022). Influence of spray drying parameters on the physicochemical characteristics of microencapsulated orange (*Citrus sinensis* L.) essential oil. *Materials Today: Proceedings*, 60, 2026–2033. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.01.269>
- Nascimento, P, H., Lima, L, L., Lima, G, P., Silva, M, S., Silva, M, V., & Lima, A, S. (2019). Physicochemical composition and antioxidant activity of the essential oil of acid lime (*Citrus latifolia* Tan.), *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*s, 21, e1843,
- Navarrete, C., González, J, H, G., Durango, D, L., & García, C, M. (2010). Extracción y caracterización del aceite esencial de mandarina obtenido de residuos agroindustriales, *DYNA: revista de la Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín*, 77(162), 85-92,
- Ozkan, G., Franco, P., Marco, I. De, Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulation methods for food antioxidants : Principles , advantages , drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272(February 2018), 494–506.
- Pereira, A, L, F., Castro, R, N., Geraldo, M, V., & Filgueiras, H, A, C. (2018). Physicochemical characterization and bioactive compounds of mandarin (*Citrus reticulata*) and mandarin essential oil, *Food Science and Technology*, 38(suppl 1), 137-142,
- Phu Thuong Nhan Nguyen, Huu Thuan Anh Nguyen, Quang Binh Hoang, Thi Diem Phuc Nguyen, Thanh Van Nguyen, Huynh Cang Mai. (2022). Influence of spray drying parameters on the physicochemical characteristics of microencapsulated orange (*Citrus sinensis* L.) essential oil, *Materials Today: Proceedings*, Volume 60, Part 3 Pages 2026-2033, ISSN 2214-7853,

<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.01.269>.

- Pino, J. A., & Aragüez, Y. (2021). Conocimientos actuales acerca de la encapsulación de aceites esenciales, *Revista CENIC Ciencias Químicas*, 52(1), 010-025.
- Pino, J. A., Rosado, A., & Fuentes, V. (2012). Contribution of volatile compounds to the aroma of bitter orange (*Citrus aurantium* L.) peel oil, *Flavour and Fragrance Journal*, 27(1), 35-42,
- Ponso, C. F. C., Juncos, N. S., & Olmedo, R. H. (2020). El rol de los aceites esenciales en los procesos fermentativos de lácteos: elaboración de yogur con aceite esencial de naranja. *Nexo agropecuario*, 8(2), 104-110.
- Premjit, Y., & Mitra, J. (2023). Food Bioscience Synthesis , characterization , and in vitro digestion of electrosprayed and freeze-dried probiotics encapsulated in soy protein isolate-sunflower oil emulsions. *Food Bioscience*, 53(November 2022), 102532.
- Qiao, Y., Xie, B. J., Zhang, Y., Zhang, Y., Fan, G., Yao, X. L., & Pan, S. Y. (2008). Characterization of aroma active compounds in fruit juice and peel oil of Jincheng sweet orange fruit (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) by GC-MS and GC-O, *Molecules*, 13(6), 1333-1344,
- Quesada-González, O., Torres-Gracia, E., & Alfonso-Martínez, F. (2011). Estudio de la degradación térmica del residuo de la naranja. *Revista Cubana de Química*, XXIII(1), 25–33.
- Quintanilla-Casas, B., Lapeña, A. C., & Quintanilla, R. (2015). Influence of the fruit ripening stage on the volatile composition, quality, and antioxidant activity of orange (*Citrus sinensis* cv, Valencia late) essential oils, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63(15), 3980-3988,
- Rao, A. M. (2014). Rheology of fluid, semisolid, and solid foods, *Food Engineering*, 3era ed, New York, USA, Springer, 461 p.
- Rashed, K., Hosni, K., Mansour, M. B., & Oueslati, S. (2018). Chemical composition and in vitro antioxidant activity of the essential oils of *Citrus limetta* and *Citrus aurantifolia* from Tunisia, *Journal of Essential Oil Research*, 30(6), 406-414,
- Rezig, L., Chograni, H., Zaghdoudi, K., De-Abreu, P. M., & Oliveira, M. B. P. P. (2012). Chemical composition and profile characterisation of Tunisian bitter orange (*Citrus aurantium*) peel and flower essential oils: antioxidant and antimicrobial activities, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92(8), 1612-1619.
- Romero-Hernandez, H. A., Sánchez-Rivera, M. M., Alvarez-Ramirez, J., Yee-Madeira, H., Yañez-Fernandez, J., & Bello-Pérez, L. A. (2021). Avocado oil encapsulation with OSA-esterified

- taro starch as wall material: Physicochemical and morphology characteristics, *LWT*, 138, 110629, doi:10.1016/j.lwt.2020.110629
- Rueda, X. Y., Mancilla, L. L., & Parada, D. P. (2007). Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (*Citrus sinensis*, variedad Valenciana) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia). *Bistua: Revista de la facultad de Ciencias Básicas*, 5(1), 3-8.
- Ruiz, B., Flotats, X. (2014). Aceites esenciales de cítricos y su influencia en el proceso de digestión anaeróbica: una visión general, *Waste Manag*, 34, 2063–2079.
- Santos, M, L., & Silva, M, A. (2015). Characterization of the essential oil from lemon (*Citrus limon*) peel obtained by a hydrodistillation process, *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 18(4), 919-928,
- Sarabandi, K., Jafari, S. M., Mahoonak, A. S., & Mohammadi, A. (2019). International Journal of Biological Macromolecules Application of gum Arabic and maltodextrin for encapsulation of eggplant peel extract as a natural antioxidant and color source. *International Journal of Biological Macromolecules*, 140, 59–68. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.08.133>
- Shetta, A., Kegere, J., & Mamdouh, W. (2019). Comparative study of encapsulated peppermint and green tea essential oils in chitosan nanoparticles: Encapsulation, thermal stability, in-vitro release, antioxidant and antibacterial activities, *International Journal of Biological Macromolecules*. 126, 731–742, doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.12.161
- Singh, B., Singh, J, P., Kaur, A., & Singh, N. (2020). Phenolic composition, antioxidant potential and health benefits of citrus peel, *Food Research International*. 132, 109114.
- Singh, B., Singh, J. P., Kaur, A., & Yadav, M. P. (2021). Insights into the chemical composition and bioactivities of citrus peel essential oils. *Food Research International*, 143, 110231. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110231>
- Souza, V. B. De, Thomazini, M., César, J., Balieiro, D. C., & Fávoro-Trindade, C. S. (2013). Effect of spray drying on the physicochemical properties and color stability of the powdered pigment obtained from vinification byproducts of the Bordo grape (*Vitis labrusca*). *Food and Bioproducts Processing*, October, 1–12.
- Susy, J., Araújo, F. De, Leite, E., Souza, D., Ribeiro, J., Cristina, A., Gomes, A., Ryan, L., Kotzebue, V., Lincon, D., Lomonaco, D., Oliveira, V. De, Elaine, S., & Leandro, A. (2020). International Journal of Biological Macromolecules Microencapsulation of sweet orange essential oil (*Citrus aurantium* var . *dulcis*) by liophylization using maltodextrin and

- maltodextrin / gelatin mixtures : Preparation , characterization , antimicrobial and antioxidant activities. *International Journal of Biological Macromolecules*, 143, 991–999.
- Tariq, R., Zaifullizan, Y. M., Salema, A. A., & Abdulatif, A. (2022). Co-pyrolysis and co-combustion of orange peel and biomass blends : Kinetics , thermodynamic , and ANN application. *Renewable Energy*, 198(August), 399–414.
- Tavares, L., Zapata Noreña, C. P., Barros, H. L., Smaoui, S., Lima, P. S., & Marques De Oliveira, M. (2022). Rheological and structural trends on encapsulation of bioactive compounds of essential oils: A global systematic review of recent research. *Food Hydrocolloids*, 129(January).
- Valenzuela De, E, D. (2020). Revisión de literatura en métodos de fabricación y caracterización de micro/nanopartículas para encapsulación de compuestos bioactivos usando quitosano como material encapsulante.
- Velmurugan, P., Ganeshan, V., Nishter, N, F., & Jonnalagadda, R, R. (2017), Encapsulation of orange and lavender essential oils in chitosan nanospherical particles and its application in leather for aroma enrichment, *Surfaces and Interfaces*, 9, 124-132.
- Vidović, S., Vladić, J., Nastić, N., & Jokić, S. (2021), Subcritical and Supercritical Extraction in Food By-product and Food Waste Valorization, *Innovative Food Processing Technologies*, 705–721, doi:10.1016/b978-0-08-100596-5,23014-x.
- Wani, Abdul Rouf; Yadav, Kanchan; Khursheed, Aadil; Rather, Manzoor Ahmad. (2020). An updated and comprehensive review of the antiviral potential of essential oils and their chemical constituents with special focus on their mechanism of action against various influenza and coronaviruses, *Microbial Pathogenesis*.
- Wedamulla, N. E., Fan, M., Choi, Y.-J., & Kim, E.-K. (2022). Citrus peel as a renewable bioresource: Transforming waste to food additives. *Journal of Functional Foods*, 95, 105163. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2022.105163>
- Wu, D. D., Tan, Y., Cao, Z. W., Han, L. J., Zhang, H. L., & Dong, L. S. (2018). Preparation and characterization of maltodextrin-based polyurethane. *Carbohydrate Polymers*, 194(March), 236–244. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.04.034>
- Wu, Y., Luo, Y., & Wang, Q. (2012). Antioxidant and antimicrobial properties of essential oils encapsulated in zein nanoparticles prepared by liquid–liquid dispersion method, *LWT - Food Science and Technology*, 48(2), 283–290.

Yanishlieva-Maslarova, N, V., & Heinonen, I, M. (2001), Sources of natural antioxidants: vegetables, fruits, herbs, spices and teas, *Antioxidants in food, practical applications*, 210-66.

ANEXOS

A-I. Análisis de varianza (ANVA) de composición fisicoquímico del jugo de naranja en distintos estados de maduración

▪ **A-Ia. Humedad**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Humedad	43,02	2	21,51	83,69	<0,0001
Error	1,54	6	0,26		
Total	44,56	8			

R2 = 0,97 C.V. =0,68 M.S.E. =1.27 Media =0.2570

▪ **A-Ib. Cenizas**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Cenizas	0.05	2	0.02	2.99	0.1258
Error	0.05	6	0.01		
Total	0.1	8			

R2 = 0,95 C.V. =7.11 M.S.E. =0.2234 Media =0.33

▪ **A-Ic. pH**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
pH	0.21	2	0.1	22.91	0.0016
Error	0.03	6	0.0045		
Total	0.23	8			

R2 = 0,98 C.V. =1.1 M.S.E. =0.1681 Media =0.45

▪ **A-Id. Acidez titulable**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Acidez titulable	15.08	2	7.54	37695.5	<0.0001
Error	0.0012	6	0.0002		
Total	15.08	8			

R2 = 1 C.V. =0.33 M.S.E. =0.0354 Media =0.02

▪ **A-Ie. Solidos Solubles**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
SST (°BRIX)	1.81	2	0.91	10183.87	<0.0001
Error	0.00053	6	0.000089		
Total	1.81	8			

R2 = 1 C.V. =0.33 M.S.E. =0.0354 Media =0.02

A-II. Análisis de varianza (ANVA) de composición químico-proximal de la cascara de naranja en distintos estados de maduración

▪ **A-IIa. Solidos Solubles**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
°BRIX	11,18	2	5,59	838,5	<0,0001
Error	0,04	6	0,01		
Total	11,22	8			

R2 = 1 C,V, =0,69 M,S,E, =0,2045 Media =0,67

▪ **A-IIb. pH**

F,V,	SC	gl	CM	F	p-valor
PH	11,18	2	5,59	838,5	<0,0001
Error	0,04	6	0,01		
Total	11,22	8			

R2 = 0,97 C,V, =02,21 M,S,E, =0,20 Media =0,67

▪ **A-IIc. Acidez titulable**

F,V,	SC	gl	CM	F	p-valor
ACIDEZ T	1,79	2	0,9	2782,79	<0,0001
Error	0,0019	6	0,00032		
Total	1,8	8			

R2 = 1 C,V, =1,59 M,S,E, =3,31 Media =0,04497

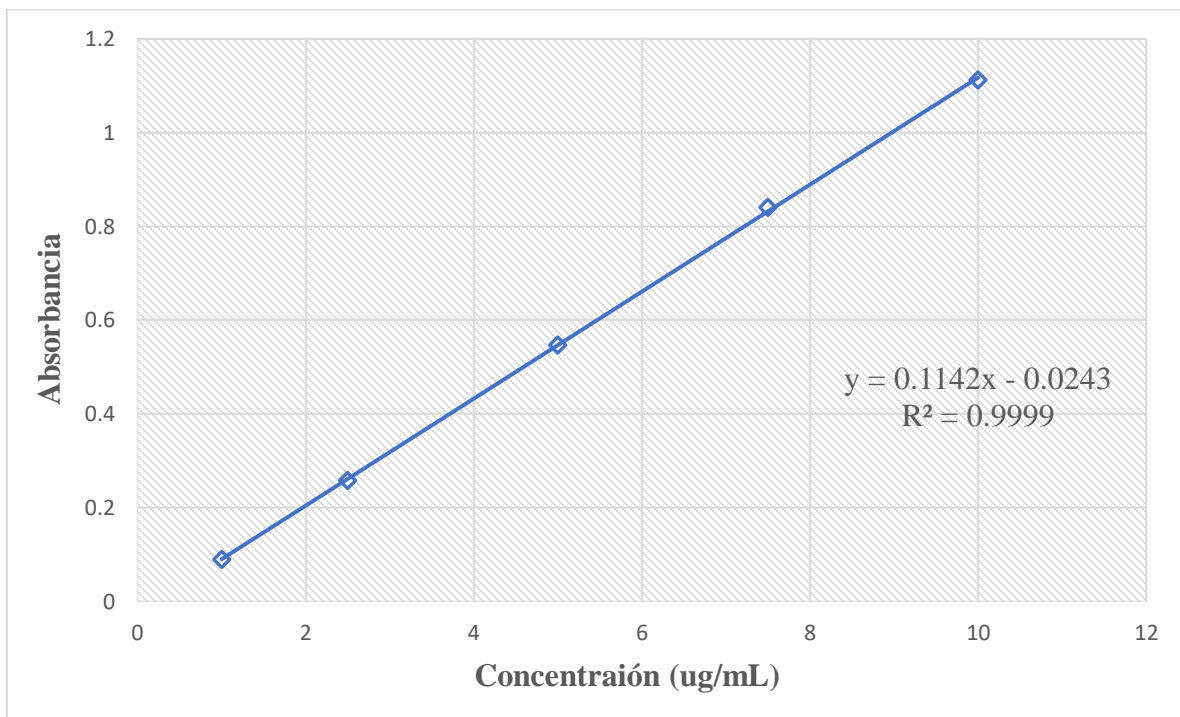
▪ **A-IIId. Índice de Maduración**

F,V,	SC	gl	CM	F	p-valor
ACIDEZ T	1,79	2	0,9	2782,79	<0,0001
Error	0,0019	6	0,00032		
Total	1,8	8			

R2 = 1 C,V, =1,59 M,S,E, =0,4497 Media =3

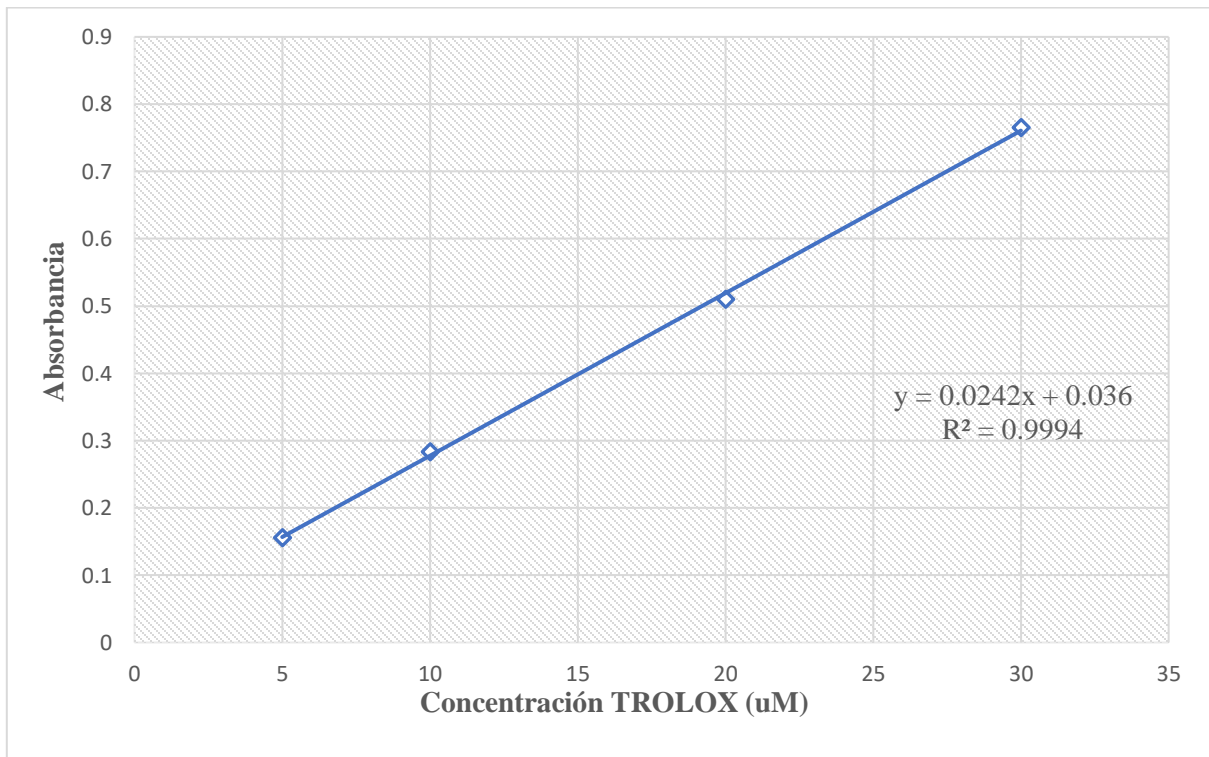
A-III. Resultados de absorbancias para la curva estándar de polifenoles totales

Concentración ($\mu\text{g EAG/mL}$)	Absorbancia (740nm)			
	R1	R2	R3	Promedio
1,0	0,08	0,09	0,07	0,08
2,5	0,30	0,28	0,26	0,28
5,0	0,50	0,54	0,55	0,53
7,5	0,83	0,82	0,81	0,82
10,0	1,10	1,09	1,08	1,09



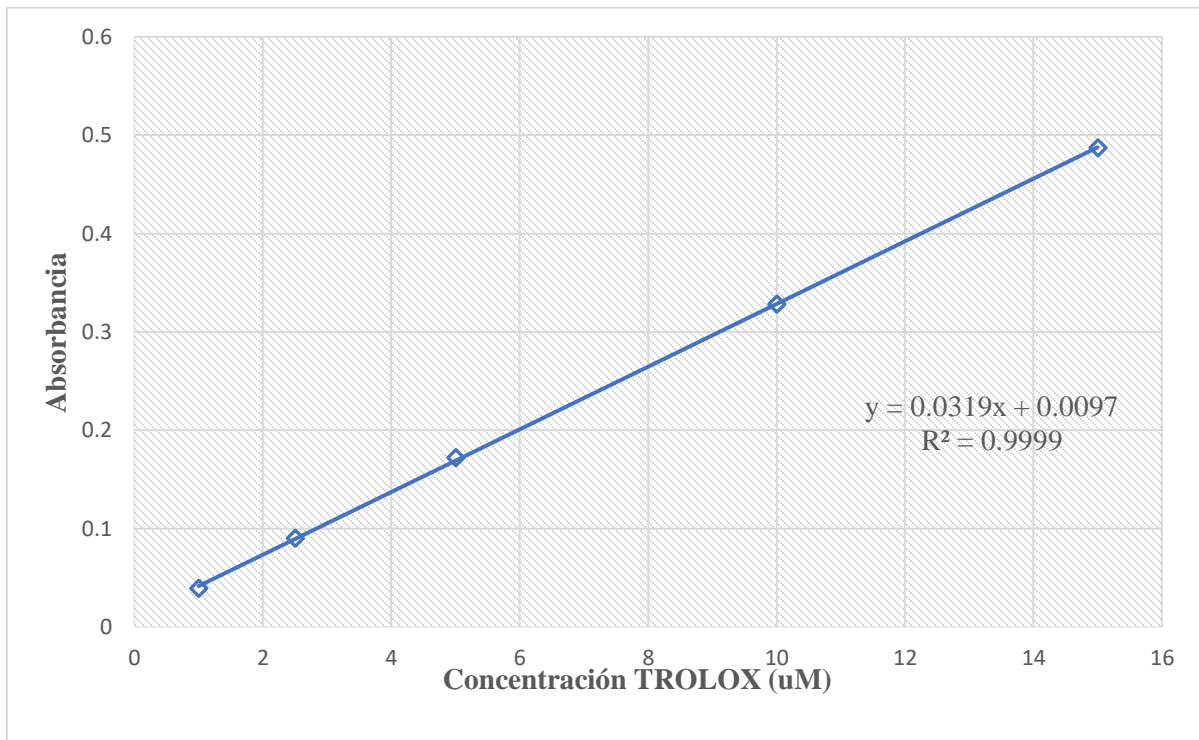
A-IV. Resultados de absorbancias para la curva estándar de radical DPPH

Concentración ($\mu\text{M ET/mL}$)	Absorbancia residual	Absorbancia inhibida
30	0.130	-0.13
20	0.385	-0.385
10	0.612	-0.612
5	0.739	-0.739
Control	0.895	



A-V. Resultados de absorbancias para la curva estándar de radical ABTS

Concentración ($\mu\text{M ET/mL}$)	Absorbancia residual	Absorbancia inhibida
15.0	0.253	-0.253
10.0	0.412	-0.412
5.0	0.568	-0.568
2.5	0.650	-0.650
1.0	0.701	-0.701
Control	0.74	



A-VI. Análisis de varianza (ANVA) de composición fisicoquímico del aceite de la cascara de naranja

▪ **A-VIa. Densidad relativa**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
DENSIDAD RELATIVA	0.01	2	0.0032	727.86	<0.0001
Error	0.000026	6	0.0000044		
Total	0.01	8			

R2 = 1 C.V. =0,99 M.S.E. =0.24 Media =0.67

▪ **A-VIb. Índice de refracción**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
ÍNDICE DE REFRACCIÓN	0.002	2	0.001	2972.01	<0.0001
Error	0.000002	6	3.4E-07		
Total	0.002	8			

R2 = 1 C.V. =1 M.S.E. =0.04 Media =0.84

▪ **A-VIc. pH**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
pH	1.9	2	0.95	14.38	0.0051
Error	0.4	6	0.07		
Total	2.29	8			

R2 = 99 C.V. =81.72 M.S.E. =0.6434 Media =0.05

▪ **A-VId. Índice de acidez**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
INDICE DE ACIDEZ	0.16	2	0.08	252.89	<0.0001
Error	0.0019	6	0.00031		
Total	0.16	8			

R2 = 83 C.V. =8.68 M.S.E. =0.4419 Media =0.98

▪ **A-VIe. Índice de éster**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
INDICE DE ESTER	1.62	2	0.81	0.17	0.8471
Error	28.58	6	4.76		
Total	30.2	8			

R2 = 0.95 C.V. =5.88 M.S.E. =5.4672 Media =4.76

A-VII. Análisis de varianza (ANVA) del porcentaje de rendimiento de encapsulación

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
%EE	162.59	11	14.78	4.99	0.0005
Error	71.04	24	2.96		
Total	233.62	35			

R2 = 0.7 C.V. =2.52 M.S.E. = 5.0649 Media =2.96

A-VIII. Análisis de varianza (ANVA) del atributo sabor del análisis sensorial de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Sabor	52.25	11	4.75	4.64	<0.0001
Error	270	264	1.02		
Total	322.25	275			

R2 = 16 C.V. =36.82 M.S.E. = 0.9769 Media =1.022

A-IX. Análisis de varianza (ANVA) del atributo olor del análisis sensorial de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Olor	16.61	11	1.51	1.26	0.2504
Error	317.39	264	1.2		
Total	334	275			

R2 = 0.05 C.V. =36.55 M.S.E. = 1.05917 Media =1.2022

A-X. Análisis de varianza (ANVA) del atributo apariencia general del análisis sensorial de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
AG	17.66	11	1.61	1.5	0.13
Error	282	264	1.07		
Total	299.66	275			

R2 = 0.06 C.V. =36.43 M.S.E. = 1.0682 Media =1.0682

A-XI. Análisis de varianza (ANVA) de SEM de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
SEM	25714.81	3	8571.60	29.88	<0.0001
Error	33276.49	116	286.87		
<u>Total</u>	<u>58991.30</u>	<u>119</u>			

R2 = 0.44 C.V. =57.18 M.S.E. = 11.3993 Media =0.42

A-XII. Análisis de varianza (ANVA) de primera transición de DSC de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

▪ **A-XIIa. To (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
To	109318.36	3	36439.45	6209.75	<0.0001
Error	46.94	8	5.87		
Total	109365.31	11			

R2 = 1 C.V. =2.47 M.S.E. = 6.33 Media =5.86

▪ **A-XIIb. Tp (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Tp	112862.96	3	37620.99	15648.03	<0.0001
Error	19.23	8	2.40		
Total	112882.19	11			

R2 = 1 C.V. = 1.11 M.S.E. = 6.4054 Media = 2.4042

▪ **A-XIIc.** Tf (°C)

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Tf	111085.89	3	37620.99	15648.03	<0.0001
Error	42.97	8	2.40		
Total	111128.86	11			

R2 = 1 C.V. = 1.24 M.S.E. = 6.059 Media = 5.3713

▪ **A-XIId.** ΔH (J/g)

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
ΔH (J/g)	23666448.72	3	7888816.24	8208.15	<0.0001
Error	7688.76	8	961.10		
Total	23674137.49	11			

R2 = 1 C.V. = 4.83 M.S.E. = 81.602 Media = 961.0954

A-XIII. Análisis de varianza (ANVA) de segunda transición de DSC de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

▪ **A-XIIIa. To (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
To	55949.42	3	18649.81	9203.60	<0.0001
Error	16.21	8	2.03		
Total	55965.63	11			

R2 = 1 C.V. =0.45 M.S.E. = 3.72205 Media =2.0264

▪ **A-XIIIb. Tp (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Tp	49921.57	3	16640.52	9623.94	<0.0001
Error	13.83	8	1.73		
Total	49935.40	11			

R2 = 1 C.V. =0.38 M.S.E. = 3.4382 Media =1.7291

▪ **A-XIIIc. Tf (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Tf	148553.10	3	49517.70	10633.94	<0.0001
Error	37.25	8	4.66		
Total	148590.35	11			

R2 = 1 C.V. =0.54 M.S.E. = 5.6423 Media = 4.6566

▪ **A-XIII d. ΔH (J/g)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
ΔH	68565433.99	3	22855144.66	2552.63	<0.0001
Error	71628.61	8	8953.58		
Total	68637062.61	11			

R2 = 1 C.V. = 4.13 M.S.E. = 247.4125 Media = 8953.5766

A-XIII. Análisis de varianza (ANVA) de segunda transición de DSC de los tratamientos de los aceites esenciales encapsulados.

▪ **A-XIVa. To (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
To	97537.48	2	48768.74	25925.75	<0.0001
Error	11.29	6	1.88		
Total	97548.77	8			

R2 = 1 C.V. =0.35 M.S.E. = 3.7436 Media =1.8811

▪ **A-XIVb. Tp (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Tp	66084.69	2	33042.35	110388.51	<0.0001
Error	1.80	6	0.30		
Total	66086.49	8			

R2 = 1 C.V. =0.13 M.S.E. = 1.3706 Media =0.2993

▪ **A-XIVc. Tf (°C)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Tf	20.04	2	10.02	2.40	0.1711
Error	25.01	6	4.17		
Total	45.04	8			

R2 = 0.44 C.V. =0.37 M.S.E. = 5.1144 Media = 4.1677

▪ **A-XIVd. ΔH (J/g)**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
ΔH	35989211.26	2	17994605.63	12082.70	<0.0001
Error	8935.72	6	1489.29		
Total	35998146.98	8			

R2 = 1 C.V. = 1.34 M.S.E. = 96.6802 Media = 1489.2873

A-XIX. Análisis de varianza (ANVA) de la viscosidad de los aceites esencial de naranja.

▪ **A-XIXa. k**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
ΔH	0.11	2	0.05	227.77	<0.0001
Error	1.4E-03	6	2.4E-04		
Total	0.11	8			

R2 = 0.99 C.V. = 11.59 M.S.E. = 0.03854 Media = 0.002

▪ **A-XIXa. n**

F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
ΔH	0.11	2	0.05	74.13	0.0001
Error	4.4E-03	6	7.4E-04		
Total	0.11	8			

R2 = 0.95 C.V. = 2.94 M.S.E. = 0.06801 Media = 0.0007