

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



Evaluación de la microencapsulación de aceite esencial de
cáscara de naranja a escala laboratorio

Trabajo de graduación presentado por Ana Karina Sierra
Cabrera para optar al grado académico de Licenciada en Ingeniería
Química Industrial

Guatemala,

2024

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



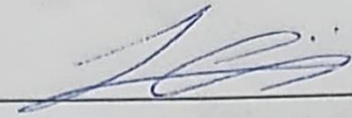
Evaluación de la microencapsulación de aceite esencial de
cáscara de naranja a escala laboratorio

Trabajo de graduación presentado por Ana Karina Sierra
Cabrera para optar al grado académico de Licenciada en Ingeniería
Química Industrial

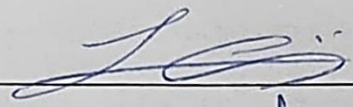
Guatemala,

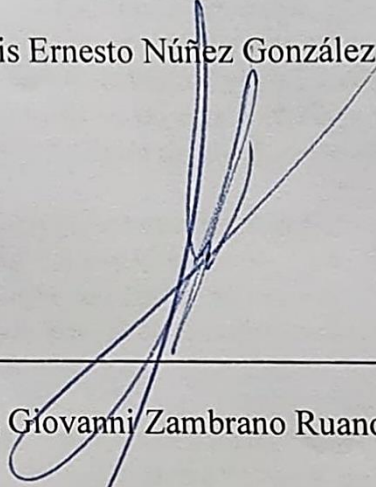
2024

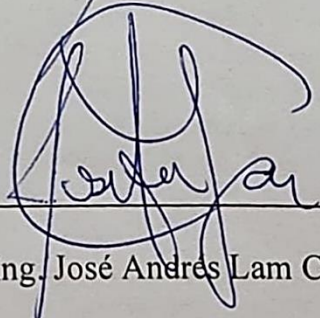
Vo. Bo.

(f) 
Ing. Luis Ernesto Núñez González

Terna examinadora

(f) 
Ing. Luis Ernesto Núñez González

(f) 
Ing. Gamaliel Giovanni Zambrano Ruano, M.Sc.

(f) 
Ing. José Andrés Lam Ceballos

Prefacio

Al terminar este trabajo de graduación, no me queda nada más que estar agradecida con las circunstancias y las personas que hicieron que esto fuera posible.

En primer lugar, me siento agradecida con Dios y el Universo por siempre estar allí; por darme fuerzas cuando sentía que ya no podía más y por mostrarme siempre el mejor camino, aunque inicialmente no se viera así. Fueron 6 años duros, con varios retos, pero siempre con aprendizajes y con momentos inolvidables que me hacen quien soy hoy.

Luego, quiero agradecer a quienes fueron mi respaldo en todo momento: mi familia. A mi papá y mamá por creer en mí en todo momento, motivarme a siempre seguir mis sueños y por compartir mis victorias y mis derrotas, aunque no tuvieran experiencia en el campo de la Ingeniería Química. A mi hermana, por alegrarme la vida y recordarme con su ejemplo de siempre ser auténtica, apasionada y vivir la vida al máximo. A mis abuelos que, aunque no me vieron en este camino universitario, tuvieron un impacto directo en mi educación y su recuerdo y enseñanzas me dieron ánimos cuando más lo necesitaba; estoy segura de que festejan el fin de este camino conmigo.

También, quiero agradecer a las personas que tengo la dicha de llamar amigos. A pesar de estar separados por un escritorio o un edificio, por kilómetros que se deben recorrer en carro o en avión, hicieron de estos años como estudiante una época inolvidable. Gracias por demostrarme lo que es una verdadera amistad incondicional, por muchas veces mostrarme el lado positivo de las cosas y por recordarme de lo que soy capaz.

Por último, pero no menos importante, quiero agradecer a las personas que me apoyaron en la parte técnica de esta investigación. Al Laboratorio de Aseguramiento de la Calidad (CETEC) del Centro de Investigación y Desarrollo (CID) de Cementos Progreso y a la Lic. Ana Luisa Mendizábal (Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada) por ayudarme con la realización de análisis fisicoquímicos cruciales para este proyecto. Al Departamento de Ingeniería Química, Química Industrial y Biotecnología Industrial, por darme las herramientas para poder llevar a cabo esto que comenzó como una idea hace más de 1 año. A los Ingenieros Gamaliel Zambrano, Luis Núñez y José Andrés Lam por ser un apoyo clave no solo en este año sino en todos los que fui su alumna; agradezco también su paciencia y todas sus enseñanzas de la carrera y de la vida, las cuales llevo muy presentes. Igualmente, a Verónica, Melisa, José, Cristian “Chapo” y Héctor por alentarme, aconsejarme y alegrarme en todas mis visitas al Laboratorio de Operaciones Unitarias.

Dedico esta investigación a todas las niñas del mundo que tienen un espíritu de curiosidad que las lleva a ver el mundo como su campo para experimentar, aprender nuevas cosas y mejorar su realidad. Eso fue lo que me llevó aquí en primer lugar, lo que me acompañó en todo momento, y es lo que me motiva a seguir en este camino académico-profesional.

“Long story short, I survived” - Taylor Swift

Contenido

Prefacio	i
Contenido	iii
Lista de cuadros	v
Lista de figuras	ix
Lista de ecuaciones	xiii
Lista de cálculos.....	xv
Resumen	xvii
Abstract	xvii
I. Introducción	1
II. Justificación	3
III. Objetivos	5
A. Objetivo general	5
B. Objetivos específicos	5
IV. Marco teórico	7
A. Aceites esenciales	7
1. Métodos de extracción de aceites esenciales.....	7
2. Aceites esenciales en Guatemala.....	10
B. Microencapsulación.....	13
1. Definición y principios básicos	13
2. Estabilidad y liberación prolongada de productos	13
3. Aplicaciones industriales de la microencapsulación.....	14
4. Métodos de microencapsulación	15
5. Materiales usados en la microencapsulación.....	17
6. Microencapsulación a escala industrial.....	19
7. Caracterización y control de calidad de microcápsulas	21
V. Antecedentes	29
VI. Metodología	31
A. Extracción de aceite esencial de naranja.....	31
1. Hidrodestilación	31
2. Extracción líquido-líquido	32
3. Destilación simple para recuperación de solvente.....	32
B. Microencapsulación por coacervación compleja.....	33
C. Microencapsulación por microemulsión	33
D. Análisis granulométrico	34
E. Análisis de resistencia térmica	35

F. Caracterizaciones.....	35
1. Medición de densidad del aceite esencial	35
2. Medición del índice de refracción del aceite esencial.....	35
3. Medición del pH del aceite esencial	36
4. Medición del valor ácido del aceite esencial.....	36
5. Análisis de muestras usando GC-MS	36
a. Reactivos.....	36
G. Análisis estadísticos.....	37
1. Pruebas de normalidad.....	37
2. Pruebas de homogeneidad de varianzas.....	37
3. Análisis de Varianza (ANOVA).....	37
4. Pruebas post-hoc.....	37
5. Análisis de residuos	37
6. Propagación de error.....	37
VII. Resultados	40
VIII. Análisis de resultados	57
IX. Conclusiones	71
X. Recomendaciones	73
XI. Bibliografía	75
XII. Anexos	83
A. Evidencia fotográfica de experimentación.....	83
1. Sistemas y equipos utilizados.....	83
2. Resultados obtenidos	85
B. Datos de placa de equipos utilizados	89
C. Datos originales	91
D. Datos calculados.....	94
E. Muestra de cálculos	98
F. Análisis de error	100
G. Código utilizado	101
H. Certificados de análisis externos	105
XIII. Glosario	117

Lista de cuadros

Cuadro 1 Componentes mayoritarios del aceite esencial de <i>C. Sinensis</i> obtenido mediante hidrodestilación.....	11
Cuadro 2 Requerimientos de microcápsulas para distintos tipos de industrias	15
Cuadro 3 Características del aceite esencial extraído y un aceite comercial, comparadas con valores referenciales.....	40
Cuadro 4 Composición química comparativa entre el aceite esencial comercial y el aceite extraído mediante hidrodestilación (expresado en % m/m).....	40
Cuadro 5 Rendimiento másico de microencapsulación para cada método utilizado	40
Cuadro 6 Diámetro equivalente D80 para cada método y tipo de aceite	48
Cuadro 7 Prueba de Normalidad de Shapiro-Wilk para diámetros equivalentes de cada muestra de microcápsulas (por método y tipo de aceite)	48
Cuadro 8 Prueba de Homogeneidad de Varianzas de Levene para diámetros equivalentes de cada muestra de microcápsulas (por método y tipo de aceite).....	48
Cuadro 9 Resultados del ANOVA de dos factores para el método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas.....	48
Cuadro 10 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para comparación del método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas	49
Cuadro 11 Prueba de Normalidad de Shapiro-Wilk para la humedad retenida por muestra de microcápsula.....	52
Cuadro 12 Prueba de Homogeneidad de Varianzas de Levene para la humedad retenida por muestra de microcápsula	52
Cuadro 13 Resultados del ANOVA Robusto de dos factores para la retención de humedad por método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas.....	52
Cuadro 14 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para la humedad retenida por método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas	52
Cuadro 15 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite comercial.....	53
Cuadro 16 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite extraído	53
Cuadro 17 Composición química del aceite liberado en etanol por microcápsulas obtenidas por microemulsión y coacervación compleja (expresado en % m/m).....	53
Cuadro 18 Cuadro descriptivo de las muestras de microcápsulas y aceite esencial, previo a su exposición al calor	54

Cuadro 19 Cuadro descriptivo de las muestras de microcápsulas y aceite esencial, posterior a su exposición al calor	55
Cuadro 20 Datos de placa de balanza	89
Cuadro 21 Datos de placa de balanza analítica	89
Cuadro 22 Datos de placa balanza de humedad	89
Cuadro 23 Datos de placa tamizadora	89
Cuadro 24 Datos de placa motor de la tamizadora	90
Cuadro 25 Datos de placa liofilizador	90
Cuadro 26 Datos de placa refractómetro.....	90
Cuadro 27 Datos de placa sistema de bombeo de agua del refractómetro	90
Cuadro 28 Pesos retenidos de microcápsulas con aceite comercial, por tamiz	93
Cuadro 29 Pesos retenidos de microcápsulas con aceite extraído, por tamiz.....	93
Cuadro 30 Porcentajes de humedad de muestras de microcápsulas	94
Cuadro 31 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por coacervación compleja con aceite comercial	94
Cuadro 32 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por microemulsión con aceite comercial	94
Cuadro 33 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por coacervación compleja con aceite extraído.....	95
Cuadro 34 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por microemulsión con aceite extraído.....	95
Cuadro 35 Tamaños de partícula (μm) correspondientes a diámetros equivalentes, por muestra de microcápsulas	95
Cuadro 36 Transformación logarítmica de los tamaños de partícula (μm) correspondientes a diámetros equivalentes, por muestra de microcápsulas.....	96
Cuadro 37 ANOVA de dos factores para el método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas	96
Cuadro 38 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para comparación del método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas	96
Cuadro 39 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para la humedad retenida por método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas	97

Cuadro 40 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite comercial.....	97
Cuadro 41 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite extraído	97

Lista de figuras

Figura 1 Esquema del sistema de hidrodestilación	7
Figura 2 Áreas de aplicación de microemulsiones (A) y nanoemulsiones (B) a base de aceites esenciales en el período 2009-2019	14
Figura 3 Esquema de la microencapsulación por coacervación	16
Figura 4 Esquema de la microencapsulación por emulsiones W-O (“water-oil”, agua-aceite)....	17
Figura 5 Funcionamiento de un secador por aspersion industrial.....	19
Figura 6 Diagrama de flujo del proceso industrial de encapsulación de aceite esencial de cáscara de naranja usando secado por aspersion.....	20
Figura 7 Sistema de extrusión ultrasónica para microencapsulación.....	20
Figura 8 Reactores para polimerización por emulsión única.....	21
Figura 9 Diagrama del proceso de extracción de aceite esencial de cáscara de naranja y microencapsulación a escala laboratorio	31
Figura 10 Balance de masa para la producción de 1 lote de 50 gramos de microcápsulas por coacervación compleja, con aceite de naranja extraído.....	41
Figura 11 Balance de masa para la producción de 1 lote de 50 gramos de microcápsulas por microemulsión, con aceite de naranja extraído.....	42
Figura 12 Granulometría de microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial ...	43
Figura 13 Distribución de tamaño de microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial *	44
Figura 14 Granulometría de microcápsulas por microemulsión con aceite comercial	44
Figura 15 Distribución de tamaño de microcápsulas por microemulsión con aceite comercial * .	45
Figura 16 Granulometría de microcápsulas por coacervación compleja con aceite extraído	45
Figura 17 Distribución de tamaño de microcápsulas por coacervación compleja con aceite extraído *	46
Figura 18 Granulometría de microcápsulas por microemulsión con aceite extraído	46
Figura 19 Distribución de tamaño de microcápsulas por microemulsión con aceite extraído * ...	47
Figura 20 Diámetros equivalentes de cada muestra de microcápsulas.....	47
Figura 21 Gráfico de interacción de factores: Método de encapsulación y Tipo de aceite	48
Figura 22 Histograma de residuos: ANOVA de dos factores.....	50

Figura 23 Gráfico Q-Q de Residuos ANOVA.....	50
Figura 24 Gráfico de residuos vs Valores ajustados	51
Figura 25 Gráfico de humedad retenida por muestra de microcápsulas a distintas temperaturas con recta de tendencia de ajuste lineal.....	51
Figura 26 Muestras de microcápsulas y aceite esencial previo a su exposición al calor	54
Figura 27 Muestras de microcápsulas y aceite esencial posterior a su exposición al calor.....	55
Figura 28 Diagrama de flujo del proceso propuesto a escala piloto	56
Figura 29 Montaje del sistema de hidrodestilación utilizado para extraer el aceite esencial	83
Figura 30 Montaje del sistema para extracción líquido-líquido del aceite con cloroformo	83
Figura 31 Sistema de destilación simple para purificación del aceite esencial	84
Figura 32 Sistema utilizado para la microencapsulación	84
Figura 33 Aceite esencial de cáscara de naranja comercial usado en la experimentación	85
Figura 34 Aceite esencial de cáscara de naranja extraído usado en la experimentación.....	85
Figura 35 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por microemulsión (sin liofilizar)	86
Figura 36 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por microemulsión (sin liofilizar)	86
Figura 37 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por coacervación compleja (sin liofilizar).....	86
Figura 38 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por coacervación compleja (sin liofilizar).....	87
Figura 39 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por microemulsión (liofilizadas)	87
Figura 40 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por microemulsión (liofilizadas).....	87
Figura 41 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por coacervación compleja (liofilizadas).....	88
Figura 42 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por coacervación compleja (liofilizadas).....	88
Figura 43 Balance de masa de microcápsulas obtenidas por coacervación compleja con aceite esencial extraído	91

Figura 44 Balance de masa de microcápsulas obtenidas por microemulsión con aceite esencial extraído.....	92
Figura 45 Análisis granulométrico de las microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial, realizado en CETEC.....	106
Figura 46 Análisis granulométrico de las microcápsulas por microemulsión con aceite comercial, realizado en CETEC.....	107
Figura 47 Cromatograma de la muestra de aceite esencial comercial	108
Figura 48 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite esencial comercial (Figura 44).....	109
Figura 49 Cromatograma de la muestra de aceite esencial extraído	110
Figura 50 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite esencial extraído (Figura 46)	111
Figura 51 Cromatograma de la muestra de aceite extraído liberado en etanol, por microcápsulas de microemulsión	112
Figura 52 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite liberado por microcápsulas de microemulsión (Figura 48)	113
Figura 53 Cromatograma de la muestra de aceite extraído liberado en etanol, por microcápsulas de coacervación compleja	114
Figura 54 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite liberado por microcápsulas de coacervación compleja (Figura 50).....	115

Lista de ecuaciones

Ecuación 1 Masa retenida por tamiz	22
Ecuación 2 Porcentaje de masa retenido por tamiz	22
Ecuación 3 Masa que pasa por tamiz	22
Ecuación 4 Porcentaje de masa que pasa por tamiz	22
Ecuación 5 Regresión lineal para hallar diámetros equivalentes	22
Ecuación 6 Pendiente de la regresión lineal para diámetros equivalentes	23
Ecuación 7 Propagación de error para sumas y restas	27
Ecuación 8 Propagación de error para multiplicaciones y divisiones	27
Ecuación 9 Cálculo de la densidad del aceite esencial por método gravimétrico	35
Ecuación 10 Cálculo del valor ácido del aceite esencial	36

Lista de cálculos

Cálculo 1 Densidad del aceite esencial extraído	98
Cálculo 2 Valor ácido del aceite esencial extraído.....	98
Cálculo 3 Alginato de sodio necesario para preparar 50 mL de una solución al 2% (p/v)	98
Cálculo 4 Masa de microcápsulas retenidas en el tamiz ASTM 20	98
Cálculo 5 Porcentaje de microcápsulas retenidas en el tamiz ASTM 20.....	99
Cálculo 6 Masa de microcápsulas que pasan el tamiz ASTM 20.....	99
Cálculo 7 Porcentaje de microcápsulas retenidas en el tamiz ASTM 20.....	99
Cálculo 8 Pendiente de la regresión lineal para hallar D80	99
Cálculo 9 Intercepto en y de la regresión lineal para hallar D80	99
Cálculo 10 Interpolación lineal para hallar el tamaño de D80	100
Cálculo 11 Propagación de error de masa retenida	100
Cálculo 12 Propagación de error de porcentaje retenido individual.....	100

Resumen

El objetivo de este trabajo fue evaluar la microencapsulación del aceite esencial de cáscara de naranja a escala de laboratorio, utilizando los métodos de coacervación compleja y microemulsión. El aceite extraído mediante hidrodestilación tuvo una densidad de 0.8525 g/mL, un índice de refracción de 1.46930 y un pH de 5, además de tener una concentración de limoneno del 78.62%, valores consistentes con los reportados en la literatura para aceites esenciales comerciales. El método de coacervación compleja tuvo un mayor rendimiento de encapsulación, con valores de 38.5% para el aceite comercial y 39.3% para el aceite extraído. Por otro lado, el método de microemulsión generó microcápsulas más pequeñas y uniformes, con diámetros D80 de 516.5 μm para el aceite comercial y 964.0 μm para el aceite extraído, en comparación con los diámetros mayores de 1179.8 μm y 1169.0 μm obtenidos por coacervación, respectivamente. Los análisis térmicos indicaron que las microcápsulas de coacervación con aceite extraído presentaron mayor pérdida de humedad a temperaturas de hasta 60°C, mientras que las de microemulsión demostraron una mayor estabilidad térmica. El análisis GC-MS del aceite liberado en etanol mostró que el método de coacervación retuvo una mayor cantidad de limoneno, con una liberación de 1.70%, frente al 9.82% liberado por las microcápsulas obtenidas mediante microemulsión. En conclusión, la coacervación es más adecuada para aplicaciones alimentarias por su capacidad de retención de compuestos volátiles, mientras que la microemulsión es más apropiada para aplicaciones cosméticas y farmacéuticas debido a su mayor estabilidad térmica y uniformidad de partículas.

Abstract

The goal of this study was to evaluate the microencapsulation of orange peel essential oil at a laboratory scale, using the methods of complex coacervation and microemulsion. The oil extracted by hydrodistillation had a density of 0.8525 g/mL, a refractive index of 1.46930, and a pH of five, as well as a concentration of 78.62%, values consistent with those reported in the literature for commercial essential oils. The complex coacervation method achieved a higher encapsulation yield, with values of 38.5% for commercial oil and 39.3% for extracted oil. On the other hand, the microemulsion method generated smaller and more uniform microcapsules, with D80 diameters of 516.5 μm for commercial oil and 964.0 μm for extracted oil, compared to the larger diameters of 1179.8 μm and 1169.0 μm obtained by coacervation, respectively. Thermal analysis showed that coacervation microcapsules with extracted oil experienced greater moisture loss at temperatures up to 60°C, while microemulsion capsules proved greater thermal stability. GC-MS analysis of the oil released in ethanol showed that the coacervation method kept a greater amount of limonene, with a release of 1.70%, compared to 9.82% released by microemulsion microcapsules. In conclusion, coacervation is more suitable for food applications due to its ability to keep volatile compounds, while microemulsion is more appropriate for cosmetic and pharmaceutical applications due to its greater thermal stability and particle uniformity.

I. Introducción

Los aceites esenciales son ingredientes valiosos en la formulación de fragancias debido a sus aromas naturales y propiedades terapéuticas. Un ejemplo de ello es el aceite esencial de naranja, altamente valorado por sus propiedades aromáticas, desengrasantes, antioxidantes, antiinflamatorias y antimicrobianas, que lo hacen ideal para productos de limpieza, cosméticos, farmacéuticos y alimentarios (Ikarini, *et al*, 2023). El aceite esencial de naranja se obtiene comúnmente mediante hidrodestilación, un proceso que permite extraer los compuestos volátiles presentes en la cáscara del fruto. Esta técnica es ampliamente utilizada debido a que asegura una alta pureza del aceite esencial y la conservación de sus propiedades funcionales, lo que lo hace adecuado para diversas aplicaciones industriales.

Sin embargo, los aceites esenciales son altamente volátiles y sensibles a factores como la luz, el oxígeno y la temperatura, lo que puede afectar negativamente su apariencia, estabilidad y permanencia en los productos finales (Sousa, Parente, Marques, Forte, & Tavares, 2022). Para superar estos desafíos, se emplean técnicas de encapsulación, siendo la microencapsulación una de las más eficaces. Al encapsular el aceite esencial, se puede prolongar su vida útil, mejorar su resistencia a condiciones ambientales adversas y permitir una liberación controlada y sostenida de su aroma y propiedades, lo que mejora la calidad y duración de los productos (García Carmona, 2019)

En el proceso de microencapsulación del aceite esencial de naranja, se emplean alginato de sodio y cloruro de calcio como materiales para formar una matriz estable alrededor del aceite, mientras que el Tween 80 actúa como surfactante en la emulsión para mejorar la estabilidad de las microcápsulas. La elección del método de encapsulación adecuado es crítica para garantizar la calidad del producto final. Existen diversos métodos de microencapsulación, siendo la coacervación compleja y la microemulsión dos de los más efectivos cuando se aplican a aceites esenciales.

La coacervación compleja se basa en la separación de fases de dos polímeros con cargas opuestas en una solución, lo que resulta en la formación de una capa que encapsula el compuesto activo, otorgándole mayor estabilidad (Herranz Gómez, 2016). Por su parte, la microemulsión consiste en un sistema termodinámicamente estable que utiliza surfactantes para formar gotas de tamaño micrométrico, permitiendo una dispersión uniforme y una liberación controlada del aceite esencial (Pavoni, Perinelli, Bonacucina, Cespi, & Palmieri, 2020). Ambos métodos ofrecen ventajas específicas que deben ser evaluadas en función de las necesidades de la aplicación, considerando la estabilidad del producto final y las condiciones de procesamiento.

II. Justificación

A nivel mundial, la demanda de productos naturales y sostenibles sigue en constante aumento. Según un informe de Grand View Research, se espera que el mercado global de aceites esenciales alcance un valor significativo en los próximos años. El mercado está proyectado a crecer de manera constante con una tasa de crecimiento anual compuesta del 7.6% entre 2024 y 2030, impulsado por la creciente demanda en aplicaciones médicas, alimentarias, de bebidas y de fragancias (Grand View Research, 2023). Los aceites esenciales se han posicionado como ingredientes clave en diversas aplicaciones, desde cosméticos hasta productos de limpieza. Sin embargo, uno de los desafíos relacionados con su uso es su volatilidad y degradación. La microencapsulación ofrece una solución eficaz a estos problemas, permitiendo proteger los aceites esenciales y liberar sus componentes de manera controlada. Específicamente, en el caso del aceite esencial de cáscara de naranja, su microencapsulación podría mejorar significativamente la calidad y eficacia de los productos finales. En Guatemala, donde la producción de naranja genera anualmente alrededor de 260,000 toneladas de cáscara como residuo (FAO, 2020) existe una oportunidad de mercado en el aprovechamiento de este subproducto para la extracción de aceite esencial. Actualmente, la industria de los aceites esenciales en Guatemala está dominada por el cardamomo y lemongrass, pero el creciente interés en productos naturales y sostenibles podría impulsar la exploración de nuevos aceites esenciales, como el de naranja.

La microencapsulación de aceites esenciales ha ganado relevancia en la industria química debido a su capacidad para mejorar la estabilidad y liberar controladamente compuestos volátiles, lo cual es especialmente valioso en la producción de fragancias. Además, representa una oportunidad significativa para innovar en la formulación de productos aromáticos. Actualmente, en Guatemala no se ha encontrado evidencia sobre la utilización de estas técnicas en la industria local de fragancias, lo que sugiere una necesidad y una posibilidad de desarrollo en este campo o, en general, en el de productos químicos. Esto porque Guatemala, en comparación con otros países de la región, se encuentra en una etapa temprana de desarrollo en cuanto a la implementación de la microencapsulación, donde las escasas investigaciones realizadas surgen bajo fines académicos o como colaboraciones con instituciones internacionales.

Es por ello por lo que el presente trabajo de graduación busca abordar la necesidad de investigación en el campo tanto del aceite esencial de naranja como en el de la microencapsulación. Al proporcionar datos y métodos específicos de microencapsulación para el aceite esencial de cáscara de naranja, se espera brindar una base científica y técnica para estas industrias; impactando, además, en el sector de fragancias y productos químicos en Guatemala. Con un sector manufacturero en crecimiento y una demanda global en aumento de productos naturales, este trabajo de graduación puede potenciar la investigación y desarrollo en los mercados mencionados anteriormente, así como la necesidad de capacitación técnica en esta área, abriendo nuevas posibilidades para la mejora y diversificación de productos aromáticos en el ámbito local.

III. Objetivos

A. Objetivo general

Evaluar la microencapsulación del aceite esencial de cáscara de naranja, a escala laboratorio, para proponer aplicaciones en la industria.

B. Objetivos específicos

- Extraer aceite esencial de la cáscara de naranja mediante hidrodestilación para su potencial uso en procesos químicos industriales.
- Comparar los métodos de microencapsulación por coacervación compleja y microemulsión para determinar el rendimiento, mediante balances de masa y análisis cuantitativos.
- Caracterizar el aceite esencial microencapsulado para comparar sus propiedades físicas y fisicoquímicas con las de un aceite esencial de uso comercial.

IV. Marco teórico

A. Aceites esenciales

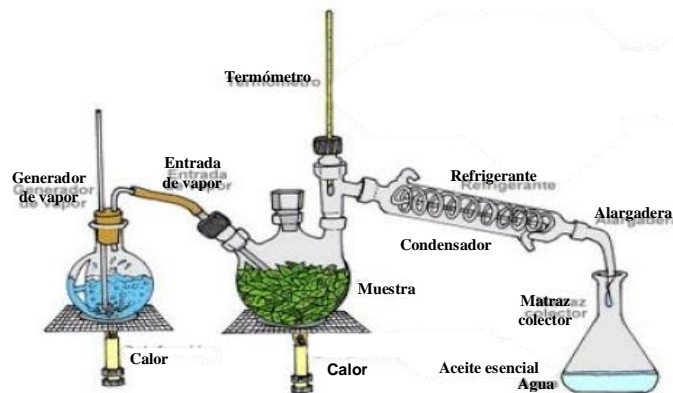
Los aceites esenciales (AEs) son mezclas complejas de compuestos químicos que las plantas producen mediante biosíntesis, destacándose por su aroma distintivo y textura oleosa. Se extraen principalmente de hojas, flores, frutos y raíces, y aunque existen más de cuatro mil tipos, no todas las plantas contienen estos compuestos (Ortuño, 2006). Estos líquidos volátiles, poco solubles en agua, pero miscibles en alcohol y aceites, contienen hidrocarburos y derivados oxigenados como alcoholes, cetonas y ésteres. Su principal componente son los terpenos, donde los monoterpenos y sesquiterpenos constituyen entre el 75% y el 90% de su peso (Cabra, 1990). Además, los AEs se clasifican según su origen en naturales, artificiales y sintéticos.

1. Métodos de extracción de aceites esenciales

Los métodos de extracción de aceites esenciales incluyen la hidrodestilación y la extracción Soxhlet, entre otros. Cada uno de estos métodos tiene características particulares que afectan la calidad y el rendimiento del aceite esencial extraído.

a. Hidrodestilación

Figura 1 Esquema del sistema de hidrodestilación



(Álvarez & Zurita Polo, 2019)

La hidrodestilación es uno de los métodos más antiguos y comúnmente utilizados para la extracción de aceites esenciales. Este proceso implica la destilación del material vegetal con agua o vapor, seguido de la condensación de los vapores generados y la separación del aceite esencial del agua. A medida que el agua se calienta y se convierte en vapor, este arrastra los compuestos volátiles del material vegetal. Los vapores pasan a un condensador donde se enfrían y se convierten nuevamente en líquido, permitiendo la separación del aceite esencial debido a la diferencia de densidad entre el aceite y el agua. Este método es preferido por su simplicidad y la pureza relativa de los aceites obtenidos (Bhuyan, *et al*, 2021).

Entre las ventajas de esta técnica están su simplicidad, bajo costo y capacidad para producir aceites esenciales con una buena pureza relativa; además, no requiere el uso de solventes orgánicos. Sin embargo, también presenta desventajas, como la posible degradación de compuestos sensibles al calor y la eficiencia limitada en la extracción de compuestos con baja volatilidad o altos puntos de ebullición (Bhuyan, *et al*, 2021).

Tras la obtención del aceite esencial mediante hidrodestilación, es posible llevar a cabo procesos complementarios que optimizan la calidad del aceite esencial obtenido, reduciendo la presencia de impurezas y asegurando una composición más consistente para su aplicación en distintas industrias. Uno de estos procedimientos es la extracción líquido-líquido (ELL), la cual se basa en la diferencia de solubilidad de los componentes del aceite esencial en dos fases inmiscibles, generalmente un disolvente orgánico y agua. Este método permite la eliminación de compuestos hidrofílicos residuales y la concentración de los compuestos volátiles de interés (Naidu, *et al*, 2025). Comúnmente se utilizan disolventes como hexano, cloroformo, éter de petróleo o acetato de etilo, los cuales son posteriormente evaporados para obtener el aceite esencial purificado (Aziz, *et al*, 2018).

Posteriormente, el aceite esencial puede someterse a destilación para la recuperación del solvente, un paso clave cuando se ha empleado un disolvente orgánico en la extracción líquido-líquido. Este procedimiento permite la separación selectiva de los compuestos en función de sus puntos de ebullición, facilitando la recuperación del solvente y obteniendo un aceite esencial libre de residuos (Azmir, *et al*, 2013). La destilación a vacío es una variante utilizada para evitar la degradación térmica de los compuestos más sensibles (Boutekdjiret, Bentahar, Belabbes, & Bessiere, 2003).

b. Soxhlet

La extracción Soxhlet es un método sólido-líquido ideal para materiales vegetales secos con bajo contenido de aceites esenciales o cuando los compuestos de interés no son volátiles. Este método utiliza un solvente orgánico que recircula constantemente a través del material vegetal seco colocado en un cartucho de celulosa dentro del extractor Soxhlet. El solvente se calienta y sus vapores se condensan, cayendo sobre el material vegetal y disolviendo los compuestos deseados en un ciclo continuo. Una vez completada la extracción, el solvente con los compuestos disueltos se evapora, y el aceite esencial se recupera a través de una destilación simple, permitiendo también la reutilización del solvente (Azmir, *et al*, 2013).

Las ventajas de esta extracción incluyen su alta eficiencia y capacidad para extraer compuestos no volátiles y sensibles al calor, lo que lo hace útil para estudios en laboratorio, como la extracción de aceites esenciales de materiales vegetales que no responden bien a la destilación. Sin embargo, presenta desventajas como el uso elevado de solventes orgánicos, así como la posibilidad de co-extracción de compuestos no deseados que pudieran requerir etapas adicionales de purificación (Azmir, *et al*, 2013).

c. Prensado en frío

El prensado o extracción en frío es uno de los métodos más utilizados a nivel industrial para la obtención de aceites esenciales, especialmente en la extracción de aceites cítricos como los provenientes de la cáscara de naranja, limón y lima. Este método implica la aplicación de presión mecánica sin el uso de calor, lo que permite preservar los compuestos volátiles y fragantes presentes en los aceites esenciales. A diferencia de otros métodos de extracción, la extracción en frío no altera las propiedades químicas de los aceites, lo que lo convierte en una técnica preferida para aplicaciones en las industrias alimentaria y cosmética.

La extracción en frío generalmente se realiza mediante maquinaria pesada que aplasta y prensa el material vegetal, liberando el aceite esencial junto con otros líquidos. Posteriormente, se utilizan técnicas de separación como la centrifugación o decantación para aislar el aceite del agua y otros componentes. La principal ventaja de este método es que permite obtener aceites esenciales de alta calidad sin el uso de disolventes ni calor, lo que reduce el riesgo de degradación de los compuestos sensibles al calor. Sin embargo, una desventaja es que este método es adecuado solo para ciertos tipos de plantas, particularmente frutas cítricas, y no es aplicable para la mayoría de las plantas aromáticas (Bakkali, Averbeck, Averbeck, & Idaomar, 2008).

d. Extracción por solventes

La extracción por solventes es otro método ampliamente utilizado a nivel industrial, especialmente cuando se trata de plantas con bajo contenido de aceites esenciales o aquellas cuyo aceite es muy frágil y se degrada fácilmente con otros métodos como la hidrodestilación. En este método, el material vegetal se sumerge en un disolvente orgánico (como hexano o éter de petróleo) que disuelve los compuestos volátiles y lipófilos presentes en la planta. Posteriormente, el disolvente se evapora mediante destilación para dejar el aceite esencial concentrado.

En aplicaciones industriales, la extracción por solventes permite obtener altos rendimientos de aceites esenciales de alta pureza, aunque una preocupación clave es la posible contaminación residual del aceite con trazas de solvente, lo que requiere un proceso de purificación posterior. Aunque el método es eficiente y adecuado para plantas como el jazmín y otras flores delicadas, el uso de disolventes puede limitar su aplicación en industrias como la alimentaria, donde se prefiere evitar solventes orgánicos por razones de seguridad y regulación (Azmir, *et al*, 2013). A pesar de sus limitaciones, esta técnica sigue siendo popular en la industria de la perfumería y cosmética, donde se prioriza la obtención de aceites de calidad extremadamente alta.

e. Otras técnicas

Existen otras técnicas emergentes que se están utilizando a nivel industrial para la extracción de aceites esenciales que ofrecen ciertas ventajas frente a los métodos tradicionales. La extracción con fluidos supercríticos, por ejemplo, es un método relativamente nuevo que utiliza dióxido de carbono en su estado supercrítico (a temperaturas y presiones elevadas) como solvente. Este método es eficaz para obtener aceites esenciales de alta calidad, ya que permite extraer compuestos volátiles sin necesidad de aplicar altas temperaturas, lo que preserva las propiedades aromáticas y terapéuticas de los aceites. Además, el CO₂ es un solvente no tóxico y reciclable, lo que hace que sea “más ecológica” en comparación con la extracción por solventes tradicionales (Herrero, Cifuentes, & Ibáñez, 2010).

Otra técnica innovadora es la extracción por microondas asistida, que utiliza la energía de microondas para acelerar el calentamiento y la ruptura de las paredes celulares de las plantas, lo que facilita la liberación de aceites esenciales. Esta técnica permite tiempos de extracción mucho más cortos y reduce el consumo de energía en comparación con los métodos convencionales, lo que la convierte en una opción atractiva a nivel industrial para ciertos tipos de plantas. Sin embargo, la necesidad de utilizar microondas puede limitar su aplicación en la extracción de aceites sensibles al calor (Chemat, Zill-e-Huma, & Khan, 2011).

2. Aceites esenciales en Guatemala

Guatemala, gracias a su diversidad climática y geográfica, es un país rico en plantas aromáticas que producen aceites esenciales de alta calidad. Entre los aceites esenciales más comunes y utilizados en Guatemala se encuentran el aceite de cardamomo (*Elettaria cardamomum*), el aceite de lemongrass (*Cymbopogon citratus*) y el aceite de naranja (*Citrus sinensis*).

a. Aceite de cardamomo

El aceite esencial de cardamomo es uno de los productos más valorados de Guatemala, ya que el país es uno de los principales productores de cardamomo a nivel mundial. Este aceite se extrae principalmente por hidrodestilación y se utiliza en diversas industrias como la alimentaria, farmacéutica y cosmética. Su perfil químico está dominado por compuestos como el cineol, α -terpineol y geranial, que le confieren propiedades digestivas, antisépticas y estimulantes (Zhang, Sun, & Zhao, 2020). La producción de cardamomo en Guatemala no solo es significativa para el mercado interno, sino que también se exporta ampliamente, posicionando al país como un líder global en este segmento. Este aceite es utilizado como un saborizante en alimentos y bebidas, en la fabricación de productos de cuidado personal, y en formulaciones terapéuticas debido a sus beneficios para la salud digestiva.

b. Aceite de lemongrass

El aceite de lemongrass es conocido por su fuerte aroma cítrico debido a su alto contenido de citral. Este aceite es popular en la aromaterapia por sus propiedades relajantes y como un repelente natural de insectos. Se extrae principalmente mediante hidrodestilación, aunque también puede obtenerse por otros métodos como la extracción con solventes (Sah, Dahal, & Basnet, 2019). En Guatemala, el cultivo de lemongrass ha crecido debido a la demanda tanto local como internacional, y su aceite es utilizado en la fabricación de jabones, velas aromáticas, aceites de masajes y otros productos de cuidado personal. Además, su eficacia como repelente natural de insectos lo hace atractivo para aplicaciones en agricultura y en el hogar, donde se utiliza para prevenir plagas sin recurrir a químicos sintéticos.

c. Aceite de naranja

La naranja dulce pertenece a la familia de las Rutáceas, una extensa familia que abarca alrededor de 1700 especies de plantas que se desarrollan en regiones de clima cálido y templado, siendo el continente africano el lugar donde se encuentra la mayor diversidad de estas especies. Dentro de esta familia, los cítricos son las plantas más reconocidas, englobadas en el género *Citrus* y donde se encuentran la naranja común (*Citrus sinensis*), la naranja china (*Citrus japonica*), la naranja amarga (*Citrus aurantium*), la mandarina (*Citrus reticulata*), el limón (*Citrus limon*), el pomelo (*Citrus paradisi*), la lima (*Citrus aurantifolia*) y la toronja (*Citrus medica*) (Yáñez, 2007).

Los cítricos se destacan principalmente por sus frutos de gran tamaño que contienen cantidades significativas de ácido cítrico, lo que les confiere su distintivo sabor ácido. Además, todos los integrantes del género *Citrus* poseen otros componentes que les proporcionan aromas intensos. En el caso de la naranja, no solo se utilizan sus jugos como alimentos, sino que también se extraen aceites de su cáscara, los cuales se emplean como aromatizantes en diversas industrias. El aceite esencial de la naranja constituye uno de los elementos fundamentales en las áreas de perfumería, alimentos, agronomía y farmacia (Díaz, 2002).

La cáscara de naranja posee un 1.5% de su peso en aceite esencial, donde el principal componente identificado es el monoterpeno d-limoneno, también conocido como (1-metil-4-(1-metil etenil)-ciclohexano), reconocido por su distintivo aroma a limón (Mercy, Nithyalakshmi, & Aadhithiya, 2015). Los aceites esenciales a partir de la cáscara de naranja son volátiles, constituidos por mezclas de terpenos, sesquiterpenos, alcoholes superiores, aldehídos, cetonas, ácidos, ésteres y alcanforos o ceras. A continuación, se presentan todos los compuestos hallados comúnmente en el aceite esencial de cáscara de naranja:

Cuadro 1 Componentes mayoritarios del aceite esencial de *C. Sinensis* obtenido mediante hidrodestilación

Compuesto	% de composición (m/m)
d-limoneno	95
β -mirceno o mirceno n-octano	2
α -pineno	0.4
linalool	0.3
sabineno	0.2
geranial	0.1
neral dodecano	0.1
Otros	1.5

(Casado, 2018)

El aceite esencial de cáscara de naranja también tiene un lugar importante en Guatemala, especialmente dentro de las industrias de alimentos y cosméticos. Aunque la producción de cítricos en Guatemala no es tan prominente como la del cardamomo, el país cuenta con condiciones climáticas favorables para el cultivo de naranjas, lo que facilita la extracción de aceites esenciales de alta calidad a partir de sus cáscaras (Casado, 2018).

Este aceite se utiliza ampliamente en Guatemala en la industria de alimentos como saborizante natural y en la cosmética como fragancia en productos de cuidado personal. Además, sus propiedades antioxidantes y antimicrobianas lo hacen adecuado para su inclusión en formulaciones de limpieza y desinfección. La creciente demanda de productos naturales y ecológicos ha impulsado el interés en este aceite esencial, tanto a nivel local como en mercados de exportación. Sin embargo, uno de los desafíos para la industria es la necesidad de mejorar la eficiencia de los métodos de extracción y garantizar la calidad del producto final para cumplir con los estándares internacionales.

3. Industria de Aceites Esenciales

La industria de aceites esenciales ha experimentado un notable crecimiento y expansión en las últimas décadas, impulsada por la creciente demanda de productos naturales y la conciencia sobre los beneficios para la salud asociados con el uso de aceites esenciales. La

versatilidad de los aceites esenciales los ha integrado en una amplia gama de sectores, desde la cosmética y la perfumería hasta la medicina alternativa y la industria alimentaria. Además, la diversificación de los productos a base de aceites esenciales ha generado oportunidades en el mercado, con la introducción de mezclas personalizadas, productos para el cuidado de la piel y el bienestar, así como la integración en productos de limpieza y desinfección ecológicos (Torres, Báez, Amaya, Núñez, & Alanís, 2016).

La sostenibilidad y la trazabilidad también han emergido como temas críticos en la industria de aceites esenciales. Los consumidores buscan cada vez más productos que sean éticos y respetuosos con el medio ambiente, lo que ha llevado a un enfoque renovado en prácticas agrícolas sostenibles y métodos de extracción eco amigables. En este contexto, la industria de aceites esenciales continúa evolucionando, adaptándose a las cambiantes preferencias del consumidor y explorando nuevas aplicaciones en diversos sectores (Pavoni, *et al*, 2020).

4. Aplicaciones en la industria de fragancias

Los aceites esenciales desempeñan un papel fundamental en la industria de fragancias, aportando una variedad de aromas naturales que se utilizan en la creación de perfumes y productos aromatizantes. La diversidad de fragancias derivadas de aceites esenciales, extraídos de plantas como lavanda, rosa, vainilla y cítricos, proporciona a los perfumistas una paleta rica y compleja para desarrollar composiciones únicas. Estos aceites naturales a menudo brindan una profundidad y autenticidad sensorial que es difícil de replicar con compuestos sintéticos, lo que contribuye a la preferencia del consumidor por fragancias naturales y botánicas (López Luegon, 2004).

Además de su papel en la creación de fragancias, los aceites esenciales también se utilizan como ingredientes clave en la fabricación de productos de cuidado personal y bienestar. Su presencia en perfumes, aceites corporales, lociones y productos para el hogar no solo aporta aromas agradables, sino que también ofrece beneficios terapéuticos, ya que muchos aceites esenciales tienen propiedades relajantes, revitalizantes o incluso antibacterianas. En este contexto, la industria de fragancias continúa explorando nuevas combinaciones y técnicas para aprovechar al máximo las propiedades distintivas de los aceites esenciales, creando experiencias olfativas que van más allá de lo estético para abordar aspectos emocionales y de bienestar (Torres, *et al*, 2016).

5. Desafíos del uso de aceites esenciales en la industria

Los AEs exhiben diversas actividades biológicas, pero su aplicación práctica a menudo se ve restringida por desafíos asociados con su manipulación y almacenamiento. Están propensos a experimentar reacciones químicas de conversión o descomposición, como la oxidación, isomerización, polimerización y reordenamiento, principalmente influenciados por factores ambientales como temperatura, luz y oxígeno atmosférico. La inestabilidad resultante puede llevar a una disminución o pérdida de su efectividad. Además, los AE presentan deficiencias en sus propiedades fisicoquímicas, como la insolubilidad en agua (debido a su naturaleza lipófila), una alta volatilidad y una vida media corta, lo que dificulta su manejo y aplicación (Pavoni, *et al*, 2020).

En este contexto, la tecnología de micro y nanoencapsulación surge como un desafío significativo, pero al mismo tiempo prometedor para el transporte de AE. Gracias a su tamaño subcelular, los portadores micro y nano pueden mejorar la bioactividad de los AE al facilitar una penetración más profunda en los tejidos y una absorción celular más eficiente. Además, posibilitan el control y la modulación de la liberación de los ingredientes activos en el sitio específico. En última instancia, este enfoque tiene el potencial de mejorar las propiedades fisicoquímicas y la

estabilidad de los AE, permitiendo su dispersión en el agua, reduciendo su volatilidad y protegiéndolos de la interacción con el entorno (Pavoni, *et al*, 2020).

B. Microencapsulación

1. Definición y principios básicos

La microencapsulación es un proceso que protege partículas pequeñas, que pueden ser sólidas, líquidas o gaseosas, mediante un recubrimiento. El material que cubre al núcleo se llama pared o agente encapsulante y puede estar formada por un revestimiento natural, sintético o semisintético. El proceso de microencapsulación produce micropartículas que se pueden clasificar según su tamaño, forma, el tipo de agente encapsulante y el método de microencapsulación utilizado (Sousa, *et al*, 2022). Si bien no hay un tamaño específico de microcápsulas, distintos autores han sugerido rangos dentro de los cuales se pueden encontrar estas partículas. Por ejemplo, una revisión bibliográfica realizada en 2010 sugiere que las partículas con un tamaño de 50 nm hasta 2 mm pueden ser consideradas microcápsulas (Singh, Hemant, Ram, & Shivakumar, 2010), mientras que otra investigación realizada en 2016 utiliza un menor rango de tamaño de partículas (de 1 a 1000 μm) (Barrera-Cortés, *et al*, 2016).

Las microencapsulaciones se dividen en dos categorías principales según su estructura. Primero, en un sistema tipo reservorio, el material encapsulado se encuentra en el centro y está rodeado por una capa continua de material encapsulante para formar ‘microcápsulas’. En este sistema, el recubrimiento actúa como una barrera que protege el núcleo del entorno externo y controla su liberación. Por otro lado, en un sistema monolítico, el núcleo se dispersa en una matriz continua para formar ‘microesferas’. En este caso, el agente encapsulante está mezclado con el núcleo en lugar de rodearlo completamente, y parte del material encapsulado puede quedar expuesto en la superficie de la micropartícula (Sousa, *et al*, 2022).

2. Estabilidad y liberación prolongada de productos

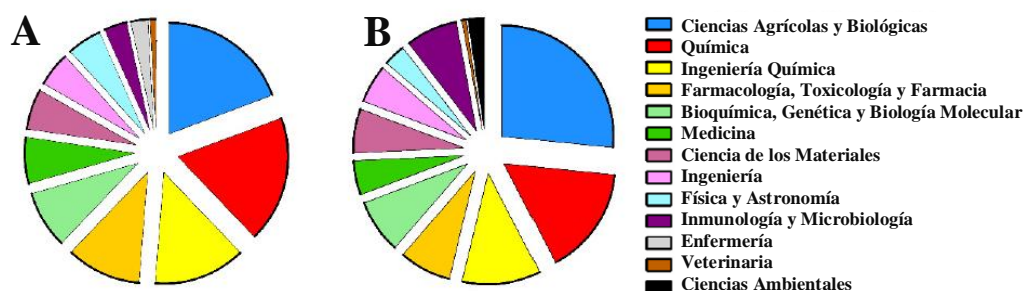
La microencapsulación ofrece un enfoque clave para mejorar la estabilidad y la liberación prolongada de sustancias en una variedad de aplicaciones industriales y científicas. Este proceso no solo resguarda los materiales encapsulados de factores ambientales adversos, sino que también controla su liberación de manera sostenida y gradual. La microencapsulación protege las sustancias activas contra la degradación causada por la exposición a la luz, el oxígeno, la humedad y otras condiciones ambientales que podrían comprometer su eficacia. Al encapsular estos materiales en una barrera protectora, se minimiza el riesgo de oxidación, hidrólisis y otras formas de deterioro que podrían reducir la vida útil del producto. Esto es crucial en aplicaciones farmacéuticas, donde la estabilidad de los fármacos es esencial para garantizar su eficacia y seguridad durante el almacenamiento y el uso (Park, Shin, & Lee, 2001).

Una de las ventajas más significativas de la microencapsulación es su capacidad para liberar las sustancias encapsuladas de manera controlada a lo largo del tiempo. Esta liberación gradual puede mejorar la eficacia del producto al mantener concentraciones óptimas del ingrediente activo durante un período más largo. En el caso de medicamentos, esto puede traducirse en una liberación sostenida del principio activo, reduciendo la frecuencia de administración y mejorando la adherencia al tratamiento. En cosméticos y fragancias, permite una liberación prolongada del aroma o de ingredientes activos, mejorando la experiencia del usuario y la efectividad del producto (Desai & Park, 2005).

3. Aplicaciones industriales de la microencapsulación

La microencapsulación representa una de las diversas aplicaciones de polímeros para resguardar materiales funcionales específicos o liberarlos gradualmente en el entorno durante un extenso período. Esta técnica se ha empleado en áreas tan variadas como cristales líquidos, adhesivos, cosméticos, insecticidas, y en aplicaciones farmacéuticas y médicas. Actualmente, la microencapsulación es una técnica favorecida por varias industrias, tal y como se puede observar en el siguiente diagrama:

Figura 2 Áreas de aplicación de microemulsiones (A) y nanoemulsiones (B) a base de aceites esenciales en el período 2009-2019



(Pavoni, *et al*, 2020)

En la industria de fragancias, la microencapsulación se utiliza por varias razones fundamentales. Primero, mejora la eficacia a largo plazo al permitir una liberación controlada y sostenida de la fragancia, evitando que se evapore o degrade demasiado rápido. Segundo, estabiliza el perfume contra la degradación ambiental, como la luz, el oxígeno y la humedad, que pueden descomponer los compuestos volátiles. Además, facilita la manipulación del perfume al convertirlo en una forma sólida o semisólida, lo que simplifica su aplicación y almacenamiento. También preserva la no toxicidad de los productos resultantes de la degradación al encapsular las fragancias en un recubrimiento que evita la liberación de compuestos potencialmente nocivos. Este enfoque también se aplica en otros campos, como la protección de ingredientes activos en productos farmacéuticos y cosméticos, donde la microencapsulación ayuda a mantener la eficacia y seguridad de los productos (Desai & Park, 2005).

En aplicaciones farmacéuticas y médicas, la microencapsulación juega un papel crucial en la protección de principios activos sensibles, como vitaminas, hormonas y fármacos, contra factores ambientales adversos y el metabolismo rápido del cuerpo. Esto no solo mejora la estabilidad del producto, sino que también asegura una liberación controlada en el tiempo, optimizando la eficacia del tratamiento. La tecnología de microencapsulación, por lo tanto, es fundamental para mejorar la vida útil y el rendimiento de una amplia gama de productos y aplicaciones (Park, Shin, & Lee, 2001).

En el siguiente cuadro se puede observar un breve resumen de cómo estas distintas industrias aplican las microcápsulas en la creación de distintos productos:

Cuadro 2 Requerimientos de microcápsulas para distintos tipos de industrias

Industria	Propósito de la microencapsulación	Características requeridas		Materiales comunes de recubrimiento	Tamaño de micro (M) y nano (N) cápsulas
		Propiedades físicas	Propiedades químicas		
Farmacéutica ¹	Protección y liberación controlada de fármacos, mejora de biodisponibilidad	Liberación controlada, biodegradabilidad	Estabilidad química, biocompatibilidad	Alginatos, gelatinas, polímeros biodegradables (PLGA), quitosano	M: 1 - 100 μm N: 100 - 500 nm
Alimentaria ²	Protección de ingredientes sensibles (vitaminas o probióticos), liberación controlada de aromas y sabores	Protección de ingredientes, resistencia térmica	Seguridad alimentaria, resistencia a oxidación	Gomas naturales, almidón modificado, proteínas, lípidos	M: 1 - 5000 μm N: 100 - 500 nm
Cosmética ³	Protección de ingredientes activos, liberación sostenida de fragancias y compuestos bioactivos	Textura suave, absorción cutánea	No toxicidad, estabilidad en emulsiones	Liposomas, ciclodextrinas, polímeros naturales y sintéticos	M: 0.1 - 10 μm N: 50 - 300 nm
Agrícola ⁴	Liberación controlada de pesticidas, herbicidas y fertilizantes	Liberación prolongada, resistencia ambiental	Protección contra degradación UV, biodegradabilidad	Quitosano, alginatos, polímeros biodegradables	M: 100 - 1000 μm N: 100 - 800 nm
Textil ⁵	Fragancias, antimicrobianos, repelentes de insectos	Adhesión a fibras, resistencia mecánica	Resistencia a detergentes, estabilidad térmica	Polímeros sintéticos, ciclodextrinas, microcápsulas de sílice	M: 5 - 500 μm N: 100 - 600 nm
Fragancias ⁶	Prolongación de la duración del aroma, liberación controlada de perfumes	Liberación prolongada, encapsulación de compuestos volátiles	Protección contra la degradación térmica y por luz, oxígeno y humedad	Gelatinas, almidón modificado, polímeros sintéticos	M: 5 - 1000 μm N: 100 - 500 nm

4. Métodos de microencapsulación

La microencapsulación es una técnica versátil porque incluye diversos métodos para encapsular sustancias activas, que permiten la protección y liberación controlada de materiales, adaptándose a diferentes aplicaciones. Los métodos más comunes incluyen la coacervación, la microemulsión, y la polimerización en fase líquida, cada uno con sus propias características y ventajas específicas (Sousa, *et al*, 2022).

a. Coacervación

La microencapsulación por coacervación es un método especializado que implica la formación de una fase separada denominada coacervado, la cual actúa como una especie de cápsula o envoltura para los materiales a encapsular. Este proceso se inicia mediante la combinación de dos líquidos inmiscibles, generalmente una solución polimérica y un agente encapsulado, en presencia de un agente coacervante. La interacción entre estos componentes conduce a la formación de gotas de coacervado que rodean y encapsulan el núcleo activo.

¹ (Jyothi, *et al*, 2010) (Moghimipour, Handali, & Saeedi, 2012) (Singh, *et al*, 2010)

² (Anwar & Kunz, 2011) (Bakry, *et al*, 2016) (Desai & Park, 2005) (Dong, *et al*, 2011) (García Carmona, 2019) (Gharsallaoui, *et al*, 2007) (Jafari, *et al*, 2008) (Jyothi, *et al*, 2010) (Qin, *et al*, 2018)

³ (Carvalho, Estevinho, & Santos, 2016) (Casanova & Santos, 2015) (Moghimipour, Handali, & Saeedi, 2012)

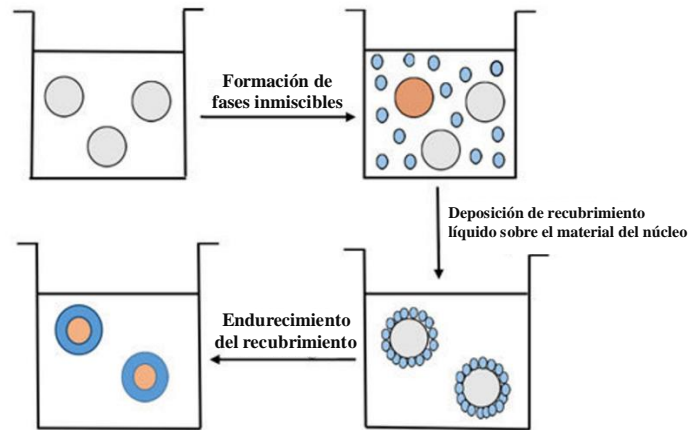
⁴ (Bhatia, 2020) (Patel, Yadav, & Kumar, 2023) (Zabot, *et al*, 2022)

⁵ (Abdel-Aziz, *et al*, 2022) (Boh Podgornik, Šandrić, & Kert, 2021) (Marinkovic, Bezbradica, & Škundrić, 2006) (Nelson, 2002)

⁶ (Kłosowska, Wawrzyńczak, & Feliczak-Guzik, 2023) (Russell & Bruns, 2023) (Tekin, Bac, & Erdogmus, 2013)

Posteriormente, la coacervación se solidifica, formando partículas microencapsuladas. Este método es conocido por su capacidad para encapsular sustancias sensibles y su aplicabilidad en diversas industrias, desde la farmacéutica hasta la alimentaria, ofreciendo una protección efectiva y controlada (Iqbal, *et al*, 2019). A continuación, se presenta una imagen del mecanismo de formación de microcápsulas por coacervación:

Figura 3 Esquema de la microencapsulación por coacervación



(Iqbal, *et al*, 2019)

Dentro de la coacervación, se distinguen dos tipos principales: coacervación simple y coacervación compleja. La coacervación simple utiliza una sola fase polimérica que se separa al interactuar con el agente encapsulado y el agente coacervante, formando una fase coacervada que encapsula el núcleo activo. Este método es apreciado por su simplicidad y facilidad de control sobre el tamaño de las partículas, aunque puede presentar limitaciones en la uniformidad de las propiedades mecánicas de las cápsulas (Iqbal, *et al*, 2019). Por otro lado, la coacervación compleja emplea múltiples polímeros que interactúan entre sí para formar una fase coacervada, permitiendo una mayor flexibilidad en la formulación y mejorando la estabilidad de las microcápsulas. Aunque este proceso es más complejo, ofrece un control más preciso sobre la liberación del núcleo activo y es ideal para aplicaciones que requieren una protección prolongada (Pattnaik & Mishra, 2022).

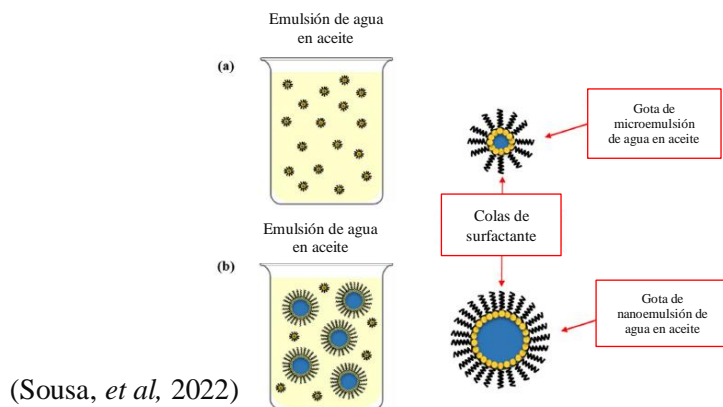
b. Microemulsión

La microencapsulación por microemulsión es un proceso que se basa en la formación de una emulsión extremadamente fina y estable para encapsular materiales activos. En este método, se combinan dos líquidos inmiscibles, típicamente un aceite y agua, junto con un agente emulsionante y el material a encapsular. A diferencia de las emulsiones convencionales, las microemulsiones son sistemas termodinámicamente estables y de tamaño nanométrico, lo que les confiere propiedades únicas como una alta transparencia y una viscosidad baja (Jafari, Assadpoor, He, & Bhandari, 2008).

El proceso de microemulsión resulta en una estructura coloidal en la que el núcleo activo está rodeado por una capa de surfactante que estabiliza la mezcla de aceite y agua, formando gotas diminutas que se mantienen suspendidas en el medio. Esta técnica no solo permite la encapsulación de sustancias sensibles al entorno, como compuestos volátiles y agentes activos, sino que también

ofrece un control preciso sobre el tamaño y la distribución de las partículas encapsuladas (Jafari, *et al*, 2008). A continuación, se presenta el mecanismo de microemulsión:

Figura 4 Esquema de la microencapsulación por emulsiones W-O (“water-oil”, agua-aceite)



Además, la microencapsulación por microemulsión se destaca por su capacidad para ofrecer una liberación controlada y sostenida de los ingredientes encapsulados. Esto es particularmente valioso en aplicaciones farmacéuticas, donde se requiere una liberación prolongada de fármacos para mejorar la eficacia del tratamiento y reducir la frecuencia de administración (Jafari, *et al*, 2008). En la industria cosmética, esta técnica se utiliza para mejorar la estabilidad y la biodisponibilidad de ingredientes activos, como vitaminas y antioxidantes, asegurando una liberación eficaz durante el uso del producto (Iqbal, *et al*, 2019).

5. Materiales usados en la microencapsulación

a. Alginato de sodio

El alginato de sodio es un polisacárido natural derivado de las algas marrones, especialmente del género *Laminaria*. Su estructura química, compuesta de bloques de ácido manurónico y ácido gulurónico, permite la formación de redes tridimensionales de geles cuando se expone a una solución de cloruro de calcio. En la coacervación compleja, el alginato de sodio se disuelve en agua y se mezcla con el aceite esencial. La adición de cloruro de calcio provoca la gelificación del alginato, encapsulando el aceite esencial en una matriz de gel que protege contra la oxidación y la volatilización, permitiendo una liberación controlada y sostenida del aceite en aplicaciones industriales (Pattnaik & Mishra, 2022).

En el método de microemulsión, el alginato de sodio también actúa como agente encapsulante clave. Se prepara una emulsión donde el aceite esencial se dispersa en una solución de alginato de sodio y emulsificante. Al introducir esta emulsión en una solución de cloruro de calcio, los iones de calcio inducen la gelificación del alginato alrededor de las gotas de aceite, formando microcápsulas. Este enfoque produce microcápsulas pequeñas y uniformes que protegen eficazmente el aceite esencial de factores ambientales y mejoran su estabilidad. El uso de alginato de sodio en la microemulsión generalmente permite optimizar el tamaño y la distribución de las partículas, aumentando la eficiencia de la encapsulación y la liberación controlada del aceite esencial en aplicaciones cosméticas y farmacéuticas (Pattnaik & Mishra, 2022).

En el método de microemulsión, el alginato de sodio también actúa como agente encapsulante clave. Se prepara una emulsión donde el aceite esencial se dispersa en una solución de alginato de sodio y emulsificante. Al introducir esta emulsión en una solución de cloruro de calcio, los iones de calcio inducen la gelificación del alginato alrededor de las gotas de aceite, formando microcápsulas. Este enfoque produce microcápsulas pequeñas y uniformes que protegen eficazmente el aceite esencial de factores ambientales y mejoran su estabilidad. El uso de alginato de sodio en la microemulsión generalmente permite optimizar el tamaño y la distribución de las partículas, aumentando la eficiencia de la encapsulación y la liberación controlada del aceite esencial en aplicaciones cosméticas y farmacéuticas (Pattnaik & Mishra, 2022).

b. Cloruro de calcio

El cloruro de calcio es una sal inorgánica que se obtiene comúnmente a partir de la piedra caliza o como subproducto de procesos industriales. Es ampliamente utilizado en la microencapsulación debido a su capacidad para inducir la gelificación de biopolímeros como el alginato de sodio. En la coacervación compleja, el cloruro de calcio se añade a la mezcla de alginato y aceite esencial, donde los iones de calcio interactúan con los grupos carboxilato del alginato, formando una red de gel tridimensional (Pattnaik & Mishra, 2022). En la microemulsión, el cloruro de calcio desempeña un papel similar: después de preparar una emulsión estable de aceite esencial en una solución de alginato de sodio, esta emulsión se introduce en una solución de cloruro de calcio. Los iones de calcio causan la gelificación del alginato alrededor de las gotas de aceite (Pattnaik & Mishra, 2022).

c. Polisorbato 80 (Tween 80)

El polisorbato 80, también conocido como Tween 80, es un emulsionante no iónico derivado de los sorbitanos y los ácidos grasos. Es ampliamente utilizado en la microencapsulación para estabilizar emulsiones debido a su capacidad para reducir la tensión superficial entre el aceite y el agua. En el método de microemulsión, el polisorbato 80 se utiliza para dispersar finamente el aceite esencial en una solución de alginato de sodio, creando una emulsión estable antes de la gelificación con cloruro de calcio. Esto permite la formación de gotas de aceite muy pequeñas y uniformemente distribuidas, mejorando la estabilidad de la emulsión y la eficacia de la encapsulación (Iqbal, *et al*, 2019).

Aunque el Tween 80 no se utiliza tan comúnmente en la coacervación compleja, puede mejorar la emulsificación inicial del aceite esencial, facilitando la formación de coacervados más uniformes y eficientes. Este emulsionante ayuda a mantener la estabilidad de la emulsión durante el proceso de coacervación, lo que es particularmente útil para aceites esenciales volátiles. Su capacidad para formar emulsiones estables y su compatibilidad con una amplia gama de sustancias lo hacen adecuado para aplicaciones en la industria alimentaria, cosmética y farmacéutica, mejorando la calidad de las microcápsulas y la liberación controlada de los compuestos encapsulados (Iqbal, *et al*, 2019).

d. Otros compuestos y materiales

La gelatina es un polímero natural derivado del colágeno presente en los tejidos conectivos de animales. Es ampliamente utilizada en la microencapsulación debido a su capacidad para formar complejos coacervados con otros biopolímeros. En la coacervación compleja, la gelatina se mezcla con el alginato de sodio para mejorar la integridad estructural de las microcápsulas y proporcionar una barrera adicional contra la degradación del aceite esencial. La gelatina y el alginato de sodio forman un complejo coacervado que encapsula el aceite esencial en una matriz de gel, protegiéndolo de la oxidación y la volatilización y permitiendo una liberación controlada del aceite en aplicaciones industriales. La gelatina puede mejorar las propiedades mecánicas de las microcápsulas,

haciéndolas más resistentes a la rotura y al desgaste. Su biocompatibilidad y biodegradabilidad la hacen adecuada para aplicaciones en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética, proporcionando una encapsulación efectiva y una liberación controlada de compuestos bioactivos.

Los polímeros sintéticos, como el poliuretano y el polimetilmetacrilato (PMMA), se utilizan en la microencapsulación debido a su alta resistencia mecánica y estabilidad química. En la coacervación compleja, los polímeros sintéticos pueden formar microcápsulas duraderas que encapsulan el aceite esencial de cáscara de naranja en una matriz polimérica. Esta matriz proporciona una protección eficaz contra la oxidación y la volatilización del aceite esencial, permitiendo una liberación controlada y prolongada en diversas aplicaciones industriales. La utilización de polímeros sintéticos en la microencapsulación permite la creación de microcápsulas con propiedades mecánicas mejoradas, lo que es crucial para aplicaciones que requieren una alta resistencia y durabilidad de las microcápsulas (Sousa, *et al*, 2022).

Sin embargo, también se pueden utilizar otros tipos de polímeros para microencapsular, como la urea o novedosos biopolímeros como el quitosano y pectina. En la microencapsulación, la urea se utiliza para formar microcápsulas resistentes y duraderas ya sea por sí sola o al reaccionar con formaldehído para formar una resina de urea-formaldehído (Jafari, *et al*, 2008). Por otro lado, los biopolímeros se utilizan debido a su biocompatibilidad, biodegradabilidad y capacidad para formar redes gelificadas al combinarse con otros compuestos como el alginato de sodio.

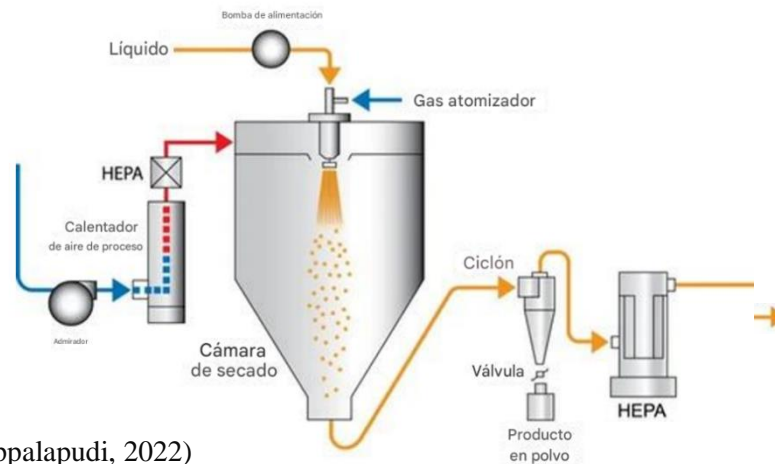
6. Microencapsulación a escala industrial

a. Equipos utilizados en la producción de microcápsulas

La producción industrial de microcápsulas requiere el uso de diversos equipos especializados que permiten la formación y estabilización de las microcápsulas. Los principales equipos utilizados incluyen secadores por aspersion, extrusoras y reactores de polimerización en emulsión. A continuación, se describen en detalle cada uno de estos equipos.

1) Secadores por aspersion

Figura 5 Funcionamiento de un secador por aspersion industrial

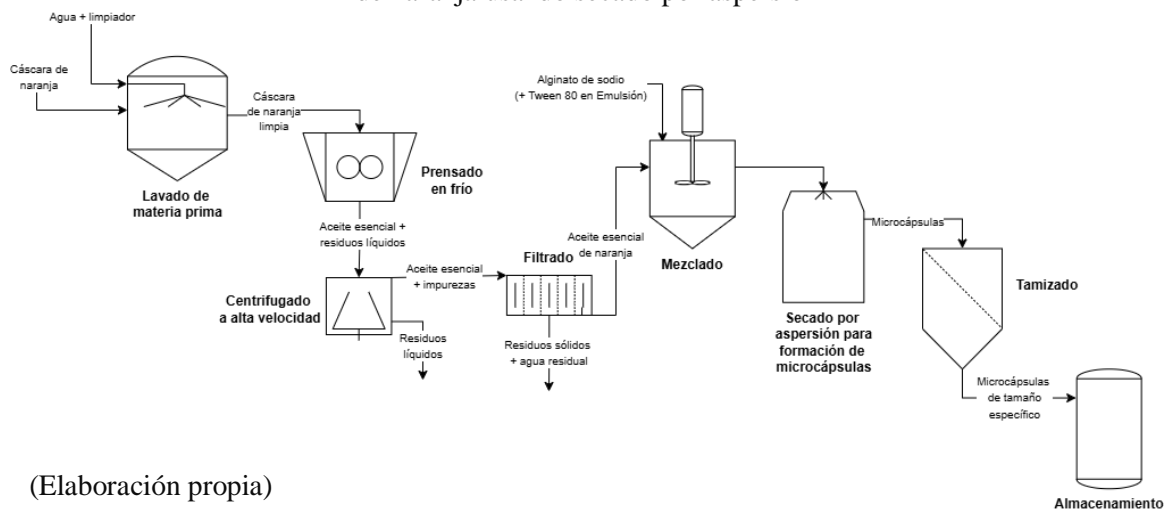


(Konda & Dhoppalapudi, 2022)

Los secadores por aspersión son ampliamente utilizados en la industria debido a su eficiencia y capacidad para procesar grandes volúmenes de material. Este equipo atomiza una solución o suspensión en pequeñas gotas, que luego se secan rápidamente mediante un flujo de aire caliente, formando microcápsulas. La rapidez del secado minimiza la degradación de los ingredientes activos y permite obtener partículas de tamaño uniforme (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007). Los parámetros críticos de operación incluyen la temperatura del aire de entrada y salida, la velocidad de atomización y la concentración de la solución.

La Figura 6 muestra un ejemplo aplicado al aceite esencial de cáscara de naranja, utilizando emulsificación y secado por aspersión. Este esquema representa las etapas principales, desde la preparación de la solución encapsulante hasta la obtención de microcápsulas secas, destacando el uso de equipos como el secador por aspersión para asegurar un proceso eficiente y un producto de calidad.

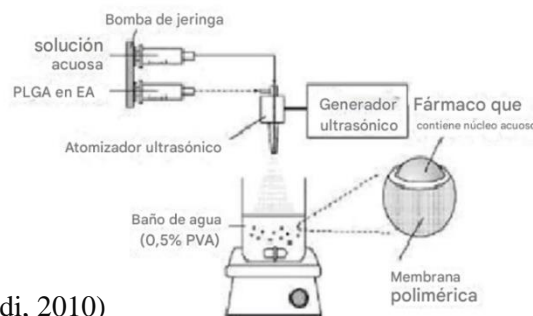
Figura 6 Diagrama de flujo del proceso industrial de encapsulación de aceite esencial de cáscara de naranja usando secado por aspersión



(Elaboración propia)

2) Extrusoras

Figura 7 Sistema de extrusión ultrasónica para microencapsulación



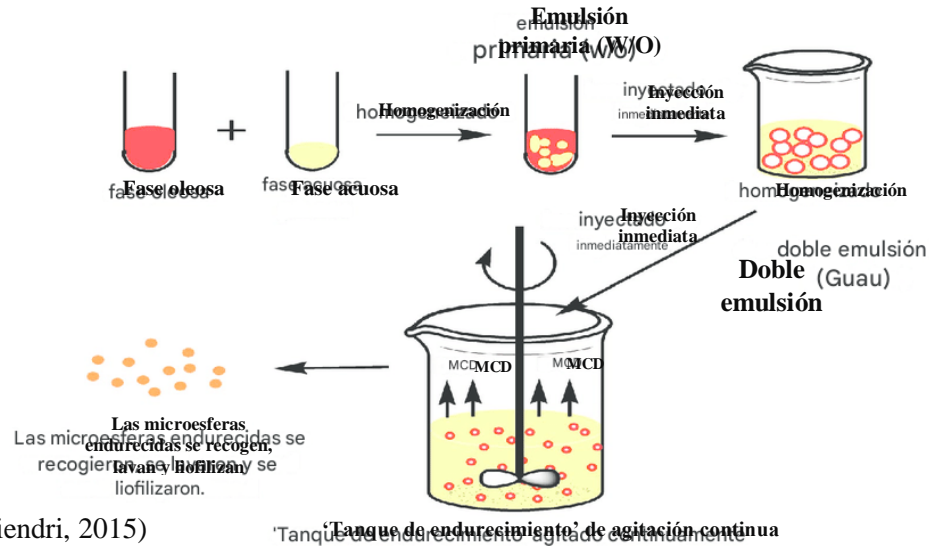
(Konda & Dhoppalapudi, 2010)

Las extrusoras son utilizadas principalmente para la técnica de coextrusión, donde una matriz polimérica fundida se utiliza para encapsular los ingredientes activos. Este método es especialmente útil para encapsular ingredientes termosensibles ya que permite un control preciso de la temperatura y el tiempo de residencia en el proceso. Las extrusoras pueden ser de un solo tornillo o de doble

tornillo, y su elección depende de la viscosidad del material y la complejidad del proceso (Gharsallaoui, *et al*, 2007).

3) Reactores de Polimerización en Emulsión

Figura 8 Reactores para polimerización por emulsión única



(Noviendri, 2015)

Los reactores de polimerización en emulsión son esenciales para la encapsulación de agentes hidrofóbicos. En este método, una emulsión de monómeros en una fase acuosa se polimeriza para formar microcápsulas. Los reactores deben permitir un control preciso de las condiciones de reacción, como la temperatura, el pH y la concentración de los reactivos, para asegurar la formación de microcápsulas con las propiedades deseadas (Gharsallaoui, *et al*, 2007).

7. Caracterización y control de calidad de microcápsulas

La caracterización y el control de calidad de las microcápsulas son esenciales para garantizar su eficacia y funcionalidad en aplicaciones industriales. Para lograr una evaluación exhaustiva, se utilizan diversas técnicas analíticas que permiten examinar tanto las propiedades físicas como químicas de las microcápsulas.

a. Técnicas de caracterización física

1) Granulometría

La granulometría es una técnica fundamental para evaluar el tamaño y la distribución de tamaño de las partículas encapsuladas, un factor crucial para su funcionalidad en aplicaciones como la liberación controlada y la protección de ingredientes activos. Este análisis permite determinar la uniformidad de las microcápsulas y su adecuación para su uso en industrias (Jafari, *et al*, 2008).

La granulometría se realiza a través del uso de tamices de diferentes tamaños, mediante los cuales se separan las microcápsulas en función de su diámetro. Posteriormente, se pesan las fracciones retenidas en cada tamiz y se calculan el porcentaje retenido y el porcentaje que pasa

por cada uno. Los tamices se clasifican comúnmente según los estándares ASTM (American Society for Testing and Materials), que van desde tamaños grandes como el No. 4 (4,75 mm de apertura) hasta los más finos, como el No. 200 (75 μm de apertura), o la serie Tyler, que utiliza designaciones comparables, como 4 Mesh (4,76 mm) o 200 Mesh (74 μm), permitiendo equivalencias entre ambas normas.

Los cálculos fundamentales para este análisis utilizan las siguientes ecuaciones:

Ecuación 1 Masa retenida por tamiz

$$\text{Masa retenida (g)} = \text{Peso final tamiz (g)} - \text{Peso inicial tamiz (g)}$$

Ecuación 2 Porcentaje de masa retenido por tamiz

$$\% \text{ retenido} = \frac{\text{masa retenida en tamiz (g)}}{\text{masa total de muestra (g)}} * 100\%$$

Ecuación 3 Masa que pasa por tamiz

$$\text{Masa que pasa (g)} = \text{Masa total muestra (g)} - \text{Masa retenida por tamiz (g)}$$

Ecuación 4 Porcentaje de masa que pasa por tamiz

$$\% \text{ pasa} = \frac{\text{masa que pasa por tamiz (g)}}{\text{masa total de muestra (g)}} * 100\%$$

Uno de los parámetros clave que se calculan con la información proporcionada por la granulometría es el diámetro equivalente, que representa el diámetro de una partícula esférica teórica que tendría el mismo comportamiento que una partícula real no esférica al pasar por los tamices. El diámetro equivalente facilita la interpretación de los datos de distribución de tamaño de las partículas, permitiendo comparar muestras con partículas de formas irregulares como si fueran esféricas. La distribución de los diámetros equivalentes permite evaluar la uniformidad de las microcápsulas, un factor crucial para determinar su viabilidad en aplicaciones industriales. Para obtener los diámetros equivalentes a partir de los datos experimentales, se utilizan ecuaciones basadas en una regresión lineal. La relación entre el porcentaje de masa que pasa por cada tamiz y el tamaño de las aberturas (que se considera como el tamaño de las partículas) se ajusta con la siguiente ecuación:

Ecuación 5 Regresión lineal para hallar diámetros equivalentes

$$TP = m * D_{eq} + b$$

Donde:

TP = Tamaño de partícula que representa el diámetro equivalente

D_{eq} = Diámetro equivalente que se desea encontrar

b = intersección con el eje y

m = pendiente de los datos, calculada con la ecuación:

Ecuación 6 Pendiente de la regresión lineal para diámetros equivalentes

$$m = \frac{TP_1 - TP_2}{\% \text{ pasa}_1 - \% \text{ pasa}_2}$$

Donde:

TP_n = Tamaño de partícula que representa cada porcentaje observado

$\% \text{ pasa}_n$ = Porcentaje de muestra que pasa; se seleccionan los valores que encierren al diámetro equivalente objetivo

2) Otras técnicas

Además de la granulometría, se emplean otras técnicas para la caracterización física de las microcápsulas. La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) es una técnica que proporciona imágenes de alta resolución, permitiendo analizar la morfología y estructura superficial de las microcápsulas. Esta técnica es fundamental para identificar posibles defectos en las microcápsulas y para evaluar la uniformidad de las partículas (Goldstein, Newbury, & Echlin, 2003). Otra técnica utilizada es la Microscopía Confocal Láser, la cual permite estudiar la estructura tridimensional y la distribución de los ingredientes activos dentro de las microcápsulas. Esta técnica es especialmente útil para el análisis de microcápsulas transparentes o semitransparentes, facilitando la visualización interna de las mismas (Léonard, McKee, & O'Grady, 2008). Finalmente, la Dispersión de Luz Láser (DLS) es una técnica empleada para medir el tamaño de las partículas y su distribución. Esta técnica proporciona una evaluación precisa de la uniformidad de las microcápsulas, lo cual es crucial para asegurar su efectividad en las aplicaciones específicas (Jafari, *et al*, 2008).

8. Técnicas de caracterización química

a. Cromatografía de gases y espectrometría de masas (GC-MS)

La cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) es una técnica analítica poderosa para identificar y cuantificar compuestos volátiles y semivolátiles en una muestra. En este método, las muestras se volatilizan mediante calentamiento y luego se inyectan en una columna cromatográfica, donde los componentes de la muestra se separan en función de su afinidad por la fase estacionaria y su volatilidad. Las columnas cromatográficas más comunes utilizadas en el análisis por GC-MS son columnas capilares con fases estacionarias de sílice fundida, que permiten una separación muy eficiente de los compuestos.

Una vez que los compuestos son separados en la columna, pasan al espectrómetro de masas, donde son ionizados y fragmentados en iones cargados. El espectrómetro de masas detecta estos iones y genera un espectro de masas o cromatograma, que es un gráfico que muestra los diferentes fragmentos moleculares y su relación masa/carga. Este espectro es característico para cada compuesto y puede compararse con bibliotecas de espectros para identificar los componentes de la muestra. Los resultados del análisis por GC-MS incluyen los tiempos de retención de los compuestos (que indican cuánto tiempo tarda cada componente en salir de la columna) y el cromatograma. Estos resultados se interpretan analizando el patrón de fragmentación en el espectro de masas, comparándolo con bases de datos de espectros conocidos, y utilizando los tiempos de retención para confirmar la identidad de los compuestos. Los análisis cuantitativos también son posibles mediante la comparación de los picos de cromatogramas con patrones de calibración (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015).

En el contexto de las microcápsulas, el análisis por GC-MS es crucial para identificar los compuestos volátiles encapsulados y para monitorear su estabilidad química durante el almacenamiento o bajo diversas condiciones ambientales. Es especialmente útil en la industria alimentaria y farmacéutica, donde la integridad de los ingredientes activos encapsulados es esencial para garantizar su efectividad y seguridad (Nedovic, Kalusevic, & Manojlovic, 2011).

b. Otras técnicas

Además del GC-MS, existen otras técnicas complementarias que se utilizan para la caracterización química de las microcápsulas. La Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) es una técnica analítica que se utiliza para identificar los grupos funcionales presentes en los polímeros encapsulantes y en los ingredientes activos. El FTIR funciona mediante la irradiación de la muestra con luz infrarroja, lo que provoca la vibración de los enlaces moleculares. Cada tipo de enlace molecular absorbe una longitud de onda específica de luz infrarroja, lo que permite identificar los grupos funcionales presentes en la muestra. El espectro de FTIR proporciona una huella digital molecular que es única para cada compuesto, permitiendo la identificación y caracterización de las sustancias (Moreau, Gosselin, & Roques, 2004).

Por otro lado, la Difracción de Rayos X (XRD) es una técnica que se emplea para analizar la estructura cristalina de los materiales encapsulados. El XRD funciona midiendo la forma en que los rayos X se dispersan al interactuar con los cristales de la muestra. El patrón de difracción generado por la interacción de los rayos X con el material proporciona información sobre la disposición atómica y la estructura cristalina de la muestra. Esta técnica es particularmente útil cuando se estudian microcápsulas que contienen ingredientes activos en forma cristalina, ya que permite determinar si el proceso de encapsulación ha alterado la estructura cristalina o si los compuestos han permanecido en su forma original (Moreau, Gosselin, & Roques, 2004).

9. Evaluación de estabilidad y eficiencia de encapsulación

a. Termogravimetría

La termogravimetría (TGA) es una técnica utilizada para estudiar la estabilidad térmica y la descomposición de los materiales bajo condiciones controladas de temperatura. En un análisis TGA, una muestra se somete a un aumento progresivo de la temperatura, generalmente en un entorno controlado, mientras se mide continuamente la pérdida de masa. Este proceso permite evaluar la estabilidad térmica y la resistencia de las microcápsulas a la descomposición.

El equipo utilizado para TGA incluye una balanza de alta precisión que mide el peso de la muestra a lo largo del tiempo mientras se calienta en un horno cerrado. El entorno del horno suele estar controlado, usando gases inertes como nitrógeno o aire, dependiendo del tipo de análisis que se realice. A medida que la muestra se calienta, los componentes volátiles y descomponibles se evaporan o descomponen, lo que resulta en una disminución de la masa, la cual se registra en función de la temperatura (Bourtoom, Phrukraw, & Pothisiri, 2006). Sin embargo, estos análisis se pueden replicar a menor escala mediante el uso de balanzas de humedad, que son dispositivos más sencillos pero efectivos para medir la pérdida de masa bajo condiciones controladas de temperatura. Estas balanzas proporcionan una medida rápida de la humedad o de la pérdida de masa volátil de una muestra al calentarla, y aunque no son tan precisas ni sofisticadas como los equipos de TGA, pueden ser útiles para evaluaciones rápidas de estabilidad térmica en condiciones industriales.

La curva resultante de un análisis TGA muestra cómo la masa de la muestra cambia con el aumento de temperatura. Los puntos clave de esta curva incluyen la temperatura de inicio de

descomposición y la cantidad de pérdida de peso a diferentes temperaturas, lo que proporciona información sobre la estabilidad térmica de los materiales encapsulados. El TGA es crucial en estudios de microcápsulas, ya que permite evaluar si los materiales encapsulantes o los ingredientes activos pueden descomponerse o degradarse bajo condiciones de almacenamiento o procesamiento que impliquen calor (Bourtoom, Phrukraw, & Pothisiri, 2006).

b. Otras técnicas

Además de la TGA, existen otras técnicas complementarias que se utilizan para evaluar la estabilidad y la eficiencia de encapsulación de las microcápsulas. La Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) es una técnica que mide las transiciones térmicas, como la fusión, cristalización y transiciones vítreas de los materiales encapsulados. En un análisis DSC, la muestra y una referencia se someten a un programa controlado de temperatura, y el equipo mide la diferencia en la cantidad de energía requerida para mantener la muestra y la referencia a la misma temperatura. Esta información es útil para determinar las propiedades térmicas de las microcápsulas y evaluar cómo estas propiedades afectan la estabilidad de los ingredientes encapsulados bajo condiciones de almacenamiento y procesamiento (Bourtoom, Phrukraw, & Pothisiri, 2006).

Por otro lado, las Pruebas de Liberación Controlada son esenciales para evaluar cómo los ingredientes activos encapsulados se liberan bajo condiciones simuladas. Estas pruebas suelen realizarse en entornos controlados, donde se recrean las condiciones a las que estarán expuestas las microcápsulas en su aplicación final, como el pH, la temperatura y el tipo de solvente. La cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) es la técnica más comúnmente utilizada para analizar los perfiles de liberación, ya que permite cuantificar con precisión los ingredientes activos liberados de las microcápsulas en función del tiempo, proporcionando una evaluación precisa de la eficiencia de encapsulación y la tasa de liberación (Desai & Park, 2005).

10. Tratamiento estadístico de los datos

El tratamiento estadístico es una parte crucial del análisis de resultados experimentales, ya que permite validar lo obtenido en un experimento y determinar la confiabilidad de los datos. Se pueden realizar diversos análisis estadísticos utilizando software como RStudio y Microsoft Excel, incluyendo pruebas de normalidad, homogeneidad de varianzas, análisis de varianza (ANOVA), pruebas post-hoc, análisis de residuos y análisis de propagación de error.

a. Prueba de Shapiro-Wilk para normalidad

La prueba de Shapiro-Wilk es una de las más utilizadas para evaluar si una muestra de datos sigue una distribución normal, lo cual es un supuesto necesario para muchas técnicas estadísticas. Esta prueba es especialmente adecuada para tamaños de muestra pequeños y medianos, ya que es más sensible que otras pruebas de normalidad, como la prueba de Kolmogórov-Smirnov. Sin embargo, una de sus desventajas es que puede ser demasiado sensible para muestras grandes, lo que significa que incluso pequeñas desviaciones de la normalidad pueden resultar en un rechazo del supuesto de normalidad (Razali & Wah, 2011). Esta prueba puede llegar a ser esencial para determinar el tipo de datos que se está manejando ya que, si los datos no siguen una tendencia de normalidad, se deben realizar pruebas estadísticas completamente diferentes.

b. Prueba de Levene para homogeneidad de varianzas

La prueba de Levene se emplea para verificar si las varianzas entre diferentes grupos de datos son iguales, lo cual es otro supuesto clave en el análisis de varianza (ANOVA). Esta prueba es más robusta frente a desviaciones de la normalidad que otras pruebas, como la de Bartlett, lo que la convierte en una herramienta útil cuando el supuesto de normalidad no se cumple plenamente (Gastwirth, Gel, & Miao, 2009). La prueba de Levene es flexible y puede utilizarse en una amplia gama de situaciones experimentales. Sin embargo, si las varianzas entre los grupos son realmente diferentes, la prueba no proporciona información sobre cuáles grupos presentan varianzas diferentes, así que se deberían realizar pruebas post-hoc adicionales.

c. ANOVA de dos vías

El ANOVA de dos vías o de dos factores es una técnica estadística que permite analizar el efecto de dos variables independientes sobre una variable dependiente, así como la posible interacción entre estas. Esta técnica es ideal cuando se quieren estudiar múltiples factores al mismo tiempo, en lugar de analizar cada factor por separado. El ANOVA de dos vías permite evaluar tanto los efectos principales de cada variable independiente como las interacciones entre ellas, lo cual proporciona una visión más completa del fenómeno estudiado (Montgomery, 2017). El ANOVA de dos vías es ampliamente utilizado en estudios experimentales donde se busca entender cómo diferentes factores influyen en los resultados. Una de sus ventajas es que permite analizar múltiples factores al mismo tiempo, lo cual aumenta la eficiencia del análisis. No obstante, requiere que se cumplan los supuestos de normalidad y homogeneidad de varianzas para que los resultados sean válidos.

d. ANOVA Robusto de dos vías

En situaciones donde los supuestos de normalidad o de homogeneidad de varianzas no se cumplen, se recurre al ANOVA robusto de dos vías. Esta variante del ANOVA es menos sensible a las violaciones de los supuestos estadísticos y permite obtener resultados más fiables cuando se trabaja con datos que presentan varianzas desiguales o distribuciones no normales (Wilcox, 2012). Este análisis es especialmente útil en estudios experimentales donde las condiciones de control pueden no ser perfectas y los datos presentan irregularidades. Una desventaja de este método es que su interpretación puede ser más compleja, y se requieren más precauciones al reportar los resultados, en comparación con el ANOVA tradicional.

e. Prueba Post-Hoc de Tukey

Después de realizar un ANOVA, si se detectan diferencias significativas entre los grupos, se utiliza la prueba post-hoc de Tukey para identificar qué grupos específicos difieren entre sí. La prueba de Tukey es una técnica conservadora que controla adecuadamente el error de tipo I (es decir, la probabilidad de rechazar incorrectamente una hipótesis nula verdadera) al realizar múltiples comparaciones (Abdi & Williams, 2010). La prueba de Tukey es muy eficaz cuando se comparan múltiples grupos de datos, ya que minimiza el riesgo de errores estadísticos. Sin embargo, solo es aplicable cuando los datos han pasado las pruebas de normalidad y homogeneidad de varianzas. En caso de que estos supuestos no se cumplan, se podrían utilizar métodos post-hoc no paramétricos, como la prueba de Dunn.

f. Análisis de residuos

El análisis de residuos es una herramienta que permite verificar la adecuación de los modelos estadísticos empleados, como el ANOVA, evaluando si los residuos (la diferencia entre los valores observados y los predichos por el modelo) cumplen con ciertos supuestos, como la normalidad y la homogeneidad de varianzas. Este análisis es fundamental para detectar problemas en el modelo, como la presencia de valores atípicos o la no linealidad de las relaciones entre las variables (Kutner, Nachtsheim, Neter, & Li, 2005). Una ventaja del análisis de residuos es que puede identificar problemas que no son evidentes en las pruebas de hipótesis estándar. Sin embargo, una desventaja es que, si se detectan problemas en los residuos, puede ser necesario ajustar el modelo o incluso utilizar métodos alternativos, lo que implica más trabajo y una reevaluación de los datos.

g. Análisis de error en los datos experimentales

En cualquier experimento científico, los datos obtenidos están sujetos a incertidumbres derivadas de diversas fuentes, como las mediciones instrumentales o las condiciones experimentales. La propagación de error es una técnica que permite calcular cómo estas incertidumbres individuales se combinan para proporcionar una estimación de la incertidumbre total en los resultados finales (Bevington & Robinson, 2003). El análisis de error se lleva a cabo utilizando las siguientes ecuaciones, según la naturaleza de las operaciones matemáticas involucradas:

Ecuación 7 Propagación de error para sumas y restas

$$S_y = \sqrt{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + \dots}$$

Donde:

S_y = Incertidumbre de la operación

S_n = Incertidumbre de cada dato (1, 2, 3, ...)

(Skoog, *et al*, 2015)

Ecuación 8 Propagación de error para multiplicaciones y divisiones

$$S_y = y * \sqrt{\left(\frac{S_a}{a}\right)^2 + \left(\frac{S_b}{b}\right)^2 + \left(\frac{S_c}{c}\right)^2 \dots}$$

Donde:

S_y = Incertidumbre de la operación

y = Valor del resultado de la operación

a, b, c, \dots = Valor de cada dato

$S_{a,b,c,\dots}$ = Incertidumbre de cada dato (a, b, c, ...)

(Skoog, *et al*, 2015)

V. Antecedentes

La microencapsulación de aceites esenciales es una técnica ampliamente utilizada en industrias como la alimentaria, cosmética y farmacéutica por su capacidad para proteger compuestos volátiles, mejorar la estabilidad frente a factores ambientales como la luz, el oxígeno y la temperatura, y permitir la liberación controlada de sus componentes. Este proceso extiende la vida útil de los aceites esenciales, preserva su actividad biológica y facilita su aplicación en productos que requieren liberación prolongada o en momentos específicos. En este contexto, el aceite esencial de cáscara de naranja se ha destacado por sus propiedades aromáticas, antioxidantes, antimicrobianas y antiinflamatorias, lo que lo hace ideal para productos de limpieza, cosméticos, alimentarios y farmacéuticos (Ikarini *et al.*, 2023).

Uno de los principales retos en el uso de aceites esenciales es su volatilidad, que provoca pérdida rápida de propiedades funcionales. La microencapsulación se presenta como una solución efectiva, ya que protege estos compuestos de la degradación y permite su uso en una mayor variedad de aplicaciones industriales. Métodos como la coacervación compleja y el secado por aspersión han demostrado ser efectivos para incrementar la estabilidad térmica de los aceites esenciales, aumentando su punto de ebullición y reduciendo su volatilidad en condiciones adversas (Zawadzki *et al.*, 2016).

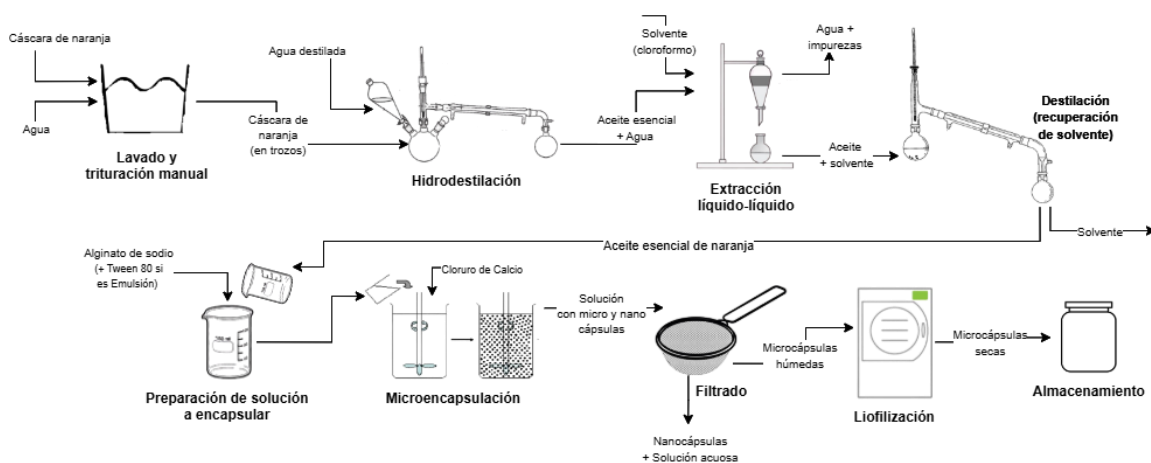
Entre las técnicas más empleadas, la coacervación compleja utiliza polímeros con cargas opuestas, como alginato de sodio y cloruro de calcio, para formar capas protectoras alrededor del aceite esencial. Este método ha logrado una alta eficiencia de encapsulación y una mejora en la estabilidad térmica del aceite esencial de naranja, haciéndolo más adecuado para aplicaciones en condiciones adversas (Rojas-Moreno *et al.*, 2018). Por otro lado, la microemulsión, que emplea la dispersión de gotículas de aceite en una fase acuosa estabilizada por tensioactivos, ha demostrado mayor eficiencia de encapsulación en comparación con la coacervación, alcanzando hasta un 92% y proporcionando un control superior de la liberación de compuestos volátiles, lo que la convierte en una técnica muy prometedora para aplicaciones industriales (Puspita *et al.*, 2020).

El aceite esencial de cáscara de naranja, compuesto principalmente por D-limoneno (95.7%), es altamente volátil y susceptible a la oxidación. Técnicas como la coacervación compleja y la microemulsión han demostrado ser eficaces para proteger este compuesto frente a la degradación causada por factores ambientales, logrando alta eficiencia de encapsulación y liberación controlada. El uso de polímeros como alginato de sodio y quitosano ha mostrado resultados positivos en términos de estabilidad y aplicabilidad en productos de las industrias alimentaria y cosmética (Xiao *et al.*, 2014).

VI. Metodología

Tanto la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja como los procesos relacionados con la microencapsulación se llevaron a cabo a escala de laboratorio utilizando hidrodestilación, seguida de un proceso de extracción líquido-líquido para purificación del aceite. Posteriormente, se evaluaron dos métodos de microencapsulación: coacervación compleja y microemulsión. La Figura 9 presenta el diagrama de flujo del proceso experimental desarrollado en el laboratorio, detallando cada operación unitaria y los equipos utilizados

Figura 9 Diagrama del proceso de extracción de aceite esencial de cáscara de naranja y microencapsulación a escala laboratorio



(Elaboración propia)

A. Extracción de aceite esencial de naranja

1. Hidrodestilación

a. Reactivos

- 300 gramos de cáscara de naranja importada
- 0.25 L de agua destilada

b. Materiales, cristalería y equipo

- Sistema de destilación por arrastre de vapor (Figura 26)
 - 1 matraz redondo de 2 bocas de 1 L
 - 1 matraz redondo de 500 mL
 - 1 condensador
 - 1 ampolla para suministro de agua
 - 2 codos adaptadores del sistema
 - 2 mangueras de goma de 50 cm
 - 1 termómetro de mercurio 0-100°C (con tapón adaptador para matraz)
 - 1 fuente de calor (baño térmico)
 - 1 fuente de refrigeración (hielo)
 - 1 recipiente para baño frío
 - 1 cubeta de 15 L
 - 1 bomba de pecera (para recirculación de agua)
 - 3 soportes universales
 - 3 pinzas para soporte
 - 2 codos sujetadores del sistema

- c. Procedimiento
 - Colocar las cáscaras de naranja en el matraz de destilación y cubrirlas con agua destilada.
 - Montar el sistema de destilación, asegurándose de que el condensador esté conectado correctamente al matraz de destilación.
 - Calentar suavemente el matraz de destilación hasta que el agua comience a hervir y se forme vapor.
 - Continuar calentando durante varias horas para permitir que el vapor de agua arrastre el aceite esencial de las cáscaras de naranja.
 - Condensar el vapor de agua junto con el aceite esencial en el matraz de destilación.

2. Extracción líquido-líquido

a. Reactivos

- Remanente de la primera destilación
- 50 mL de cloroformo

b. Materiales, cristalería y equipo

- 1 sistema de extracción líquido-líquido (Figura 27)
 - 1 ampolla de decantación de 500 mL
 - 1 soporte universal
 - 1 anillo de metal para soporte
 - 1 matraz redondo de 500 mL

c. Procedimiento

- Transferir el contenido del matraz de destilación a una ampolla de decantación.
- Agregar una cantidad adecuada de cloroformo a la ampolla y agitar suavemente para permitir la mezcla del cloroformo con el aceite sin formar emulsiones.
- En caso de formarse una emulsión, agregar una solución de salmuera (sal disuelta en agua) gradualmente y agitar suavemente hasta deshacerse de ella.
- Dejar reposar la mezcla en la ampolla por lo menos 20 minutos para permitir la separación de las fases.
- Recuperar la parte inferior de la ampolla (que contiene el cloroformo y el aceite esencial) en un matraz redondo, y descartar la parte superior de la mezcla separada (fase acuosa)

3. Destilación simple para recuperación de solvente

a. Reactivos

- Remanente de la extracción líquido-líquido (cloroformo y aceite esencial)

b. Materiales, cristalería y equipo

- 1 frasco ámbar de 5 mL
- 1 frasco ámbar de 50 mL
- Sistema de destilación simple (Figura 28) 2 matraces redondos, de 100 y 500 mL

<ul style="list-style-type: none"> ○ 1 condensador ○ 2 codos adaptadores del sistema ○ 2 mangueras de goma de 50 cm ○ 1 termómetro de mercurio 0-100°C (con tapón adaptador para matraz) ○ 1 fuente de calor (baño térmico) ○ 1 fuente de refrigeración (hielo) 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 1 recipiente para baño frío ○ 1 cubeta de 15 L ○ 1 bomba de pecera (para recirculación de agua) ○ 3 soportes universales ○ 3 pinzas para soporte ○ 2 codos sujetadores del sistema
---	---

c. Procedimiento

- Colocar el matraz con la solución recuperada de la extracción en la fuente de calor.
- Calentar gradualmente el matraz para evaporar el cloroformo, dejando el aceite esencial como residuo en el matraz redondo original (500 mL) y el cloroformo en el matraz de recepción (100 mL).
- Colocar el cloroformo y el aceite esencial recuperados en sus envases respectivos para su almacenamiento.

B. Microencapsulación por coacervación compleja

Para una base de 50 gramos de microcápsulas producidas⁷

a. Reactivos

- 58.47 g aceite esencial de cáscara de naranja
- 410 g agua destilada
- 8.22 g alginato de sodio
- 11.51 g cloruro de calcio

b. Materiales, cristalería y equipo

- 3 beakers, de 150, 450 y 600 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 agitador magnético
- 1 estufa para agitación
- 1 varilla de vidrio
- 1 espátula analítica
- 1 balanza analítica
- 1 jeringa con aguja 31G
- 1 colador
- 1 liofilizador

c. Procedimiento

- Pesar el alginato y preparar una solución al 2% (p/v). Dejar el beaker en agitación constante.
- Pesar el aceite esencial y agregar a la mezcla de alginato de sodio. Agitar hasta que se obtenga una mezcla homogénea. Ajustar la viscosidad de la mezcla aceite-alginato según las características deseadas de las microcápsulas.
- Preparar una solución de cloruro de calcio al 1.5% (p/v) y dejar enfriar. Luego, colocarla en una estufa a agitación constante.
- Cargar la jeringa con la mezcla de alginato-aceite esencial y, lentamente, dejar caer gotas en la solución de cloruro de calcio. Repetir hasta acabar la mezcla.
- Dejar caer las microcápsulas suspendidas en la solución sobre un colador para recuperarlas.
- Lavar 3 veces las microcápsulas con agua destilada, para eliminar restos de la solución de cloruro de calcio.
- Colocar en el liofilizador y correr 1 ciclo (12 horas) hasta que se sequen completamente.
- Retirar muestras y envasar en recipientes de vidrio ámbar en un espacio seco y a temperatura ambiente (o en vidrio regular fuera de la luz).

C. Microencapsulación por microemulsión

Para una base de 50 gramos de microcápsulas producidas⁸

a. Reactivos

- 50.25 g aceite esencial de cáscara de naranja
- 825 g agua destilada
- 8.80 g alginato de sodio
- 12.38 g cloruro de calcio
- 6.05 g Tween 80

⁷ Según el balance de masa realizado (ver **Figura 10**)

⁸ Según el balance de masa realizado (ver **Figura 11**)

b. Materiales, cristalería y equipo

- 3 beakers, de 150, 450 y 600 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 agitador magnético
- 1 estufa para agitación
- 1 varilla de vidrio
- 1 espátula analítica
- 1 balanza analítica
- 1 jeringa con aguja 31G
- 1 colador
- 1 liofilizador

c. Procedimiento

- Pesar el alginato y preparar una solución al 2% (p/v). Dejar el beaker en agitación constante.
- Pesar el aceite esencial y agregar a la mezcla de alginato de sodio. Agitar hasta que se obtenga una mezcla homogénea. Ajustar la viscosidad de la mezcla aceite-alginato según las características deseadas de las microcápsulas.
- Preparar una solución de cloruro de calcio al 1.5% (p/v) y dejar enfriar. Luego, colocarla en una estufa a agitación constante.
- Cargar la jeringa con la mezcla de alginato-Tween 80-aceite esencial y, lentamente, dejar caer gotas en la solución de cloruro de calcio. Repetir hasta acabar la mezcla.
- Dejar caer las microcápsulas suspendidas en la solución sobre un colador para recuperarlas.
- Lavar 3 veces las microcápsulas con agua destilada, para eliminar restos de la solución de cloruro de calcio.
- Colocar en el liofilizador y correr 1 ciclo (12 horas) hasta que se sequen completamente.
- Retirar muestras y envasar en recipientes de vidrio ámbar en un espacio seco y a temperatura ambiente (o en vidrio regular fuera de la luz).

D. Análisis granulométrico

Esta metodología se siguió para analizar las muestras de microcápsulas con aceite extraído; las muestras con aceite comercial se analizaron en el laboratorio de aseguramiento de la calidad (CETEC) del Centro de Investigación y Desarrollo (CID) de Cementos Progreso.

a. Reactivos

- Muestra de microcápsulas a analizar

b. Materiales, cristalería y equipo

- 1 tamizadora
- 1 juego de tamices ASTM 20, 30, 45, 60, 80 y 100.
- 1 balanza analítica.
- 1 espátula.
- 1 cronómetro.

c. Procedimiento

- Pesar una muestra representativa de material en la balanza analítica.
- Ensamblar los tamices en orden descendente, de tal forma que el tamiz de mayor número (100) quede al final antes del plato de finos.
- Colocar la muestra en el tamiz superior y encender la tamizadora. Dejar operar por 10-15 minutos
- Apagar la tamizadora y pesar el material retenido en cada tamiz.

E. Análisis de resistencia térmica

a. Reactivos

- Muestra de microcápsulas a analizar

b. Materiales, cristalería y equipo

- 1 balanza de humedad.
- 1 cronómetro
- 1 espátula.

c. Procedimiento

- Encender la balanza de humedad y dejar que se estabilice antes de su uso.
- Colocar una muestra representativa de las microcápsulas en la balanza de humedad.
- Programar la balanza para someter la muestra a 40°C e iniciar el proceso de secado
- Dejar que la balanza registre el % de humedad hasta que el valor se estabilice, siguiendo el criterio de secado A90 (el valor no varía más de 1 mg en un intervalo de 90 segundos).
- Registrar el porcentaje de humedad una vez alcanzada la estabilidad a cada temperatura.
- Repetir el proceso con otras temperaturas (60°C, 80°C, y 100°C).

F. Caracterizaciones

1. Medición de densidad del aceite esencial

a. Reactivos

- Muestra de aceite esencial a analizar

b. Materiales, cristalería y equipo

- 1 probeta de 5 mL.
- 1 balanza analítica.

c. Procedimiento

- Pesar la probeta vacía en la balanza analítica y registrar el peso.
- Llenar la probeta con 5 mL de aceite esencial.
- Pesar nuevamente la probeta con el aceite esencial.
- Calcular la densidad del aceite esencial utilizando la ecuación:

Ecuación 9 Cálculo de la densidad del aceite esencial por método gravimétrico

$$\rho_{AE} = \frac{\text{masa de aceite esencial (g)}}{\text{volumen de aceite esencial (mL)}}$$

2. Medición del índice de refracción del aceite esencial

a. Reactivos

- Muestra de aceite esencial a analizar
- Agua destilada

b. Materiales, cristalería y equipo

- 1 refractómetro ATAGO
- Kimwipes
- 1 pipeta Pasteur (con bulbo)

c. Procedimiento

- Limpiar cuidadosamente la superficie del refractómetro con agua destilada y kimwipe
- Colocar una pequeña gota de la muestra de aceite esencial en el lente del refractómetro
- Cerrar la tapa y confirmar la toma de medición de datos a 25°C
- Leer el índice de refracción en la escala correspondiente y registrar el valor
- Retirar la muestra restante con la pipeta y limpiar el lente. Repetir para cuantas muestras se desee analizar

3. Medición del pH del aceite esencial
 - a. Reactivos
 - Muestra de aceite esencial a analizar
 - b. Materiales, cristalería y equipo
 - Tiras de pH
 - c. Procedimiento
 - Tomar una tira de pH y sumergirla en una pequeña cantidad de aceite esencial.
 - Comparar el cambio de color de la tira con la escala de pH proporcionada.
 - Registrar el valor aproximado del pH del aceite esencial.

4. Medición del valor ácido del aceite esencial
 - a. Reactivos
 - 15 mL solución de NaOH 0.1N
 - Fenolftaleína
 - 50 mL solución de etanol al 99.9%
 - 5 mL aceite esencial a analizar
 - b. Materiales, cristalería y equipo
 - 1 bureta de 50 mL
 - 1 soporte metálico
 - 1 set de pinzas metálicas
 - 1 matraz Erlenmeyer de 125 mL
 - 1 pipeta de 10 mL
 - 1 probeta de 10 mL
 - c. Procedimiento
 - Disolver el aceite esencial en etanol en relación 1:10 aceite-etanol en el Erlenmeyer
 - Agregar 3 gotas de fenolftaleína como indicador
 - Titular con la solución de NaOH hasta alcanzar el punto de viraje (color rosado pálido)
 - Calcular el valor ácido del aceite esencial usando la ecuación:

Ecuación 10 Cálculo del valor ácido del aceite esencial

$$V_{AE} = \frac{mL \text{ de NaOH usado} * 56.1mg/meq}{g \text{ de aceite esencial usados}}$$

5. Análisis de muestras usando GC-MS
 - a. Reactivos
 - Muestra de aceite esencial a analizar
 - Muestra de microcápsulas a analizar
 - 100 mL de solución de etanol al 99.9%
 - b. Materiales, cristalería y equipo
 - 1 equipo de GC-MS.
 - 1 columna DB-WAX.
 - 4 tubos de ensayo de 10 mL
 - 1 pipeta Pasteur con bulbo
 - c. Procedimiento
 - Diluir una muestra de microcápsulas en la solución de etanol y dejar reposar por 5 horas.
 - Tomar una muestra del líquido (etanol con trazas de aceite esencial).
 - Colocar las muestras de etanol-aceite esencial y de aceite esencial puro en tubos de ensayo.
 - Programar el equipo de GC-MS con los parámetros adecuados para la columna DB-WAX.
 - Inyectar las muestras en el sistema GC-MS.
 - Registrar los espectros obtenidos y realizar el análisis correspondiente para identificar los componentes del aceite.

G. Análisis estadísticos

El tratamiento estadístico de los datos se realiza utilizando los programas RStudio y Microsoft Excel. Los análisis se seleccionan en función de los objetivos experimentales y los supuestos requeridos para garantizar la validez de los resultados. Los códigos de los análisis realizados en RStudio se incluyen en la sección de Anexos: Código utilizado.

A continuación, se describen las pruebas aplicadas:

1. Pruebas de normalidad

Aplicar la prueba de Shapiro-Wilk para evaluar si los datos de cada grupo siguen una distribución normal. Esta prueba se selecciona por su sensibilidad y adecuada implementación en RStudio. Reportar los resultados en términos del estadístico W y el valor p , considerando un nivel de significancia de $\alpha=0.05$.

2. Pruebas de homogeneidad de varianzas

Utilizar la prueba de Levene para verificar la homogeneidad de varianzas entre los grupos experimentales. Este análisis se implementa en RStudio y se considera fundamental para validar los supuestos requeridos por el análisis de varianza (ANOVA).

3. Análisis de Varianza (ANOVA)

Realizar un ANOVA de dos factores para evaluar los efectos principales del método de encapsulación y del tipo de aceite, así como su interacción sobre el diámetro equivalente de las microcápsulas. Implementar este análisis en RStudio y reportar los resultados en términos de suma de cuadrados, grados de libertad, valores F , y valores p .

4. Pruebas post-hoc

Al detectar diferencias significativas en el ANOVA, realizar comparaciones múltiples utilizando la prueba post-hoc de Tukey HSD. Este análisis permite identificar las diferencias entre pares específicos de grupos. Implementar la prueba en RStudio y reportar las diferencias medias, los intervalos de confianza (95%) y los valores p ajustados.

5. Análisis de residuos

a. Gráfico de probabilidad Q-Q

Generar un gráfico de probabilidades cuantílicas-cuantílicas (*Q-Q Plot* o gráfico Q-Q) para comparar los cuantiles de los residuos observados con los cuantiles teóricos de una distribución normal. Añadir una línea teórica para identificar posibles desviaciones de la normalidad

b. Histograma de residuos

Visualizar la distribución de los residuos para evaluar su simetría y forma campaniforme, características de una distribución normal.

c. Realizar pruebas de normalidad

Aplicar nuevamente la prueba de Shapiro-Wilk para confirmar estadísticamente la normalidad de los residuos.

6. Propagación de error

- Listar las mediciones realizadas en cada etapa del experimento (por ejemplo: peso, volumen) y las incertidumbres específicas asociadas con cada una, según el instrumento utilizado.

Seleccionar la ecuación de propagación de error adecuada (**Ecuación 7** para sumas y restas y

- **Ecuación 8** para multiplicaciones y divisiones).
- Introducir las mediciones experimentales y sus incertidumbres en una hoja de cálculo de Excel.

VII. Resultados

Cuadro 3 Características del aceite esencial extraído y un aceite comercial, comparadas con valores referenciales

Propiedad	Aceite esencial extraído	Aceite esencial comercial	Valores referenciales (literatura)
Color	Naranja claro - transparente	Naranja intenso	Naranja claro
Densidad	0.8525 g/mL	0.8467 g/mL	0.85 g/mL ⁹ 0.84 g/mL ¹⁰
Índice de Refracción	1.46930	1.41738	1.47 ¹¹ 1.4721 ¹²
pH	5	5	5 - 6 ¹¹
Valor ácido (mg NaOH/g)	7.55	8.02	8.37 ¹¹ 6.96 ¹²

Las pruebas de caracterización de los aceites comercial y extraído fueron realizadas con la metodología desarrollada en la Sección: Caracterizaciones del presente trabajo.

Cuadro 4 Composición química comparativa entre el aceite esencial comercial y el aceite extraído mediante hidrodestilación (expresado en % m/m)

Compuesto	Aceite comercial	Aceite extraído
Limoneno	89.83%	78.62%
α -Pinenos	1.93%	1.63%
β -Mirreno	3.82%	4.31%
1R- α -Pinenos	0.65%	1.40%
Óxido de limoneno	0.13%	1.04%
Decanal	0.14%	0.31%
Otros menores	4.63%	14.04%

Estos resultados fueron obtenidos luego de analizar los cromatogramas de las muestras de aceites esenciales (ver **Figura 47** y **Figura 49**)

Cuadro 5 Rendimiento másico de microencapsulación para cada método utilizado

	Coacervación compleja	Microemulsión
Con AE comercial	69.64%	38.12%
Con AE extraído	66.78%	43.86%

Estos resultados se obtuvieron usando los valores del balance de masa en las figuras 8 y 9 y muestran la efectividad de encapsulación de las materias primas utilizadas.

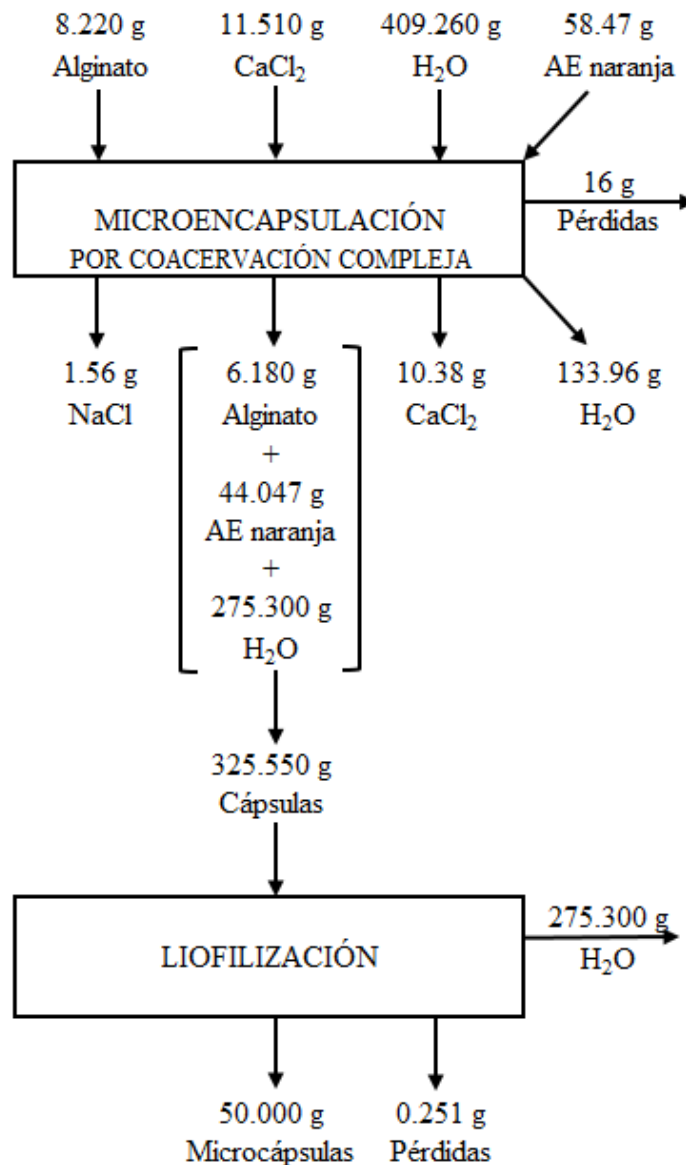
⁹ (Pradhan, Sharma, Bhutia, & Sherpa, 2019)

¹⁰ (Núñez, Bayas-Morejón, Rivelino, & Remache-Agualongo, 2020)

¹¹ (Futri-Harahap, Diningsih, & Silvia, 2022)

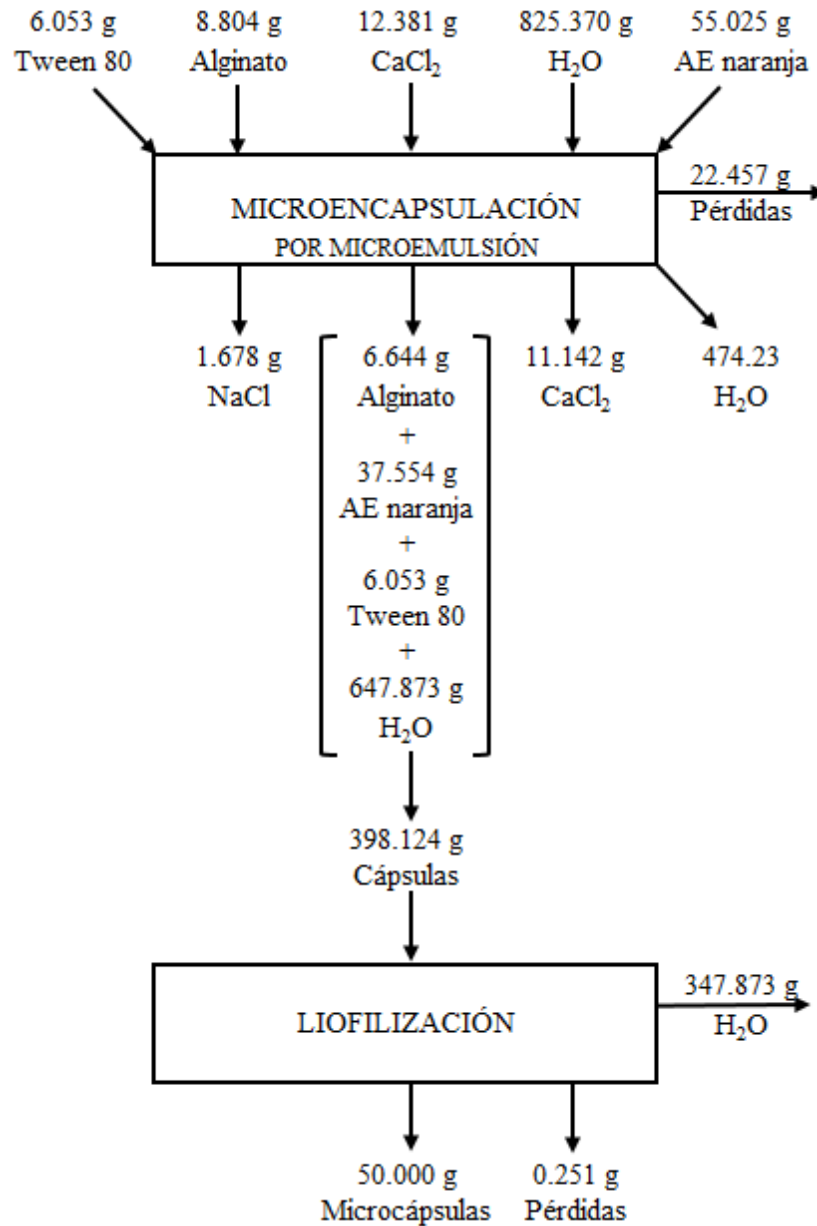
¹² (Etta-Francis, Akpa, & Ehirim, 2022)

Figura 10 Balance de masa para la producción de 1 lote de 50 gramos de microcápsulas por coacervación compleja, con aceite de naranja extraído



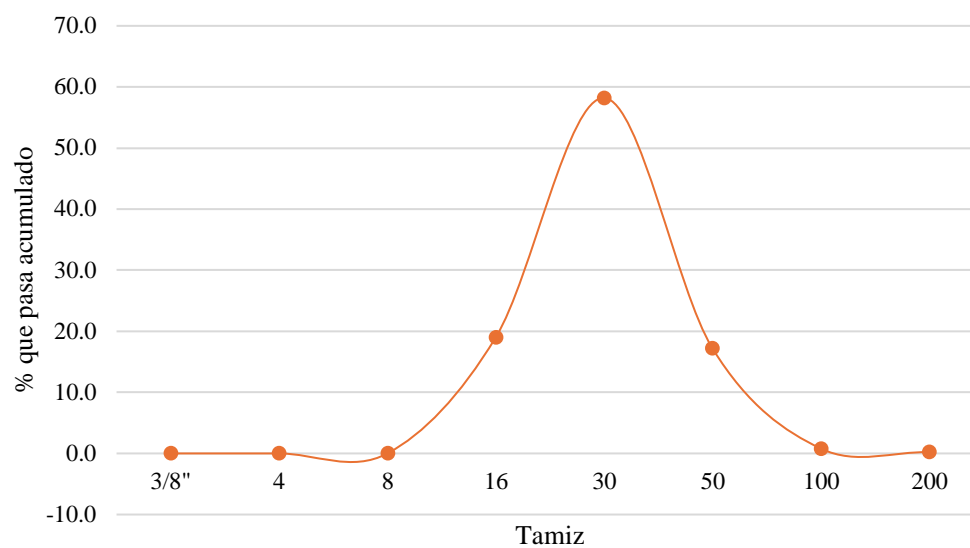
El balance de masa fue realizado asumiendo un lote de microcápsulas de 50 gramos, elaborado a temperatura ambiente de 26°C y a presión atmosférica. Se realizó este escalamiento a partir de los datos obtenidos del balance con los datos originales (ver **Figura 43**). La fase de microencapsulación fue realizada siguiendo la metodología descrita en la Sección B: Microencapsulación por coacervación compleja y tuvo una duración de 8 horas, mientras que la fase de liofilización se dio por 12 horas siguiendo las configuraciones estándar del equipo.

Figura 11 Balance de masa para la producción de 1 lote de 50 gramos de microcápsulas por microemulsión, con aceite de naranja extraído



El balance de masa fue realizado asumiendo un lote de microcápsulas de 50 gramos, elaborado a temperatura ambiente de 26°C y a presión atmosférica. Se realizó este escalamiento a partir de los datos obtenidos del balance con los datos originales (ver **Figura 44**). La fase de microencapsulación fue realizada siguiendo la metodología descrita en la Sección C: Microencapsulación por microemulsión y tuvo una duración de 8 horas, mientras que la fase de liofilización se dio por 12 horas siguiendo las configuraciones estándar del equipo.

Figura 12 Granulometría de microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial *



* Los puntos representan los datos reales, mientras que la línea suavizada tiene un propósito únicamente visual para mostrar la tendencia general. No corresponde a un modelo matemático ni a datos ajustados.

Figura 13 Distribución de tamaño de microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial *

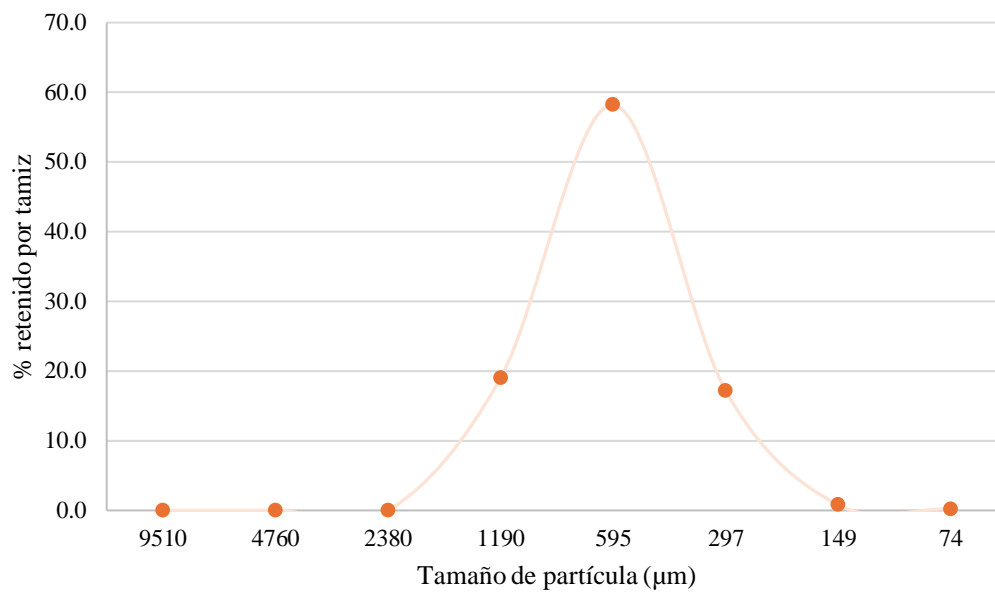
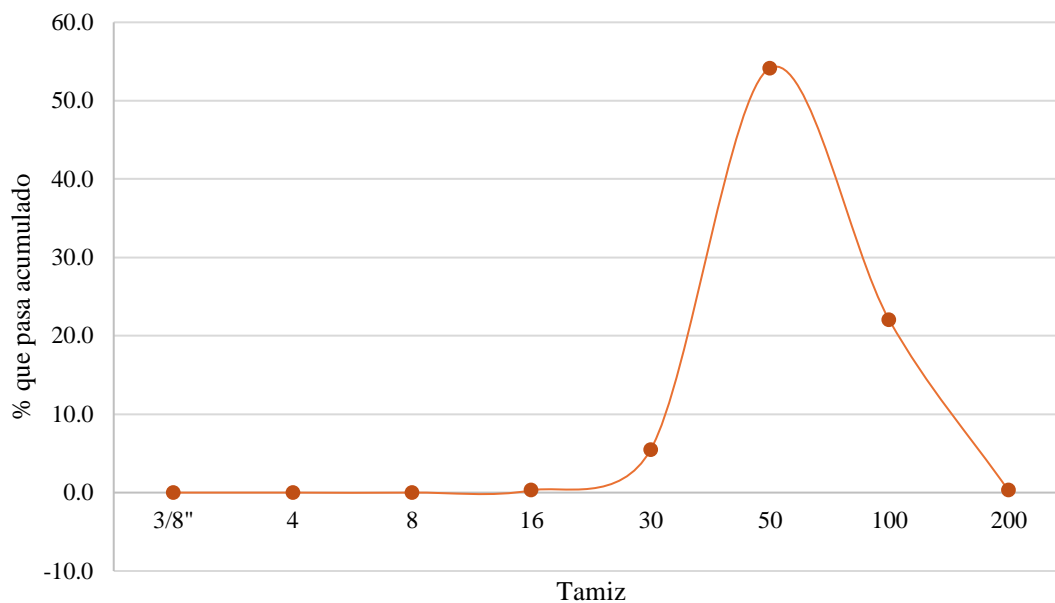


Figura 14 Granulometría de microcápsulas por microemulsión con aceite comercial *



* Los puntos representan los datos reales, mientras que la línea suavizada tiene un propósito únicamente visual para mostrar la tendencia general. No corresponde a un modelo matemático ni a datos ajustados.

Figura 15 Distribución de tamaño de microcápsulas por microemulsión con aceite comercial *

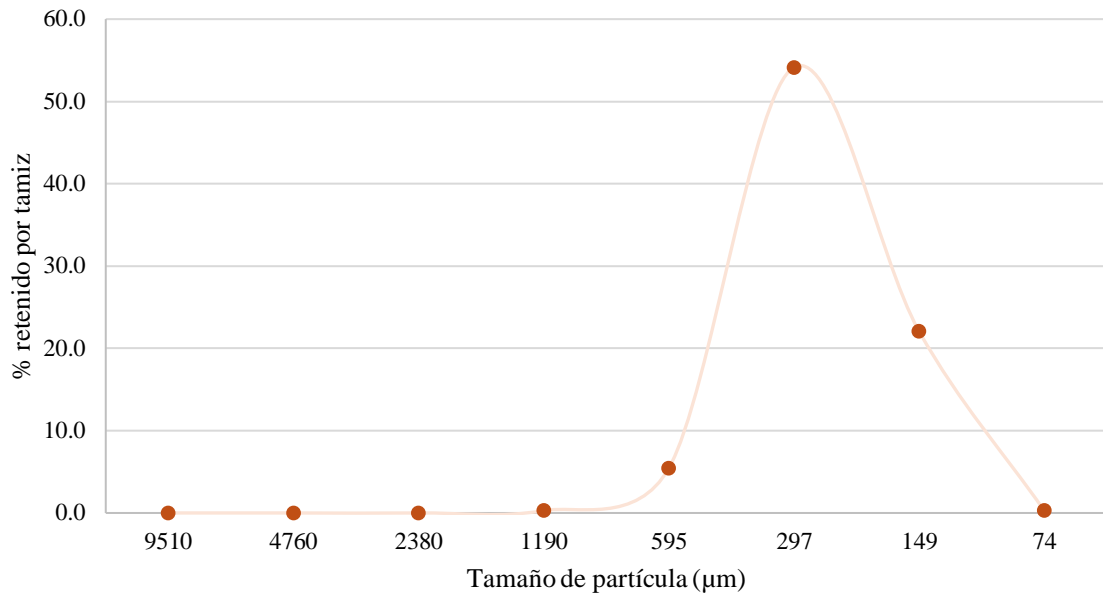
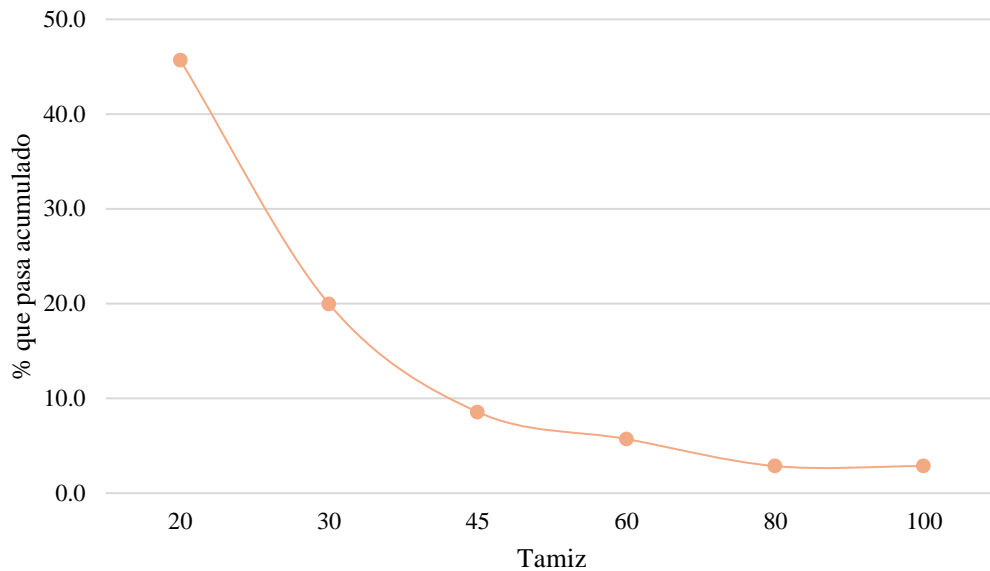


Figura 16 Granulometría de microcápsulas por coacervación compleja con aceite extraído *



*Los puntos representan los datos reales, mientras que la línea suavizada tiene un propósito únicamente visual para mostrar la tendencia general. No corresponde a un modelo matemático ni a datos ajustados.

Figura 17 Distribución de tamaño de microcápsulas por coacervación compleja con aceite extraído *

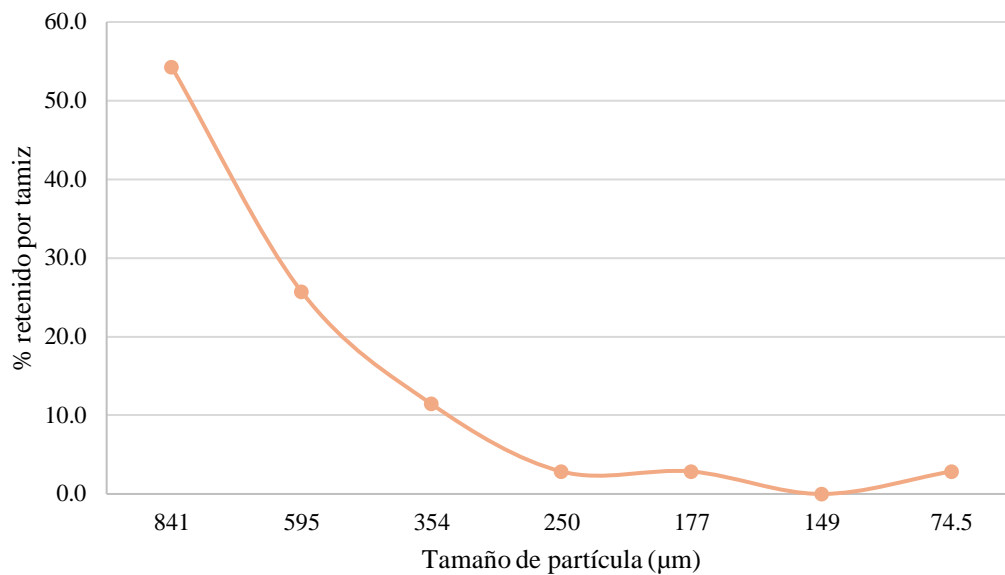
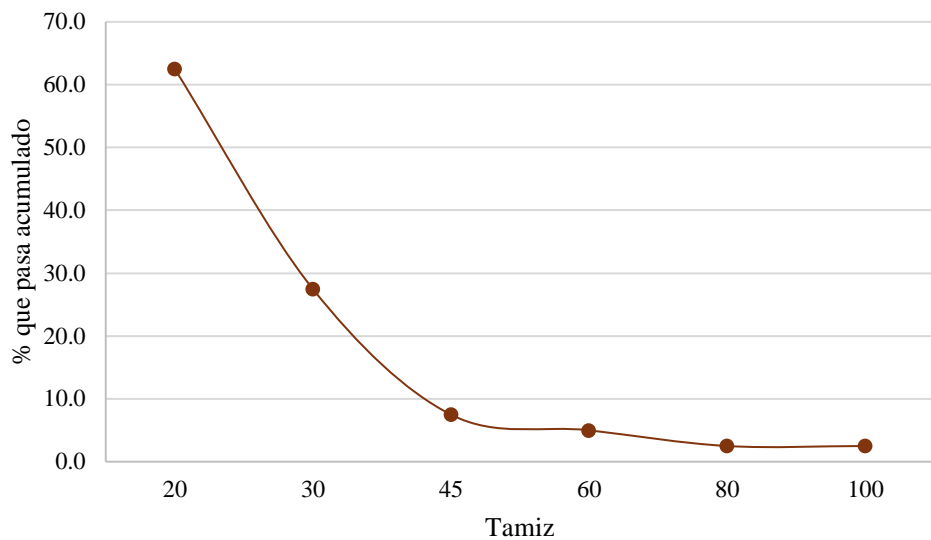


Figura 18 Granulometría de microcápsulas por microemulsión con aceite extraído *



* Los puntos representan los datos reales, mientras que la línea suavizada tiene un propósito únicamente visual para mostrar la tendencia general. No corresponde a un modelo matemático ni a datos ajustados.

Figura 19 Distribución de tamaño de microcápsulas por microemulsión con aceite extraído *

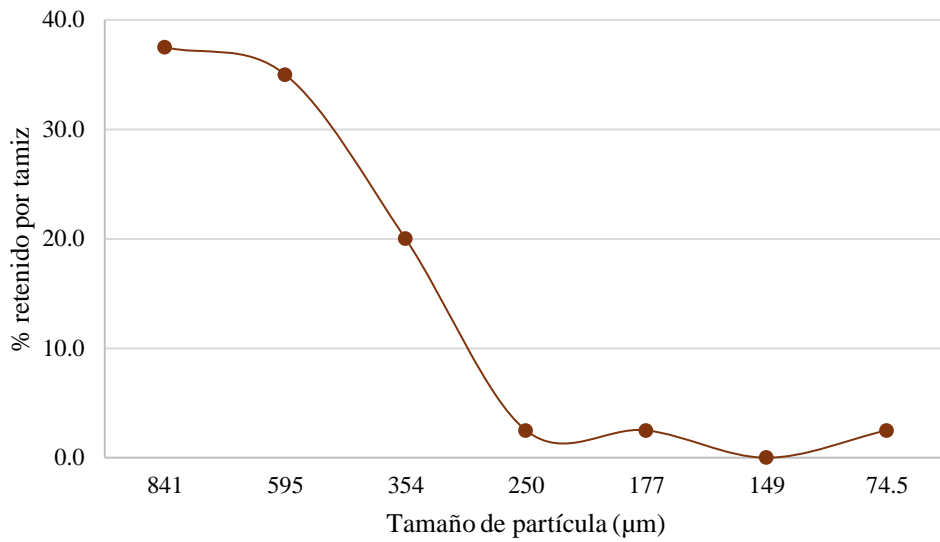
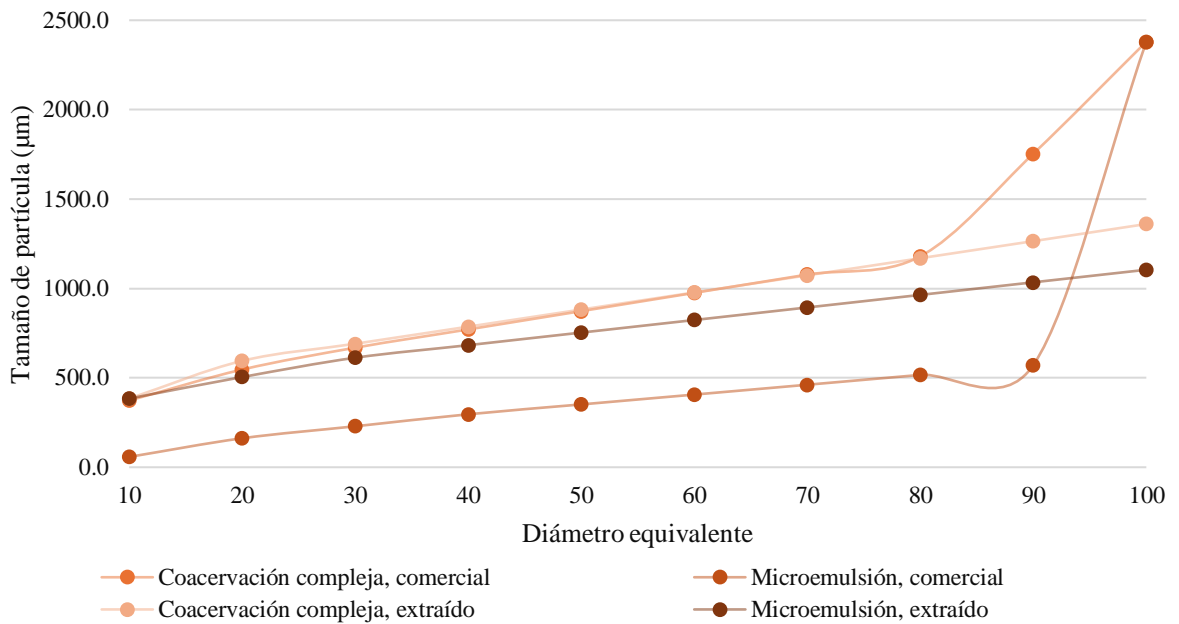


Figura 20 Diámetros equivalentes de cada muestra de microcápsulas *



* Los puntos representan los datos reales, mientras que la línea suavizada tiene un propósito únicamente visual para mostrar la tendencia general. No corresponde a un modelo matemático ni a datos ajustados.

Cuadro 6 Diámetro equivalente D80 para cada método y tipo de aceite

Diámetro equivalente	Aceite comercial		Aceite extraído	
	Coacervación compleja	Microemulsión	Coacervación compleja	Microemulsión
D80	1179.8 μm	516.5 μm	1169.0 μm	964.0 μm

Cuadro 7 Prueba de Normalidad de Shapiro-Wilk para diámetros equivalentes de cada muestra de microcápsulas (por método y tipo de aceite)

Método	Tipo de aceite	Valor W (Valor de Shapiro)	Valor p	Interpretación (distribución)
Coacervación compleja	Comercial	0.9901	0.9970	Normal
	Extraído	0.9362	0.5119	Normal
Microemulsión	Comercial	0.9429	0.5859	Normal
	Extraído	0.9441	0.6000	Normal

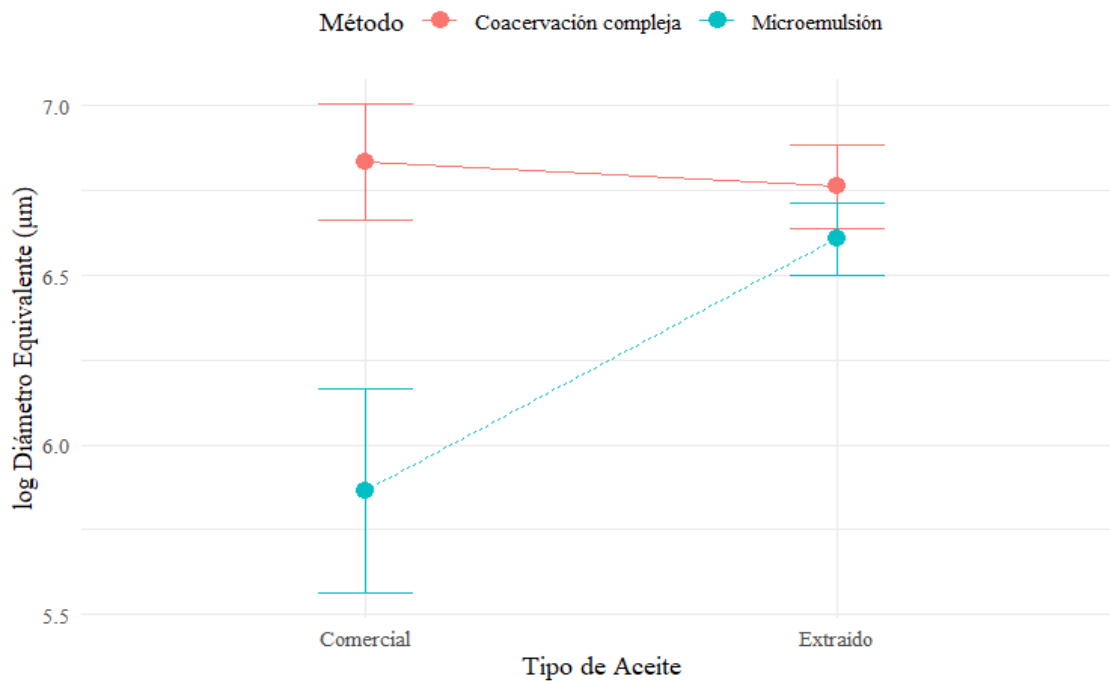
Cuadro 8 Prueba de Homogeneidad de Varianzas de Levene para diámetros equivalentes de cada muestra de microcápsulas (por método y tipo de aceite)

Factor	Valor F	Valor p	Interpretación (varianza)
Método * Aceite	1.7185	0.1805	Varianzas homogéneas

Cuadro 9 Resultados del ANOVA de dos factores para el método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

Factor	Valor F	Valor p	Interpretación (efecto)
Método	8.593	0.00583	Significativo
Aceite	3.064	0.08855	Marginal
Método*Aceite	4.523	0.04037	Significativo

Figura 21 Gráfico de interacción de factores: Método de encapsulación y Tipo de aceite

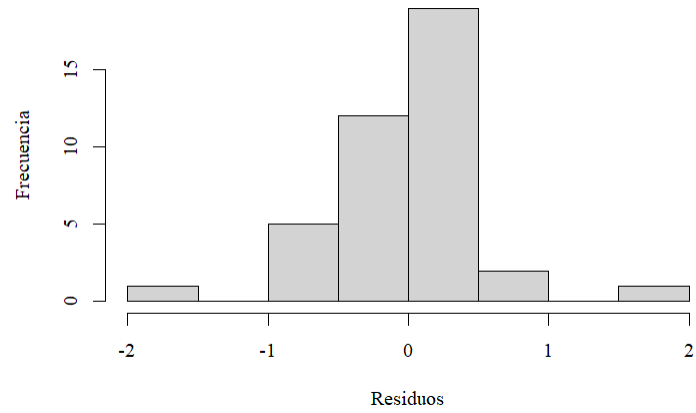


El gráfico de interacción de factores fue realizado en el programa RStudio (ver código en **Anexos: Código utilizado**).

Cuadro 10 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para comparación del método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

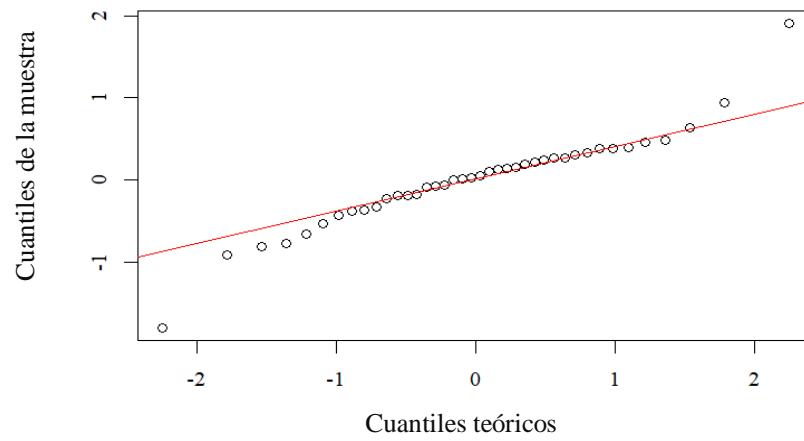
Comparación	Diferencia	Valor p ajustado	Interpretación
Microemulsión vs Coacervación compleja	-0.5615	0.00583	Diferencia significativa
Microemulsión, Aceite comercial vs extraído	-0.2262	0.04472	Diferencia significativa

Figura 22 Histograma de residuos: ANOVA de dos factores



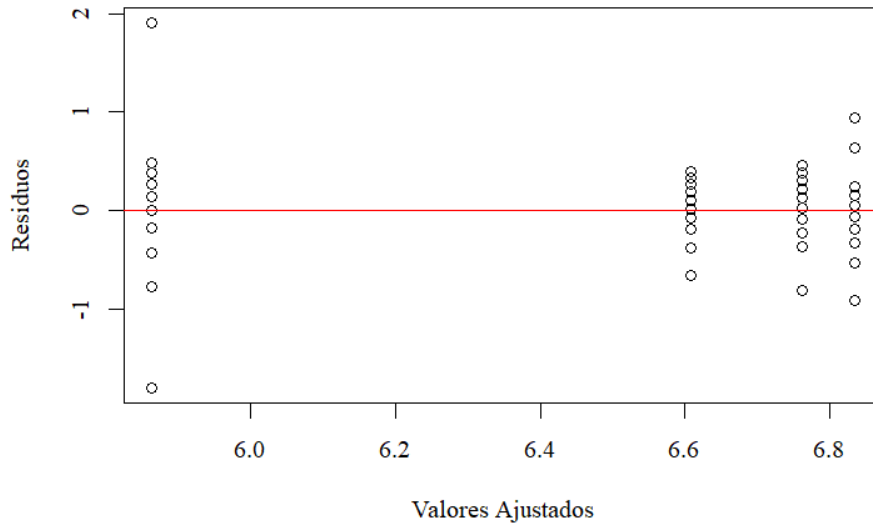
El Histograma fue realizado en el programa RStudio (ver código en **Anexos: Código utilizado**).

Figura 23 Gráfico Q-Q de Residuos ANOVA



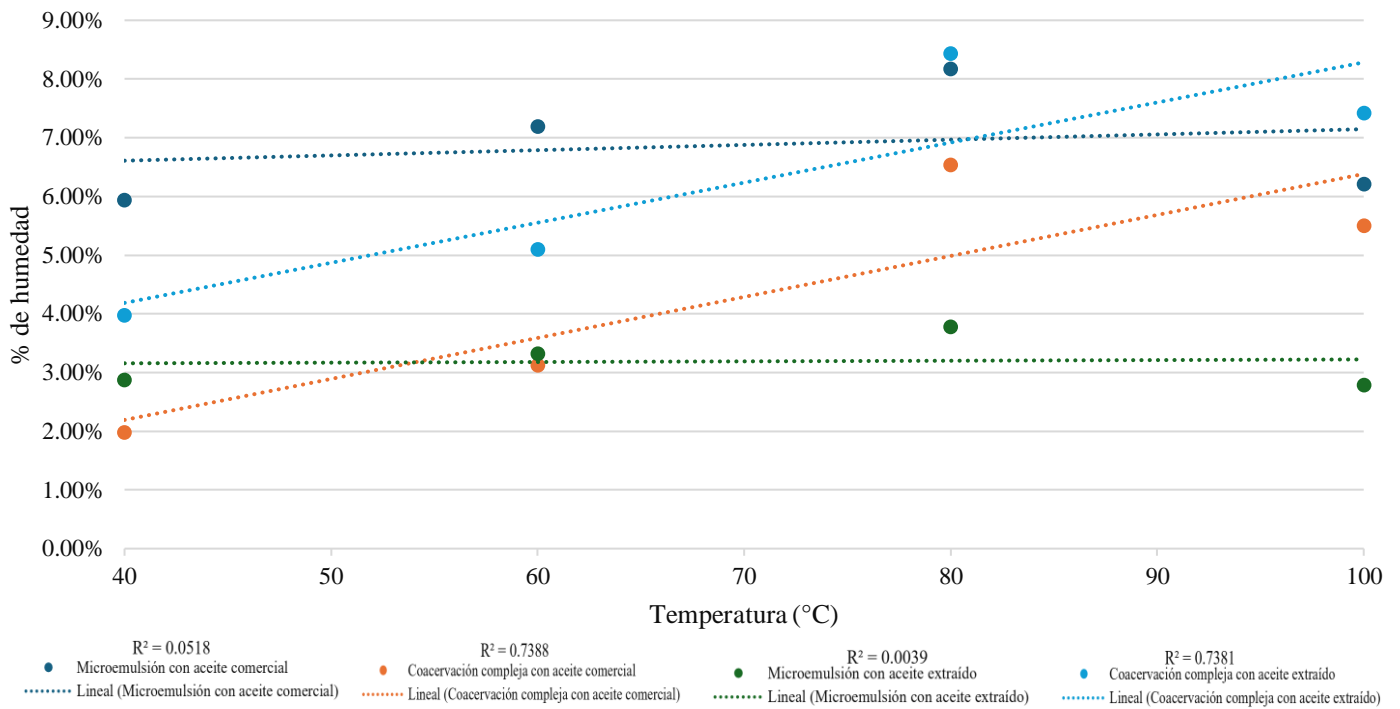
El Gráfico Q-Q fue realizado en el programa RStudio (ver código en **Anexos: Código utilizado**).

Figura 24 Gráfico de residuos vs Valores ajustados



El Gráfico fue realizado en el programa RStudio (ver código en **Anexos: Código utilizado**).

Figura 25 Gráfico de humedad retenida por muestra de microcápsulas a distintas temperaturas con recta de tendencia de ajuste lineal



Cuadro 11 Prueba de Normalidad de Shapiro-Wilk para la humedad retenida por muestra de microcápsula

Factor	W (Valor de Shapiro)	Valor p	Interpretación
Humedad retenida	0.94368	0.3965	Normalidad aceptada

Cuadro 12 Prueba de Homogeneidad de Varianzas de Levene para la humedad retenida por muestra de microcápsula

Factor	Valor F	Valor p	Interpretación
Humedad*Muestra	7.0316	0.00553	Heterogeneidad significativa

Cuadro 13 Resultados del ANOVA Robusto de dos factores para la retención de humedad por método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

Factor	Valor F	Valor p	Interpretación
Método	0.084	0.78	No significativo
Aceite	1.2287	0.299	No significativo
Método * Aceite	12.8869	0.005	Interacción significativa

Cuadro 14 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para la humedad retenida por método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

Comparación	Diferencia	Valor p ajustado	Interpretación
Microemulsión, Comercial vs Extraído	-3.6875	0.0270	Significativo ; el aceite extraído retiene menos humedad que el comercial
Coacervación compleja, Comercial vs Extraído	1.9475	0.3400	No significativo; no hay diferencias significativas entre el aceite comercial y extraído
Aceite comercial, Microemulsión vs Coacervación compleja	2.5900	0.1446	No significativo; no hay diferencias significativas entre los métodos
Aceite extraído, Microemulsión vs Coacervación compleja	-3.0450	0.0736	Marginalmente significativo; la microemulsión retiene menos humedad que la coacervación compleja

Cuadro 15 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite comercial

Grupo	Media de humedad retenida	Valor p	Interpretación
Coacervación compleja	6.02	0.4304	No hay diferencia significativa
Microemulsión	7.19		

Cuadro 16 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite extraído

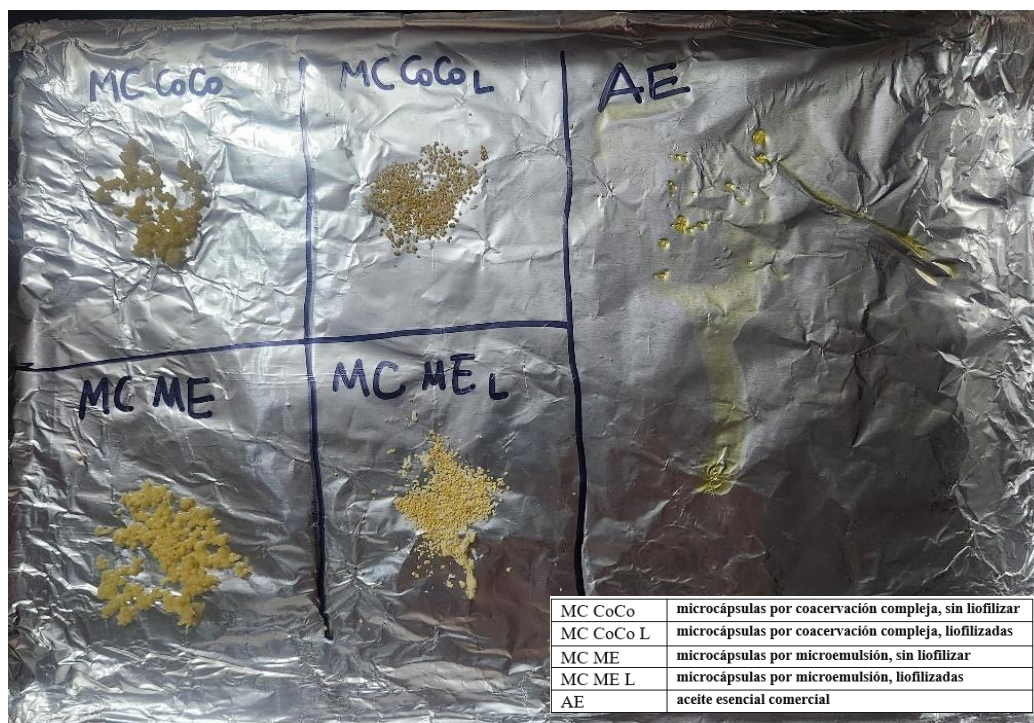
Grupo	Media de humedad retenida	Valor p	Interpretación
Coacervación compleja	6.02	0.0227	Hay diferencia significativa
Microemulsión	7.19		

Cuadro 17 Composición química del aceite liberado en etanol por microcápsulas obtenidas por microemulsión y coacervación compleja (expresado en % m/m)

Compuesto	Microemulsión	Coacervación compleja
Etanol	67.84%	90.76%
D-Limoneno	9.82%	1.70%
1,2-Bencenodicarboxílico	3.82%	1.20%
2-Ciclohexen-1-ona, 2-metil-5-(1-metiletetil)-	5.07%	0.00%
Metanol	0.00%	4.10%
Ciclohexeno, 1-metil-4-(1-metiletetil)-	0.00%	1.70%
Amoniacó	0.00%	3.44%
Otros menores	18.52%	6.34%

Estos resultados fueron obtenidos luego de analizar los cromatogramas de las muestras (ver **Figura 51** y **Figura 53**).

Figura 26 Muestras de microcápsulas y aceite esencial previo a su exposición al calor

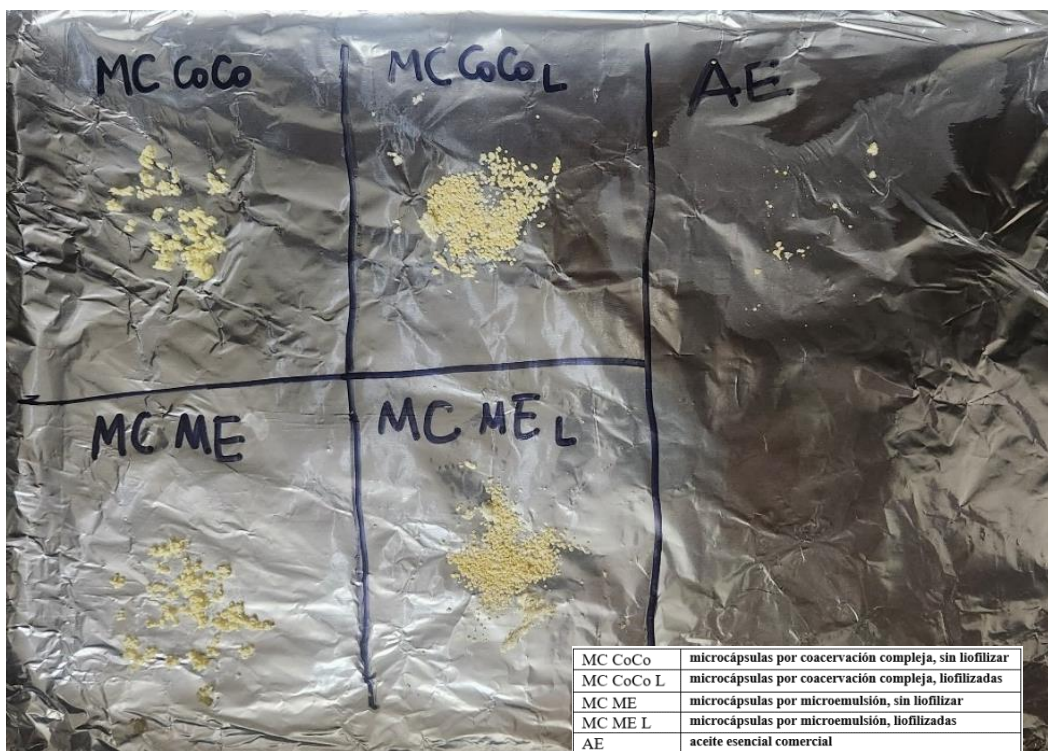


Estas muestras fueron tomadas a temperatura ambiente (27°C), presión casi atmosférica y a una humedad relativa de 76%.

Cuadro 18 Cuadro descriptivo de las muestras de microcápsulas y aceite esencial, previo a su exposición al calor

Muestra	Tamaño	Color	Dispersión
MC CoCo	Microcápsulas grandes, bien definidas.	Amarillo claro uniforme.	Partículas agrupadas, de buen tamaño y con buena cohesión.
MC CoCo L	Polvo bien definido, cohesionado y de tamaño uniforme.	Amarillo claro uniforme.	Partículas finas, bien cohesionadas en una masa uniforme.
MC ME	Microcápsulas pequeñas, bien definidas, con buena estructura y tamaño.	Amarillo claro.	Microcápsulas pequeñas pero agrupadas con buena cohesión, formando una estructura compacta.
MC ME L	Polvo de partículas finas, bien distribuido y cohesionado.	Amarillo claro.	Partículas finas y bien cohesionadas en una masa homogénea.
AE	Gotas de aceite claramente visibles en la superficie del aluminio.	Amarillo intenso y brillante.	Gotas de aceite puras visibles, se mantienen agrupadas en un área concentrada.

Figura 27 Muestras de microcápsulas y aceite esencial posterior a su exposición al calor

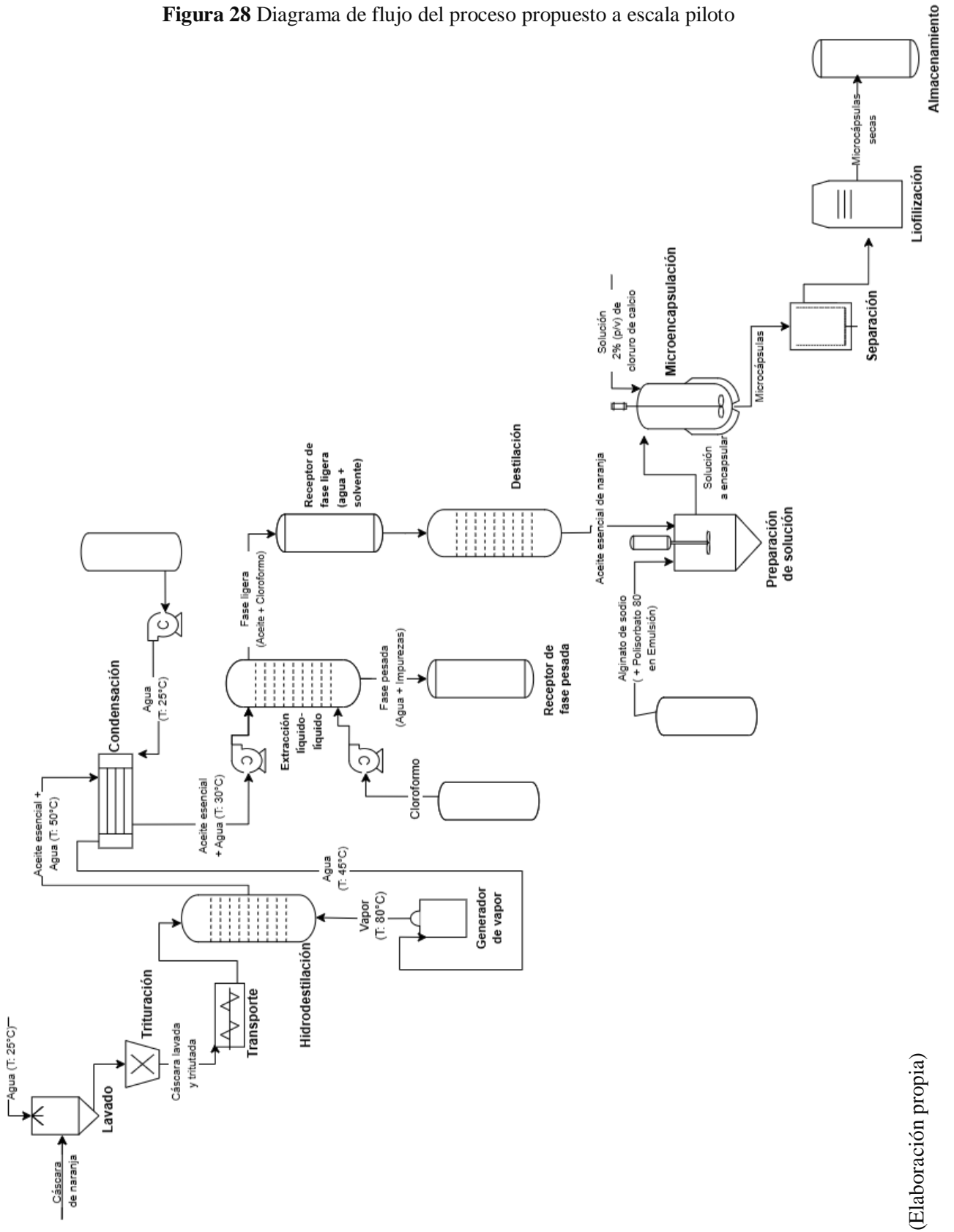


Estas muestras fueron tomadas luego de estar expuestas por 12 horas a 60°C en un horno de convección, a una humedad relativa del 10%.

Cuadro 19 Cuadro descriptivo de las muestras de microcápsulas y aceite esencial, posterior a su exposición al calor

Muestra	Tamaño	Color	Dispersión
MC CoCo	Microcápsulas más pequeñas, con reducción de tamaño.	Más pálido, casi blanquecino.	Partículas más dispersas, con menor cohesión.
MC CoCo L	Reducción en tamaño aparente de las partículas, más fino.	Color pálido, casi blanco.	Partículas más sueltas, dispersas y de menor cohesión.
MC ME	Microcápsulas más pequeñas, desintegradas en mayor proporción.	Color mucho más claro, casi blanco.	Partículas más dispersas, con pérdida de cohesión entre las cápsulas.
MC ME L	Reducción del tamaño de las partículas, se observa más dispersión y finura.	Color más claro, pálido o blanquecino.	Mayor dispersión de las partículas, menor cohesión, estructura menos compacta.
AE	No se observan rastros visibles de aceite; se ha evaporado por completo.	Sin color, sin rastros visibles de aceite.	Sin rastros visibles de aceite.

Figura 28 Diagrama de flujo del proceso propuesto a escala piloto



(Elaboración propia)

VIII. Análisis de resultados

El objetivo de este trabajo fue evaluar la microencapsulación del aceite esencial extraído de la cáscara de naranja, enfocándose en el desarrollo del proceso a nivel de laboratorio, para sus aplicaciones industriales. Las principales etapas de esta investigación incluyeron la extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación, la comparación de dos métodos de microencapsulación (coacervación compleja y microemulsión) y la evaluación de las propiedades del aceite, comparándolas con un aceite esencial de uso comercial para justificar la microencapsulación. Estos pasos permitieron analizar la eficiencia y calidad del proceso, así como su viabilidad industrial.

La hidrodestilación fue seleccionada como método de extracción debido a su simplicidad, eficiencia y bajo costo, aspectos que la convierten en una técnica comúnmente empleada en laboratorios (Boutekedjiret, *et al*, 2003). Si bien el objetivo principal de esta investigación no era optimizar el método de extracción, se consideró su efectividad para maximizar la cantidad de aceite esencial obtenido, dado que este constituye la materia prima fundamental para la microencapsulación. Por ello, se utilizó un equipo de destilación por arrastre de vapor adaptado para operar con agua destilada y cáscara de naranja con alto contenido de humedad, lo que permitió obtener una cantidad significativa de aceite sin un proceso previo de secado.

Para mejorar la pureza del aceite esencial y eliminar impurezas, se llevó a cabo una extracción líquido-líquido con cloroformo, un solvente no polar con alta afinidad por los compuestos aromáticos del aceite (Ney, Felmingham, Bruno, Matthews, & Nichols, 2021). Su mayor densidad en comparación con el agua facilitó la separación de fases, reduciendo la pérdida de compuestos volátiles. Además, su bajo punto de ebullición (~61 °C) permitió su recuperación mediante destilación simple, minimizando el consumo de solvente y evitando la degradación térmica del extracto. Para garantizar la calidad del producto final, se utilizó cloroformo de pureza $\geq 99\%$, asegurando la ausencia de residuos contaminantes. Estudios previos han demostrado que este tipo de extracción no altera la composición química del aceite, pero sí mejora su rendimiento al eliminar compuestos solubles en agua, obteniendo un extracto más concentrado y adecuado para su posterior aplicación (Naidu, *et al*, 2025).

En general, el rendimiento de la extracción fue inferior al 5% por corrida, lo que requirió la realización de varias extracciones para obtener una cantidad adecuada de aceite para su posterior caracterización y microencapsulación. Si bien la eficiencia del proceso de extracción fue limitada, la calidad del aceite esencial obtenido se mantuvo alta, lo que validó la elección del método para el objetivo de esta investigación.

La caracterización del aceite esencial extraído a partir de la cáscara de naranja se enfocó en algunos de los parámetros fisicoquímicos más relevantes para aceites esenciales: color, densidad, índice de refracción, pH y valor ácido. Además, para validar los valores encontrados experimentalmente para un aceite comercial y el aceite extraído propiamente, se compararon esos valores con referencias reportadas en la literatura, como se puede ver en el Cuadro 4.

Una buena caracterización es crucial en este estudio, ya que la calidad y propiedades fisicoquímicas del aceite influyen directamente en el resultado del proceso de microencapsulación al servir de punto de comparación para garantizar que el aceite esencial retenga sus propiedades una vez encapsulado. Además, puede servir para evaluar la viabilidad del producto encapsulado en el mercado.

El color del aceite esencial extraído resultó ser "naranja claro-transparente" (**Figura 34**), opuesto al "naranja intenso" (**Figura 33**) del aceite esencial comercial. Esta diferencia puede deberse a varios factores relacionados con el método de extracción, ya que la hidrodestilación tiende a generar aceites más puros, porque el proceso de arrastre con vapor a menudo minimiza la presencia de ciertos compuestos pesados o impurezas que podrían alterar el color; mientras que, otros métodos de extracción comerciales (como el de prensado en frío o extracción con solventes) involucran procesos más agresivos que favorezcan la concentración de pigmentos naturales o la incorporación de otros compuestos que intensifican el color. Esta variación en el color del aceite también tuvo un impacto directo en la apariencia de las microcápsulas obtenidas, ya que las que contenían aceite comercial presentaron una coloración más fuerte que las que contenían el aceite extraído por hidrodestilación. Esto demuestra la importancia de la selección del método de extracción de aceite, al afectar no solo las propiedades fisicoquímicas del aceite, sino también su comportamiento y apariencia en productos finales, como las microcápsulas.

La densidad del aceite esencial extraído (0.8525 g/mL) está muy cercana a los valores de referencia (0.84-0.85 g/mL) y es ligeramente superior a la del aceite comercial (0.8467 g/mL). Esta diferencia sugiere que el aceite extraído podría contener una mayor proporción de compuestos pesados, lo que podría proporcionar una matriz más densa y estable e influir directamente en la calidad y estabilidad de las microcápsulas y la eficiencia en la liberación controlada de los compuestos volátiles. Otro parámetro descriptivo de un aceite esencial es el índice de refracción. En este caso, el aceite esencial extraído tiene un índice de refracción más alto (1.46930) que el aceite comercial (1.41738), lo que sugiere que el aceite extraído podría ser de mayor pureza o contener más compuestos activos. En la industria, esta propiedad óptica puede ser un indicador de estabilidad, ya que un índice de refracción constante durante un tiempo determinado de análisis puede significar que el aceite esencial es más resistente a la degradación por luz o calor.

Ambos aceites, tanto el extraído como el comercial, presentaron un pH de 5, lo que es ideal para mantener la estabilidad química del aceite esencial durante su procesamiento y almacenamiento. Un pH moderadamente ácido evita la degradación de los compuestos activos del aceite, asegurando que sus propiedades terapéuticas y aromáticas se conserven. En industrias como la cosmética y la alimentaria, este pH es fundamental para evitar reacciones no deseadas con otros ingredientes, manteniendo la efectividad y la calidad del producto final. En el proceso de microencapsulación, un valor de pH en el rango de ácido-neutro es beneficioso para los materiales utilizados (como el alginato de sodio, Tween 80 y cloruro de calcio), ya que ayuda a mantener la integridad de esta matriz gelificada (Gharsallaoui, *et al*, 2007).

El valor ácido de un aceite esencial se asocia directamente a su estabilidad y a la aplicación que se le puede dar. Una menor acidez suele estar asociada con una mayor estabilidad del producto al reducir la probabilidad de reacciones indeseadas, como la oxidación, que podría degradar los compuestos activos del aceite. En la industria cosmética y alimentaria, una menor acidez también es ventajosa porque minimiza el riesgo de irritación o reacciones químicas no deseadas en formulaciones que incluyen otros ingredientes sensibles. En este caso, el aceite extraído fue ligeramente menos ácido que el aceite comercial al tener valores ácidos de 7.55 y 8.02 mg NaOH/g

de aceite, respectivamente. Esta diferencia se puede dar debido a variaciones en los métodos de extracción y las condiciones en las que el equipo realizó.

Adicionalmente a las pruebas fisicoquímicas realizadas, se analizaron las muestras de aceite esencial mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS). Este análisis fue fundamental para conocer la composición química exacta de los aceites esenciales, ya que identifica y cuantifica los compuestos volátiles presentes. Luego de observar los cromatogramas (figuras 46-53, Sección H de Anexos), se pueden ver algunas diferencias entre el aceite esencial comercial y el aceite extraído mediante hidrodestilación. Se sabe que el limoneno es el compuesto mayoritario en el aceite esencial de naranja, y esto fue reflejado en los resultados ya que la concentración de limoneno en el aceite comercial fue del 89.83%, mientras que en el extraído fue del 78.62%. Al comparar estos resultados con los reportados en la literatura (Cuadro 1), se observa que el valor del limoneno en el aceite comercial coincide más con el valor de referencia reportado (95%). En contraste, el aceite extraído mostró una menor concentración de este compuesto clave, pero una proporción relativamente mayor de compuestos secundarios, como α -pineno (1.63%) y β -mircenol (4.31%), lo que puede reducir la pureza del aceite.

Estas variaciones pueden deberse al método de extracción utilizado ya que, comparando la hidrodestilación con otros métodos industriales, este método es menos eficiente en la extracción de altas concentraciones de compuestos volátiles como el limoneno, al tender a arrastrar compuestos no deseados (Chirinos, *et al*, 2019). La presencia de compuestos secundarios puede, en algunos casos, ser beneficiosa, particularmente para aplicaciones que requieren un perfil sensorial más complejo, como la producción de perfumes o productos cosméticos. Sin embargo, no es lo ideal para aplicaciones industriales donde se busca una alta concentración de un compuesto específico, como el limoneno.

Dado que el aceite extraído demostró tener las características similares a un aceite referencial en la literatura y a uno comercial, se procedió a evaluar su microencapsulación. Para ello, se seleccionaron los métodos de coacervación compleja y microemulsión. La coacervación compleja se basa en la formación de una cápsula mediante la separación de fases de polímeros cargados opuestos (en este caso, el alginato de sodio y el cloruro de calcio) que interactúan para formar una red de gel alrededor del aceite (Gharsallaoui, *et al*, 2007). La microemulsión, por otro lado, es un sistema isotrópico de agua y aceite estabilizado por surfactantes como el Tween 80, que permite formar gotas de aceite dispersas en una fase acuosa.

Ambos métodos han sido ampliamente utilizados en la encapsulación de aceites esenciales debido a su capacidad para proteger los compuestos activos y mejorar su estabilidad. El uso de coacervación compleja ha sido documentado ampliamente con enfoque a cápsulas de liberación prolongada de mayor tamaño, incluso específicamente para aceites esenciales de cítricos. Por otro lado, la microemulsión es un método que ha ganado relevancia en la encapsulación de aceites esenciales debido a su capacidad para formar microcápsulas de tamaño más pequeño y más uniformes, características deseables en la industria cosmética y alimentaria. Ambos métodos no difieren en los materiales utilizados, ya que en ambos se puede utilizar alginato de sodio y cloruro de calcio para formar el complejo encapsulante. Sin embargo, la adición de Tween 80 en la microemulsión permite la formación de partículas más pequeñas y uniformes. Estudios recientes han demostrado que la microemulsión con este surfactante es efectiva para encapsular aceites esenciales de cítricos, proporcionando alta eficiencia en la emulsificación y mejor estabilidad frente a la oxidación.

Además de evaluar los parámetros fisicoquímicos y la eficiencia de los métodos de microencapsulación, se consideró relevante analizar la replicabilidad del proceso a nivel industrial mediante la comparación de los diagramas de flujo a escala laboratorio e industrial. Para ello, se desarrollaron diagramas de procesos detallados que incluyeron cada operación unitaria, los equipos involucrados y los flujos de materia y energía. En la Figura 9, se presenta el proceso experimental realizado a nivel de laboratorio, en el cual cada operación se llevó a cabo con equipos de pequeña escala y técnicas manuales. En contraste, la Figura 6 muestra el esquema del proceso industrial comúnmente utilizado para la microencapsulación de aceites esenciales mediante secado por aspersión. Finalmente, en la Figura 28, se propone un modelo de transición que incorpora ciertas mejoras y adaptaciones que permitirían una escalabilidad progresiva del proceso, abordando las principales limitaciones identificadas en la escala de laboratorio.

La comparación de estos diagramas permitió validar la viabilidad del proceso y destacar las diferencias clave entre las condiciones de laboratorio y las prácticas industriales. En la escala de laboratorio (Figura 9), la microencapsulación se realizó a través de un sistema manual con jeringa, lo que limitó el control sobre la formación y el tamaño de las microcápsulas. Asimismo, se empleó la liofilización como método de secado, lo que, si bien permitió obtener un producto con alta estabilidad y conservación de compuestos volátiles, no es un método eficiente para la producción a gran escala debido a su alto consumo energético y largos tiempos de procesamiento. En contraste, el proceso industrial representado en la Figura 6 incorpora un secador por aspersión, un equipo ampliamente utilizado en la microencapsulación industrial debido a su capacidad para atomizar la emulsión y secarla en un solo paso. Esto no solo reduce significativamente el tiempo de procesamiento, sino que también mejora la homogeneidad del tamaño de las partículas y permite una producción continua, en contraste con el proceso por lotes utilizado en el laboratorio.

Otro aspecto relevante es la diferencia en los métodos de extracción del aceite esencial. En la Figura 9, se observa que en el laboratorio se empleó la hidrodestilación como método de extracción, un proceso que, si bien es adecuado para pequeñas escalas, tiene una eficiencia limitada a nivel industrial debido a la degradación térmica de los compuestos volátiles y la baja recuperación de aceite en comparación con otros métodos. En la industria, tal como se muestra en la Figura 6, el prensado en frío es la técnica más utilizada, ya que permite una extracción directa sin necesidad de solventes o calor excesivo, lo que preserva mejor la composición química del aceite y facilita su posterior aplicación en procesos de microencapsulación.

El análisis del proceso piloto (Figura 28) reveló que, aunque ciertas operaciones pueden adaptarse para acercarse a la escala industrial, aún existen limitaciones en términos de equipos y control de procesos. En este modelo intermedio, se propuso el uso de un sistema de agitación más controlado para la emulsificación, en sustitución de la técnica manual utilizada en el laboratorio. Sin embargo, persisten desafíos en cuanto a la eficiencia del secado, ya que la transición desde la liofilización hacia un método más escalable, como el secado por aspersión, requiere ajustes en la formulación de la emulsión y en la estabilidad del producto encapsulado. Además, en este modelo intermedio, se mantiene el prensado en frío como método de extracción, pero con un sistema de purificación del aceite más eficiente para garantizar su compatibilidad con los polímeros encapsulantes.

Desde una perspectiva crítica, la comparación de estos esquemas pone en evidencia cómo las limitaciones de los equipos de laboratorio influyen en la replicabilidad del proceso. Aunque el uso de la liofilización permitió validar la viabilidad de la microencapsulación y asegurar la estabilidad del producto, no representa el método más eficiente para la producción a gran escala. Esto se debe a que los costos operativos asociados con la liofilización, junto con su capacidad limitada de procesamiento por lote, hacen que sea inviable en términos de escalabilidad industrial. Por ello, la

implementación de un secador por aspersión, como se observa en la Figura 6, se presenta como una alternativa óptima para garantizar la continuidad del proceso en la industria, asegurando una encapsulación homogénea y con menores costos operativos.

Finalmente, la evaluación de los diagramas de proceso no solo permitió visualizar la escalabilidad del sistema, sino que también sirvió para identificar los ajustes necesarios para una transición eficiente hacia la producción industrial. La integración de tecnologías más avanzadas y la optimización de las condiciones de operación juegan un papel clave en el desarrollo de procesos eficientes y competitivos para la encapsulación de aceites esenciales a nivel comercial. Sin embargo, es importante considerar que el escalamiento exitoso de un proceso no solo depende de la adaptación de los equipos, sino también de la formulación de los materiales, las condiciones de procesamiento y los parámetros de control de calidad, aspectos que deberán ser abordados en futuras investigaciones para lograr una transición efectiva del laboratorio a la industria. Con el fin de evaluar de manera más objetiva el desempeño de los métodos de microencapsulación estudiados, se definieron tres aspectos clave: eficiencia o rendimiento de encapsulación, tamaño y distribución de las partículas, y resistencia a altas temperaturas. Estos criterios permitieron una comparación detallada entre los procesos realizados a escala laboratorio y las expectativas a nivel industrial, proporcionando un enfoque integral que abarca tanto la calidad del producto final como su potencial de escalabilidad. Además, la evaluación de la resistencia térmica ofreció una visión adicional sobre las ventajas de la microencapsulación frente al uso directo del aceite esencial sin encapsular, destacando la protección de los compuestos volátiles bajo condiciones de temperatura elevadas.

Por otra parte, el rendimiento es uno de los parámetros clave al evaluar la eficiencia de cualquier proceso. En la microencapsulación, este refleja la cantidad de aceite que efectivamente fue encapsulado en comparación con la cantidad total utilizada en el proceso. En este caso, el método de coacervación compleja mostró un rendimiento superior al de microemulsión, con valores de 69.64% y 66.78% para el AE comercial y extraído, respectivamente. Estos rendimientos se encuentran dentro de los rangos reportados en la literatura, donde estudios como el de Gharsallaoui *et al* (2007) y Dong *et al* (2011) reportan rendimientos entre 50% y 70% para la encapsulación de aceites esenciales por coacervación compleja. El rendimiento observado podría estar relacionado con la capacidad del alginato de sodio para formar una red de gel más densa en presencia de cloruro de calcio, lo que facilita la encapsulación de mayores volúmenes de aceite. Además, la coacervación parece ofrecer una mejor retención del aceite dentro de la matriz polimérica, gracias a la mayor cohesión estructural que se genera en este sistema. Esta ventaja es relevante en aplicaciones que buscan maximizar la cantidad de compuesto activo encapsulado, garantizando una liberación sostenida y prolongada de aceite, al tiempo que se minimiza la evaporación o degradación de compuestos volátiles, como se ha reportado en estudios previos (Sousa, *et al*, 2022).

Por otro lado, el método de microemulsión, aunque mostró un rendimiento menor con el AE comercial (38.12%), alcanzó valores más competitivos cuando se utilizó el AE extraído (43.86%). Estos valores también son consistentes con la literatura, donde estudios como los de Moghimipour *et al* (2012) y Anwar & Kunz (2011) reportan rendimientos de microencapsulación en el rango de 30% a 50%. Esto sugiere que las propiedades intrínsecas del aceite, como su composición química y estabilidad, pueden influir en la eficiencia del proceso de microemulsión. El hecho de que el aceite extraído tuviera un rendimiento más alto que el comercial podría estar relacionado con una mejor compatibilidad entre el aceite y el tensioactivo empleado, lo que permitió una emulsificación más eficiente. Estas diferencias podrían deberse a que este proceso es más dependiente de la estabilidad de la emulsión y de

factores como la agitación, la temperatura y las concentraciones de los componentes, lo que lo hace más sensible a las variaciones en las condiciones de operación.

El tamaño y distribución de las muestras se determinó mediante granulometría o análisis granulométrico, que es una técnica fundamental utilizada para determinar la distribución de tamaño de partículas en materiales granulares o polvos, mostrando la proporción y distribución de tamaños presentes en una muestra. Este tipo de análisis es esencial en la industria, ya que un control preciso del tamaño de las partículas puede influir directamente en la eficiencia del producto final en aplicaciones industriales y comerciales. Este método se realizó como alternativa al uso de un estudio de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) o de Dynamic Light Scattering (DLS), que es otro tipo de análisis con alta sensibilidad para determinar tamaño y forma de partículas pequeñas. Sin embargo, debido a la baja densidad y alta ligereza de las microcápsulas, estas no pudieron pasar adecuadamente a través de la cámara de medición, quedándose atascadas en el equipo y, por lo tanto, impidiendo su análisis. Ante la imposibilidad de obtener resultados con este método, se optó por aplicar la granulometría mediante tamices, lo que permitió obtener un valor aproximado del tamaño de las partículas mediante la separación de las microcápsulas en diferentes rangos de tamaño y facilitó el análisis posterior de los datos.

La granulometría por tamizado se basa en la relación entre el tamaño de apertura de los tamices y el diámetro de las partículas. En este sistema, las partículas más grandes quedan retenidas en los tamices superiores (de menor número *mesh* y mayor apertura), mientras que las más pequeñas atraviesan sucesivamente las mallas hasta alcanzar un tamaño de abertura que las detiene o llegan al fondo del sistema. Este procedimiento permitió evaluar la distribución de tamaños en cada una de las muestras analizadas y establecer comparaciones entre los métodos de encapsulación.

No obstante, un aspecto importante del análisis granulométrico es que no proporciona una medida exacta del tamaño de partícula de cada muestra, ya que las partículas se agrupan por rangos de tamaño en los tamices. Para abordar este problema, se utilizaron diámetros equivalentes como una medida de estadística y de comparación, ya que describen el tamaño promedio de las partículas en función de su distribución acumulativa en los tamices. Este enfoque ofrece una representación más precisa que los promedios simples o ponderados, ya que los diámetros equivalentes reflejan la dispersión natural de las partículas en la muestra, evitando la influencia excesiva de valores extremos o atípicos. Además, sirven para comparar distintas muestras ya que se compara un mismo porcentaje representativo para tener un valor válido para las series de datos que se están manejando.

En este caso, el D80 fue seleccionado como el primer punto específico de comparación. Este valor indica el diámetro de partícula por debajo del cual se encuentra el 80% de la muestra. Este valor es de gran utilidad en estudios como este, ya que refleja una porción mayoritaria de la muestra y permite realizar comparaciones más precisas entre los diferentes tratamientos, evitando que valores extremos sesguen los resultados. Al utilizar el D80, se garantiza que el valor es representativo de la mayoría de la muestra, a comparación de utilizar una media aritmética o promedio ponderado. Este enfoque fue clave para comparar las microcápsulas producidas por ambos métodos, así como para diferenciar entre el uso del aceite comercial y extraído.

Para las muestras analizadas, los valores obtenidos para el D80 fueron de 1179.8 μm para las microcápsulas producidas mediante coacervación compleja con aceite comercial (CoCoC), 516.5 μm para las producidas mediante microemulsión con aceite comercial (MEC), 1169.0 μm para las microcápsulas obtenidas con coacervación compleja utilizando aceite extraído (CoCoE) y 893.7 μm para las generadas por microemulsión con aceite extraído (MEE). Estos resultados muestran que las microcápsulas obtenidas mediante coacervación compleja, tanto con aceite comercial como

extraído, presentan diámetros D80 mayores que las microcápsulas producidas por microemulsión, lo que sugiere que este método genera partículas de mayor tamaño.

El análisis de granulometría no solo permite comparar los métodos de encapsulación, sino que también proporciona información valiosa sobre la variabilidad en el tamaño de las microcápsulas según el tipo de aceite empleado. Para evaluar la influencia de estos factores, se realizaron análisis estadísticos con un nivel de significancia del 0.05, lo que garantiza un 95% de confianza en los resultados, evitando errores tipo I: falsos positivos que podrían llevar a conclusiones incorrectas sobre la efectividad de los métodos. Este valor de significancia, propuesto por Fisher en 1925, es un valor comúnmente usado en la investigación científica por su capacidad para equilibrar la detección de efectos reales con la prevención de errores.

Para garantizar la normalidad de los datos previo a cualquier otro análisis estadístico, se aplicó la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk a los diámetros equivalentes de las partículas de las cuatro muestras que se obtuvieron. Sin embargo, inicialmente se detectó que uno de los conjuntos de datos, específicamente el de microemulsión con aceite comercial (MEC), no seguía una distribución normal. Para resolver este problema y asegurar un tratamiento homogéneo de todos los datos, se decidió aplicar una transformación logarítmica a los cuatro conjuntos de datos (CoCoC, MEC, CoCoE y MEE). Tras esta transformación, se volvió a realizar la prueba de Shapiro-Wilk, y los resultados mostraron valores de p de 0.997, 0.5859, 0.5119 y 0.6000, respectivamente (Cuadro 6). Esto indica que, tras la transformación logarítmica, todos los conjuntos de datos siguen una distribución normal. Esto permitió validar el uso posterior de técnicas paramétricas para evaluar los datos.

La segunda prueba estadística realizada fue la prueba de Levene. Esta prueba se utilizó para verificar si las varianzas entre los diferentes grupos (método de encapsulación y tipo de aceite) eran homogéneas. En este estudio, el valor p obtenido fue de 0.1805, lo que, al ser mayor que el nivel de significancia de 0.05, indica que no hay diferencias significativas en las varianzas entre los grupos. Esto garantiza que las varianzas son homogéneas y, por lo tanto, que los resultados de las pruebas realizadas con esos datos son fiables.

Posteriormente, se seleccionó la prueba de ANOVA de dos factores para evaluar el efecto del método de encapsulación y el tipo de aceite sobre el tamaño de las microcápsulas de forma individual, así como la interacción entre ambos factores. Los resultados indicaron que el método de encapsulación tiene un efecto significativo sobre el tamaño de las microcápsulas ($p=0.00583$), lo que demuestra que las microcápsulas producidas por coacervación compleja y microemulsión difieren significativamente en tamaño. El tipo de aceite también mostró un efecto marginalmente significativo ($p=0.08855$), lo que sugiere que, aunque el aceite extraído y el comercial afectan el tamaño de las microcápsulas, este efecto no es tan pronunciado como el del método de encapsulación. Además, se encontró una interacción significativa entre el método de encapsulación y el tipo de aceite ($p=0.04037$), lo que indica que el impacto del método de encapsulación varía en función del aceite utilizado, como fue visto en el método de microemulsión que produjo microcápsulas más grandes cuando se utilizó aceite extraído en comparación con aceite comercial.

La influencia de cada factor en los tamaños de partícula se puede observar en la Figura 21. El gráfico de interacción permite visualizar de manera clara cómo el método de encapsulación y el tipo de aceite afectan conjuntamente el tamaño de las microcápsulas. Las líneas azul y roja del gráfico representan los métodos de microemulsión (ME) y coacervación compleja (CoCo), respectivamente, mostrando cómo el método de microemulsión mostró una mayor sensibilidad al tipo de aceite utilizado, generando microcápsulas de mayor tamaño cuando se utilizó aceite

extraído, mientras que el método de coacervación compleja mantuvo un tamaño más estable, independientemente del tipo de aceite. Estos hallazgos son cruciales para aplicaciones industriales donde se busca ajustar el tamaño de las microcápsulas según las características del aceite y los requisitos del proceso de encapsulación.

Después de realizar el ANOVA y encontrar diferencias significativas, se aplicó la prueba post-hoc de Tukey HSD para comparar pares de grupos y determinar específicamente dónde se encontraban esas diferencias. Esta prueba es crucial cuando se realizan múltiples comparaciones, ya que ajusta los valores p , reduciendo el riesgo de obtener resultados falsamente significativos y asegurando que las diferencias encontradas sean verdaderamente relevantes. Los resultados de la prueba mostraron diferencias significativas entre los métodos de encapsulación ($p=0.00583$), confirmando que este parámetro influye de manera significativa en el tamaño de las microcápsulas. Además, se identificaron diferencias significativas entre el método de microemulsión con aceite extraído y con aceite comercial ($p=0.04472$), lo que sugiere que, aunque el método de microemulsión tiende a generar microcápsulas más pequeñas, el tipo de aceite utilizado puede influir de manera importante en el tamaño final de las partículas.

Por último, después de realizar las pruebas de ANOVA y Tukey HSD, se llevó a cabo el análisis de residuos para verificar si se cumplían los supuestos del modelo estadístico. El análisis de residuos es indispensable en cualquier estudio estadístico que aplique ANOVA, ya que garantiza que las diferencias observadas entre los grupos son confiables y que los supuestos fundamentales del modelo (normalidad, homogeneidad de varianzas e independencia de los errores) se cumplen adecuadamente. Este análisis evalúa cómo se distribuyen los residuos (las diferencias entre los valores observados y los valores predichos) y permite identificar problemas como la heterocedasticidad, la no linealidad o violaciones en la normalidad, los cuales pueden sesgar la interpretación de los resultados. Si estos supuestos no se verifican correctamente, los resultados de las pruebas ANOVA y Tukey pueden no ser válidos, aunque el valor p indique significancia estadística.

En este estudio, la Figura 21 o modelo QQ, mostró que los residuos seguían una distribución aproximadamente normal, y el gráfico de residuos vs valores ajustados (Figura 22) no mostró indicios de heterocedasticidad, lo que confirma que las varianzas eran homogéneas y que los residuos se distribuyeron de manera aleatoria. Estos resultados indican que los supuestos del modelo ANOVA se cumplen adecuadamente, validando aún más los resultados obtenidos de las pruebas ANOVA y Tukey HSD. Por lo tanto, se puede concluir con confianza que las diferencias observadas entre los métodos de encapsulación y los tipos de aceite en el tamaño de las microcápsulas son estadísticamente significativas y representativas, permitiendo hacer interpretaciones válidas de los datos.

La diferencia en la distribución de tamaños está directamente relacionada con los principios de cada método de encapsulación. La coacervación compleja se basa en la interacción entre alginato de sodio y cloruro de calcio, formando una matriz de gel más estructurada que encapsula el aceite esencial, lo que da lugar a microcápsulas de mayor tamaño y mayor dispersión. En cambio, la microemulsión emplea un sistema estabilizado por Tween 80, que reduce la tensión interfacial y permite una mayor dispersión del aceite en la fase acuosa, generando gotas más pequeñas que posteriormente resultan en microcápsulas de menor diámetro.

Las propiedades fisicoquímicas de los aceites esenciales utilizados en el proceso de encapsulación también juegan un papel crucial en la forma y tamaño de las microcápsulas. Factores como la densidad, el pH y el valor ácido del aceite influyen en la interacción entre el aceite y los agentes encapsulantes, afectando la estabilidad y tamaño de las partículas. En este estudio, se

observó que el aceite con mayor densidad tiende a generar microcápsulas más pequeñas y uniformes, posiblemente gracias a una mayor interacción molecular durante el proceso de encapsulación.

Como último punto de comparación entre ambos métodos y tipos de aceite, se realizaron pruebas de estabilidad térmica de las microcápsulas mediante el monitoreo del cambio en el porcentaje de humedad bajo distintos rangos de temperatura. Aunque no se contó con un equipo especializado como un termogravimétrico (TGA) para realizar un análisis formal, el enfoque adoptado proporcionó información relevante sobre la resistencia térmica de las microcápsulas y del aceite esencial de naranja encapsulado. Este tipo de evaluación es importante para aplicaciones industriales donde las temperaturas fluctúan considerablemente durante el procesamiento, almacenamiento o uso del producto, como ocurre en las industrias alimentaria y cosmética donde el aceite encapsulado a menudo se somete a procesos térmicos como la pasteurización o la cocción. La estabilidad térmica del aceite esencial es clave para evitar la degradación de compuestos volátiles, como los responsables del aroma, sabor o las propiedades antioxidantes.

Los resultados gráficos mostraron que el cambio en el porcentaje de humedad varió dependiendo tanto del método de encapsulación como del tipo de aceite utilizado. Se sugiere que las pérdidas de masa registradas en el rango de 40 a 60°C son predominantemente debidas a la evaporación del agua contenida en las microcápsulas, mientras que las pérdidas observadas a temperaturas más elevadas (60 a 100°C) se atribuyen a una combinación de la evaporación del agua remanente y del aceite esencial encapsulado. Esta suposición se basa en la conocida resistencia al calor de los materiales utilizados en el recubrimiento que son reconocidos industrialmente por sus propiedades de formación de películas de gel y por su estabilización térmica (Gharsallaoui *et al*, 2007; Moghimipour *et al*, 2012). Esto podría implicar que el aceite se comienza a volatilizar en el rango superior, aunque se desconoce en qué proporción ocurre esta pérdida conjunta de agua y aceite, lo que demuestra la importancia de realizar futuros análisis de composición química. Se recomienda complementar este análisis con técnicas como la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), que ayudan a comprender mejor el comportamiento del aceite encapsulado bajo diferentes condiciones térmicas.

Respecto a la resistencia térmica de ambos métodos, la Figura 23 muestra que las microcápsulas obtenidas mediante el método de coacervación compleja presentan un cambio más notable en el contenido de humedad en función de la temperatura. Además, con coeficientes de determinación R^2 de 0.7388 para el aceite comercial y 0.7381 para el aceite extraído, se puede decir que las microcápsulas generadas mediante coacervación tienen una mayor susceptibilidad a la pérdida de humedad conforme la temperatura aumenta. Este fenómeno podría deberse a la mayor sensibilidad del gel de alginato de sodio y cloruro de calcio, que forma las microcápsulas, frente a las condiciones térmicas elevadas. La mayor pérdida de humedad observada podría estar relacionada con la ruptura parcial de la matriz encapsulante, lo cual compromete la capacidad de las cápsulas para retener tanto el agua como el aceite encapsulado.

Por otro lado, las microcápsulas formadas mediante el método de microemulsión muestran una relación mucho más débil entre el porcentaje de humedad y la temperatura, con valores de R^2 de 0.0039 para el aceite comercial y de 0.0518 para el aceite extraído. Estos resultados sugieren que el método de microemulsión proporciona una mayor estabilidad térmica en comparación con el método de coacervación compleja, por lo que podrían ser más adecuadas para aplicaciones en las que se esperan temperaturas fluctuantes o elevadas. La mayor

estabilidad observada podría explicarse por la interacción del aceite con el surfactante, que facilita una retención más efectiva de la humedad incluso a temperaturas más altas.

Para el análisis estadístico de estos datos, primero se realizó la prueba de Shapiro-Wilk para evaluar la normalidad de cada conjunto de datos (Cuadro 10) para los resultados detallados) y la prueba de Levene (ver Cuadro 11) para el resultado e interpretación) para verificar la homogeneidad de varianzas. Estos análisis son cruciales porque la ANOVA estándar asume que los datos siguen una distribución normal y que las varianzas entre los grupos son homogéneas (Montgomery, 2019). Sin embargo, en este caso, las pruebas indicaron que los datos no cumplían completamente con estos supuestos ya que no contaban con una varianza homogénea, lo que llevó a la necesidad de aplicar un ANOVA robusto de dos vías.

El ANOVA robusto de dos vías es una variación del análisis de varianza tradicional que permite analizar datos incluso cuando no se cumplen las suposiciones estándar de homogeneidad de varianzas o normalidad. Este análisis fue fundamental para evaluar de manera fiable los efectos del método de encapsulación y del tipo de aceite sobre las propiedades de las microcápsulas, incluyendo el porcentaje de humedad y el comportamiento térmico. Los resultados mostraron que el método de encapsulación tenía un efecto significativo, con un valor p de 0.00583, indicando diferencias estadísticas entre la coacervación compleja y la microemulsión. Además, se identificó una interacción significativa entre el método y el tipo de aceite ($p=0.04037$), lo que sugiere que el aceite, ya sea comercial o extraído, influye en la efectividad y estabilidad térmica de las microcápsulas, especialmente en el rango de temperaturas evaluado. Este hallazgo resalta la importancia de considerar tanto el método de encapsulación como el tipo de aceite para optimizar la eficiencia y las propiedades funcionales de las microcápsulas, como la estabilidad térmica.

En el análisis de comportamiento térmico, el aceite extraído mostró una mayor retención de humedad en el método de microemulsión en comparación con el aceite comercial, lo que sugiere que las propiedades fisicoquímicas del aceite extraído (como la densidad y viscosidad) podrían haber mejorado su compatibilidad con el surfactante (Tween 80) utilizado en este método. Estas observaciones se correlacionan con los resultados del análisis post-hoc de Tukey, que mostró diferencias significativas entre estos grupos evaluados, reforzando la idea de que tanto el método de encapsulación como el tipo de aceite son factores clave en la eficiencia y comportamiento de las microcápsulas.

Además de los análisis de ANOVA robusto, los resultados también fueron reforzados mediante las pruebas T-Student, que permitieron realizar comparaciones directas entre los métodos de encapsulación en función del tipo de aceite utilizado. En el caso de las muestras que utilizaron aceite comercial, la prueba T no mostró diferencias estadísticamente significativas en el porcentaje de humedad entre las microcápsulas obtenidas mediante microemulsión y coacervación compleja, con un valor p de 0.4304 y un valor t de -1.0546. Esto sugiere que ambos métodos de encapsulación produjeron microcápsulas con una capacidad de retención de humedad similar cuando se utilizó aceite comercial, lo cual coincide con los resultados del ANOVA robusto, que no mostró un efecto significativo del tipo de aceite en este caso.

Por otro lado, para las muestras que utilizaron aceite extraído, los resultados de la prueba T fueron significativamente diferentes. Con un valor p de 0.02267 y un valor t de 6.5356, se confirmó que la microemulsión con aceite extraído produjo microcápsulas con una capacidad de retención de humedad significativamente inferior a la obtenida mediante coacervación compleja. Estos resultados confirman la influencia del tipo de aceite en el método de encapsulación y refuerza las conclusiones del ANOVA robusto, que mostró una interacción significativa entre el tipo de aceite y el método de encapsulación.

Estos resultados son importantes para destacar las diferencias puntuales entre los métodos de encapsulación dependiendo del tipo de aceite utilizado. Mientras que con el aceite comercial ambos métodos mostraron un rendimiento comparable, el uso de aceite extraído provocó una divergencia significativa en el comportamiento de las microcápsulas. Esto es particularmente relevante para aplicaciones donde la retención de humedad es un factor crítico, ya que el método de coacervación compleja podría ser preferido en condiciones donde se requiera mayor estabilidad frente a la volatilización de compuestos a altas temperaturas.

Además de los análisis cuantitativos realizados por termogravimetría, se decidió evaluar el impacto del calor en la apariencia física de las microcápsulas mediante una evaluación cualitativa. Se tomaron muestras de las microcápsulas obtenidas con aceite esencial extraído por ambos métodos de encapsulación tanto antes como después de ser liofilizadas, y una muestra del aceite esencial de naranja puro. Se observó el cambio en las muestras antes y después de ser sometidas a una temperatura constante de 60°C durante 12 horas en un horno de convección (Figura 26 vs Figura 27). Los factores considerados en esta evaluación incluyeron tamaño, color y dispersión.

En cuanto al tamaño, las microcápsulas mostraron una reducción visible tras la aplicación de calor, lo que sugiere una posible desintegración de la matriz encapsulante y la liberación del aceite esencial. Esto fue más evidente en las microcápsulas generadas por microemulsión, donde la reducción del tamaño fue más pronunciada. Por otro lado, el color de las microcápsulas antes de la exposición térmica era predominantemente naranja-amarillento, lo que reflejaba la presencia de aceite esencial de naranja dentro de la matriz encapsulante. Tras el tratamiento térmico, todas las muestras presentaron un cambio de color hacia tonos más pálidos o blanquecinos. Este cambio de color puede estar relacionado con la evaporación parcial del aceite esencial encapsulado o la oxidación de algunos de sus compuestos volátiles o aromáticos responsables del color y del aroma, lo que explica el aclaramiento observado.

En términos de dispersión, las microcápsulas antes del tratamiento térmico tenían una buena cohesión, con partículas agrupadas y bien definidas. Sin embargo, tras la exposición al calor, las microcápsulas parecían más dispersas y menos cohesionadas, lo que sugiere que la estructura de la cápsula se debilitó. La posible evaporación del aceite dentro de las cápsulas y la descomposición de la matriz encapsulante podrían haber provocado la dispersión de las partículas. El comportamiento del aceite esencial puro (AE) también confirmó su alta volatilidad, ya que, tras la exposición al calor, se observó una evaporación completa del aceite, sin rastros visibles en la superficie. Este resultado destaca la importancia de encapsular los aceites esenciales para protegerlos de la evaporación y oxidación bajo condiciones de calor, especialmente en aplicaciones industriales donde las temperaturas pueden fluctuar (Sousa, *et al*, 2022).

Las diferencias en el comportamiento de todas las muestras de microcápsulas pueden atribuirse a la diferente organización estructural de cada tipo de microcápsula. En el caso de la coacervación compleja, la formación de una red polimérica más densa alrededor del aceite facilita la retención de compuestos volátiles, pero también la hace más susceptible a la deshidratación cuando se somete a temperaturas moderadas. Por otro lado, en la microemulsión, la presencia de Tween 80 y la formación de partículas más pequeñas permiten una mejor retención de humedad y una menor volatilización del aceite a temperaturas elevadas. Estudios previos han demostrado que los sistemas de encapsulación basados en emulsiones tienden a exhibir una mayor resistencia térmica debido a la distribución homogénea del aceite en la matriz encapsulante, reduciendo la exposición de los compuestos activos a las condiciones externas (Bakry, *et al*, 2016).

Finalmente, para complementar los análisis térmicos y evaluar la estabilidad del compuesto encapsulado, se realizó un análisis por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) sobre la solución remanente tras la inmersión de las microcápsulas en etanol al 99.9% durante 5 horas. Se seleccionó este análisis para identificar los compuestos liberados en el etanol, caracterizar la composición del aceite esencial y evaluar su comportamiento tras el proceso de microencapsulación. El etanol fue elegido medio de disolución debido a su capacidad para volatilizarse fácilmente y porque sus señales en el cromatograma son fáciles de distinguir, lo que permite identificar con precisión los compuestos liberados de las microcápsulas, como el limoneno.

Los resultados obtenidos confirmaron que ambos métodos de encapsulación lograron conservar los compuestos clave del aceite esencial. En este caso, el porcentaje de área del limoneno en los cromatogramas puede interpretarse como un indicador aproximado de la cantidad total de aceite liberado en el etanol, dado que el limoneno es el compuesto predominante en el aceite esencial de naranja. En la muestra encapsulada por microemulsión, el limoneno representó el 9.82% de la composición en el etanol, lo que sugiere una liberación más eficiente del aceite esencial encapsulado. En cambio, en la muestra encapsulada por coacervación compleja, el limoneno alcanzó un porcentaje del 1.70%, indicando una mayor retención del aceite esencial dentro de las microcápsulas.

Con base a los resultados estadísticos proporcionados por todos los análisis y la experimentación realizada, se pueden identificar tendencias importantes sobre las características funcionales de las microcápsulas y cómo estas características impactan su potencial aplicación industrial. Para empezar, el tamaño de las microcápsulas es un factor clave que influye directamente en su funcionalidad, afectando aspectos como la velocidad de liberación del contenido, la estabilidad del compuesto encapsulado, su absorción en el organismo y su integración en diferentes productos. La elección del tamaño óptimo depende de los requerimientos específicos de cada aplicación y del producto final. En este caso, los D80 obtenidos (entre 57.8 y 2380 μm) se encuentran dentro de los rangos habituales utilizados en sectores como el alimentario, farmacéutico y cosmético, donde el control del tamaño de partícula es crucial para garantizar el rendimiento y la eficacia del producto.

En la industria alimentaria, las microcápsulas de menor tamaño, entre 50 y 500 μm , se utilizan principalmente en productos como bebidas y suplementos. Por otro lado, las microcápsulas de mayor tamaño, de hasta 2000 μm , se aplican en productos de confitería. En el sector farmacéutico, las microcápsulas más pequeñas (50-500 μm) optimizan la biodisponibilidad de compuestos activos como el limoneno, favoreciendo una absorción rápida. Adicionalmente, las microcápsulas de mayor tamaño se emplean en productos antimicrobianos o antiinflamatorios al tener un efecto terapéutico de liberación prolongada. Por último, en la industria cosmética, las microcápsulas de aceite esencial de naranja con tamaños más pequeños son incorporadas en perfumes de larga duración y cremas para el cuidado de la piel, porque permiten una liberación más controlada y prolongada de los componentes volátiles.

Los resultados también demuestran que la coacervación compleja genera microcápsulas más densas y robustas, lo que permite una retención más efectiva de los compuestos volátiles y una liberación gradual del aceite encapsulado, haciéndola ideal para aplicaciones que requieren una liberación controlada y prolongada, como en la industria farmacéutica o cosmética. En contraste, la microemulsión, con su estructura más porosa y pequeña, facilita una liberación más rápida y completa del aceite, lo que la hace más adecuada para productos donde se necesita una entrega inmediata de los compuestos, como en fragancias o alimentos (Dong, *et al*, 2011). La menor cantidad de aceite liberado en el etanol por la coacervación también sugiere una mayor estabilidad

frente a solventes, reforzando su idoneidad en aplicaciones que buscan proteger los compuestos activos durante un tiempo prolongado.

Luego de realizar todos los análisis previamente mencionados y de evaluar el rendimiento de las microcápsulas, se tiene información suficiente para determinar la mejor aplicación de estas muestras en la industria. En general, las microcápsulas elaboradas con alginato de sodio y cloruro de calcio son comúnmente utilizadas en la industria de alimentos debido a la seguridad alimentaria de ambos componentes, que están aprobados para su uso como agentes encapsulantes (Qin, Jiang, Zhao, Zhang, & Wang, 2018). Adicionalmente, se puede decir que la coacervación compleja es ideal para estas aplicaciones debido a su capacidad para obtener cápsulas de un tamaño en específico y de mejorar la estabilidad de los productos sin alterar sus propiedades organolépticas. No obstante, para que las microcápsulas obtenidas sean destinadas a esta industria, la experimentación se debe realizar en condiciones establecidas y reguladas según los estándares de producción en la industria de alimentos, lo cual no fue el caso para esta experimentación. Si se desea evaluar la aplicabilidad de las microcápsulas en productos alimenticios, se sugiere realizar las pruebas con el equipo de laboratorio e instrumentaria personal requeridos para este tipo de muestras.

Sin embargo, en el caso de las microcápsulas obtenidas por microemulsión, el uso de Tween 80 o polisorbato 80 plantea ciertas restricciones en la industria alimentaria. Si bien este es un surfactante aprobado para su uso en pequeñas concentraciones en alimentos, la microemulsión es más frecuentemente utilizada en la industria cosmética y farmacéutica. El polisorbato 80 es ampliamente utilizado en productos tópicos, cremas, emulsiones y medicamentos por su capacidad para estabilizar emulsiones y permitir una mejor dispersión de compuestos activos. Por lo tanto, las microcápsulas elaboradas por este método tienen un potencial mayor para aplicaciones en productos cosméticos, como en fragancias, cremas hidratantes o productos para el cuidado del cabello.

Otro aspecto importante que considerar en el proceso de elaboración de microcápsulas, tanto a nivel industrial como a escala laboratorio, es el tratamiento y aprovechamiento de los residuos generados en el proceso, ya que está directamente relacionado con la sostenibilidad y eficiencia del sistema propuesto. En particular, la producción de microcápsulas a partir de aceites esenciales no solo genera subproductos en la etapa de extracción del aceite (hidrodestilación), sino que también puede producir pérdidas de insumos encapsulantes y reactivos en las distintas etapas del proceso. La adecuada gestión y valorización de estos residuos no solo reduce el impacto ambiental del proceso, sino que también contribuye a optimizar costos de producción y maximizar la eficiencia de los materiales utilizados.

Tras la extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación, la cáscara de naranja residual aún contiene una proporción significativa de pectinas, flavonoides, celulosa y lignina, lo que la convierte en un subproducto con diversas aplicaciones industriales. La recuperación y reutilización de estos compuestos permiten minimizar el desperdicio y aprovechar los residuos en sectores como la industria alimentaria y energética. Uno de los usos más relevantes es la extracción de pectinas, polisacáridos ampliamente en la industria de alimentos y de compuestos bioactivos (Fernández-López, *et al.*, 2009). Se ha reportado que el rendimiento de extracción de pectinas a partir de cáscara de naranja puede alcanzar valores de hasta 20-30% en peso seco, dependiendo de las condiciones de extracción (Yousuf, *et al.*, 2018). Además, los residuos contienen flavonoides con propiedades antioxidantes y antimicrobianas, los cuales pueden ser utilizados en suplementos funcionales y conservantes naturales, contribuyendo a la valorización de los subproductos cítricos (Suri, Singh, & Nema, 2022).

Otra alternativa viable es el uso de estos residuos en la producción de biogás y biomasa para generación de energía. La digestión anaerobia de cáscaras de naranja permite la conversión de los azúcares y fibras residuales en metano (CH_4) con un rendimiento de hasta 250-300 mL de CH_4/g de sólidos volátiles, posicionándola como una fuente atractiva para la producción de biogás (Rosas-Mendoza, *et al.*, 2020). Adicionalmente, su poder calorífico hace que la biomasa de cáscara de naranja pueda ser utilizada en sistemas de cogeneración energética, proporcionando una fuente de combustible renovable para procesos industriales (Taghizadeh-Alisarai, Hosseini, Ghobadian, & Motevali, 2017).

Además de los residuos de materia prima, el proceso de microencapsulación genera pérdidas en forma de exceso de biopolímeros encapsulantes y sales de reticulación. En el caso de la encapsulación con alginato de sodio, parte del material encapsulante no se incorpora completamente en las microcápsulas, mientras que el cloruro de calcio (CaCl_2) utilizado para la gelificación puede generar soluciones residuales que requieren un tratamiento posterior.

Para reducir estos desperdicios, se han desarrollado estrategias de recuperación y reutilización de biopolímeros y sales, las cuales pueden integrarse en procesos de producción a gran escala. Se ha reportado que la recirculación del agua de lavado en la reticulación con CaCl_2 permite reutilizar esta sal sin afectar la calidad estructural de las microcápsulas obtenidas (Dubey, Shami, & Rao, 2009). De manera similar, el biopolímero residual puede ser filtrado y reincorporado en nuevos lotes de producción, reduciendo el consumo de materia prima y mejorando la eficiencia del proceso de encapsulación.

En resumen, los resultados obtenidos sobre los aceites y las microcápsulas elaboradas proporcionaron información valiosa para evaluar la efectividad de los métodos de microencapsulación estudiados. La coacervación compleja demostró ser un método eficiente para encapsular una mayor cantidad de aceite esencial de naranja, mientras que la microemulsión destacó por generar microcápsulas más pequeñas y uniformes. Esto influye directamente en la aplicación del aceite encapsulado, donde la coacervación se recomienda para aplicaciones que requieren una liberación más lenta y controlada, mientras que la microemulsión puede ser preferida cuando se necesita una liberación rápida o mayor homogeneidad en el tamaño de las partículas encapsuladas. La selección de uno u otro método depende en gran medida de las características específicas deseadas en el producto final y de la aplicación industrial prevista. Además, se observó que el tipo de aceite influye en el rendimiento y las propiedades fisicoquímicas del producto final, con el aceite extraído mostrando un comportamiento diferente al comercial en varios análisis. Estos hallazgos sugieren que la elección del método de encapsulación y del tipo de aceite dependerá de las necesidades específicas de la aplicación industrial, ya sea para maximizar el rendimiento de encapsulación, controlar el tamaño de las partículas o asegurar una liberación prolongada del aceite encapsulado. Se espera que los resultados presentados en este estudio sienten las bases para futuras investigaciones y escalabilidad en procesos industriales.

IX. Conclusiones

- La hidrodestilación de la cáscara de naranja resultó en un aceite esencial con una densidad de 0.8525 g/mL, índice de refracción de 1.46930 y pH de 5, parámetros que coinciden con los valores reportados en la literatura para aceites esenciales comerciales. Adicionalmente, el análisis por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) mostró que la concentración de limoneno en el aceite extraído fue del 78.62%, en comparación con el 89.83% del aceite comercial que, a pesar de diferir, respalda la calidad del aceite junto con el perfil de compuestos volátiles detectados.
- El método de coacervación compleja alcanzó un rendimiento de encapsulación superior al de microemulsión, con valores de 69.64% y 66.78% para el aceite comercial y extraído, respectivamente. Las microemulsiones, por su parte, generaron microcápsulas más pequeñas y uniformes, con un D80 de 516.5 μm (aceite comercial) y 964.0 μm (aceite extraído), frente a los valores de D80 mayores para coacervación (1179.8 μm y 1169.0 μm , respectivamente para cada aceite). Las pruebas estadísticas, incluyendo el ANOVA de dos factores, mostraron que tanto el método de encapsulación como el tipo de aceite influyen significativamente en el tamaño de las microcápsulas.
- Los análisis térmicos mostraron que las microcápsulas de coacervación compleja con aceite extraído experimentaron una mayor pérdida de humedad a temperaturas de hasta 60°C en comparación con las de microemulsión, que mostraron mayor estabilidad térmica. Además, el análisis descriptivo mostró que las microcápsulas de coacervación mantuvieron mejor su estructura física tras el proceso, mientras que las de microemulsión presentaron una mayor disgregación. El análisis GC-MS del aceite liberado en etanol indicó que el método de coacervación retuvo una mayor cantidad de compuestos volátiles clave, como el limoneno, con una liberación del 1.70%, frente al 9.82% en las microcápsulas obtenidas por microemulsión.
- Las microcápsulas obtenidas por coacervación compleja son adecuadas para aplicaciones en la industria alimentaria debido a su rendimiento y capacidad de retención a la estabilidad de los compuestos encapsulados y el uso de materiales seguros para consumo. Por otro lado, las microcápsulas producidas mediante microemulsión son apropiadas para industrias cosméticas y farmacéuticas, gracias a su capacidad de liberar compuestos volátiles en mayor cantidad, además de su estabilidad térmica y uniformidad.

X. Recomendaciones

- Evaluar la microencapsulación de otros compuestos activos con distintos tipos de recubrimiento, siguiendo la metodología propuesta, para aplicarla en distintos sistemas microencapsulados.
- Comparar los procesos de microencapsulación utilizando un secador por aspersión (spray dryer) para replicar el estudio a escala de planta piloto y elaborar un modelo que permita su escalabilidad a nivel industrial.
- Evaluar cómo diferentes concentraciones de Tween 80 afectan la distribución de tamaño de partícula y la estabilidad de las microcápsulas en sistemas de microemulsión.
- Estudiar el efecto de la velocidad de agitación sobre la morfología y eficiencia de encapsulación, con el fin de identificar las condiciones que brindan una mayor estabilidad y rendimiento del proceso.
- Construir un sistema de dosificación automático para microencapsulación con una jeringa y bomba peristáltica, con el objetivo de evaluar los efectos del escalamiento industrial en la distribución de tamaño de partículas.
- Implementar nuevas técnicas de separación de microcápsulas suspendidas para maximizar los rendimientos de recuperación y obtener micro y nanocápsulas para su posterior análisis.
 - Evaluar la estabilidad a largo plazo de las microcápsulas de aceite esencial de naranja bajo diferentes condiciones de almacenamiento, considerando factores como temperatura, humedad, exposición a la luz y oxígeno.
 - Analizar el efecto del uso de antioxidantes naturales y recubrimientos con barrera al oxígeno en la preservación de los compuestos volátiles, con el fin de optimizar la vida útil del producto y generar información relevante para su aplicación industrial.

XI. Bibliografía

- Abdel-Aziz, E., Bakr, M., Zayed, M., Othman, H., & Hassabo, A. (junio de 2022). Microencapsulation and its Application in Textile Wet Processing: A Review. *Journal of Textiles, Coloration and Polymer Science*, 19(2), 189-202.
- Abdi, H., & Williams, L. J. (2010). Tukey's honestly significant difference (HSD) test. *Encyclopedia of Research Design*, 3(1), 583-585.
- Álvarez, I., & Zurita Polo, S. (07 de 2019). La bioquímica apoyada en la metodología de investigación científica en la Carrera de Recursos Naturales Renovables. *Ciencia Digital*, 3, 16-28.
- Anwar, S. H., & Kunz, B. (2011). Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques, and applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 51(10), 941-955.
- Aziz, Z., Ahmad, A., Mohd-Setapar, S., Karakucuk, A., Azim, M., Lokhat, D., . . . Ashraf, G. (julio de 2018). Essential Oils: Extraction Techniques, Pharmaceutical And Therapeutic Potential - A Review. *Current Drug Metabolism*, 19, 1-11.
- Azmir, J., Zaidul, I. S., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., & Omar, A. K. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426-436.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446-475.
- Bakry, A., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M., Mousa, A., & Liang, L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *COMPREHENSIVE REVIEWS IN FOOD SCIENCE AND FOOD SAFETY*, 15, 143-182.
- Barrera-Cortés, J., Valdez-Castro, L., Salgado-Urias, D. S., Lina-García, L. P., & Solorza-Feria, O. (2016). Reducing the microcapsule diameter by micro-emulsion to improve the insecticidal activity of *Bacillus thuringiensis* encapsulated formulations. *Biocontrol Science and Technology*, 27(1), 42-57.
- Bevington, P. R., & Robinson, D. K. (2003). *Data reduction and error analysis for the physical sciences* (3a ed.). McGraw-Hill.
- Bhatia, M. (2020). A review on application of encapsulation in agricultural processes. En S. H. Sonawane, B. A. Bhanvase, & M. Sivakumar, *Encapsulation of Active Molecules and Their Delivery System* (págs. 131-140).

- Bhuyan, D. J., Vuong, Q. V., Chalmers, A. C., van Alena, I. A., Bowyer, M. C., & Scarlett, C. J. (2021). Hydrodistillation and steam distillation: Theoretical review of the mechanism, and discussion of parameters and applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, *61*(9), 1518-1534.
- Boh Podgornik, B., Šandrić, S., & Kert, M. (2021). Microencapsulation for Functional Textile Coatings with Emphasis on Biodegradability—A Systematic Review. *Coatings*, *11*(11).
- Bourtoom, T., Phrukraw, M., & Pothisiri, W. (2006). Thermogravimetric analysis (TGA) of microencapsulated materials. *Journal of Applied Polymer Science*, *101*(6).
- Boutekedjiret, C., Bentahar, F., Belabbes, R., & Bessiere, J. M. (2003). Extraction of rosemary essential oil by steam distillation and hydrodistillation. *Flavour and Fragrance Journal*, *18*(6), 481-484.
- Cabra, E. (1990). *Los aceites esenciales, panorama internacional y del mercado colombiano*. Obtenido de <https://bibliotecadigital.infor.cl/handle/20.500.12220/7933>
- Carvalho, I., Estevinho, B., & Santos, L. (2016). Application of microencapsulated essential oils in cosmetic and personal healthcare products – a review. *International Journal of Cosmetic Science*, *38*(2), 109-119.
- Casado, J. (2018). *Composición del aceite esencial de cáscara de naranja obtenido mediante hidrodestilación*.
- Casanova, F., & Santos, L. (2015). Encapsulation of cosmetic active ingredients for topical application – a review. *Journal of Microencapsulation*, *33*(1), 1-17.
- Chemat, F., Vian, M. A., & Cravotto, G. (2020). Green extraction of natural products: Concept and principles. *International Journal of Molecular Sciences*, *21*(10), 3997.
- Chemat, F., Zill-e-Huma, & Khan, M. K. (2011). Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, *18*(4), 813-835.
- Chirinos, R., Pedreschi, R., Campos, D., Rees, D., & Larondelle, Y. (2019). Optimization of extraction conditions for antioxidant phenolic compounds from mashua tubers (*Tropaeolum tuberosum* Ruiz & Pavón) using response surface methodology. *Separation and Purification Technology*, *55*(2), 217-225.
- Choi, J., Kim, H., Lee, K., & Kim, C. (2009). Microencapsulation of volatile substances and their application in the food industry. *Journal of Microencapsulation*, *26*(1), 1-10.

- Desai, K. G., & Park, H. J. (2005). Recent advances in microencapsulation of food ingredients. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 45(4), 317-342.
- Díaz, J. A. (2002). *Análisis del mercado internacional de aceites esenciales y aceites vegetales*. Instituto Alexander Von Humboldt, Biocomercio Sostenible, Bogotá.
- Dong, Z., Ma, Y., Hayat, K., Jia, C., & Xia, S. (2011). Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic. *Food Chemistry*, 125(4), 1267-1272.
- Dubey, R., Shami, T., & Rao, K. B. (enero de 2009). Microencapsulation Technology and Applications. *Defence Science Journal*, 59(1), 82-95.
- Egza, A. G. (2020). Study on the physico-chemical properties of essential oils and their application in the food industry. *Journal of Food Processing and Preservation*, 44(1), 14258.
- Etta-Francis, I., Akpa, J. G., & Ehirim, E. O. (2022). Comparative Study on the Analysis and Utilization of Citrus Peels Essential Oil and Pectin. *Iconic Research And Engineering Journals*, 5(7).
- FAO. (2020). *Citrus Fruit Statistics*. Obtenido de Food and Agriculture Organization of the United Nations: <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC>
- Fernández-López, J., Sendra-Nadal, E., Navarro, C., Sayas, E., Viuda-Martos, M., & Alvarez, J. A. (marzo de 2009). Storage stability of a high dietary fibre powder from orange by-products. *International Journal of Food Science and Technology*, 44(4), 748-756.
- Futri-Harahap, Diningsih, A., & Silvia, E. (2022). Physical Evaluation of Orange Peel (Citrus Sinensis) Aromatherapy Balm. *Proceedings of the Tapanuli International Health Conference 2022 (TIHC 2022)*, 27-37.
- García Carmona, M. (2019). Microencapsulación en la industria alimentaria: técnica y aplicaciones. *Revista de Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 14(2), 45-58.
- Gastwirth, J. L., Gel, Y. R., & Miao, W. (2009). The impact of Levene's test of equality of variances on statistical theory and practice. *Statistical Science*, 24(3), 343-360.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients, An overview. *Food Research International*, 40(9), 1107-1121.
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., & Echlin, P. (2003). Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. *Springer Science & Business Media*.
- Grand View Research. (2023). *Essential Oils Market Size, Share & Trends Analysis Report By Product (Orange, Cornmint, Eucalyptus), By Application (Medical,*

Food & Beverages, Spa & Relaxation), By Sales Channel, By Region, And Segment Forecasts, 2024 - 2030. Obtenido de Renewable Chemicals, Grand View Research: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/essential-oils-market>

- Herranz Gómez, J. (2016). Encapsulación de compuestos bioactivos mediante coacervación compleja. *Tecnología de los Alimentos*, 32(4), 128-134.
- Herrero, M., Cifuentes, A., & Ibáñez, E. (2010). Supercritical fluid extraction: Recent advances and applications. *Food Chemistry*, 98(1), 136-148.
- Ikarini, I., Suwarda, R., Hanif, Z., Triasih, U., & Ashari, H. (2023). Chemical Composition and Physical Characteristics of Orange Peel Essential Oil. *E3S Web Conf.*, 01004.
- Iqbal, K., Khan, A., Sun, D., Ashraf, M., Rehman, A., Safdar, F., . . . Maqsood, H. (2019). Phase change materials, their synthesis and application in textiles—A review. *Journal of the Textile Institute*.
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., He, Y., & Bhandari, B. (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*, 26(7), 816-835.
- Jyothi, N. V., Prasanna, R. K., Sakarkar, S. N., Mahadik, K. R., & Rao, M. E. (2010). Microencapsulation techniques and its applications in the food and pharmaceutical industry. *Journal of Pharmacy & BioAllied Sciences*, 2(4), 282-289.
- Kłosowska, A., Wawrzyńczak, A., & Feliczyk-Guzik, A. (2023). Microencapsulation as a Route for Obtaining Encapsulated Flavors and Fragrances. *Cosmetics*, 10(1).
- Konda, K. K., & Dhoppalapudi, S. (01 de 2010). Microencapsulation: An Acclaimed Novel Drug-Delivery System for NSAIDs in Arthritis. *Critical reviews in therapeutic drug carrier systems*, 27, 509-545.
- Konda, K., & Dhoppalapudi, S. (11 de 2022). A Review of Various Manufacturing Approaches for Developing Amorphous Solid Dispersions. *Journal of Drug Delivery and Therapeutics*, 12, 189-200.
- Kutner, M. H., Nachtsheim, C. J., Neter, J., & Li, W. (2005). *Applied linear statistical models* (5a ed.). McGraw-Hill/Irwin.
- Léonard, A., McKee, S., & O'Grady, M. (2008). Confocal microscopy in the study of microcapsules. *Journal of Microscopy*, 229(3), 229-238.
- López Luegon, M. T. (2004). Los aceites esenciales. *Offarm*, 23(7), 88-91.
- Marinkovic, S. S., Bezbradica, D., & Škundrić, P. (enero de 2006). Microencapsulation in the Textile Industry. *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, 12.

- Mercy, N., Nithyalakshmi, S., & Aadhithiya, S. (2015). Composición química y propiedades del aceite esencial de naranja. *Journal of Essential Oil Research*.
- Moghimipour, E., Handali, S., & Saeedi, M. (2012). Microemulsions as topical delivery systems for drugs and cosmetics. *Research in Pharmaceutical Sciences*, 7(2), 87-101.
- Montgomery, D. C. (2017). *Design and analysis of experiments* (9a ed.). John Wiley & Sons.
- Moreau, J., Gosselin, S., & Roques, M. (2004). Characterization of microcapsules using FTIR and XRD. *International Journal of Pharmaceutics*, 271(1-2), 1-14.
- Naidu, S., Kakku, S., Somu, P., Joshi, J., Thota, C., Diwekar, U., & Sharma, A. (2025). Enhanced recovery of platform chemicals from bio-oil via multistage liquid-liquid extraction: Solvent selection and separation mechanism. *Biomass and Bioenergy*, 193, 107575.
- Nedovic, V., Kalusevic, A., & Manojlovic, V. (2011). Evaluation of encapsulation efficiency and release kinetics in microencapsulation. *Food Bioprocess Technology*, 4(2), 221-232.
- Nelson, G. (2002). Application of microencapsulation in textiles. *International Journal of Pharmaceutics*, 242(1), 55-62.
- Ney, L. J., Felmingham, K. L., Bruno, R., Matthews, A., & Nichols, D. S. (2021). Chloroform-based liquid-liquid extraction and LC-MS/MS quantification of endocannabinoids, cortisol and progesterone in human hair. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 201, 114103.
- Noviendri, D. (2015). Microencapsulation of Fucoxanthin by Water-in-Oil-in-Water (W/O/W) Double Emulsion Solvent Evaporation Method: A Review. *SQUALEN, Bulletin of Marine and Fisheries Postharvest and Biotechnology*, 9.
- Núñez, D., Bayas-Morejón, F., Rivelino, E., & Remache-Agualongo, M. (2020). Extraction of essential oil from orange peel (*Citrus Sinensis*) by steam stripping. *Palarch's Journal of Archaeology of Egypt/Egyptology*, 17(6), 10853-10860.
- Ortuño, M. F. (2006). *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes*. Aiyana.
- Park, S., Shin, Y., & Lee, S. (2001). Preparation and characterization of microcapsules containing lemon oil. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2(2), 502-508.
- Patel, K. K., Yadav, R., & Kumar, P. (octubre de 2023). Importance of Microencapsulation in Modern Agriculture. *The Agriculture Magazine*, 3(1), 412-414.

- Pattnaik, M., & Mishra, H. N. (2022). Amelioration of the stability of polyunsaturated fatty acids and bioactive enriched vegetable oil: Blending, encapsulation, and its application. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 6253-6276.
- Pavoni, L., Perinelli, D., Bonacucina, G., Cespi, M., & Palmieri, G. (01 de 2020). An Overview of Micro- and Nanoemulsions as Vehicles for Essential Oils: Formulation, Preparation and Stability. *Nanomaterials*, 10.
- Poncelet, D. (2006). Microencapsulation: Fundamentals, methods, and applications. En J. P. Blitz, & V. Gun'ko, *Surface Chemistry in Biomedical and Environmental Science* (págs. 3-34).
- Pradhan, A., Sharma, L., Bhutia, S., & Sherpa, N. (diciembre de 2019). Characterization of essential oil from the peel of three citrus species grown in Sikkim Himalaya. *Journal of Applied Horticulture*, 21(2).
- Puspita, S., Eddy, D., Wahyudi, T., & Julaeha, E. (2020). Microencapsulation of Lime Peel Essential Oils (*Citrus aurantifolia*) with Complex Coacervation Methods using Gelatin/Sodium Alginate Coating. *Revista De Chimie*, 6, 106-112.
- Qin, Y., Jiang, J., Zhao, L., Zhang, J., & Wang, F. (2018). Applications of Alginate as a Functional Food Ingredient. En A. M. Grumezescu, & A. M. Holban, *Biopolymers for Food Design* (págs. 409-429). Academic Press.
- Razali, N. M., & Wah, Y. B. (2011). Power comparisons of Shapiro-Wilk, Kolmogorov-Smirnov, Lilliefors, and Anderson-Darling tests. *Journal of Statistical Modeling and Analytics*, 2(1), 21-33.
- Rojas-Moreno, S., Osorio-Revilla, G., Gallardo-Velázquez, T., & Cárdenas-Bailón, F. (2018). Effect of the cross-linking agent and drying method on encapsulation efficiency of orange essential oil by complex coacervation. *Journal of Microencapsulation*, 35, 165–180.
- Rosas-Mendoza, E. S., Méndez-Contreras, J. M., Aguilar-Lasserre, A. A., Vallejo-Cantú, N. A., & Alvarado-Lassman, A. (2020). Evaluation of bioenergy potential from citrus effluents through anaerobic digestion. *Journal of Cleaner Production*, 254.
- Russell, S., & Bruns, N. (2023). Encapsulation of Fragrances in Micro- and Nano-Capsules, Polymeric Micelles, and Polymersomes. *Macromolecular Rapid Communications*, 44(16).
- Sah, B., Dahal, S., & Basnet, M. (2019). Extraction and analysis of lemongrass essential oil. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*.
- Shahidi, F., & Zhong, Y. (2008). Bioactive peptides. *Journal of AOAC International*, 91(4), 914-931.

- Singh, M. N., Hemant, K. S., Ram, M., & Shivakumar, H. G. (2010). Microencapsulation: A promising technique for controlled drug delivery. *Research in pharmaceutical sciences*, 5(2), 65-77.
- Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2015). *Fundamentos de Química Analítica* (Novena ed.). Ciudad de México: Cengage Learning, Inc.
- Sousa, V. I., Parente, J. F., Marques, J. F., Forte, M. A., & Tavares, C. J. (2022). Microencapsulation of Essential Oils: A Review. *Polymers*, 14(9).
- Suri, S., Singh, A., & Nema, P. K. (junio de 2022). Current applications of citrus fruit processing waste: A scientific outlook. *Applied Food Research*, 2(1).
- Taghizadeh-Alisaraei, A., Hosseini, S. H., Ghobadian, B., & Motevali, A. (2017). Biofuel production from citrus wastes: A feasibility study in Iran. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 69, 1100-1112.
- Tekin, R., Bac, N., & Erdogmus, H. (noviembre de 2013). Microencapsulation of Fragrance and Natural Volatile Oils for Application in Cosmetics, and Household Cleaning Products. *Macromolecular Symposia*, 333.
- Torres, C. (2018). *Microencapsulación de aceite esencial de naranja y sus concentrados mediante emulsiones e inclusión molecular para la estabilización y preservación de su actividad antimicrobiana y antioxidante*. Tesis doctoral, Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Biológicas, México.
- Torres, C., Báez, J. G., Amaya, C. A., Núñez, A., & Alanís, M. G. (2016). Desarrollo de emulsiones con aceite esencial de naranja formuladas con diferentes biopolímeros. *Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 1(2), 850-856.
- Turek, C., & Stintzing, F. C. (2012). Stability of essential oils: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 11(1), 78-86.
- Wasserstein, R. L. (2016). The ASA's statement on p-values: Context, process, and purpose. *The American Statistician*.
- Wilcox, R. R. (2012). *Introduction to robust estimation and hypothesis testing* (3a ed.). Academic Press.
- Xiao, Z., Long, H., & Zhu, G. (2014). The preparation and properties of three types of microcapsules of sweet orange oil using alginate and chitosan as wall material. *Flavour and Fragrance Journal*, 29, 350-355.
- Yáñez, D. (2007). Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (*Citrus sinensis*, variedad Valenciana) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia). *Bistua: Revista de la Facultad de Ciencias Básicas*.

- Yousuf, O., Singh, A., Shahi, N. C., Kumar, A., & Verma, A. K. (noviembre de 2018). Ultrasound Assisted Extraction of Pectin from Orange Peel. *Bulletin of Environment, Pharmacology and Life Sciences*, 7(12), 48-54.
- Zabot, G. L., Schaefer Rodrigues, F., Polano Ody, L., Vinícius Tres, M., Herrera, E., Palacin, H., & Olivera-Montenegro, L. (2022). Encapsulation of Bioactive Compounds for Food and Agricultural Applications. *Polymers*, 14(19).
- Zawadzki, S. F., Perussello, C. A., Müller, P. S., & Scheer, A. (2016). Encapsulation efficiency and thermal stability of orange essential oil microencapsulated by spray drying and by coacervation. *Boletim Do Centro De Pesquisa De Processamento De Alimentos*, 34.
- Zhang, H., Sun, X., & Zhao, Y. (2020). Chemical composition and antioxidant activity of essential oils from cardamom. *Food Chemistry*.

XII. Anexos

A. Evidencia fotográfica de experimentación

1. Sistemas y equipos utilizados

Figura 29 Montaje del sistema de hidrodestilación utilizado para extraer el aceite esencial



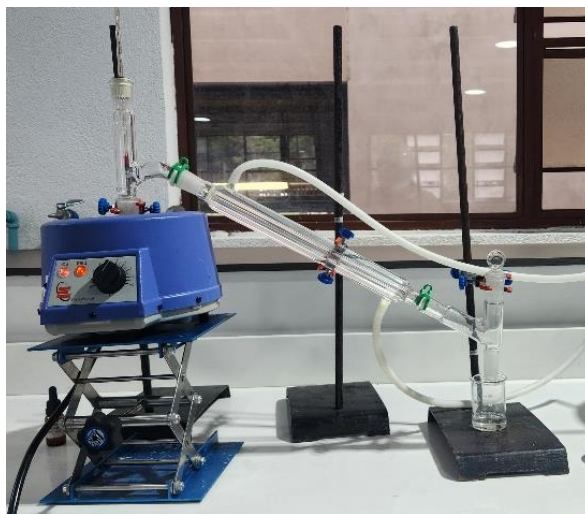
Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 30 Montaje del sistema para extracción líquido-líquido del aceite con cloroformo



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 31 Sistema de destilación simple para purificación del aceite esencial



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

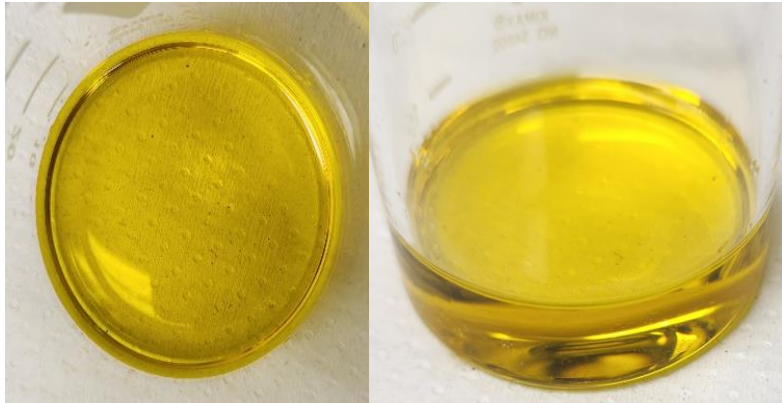
Figura 32 Sistema utilizado para la microencapsulación



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU)

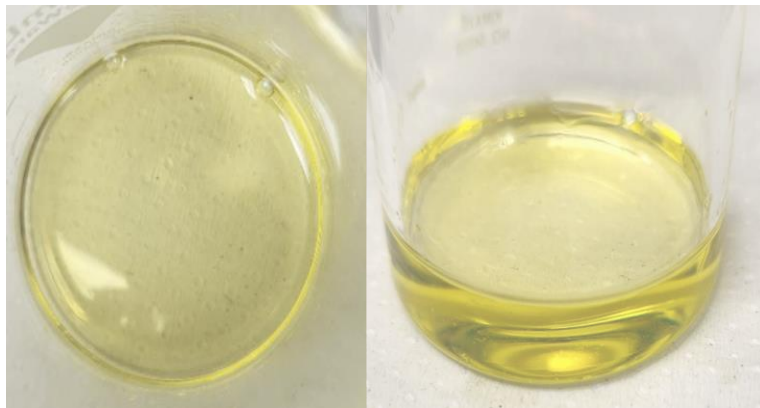
2. Resultados obtenidos

Figura 33 Aceite esencial de cáscara de naranja comercial usado en la experimentación



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 34 Aceite esencial de cáscara de naranja extraído usado en la experimentación



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 35 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por microemulsión (sin liofilizar)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 36 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por microemulsión (sin liofilizar)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 37 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por coacervación compleja (sin liofilizar)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 38 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por coacervación compleja (sin liofilizar)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 39 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por microemulsión (liofilizadas)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 40 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por microemulsión (liofilizadas)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 41 Microcápsulas de aceite esencial comercial obtenidas por coacervación compleja (liofilizadas)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

Figura 42 Microcápsulas de aceite esencial extraído obtenidas por coacervación compleja (liofilizadas)



Fuente: propia; experimentación en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU).

B. Datos de placa de equipos utilizados

Cuadro 20 Datos de placa de balanza

Equipo	Balanza
Fabricante	Ohaus Corporation
Modelo	V31XH2
Máxima capacidad	2000 g
Resolución	0.1 g
Rango de temperatura	0°C a 40°C
Potencia	9V ~ 0.5A

Cuadro 21 Datos de placa de balanza analítica

Equipo	Balanza analítica
Fabricante	Ohaus Corporation
Modelo	PA114
Máxima capacidad	110 g
Resolución	0.0001 g
Potencia	8-14.5V, 50/60Hz, 4VA

Cuadro 22 Datos de placa balanza de humedad

Equipo	Balanza de humedad
Fabricante	Ohaus Corporation, USA
Modelo	MB120
Máxima capacidad	120 g
Resolución	0.001 g
Entrada de potencia	100-120 V ~ 50/60 Hz, 5 A

Cuadro 23 Datos de placa tamizadora

Equipo	Tamizadora
Fabricante	W.S. Tyler
Modelo	RX-29
Tipo	ROTAP
Número de serie	19183

Cuadro 24 Datos de placa motor de la tamizadora

Equipo	Motor de la tamizadora
Fabricante	Baldor Electric Co.
Modelo	L1410T
Potencia	1/4 HP
Voltaje	115/230 V
Amperaje	5.2/2.6 A
Frecuencia	60 Hz
RPM	1725
Código	B
NEMA	56

Cuadro 25 Datos de placa liofilizador

Equipo	Liofilizador
Fabricante	Harvest Right, LLC
Modelo	HRFD-PLrg-SS
Refrigerante	R-410A (255 gramos)
Presión de operación	0.44 - 2.8 MPa
Voltaje	115 V
Fases	1
Frecuencia	60 Hz
Amperaje	20 A

Cuadro 26 Datos de placa refractómetro

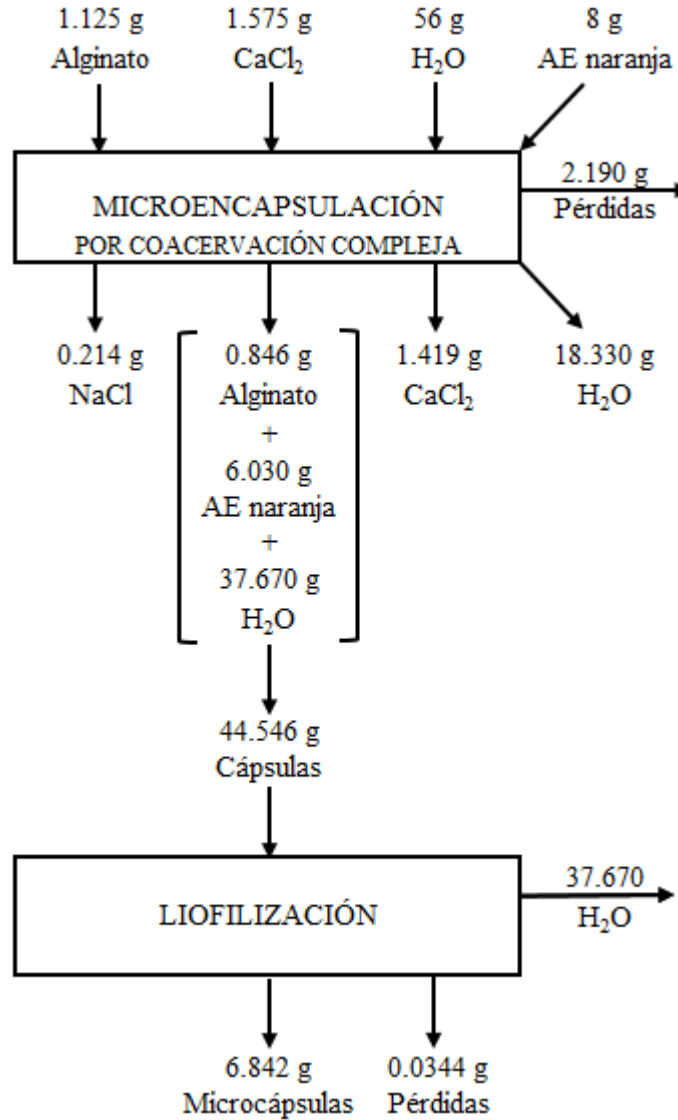
Equipo	Refractómetro
Fabricante	ATAGO Co.
Modelo	RX-5000

Cuadro 27 Datos de placa sistema de bombeo de agua del refractómetro

Equipo	Sistema de bombeo de agua
Fabricante	Thermo Fisher Scientific
Sistema y controlador	Haake A10 & Haake SC100
Voltaje	115V, 60Hz, 1 fase, 11.5A
Refrigerante	R134A (3.6 oz)
Presión de operación	150 - 300 psig

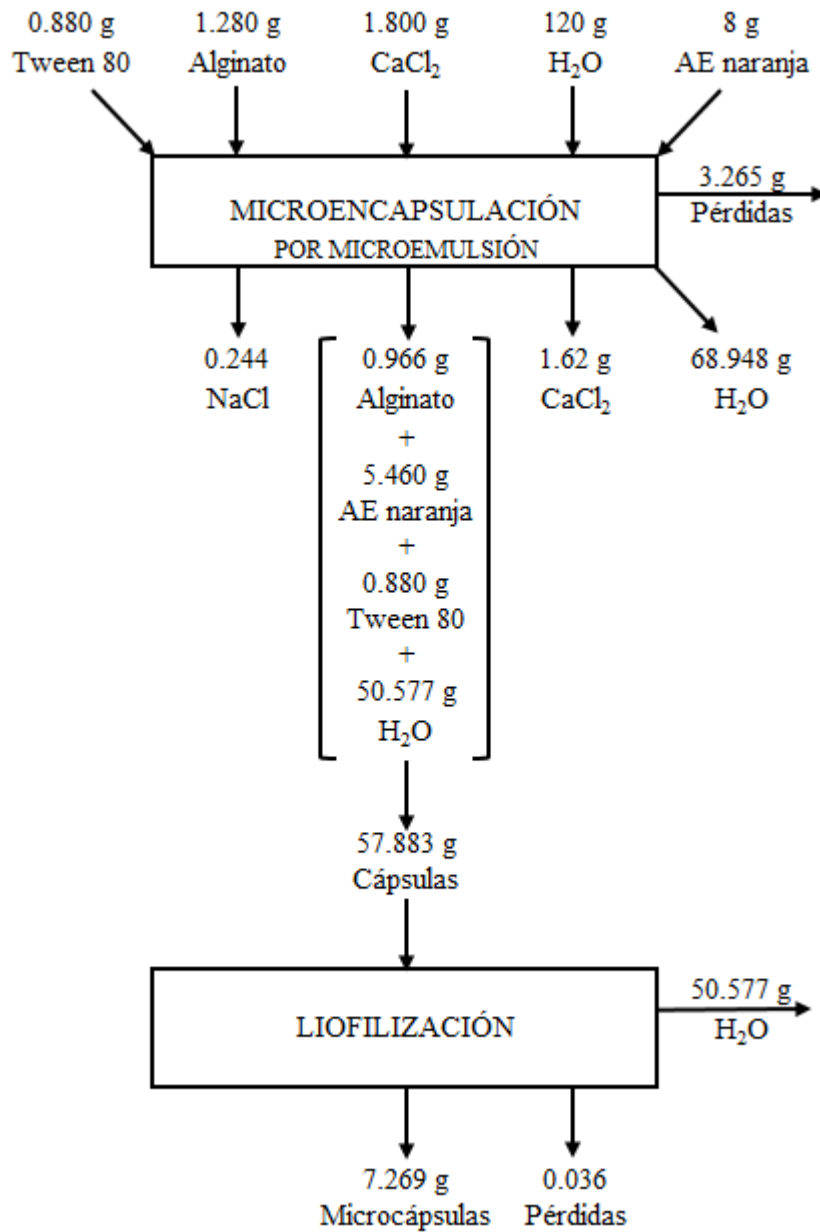
C. Datos originales

Figura 43 Balance de masa de microcápsulas obtenidas por coacervación compleja con aceite esencial extraído



El balance de masa fue realizado asumiendo un lote de microcápsulas elaborado a temperatura ambiente de 26°C y a presión atmosférica. La fase de microencapsulación fue realizada siguiendo la metodología descrita en la sección B y tuvo una duración de 8 horas, mientras que la fase de liofilización se dio por 12 horas siguiendo las configuraciones del equipo.

Figura 44 Balance de masa de microcápsulas obtenidas por microemulsión con aceite esencial extraído



El balance de masa fue realizado asumiendo un lote de microcápsulas elaborado a temperatura ambiente de 26°C y a presión atmosférica. La fase de microencapsulación fue realizada siguiendo la metodología descrita en la sección C y tuvo una duración de 8 horas, mientras que la fase de liofilización se dio por 12 horas siguiendo las configuraciones del equipo

Cuadro 28 Pesos retenidos de microcápsulas con aceite comercial, por tamiz

Tamiz	Tamaño de apertura (µm)	Microcápsulas por coacervación compleja, con aceite comercial (g ± 0.01 g)	Microcápsulas por microemulsión, con aceite comercial (g ± 0.01 g)
3/8"	9510	0	0
4	4760	0	0
8	2380	0	0
16	1190	0.95	0.01
30	595	2.91	0.19
50	297	0.86	1.89
100	149	0.04	0.77
200	74	0.01	0.01
FONDO	37	0.23	0.62

Estos resultados fueron proporcionados por el laboratorio de aseguramiento de la calidad (CETEC) del Centro de Investigación y Desarrollo (CID) de Cementos Progreso luego de que se utilizara la tamizadora de ese laboratorio.

Cuadro 29 Pesos retenidos de microcápsulas con aceite extraído, por tamiz

Tamiz	Tamaño de apertura (µm)	Microcápsulas por coacervación compleja, con aceite extraído		Microcápsulas por microemulsión, con aceite extraído	
		Preso tamiz inicial (g ± 0.1 g)	Peso tamiz final (g ± 0.1 g)	Preso tamiz inicial (g ± 0.1 g)	Peso tamiz final (g ± 0.1 g)
20	841	381.9	383.8	381.9	383.4
30	595	369.0	369.9	369.0	370.4
45	354	330.6	331.0	330.6	331.4
60	250	329.9	330.0	329.9	330.0
80	177	338.1	338.2	338.1	338.2
100	149	323.0	323.0	323.0	323.0
FONDO	74.5	463.6	463.7	463.6	463.7

Estos datos fueron obtenidos experimentalmente usando la tamizadora del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

Cuadro 30 Porcentajes de humedad de muestras de microcápsulas

Rango de Temperatura (°C)	Microcápsulas por microemulsión, con aceite comercial (%± 0.01%)	Microcápsulas por coacervación compleja, con aceite comercial (%± 0.01%)	Microcápsulas por microemulsión, con aceite extraído (%± 0.01%)	Microcápsulas por coacervación compleja, con aceite extraído (%± 0.01%)
40	5.94	1.98	2.87	3.98
60	7.19	3.13	3.32	5.10
80	8.17	6.54	3.78	8.44
100	6.21	5.50	2.79	7.42

Estos resultados se obtuvieron experimentalmente usando la balanza de humedad del laboratorio de análisis dentro del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la UVG.

D. Datos calculados

Cuadro 31 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por coacervación compleja con aceite comercial

Tamiz (ASTM)	Tamaño de apertura (µm)	Porcentaje retenido, individual	Masa que pasa (g ± 0.03 g)	Porcentaje que pasa, individual
3/8"	9510	0.0	5.00	100.0%± 0.9%
4	4760	0.0	5.00	100.0%± 0.9%
8	2380	0.0	5.00	100.0%± 0.9%
16	1190	19.0%± 0.2%	4.05	81.0%± 0.8%
30	595	58.2%± 0.4%	1.14	22.8%± 0.6%
50	297	17.2%± 0.2%	0.28	5.6%± 0.6%
100	149	0.8%± 0.2%	0.24	4.8%± 0.6%
200	74	0.2%± 0.2%	0.23	4.6%± 0.6%
FONDO	37	4.6%± 0.2%	0.00	0.0

Cuadro 32 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por microemulsión con aceite comercial

Tamiz (ASTM)	Tamaño de apertura (µm)	Porcentaje retenido, individual	Masa que pasa (g ± 0.03 g)	Porcentaje que pasa, individual
3/8"	9510	0.0	3.49	100.0%± 1.2%
4	4760	0.0	3.49	100.0%± 1.2%
8	2380	0.0	3.49	100.0%± 1.2%
16	1190	0.3%± 0.3%	3.48	99.7%± 1.2%
30	595	5.4%± 0.3%	3.29	94.3%± 1.2%
50	297	54.2%± 0.4%	1.40	40.1%± 1.0%
100	149	22.1%± 0.3%	0.63	18.1%± 0.9%
200	74	0.3%± 0.3%	0.62	17.8%± 0.9%
FONDO	37	17.8%± 0.3%	0.00	0.0

Cuadro 33 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por coacervación compleja con aceite extraído

Tamiz (ASTM)	Tamaño de apertura (µm)	Masa retenida (g ± 0.1g)	Porcentaje retenido, individual	Masa que pasa (g ± 0.4 g)	Porcentaje que pasa, individual
20	841	1.9	54.3% ± 7.1%	1.6	45.7% ± 12.4%
30	595	0.9	25.7% ± 4.9%	0.7	20.0% ± 11.6%
45	354	0.4	11.4% ± 4.2%	0.3	8.6% ± 11.5%
60	250	0.1	2.9% ± 4.1%	0.2	5.7% ± 11.4%
80	177	0.1	2.9% ± 4.1%	0.1	2.9% ± 11.4%
100	149	0	0.0%	0.1	2.9% ± 11.4%
FONDO	74.5	0.1	2.9% ± 4.1%	0.0	0.0

Cuadro 34 Análisis granulométrico de las microcápsulas obtenidas por microemulsión con aceite extraído

Tamiz (ASTM)	Tamaño de apertura (µm)	Masa retenida (g ± 0.1g)	Porcentaje retenido, individual	Masa que pasa (g ± 0.4 g)	Porcentaje que pasa, individual
20	841	1.5	37.5% ± 5.0%	2.5	62.5% ± 11.6%
30	595	1.4	35.0% ± 4.8%	1.1	27.5% ± 10.3%
45	354	0.8	20.0% ± 4.0%	0.3	7.5% ± 10.0%
60	250	0.1	2.5% ± 3.5%	0.2	5.0% ± 10.0%
80	177	0.1	2.5% ± 3.5%	0.1	2.5% ± 10.0%
100	149	0	0.0%	0.1	2.5% ± 10.0%
FONDO	74.5	0.1	2.5% ± 3.5%	0.0	0.0

Cuadro 35 Tamaños de partícula (µm) correspondientes a diámetros equivalentes, por muestra de microcápsulas

Diámetro equivalente	Aceite comercial		Aceite extraído	
	Coacervación compleja	Microemulsión	Coacervación compleja	Microemulsión
10	373.2	57.8	384.1	384.1
20	546.5	162.1	595.0	504.6
30	668.6	229.2	690.7	612.6
40	770.8	296.2	786.3	682.9
50	873.1	351.4	882.0	753.1
60	975.3	406.4	977.7	823.4
70	1077.5	461.5	1073.3	893.7
80	1179.8	516.5	1169.0	964.0
90	1753.7	571.5	1264.7	1034.3
100	2380.0	2380.0	1360.3	1104.6

Cuadro 36 Transformación logarítmica de los tamaños de partícula (μm) correspondientes a diámetros equivalentes, por muestra de microcápsulas

Diámetro equivalente	Aceite comercial		Aceite extraído	
	Coacervación compleja	Microemulsión	Coacervación compleja	Microemulsión
10	2.6	1.8	2.6	2.6
20	2.7	2.2	2.8	2.7
30	2.8	2.4	2.8	2.8
40	2.9	2.5	2.9	2.8
50	2.9	2.5	2.9	2.9
60	3.0	2.6	3.0	2.9
70	3.0	2.7	3.0	3.0
80	3.1	2.7	3.1	3.0
90	3.2	2.8	3.1	3.0
100	3.4	3.4	3.1	3.0

Esta transformación de datos se realizó para asegurar la normalidad y homogeneidad de varianza de las muestras, para los análisis estadísticos realizados.

Cuadro 37 ANOVA de dos factores para el método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

Factor	Grados de libertad (Df)	Suma de cuadrados	Media de cuadrados	Valor F	Valor p
Método	1	3.153	3.1525	8.593	0.00583
Aceite	1	1.124	1.1242	3.064	0.08855
Método*Aceite	1	1.659	1.6593	4.523	0.04037
Residual	36	13.207	0.3669		

Cuadro 38 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para comparación del método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

Comparación	Diferencia	Límite inferior	Límite superior	Valor p ajustado
Microemulsión vs Coacervación compleja	-0.5615	-0.9499	-0.1730	0.00583
Microemulsión, Aceite comercial vs extraído	-0.2262	-0.9557	0.5033	0.04472

Cuadro 39 Prueba Post-Hoc de Tukey HSD para la humedad retenida por método de encapsulación y tipo de aceite de las microcápsulas

Comparación	Diferencia	Intervalo inferior	Intervalo superior	Valor p ajustado
Microemulsión, comercial vs extraído	-3.6875	-6.9828	-0.3922	0.0270
Coacervación compleja, comercial vs extraído	1.9475	-1.3478	5.2428	0.3400
Aceite comercial, Microemulsión vs Coacervación compleja	2.5900	-0.7053	5.8853	0.1446
Aceite extraído, Microemulsión vs Coacervación compleja	-3.0450	-6.3403	0.2503	0.0736

Cuadro 40 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite comercial

Grupo	Media de humedad retenida	Valor t	Valor p	Intervalo de confianza (95%)
Coacervación compleja	6.02	-1.0546	0.4304	[-7.7130, 5.3730]
Microemulsión	7.19			

Cuadro 41 Prueba de T-Student para métodos de encapsulación con aceite extraído

Grupo	Media de humedad retenida	Valor t	Valor p	Intervalo de confianza (95%)
Coacervación compleja	6.02	6.5356	0.0227	[1.5844, 7.7056]
Microemulsión	7.19			

E. Muestra de cálculos

Cálculo 1 Densidad del aceite esencial extraído

$$\rho_{AE} = \frac{0.3064 \text{ g}}{0.5 \text{ mL}} = 0.8525 \text{ g/mL}$$

Este cálculo se realizó siguiendo el método gravimétrico para hallar la densidad de las muestras de aceite esencial extraído y comercial. Se utilizó la Ecuación 9.

Cálculo 2 Valor ácido del aceite esencial extraído

$$VA_{AE} = \frac{5.1 \text{ mL de NaOH} * 56.1 \text{ mg/meq NaOH}}{5 \text{ g}} = 7.55 \frac{\text{mg NaOH}}{\text{g aceir esencial}}$$

Este cálculo se realizó para obtener el valor ácido de las muestras de aceite esencial extraído y comercial. Se utilizó la Ecuación 10.

Cálculo 3 Alginato de sodio necesario para preparar 50 mL de una solución al 2% (p/v)

$$50 \text{ mL sol } 2\% * \frac{2 \text{ g alginato}}{100 \text{ mL H}_2\text{O}_{dest}} = 1 \text{ g alginato}$$

Este cálculo se realizó para determinar la cantidad del reactivo sólido de alginato de sodio necesario para preparar la solución utilizada en la microencapsulación. De la misma manera se calculó la cantidad de CaCl_2 requerida para producir la solución de cloruro de calcio al 1.5% (sustituyendo los 2 gramos de alginato por 1.5 gramos de CaCl_2).

Cálculo 4 Masa de microcápsulas retenidas en el tamiz ASTM 20

$$\text{Masa retenida}_{T20} = 383.8 \text{ g} - 381.9 \text{ g} = 1.9 \text{ g}$$

Se realizó este cálculo para determinar la masa de microcápsulas (obtenidas por coacervación compleja y con aceite esencial extraído) retenidas por el tamiz ASTM 20. Se utilizó la Ecuación 1 y de la misma manera se calculó la masa retenida por cada tamiz, tanto para microcápsulas de coacervación compleja como de microemulsión (todas con aceite extraído).

Cálculo 5 Porcentaje de microcápsulas retenidas en el tamiz ASTM 20

$$\% \text{ retenido}_{T20} = \frac{1.9 \text{ g}}{3.5 \text{ g}} * 100\% = 54.3\%$$

Se realizó este cálculo para determinar el porcentaje de microcápsulas (obtenidas por coacervación compleja y con aceite esencial extraído) retenidas por el tamiz ASTM 20. Se utilizó la Ecuación 2 y de la misma manera se calculó el porcentaje de muestra retenido por cada tamiz, tanto para microcápsulas de coacervación compleja como de microemulsión, para ambos tipos de aceite.

Cálculo 6 Masa de microcápsulas que pasan el tamiz ASTM 20

$$\text{Masa que pasa}_{T20} = 3.5 \text{ g} - 1.9 \text{ g} = 1.6 \text{ g}$$

Se realizó este cálculo para determinar la masa de microcápsulas (obtenidas por coacervación compleja y con aceite esencial extraído) que pasan por el tamiz ASTM 20. Se utilizó la Ecuación 3 y de la misma manera se calculó la masa de muestra que pasa por cada tamiz, tanto para microcápsulas de coacervación compleja como de microemulsión, para ambos tipos de aceite.

Cálculo 7 Porcentaje de microcápsulas retenidas en el tamiz ASTM 20

$$\% \text{ pasa}_{T20} = \frac{1.6 \text{ g}}{3.5 \text{ g}} * 100\% = 45.7\%$$

Se realizó este cálculo para determinar el porcentaje de microcápsulas (obtenidas por coacervación compleja y con aceite esencial extraído) que pasan por el tamiz ASTM 20. Se utilizó la Ecuación 4 y de la misma manera se calculó el porcentaje de muestra que pasa por cada tamiz, tanto para microcápsulas de coacervación compleja como de microemulsión, para ambos tipos de aceite.

Cálculo 8 Pendiente de la regresión lineal para hallar D80

$$m_{D80} = \frac{595\mu\text{m} - 1190\mu\text{m}}{22.8\% - 81\%} = 10.2 \frac{\mu\text{m}}{\%}$$

Se realizó este cálculo para determinar la pendiente de la ecuación de la recta para los valores de tamaño de partícula y porcentaje de masa que pasa entre los que se encuentra el 80% (D80), para las microcápsulas por coacervación compleja y aceite comercial. Se utilizó la Ecuación 6.

Cálculo 9 Intercepto en y de la regresión lineal para hallar D80

$$b_{D80} = 1190\mu\text{m} - \left(10.2 \frac{\mu\text{m}}{\%} * 81\%\right) = 316.9 \mu\text{m}$$

Se realizó este cálculo para determinar el intercepto en y de la ecuación de la recta para los valores de tamaño de partícula y porcentaje de masa que pasa entre los que se encuentra el 80% o D80, para la muestra de microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial, tomando como referencia la pareja de tamaño-porcentaje más cercana al porcentaje buscado. Se usó la Ecuación 5.

Cálculo 10 Interpolación lineal para hallar el tamaño de D80

$$TP_{D80} = \left(10.2 \frac{\mu m}{\%} * 80\% \right) + 316.9 \mu m = 1179.8 \mu m$$

Se realizó este cálculo para determinar el tamaño de partícula de las microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial que representa el 80% de muestra que pasa, o D80. Se utilizó la Ecuación 5 y la pendiente y el intercepto de la ecuación de la línea recta, que se calcularon en los Cálculos 8 y 9, respectivamente. Para el resto de los diámetros equivalentes correspondientes a otras muestras de microcápsulas (por coacervación compleja y microemulsión, tanto con aceite comercial como extraído), se usó la función Pronóstico Lineal de Excel, facilitando la automatización del proceso.

F. Análisis de error

Cálculo 11 Propagación de error de masa retenida

$$S_y = \sqrt{7 * 0.1^2} = \pm 0.14142g$$

Se realizó este cálculo para determinar la incertidumbre de las masas de microcápsulas (obtenidas por coacervación compleja y con aceite esencial extraído) retenidas por tamiz, para el análisis granulométrico. Se utilizó la Ecuación 7. De la misma manera se calculó la propagación de error del resto de masas registradas por tamiz, tanto para microcápsulas de coacervación compleja como de microemulsión (todas con aceite extraído); y del porcentaje retenido acumulado de todos los resultados del análisis granulométrico, ya sea con aceite comercial o con aceite extraído.

Cálculo 12 Propagación de error de porcentaje retenido individual

$$S_y = 54.3 * \sqrt{\left(\frac{0.1}{1.9}\right)^2 + \left(\frac{0.4}{3.5}\right)^2} = \pm 7.1\%$$

Se realizó este cálculo para determinar la incertidumbre del porcentaje de microcápsulas (obtenidas por coacervación compleja y aceite esencial extraído) retenidas por tamiz, para el análisis granulométrico. Se utilizó la Ecuación 8. De la misma manera se calculó la propagación de error del resto de porcentajes retenidos, tanto para microcápsulas de coacervación compleja como de microemulsión, de ambos tipos de aceite.

G. Código utilizado

A continuación, se presenta el código completo utilizado para realizar los análisis estadísticos en RStudio, con el fin de evaluar la normalidad, homogeneidad de varianzas y realizar análisis de varianza sobre los datos de granulometría y retención de humedad. Para estos análisis, se emplearon diversas bibliotecas que permitieron realizar el análisis de datos, así como la visualización gráfica de los resultados. Estas pruebas fueron fundamentales para evaluar la significancia estadística en las diferencias entre los métodos de encapsulación y los tipos de aceite, tanto en las muestras granulométricas como en los datos de análisis térmico.

```
# Carga de librerías necesarias para los análisis
library(car)
library(ggplot2)
library(dplyr)
library(MASS)
library(WRS2)
library(tidyr)
library(FSA)

# Datos GRANULOMETRÍA
Ds <- c(10,20,30,40,50,60,70,80,90,100)
DCoCoC <- c(373.2, 546.5, 668.6, 770.8, 873.1, 975.3, 1077.5, 1179.8, 1753.7, 2380)
DCoCoCL <- log(DCoCoC)
DMEC <- c(57.8, 162.1, 229.2, 296.2, 351.4, 406.4, 461.5, 516.5, 571.5, 2380)
DMECL <- log(DMEC)
DCoCoE <- c(384.1, 595, 690.7, 786.3, 882, 977.7, 1073.3, 1169, 1264.7, 1360.3)
DCoCoEL <- log(DCoCoE)
DMEE <- c(384.1, 504.6, 612.6, 682.9, 753.1, 823.4, 893.7, 964, 1034.3, 1104)
DMEEL <- log(DMEE)

#Evaluar la normalidad de los datos
shapiro_DCoCoCL <- shapiro.test(DCoCoCL)
print(shapiro_DCoCoCL)
shapiro_DMECL <- shapiro.test(DMECL)
print(shapiro_DMECL)
shapiro_DCoCoEL <- shapiro.test(DCoCoEL)
print(shapiro_DCoCoEL)
shapiro_DMEEL <- shapiro.test(DMEEL)
print(shapiro_DMEEL)

# Crear un dataframe en formato largo
data <- data.frame(
  Diámetro = c(DCoCoCL, DMECL, DCoCoEL, DMEEL), # Usamos DMECL para DMEC con logaritmo
  Método = rep(c("Coacervación compleja", "Microemulsión", "Coacervación compleja", "Microemulsión"), each
= 10),
  Aceite = rep(c("Comercial", "Comercial", "Extraído", "Extraído"), each = 10))

# Prueba de homogeneidad de varianzas (Levene)
leveneTest(Diámetro ~ Método * Aceite, data = data)

# ANOVA de dos factores (Método y Aceite)
anova_result <- aov(Diámetro ~ Método * Aceite, data = data)
summary(anova_result)

# Prueba post-hoc de Tukey HSD
tukey_result <- TukeyHSD(anova_result)
print(tukey_result)
# Gráfica de interacción
```

```

par(mfrow = c(1, 1))
ggplot(data, aes(x = Aceite, y = Diámetro, color = Método, group = Método)) +
  stat_summary(fun = mean, geom = "point", size = 3) +
  stat_summary(fun = mean, geom = "line", aes(line type = Método)) +
  stat_summary(fun.data = mean_se, geom = "errorbar", width = 0.2) +
  labs(title = "Gráfico de Interacción: Método de Encapsulación y Tipo de Aceite",
       x = "Tipo de Aceite", y = "log Diámetro Equivalente (µm)") +
  theme_minimal() +
  theme(legend.position = "top",
       text = element_text(family = "serif"))

# Revisar residuos del modelo ANOVA
residuals_anova <- residuals(anova_result)
print(residuals_anova)

# Histograma de los residuos
par(family = "serif")
hist(residuals_anova, main="Histograma de Residuos: ANOVA de Dos Factores", xlab="Residuos",
     ylab="Frecuencia")

# QQ-Plot para verificar normalidad de los residuos
qqnorm(residuals_anova, main="QQ-Plot de Residuos ANOVA")
qqline(residuals_anova, col="red")

# Gráfico de residuos vs valores ajustados
plot(fitted(anova_result), residuals_anova, main="Residuos vs Valores Ajustados",
     xlab="Valores Ajustados", ylab="Residuos")
abline(h=0, col="red")

# Datos TGA
datos <- data.frame(
  Temperatura = rep(c(40, 60, 80, 100), each = 4),
  Muestra = rep(c("MEC", "CoCoC", "MEE", "CoCoE"), times = 4),
  Humedad = c(5.94, 1.98, 2.87, 3.98, 7.19, 3.13, 3.32, 5.10,
             8.17, 6.54, 3.78, 8.44, 6.21, 5.50, 2.79, 7.42))

# Dividir en "Método" y "Aceite" como factores
datos <- datos %>%
  mutate(Método = ifelse(Muestra %in% c("MEC", "MEE"), "Microemulsión", "Coacervación"),
         Aceite = ifelse(Muestra %in% c("MEC", "CoCoC"), "Comercial", "Extraído"))
datos$Método <- as.factor(datos$Método)
datos$Aceite <- as.factor(datos$Aceite)

# Prueba de Normalidad (Shapiro-Wilk) para los datos de Humedad Retenida
shapiro_test <- shapiro.test(datos$Humedad)
print(shapiro_test)

# Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Levene)
levene_test <- leveneTest(Humedad ~ Método * Aceite, data = datos)
print(levene_test)

# ANOVA Robusto de dos vías (como no es hay varianza homogénea)
anova_robusto <- t2way(Humedad ~ Método * Aceite, data = datos)
print(anova_robusto)

# Análisis Post-hoc (Prueba de Tukey)
modelo <- lm(Humedad ~ Método * Aceite, data = datos)

```

```

tukey_test <- TukeyHSD(aov(modelo))
print(tukey_test)

# Pruebas T
# Prueba T entre Coacervación y Microemulsión con aceite comercial (C)
altas_temp_comercial <- datos %>%
  filter(Temperatura == 80 | Temperatura == 100) %>%
  filter(Muestra %in% c("MEC", "CoCoC")) # Solo microemulsión y coacervación con aceite comercial
t_test_comercial <- t.test(Humedad ~ Muestra, data = altas_temp_comercial)
print("Prueba T entre Microemulsión y Coacervación con aceite comercial (C):")
print(t_test_comercial)

# Prueba T entre Coacervación y Microemulsión con aceite extraído (E)
altas_temp_extr <- datos %>%
  filter(Temperatura == 80 | Temperatura == 100) %>%
  filter(Muestra %in% c("MEE", "CoCoE")) # Solo microemulsión y coacervación con aceite propio
t_test_extr <- t.test(Humedad ~ Muestra, data = altas_temp_extr)
print("Prueba T entre Microemulsión y Coacervación con aceite extraído (E):")
print(t_test_extr)

```


H. Certificados de análisis externos

Se realizaron dos tipos de análisis en laboratorios externos al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la UVG. El primero, el análisis granulométrico de las muestras de microcápsulas de aceite comercial fue realizado en el laboratorio de aseguramiento de la calidad (CETEC) del Centro de Investigación y Desarrollo (CID) de Cementos Progreso. El segundo, el análisis GC-MS de las muestras de aceites esenciales comercial y extraído y de la liberación de aceite por las microcápsulas, fue realizado en el Laboratorio de Análisis Avanzado del Centro de Investigaciones de la UVG. A continuación, se presentan los reportes de las pruebas adjuntados:

Figura 45 Análisis granulométrico de las microcápsulas por coacervación compleja con aceite comercial, realizado en CETEC

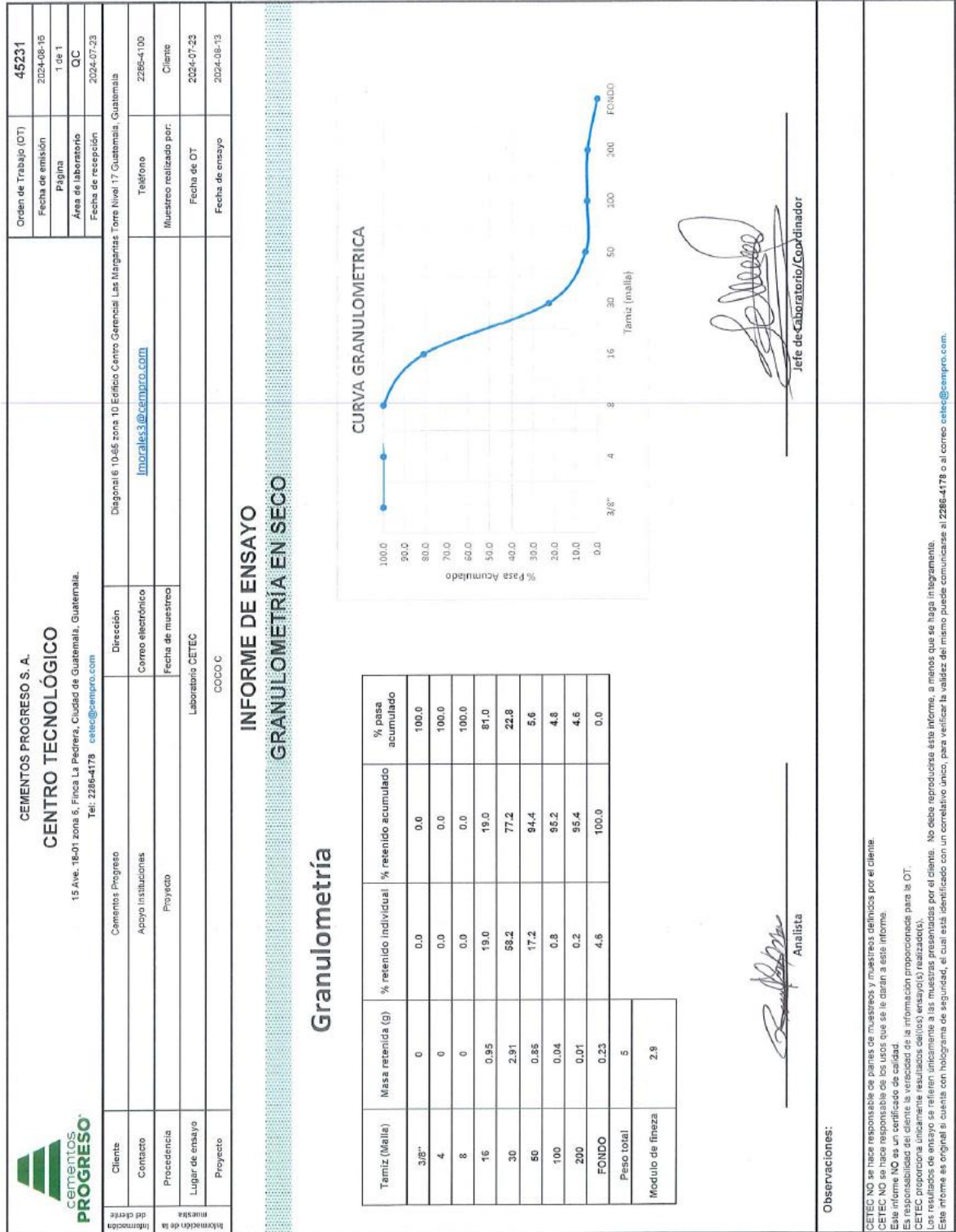



Figura 46 Análisis granulométrico de las microcápsulas por microemulsión con aceite comercial, realizado en CETEC

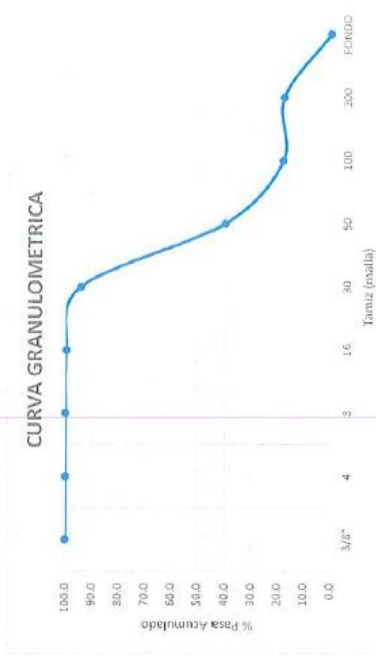
 <p>CEMENTOS PROGRESO S. A. CENTRO TECNOLÓGICO 15 Ave. 18-01 zona 6, Finca La Pedraza, Ciudad de Guatemala, Guatemala. Tel: 2288-4178 cetec@compro.com</p>		Orden de Trabajo (OT): 45231 Fecha de emisión: 2024-08-16 Página: 1 de 1 Área de laboratorio: QC Fecha de recepción: 2024-07-23
Cliente: Cementos Progreso Contacto: Apoyo instituciones Procedencia: Proyecto Lugar de ensayo: Laboratorio CETEC Proyecto: MEC	Dirección: Diagonal 6 10-35 zona 10 Edificio Centro Comercial Las Margaritas Torre Nivel 17 Guatemala, Guatemala Correo electrónico: lmorales3@compro.com Teléfono: 2286-4100	Muestreo realizado por: Cliente Fecha de OT: 2024-07-23 Fecha de ensayo: 2024-08-13

INFORME DE ENSAYO

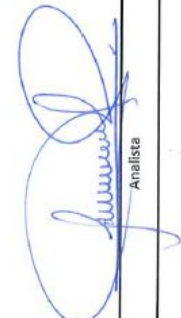
GRANULOMETRÍA EN SECO

Granulometría


Tamiz (Malla)	Masa retenida (g)	% retenido individual	% retenido acumulado	% pesa acumulado
3/8"	0	0.0	0.0	100.0
4	0	0.0	0.0	100.0
8	0	0.0	0.0	100.0
16	0.01	0.3	0.3	99.7
30	0.19	5.4	5.7	94.3
50	1.89	54.2	59.9	40.1
100	0.77	22.1	81.9	18.1
200	0.01	0.3	82.2	17.8
FONDO	0.62	17.8	100.0	0.0
Peso total	3.49			
Modulo de finiza	1.5			



CURVA GRANULOMETRICA



Analista



Jefe de Laboratorio/Coordinador

Observaciones:

CETEC NO se hace responsable de planes de muestreos y muestreos definidos por el cliente.
 CETEC NO se hace responsable de los usos que se le otorgan a este informe.
 Este informe NO es un certificado de calidad.
 La exactitud y precisión de los resultados de este informe depende de la veracidad de la información proporcionada para la OT.
 CETEC no garantiza la exactitud de los resultados de este informe.
 Los resultados de ensayo se refieren únicamente a la muestra presentada y probada en el laboratorio.
 Este informe es original si cuenta con holograma de seguridad, el cual está identificado con un comprobante único, para verificar la validez del mismo puede comunicarse al 2288-4178 o al correo cetec@compro.com.

FOR-001926

Figura 47 Cromatograma de la muestra de aceite esencial comercial

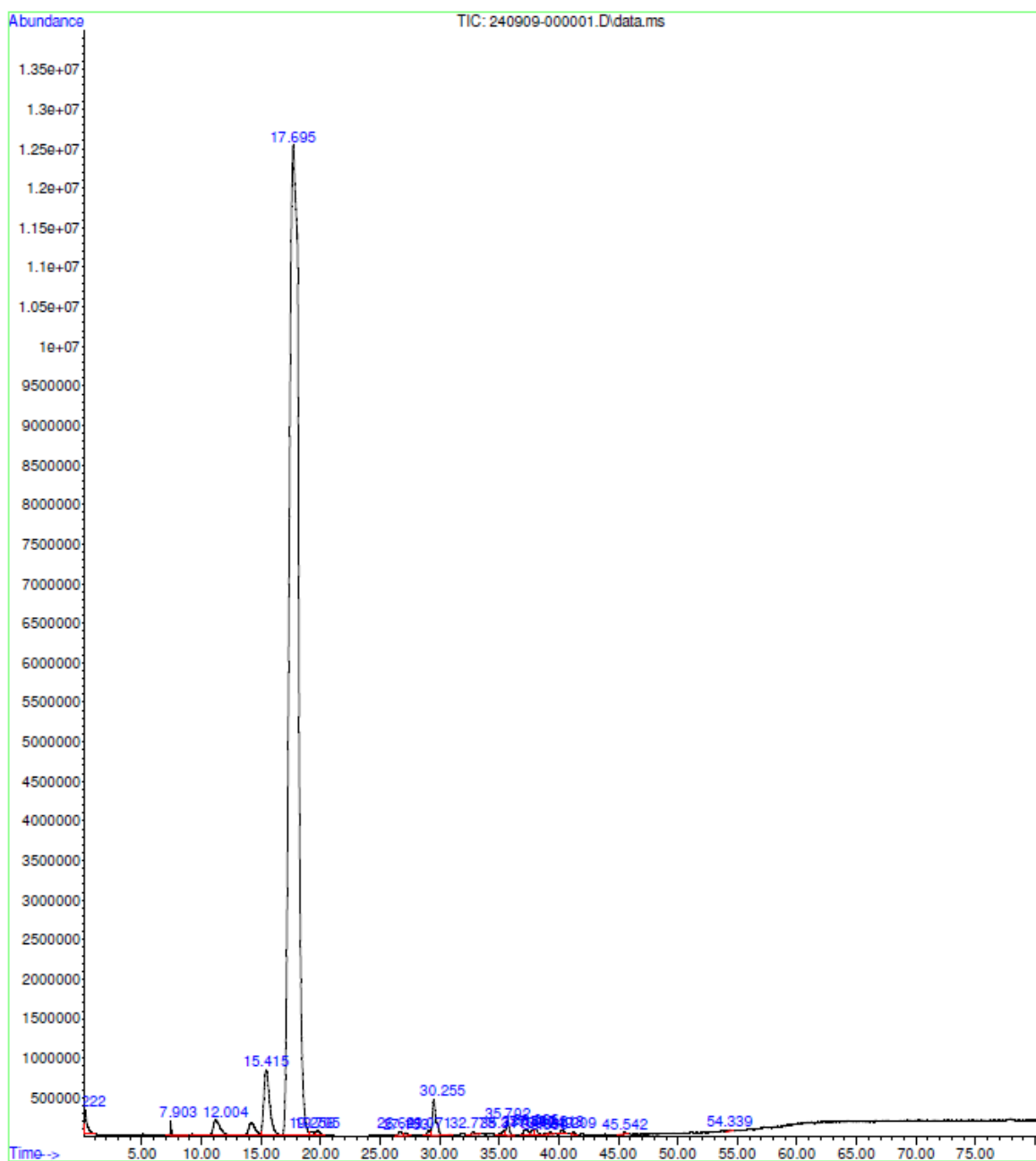


Figura 48 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite esencial comercial (Figura 44)

PK#	RT	Area#	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
Unknown spectrum: Apex Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e						
1	0.224	0.65	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,1'-oxybis[4-phenoxy- Benzene, 1,1'-oxybis[3-phenoxy- Phosphoric acid, bis(4-methylphenyl) phenyl ester	154666 154665 154421	003379-41-7 000748-30-1 034909-69-8	93 93 37
2	7.902	0.13	C:\Database\NIST05a.L Ammonia Water	6 7	007664-41-7 007732-18-5	2 1
3	12.005	1.93	C:\Database\NIST05a.L 1R-alpha-Pinene -alpha-Pinene Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl-, (+/-)-	15188 15178 15376	007785-70-8 00080-56-8 002437-95-8	97 95 94
4	15.416	3.82	C:\Database\NIST05a.L .beta.-Myrcene Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl- 1,2-methylene-, (1S)- Ethanone, 1-cyclopropyl-2-(4-pyridinyl)-	15177 15384 30170	000123-35-3 018172-67-3 006580-95-6	91 64 59
5	17.695	89.83	C:\Database\NIST05a.L Limonene Limonene Limonene	15149 15153 15154	000138-86-3 000138-86-3 000138-86-3	93 93 91
6	19.255	0.17	C:\Database\NIST05a.L 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 3-Carene	15355 15347 15158	000099-85-4 000099-85-4 013466-78-9	97 96 94
7	19.706	0.21	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-)- Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-)- Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-)-	14426 14425 14421	000535-77-3 000099-87-6 000535-77-3	93 93 91
8	26.642	0.13	C:\Database\NIST05a.L Limonene oxide, cis- 7-Oxabicyclo[4.1.0]heptane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- Cyclopentene, 1-(2-propenyl)-	24056 24330 5335	004680-24-4 001195-92-2 037689-19-3	91 52 38
9	27.152	0.08	C:\Database\NIST05a.L Limonene oxide, trans- Limonene oxide, trans- 4-Cyclopropylnorcaradiene	24063 24071 15207	006909-30-4 006909-30-4 1000222-73-9	91 68 47
10	29.071	0.14	C:\Database\NIST05a.L Decanal Decanal	27019 27021	000112-31-2 000112-31-2	91 86
11	30.254	1.27	C:\Database\NIST05a.L Ammonia Water	6 7	007664-41-7 007732-18-5	2 1
12	32.778	0.10	C:\Database\NIST05a.L trans-p-Mentha-2,8-dienol 3-Methylcyclohexene 2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, trans-	24081 2549 24324	1000139-65-3 00188-90-0 007212-40-0	94 50 46
13	35.312	0.13	C:\Database\NIST05a.L 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z) 1,6,10-Dodecatriene, 7,11-dimethyl- 3-methylene-, (Z)- 1,6-Dodecatriene, 7,11-dimethyl- 3-methylene-, (E)-	24148 59897 59897 59894	000106-26-3 028973-97-9 028973-97-9 018794-84-8	64 46 46 43
14	35.703	0.42	C:\Database\NIST05a.L p-menth-1-en-8-ol 3-Cyclohexene-1-methanol, alpha, 3-Cyclohexene-1-methanol, alpha, .alpha.4-trimethyl-	25545 25797 25798	1000157-89-9 000098-55-5 000098-55-5	92 83 64
15	37.154	0.25	C:\Database\NIST05a.L 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E) 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z) 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E) 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)	24151 24102 24108 24108	000141-27-5 005392-40-5 005392-40-5 005392-40-5	95 90 90 90
16	37.796	0.13	C:\Database\NIST05a.L 6-Octen-1-ol, 3,7-dimethyl-, (S)- 6-Octen-1-ol, 3,7-dimethyl-, (R)- 6-Octen-1-ol, 3,7-dimethyl-, (S)- 6-Octen-1-ol, 3,7-dimethyl-, (R)-	27107 27107 27107 27107	000106-22-9 000106-22-9 000106-22-9 000106-22-9	91 91 64 64
17	38.064	0.21	C:\Database\NIST05a.L Cyclodecane Formic acid, decyl ester	17322 17322 47222	000293-96-9 000293-96-9 003451-53-3	95 95 91
18	38.851	0.04	C:\Database\NIST05a.L 2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl-, (Z) 2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7-dimethyl-, (E) 2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, (Z)-	72945 25689 25690	003790-71-4 000106-24-1 000106-25-2	59 50 43
19	39.251	0.08	C:\Database\NIST05a.L 1-Cyclohexene-1-carboxaldehyde, 4-(1-methylethyl)- 1-Cyclohexene-1-carboxaldehyde, 4-(1-methylethyl)-, (S)- 1-Cyclohexene-1-carboxaldehyde, 4-(1-methylethyl)-	22913 22942 22914	002111-75-3 018031-40-8 002111-75-3	95 68 64
20	40.220	0.14	C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)- Benzene, 1-methoxy-4-(1-propenyl)- Benzene, 1-methoxy-4-(1-propenyl)-	24319 21817 21816	001197-06-4 000104-46-1 000104-46-1	95 68 68
21	41.207	0.07	C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-, trans- 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-, cis- Pyridine, 3-(2-piperidinyl)-, (S)-	24328 24317 30642	001197-07-5 001197-06-4 000494-52-0	83 64 47
22	45.542	0.02	C:\Database\NIST05a.L 1,3-Pentadiene 1,3-Pentadiene, (Z)- 1,4-Pentadiene	426 438 427	000504-60-9 001574-41-0 000591-93-5	38 38 35
23	54.339	0.03	C:\Database\NIST05a.L 1-(2-Hydroxyethoxy)-2-(vinylthio)ethane Octaethylene glycol monododecyl ether Ethanol, 2-(1-methylethoxy)-	22071 186450 4670	086241-10-3 003055-98-9 000109-59-1	35 35 27

Figura 49 Cromatograma de la muestra de aceite esencial extraído

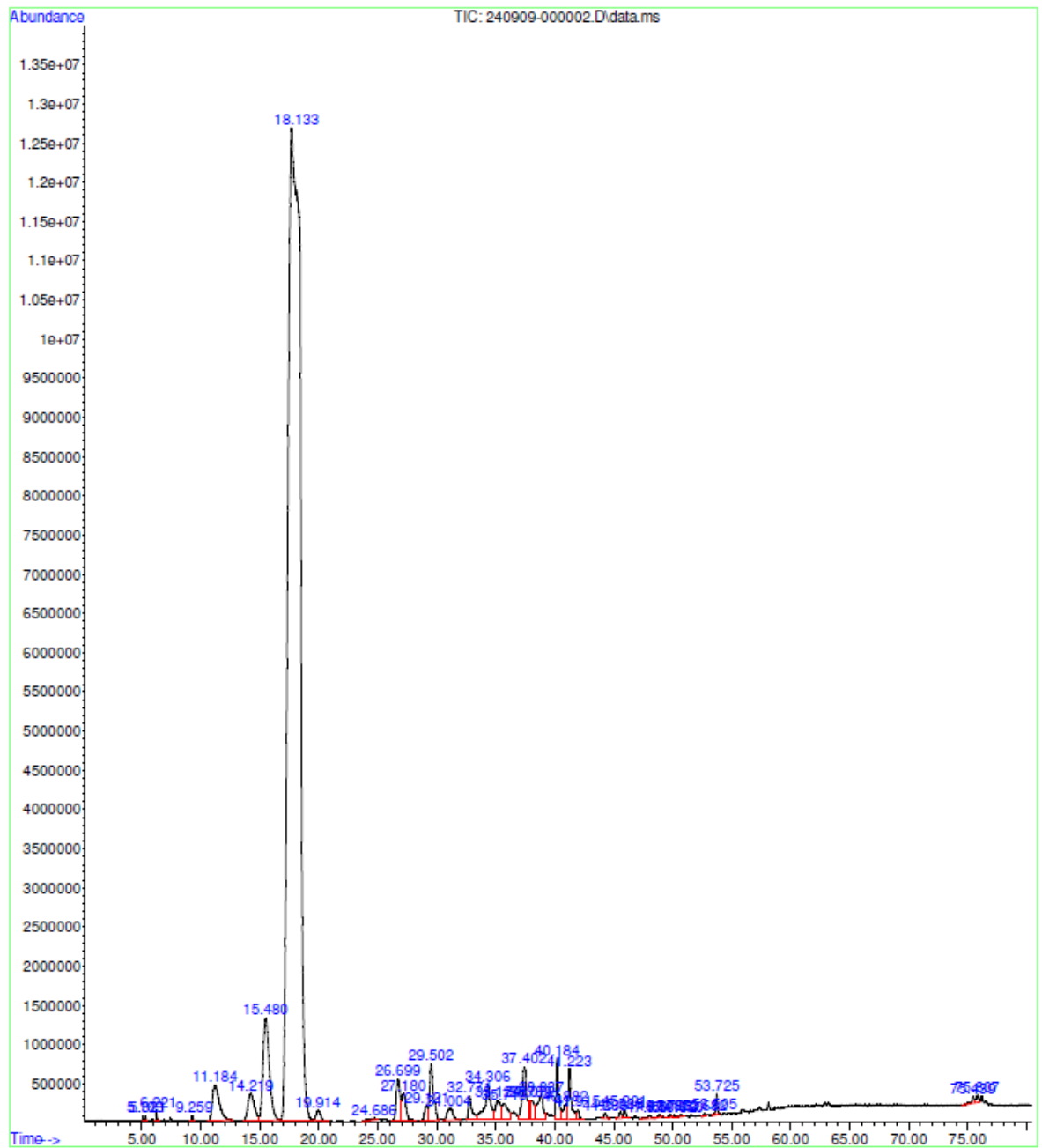


Figura 50 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite esencial extraído (Figura 46)

PK#	RT Area#	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	5.104	0.02 C:\Database\NIST05a.L dl-Alanine	776	000078-90-0	45
		d-Alanine	214	000302-72-7	38
			2112	000338-69-2	38
2	5.323	0.02 C:\Database\NIST05a.L 1-Hexanamine	4048	000111-56-2	32
		1-Hexanamine	4047	000111-56-2	32
		1-Octanamine	12613	000111-86-4	32
3	6.219	0.06 C:\Database\NIST05a.L Acetone	21	000667-64-1	90
		Acetone	21	000667-64-1	90
		Acetone	210	000667-64-1	86
4	9.257	0.03 C:\Database\NIST05a.L Ammonia	6	007664-41-7	3
		Water	7	007752-18-5	1
5	11.186	1.63 C:\Database\NIST05a.L alpha-Pinene	15178	000800-56-8	97
		IR-alpha-Pinene	15188	007785-70-8	95
		IR-alpha-Pinene	15186	007785-70-8	95
6	14.220	1.15 C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene- 1-(1-methylethyl)-	15373	003387-41-5	94
		Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene- 1-(1-methylethyl)-	15378	003387-41-5	91
		Bicyclo[3.1.0]heptane, 6,6-dimethyl- 1-(1-methylethyl)-	15374	028634-89-1	91
7	15.480	4.31 C:\Database\NIST05a.L beta-Pinene	15177	000123-35-3	64
		beta-Pinene	15176	000127-91-3	64
		Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl- 1-(1-methylethyl)-, (1S)-	15384	018172-67-3	60
8	18.132	78.62 C:\Database\NIST05a.L D-Limonene	15153	000138-86-3	91
		D-Limonene	15155	005989-37-5	91
		Limonene	15154	000138-86-3	91
9	19.915	0.30 C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-	14424	000535-77-3	94
		Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	14423	000999-87-6	89
		Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)-	14419	000527-84-4	84
10	24.686	0.07 C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.0]hexane, 6-methylene- 1,4-nonadiene, 2-nitro-, (2S)- 1,7-Octadiene-1,6-diol, 2,6-dimethyl- 2,7-trimethyl-	2573	054211-16-4	38
			3576	000555-19-2	35
			36225	075991-61-6	27
11	26.697	1.04 C:\Database\NIST05a.L Limonene oxide, cis- 1,4-(1-methylethyl)- 3-oxatricyclo[4.1.1.0(2.4)]octane, 2,7,7-trimethyl-	24056	004680-24-4	96
			24329	001195-32-2	91
12	27.179	0.75 C:\Database\NIST05a.L Limonene oxide, trans- Limonene oxide, trans- Pyridine, 2-ethoxy-	24063	006909-30-4	90
			24071	006909-30-4	80
			9817	014529-53-4	38
13	29.121	0.31 C:\Database\NIST05a.L Decanal	27019	000112-31-2	91
		Decanal	27023	000112-31-2	90
		Decanal	27021	000112-31-2	72
14	29.503	1.40 C:\Database\NIST05a.L 1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl- 1,6-octadien-3-ol, 3,7-dimethyl- 1,6-octadien-3-ol, 3,7-dimethyl- 2-aminobenzoate	25643	000078-70-6	87
			25636	000078-70-6	83
			107591	007149-26-0	53
15	31.004	0.43 C:\Database\NIST05a.L 3-Methylene-1,5-trimethylcyclohexene 1,2,5-Heptatriene, (E,E)- Pyridine, 4-propyl-	15290	016609-28-2	50
			2556	017678-93-5	38
			2558	001122-81-2	38
16	32.769	0.58 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, trans- 2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (Z)-	24324	007212-40-0	78
			2544	004054-38-0	46
			2553	002566-57-6	41
17	34.307	1.43 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, trans- Benzonamine, 5-ethoxy-	24324	007212-40-0	97
			24090	029771-44-4	50
			16158	000621-33-0	30
18	35.125	0.69 C:\Database\NIST05a.L Furan, 2,3-dihydro-3-methyl- 2-Fenene, 3-methyl-, (Z)- 2-Fenene, 4-methyl-	1418	001708-27-6	38
			1459	004224-62-3	30
			1457	004461-48-7	30
19	35.717	0.59 C:\Database\NIST05a.L cis-p-Mentha-2,8-dien-1-ol 2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, trans- 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methylene-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (R)-	24090	022771-44-4	95
			24324	007212-40-0	93
			24231	035907-10-9	42
20	37.400	1.44 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (S)- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (R)-	22931	002244-16-8	96
			22932	002244-16-8	95
			22926	006485-40-1	95
21	37.791	0.25 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (S)- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (R)-	22926	006485-40-1	91
			22932	002244-16-8	91
			22925	002244-16-8	78
22	38.073	0.47 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (R)- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (S)- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (R)-	22926	006485-40-1	91
			22931	002244-16-8	78
			22925	002244-16-8	78
23	38.837	0.91 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (S)- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (R)- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (S)-	22932	002244-16-8	93
			22925	002244-16-8	89
			22926	006485-40-1	76
24	40.183	1.04 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, cis- 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, trans- trans-2-Caren-4-ol	24319	001197-06-4	98
			24326	001197-07-5	72
			24052	004017-82-7	49
25	40.884	0.35 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, cis- 1,5-Cyclooctadiene, 1,2-dimethyl- 2-Cyclohexen-1-ene, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, (S)-	24319	001197-06-4	95
			15255	006588-51-8	30
			22925	002244-16-8	27
26	41.225	0.99 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, trans- 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, cis- Furan, 2,5-dihydro-4-methyl-	24328	001197-07-5	99
			24317	001197-06-4	91
			1419	034314-83-5	30
27	41.916	0.16 C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, cis- 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methyl- ethyl)ethenyl-, cis- 3-Oxatricyclo[4.1.1.0(2.4)]octane, 2,7,7-trimethyl-	24328	001197-07-5	70
			24317	001197-06-4	55
			24286	001686-14-2	35

Figura 51 Cromatograma de la muestra de aceite extraído liberado en etanol, por microcápsulas de microemulsión

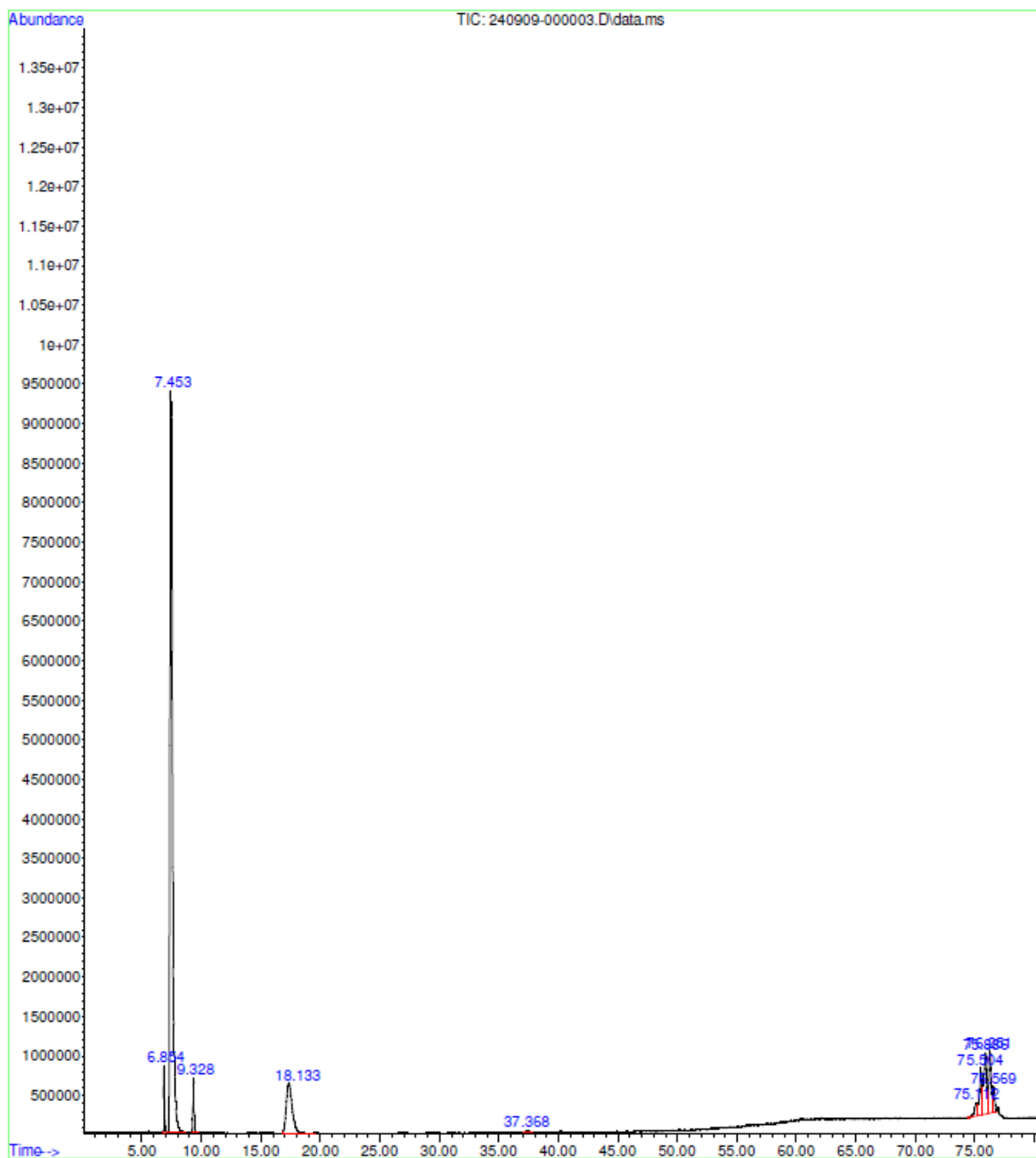


Figura 52 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite liberado por microcápsulas de microemulsión (Figura 48)

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	6.856	2.03	C:\Database\NIST05a.L			
			Methyl Alcohol	29	000067-56-1	64
			Methyl Alcohol	31	000067-56-1	9
			Methyl Alcohol	30	000067-56-1	4
2	7.452	67.84	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol	93	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	95	000064-17-5	90
			Ethyl alcohol	94	000064-17-5	64
3	9.330	2.26	C:\Database\NIST05a.L			
			Ammonia	6	007664-41-7	2
			Water	7	007732-18-5	1
			Urea	292	000057-13-6	1
4	18.132	9.82	C:\Database\NIST05a.L			
			D-Limonene	15162	005989-27-5	94
			D-Limonene	15164	005989-27-5	93
			Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (+/-)-	15372	007705-14-8	87
5	37.368	0.22	C:\Database\NIST05a.L			
			2-Cyclohexen-1-one, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, (R)-	22926	006485-40-1	96
			2-Cyclohexen-1-one, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, (S)-	22929	002244-16-8	96
			2-Cyclohexen-1-one, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, (S)-	22932	002244-16-8	95
6	75.113	1.20	C:\Database\NIST05a.L			
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	110586	004376-20-9	83
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester	168521	027554-26-3	74
			D1-n-octyl phthalate	168496	000117-84-0	72
7	75.504	3.82	C:\Database\NIST05a.L			
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	110586	004376-20-9	91
			D1-n-octyl phthalate	168496	000117-84-0	80
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester	168521	027554-26-3	70
8	75.886	6.04	C:\Database\NIST05a.L			
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	110586	004376-20-9	91
			Phthalic acid, 2-ethylhexyl isohexyl ester	158098	1000308-98-5	80
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester	168521	027554-26-3	76
9	76.250	5.07	C:\Database\NIST05a.L			
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	110586	004376-20-9	91
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester	168521	027554-26-3	76
			D1-n-octyl phthalate	168496	000117-84-0	70
10	76.568	1.70	C:\Database\NIST05a.L			
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester	168521	027554-26-3	94
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	110586	004376-20-9	91
			Phthalic acid, 2-ethylhexyl isohexyl ester	158098	1000308-98-5	64

Figura 53 Cromatograma de la muestra de aceite extraído liberado en etanol, por microcápsulas de coacervación compleja

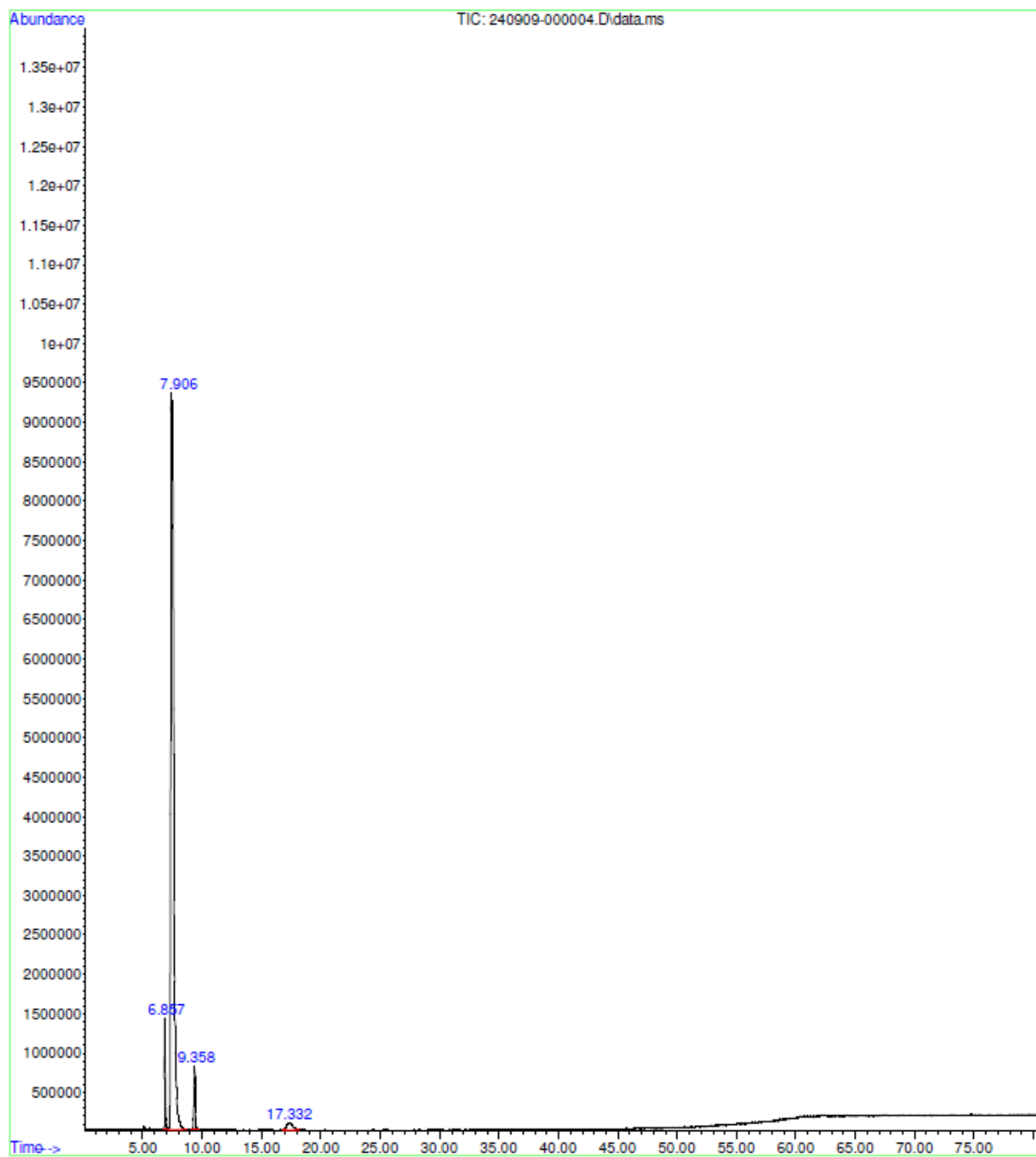


Figura 54 Áreas bajo la curva de principales compuestos detectados en el cromatograma para aceite liberado por microcápsulas de coacervación compleja (Figura 50)

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	6.856	4.10	C:\Database\NIST05a.L			
			Methyl Alcohol	29	000067-56-1	64
			Methyl Alcohol	31	000067-56-1	56
			Methyl Alcohol	30	000067-56-1	4
2	7.907	90.76	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol	93	000064-17-5	94
			Ethyl alcohol	94	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	95	000064-17-5	87
3	9.358	3.44	C:\Database\NIST05a.L			
			Ammonia	6	007664-41-7	2
			Water	7	007732-18-5	1
			Urea	291	000057-13-6	1
4	17.331	1.70	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methyl-4-phenyl)-, (S)-	15365	005989-54-8	96
			D-Limonene	15164	005989-27-5	95
			Cyclohexanol, 1-methyl-4-(1-methyl-4-phenyl)-, acetate	54305	010198-23-9	83

XIII. Glosario

1. Aceite esencial: compuesto volátil obtenido de plantas, frutas, hierbas o flores mediante diferentes técnicas de extracción, como la hidrodestilación. Estos aceites son valorados por sus propiedades aromáticas, terapéuticas y funcionales. En este estudio, se utilizó aceite esencial de cáscara de naranja.
2. Alginato de sodio: polisacárido natural extraído de algas marinas, utilizado como agente gelificante en procesos de encapsulación. En este estudio, fue empleado como uno de los polímeros principales en la formación de microcápsulas mediante coacervación compleja.
3. ANOVA de dos muestras o dos vías: análisis de varianza que evalúa el efecto de dos factores o variables independientes sobre una variable dependiente, además de la interacción entre ambas. Es útil para comparar varias medias simultáneamente, evaluando cómo dos factores afectan los resultados.
4. ANOVA robusto: análisis de varianza modificado para ser menos sensible a violaciones de las suposiciones de normalidad y homogeneidad de varianzas. Es utilizado cuando los datos no cumplen con los requisitos de un ANOVA tradicional.
5. Coacervación compleja: método de microencapsulación que se basa en la separación de fases de dos polímeros cargados opuestamente en una solución, resultando en la formación de microcápsulas alrededor de un compuesto activo.
6. Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS): técnica analítica utilizada para identificar y cuantificar los componentes químicos de una mezcla, ideal para analizar la composición de aceites esenciales.
7. Granulometría: técnica utilizada para medir y analizar la distribución de tamaños de partículas en una muestra. En este estudio, fue empleada para caracterizar las microcápsulas en términos de su tamaño y distribución.
8. Hidrodestilación: método de extracción de aceites esenciales mediante el uso de vapor de agua para separar los compuestos volátiles presentes en una planta o fruto. En este estudio, se utilizó para obtener aceite esencial de cáscara de naranja.
9. Liofilización: proceso de secado por congelación utilizado para eliminar el agua de las microcápsulas, preservando su estructura y estabilidad. Este método fue empleado en la investigación para simular el secado de las microcápsulas.
10. Microcápsulas: pequeñas esferas que encapsulan compuestos activos, como aceites esenciales, dentro de una matriz polimérica para protegerlos de factores externos y controlar su liberación.

11. Microemulsión: sistema termodinámicamente estable formado por agua, aceite y surfactantes que permite encapsular compuestos activos en cápsulas de tamaño micrométrico. En este estudio, se utilizó como uno de los métodos de encapsulación.
12. Prueba de Levene: prueba estadística utilizada para evaluar la homogeneidad de varianzas entre los grupos en un conjunto de datos. Si los resultados indican que las varianzas no son homogéneas, se deben usar métodos robustos como el ANOVA robusto.
13. Prueba de Shapiro-Wilk: prueba estadística que evalúa si un conjunto de datos sigue una distribución normal. En este estudio, se utilizó para determinar si los datos de humedad seguían una distribución normal.
14. Surfactante: compuesto que reduce la tensión superficial entre dos fases, como agua y aceite, facilitando la formación de emulsiones. El Tween 80 es un surfactante comúnmente utilizado en microemulsiones para estabilizar las gotas de aceite.
15. Tween 80 (Polisorbato 80): surfactante no iónico utilizado para estabilizar emulsiones y microemulsiones, especialmente en aplicaciones cosméticas y farmacéuticas. En este estudio, fue empleado en el método de microemulsión para encapsular el aceite esencial de naranja.