

**UNIVERSIDAD NACIONAL  
TORIBIO RODRÍGUEZ DE MENDOZA DE AMAZONAS**



**FACULTAD DE INGENIERÍA Y CIENCIAS AGRARIAS  
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL**

**TESIS PARA OBTENER  
EL TÍTULO PROFESIONAL DE  
INGENIERA AGROINDUSTRIAL**

**NANOENCAPSULACIÓN DE ACEITES ESENCIALES  
EXTRAÍDOS DE PIEL DE CÍTRICOS**

**Autora: Bach. Iraida Patricia Valqui Rojas**

**Asesores: Mg. Diner Mori Mestanza**

**MsC. Segundo Grimaldo Chavez Quintana**

**Registro:(.....)**

**CHACHAPOYAS-PERÚ**

**2024**

## **DEDICATORIA**

A las personas que con su apoyo incondicional hicieron posible que culmine satisfactoriamente este trabajo de investigación y no dejaron de creer en que lo lograría.

A mi hermano, mamá y papá por ser el motor que me impulso para seguir adelante cuando en ocasiones sentí que me rendiría.

A mi asesor por tenerme tanta paciencia durante la ejecución de este trabajo de investigación y entender las circunstancias que retrasaron la culminación de este.

*Iraida Patricia Valqui Rojas*

## AGRADECIMIENTO

Al Mg. Diner Mori Mestanza por haberme considerado y haber creído en mi para la realización de este trabajo de investigación, por su asesoría, tiempo y paciencia.

Al proyecto PE501080039-2022-PROCIENCIA, Nanoencapsulación de aceites esenciales de piel de cítricos extraídos con solventes verdes para desarrollar chocolates finos de aroma potencialmente funcionales, por haberme facilitado los reactivos para la ejecución de este trabajo de investigación.

A la Universidad Nacional Toribio Rodríguez de Mendoza de Amazonas por haberme brindado los laboratorios para llevar a cabo los análisis, en especial al Laboratorio de Ingeniería, Laboratorio de Postcosecha y Laboratorio de Cromatografía de Gases y a sus encargados.

A los docentes que fueron parte de mi formación académica y me brindaron sus conocimientos que fueron una base importante para la realización de este trabajo de investigación.

A la Mg. Sc. Aline Camila Caetano encargada del laboratorio de Cromatografía de Gases de la Universidad Nacional Toribio Rodríguez de Mendoza de Amazonas por haberme apoyado en la realización de los análisis, asimismo al Instituto de Investigación para el Desarrollo Sustentable de Ceja de Selva (INDES-CES).

Finalmente, un agradecimiento especial a mis amigos y compañeros que me acompañaron y ayudaron en cada una de las labores encomendadas.

***Iraida Patricia Valqui Rojas***

**AUTORIDADES DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL TORIBIO RODRÍGUEZ DE  
MENDOZA DE AMAZONAS**

Ph.D. JORGE LUIS MAICELO QUINTANA

**RECTOR**

Dr. OSCAR ANDRÉS GAMARRA TORRES

**VICERRECTOR ACADÉMICO**

Dra. MARÍA NELLY LUJÁN ESPINOZA

**VICERRECTORA DE INVESTIGACIÓN**

Dr. ERICK ALDO AUQUIÑIVIN SILVA

**DECANO DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA Y CIENCIAS AGRARIAS**

## VISTO BUENO DEL ASESOR DE LA TESIS



UNTRM

REGLAMENTO GENERAL  
PARA EL OTORGAMIENTO DEL GRADO ACADÉMICO DE  
BACHILLER, MAESTRO O DOCTOR Y DEL TÍTULO PROFESIONAL

### ANEXO 3-L

#### VISTO BUENO DEL ASESOR DE TESIS PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL

El que suscribe el presente, docente de la UNTRM (X)/Profesional externo ( ), hace constar que ha asesorado la realización de la Tesis titulada Nanoencapsulación de aceites esenciales extraídos de piel de cítricos del egresado Iraida Patricia Valqui Rojas de la Facultad de Ingeniería y Ciencias Agrarias Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial de esta Casa Superior de Estudios.



El suscrito da el Visto Bueno a la Tesis mencionada, dándole pase para que sea sometida a la revisión por el Jurado Evaluador, comprometiéndose a supervisar el levantamiento de observaciones que formulen en Acta en conjunto, y estar presente en la sustentación.

Chachapoyas, 19 de diciembre de 2023

Firma y nombre completo del Asesor

Mg. Diner Mori Mestanza

## VISTO BUENO DEL ASESOR DE LA TESIS



UNTRM

REGLAMENTO GENERAL  
PARA EL OTORGAMIENTO DEL GRADO ACADÉMICO DE  
BACHILLER, MAESTRO O DOCTOR Y DEL TÍTULO PROFESIONAL

### ANEXO 3-L

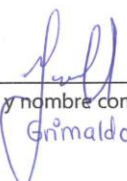
#### VISTO BUENO DEL ASESOR DE TESIS PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL

El que suscribe el presente, docente de la UNTRM (X)/Profesional externo ( ), hace constar que ha asesorado la realización de la Tesis titulada Nanoencapsulación de aceites esenciales extraídos de piel de cítricos del egresado Iraida Patricia Valqui Rojas de la Facultad de Ingeniería y Ciencias Agrarias Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial de esta Casa Superior de Estudios.

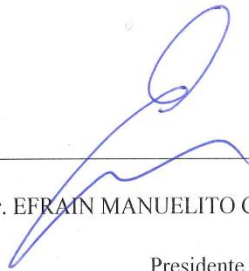


El suscrito da el Visto Bueno a la Tesis mencionada, dándole pase para que sea sometida a la revisión por el Jurado Evaluador, comprometiéndose a supervisar el levantamiento de observaciones que formulen en Acta en conjunto, y estar presente en la sustentación.

Chachapoyas, 19 de diciembre de 2023

  
Firma y nombre completo del Asesor  
Segundo Gimaldo Chávez Quintana

## JURADO EVALUAR DE LA TESIS



---

Dr. EFRAÍN MANUELITO CASTRO ALAYO

Presidente



---

Dr. ERICK ALDO AUQUIÑIVIN SILVA

Secretario



---

Ing. Ms. ROBERT JAVIER CRUZALEGUI FERNÁNDEZ

Vocal

# CONSTANCIA DE ORIGINALIDAD DE LA TESIS



## ANEXO 3-Q

### CONSTANCIA DE ORIGINALIDAD DE LA TESIS PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL

Los suscritos, miembros del Jurado Evaluador de la Tesis titulada:

Nanocapsulación de aceites esenciales extraídos de piel de cítricos

presentada por el estudiante ( ) /egresado (x) Troida Patricia Valqui Rojas

de la Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial


con correo electrónico institucional 7369695081@untrm.edu.pe

después de revisar con el software Turnitin el contenido de la citada Tesis, acordamos:

- a) La citada Tesis tiene 22 % de similitud, según el reporte del software Turnitin que se adjunta a la presente, el que es menor (x) / igual ( ) al 25% de similitud que es el máximo permitido en la UNTRM.
- b) La citada Tesis tiene \_\_\_\_\_ % de similitud, según el reporte del software Turnitin que se adjunta a la presente, el que es mayor al 25% de similitud que es el máximo permitido en la UNTRM, por lo que el aspirante debe revisar su Tesis para corregir la redacción de acuerdo al Informe Turnitin que se adjunta a la presente. Debe presentar al Presidente del Jurado Evaluador su Tesis corregida para nueva revisión con el software Turnitin.



Chachapoyas, 19 de diciembre del 2023

  
SECRETARIO

  
VOCAL

  
PRESIDENTE

OBSERVACIONES:

.....  
.....



## REPORTE TURNITIN

### NANOENCAPSULACIÓN DE ACEITES ESENCIALES EXTRAÍDOS DE PIEL DE CÍTRICOS

#### INFORME DE ORIGINALIDAD



#### FUENTES PRIMARIAS

1	<a href="http://repositorio.untrm.edu.pe">repositorio.untrm.edu.pe</a> Fuente de Internet	9%
2	<a href="http://hdl.handle.net">hdl.handle.net</a> Fuente de Internet	3%
3	<a href="http://cicytac.cba.gov.ar">cicytac.cba.gov.ar</a> Fuente de Internet	1%
4	<a href="http://repositorio.lamolina.edu.pe">repositorio.lamolina.edu.pe</a> Fuente de Internet	1%
5	<a href="http://es.scribd.com">es.scribd.com</a> Fuente de Internet	<1%
6	<a href="http://link.springer.com">link.springer.com</a> Fuente de Internet	<1%
7	<a href="http://dspace.uib.es">dspace.uib.es</a> Fuente de Internet	<1%
8	Submitted to RMIT University Trabajo del estudiante	<1%
9	<a href="http://bdigital.unal.edu.co">bdigital.unal.edu.co</a> Fuente de Internet	<1%

Dr. Efraim Manuelito Castro Atayo

ix

# ACTA DE SUSTENTACIÓN DE LA TESIS



UNTRM

REGLAMENTO GENERAL  
PARA EL OTORGAMIENTO DEL GRADO ACADÉMICO DE  
BACHILLER, MAESTRO O DOCTOR Y DEL TÍTULO PROFESIONAL

## ANEXO 3-5

### ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL

En la ciudad de Chachapoyas, el día 15 de febrero del año 2024, siendo las 11 horas, el aspirante: Irada Patricia Valqui Rojas, asesorado por Ing. Ms. Diner Nori Mastanza defiende en sesión pública presencial () a distancia ( ) la Tesis titulada: MSC. Segundo Gimaldo Chavez Quintana Nanoencapsulación de aceites esenciales extraídos de piel de cítricos

para obtener el Título Profesional de Ingeniera Agroindustrial, a ser otorgado por la Universidad Nacional Toribio Rodríguez de Mendoza de Amazonas; ante el Jurado Evaluador, constituido por:

Presidente: Dr. Efraín Manuelito Castro Alayo  
Secretario: Dr. Erick Aldo Aquino Silva  
Vocal: Ms. Robert Javier Cruzalges Fernández

Procedió el aspirante a hacer la exposición de la Introducción, Material y métodos, Resultados, Discusión y Conclusiones, haciendo especial mención de sus aportaciones originales. Terminada la defensa de la Tesis presentada, los miembros del Jurado Evaluador pasaron a exponer su opinión sobre la misma, formulando cuantas cuestiones y objeciones consideraron oportunas, las cuales fueron contestadas por el aspirante.

Tras la intervención de los miembros del Jurado Evaluador y las oportunas respuestas del aspirante, el Presidente abre un turno de intervenciones para los presentes en el acto de sustentación, para que formulen las cuestiones u objeciones que consideren pertinentes.

Seguidamente, a puerta cerrada, el Jurado Evaluador determinó la calificación global concedida a la sustentación de la Tesis para obtener el Título Profesional, en términos de:

Aprobado () por Unanimidad ()/Mayoría ( ) Desaprobado ( )

Otorgada la calificación, el Secretario del Jurado Evaluador lee la presente Acta en esta misma sesión pública. A continuación se levanta la sesión.

Siendo las 11:55 horas del mismo día y fecha, el Jurado Evaluador concluye el acto de sustentación de la Tesis para obtener el Título Profesional.

SECRETARIO

VOCAL

PRESIDENTE

OBSERVACIONES:

## ÍNDICE

DEDICATORIA.....	ii
AGRADECIMIENTO .....	iii
AUTORIDADES DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL TORIBIO RODRÍGUEZ DE MENDOZA DE AMAZONAS .....	iv
VISTO BUENO DEL ASESOR DE LA TESIS .....	v
VISTO BUENO DEL ASESOR DE LA TESIS .....	vi
JURADO EVALUAR DE LA TESIS.....	vii
CONSTANCIA DE ORIGINALIDAD DE LA TESIS.....	viii
REPORTE DE TURNITIN.....	ix
ACTA DE SUSTENTACIÓN DE LA TESIS.....	x
ÍNDICE .....	xi
ÍNDICE DE TABLAS .....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xiv
RESUMEN .....	xvi
ABSTRACT.....	xvii
I. INTRODUCCIÓN.....	18
II. MATERIAL Y MÉTODOS .....	23
2.1. Recolección de las muestras.....	23
2.2. Extracción de aceite esencial de piel de cítricos.....	23
2.3. Preparación de las nanoemulsiones .....	23
2.4. Proceso de liofilización .....	25
2.5. Rendimiento de sólidos recuperados .....	25
2.6. Contenido de humedad .....	25
2.7. Solubilidad.....	25
2.8. Higrscopicidad .....	26
2.9. Contenido fenólico total .....	26
2.10. Estabilidad de la actividad antioxidante mediante el ensayo DPPH .....	27
2.11. Estabilidad de la capacidad antioxidante mediante el ensayo ABTS <sup>+</sup> ...	27
2.12. Eficiencia de encapsulación .....	27
2.13. Cromatografía de gases.....	28
2.14. Análisis de datos .....	28
III. RESULTADOS .....	29
IV. DISCUSIÓN .....	40

<b>V. CONCLUSIONES .....</b>	<b>46</b>
<b>VI. RECOMENDACIONES .....</b>	<b>47</b>
<b>VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>48</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>59</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Diseño de formulaciones de los materiales de pared para nanoencapsular los aceites esenciales de la piel de <i>C. sinensis</i> , <i>C. reticulata</i> , <i>C. limetta</i> Risso y <i>C. limetta</i> sp.....	24
---	----

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Nanopartículas del aceite esencial de piel de <i>C. sinensis</i> .....	29
<b>Figura 2.</b> Rendimiento de sólidos de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared...	30
<b>Figura 3.</b> Contenido de humedad de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared...	31
<b>Figura 4.</b> Porcentaje de solubilidad de de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared...	32
<b>Figura 5.</b> Porcentaje de higroscopicidad de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared...	33
<b>Figura 6.</b> Contenido fenólico total de de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared...	34
<b>Figura 7.</b> Porcentaje de inhibición de radicales DPPH de de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared.....	35
<b>Figura 8.</b> Capacidad antioxidante de de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared...	36
<b>Figura 9.</b> Eficiencia de encapsulación de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared.....	37
<b>Figura 10.</b> Compuestos químicos encontrados en de las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared.....	38
<b>Figura 11.</b> Contenido de D- limoneno en las nanopartículas de a) <i>C. limetta</i> sp., b) <i>C. reticulata</i> , c) <i>C. limetta</i> Risso, d) <i>C. sinensis</i> con cuatro tipos de materiales de pared.....	39
<b>Figura 12.</b> Curva de calibración del ácido gálico para la determinación de fenoles totales por el método Folin – Ciocalteu.....	59
<b>Figura 13.</b> Curva de calibración del para la determinación de actividad antioxidantes con el reactivo Trolox.....	59
<b>Figura 14.</b> Extracción de aceite esencial de <i>C. limetta</i> sp.....	60
<b>Figura 15.</b> Extracción de aceite esencial de <i>C. limetta</i> Risso.....	61
<b>Figura 16.</b> Extracción de aceite esencial en hidroddestilador industrial.....	62

<b>Figura 17.</b> Aceite esencial de <i>C. limetta</i> Risso, <i>C. limetta</i> sp., <i>C. reticulata</i> y <i>C. sinensis</i> extraídos.....	63
<b>Figura 18.</b> GA disuelto en agua destilada.....	64
<b>Figura 19.</b> Homogeneizado de materiales de pared en vórtex.....	65
<b>Figura 20.</b> Medición de aceite esencial para adicionar a la matriz encapsulante.....	66
<b>Figura 21.</b> Aceite esencial nanoencapsulado.....	67
<b>Figura 22.</b> Medición de la humedad de las nanopartículas.....	68
<b>Figura 23.</b> Liofilización de nanoemulsiones de los cítricos.....	69
<b>Figura 24.</b> Polvos liofilizados.....	70

## RESUMEN

Los aceites esenciales presentan propiedades antioxidantes; sin embargo, son propensos a sufrir una degradación oxidativa por las condiciones ambientales, por lo cual es primordial proteger sus compuestos. El propósito de este trabajo fue evaluar la nanoencapsulación de los aceites esenciales extraídos de piel de *C. limetta sp.*, *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* empleando cuatro tipos de materiales de pared, para lo cual se determinó el rendimiento de sólidos; la humedad, donde *C. limetta sp.* mostró el menor contenido de humedad con GA/MD/CAS (4.57%); la solubilidad, donde *C. limetta sp.*, *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* mostraron la mayor solubilidad con GA/MD (90%, 91.5%, 79.5% y 93.5% respectivamente); la higroscopicidad; el contenido fenólico, donde *C. limetta sp.* mostró el mayor contenido fenólico con GA/CAS (228.27 mg AGE/ g muestra) y *C. limetta Risso* con MD/CAS (98.40 mg AGE/ g muestra); la actividad antioxidante, donde destacó *C. sinensis* con GA/MD (69.5%); la capacidad antioxidante, donde *C. limetta sp.* y *C. reticulata* mostraron la mayor capacidad antioxidante con GA/MD/CAS (1709 umol TE/g y 1599 umol TE/g respectivamente) y *C. sinensis* con GA/CAS a (1059 umol TE/g); la eficiencia de encapsulación, donde destacó *C. limetta Risso* con GA/MD (68.5%) y los componentes volátiles mediante GC-MS, donde *C. limetta sp.* mostró la mayor cantidad de D-limoneno con GA/MD (613 ng/mL); y *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* con MD/CAS, GA/CAS y GA/MD/CAS (721 ng/mL, 536 ng/mL y 521 ng/mL de D-limoneno respectivamente).

**Palabras clave:** Nanoencapsulación, cítricos, cromatografía de gases, aceites esenciales, antioxidantes.



## ABSTRACT

Essential oils have antioxidant properties; However, they are prone to oxidative degradation due to environmental conditions, which is why it is essential to protect their compounds. The purpose of this work was to evaluate the nanoencapsulation of essential oils extracted from the skin of *C. limetta* sp., *C. reticulata*, *C. limetta* Risso and *C. sinensis* using four types of wall materials, for which the performance was determined of solids; humidity, where *C. limetta* sp. showed the lowest moisture content with GA/MD/CAS (4.57%); solubility, where *C. limetta* sp., *C. reticulata*, *C. limetta* Risso and *C. sinensis* showed the highest solubility with GA/MD (90%, 91.5%, 79.5% and 93.5% respectively); hygroscopicity; the phenolic content, where *C. limetta* sp. showed the highest phenolic content with GA/CAS (228.27 mg AGE/ g sample) and *C. limetta* Risso with MD/CAS (98.40 mg AGE/ g sample); antioxidant activity, where *C. sinensis* stood out with GA/MD (69.5%); the antioxidant capacity, where *C. limetta* sp. and *C. reticulata* showed the highest antioxidant capacity with GA/MD/CAS (1709  $\mu\text{mol TE/g}$  and 1599  $\mu\text{mol TE/g}$  respectively) and *C. sinensis* with GA/CAS a (1059  $\mu\text{mol TE/g}$ ); the encapsulation efficiency, where *C. limetta* Risso stood out with GA/MD (68.5%) and the volatile components using GC-MS, where *C. limetta* sp. showed the highest amount of D-limonene with GA/MD (613 ng/mL); and *C. reticulata*, *C. limetta* Risso and *C. sinensis* with MD/CAS, GA/CAS and GA/MD/CAS (721 ng/mL, 536 ng/mL and 521 ng/mL of D-limonene respectively).

Keywords: Nanoencapsulation, citrus fruits, gas chromatography, essential oils, antioxidants

## I. INTRODUCCIÓN

En la agroindustria, el procesamiento de cítricos es una actividad muy demandada a nivel mundial, produciéndose jugos y otros productos; además de residuos como las cáscaras, las cuales constituyen del 50 al 60% del peso de la fruta y representan un problema en cuanto a su disposición debido a los altos recursos energéticos y económicos que supone para la industria, sumado a que aumentan la contaminación ambiental (Al-idee et al., 2022). En vista de ello, se busca valorizar estos residuos dentro de un enfoque de economía circular, aprovechando los aceites esenciales presentes en las cáscaras (Rafiq et al., 2018; Farouk et al., 2022), mayoritariamente entre el albedo y la corteza de las pieles de cítricos como la mandarina (*Citrus reticulata*), lima (*Citrus limetta Riso*), naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus limetta sp.*). Los aceites esenciales son líquidos lipofílicos con propiedades hidrofóbicas que presentan un fuerte olor distintivo; contienen componentes químicos altamente inestables en presencia de condiciones ambientales como la luz, aire, humedad y temperaturas elevadas (Katata-Seru et al., 2017; Benjemaa et al., 2018). Dentro de sus componentes se encuentran una gran variedad de compuestos aromáticos, donde destaca el limoneno (Prommaban & Chaiyana 2022), el cual representa más del 90% de su composición (Razola-Díaz et al. 2021); además de metabolitos secundarios como polifenoles y flavonoides, los cuales son responsables de sus propiedades antifúngicas, antioxidantes, antiinflamatorias, antivirales, anticancerígenas y antibacterianas (Gholamhosseinpour et al., 2023; Li et al., 2023); por lo que son ideales para usarse en la industria alimentaria como aromas, saborizantes, conservantes y aditivos (Putnik et al., 2017; Yi et al., 2018; Hussein et al., 2019; Zhu et al., 2020; Kang et al., 2022); pese a ello, son propensos a sufrir una degradación oxidativa; lo cual, tras su aplicación en alimentos disminuye su vida útil, su seguridad, sus propiedades bioactivas y su calidad nutricional, principalmente durante el almacenamiento, ya que la oxidación da lugar a que se generen hidroperóxidos lipídicos como productos de oxidación primarios; además de cetonas, aldehídos, hidrocarburos y epóxidos como productos de oxidación secundarios; provocando un olor y sabor desagradables (Rodríguez et al., 2016; Di Giorgio et al., 2019; Campolo et al., 2020).

Frente a las limitaciones que presentan los aceites esenciales de la piel de cítricos, surge la nanoencapsulación, como una tecnología que atrapa el ingrediente bioactivo en pequeñas partículas (Al-Maqtari et al., 2021; Mahdi et al., 2022), mediante un proceso en donde las gotas de los lípidos se encierran en una matriz homogénea u heterogénea como

material de pared, aislándolo de las condiciones ambientales hasta la posterior liberación de sus compuestos de sabor y olor (Rodríguez et al., 2016; Ferreira & Nunes, 2019; Campolo et al., 2020; Razola-Díaz et al., 2021; Al-idee et al., 2022); reduciendo las interacciones con la matriz alimentaria y las pérdidas volátiles evitando la degradación y prolongando su vida útil (Akhavan et al., 2018; Hussein et al., 2019; Hosseini & Jafari, 2020; Al-Maqtari et al., 2021; Al-idee et al., 2022; Mahdi, et al., 2022), lo cual contribuye a darle una mayor estabilidad física y oxidativa conforme transcurre el tiempo conservando sus propiedades, logrando un buen encubrimiento de su sabor, aumentando su biodisponibilidad y bioactividad (Ferreira & Nunes, 2019; Mohammed et al., 2020); a su vez, se controla la higroscopicidad, la dispersabilidad, se mejora la solubilidad y promueve la fluidez (Rodríguez et al., 2016; Ferreira & Nunes, 2019), asegurando su estabilidad durante el almacenamiento y su posterior aplicación en alimentos (Hasani et al. 2018).

El proceso de nanoencapsulación consiste en combinar una fase oleosa, una fase acuosa y un emulsionante o tensioactivo para que un líquido se disperse en el otro y se reduzca la tensión superficial, dando lugar a las nanoemulsiones, con las cuales se logra una mayor estabilidad física a largo plazo sin floculación ni coalescencia visibles, dichas características se atribuyen al uso de tensioactivos no iónicos como los tweens (Benjemaa et al., 2018); sin embargo, Kang et al. (2022), mencionan que las nanoemulsiones son propensas a sufrir coalescencia, floculación, separación de fases, permeabilidad de la membrana, gelificación, formación de crema, mayor liberación de compuestos bioactivos e incluso maduración de Ostwald; lo cual se puede minimizar con la elección adecuada de materiales de pared, el tensioactivo correcto y el método adecuado de preparación (Akhavan et al. 2018).

De acuerdo con Mohammed et al. (2020), se debe elegir un material de pared de calidad alimentaria; cuya elección debe estar basada en el tamaño de las nanopartículas, la estabilidad, la solubilidad acuosa, entre otros factores (Razola-Díaz et al., 2021). Los materiales de pared actúan como una barrera entre el ingrediente bioactivo y los factores externos que puedan influir en su deterioro, reduciendo la volatilización de sus compuestos (Labuschagne, 2018); a su vez, van a influir en sus características físicas y en su calidad (Papoutsis et al., 2018; Al-Maqtari et al., 2021); razón por la cual, deben presentar una gran solubilidad en agua, tener baja viscosidad a altas concentraciones, buenas propiedades de formación de película, capacidad de controlar la liberación del

sabor, que no reaccionen con el ingrediente bioactivo, que tengan buena capacidad emulsionante y que sean rentables (Rodríguez et al., 2016; Jafari, 2017; Lekshmi et al., 2021; Peng et al., 2023), dichas características son propias de la maltodextrina (MD), goma arábiga (GA) y caseína (CAS); donde MD no tiene sabor, es biodegradable, brinda una buena encapsulación (Šturm et al., 2019), es nutritiva, tiene capacidad de protección contra la oxidación y presenta óptimas propiedades de retención de aceite; sin embargo cuando se usa sola, carece de propiedades interfaciales para lograr una alta eficiencia de encapsulación, por lo que se mezcla con gomas o proteínas (Mohammed et al., 2020; Yousefi et al., 2022), ya que también presenta baja capacidad emulsionante y una pobre retención de compuestos volátiles (Locali et al., 2019; Šturm et al., 2019); por otro lado, GA es un agente aromatizante, espesante, humectante con un buen acabado superficial; no obstante, no es muy eficiente para prevenir la oxidación; aun así, se informan estudios sobre su aplicación para encapsulación de distintos aceites (Locali et al., 2019; Mohammed et al., 2020), ya que presenta una buena funcionalidad coloidal, y es compatible con la mayoría de almidones, proteínas y carbohidratos (Mahdi, et al., 2022); asimismo, asegura una buena retención de compuestos volátiles (Labuschagne, 2018) y CAS que ha sido empleada sola o en combinación con MD para encapsular aceite de palma, naranja, oleoresina de pimentón, entre otros; por sus propiedades anfífilas y su capacidad para autoasociarse en redes (Labuschagne, 2018); ya que, presenta una alta difusividad, lo que conlleva a una mejor distribución alrededor de la superficie del aceite encapsulado, dado que forma películas suaves y no pegajosas otorgando una mayor recuperación de polvo cuando se emplea en pequeñas cantidades (Moser et al., 2017); sin embargo, cuando se emplea en mayor concentración, queda menor cantidad de aceite libre, lo cual aumenta la viscosidad de la emulsión, reduce el movimiento de circulación dentro de las gotas durante el secado, conllevando a una mayor retención de aceite (Di Giorgio et al., 2019).

Por lo general para nanoencapsular no se suele utilizar mezclas de materiales de pared, y se emplean por separado ya que las partículas que se forman tienen que tener un tamaño menor a 1000 nm (Ferreira & Nunes, 2019). Sin embargo, en un estudio realizado por Mahdi, et al. (2022) y Moser et al. (2017); informan que un único material de pared no asegura una alta recuperación de polvo manteniendo una buena calidad; por lo que, es necesario hacer combinaciones para aumentar la viscosidad, la repulsión electrostática y contribuir a la estabilidad de las nanoemulsiones. Asimismo, hay estudios que afirman

que la mezcla de proteínas con carbohidratos forman emulsiones más estables y eficientes, ya que las proteínas actúan como emulsionantes y formadores de películas mientras que los carbohidratos como formadores de matriz y material de relleno (Meena et al., 2021). Del mismo modo, Lekshmi et al. (2021), afirman que al combinar sus propiedades, aumenta la repulsión electrostática y la viscosidad, lo cual ocurre por el aumento de viscosidad generado por los polisacáridos y por la adsorción de la proteína en la interface aceite-agua formando una capa alrededor de las gotas de aceite. Por otro parte, Labuschagne (2018), indica que son comunes las combinaciones de maltodextrina con proteínas; aunque es aún más común su combinación con gomas, ya que el bajo costo de la maltodextrina con las propiedades de la goma arábiga resultan en una buena formulación de material de pared. Por ende, la combinación de materiales de pared tiene la capacidad de encapsular de manera eficiente, produciendo polvos con mayor estabilidad de almacenamiento (Yousefi et al., 2022).

Con respecto a las técnicas de nanoencapsulación, una adecuada elección de la misma mejorará la estabilidad de las nanopartículas contra la oxidación, la biodisponibilidad y promoverá la liberación controlada de los compuestos (Prieto & Calvo, 2017). Usualmente se emplean muchas técnicas para convertir los aceites en polvo mejorando su estabilidad oxidativa y permitiendo su uso como ingrediente; cuya elección va a depender de las características fisicoquímicas del aceite, la estabilidad del aceite nanoencapsulado en condiciones de almacenamiento, la máxima eficiencia de polvo, (Sarabandi et al., 2018; Mohammed et al., 2020; Mohammed et al., 2021), las condiciones de procesamiento, la densidad que se necesitará para incorporarlo en una matriz alimentaria y el tamaño de partícula requerido (Rodríguez et al., 2016).

Entre las técnicas que se emplean para nanoencapsular se encuentra la emulsificación como una de las más empleadas para proteger compuestos volátiles; sin embargo, presenta desventajas como la baja estabilidad de las emulsiones, la cremación, la floculación, la sedimentación, la coalescencia, la separación de fases y la maduración de Ostwald, razón por la cual este método debe ir seguido por liofilización (Razola-Díaz et al., 2021). Esta técnica va a condicionar la distribución del tamaño de las gotas; ya que, a un menor tamaño de gota, habrá una mayor eficiencia de encapsulación de aceite; por ende, la composición y la estabilidad de la emulsión va a definir otros parámetros de las partículas como su forma, su estabilidad frente a la oxidación y el contenido de aceite libre (Rodríguez et al., 2016). Por su parte, la liofilización es una técnica que consta de

varias etapas, empezando por la congelación, seguido de la sublimación y finalmente la desorción, su ventaja radica en que es un proceso simple con ausencia de aire por lo que se obtienen productos de calidad y con periodo de vida prolongado ya que evita o previene el deterioro causado por alguna modificación química o por oxidación. (Rodríguez et al., 2016; Razola-Díaz et al., 2021). Es una de las técnicas más adecuadas de encapsulación, ya que es ideal para secar sustancias bioactivas termosensibles (Papoutsis et al., 2018); debido a que emplea bajas temperaturas; sin embargo, presenta un periodo de deshidratación muy largo, por lo general mayor a 20 horas (Šturm et al., 2019; Al-Maqtari et al., 2021); durante este proceso, el ingrediente bioactivo y la solución de la matriz se homogeneizan y posteriormente se coliofilizan, produciendo un material seco (Yamashita et al., 2017); no obstante, producto de la sublimación el producto se torna poroso, lo que conduce a la disminución de la estabilidad oxidativa del ingrediente bioactivo, contribuyendo a una cinética de degradación acelerada durante el periodo inicial de almacenamiento, seguido de tasas de degradación más pausadas (Labuschagne, 2018).

Se realizó la nanoencapsulación de aceites esenciales de piel de cítricos empleando cuatro tipos de materiales de pared para evaluar la influencia de estos sobre las propiedades físicas, químicas y biológicas de los aceites esenciales nanoencapsulados.

## II. MATERIAL Y MÉTODOS

### 2.1. Recolección de las muestras

La piel de *C. sinensis* fue obtenida de las juguerías de la ciudad de Chachapoyas, la piel de *C. reticulata* y *C. limetta* Risso fueron obtenidas de la ciudad de Bagua, y la piel de *C. limetta* sp. fue obtenido de Rodríguez de Mendoza. El material vegetal fue lavado y conservado para su posterior extracción.

### 2.2. Extracción de aceite esencial de piel de cítricos

Los aceites esenciales de la piel de *C. sinensis*, *C. reticulata*, *C. limetta* Risso y *C. limetta* sp. se obtuvieron mediante hidrodestilación utilizando un destilador por arrastre de vapor (Tecnal, TE-2761, Brasil) a escala de laboratorio durante 1 hora. En cada hidrodestilación se emplearon 300 g de cáscaras debidamente higienizadas y cortadas en pequeños trozos con 500 mL de agua destilada. Después de cada extracción se obtuvieron una fase acuosa (agua aromática) y una fase orgánica (aceite esencial), las cuales se separaron y se almacenaron los aceites esenciales a 2°C hasta su posterior uso (Nawaz et al., 2017).

También se extrajeron los aceites esenciales de la piel de *C. reticulata*, *C. limetta* Risso y *C. limetta* sp. haciendo uso de un hidrodestilador industrial, donde se colocaron 11.25 kg de piel de *C. limetta* sp., 5 kg de *C. reticulata* y 8 kg de *C. limetta* Risso con 20 L de agua, cada extracción se llevó a cabo en diferentes días, con un tiempo de extracción promedio de 6 horas y una temperatura de 80°C. Terminada la extracción, se procedió a separar el aceite esencial del agua y se almacenó a 2°C hasta su posterior uso.

De acuerdo con Prommaban & Chaiyana (2022), el rendimiento de los aceites esenciales se calcularon y presentaron en mL de aceites esenciales en relación al gramo de masa vegetal, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Rendimiento (\%)} = \left(\frac{A}{B}\right) \times 100$$

Donde, A es el volumen de aceite esencial obtenido en cada hidrodestilación y B es la masa de los materiales vegetales de cítricos.

### 2.3. Preparación de las nanoemulsiones

Para nanoencapsular los aceites esenciales de la piel de *C. sinensis*, *C. reticulata*, *C. limetta* Risso y *C. limetta* sp. en el material de pared formado por la combinación

correspondiente de maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y caseína (CAS), se siguió el método descrito por Karaaslan et al. (2021), considerando una proporción de materiales de pared de: 1/1 (p/p), donde se pesó cada material de pared de acuerdo a la cantidad de aceite esencial a nanoencapsular, para luego completar un volumen de 50 ml por cada 15 g de material de pared pesado, se disolvieron los materiales de pared y se refrigeraron a 5°C por 12 horas (Krishnan et al., 2005), luego se mezclaron los materiales pared y se adicionó el aceite esencial (30% del peso en seco del material de pared) al volumen de la mezcla de materiales de pared. La mezcla se homogeneizó en un vórtex, se añadió Tween 80 (5% del peso en seco del material de pared) (De Araújo et al., 2020) y se volvió a homogeneizar por 3 minutos para lograr una buena emulsión.

Se procedió con el mismo método para las diferentes combinaciones de paredes.

**Tabla 1.** *Diseño de formulaciones para nanoencapsular los aceites esenciales de la piel de C. sinensis, C. reticulata, C. limetta Risso y C. limetta sp. con cuatro tipos de materiales de pared.*

<b>Niveles del factor A</b>				
MD/GA, MD/CAS, GA/CAS, GA/MD/CAS				
<b>Niveles del factor B</b>				
AE <i>C. sinensis</i>	<i>C. sinensis</i>	<i>C. sinensis</i>	<i>C. sinensis</i>	<i>C. sinensis</i>
20 ml	5 ml	5 ml	5 ml	5 ml
	MD/GA	MD/CAS	GA/CAS	GA/MD/CAS
	17 gr	17 gr	17 gr	17 gr
AE <i>C. reticulata</i>	<i>C. reticulata</i>	<i>C. reticulata</i>	<i>C. reticulata</i>	<i>C. reticulata</i>
29 ml	7.25 ml	7.25 ml	7.25 ml	7.25 ml
	MD/GA	MD/CAS	GA/CAS	GA/MD/CAS
	24 gr	24 gr	24 gr	24 gr
AE <i>C. limetta Risso</i>	<i>C. limetta Risso</i>	<i>C. limetta Risso</i>	<i>C. limetta Risso</i>	<i>C. limetta Risso</i>
25 ml	6.25 ml	6.25 ml	6.25 ml	6.25 ml
	MD/GA	MD/CAS	GA/CAS	GA/MD/CAS
	21 gr	21 gr	21 gr	21 gr



AE	<i>C. limetta</i>	<i>C. limetta sp.</i>	<i>C. limetta sp.</i>	<i>C. limetta sp.</i>	<i>C. limetta sp.</i>
	<i>sp.</i>	5 ml	5 ml	5 ml	5 ml
20 ml		MD/GA	MD/CAS	GA/CAS	GA/MD/CAS
		17 gr	17 gr	17 gr	17 gr

Nota. MD= Maltodextrina, GA= Goma arábica, CAS= Caseína

#### 2.4. Proceso de liofilización

Las nanoemulsiones de cada aceite esencial se congelaron a  $-79^{\circ}\text{C}$  por 24 horas, luego se secaron a  $-85^{\circ}\text{C}$  por 48 horas, a 0.008 Mbar usando un liofilizador (Labconco, EE. UU). Posteriormente, los polvos se trituraron en un mortero hasta formar un polvo homogéneo, se colocaron en tubos falcon, se envolvieron con papel aluminio para evitar la interferencia de la luz y se almacenaron en una caja de tecnopor para evitar la entrada de humedad hasta análisis posteriores (Rezende et al., 2018; De Araújo et al., 2020).

#### 2.5. Rendimiento de sólidos recuperados

De acuerdo con Di Giorgio et al. (2019), el rendimiento de polvo recuperado (SY) se calculó estableciendo una relación entre el peso del polvo obtenido después del proceso de liofilización ( $W_f$ ) y la cantidad inicial de componentes de las emulsiones preparadas sin agua ( $W_i$ ), siguiendo la siguiente ecuación:

$$SY(\%) = \frac{W_f}{W_i} 100\%$$

Dónde: SY es el rendimiento de sólidos recuperados (%),  $W_i$  es el peso inicial de los materiales de pared (g, en base seca) y  $W_f$  es el peso del polvo obtenido después del proceso de liofilización (g, en base seca).

#### 2.6. Contenido de humedad

El porcentaje de humedad de las nanopartículas se determinó en un analizador de humedad (KERN Dab), se colocaron 1 g de cada aceite esencial nanoencapsulado en el platillo de medición y se calentó hasta  $120^{\circ}\text{C}$  y se registró el porcentaje de humedad una vez que se alcanzó un peso constante (Hashim et al., 2023).

#### 2.7. Solubilidad

La solubilidad se determinó según el método descrito por Ferraz et al. (2022) con algunas modificaciones. Se pesó 0.5 g de cada polvo, se mezcló con 25 ml de agua destilada y se

homogeneizó en un vórtex a 80 rpm durante 5 min. Posteriormente, la solución se centrifugó a 5000 rpm durante 10 min. Finalmente, una alícuota de 25 ml del sobrenadante se colocó en una placa Petri previamente pesada y se secó a 105 °C durante la noche. La solubilidad de los polvos se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$\text{Solubilidad \%} = \frac{\text{Peso del polvo en el sobrenadante}}{\text{Peso del polvo en la solución}} \times 100$$

## 2.8. Higroscopicidad

La higroscopicidad se determinó según la metodología descrita por Al-Maqtari et al. (2021). Se almacenó 0.5 g de aceite esencial nanoencapsulado con una solución saturada de cloruro de sodio a 25°C y una humedad relativa de 75.3%. Después de 1 semana, las muestras se pesaron y se expresó su higroscopicidad en porcentaje de humedad absorbida, de acuerdo con la ecuación:

$$\text{Higroscopicidad \%} = \frac{\text{Humedad absorbida}}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

## 2.9. Contenido fenólico total

De acuerdo con Papoutsis et al. (2018), el contenido fenólico total del extracto acuoso de las nanopartículas de cada aceite esencial se determinó mediante el método colorimétrico de Folin-Ciocalteu, para lo cual se diluyó 20 ml de folin en 180 ml de agua y se pesó 7.5 g de carbonato de sodio y se disolvió en 100 ml de agua. Para obtener el extracto acuoso se pesó 0.5 g de muestra, se disolvió en 4.5 ml de metanol en una proporción 1:10, se homogeneizó en un vórtex por 5 minutos y se centrifugó a 5000 rpm durante 30 min para obtener el sobrenadante; del cual se separó 500 ul, se agregó 2.5 ml el folin diluido y 2 ml de carbonato de sodio al 7.5% y se colocó 2 horas en la oscuridad a temperatura ambiente. Finalmente se leyó la absorbancia a 764 nm en un espectrofotómetro UV-Vis (EMCLAB, EMC-11-UV ESPECTROPHOTOMETER, Alemania) con un blanco de metanol. Para cuantificar el contenido fenólico total se desarrolló una curva estándar para el ácido gálico ( $Y=0.0004x + 0.0212$ ) con un valor de  $R^2$  de 0.9986 con diluciones entre 0 y 2500 mM. Los resultados se expresaron como mg de ácido gálico equivalente por gramo de muestra (mg GAE/ g muestra). Los análisis se realizaron por cuadruplicado.

### **2.10. Estabilidad de la actividad antioxidante mediante el ensayo DPPH**

La actividad de eliminación de radicales libres de DPPH se determinó siguiendo el método descrito por Al-idee et al. (2022) con algunas modificaciones, para lo cual se preparó el extracto acuoso, del cual se tomó 1 ml del sobrenadante y se añadió 1 ml de solución metanólica de DPPH (0.1 mM). La mezcla se incubó en la oscuridad por 30 minutos a temperatura ambiente y se leyó la absorbancia a 517 nm en un espectrofotómetro UV-Vis (EMCLAB, EMC-11-UV ESPECTROPHOTOMETER, Alemania). La actividad de eliminación de radicales se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$\text{Inhibición (\%)} = \frac{\text{Absorbancia del blanco} - \text{Absorbancia de la muestra}}{\text{Absorbancia del blanco}} \times 100$$

### **2.11. Estabilidad de la capacidad antioxidante mediante el ensayo ABTS<sup>+</sup>**

La actividad de captación de radicales ABTS se analizó en función del método descrito por Khalifa et al. (2019) con algunas modificaciones. Para la solución ABTS<sup>+</sup> (7.0 mM) se mezcló 88 ul de ABTS<sup>+</sup> con 5 ml de persulfato de potasio (2.45 mM) y se incubó durante 16 horas a temperatura ambiente en la oscuridad. Para obtener una absorbancia de  $0.700 \pm 2$  a 734 nm, para lo cual se diluyó la solución con un volumen de 200 a 300 ml de etanol. Luego se añadió 500 ul de cada muestra a 2.0 ml de solución ABTS<sup>+</sup> y se midió la absorbancia a 734 nm frente a un blanco. La actividad de ABTS<sup>+</sup> se midió y expresó como  $\mu\text{mol TE g}^{-1}$  a partir de una curva estándar de Trolox  $Y = -0.004x + 0.8502$  con un  $R^2 = 0.99$ .

### **2.12. Eficiencia de encapsulación**

La eficiencia de encapsulación se determinó mediante espectrofotometría a través del contenido de compuestos fenólicos de acuerdo con Radünz et al. (2020). Para lo cual, se determinó el contenido de compuestos fenólicos en los aceites esenciales de piel de *C. limetta* sp., *C. limetta* Risso, *C. reticulata* y *C. sinensis* sin encapsular y en los aceites esenciales nanoencapsulados mediante el método de Folin-Ciocalteu para lo cual se homogeneizó una muestra de 0.5 ml de aceite esencial con 4.5 ml de metanol, luego se separó 500 ul del sobrenadante y se agregó 2.5 ml de Folin diluido y 2 ml de carbonato de sodio, se incubó 2 horas en la oscuridad y se leyó la absorbancia en un espectrofotómetro (EMCLAB, EMC-11-UV ESPECTROPHOTOMETER, Alemania) a 764 nm (Shaw et al., 2023). Para la cuantificación de compuestos fenólicos se utilizó una

curva estándar preparada con ácido gálico y los resultados se expresaron en mg de ácido gálico (GAE) por gramo de muestra. Los análisis se realizaron por cuadruplicado.

### **2.13. Cromatografía de gases**

Se preparó el extracto de la muestra pesando 0.5 g de polvo de cada aceite esencial nanoencapsulado y se adicionó 4.5 ml de acetato de etilo, se agitó y se colocó en una centrífuga a 5000 rpm durante 5 min, luego se separó el sobrenadante y se filtró para colocar 1 ml en los viales para su posterior análisis.

El análisis por cromatografía de gases (GC) se realizó en un cromatógrafo de gases (Agilent Technologies, 7890B GC System, EE. UU.) equipado con un detector de masas (Agilent Technologies 5977B). Las condiciones analíticas fueron columna capilar DB-5MS UI (60 m x 0.25  $\mu$ m de diámetro x 1  $\mu$ m de espesor de relleno. La programación de temperatura comenzó a 50°C, aumentó hasta 170°C a 3°C/min y aumentó hasta 250°C a 8°C/min. La inyección se realizó en modo dividido (50:1), el volumen inyectado fue de 1  $\mu$ l (10% de aceite esencial nanoencapsulado) y la temperatura del inyector y del detector se mantuvieron a 250°C. Se utilizó helio como gas portador a un caudal de 1.5 ml/min. Los porcentajes de compuestos se determinaron a partir de sus áreas de pico en los perfiles GC (Smeriglio et al., 2018). Además, se analizó la composición química del AE nanoencapsulado de cítricos comparando el tiempo de retención de los picos de GC con el estándar (D-limoneno) y con el espectro conocido depositado en la base de datos del Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) (NIST4.lib) y Biblioteca NIST 2017 proporcionada con la computadora que controla el sistema GC-MS (Shaw et al., 2023).

### **2.14. Análisis de datos**

Los datos fueron sometidos a un análisis de varianza y a la prueba de Tukey para determinar las posibles diferencias significativas, para lo cual se empleó el programa estadístico R.

### III. RESULTADOS

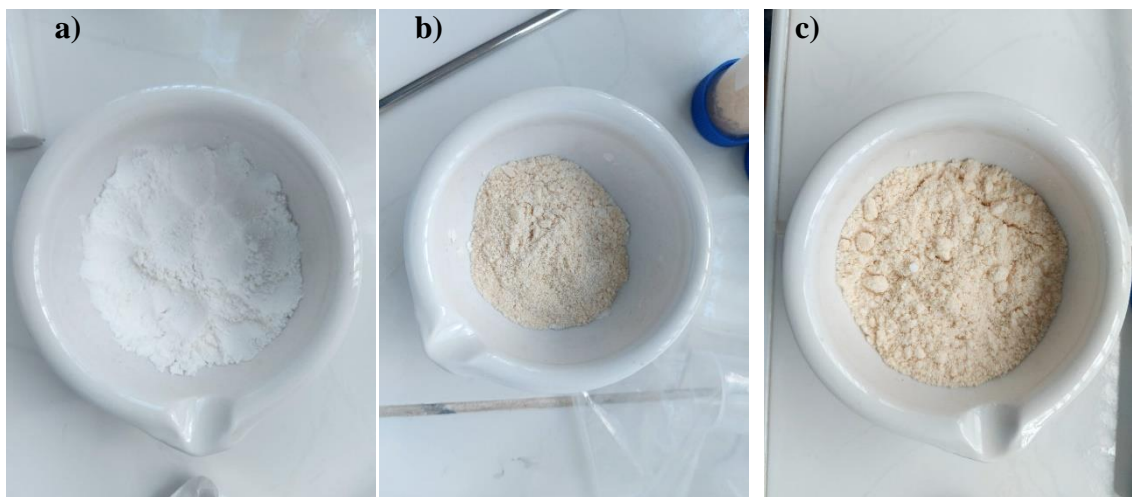
#### 3.1.Extracción de aceite esencial de piel de cítricos

En la extracción de aceite esencial de piel de *C. limetta sp.*, *C. limetta Risso*, *C. reticulata* y *C. sinensis* realizada en el hidroddestilador a escala de laboratorio se obtuvieron en promedio 0.5 mL, 2 ml, 0.6 ml y 2.5 ml de aceite esencial respectivamente en cada hidroddestilación con rendimientos de 0.16%, 0.66%, 0.20% y 0.83% respectivamente. La cantidad obtenida de aceite esencial en cada caso, se vió influenciada por la variedad, fresca y estado de madurez de la piel de los cítricos, ya que se obtuvo un mejor rendimiento de las pieles maduras y recientemente peladas.

En la extracción de aceite esencial de piel de *C. limetta sp.*, *C. limetta Risso* y *C. reticulata* realizada en el hidroddestilador a escala industrial se obtuvieron 8 ml, 21 ml y 16 ml de aceite esencial respectivamente con rendimientos de 0.071%, 0.26%, y 0.32% respectivamente.

#### Proceso de nanoencapsulación

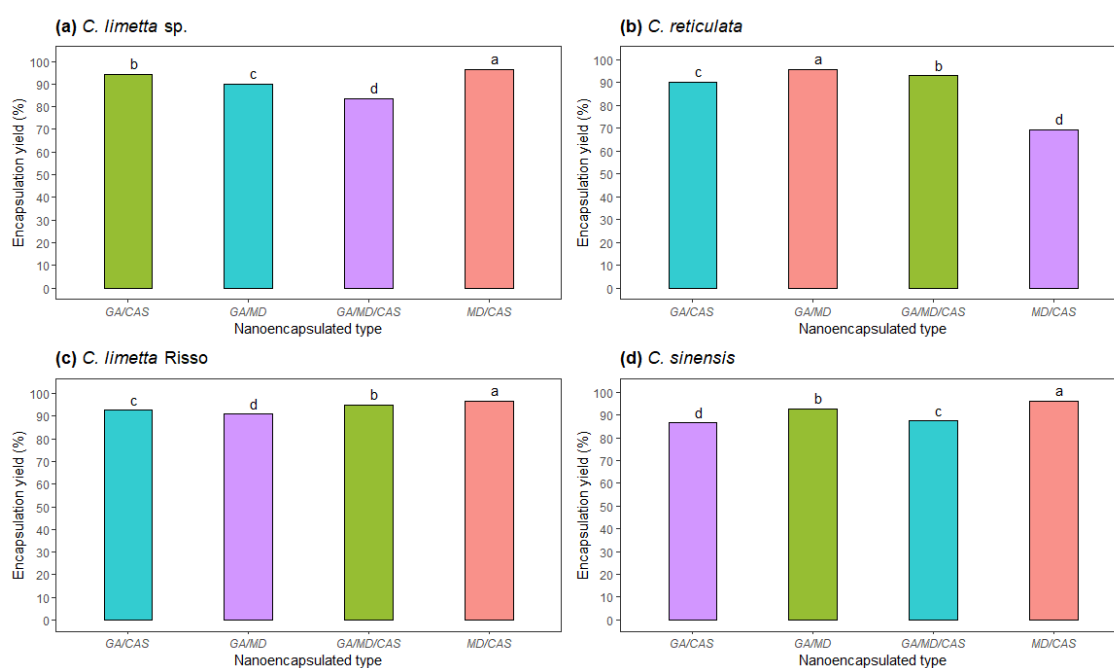
En la **Figura 1** se muestran las nanopartículas obtenidas después del proceso de liofilización, donde los aceites esenciales nanoencapsulados con GA/MD fueron de color blanquecino (**Figura 1a**), mientras que los aceites esenciales nanoencapsulados con MD/CAS y GA/MD/CAS mostraron un color amarillento, lo cual se debió al color que aportaba CAS a las formulaciones (**Figura b y c**).



**Figura 1.** Nanopartículas del aceite esencial de piel de *C. sinensis*

## Rendimiento de sólidos

El rendimiento de sólidos recuperados se muestra en la **Figura 2**, los aceites esenciales nanoencapsulados de las pieles de los cuatro cítricos muestran diferencias significativas entre los cuatro tipos de materiales de pared empleados, donde MD/CAS fue el que otorgó el mayor rendimiento de sólidos a las nanopartículas de *C. limetta sp.*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* (**Figuras 2a, 2c y 2d**), mientras que GA/MD fue el que otorgó el mayor rendimiento de sólidos a las nanopartículas de *C. reticulata* (**Figura 2b**), siendo las nanopartículas de *C. limetta Risso* las que obtuvieron el mayor rendimiento de sólidos con un valor de 96.6%, seguido de *C. limetta sp.*, *C. sinensis* y *C. reticulata* con valores de 96.4%, 96.1% y 95.8%, respectivamente.

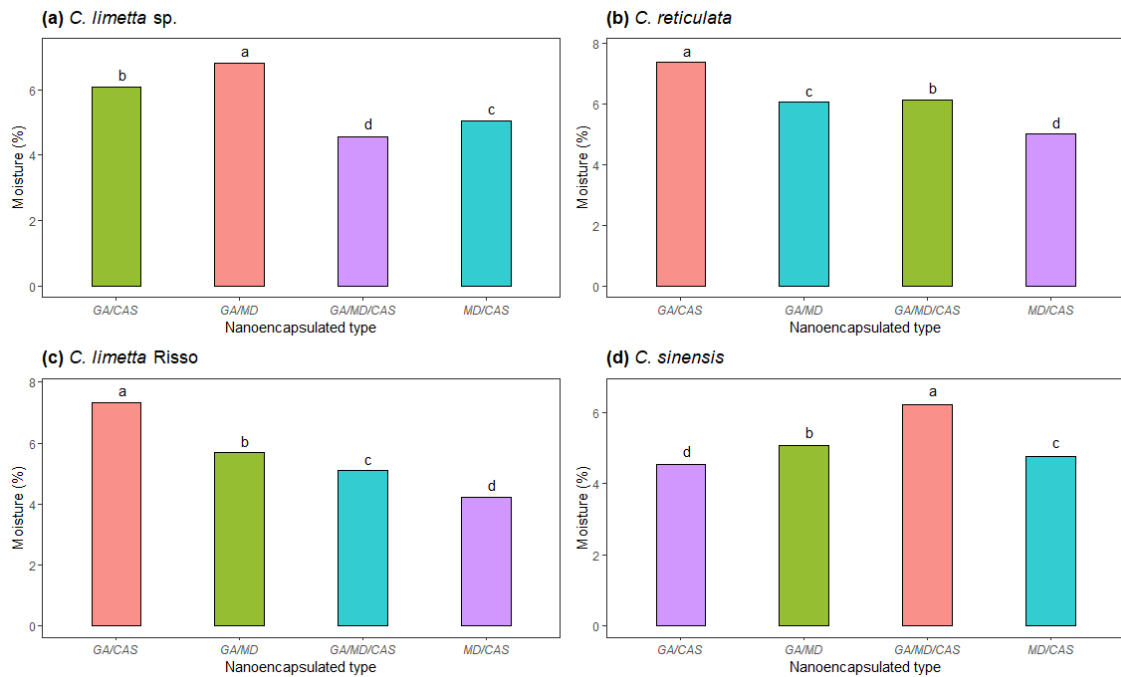


**Figura 2.** Rendimiento de sólidos de las nanopartículas de a) *C. limetta sp.*, b) *C. reticulata*, c) *C. limetta Risso*, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

## Contenido de humedad

El contenido de humedad se muestra en la **Figura 3**, los aceites esenciales nanoencapsulados de las pieles de los cuatro cítricos muestran diferencias significativas entre los cuatro tipos de materiales de pared empleados, donde GA/MD/CAS fue el que otorgó el menor contenido de humedad a las nanopartículas de *C. limetta sp.* (**Figura 3a**), MD/CAS a las nanopartículas de *C. reticulata* y *C. limetta Risso* (**Figuras 3b y 3c**) y GA/CAS a las nanopartículas de *C. sinensis* (**Figura 3d**), siendo las nanopartículas de *C. limetta Risso* las que obtuvieron el menor contenido de humedad (4.23%), seguido de *C.*

*sinensis*, *C. limetta* sp., y *C. reticulata* con valores de 4.55%, 4.57% y 5.01% respectivamente.

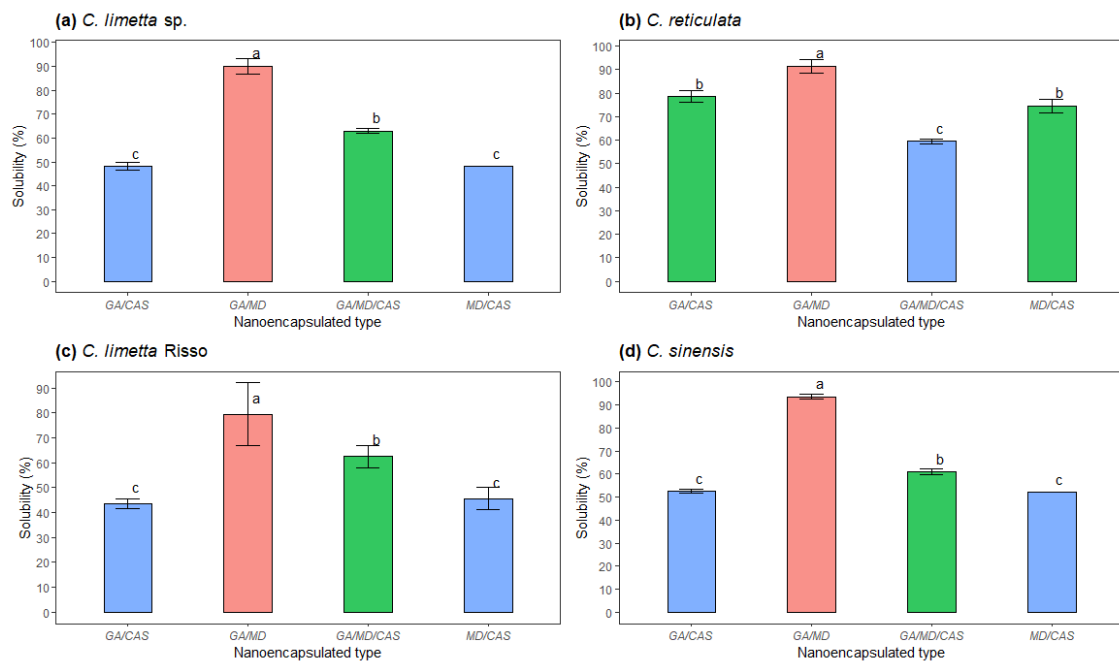


**Figura 3.** Contenido de humedad de las nanopartículas de a) *C. limetta* sp., b) *C. reticulata*, c) *C. limetta* Risso, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Solubilidad

La **Figura 4** muestra que los aceites esenciales nanoencapsulados de las pieles de los cuatro cítricos muestran tres grupos de materiales de pared con diferencias significativas, donde GA/MD fue el material encapsulante que le confirió la mayor solubilidad a las nanopartículas de *C. limetta* sp., *C. reticulata*, *C. limetta* Risso y *C. sinensis* (**Figuras 4a, 4b, 4c** y **4d**) con valores de 90%, 91.5%, 79.5% y 93.5% respectivamente; por otro lado, no se mostraron diferencias significativas entre GA/CAS y MD/CAS sobre la solubilidad

que le confirieron a las nanopartículas de los aceites esenciales de los cuatro cítricos.



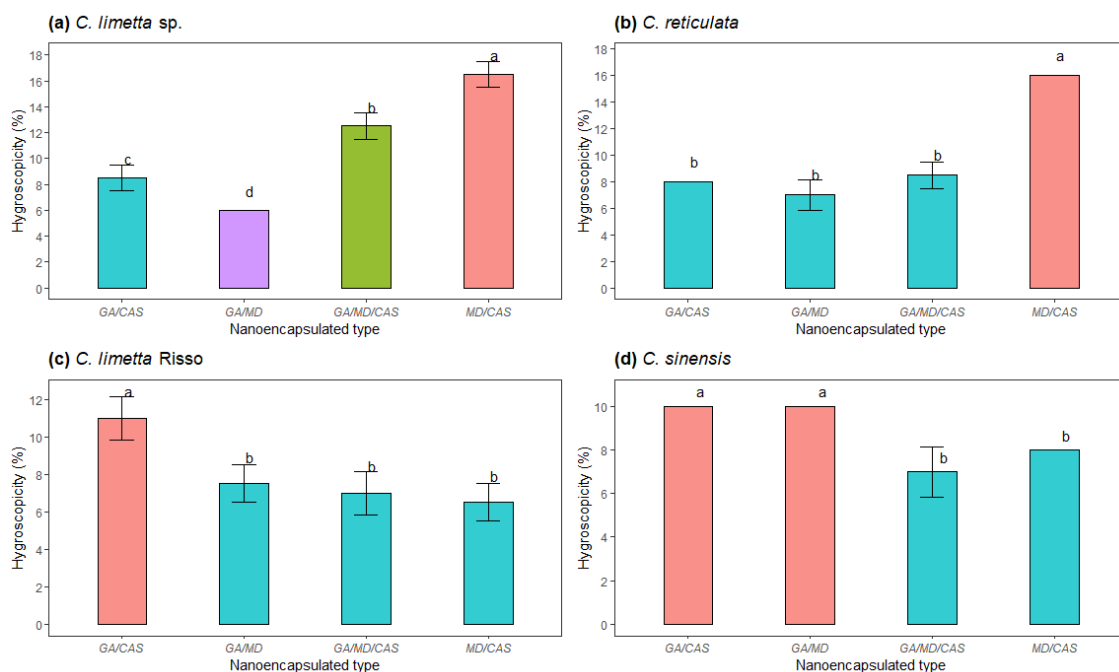
**Figura 4.** Porcentaje de solubilidad de las nanopartículas de a) *C. limetta* sp., b) *C. reticulata*, c) *C. limetta* Risso, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Higroscopicidad

La **Figura 5** muestra la higroscopicidad de los aceites esenciales nanoencapsulados, en la cual, las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta* sp. mostraron diferencias significativas entre los cuatro tipos de materiales de pared (**Figura 5a**), siendo GA/MD el que otorgó la menor higroscopicidad (6%); por otro lado, las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. reticulata* y *C. limetta* Risso mostraron diferencias significativas entre dos grupos heterogéneos (**Figuras 5b** y **5c**) con valores de 7% y 16%; 6.5% y 11% respectivamente, mientras que las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. sinensis* mostraron diferencias significativas entre dos grupos homogéneos



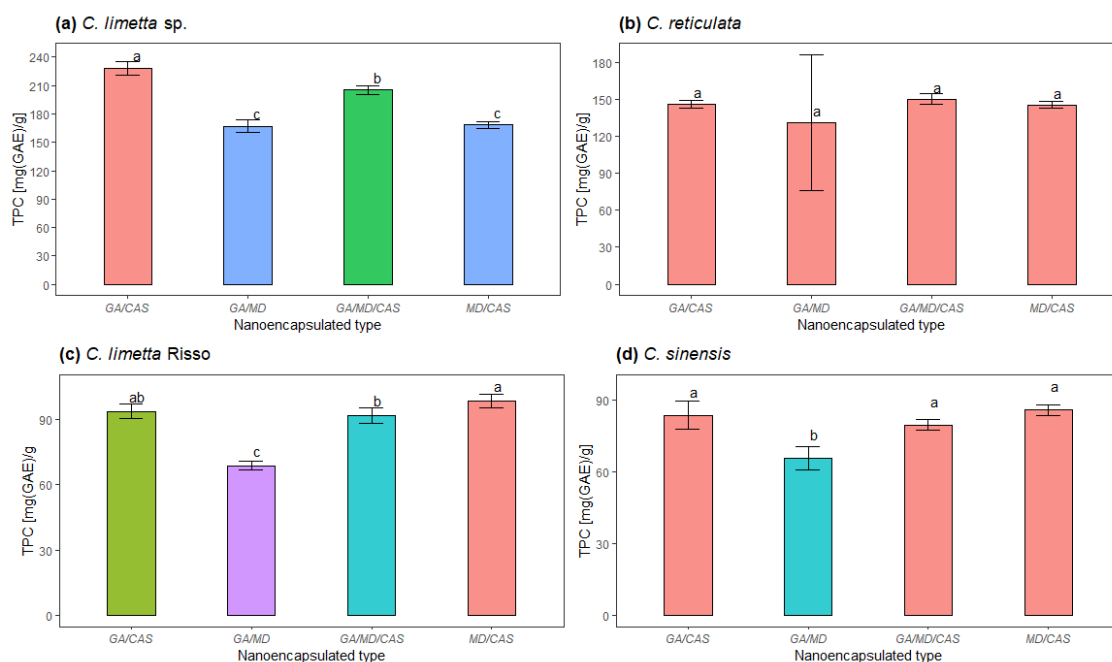
(Figura 5d) con valores de 7% y 10%.



**Figura 5.** Porcentaje de higroscopicidad de las nanopartículas de a) *C. limetta sp.*, b) *C. reticulata*, c) *C. limetta Risso*, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Contenido fenólico total

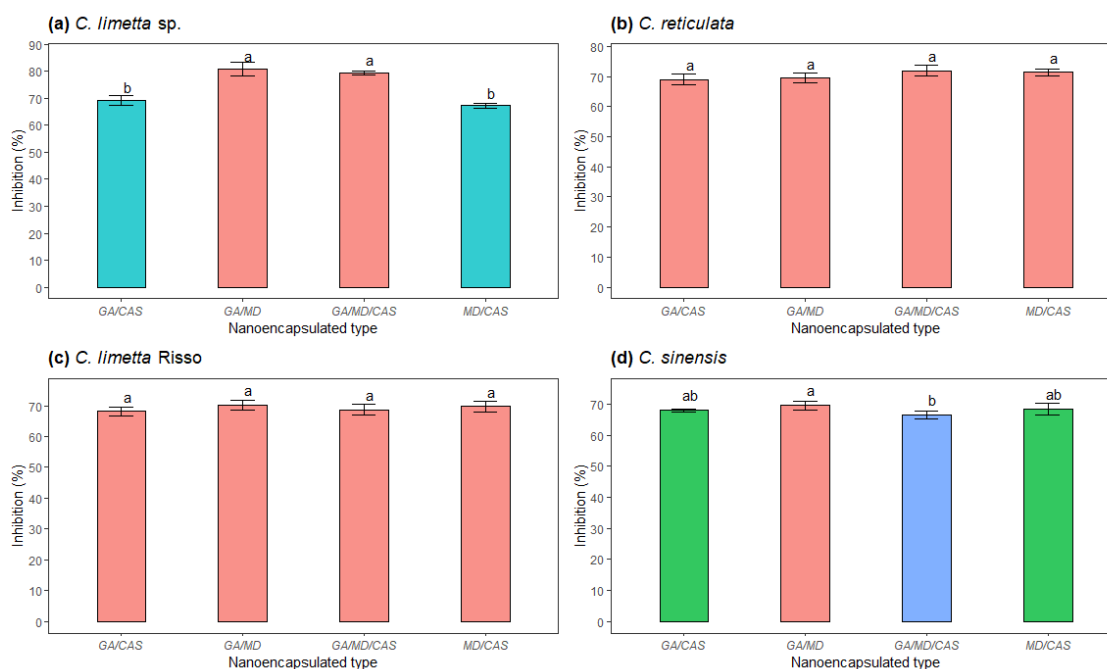
La **Figura 6** muestra el contenido fenólico total de los aceites esenciales nanoencapsulados, donde las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta sp.* mostraron tres grupos de materiales de pared con diferencias significativas, siendo GA/CAS el material encapsulante que otorgó el mayor contenido fenólico (**Figura 6a**) expresando un valor de 228.27 mg AGE/ g muestra; por otro lado las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. reticulata* no mostraron diferencias significativas entre los tipos de materiales de pared empleados (**Figura 6b**) con un contenido fenólico promedio de 150 mg AGE/ g muestra; las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta Risso* también mostraron diferencias significativas entre los materiales de pared (**Figura 6c**); siendo, MD/CAS el que otorgó el mayor contenido fenólico con un valor de 98.40 mg AGE/ g muestra; mientras que las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. sinensis* mostraron dos grupos heterogéneos con diferencias significativas (**Figura 6d**) con valores entre 65.5 mg AGE/ g muestra y 85.8 mg AGE/ g muestra.



**Figura 6.** Contenido fenólico total las nanopartículas de a) *C. limetta sp.*, b) *C. reticulata*, c) *C. limetta Risso*, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Estabilidad de la actividad antioxidante mediante el ensayo DPPH

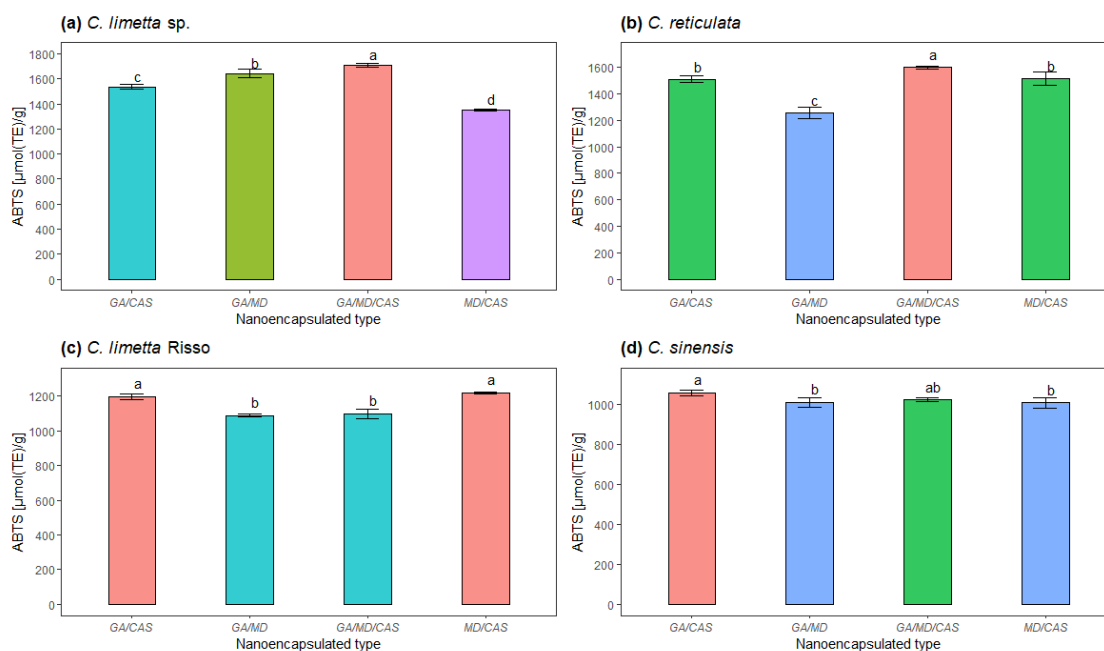
La **Figura 7** muestra la actividad antioxidante de las nanopartículas de los cítricos, donde las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta sp.*, muestra dos grupos homogéneos con diferencias significativas entre los materiales de pared (**Figura 7a**) con porcentajes de inhibición de 69.1% y 80.7%; las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. reticulata* y *C. limetta Risso* no muestran diferencias significativas entre los materiales de pared encapsulantes (**Figuras 7b** y **7c**), siendo el mayor porcentaje de inhibición 71.9% y 70.1% respectivamente; mientras que, las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. sinensis* muestran tres grupos heterogéneos de materiales de pared con diferencias significativas (**Figura 7d**), siendo GA/MD el material de pared encapsulante que brindó el mayor porcentaje de inhibición (69.5%).



**Figura 7.** Porcentaje de inhibición de radicales DPPH de las nanopartículas de a) *C. limetta* sp., b) *C. reticulata*, c) *C. limetta* Risso, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

#### Estabilidad de la capacidad antioxidante mediante el ensayo ABTS<sup>+</sup>

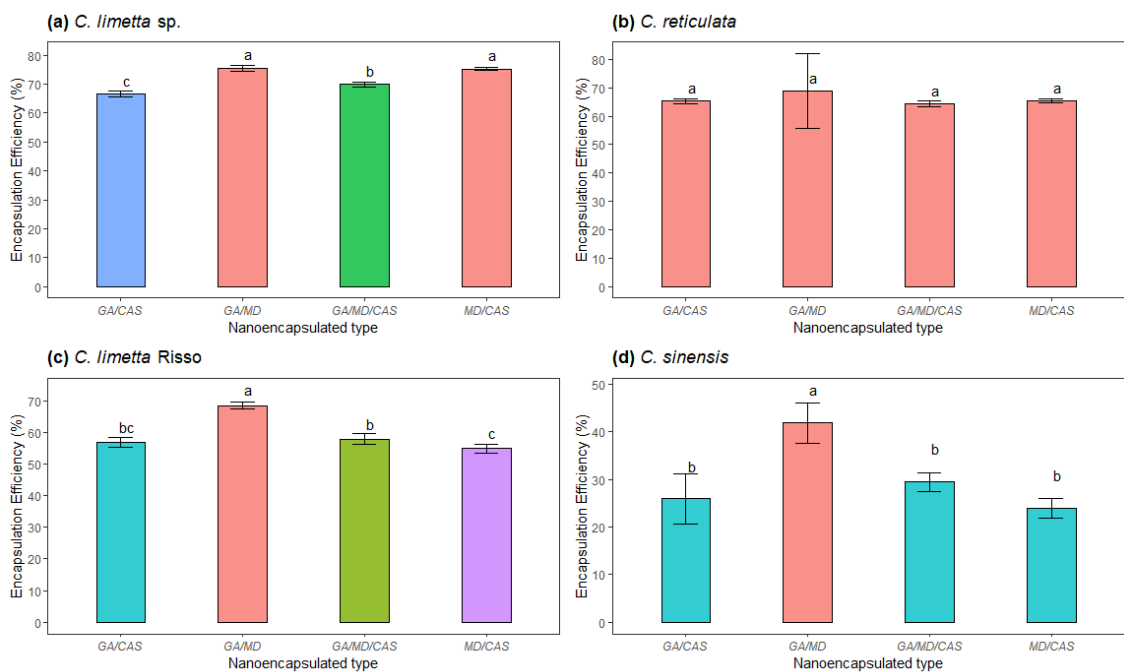
La capacidad antioxidante se muestra en la **Figura 8**. Donde se observa que las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta* sp. exhiben diferencias significativas entre los cuatro tipos de materiales de pared empleados (**Figura 8a**), siendo GA/MD/CAS el que otorgó la mayor capacidad antioxidante con un valor de 1709  $\mu\text{mol TE/g}$ ; las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. reticulata* exhiben tres grupos de materiales de pared con diferencias significativas (**Figura 8b**), siendo GA/MD/CAS el material de pared encapsulante que brindó la mayor capacidad antioxidante (1599  $\mu\text{mol TE/g}$ ); por otro lado, las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta* Risso exhiben dos grupos homogéneos con diferencias significativas (**Figura 8c**) con valores de 1099  $\mu\text{mol TE/g}$  y 1219  $\mu\text{mol TE/g}$ , mientras que las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. sinensis* exhiben tres grupos de materiales de pared con diferencias significativas (**Figura 8d**), donde GA/CAS fue el material encapsulante que otorgó la mayor capacidad antioxidante (1059  $\mu\text{mol TE/g}$ ).



**Figura 8.** Capacidad antioxidante de las nanopartículas de a) *C. limetta* sp., b) *C. reticulata*, c) *C. limetta* Risso, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Eficiencia de encapsulación

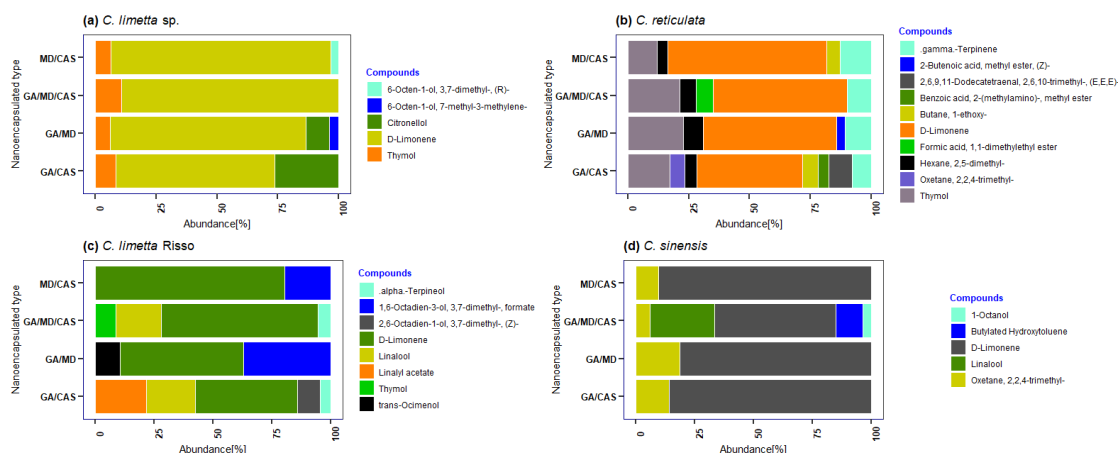
Como se muestra en la **Figura 9**. Se determinó la eficiencia de encapsulación, donde las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta* sp. indicaron tres grupos de materiales de pared con diferencias significativas (**Figura 9a**) en la cual, la mayor eficiencia de encapsulación fue de 75.5%; por otro lado, las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. reticulata* no presentan diferencias significativas entre los tipos de materiales de pared empleados (**Figura 9b**) indicando una eficiencia promedio de 68.9%; las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta* Risso presentaron diferencias significativas entre los tipos de materiales encapsulantes (**Figura 9c**), siendo GA/MD el que otorgó la mayor eficiencia de encapsulación (68.5%), mientras que las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. sinensis* muestran dos grupos heterogéneos significativos (**Figura 9d**) con valores de 29.5% y 41.9% de eficiencia.



**Figura 9.** Eficiencia de encapsulación de las nanopartículas de a) *C. limetta sp.*, b) *C. reticulata*, c) *C. limetta Risso*, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Análisis GC-MS

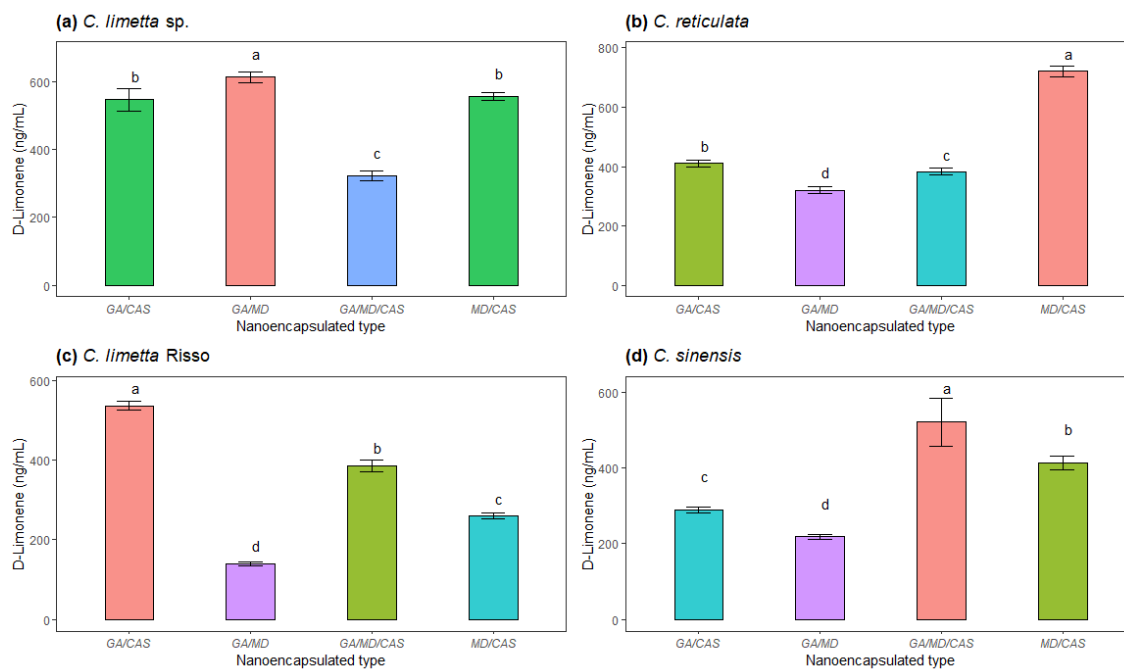
La composición química de las nanopartículas de los aceites esenciales de las pieles de los cítricos se muestran en la **Figura 10**; en la cual, se identificaron 5 componentes, que representan el 100% de las nanopartículas de aceite esencial de la piel de *C. reticulata* (**Figura 10a**), donde GA/MD fue el material de pared más eficiente, ya que nanoencapsuló 4 componentes; por otro lado, se identificaron 10 componentes, que representan el 100% de las nanopartículas de aceite esencial de la piel de *C. reticulata* (**Figura 10b**), siendo GA/CAS el material más eficiente, puesto que nanoencapsuló 8 componentes; también se identificaron 8 componentes, que representan el 100% de las nanopartículas de aceite esencial de la piel de *C. limetta Risso* (**Figura 10c**), donde GA/CAS fue el material de pared más eficiente, ya que nanoencapsuló 5 componentes; mientras que en las nanopartículas de *C. sinensis* se identificaron 5 componentes, que representan el 100% (**Figura 10d**), siendo GA/MD/CAS el material de pared más eficiente, puesto que, nanoencapsuló los 5 componentes identificados.



**Figura 10.** Compuestos químicos encontrados en las nanopartículas de a) *C. limetta sp.*, b) *C. reticulata*, c) *C. limetta Risso*, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

### Contenido de D- limoneno en las nanopartículas del aceite esencial de piel de los cítricos

En la **Figura 11** se muestra el contenido de D- limoneno nanoencapsulado en los cuatro cítricos; en la cual, se muestran tres grupos con diferencias significativas en las nanopartículas del aceite esencial de la piel de *C. limetta sp.*, siendo GA/MD el material de pared que encapsuló la mayor cantidad de D- limoneno (**Figura 11a**) con un valor de 613 ng/mL; por otro lado, se muestran diferencias significativas entre los cuatro tipos de materiales de pared empleados para nanoencapsular el D- limoneno en las nanopartículas de los aceites esenciales de las pieles de *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* (**Figuras 11b, 11c** y **11d**), siendo MD/CAS, GA/CAS y GA/MD/CAS los materiales de pared más eficientes, ya que nanoencapsularon 721 ng/mL, 536 ng/mL y 521 ng/mL de D- limoneno respectivamente, con porcentajes promedio de 81.37%, 54.65%, 60.65% y 77.23% en *C. limetta sp.*, *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* respectivamente.



**Figura 11.** Contenido de *D*- limoneno en las nanopartículas de a) *C. limetta* sp., b) *C. reticulata*, c) *C. limetta* Risso, d) *C. sinensis* con cuatro tipos de materiales de pared.

## IV. DISCUSIÓN

### Rendimiento de sólidos

El mayor rendimiento de sólidos obtenido correspondió al aceite esencial de *C. limetta* *Risso* nanoencapsulado con MD/CAS, cuyo material de pared también fue eficiente para nanoencapsular el aceite esencial de *C. limetta* *sp.* y *C. sinensis* obteniendo los rendimientos más altos (**Figura 2**); los rendimientos oscilaron entre 95.8% y 96.6%, dichos valores son superiores a los obtenidos por Mohammed et al. (2021) y Mahdi et al. (2020), quienes obtuvieron rendimientos entre 77.61% y 90.22% al microencapsular aceite esencial de *Citrus aurantium*, y rendimientos entre 77.77% y 89.39% al microencapsular extracto de sidra con GA, WP y MD respectivamente; sin embargo, el aceite esencial de *C. reticulata* obtuvo el mayor rendimiento de polvo al ser nanoencapsulado con GA/MD (**Figura 2d**), lo cual se debe a que la goma arábica tiene una alta capacidad de formación de película, ya que Mahdi et al. (2020), encontraron que las microcápsulas que tienen un alto porcentaje de goma arábica tienen un alto rendimiento de polvo. Por otro lado, las variaciones del rendimiento de polvo ocurren por la alta porosidad del polvo liofilizado que ocurre debido a la formación de hielo en el material durante la liofilización lo cual previene el colapso de la estructura y resulta en un cambio de volumen insignificante (Rezende et al., 2018; Di Giorgio et al., 2019).

### Contenido de humedad

El contenido de humedad es una característica importante en las nanopartículas, ya que son un indicador de la calidad del polvo y de su estabilidad durante el almacenamiento (Karrar et al., 2021); por lo que, un bajo contenido de humedad evita los problemas de apelmazamiento contribuyendo a la aceptabilidad final (Chew et al., 2018); además, está asociado con la eficiencia de secado, la bioactividad, la oxidación, la actividad de agua, la pegajosidad y la fluidez; por ende, una humedad elevada afecta la estabilidad de almacenamiento ya que el material de pared cambia a estado gomoso conduciendo a la liberación y degradación del material del núcleo (Mahdi et al., 2021). El contenido de humedad más bajo de las nanopartículas de *C. limetta* *Risso*, *C. sinensis*, *C. limetta* *sp.* y *C. reticulata* oscilaron entre 4.23% y 5.01%, cuyos valores se encuentran dentro del rango de los valores obtenidos por Mahdi et al. (2022), quienes informaron valores que oscilaron entre 3.87% y 5.71% para el aceite esencial de mandarina nanoencapsulado con proteína de suero (WPI), goma arábica (GA) y maltodextrina (MD); sin embargo, están



por encima de los valores obtenidos por Mahdi et al. (2021) quienes informaron valores de 1.90% y 2.87% en nanocápsulas de aceite esencial de *C. reticulata* mediante aceite esencial de clavo y canela y Chew et al. (2018), quienes obtuvieron una humedad que osciló entre 2.7% y 3.9% al microencapsular aceite de semilla de kenaf empleando  $\beta$ -ciclodextrina/ goma arábica/ maltodextrina. Las nanopartículas de *C. limetta* Risso, *C. limetta* sp. y *C. sinensis*, presentaron menos del 5% de humedad con los materiales de pared correspondientes a MD/CAS, GA/MD/CAS y GA/CAS (**Figura 3**) respectivamente, lo cual es un indicador de que su capacidad de almacenamiento será durante periodos prolongados; Karrar et al. (2021), informaron que GA/MD produjeron una reducción en el contenido de humedad resultando en una buena formación de paredes.

### **Solubilidad**

La solubilidad es un factor importante para determinar la calidad de un alimento, ya que los polvos que son poco solubles pueden ocasionar problemas al momento del procesamiento (Mahdi et al., 2022). El aceite esencial de *C. limetta* sp., *C. reticulata*, *C. limetta* Risso y *C. sinensis* no son solubles en agua a temperatura ambiente, sin embargo, las nanopartículas formuladas con GA/MD mejoraron su solubilidad (**Figura 4**) con valores entre 79.5% y 93.5%; por otro lado, la adición de CAS disminuyó la solubilidad. Los resultados obtenidos concuerdan con los informados por Rezende et al. (2018), quienes encontraron una mayor solubilidad de extractos de compuestos bioactivos de la pulpa y residuos de *Malpighia emarginata* D.C. al ser microencapsulados con GA/MD, cuya solubilidad está asociada a la alta solubilidad de dichos materiales de pared (Lekshmi et al., 2021; Peng et al., 2023). En estudios sobre microencapsulación de aceite esencial de jengibre producidas con MD y GA informaron una solubilidad del 84.6% (Locali et al., 2019), la cual es menor al mayor porcentaje de solubilidad obtenida en este estudio (93.35%) correspondiente a las nanopartículas de *C. sinensis* (**Figura 4d**); sin embargo, estuvieron dentro de los valores obtenidos por Karrar et al. (2021) quienes informaron una solubilidad comprendida entre 86.61% y 90.90% al microencapsular aceite de semilla de gurú empleando MD, GA y WPI como materiales de pared. La solubilidad es importante porque amplía las posibilidades de aplicación de los aceites esenciales de piel de cítricos en productos alimenticios.

## Higroscopicidad

La higroscopicidad es la tendencia que tienen los polvos para absorber humedad, la cual es un parámetro de calidad crítico de los aceites encapsulados, ya que la absorción de agua durante el almacenamiento puede ocasionar la oxidación de los lípidos (Mahdi et al., 2022); por lo que, va a influir en las características nutritivas y de flujo del polvo (Al-Maqtari et al., 2021). La higroscopicidad que presentaron las nanopartículas de *C. limetta sp.*, *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* oscilaron entre 6% y 16%, lo cual indica una baja higroscopicidad de los polvos, permitiendo su conservación y preservación de los compuestos bioactivos (Rezende et al., 2018). Los valores de higroscopicidad encontrados para *C. reticulata* (7% y 16%) están dentro de los valores obtenidos por Mahdi et al. (2022) para nanocápsulas de aceite de mandarina (12.05% y 15.42%) encapsulados con GA/MD/WPI. Por otro lado, la higroscopicidad que presentaron los demás cítricos estuvieron dentro de lo informado por Karrar et al. (2021) para microcápsulas de aceite de semilla de gurú encapsulado con maltodextrina, goma arábiga y aislado de proteína de suero (6.95% y 8.76%) y Locali et al. (2019) para microcápsulas de aceite esencial de pimienta rosa (8.5% y 9.3%). Los resultados mostraron que GA/MD fue el material de pared que confirmó el valor de higroscopicidad más bajo a *C. limetta sp.* (**Figura 5a**). Estudios alegan que muestras con bajos contenidos de humedad tendrían una higroscopicidad creciente, ya que la capacidad para absorber humedad está relacionada con la concentración del gradiente de agua entre los productos en polvo y la atmósfera (Karrar et al., 2021). Por otra parte, las formulaciones que contenían MD mostraron los valores más bajos de higroscopicidad ya que se considera un material de pared de baja higroscopicidad (Ferraz et al., 2022).

## Contenido fenólico total

Los resultados obtenidos indican que GA/CAS tuvo la mejor retención de compuestos fenólicos en las nanopartículas de *C. limetta sp.* (**Figura 6a**), evidenciando el mayor contenido fenólico entre los cuatro cítricos; cuyos resultados están acorde con lo informado por Al-Maqtari et al. (2021), quienes encontraron que la combinación de GA con una proteína mejora la eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos; sin embargo, MD/CAS tuvo la mejor retención de compuestos fenólicos en las nanopartículas de *C. limetta Risso* (**Figura 6c**), lo cual concuerda con lo informado por Papoutsis et al. (2018), quienes encontraron altos valores de contenido fenólico para encapsulados de

extractos de subproductos de cítricos con MD y Proteína de soja. Estos resultados podrían atribuirse a la capacidad de las proteínas para interactuar con varios materiales de pared, incluida MD ya que forman partículas coloidales que encapsulan polifenoles (Labuschagne, 2018). La razón por la que CAS destaca en las nanopartículas de *C. limetta sp.* y *C. limetta Risso* como se muestra en la **Figura 6** es porque no existe asociación entre la proteína utilizada como material de pared y los extractos de polifenoles, lo cual asegura que este material otorgue una mejor conservación y protección (Quan et al., 2019).

### **Estabilidad de la actividad antioxidante mediante el ensayo DPPH**

Los resultados obtenidos oscilan entre 69.1% y 80.7%, cuyos valores guardan relación con el contenido fenólico total presente las nanopartículas de los cítricos, debido a que los compuestos fenólicos desempeñan un papel como antioxidantes (Noshad et al., 2021), puesto que actúan como donantes de electrones en las reacciones de radicales libres y se correlacionan con el efecto antioxidante de los aceites esenciales (Mahdi et al., 2021). El método DPPH genera un perfil antioxidante que abarca la reactividad hacia los radicales acuosos a través de la extinción de radicales y debido a su capacidad de donación de hidrógeno, los compuestos fenólicos con múltiples grupos hidroxilo exhiben una mayor actividad de captación de radicales libres, en especial contra DPPH (Mathew et al., 2015; De Araújo et al., 2020), de modo que el alto contenido fenólico de las nanopartículas de *C. limetta sp.* estuvo asociado con su alta actividad antioxidante (**Figura 7a**). Por otro lado, la actividad de eliminación de radicales DPPH mostrada por *C. reticulata* fue mayor a la informada en un estudio realizado por Kamal et al. (2013), quienes encontraron que el aceite esencial de piel de este cítrico mostró una actividad de eliminación de radicales moderada de 24.08% a comparación del 71.9% obtenido en este estudio; además, GA/MD fue el material encapsulante que brindó la mayor actividad antioxidante a las nanopartículas de *C. sinensis* (**Figura 7d**), lo cual se debió a la capacidad de MD para proteger el aceite esencial (Campelo et al., 2018), cuyo resultado concuerda con lo obtenido por Moosavy et al. (2017), quienes obtuvieron una alta actividad antioxidante al microencapsular aceite esencial de limón empleando MD; no obstante, Khalifa et al. (2019) informaron que la cantidad de polifenoles y la actividad antioxidante de las micropartículas de morera dependían del material de pared, siendo la proteína de suero (WP) la que tuvo la mejor protección a comparación de MD y GA, dichas divergencias pueden deberse a que MD/GA es más efectivo para encapsular aceites esenciales.

La actividad antioxidante del aceite esencial de los cítricos está relacionada con su composición química (limoneno,  $\alpha$ -pineno,  $\alpha$ -terpineno). Estudios informaron una importante actividad antioxidante de aceites esenciales rico en monoterpenos (limoneno,  $\alpha$ -pineno), los cuales exhiben una actividad antirradical muy importante; además, el efecto sinérgico entre los compuestos de los aceites esenciales mejoran su actividad antioxidante (Himed et al., 2019). Esto concuerda con lo informado por Prommaban & Chaiyana (2022), quienes mencionan que la presencia de limoneno y de otros compuestos monoterpénicos como el terpineol y el alcohol perilílico contribuyen a la capacidad de eliminación de radicales libres de los aceites esenciales de cítricos.

### **Estabilidad de la capacidad antioxidante mediante el ensayo ABTS<sup>+</sup>**

El ensayo ABTS<sup>+</sup> se emplea para determinar los efectos de eliminación de radicales. En contacto con un donante de H, conduce a la formación de ABTS<sup>+</sup> y luego a una decoloración de la solución a 734 nm; por lo que, la disminución de la absorbancia debido a la capacidad antioxidante refleja una capacidad de captura de radicales libres. La capacidad reductora de un compuesto es considerada como un indicador significativo de su potencial antioxidante (Yi et al., 2018), lo cual es congruente con los valores que se informan en este estudio, ya que la actividad antioxidante esta altamente relacionada con la capacidad antioxidante donde las nanopartículas de *C. limetta sp.*, y *C. reticulata* mostraron la mayor capacidad antioxidante (**Figura 8**).

### **Eficiencia de encapsulación**

Los resultados obtenidos oscilaron entre 41.9% y 75.5%, los cuales están por debajo de los encontrados por Radünz et al. (2020), quienes obtuvieron una eficiencia de encapsulación del 88.9% al encapsular aceite esencial de tomillo empleando maltodextrina y caseína como materiales de pared y Mahdi et al. (2020), con una eficiencia que osciló entre 72.11% y 87.20% al encapsular extracto de cidra con goma arábica, almidón modificado, proteína de suero y maltodextrina; sin embargo, estuvieron por encima de los valores obtenidos por Shetta et al. (2019), quienes encontraron valores que oscilaron entre 8.15% y 23.1% al encapsular aceites esenciales de menta y té verde con quitosano. Las variaciones en los porcentajes de eficiencia de encapsulación se deben a la afinidad que tienen los componentes del aceite con los materiales de pared, ya que su eficiencia para encapsular compuestos fenólicos está asociada con su estructura, su capacidad para formar películas y su solubilidad (Papoutsis et al., 2018); además Mahdi

et al. (2020), menciona que la presencia de proteína de suero y la ausencia de goma arábica en las formulaciones afecta negativamente la eficiencia de encapsulación, lo cual es congruente con lo encontrado en este estudio, ya que GA/MD otorgó la mayor eficiencia de encapsulación a *C. limetta* Risso y *C. sinensis* (**Figura 9**).

### **Análisis GC-MS**

Los aceites esenciales cítricos están compuestos por hidrocarburos, aldehídos, ésteres, cetonas y algunos compuestos que varían de 20 a 60 compuestos, dentro de los cuales se encuentran los compuestos volátiles constituyendo del 85% al 99%, los cuales son una mezcla de monoterpenos (97%), sesquiterpenos y sesquiterpenoides (Shaw et al., 2023). El análisis GC-MS permitió identificar 5 componentes volátiles en las partículas de *C. limetta* sp., 10 en las nanopartículas de *C. reticulata*, 8 en las nanopartículas de *C. limetta* Risso y 5 en las nanopartículas de *C. sinensis* (**Figura 10**) representando el 100% de su composición, donde el componente mayoritario fue el D- limoneno, representando el 81.37%, 54.65%, 60.65% y 77.23% en cada cítrico respectivamente, cuyos resultados están por debajo de los informados por Kang et al. (2022), quienes informaron un 97.2% de D- limoneno en nanoemulsiones de aceite esencial de cítricos y Dao et al. (2021), quienes informaron que el aceite esencial de cáscara de mandarina contiene entre 80.3% y 96.2%; sin embargo, están por encima de lo informado por Himed et al. (2019), quienes informaron un 67.08% de D- limoneno para *Citrus limon* encapsulado y Smeriglio et al. (2018) que obtuvieron un 48.91% de D- limoneno en *C. lumia* Risso, donde el contenido de este monoterpeno en el género *Citrus* varía entre 32-98%, 68.98% en naranjas dulces y 47.56% en limón. El material de pared que fue más eficiente para retener los componentes volátiles de *C. limetta* sp. fue GA/MD, lo cual se debe a la capacidad de la maltodextrina para retener los compuestos volátiles en sistemas encapsulados (De Araújo et al., 2020).

## V. CONCLUSIONES

Después de haber realizado la nanoencapsulación de los aceites esenciales de la piel de *C. limetta sp.*, *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* con GA/MD, GA/CAS, MD/CAS y GA/MD/CAS y evaluar si existen diferencias significativas sobre sus propiedades físicas, químicas y biológicas, se obtuvo que MD/CAS otorgó el mayor rendimiento de sólidos a las nanopartículas de *C. limetta sp.*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis*; mientras que GA/MD a *C. reticulata*; en cuanto al contenido de humedad, GA/MD/CAS otorgó el menor contenido de humedad a las nanopartículas de *C. limetta sp.*, MD/CAS a las nanopartículas de *C. reticulata* y *C. limetta Risso* y GA/CAS a las nanopartículas de *C. sinensis*; con respecto a la solubilidad GA/MD fue el material encapsulante que le confirió la mayor solubilidad a las nanopartículas de *C. limetta sp.*, *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis*; GA/MD otorgó la menor higroscopicidad a las nanopartículas de *C. limetta sp.*; por otro lado, GA/CAS otorgó el mayor contenido fenólico a *C. limetta sp.* y MD/CAS a *C. limetta Risso*; GA/MD brindó el mayor porcentaje de inhibición de radicales DPPH a *C. sinensis*; GA/MD/CAS otorgó la mayor capacidad antioxidante a *C. limetta sp.* y *C. reticulata* y GA/CAS a *C. sinensis*; GA/MD otorgó la mayor eficiencia de encapsulación a *C. limetta Risso*; del mismo modo, encapsuló la mayor cantidad de D- limoneno en las nanopartículas de *C. limetta sp.*; mientras que MD/CAS, GA/CAS y GA/MD/CAS fueron los materiales de pared más eficientes para retener el D- limoneno en *C. reticulata*, *C. limetta Risso* y *C. sinensis* respectivamente.

## **VI. RECOMENDACIONES**

Se propone realizar otras investigaciones considerando diferentes porcentajes de materiales de pared y cantidad de aceite empleado, con la finalidad de obtener la relación óptima entre material de pared y aceite esencial y ver si influye en sus propiedades físicas, biológicas y químicas.

Se propone realizar otras investigaciones comparando las propiedades físicas químicas y biológicas de aceites esenciales de piel de cítricos sin encapsular y encapsulados.

## VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Al-idee, T., Habbal, H., Karabet, F., & Alghoraibi, I. (2022). Comparison Study between Cherry and Arabic Gums in Preparation and Characterization of Orange Peel Extract Nanocapsules. *Journal of Nanomaterials*, 2022, e7721983. <https://doi.org/10.1155/2022/7721983>
- Al-Maqtari, Q. A., Mohammed, J. K., Mahdi, A. A., Al-Ansi, W., Zhang, M., Al-Adeeb, A., Wei, M., Phyto, H. M., & Yao, W. (2021a). Physicochemical properties, microstructure, and storage stability of *Pulicaria jaubertii* extract microencapsulated with different protein biopolymers and gum arabic as wall materials. *International Journal of Biological Macromolecules*, 187, 939-954. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.180>
- Al-Maqtari, Q. A., Mohammed, J. K., Mahdi, A. A., Al-Ansi, W., Zhang, M., Al-Adeeb, A., Wei, M., Phyto, H. M., & Yao, W. (2021b). Physicochemical properties, microstructure, and storage stability of *Pulicaria jaubertii* extract microencapsulated with different protein biopolymers and gum arabic as wall materials. *International Journal of Biological Macromolecules*, 187, 939-954. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.180>
- Benjemaa, M., Neves, M. A., Falleh, H., Isoda, H., Ksouri, R., & Nakajima, M. (2018). Nanoencapsulation of *Thymus capitatus* essential oil: Formulation process, physical stability characterization and antibacterial efficiency monitoring. *Industrial Crops and Products*, 113, 414-421. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.01.062>
- Campelo, P. H., Sanches, E. A., Fernandes, R. V. de B., Botrel, D. A., & Borges, S. V. (2018). Stability of lime essential oil microparticles produced with protein-



- carbohydrate blends. *Food Research International*, 105, 936-944.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.12.034>
- Campolo, O., Giunti, G., Laigle, M., Michel, T., & Palmeri, V. (2020). Essential oil-based nano-emulsions: Effect of different surfactants, sonication and plant species on physicochemical characteristics. *Industrial Crops and Products*, 157, 112935.  
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112935>
- Chew, S. C., Tan, C. P., & Nyam, K. L. (2018). Microencapsulation of refined kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) seed oil by spray drying using  $\beta$ -cyclodextrin/gum arabic/sodium caseinate. *Journal of Food Engineering*, 237, 78-85.  
<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.05.016>
- Dao, T. P., Quyen, N. T. C., Nhi, T. T. Y., Nguyen, C. C., Nguyen, T. T., & Le, X. T. (2021). Response surface methodology for optimization studies of hydro-distillation of essential oil from pixie mandarin (Blanco) peels. *Polish Journal of Chemical Technology*, 23(4), 26-34. <https://doi.org/10.2478/pjct-2021-0034>
- 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>
- Di Giorgio, L., Salgado, P. R., & Mauri, A. N. (2019). Encapsulation of fish oil in soybean protein particles by emulsification and spray drying. *Food Hydrocolloids*, 87, 891-901. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.09.024>

- Farouk, A., Hathout, A. S., Amer, M. M., Hussain, O. A., & Fouzy, a. S. M. (2022). The Impact of Nanoencapsulation on Volatile Constituents of Citrus sinensis L. Essential Oil and their Antifungal Activity. *Egyptian Journal of Chemistry*, 65(3), 527-538. <https://doi.org/10.21608/ejchem.2021.95579.4485>
- Ferraz, M. C., Procopio, F. R., Furtado, G. de F., & Hubinger, M. D. (2022). Co-encapsulation of paprika and cinnamon oleoresin by spray drying using whey protein isolate and maltodextrin as wall material: Development, characterization and storage stability. *Food Research International*, 162, 112164. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.112164>
- Ferreira, C. D., & Nunes, I. L. (2019). Oil nanoencapsulation: Development, application, and incorporation into the food market. *Nanoscale Research Letters*, 14(1), 9. <https://doi.org/10.1186/s11671-018-2829-2>
- Gholamhosseinpour, A., Hashemi, S. M. B., & Ghaffari, K. (2023). Physicochemical and microbial qualities of Citrus reticulata cv. Bakraei coated with Lepidium sativum gum containing nanoemulsified Echinophora cinerea essential oil during cold storage. *Postharvest Biology and Technology*, 199, 112275. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2023.112275>
- Hasani, S., Ojagh, S. M., & Ghorbani, M. (2018). Nanoencapsulation of lemon essential oil in Chitosan-Hicap system. Part 1: Study on its physical and structural characteristics. *International Journal of Biological Macromolecules*, 115, 143-151. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.04.038>
- Hashim, N. A., Mohd Norzi, M. F. A., Mohd Arshad, Z. I., Mohd Azman, N. A., & Abdul Mudalip, S. K. (2023). Effect of spray drying parameters on the physicochemical properties and oxidative stability of oil from menhaden (*Brevoortia spp.*) and

- Asian swamp eel (*Monopterus albus*) oil extract microcapsules. *Food Chemistry Advances*, 3, 100392. <https://doi.org/10.1016/j.focha.2023.100392>
- Himed, L., Merniz, S., Monteagudo-Olivan, R., Barkat, M., & Coronas, J. (2019). Antioxidant activity of the essential oil of citrus limon before and after its encapsulation in amorphous SiO<sub>2</sub>. *Scientific African*, 6, e00181. <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2019.e00181>
- Kamal, G. M., Ashraf, M., Hussain, A., Shahzadi, A., & Chughtai, M. I. (2013). Antioxidant potential of peel essential oils of three Pakistani citrus species: *Citrus reticulata*, *Citrus sinensis* and *Citrus paradisi*. *Pakistan Journal of Botany*, 45, 1449-1454.
- Kang, Z., Chen, S., Zhou, Y., Ullah, S., & Liang, H. (2022). Rational construction of citrus essential oil nanoemulsion with robust stability and high antimicrobial activity based on combination of emulsifiers. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 80, 103110. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2022.103110>
- Karaaslan, M., Şengün, F., Cansu, Ü., Başıyigit, B., Sağlam, H., & Karaaslan, A. (2021). Gum arabic/maltodextrin microencapsulation confers peroxidation stability and antimicrobial ability to pepper seed oil. *Food Chemistry*, 337, 127748. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127748>
- Karrar, E., Mahdi, A. A., Sheth, S., Mohamed Ahmed, I. A., Manzoor, M. F., Wei, W., & Wang, X. (2021). Effect of maltodextrin combination with gum arabic and whey protein isolate on the microencapsulation of gurum seed oil using a spray-drying method. *International Journal of Biological Macromolecules*, 171, 208-216. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.12.045>

- Katata-Seru, L., Lebepe, T. C., Aremu, O. S., & Bahadur, I. (2017). Application of Taguchi method to optimize garlic essential oil nanoemulsions. *Journal of Molecular Liquids*, *244*, 279-284. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.09.007>
- Khalifa, I., Li, M., Mamet, T., & Li, C. (2019). Maltodextrin or gum Arabic with whey proteins as wall-material blends increased the stability and physicochemical characteristics of mulberry microparticles. *Food Bioscience*, *31*, 100445. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2019.100445>
- Labuschagne, F. (2018). Impact of wall material physicochemical characteristics on the stability of encapsulated phytochemicals: A review. *Food Research International*, *107*, 227-247. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.02.026>
- Lekshmi, R. G. K., Tejpal, C. S., Anas, K. K., Chatterjee, N. S., Mathew, S., & Ravishankar, C. N. (2021). Binary blend of maltodextrin and whey protein outperforms gum Arabic as superior wall material for squalene encapsulation. *Food Hydrocolloids*, *121*, 106976. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106976>
- Li, G., Zhou, Q., Liu, S., Qian, C., Han, J., Zhou, T., Li, P., & Gu, Q. (2023). Effect of Tribute citrus essential oil nanoemulsion-loaded gelatin on the gel behavior and gelation surface morphologies. *Food Bioscience*, *51*, 102322. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102322>
- Locali, P. A. R., Gonçalves, C. M., & Nicoletti, V. R. (2019). Microencapsulation of pink pepper essential oil: Properties of spray-dried pectin/SPI double-layer versus SPI single-layer stabilized emulsions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *581*, 123806. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.123806>

- Mahdi, A. A., Al-Maqtari, Q. A., Mohammed, J. K., Al-Ansi, W., Aqeel, S. M., Cui, H., & Lin, L. (2022). Nanoencapsulation of Mandarin Essential Oil: Fabrication, Characterization, and Storage Stability. *Foods*, *11*(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/foods11010054>
- Mahdi, A. A., Al-Maqtari, Q. A., Mohammed, J. K., Al-Ansi, W., Cui, H., & Lin, L. (2021). Enhancement of antioxidant activity, antifungal activity, and oxidation stability of Citrus reticulata essential oil nanocapsules by clove and cinnamon essential oils. *Food Bioscience*, *43*, 101226. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.101226>
- Mahdi, A. A., Mohammed, J. K., Al-Ansi, W., Ghaleb, A. D. S., Al-Maqtari, Q. A., Ma, M., Ahmed, M. I., & Wang, H. (2020). Microencapsulation of fingered citron extract with gum arabic, modified starch, whey protein, and maltodextrin using spray drying. *International Journal of Biological Macromolecules*, *152*, 1125-1134. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.201>
- Mathew, S., Abraham, T. E., & Zakaria, Z. A. (2015). Reactivity of phenolic compounds towards free radicals under in vitro conditions. *Journal of Food Science and Technology*, *52*(9), 5790-5798. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1704-0>
- Meena, S., Prasad, W., Khamrui, K., Mandal, S., & Bhat, S. (2021). Preparation of spray-dried curcumin microcapsules using a blend of whey protein with maltodextrin and gum arabica and its in-vitro digestibility evaluation. *Food Bioscience*, *41*, 100990. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.100990>
- Mohammed, J. K., Mahdi, A. A., Ma, C., Elkhedir, A. E., Al-Maqtari, Q. A., Al-Ansi, W., Mahmud, A., & Wang, H. (2021). Application of argun fruit polysaccharide in microencapsulation of Citrus aurantium L. essential oil: Preparation, characterization, and evaluating the storage stability and antioxidant activity.

*Journal of Food Measurement and Characterization*, 15(1), 155-169.

<https://doi.org/10.1007/s11694-020-00629-4>

Mohammed, N. K., Tan, C. P., Manap, Y. A., Muhialdin, B. J., & Hussin, A. S. M. (2020).

Spray Drying for the Encapsulation of Oils—A Review. *Molecules*, 25(17),

Article 17. <https://doi.org/10.3390/molecules25173873>

Moosavy, M.-H., Hassanzadeh, P., Mohammadzadeh, E., Mahmoudi, R., Khatibi, A., &

Mardani, K. (2017). Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil of lemon (*Citrus limon*) peel in vitro and in a food model. *Journal of Food Quality and Hazards Control*, 4, 42-48.

Moser, P., Telis, V. R. N., de Andrade Neves, N., García-Romero, E., Gómez-Alonso, S.,

& Hermosín-Gutiérrez, I. (2017). Storage stability of phenolic compounds in powdered BRS Violeta grape juice microencapsulated with protein and maltodextrin blends. *Food Chemistry*, 214, 308-318.

<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.07.081>

Nawaz, H., Hanif, M. A., Ayub, M. A., Ishtiaq, F., Kanwal, N., Rashid, N., Saleem, M.,

& Ahmad, M. (2017). Raman spectroscopy for the evaluation of the effects of different concentrations of Copper on the chemical composition and biological activity of basil essential oil. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 185, 130-138.

<https://doi.org/10.1016/j.saa.2017.05.049>

Noshad, M., Alizadeh Behbahani, B., Jooyandeh, H., Rahmati-Joneidabad, M., Hemmati

Kaykha, M. E., & Ghodsi Sheikhjan, M. (2021). Utilization of *Plantago major* seed mucilage containing *Citrus limon* essential oil as an edible coating to improve shelf-life of buffalo meat under refrigeration conditions. *Food Science &*

*Nutrition*, 9(3), 1625-1639. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2137>

- Papoutsis, K., Golding, J. B., Vuong, Q., Pristijono, P., Stathopoulos, C. E., Scarlett, C. J., & Bowyer, M. (2018). Encapsulation of Citrus By-Product Extracts by Spray-Drying and Freeze-Drying Using Combinations of Maltodextrin with Soybean Protein and  $\kappa$ -Carrageenan. *Foods*, 7(7), Article 7. <https://doi.org/10.3390/foods7070115>
- Peng, Q., Meng, Z., Luo, Z., Duan, H., Ramaswamy, H. S., & Wang, C. (2023). Effect of Emulsion Particle Size on the Encapsulation Behavior and Oxidative Stability of Spray Microencapsulated Sweet Orange Oil (*Citrus aurantium* var. *Dulcis*). *Foods*, 12(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/foods12010116>
- Prieto, C., & Calvo, L. (2017). The encapsulation of low viscosity omega-3 rich fish oil in polycaprolactone by supercritical fluid extraction of emulsions. *The Journal of Supercritical Fluids*, 128, 227-234. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2017.06.003>
- Prommaban, A., & Chaiyana, W. (2022). Microemulsion of essential oils from citrus peels and leaves with anti-aging, whitening, and irritation reducing capacity. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 69, 103188. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2022.103188>
- Putnik, P., Bursać Kovačević, D., Režek Jambrak, A., Barba, F., Cravotto, G., Binello, A., Lorenzo, J., & Shpigelman, A. (2017). Innovative “Green” and Novel Strategies for the Extraction of Bioactive Added Value Compounds from Citrus Wastes—A Review. *Molecules*, 22(5), 680. <https://doi.org/10.3390/molecules22050680>
- Quan, T. H., Benjakul, S., Sae-leaw, T., Balange, A. K., & Maqsood, S. (2019). Protein–polyphenol conjugates: Antioxidant property, functionalities and their applications. *Trends in Food Science & Technology*, 91, 507-517. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.07.049>

- Radünz, M., dos Santos Hackbart, H. C., Camargo, T. M., Nunes, C. F. P., de Barros, F. A. P., Dal Magro, J., Filho, P. J. S., Gandra, E. A., Radünz, A. L., & da Rosa Zavareze, E. (2020). Antimicrobial potential of spray drying encapsulated thyme (*Thymus vulgaris*) essential oil on the conservation of hamburger-like meat products. *International Journal of Food Microbiology*, *330*, 108696. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2020.108696>
- Rafiq, S., Kaul, R., Sofi, S. A., Bashir, N., Nazir, F., & Ahmad Nayik, G. (2018). Citrus peel as a source of functional ingredient: A review. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, *17*(4), 351-358. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2016.07.006>
- Razola-Díaz, M. del C., Guerra-Hernández, E. J., García-Villanova, B., & Verardo, V. (2021). Recent developments in extraction and encapsulation techniques of orange essential oil. *Food Chemistry*, *354*, 129575. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.129575>
- Rezende, Y. R. R. S., Nogueira, J. P., & Narain, N. (2018). Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. *Food Chemistry*, *254*, 281-291. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.026>
- Rodríguez, J., Martín, M. J., Ruiz, M. A., & Clares, B. (2016). Current encapsulation strategies for bioactive oils: From alimentary to pharmaceutical perspectives. *Food Research International*, *83*, 41-59. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.01.032>
- Sarabandi, K., Sadeghi Mahoonak, A., Hamishekar, H., Ghorbani, M., & Jafari, S. M. (2018). Microencapsulation of casein hydrolysates: Physicochemical, antioxidant



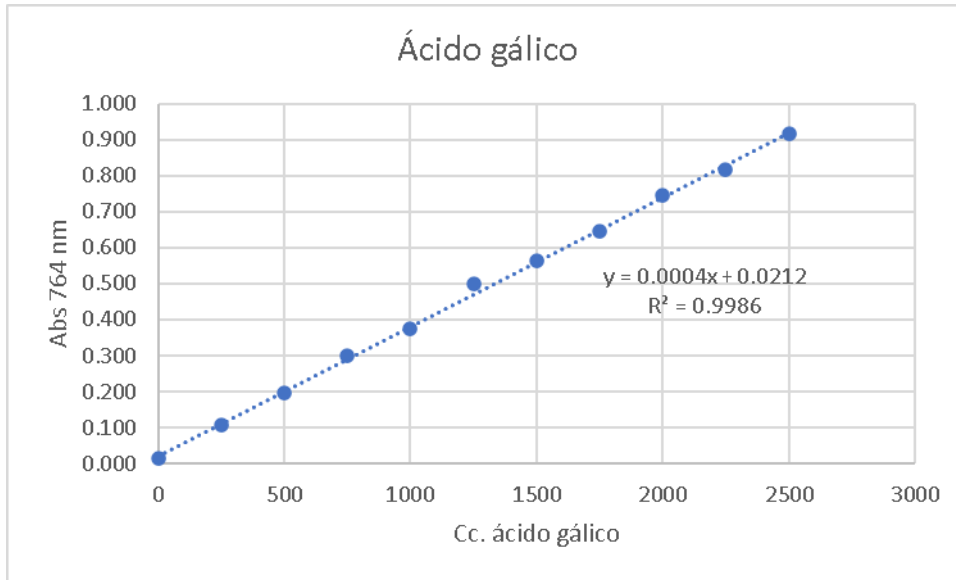
- and microstructure properties. *Journal of Food Engineering*, 237, 86-95.  
<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.05.036>
- Shaw, D., Tripathi, A. D., Paul, V., Agarwal, A., Mishra, P. K., & Kumar, M. (2023). Valorization of essential oils from citrus peel powder using hydro-distillation. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 32, 101036.  
<https://doi.org/10.1016/j.scp.2023.101036>
- 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.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.161>
- Smeriglio, A., Alloisio, S., Raimondo, F. M., Denaro, M., Xiao, J., Cornara, L., & Trombetta, D. (2018). Essential oil of *Citrus lumia* Risso: Phytochemical profile, antioxidant properties and activity on the central nervous system. *Food and Chemical Toxicology*, 119, 407-416. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2017.12.053>
- Šturm, L., Osojnik Črnivec, I. G., Istenič, K., Ota, A., Megušar, P., Slukan, A., Humar, M., Levic, S., Nedović, V., Kopinč, R., Deželak, M., Pereyra Gonzales, A., & Poklar Ulrih, N. (2019). Encapsulation of non-dewaxed propolis by freeze-drying and spray-drying using gum Arabic, maltodextrin and inulin as coating materials. *Food and Bioprocess Processing*, 116, 196-211.  
<https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.05.008>
- Yamashita, C., Chung, M. M. S., dos Santos, C., Mayer, C. R. M., Moraes, I. C. F., & Branco, I. G. (2017). Microencapsulation of an anthocyanin-rich blackberry (*Rubus* spp.) by-product extract by freeze-drying. *LWT*, 84, 256-262.  
<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.05.063>

- Yi, F., Jin, R., Sun, J., Ma, B., & Bao, X. (2018). Evaluation of mechanical-pressed essential oil from Nanfeng mandarin (*Citrus reticulata* Blanco cv. Kinokuni) as a food preservative based on antimicrobial and antioxidant activities. *LWT*, *95*, 346-353. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.05.011>
- Yousefi, S., Kavyanirad, M., Aminifar, M., Weisany, W., & Mousavi Khaneghah, A. (2022). Yogurt fortification by microencapsulation of beetroot extract (*Beta vulgaris* L.) using maltodextrin, gum arabic, and whey protein isolate. *Food Science & Nutrition*, *10*(6), 1875-1887. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2804>

## ANEXOS

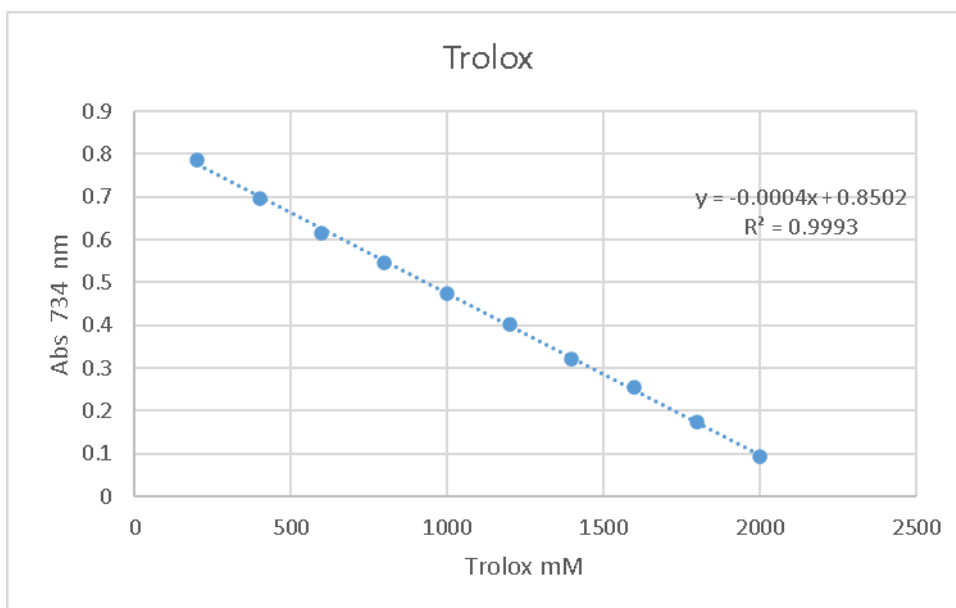
**Figura 12**

*Curva de calibración del ácido gálico para la determinación de fenoles totales por el método Folin – Ciocalteu.*



**Figura 13**

*Curva de calibración del para la determinación de actividad antioxidantes con el reactivo Trolox.*



**Figura 14**

*Extracción de aceite esencial de C. limetta sp.*



**Figura 15**

*Extracción de aceite esencial de C. limetta Risso.*





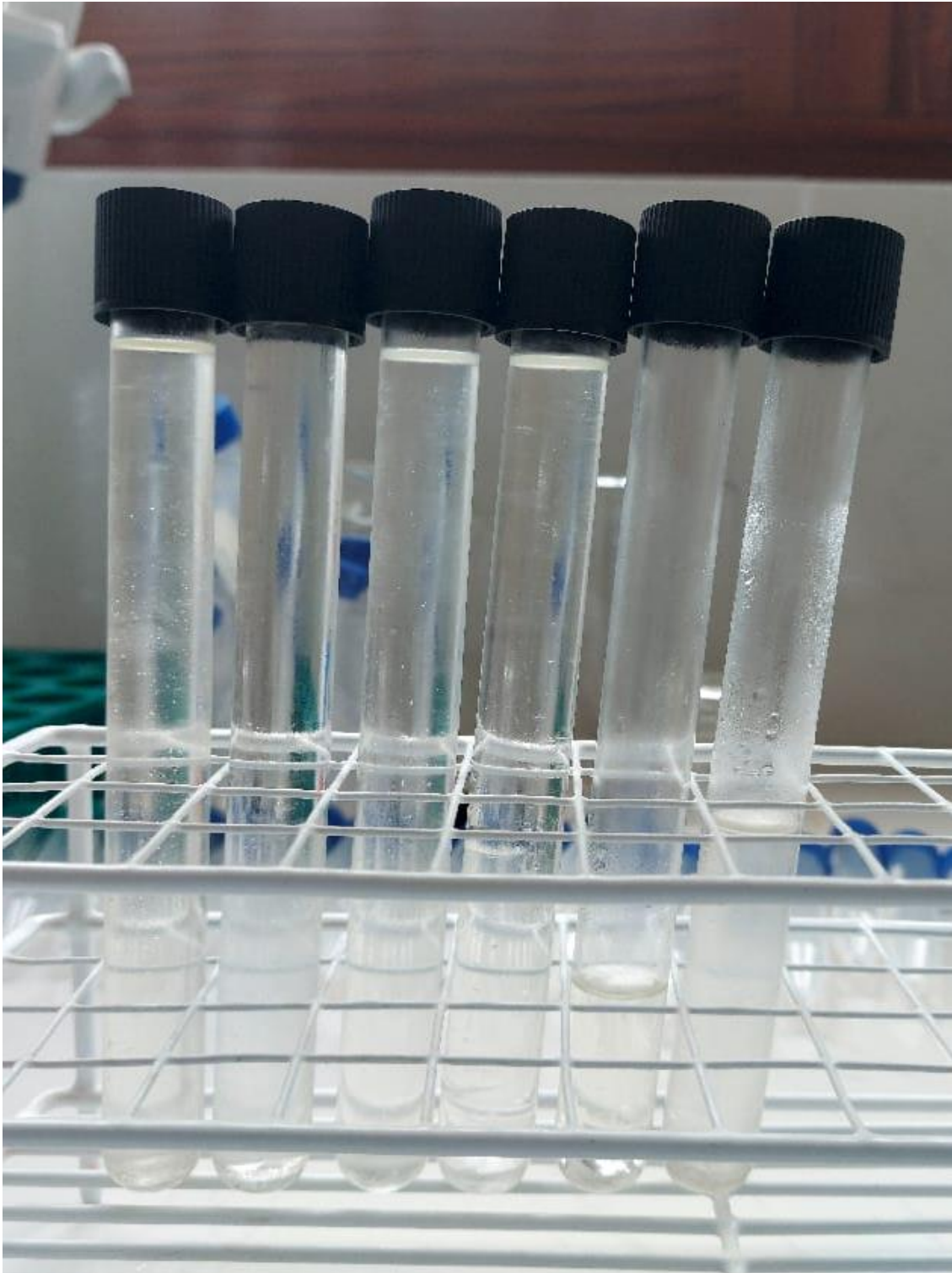
**Figura 16**

*Extracción de aceite esencial en hidroddestilador industrial*



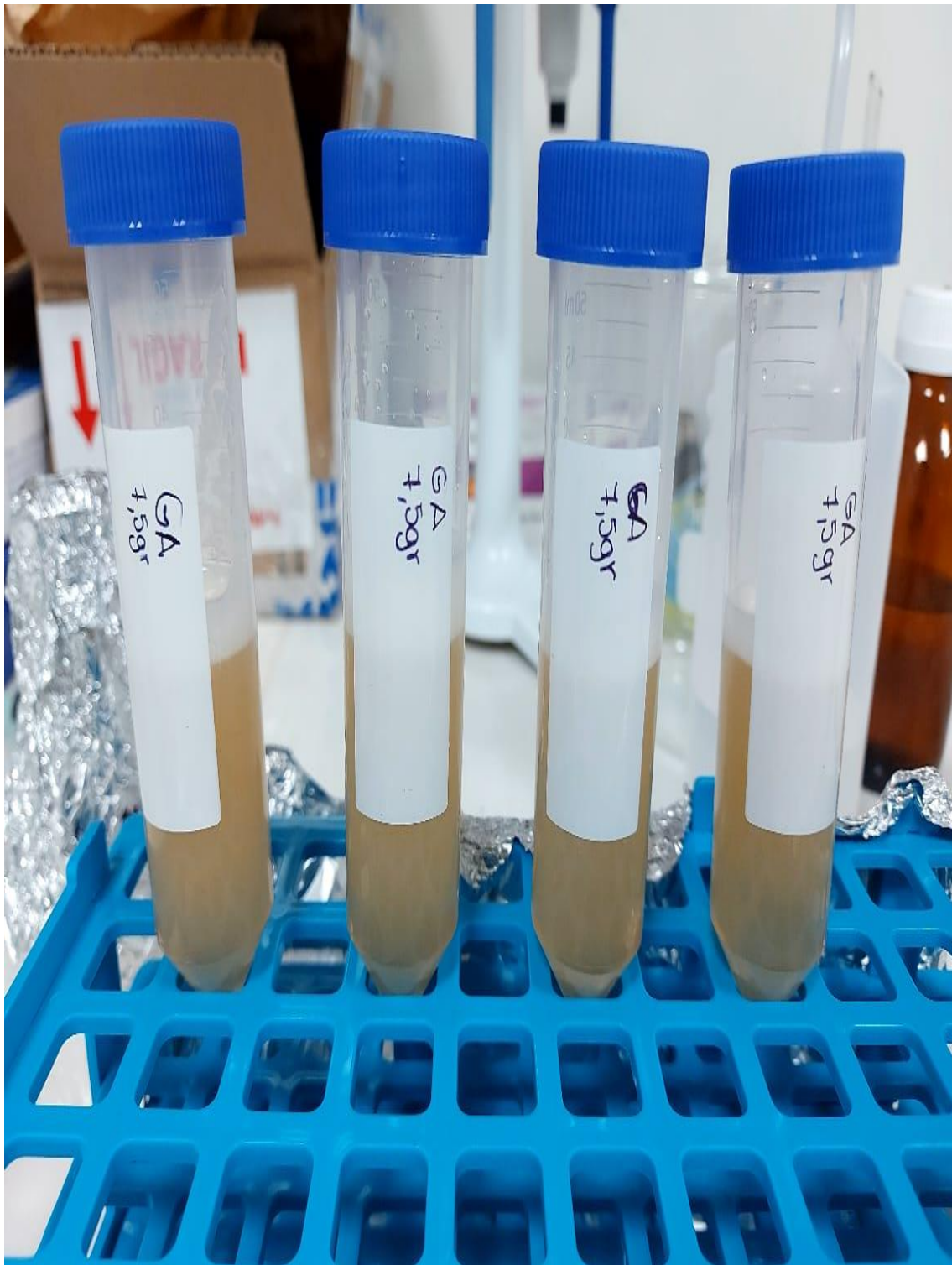
**Figura 17**

*Aceite esencial de C. limetta Risso, C. limetta sp., C. reticulata y C. sinensis extraídos*



**Figura 18**

*GA disuelto en agua destilada*





**Figura 19**

*Homogeneizado de materiales de pared en vórtex*



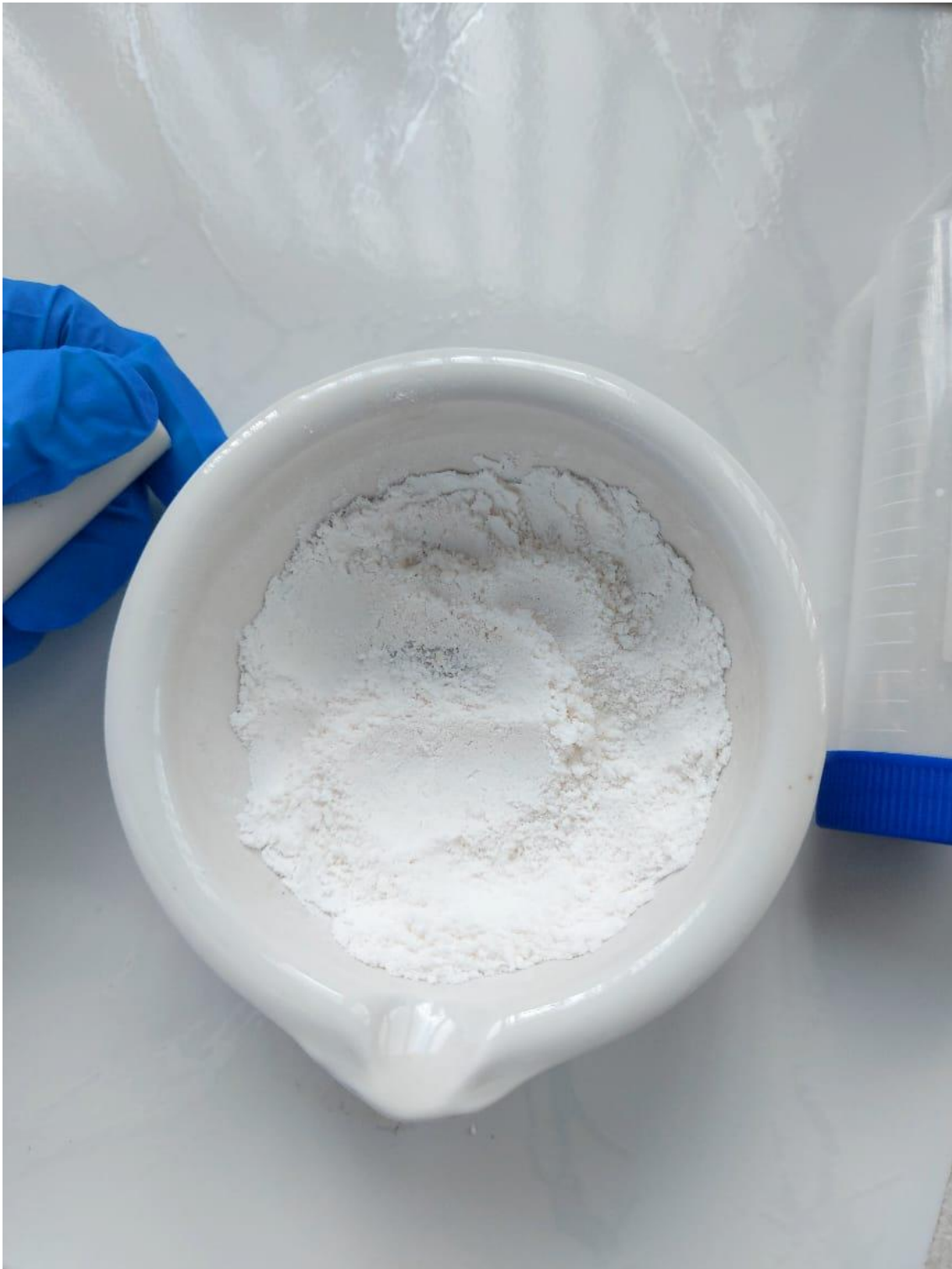
**Figura 20**

*Medición de aceite esencial para adicionar a la matriz encapsulante*



**Figura 21**

*Aceite esencial nanoencapsulado*





**Figura 22**

*Medición de la humedad de las nanopartículas*



**Figura 23**

*Liofilización de nanoemulsiones de los cítricos*



**Figura 24**

*Polvos liofilizados*

