



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
PEDRO RUIZ GALLO  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E  
INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**



**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**TESIS**

Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido  
de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas

**PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA  
QUÍMICA**

**AUTORES:**

Bach. Bautista Diaz Shirley Carito

Bach. De la Cruz Suarez Jennifer Jackeline

**ASESOR:**

M. Sc. Gerardo Santamaría Baldera

Código: ORCID: 0000-0002-2593-5449

**LAMBAYEQUE - PERÚ**

**2026**



**UNIVERSIDAD NACIONAL**  
**PEDRO RUIZ GALLO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E**  
**INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**



**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**TESIS**

Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido  
de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas

**PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA**  
**QUÍMICA**

**AUTORES:**

**Bach.** Bautista Diaz Shirley Carito

**Bach.** De la Cruz Suarez Jennifer Jackeline

**APROBADO POR:**

Dr. Arce Cruzado Carlos Reinerio

**Presidente**

M. Sc. Sanchun Garcia Ruben Dario

**Secretario**

M. Sc. Tirado Vasquez Julio Humberto

**Vocal**

M. Sc. Baldera Santamaría Gerardo

**Asesor**



## ACTA DE SUSTENTACIÓN - 2026

Siendo las 11:30 am del miércoles 03 de junio del 2026, se reunieron en la sala de sustentación de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias los miembros del jurado evaluador de la Tesis Titulada: ***Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas;*** designados con Res. N°559-2024-D-FIQIA de fecha 18 de octubre del 2024 y aprobada con Res. N°226-2025-D-FIQIA de fecha 30 de junio del 2025, con la finalidad de Evaluar y Calificar la sustentación de la tesis antes mencionada, conformados por los siguientes docentes:

- **Presidente:** Dr. Carlos Reinerio Arce Cruzado
- **Secretario:** M.Sc. Rubén Darío Sachun García
- **Vocal:** M.Sc. Julio Humberto Tirado Vásquez

La tesis fue asesorada por el M.Sc. Gerardo Santamaria Baldera, nombrado con Res. N°523-2024-D-FIQIA de fecha 09 de octubre del 2024. El acto de sustentación es autorizado con Res. N°166-2026-D-FIQIA de fecha 19 de mayo del 2026.

La Tesis fue presentada y sustentada por las Bachilleres: **SHIRLEY CARITO BAUTISTA DIAZ Y JENNIFER JACKELINE DE LA CRUZ SUAREZ;** de la Escuela Profesional de Ingeniería Química y tuvo una duración de ..... minutos.

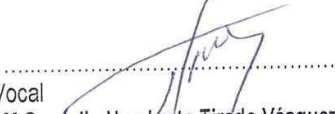
Después de la sustentación, y absueltas las preguntas y observaciones de los miembros del jurado; se procedió a la calificación respectiva, otorgándole el calificativo de 18... (....*Dieciocho*....) en la escala vigesimal, mención *Muy Bueno*.

Por lo que queda APTA para obtener el Título Profesional de **INGENIERA QUIMICA** de acuerdo con la Ley Universitaria 30220 y la normatividad vigente de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias y la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo.

Siendo las *12:30* se dio por concluido el presente acto académico, dándose conformidad al presente acto, con la firma de los miembros del jurado.

Firmas

  
Presidente  
Dr. Carlos Reinerio Arce Cruzado

  
Vocal  
M.Sc. Julio Humberto Tirado Vásquez

  
Secretario  
M.Sc. Rubén Darío Sachun García

  
Asesor  
M.Sc. Gerardo Santamaria Baldera

## CONSTANCIA DE VERIFICACIÓN DE ORIGINALIDAD

Yo, **Gerardo Santamaría Baldera**, en calidad de usuario revisor del trabajo de investigación titulado:

**“Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas”**, cuyos autores son:

- **Shirley Carito Bautista Díaz**, identificada con DNI N.º **75313695**.
- **Jennifer Jackeline de la Cruz Suárez**, identificada con DNI N.º **71574424**.

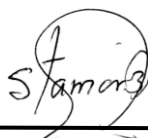
Declaro que la evaluación realizada mediante el programa informático de detección de similitudes arrojó un porcentaje de similitud de **16 %**, resultado que puede verificarse en el Resumen del Reporte Automatizado de Similitudes que se adjunta al presente documento.

Asimismo, manifiesto que he revisado y analizado dicho reporte, concluyendo que las coincidencias detectadas dentro del porcentaje de similitud permitido **no constituyen plagio**, por cuanto corresponden a citas, referencias bibliográficas y expresiones de uso técnico o académico debidamente consignadas. En consecuencia, el documento cumple con los principios de integridad científica y con las normas vigentes para el uso de citas y referencias establecidas en los protocolos institucionales respectivos.

Se adjunta, además, el Recibo Digital correspondiente, a efectos de garantizar la trazabilidad del proceso de verificación de originalidad.

Sin otro particular, suscribo la presente constancia para los fines que estime convenientes.

**Lambayeque, 08 de junio de 2026**



---

**Mg. Gerardo Santamaría Baldera**  
Docente Asesor / Usuario Revisor  
DNI: 17607874

Adjunta:

Resumen de Reporte automatizado de similitudes Recibo digital

# Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas ÚLTIMO.docx

## INFORME DE ORIGINALIDAD

|                     |                     |               |                        |
|---------------------|---------------------|---------------|------------------------|
| 16%                 | 15%                 | 8%            | 6%                     |
| INDICE DE SIMILITUD | FUENTES DE INTERNET | PUBLICACIONES | TRABAJS DEL ESTUDIANTE |

## FUENTES PRIMARIAS

|   |                                                    |     |
|---|----------------------------------------------------|-----|
| 1 | hdl.handle.net                                     | 2%  |
|   | Fuente de Internet                                 |     |
| 2 | repositorio.lamolina.edu.pe                        | 2%  |
|   | Fuente de Internet                                 |     |
| 3 | Submitted to Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo | 1%  |
|   | Trabajo del estudiante                             |     |
| 4 | repositorio.unprg.edu.pe                           | 1%  |
|   | Fuente de Internet                                 |     |
| 5 | repository.uamerica.edu.co                         | 1%  |
|   | Fuente de Internet                                 |     |
| 6 | repositorio.unsch.edu.pe                           | 1%  |
|   | Fuente de Internet                                 |     |
| 7 | repositorio.unap.edu.pe                            | <1% |
|   | Fuente de Internet                                 |     |
| 8 | redi.unjbg.edu.pe                                  | <1% |
|   | Fuente de Internet                                 |     |



GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

9

Duenas Zurita, Julia Alicia. "Optimizacion de las condiciones de extraccion de compuestos fenolicos a partir de cascara de uva variedad quebranta (Ica, Peru) empleando tecnicas convencionales y extraccion asistida por ultrasonido", Pontificia Universidad Catolica del Peru – CENTRUM Catolica (Peru), 2021

Publicación

< 1 %

Submitted to Universidad Nacional de Moquegua

Trabajo del estudiante

< 1 %

[dspace.esPOCH.edu.ec](https://dspace.esPOCH.edu.ec)

Fuente de Internet

< 1 %

[repositorio.upec.edu.ec](https://repositorio.upec.edu.ec)

Fuente de Internet

< 1 %

[repositorio.unphu.edu.do](https://repositorio.unphu.edu.do)

Fuente de Internet

< 1 %

Submitted to Universidad Autónoma de Nuevo León

Trabajo del estudiante

< 1 %

15

[repositorio.unaj.edu.pe](https://repositorio.unaj.edu.pe)

Fuente de Internet

  
GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

< 1 %

[repositorio.unal.edu.co](https://repositorio.unal.edu.co)

Fuente de Internet

< 1 %

[uvadoc.uva.es](https://uvadoc.uva.es)

Fuente de Internet

< 1 %

repositorio.unam.edu.pe

Fuente de Internet

< 1 %

repositorio.uancv.edu.pe

Fuente de Internet

< 1 %

kipdf.com

Fuente de Internet

< 1 %

Submitted to Universidad Cesar Vallejo

Trabajo del estudiante

< 1 %

www.scribd.com

Fuente de Internet

< 1 %

Abad Altelarrea, Clara. "Extracción de especies vegetales para la obtención de extractos con propiedades antifúngicas y antioxidantes, de interés en la industria alimentaria", Centro de Investigación y Tecnología Agroalimentaria de Aragón (Spain), 2024

Publicación



GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

24

dehesa.unex.es:8080

Fuente de Internet

< 1 %

Submitted to BENEMERITA UNIVERSIDAD  
AUTONOMA DE PUEBLA BIBLIOTECA

Trabajo del estudiante

< 1 %

id.scribd.com

Fuente de Internet

< 1 %

Gonzales Uscamayta, Miki. "Determinacion de acidos grasos, compuestos fenolicos y efecto gastroprotector de semillas de uva (Vitis vinifera) variedad Malbec, subproducto de la industria vitivinicola, Ica-Peru.", Pontificia Universidad Catolica del Peru – CENTRUM Catolica (Peru), 2020

Publicación

< 1 %

tesis.ipn.mx

Fuente de Internet

< 1 %

www.dspace.uce.edu.ec

Fuente de Internet

< 1 %

digital.csic.es

Fuente de Internet

Submitted to Académicos CUA

Trabajo del estudiante



< 1 %

GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

< 1 %

32

repositorio.uct.edu.pe

Fuente de Internet

< 1 %

"Proceedings of the 4th Biotechnology World Symposium", Mexican Journal of Biotechnology, 2024

Publicación

< 1 %

www.repositorio.uc.cl

Fuente de Internet



< 1 %

Submitted to Universidad Nacional Abierta y a Distancia, UNAD,UNAD

Trabajo del estudiante

< 1 %

[bdigital.unal.edu.co](http://bdigital.unal.edu.co)

Fuente de Internet

< 1 %

[repositorio.uaaan.mx](http://repositorio.uaaan.mx)

Fuente de Internet

< 1 %

Submitted to uncedu

Trabajo del estudiante

< 1 %

María Hernández Carrión. "OBTENCIÓN DE INGREDIENTES FUNCIONALES PARA LA FORMULACIÓN DE ALIMENTOS ENRIQUECIDOS CON EXTRACTOS VEGETALES. INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO DE CONSERVACIÓN SOBRE ALGUNOS COMPUESTOS BIOACTIVOS.", Universitat Politecnica de Valencia, 2014

Publicación

< 1 %

[alicia.concytec.gob.pe](http://alicia.concytec.gob.pe)

Fuente de Internet

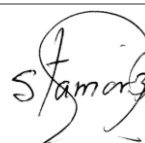
< 1 %

41

[core.ac.uk](http://core.ac.uk)

Fuente de Internet

< 1 %



GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

[dspace.unach.edu.ec](http://dspace.unach.edu.ec)

Fuente de Internet

< 1 %

[www.nozomiscience.org](http://www.nozomiscience.org)

Fuente de Internet

< 1 %

Submitted to Universidad Católica Boliviana  
"San Pablo"

Trabajo del estudiante

< 1 %

[docplayer.es](http://docplayer.es)

Fuente de Internet

< 1 %

[eprints.uanl.mx](http://eprints.uanl.mx)

Fuente de Internet

< 1 %

[repositorio.chapingo.edu.mx](http://repositorio.chapingo.edu.mx)

Fuente de Internet

< 1 %

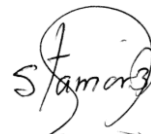
[sired.udenar.edu.co](http://sired.udenar.edu.co)

Fuente de Internet

< 1 %

[www.maximaformacion.es](http://www.maximaformacion.es)

Fuente de Internet



GERARDO SANTAMARÍA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

< 1 %

Guzmán-López, Haydee. "Actitudes De Las Niñas Hacia Las Matemáticas En Escuelas Secundarias Privadas De Puerto Rico", University of Puerto Rico, Rio Piedras (Puerto Rico), 2025

Publicación

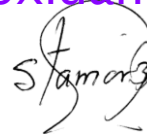
< 1 %

Ming Zhang, Ya Li, Xi-xiang Shuai, Jian Qiao, Chang-bin Wei, Fei-yue Ma, Yu-han Zhang, Li-qing Du. "Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from macadamia

< 1 %

# (Macadamia integrifolia) green peel: Purification, identification and antioxidant activities", LWT, 2023

Publicación



GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874

[www.coursehero.com](http://www.coursehero.com)

Fuente de Internet

<1%



## Recibo digital

Este recibo confirma que su trabajo ha sido recibido por **Turnitin**. A continuación podrá ver la información del recibo con respecto a su entrega.

La primera página de tus entregas se muestra abajo.

Autor de la entrega: SHIRLEY CARITO BAUTISTA DIAZ  
Título del ejercicio: TESIS DE PREGRADO  
Título de la entrega: Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre ...  
Nombre del archivo: Efecto\_del\_tipo\_de\_solvente\_y\_temperatura\_de\_extracción\_so...  
Tamaño del archivo: 12.51M  
Total páginas: 83  
Total de palabras: 13,661  
Total de caracteres: 76,455  
Fecha de entrega: 08-jun-2026 11:56p. m. (UTC-0500)  
Identificador de la entrega: 2979535457

GERARDO SANTAMARIA BALDERA  
ASESOR  
DNI N° 17607874



UNIVERSIDAD NACIONAL  
PEDRO RUIZ GALLO  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E  
INDUSTRIAS ALIMENTARIAS  
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



TESIS  
Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de  
compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas

PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL DE:  
Ingeniero (a) Químico (a)

**Autores:**  
Bach. Bautista Díaz Shirley Carito  
Bach. De la Cruz Suarez Jennifer Jackeline

**Asesor:**  
M. Sc. Gerardo Santamaria Baldera  
Código: ORCID: 0000-0002-2593-5449

LAMBAYEQUE - PERÚ  
2026

## **DEDICATORIA**

A mis queridos padres, Juan Bautista y Consuelo Díaz, por su amor, dedicación y enseñanzas, que han sido fundamentales para alcanzar esta meta.

A mi hermana, Diana Bautista, por su compañía y comprensión a lo largo de este proceso.

Y a mi amada hija, Alessia, quien es mi mayor inspiración y la razón que me impulsa a seguir adelante cada día.

Con profundo cariño y gratitud, les dedico este trabajo.

**Shirley Bautista**

A Dios, por sostenerme en el proceso. A mis padres, por creer en mí, ser mi motor y mi ejemplo.

A Melissa, mi gata, por acompañarme en cada desvelo. Y a mi asesor M.Sc.Gerardo Santamaria, por su apoyo y valiosa orientación.

**Jennifer De la Cruz**

## **AGRADECIMIENTO**

A Dios, por brindarnos la fortaleza, la salud y la perseverancia necesarias para superar cada desafío y permitirnos alcanzar esta importante meta académica.

A nuestros padres, por su amor, confianza y apoyo incondicional, así como por su constante acompañamiento durante el desarrollo de esta investigación, siendo una fuente fundamental de motivación para lograr este objetivo.

Expresamos nuestro sincero agradecimiento al M.Sc. Gerardo Santamaría Baldera por su orientación, dedicación y valiosos conocimientos compartidos, los cuales contribuyeron significativamente al desarrollo y culminación de la presente tesis.

## RESUMEN

La presente investigación, tuvo como objetivo principal evaluar el efecto del tipo de solvente y la temperatura de extracción sobre el contenido de compuestos fenólicos en cáscaras de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*). Se empleó un diseño experimental factorial, considerando como variables el tipo de solvente (agua, metanol, etanol al 50 % y 70 %) y la temperatura de extracción (40, 50 y 70 °C).

Las cáscaras fueron acondicionadas mediante lavado, congelación, liofilización, molienda y tamizado, obteniéndose una materia prima homogénea. La extracción se realizó por ultrasonido y la cuantificación de compuestos fenólicos se llevó a cabo mediante el método espectrofotométrico de Folin–Ciocalteu, utilizando ácido gálico como patrón.

Los resultados demostraron que el tipo de solvente, la temperatura y sus interacciones influyen significativamente en el rendimiento de extracción. El etanol al 70 % presentó el mayor contenido fenólico, seguido del etanol al 50 %, metanol y agua. Asimismo, la temperatura de 70 °C permitió obtener los valores más altos de compuestos fenólicos, sin evidenciar degradación dentro del rango estudiado. La cáscara de naranja presentó un mayor contenido fenólico en comparación con la cáscara de limón.

Estos resultados evidencian el potencial de los residuos cítricos como fuente de compuestos bioactivos y resaltan la importancia de optimizar las condiciones de extracción para su aprovechamiento sostenible.

**Palabras clave:** compuestos fenólicos, residuos cítricos, extracción por ultrasonido, solventes, temperatura.

## ABSTRACT

This study evaluated the effect of solvent type and extraction temperature on the phenolic compound content of orange (*Citrus sinensis*) and lemon (*Citrus aurantifolia*) peel residues. A factorial experimental design was applied, considering solvent type (water, methanol, 50 % ethanol, and 70 % ethanol) and extraction temperature (40, 50, and 70 °C).

The peels were conditioned through washing, disinfection, freeze-drying, grinding, and sieving to obtain a homogeneous material. Phenolic compounds were extracted using ultrasound-assisted extraction and quantified by the Folin–Ciocalteu spectrophotometric method, using gallic acid as the reference standard.

The results showed that solvent type, temperature, and their interactions significantly affected the extraction yield. The highest phenolic content was obtained with 70 % ethanol, followed by 50 % ethanol, methanol, and water. Extraction at 70 °C led to the highest phenolic values without noticeable degradation. Additionally, orange peel exhibited a higher phenolic compound content than lemon peel.

These findings highlight the potential of citrus residues as a source of bioactive compounds and the importance of optimizing extraction conditions for their sustainable valorization.

**Keywords:** phenolic compounds, citrus residues, ultrasound-assisted extraction, solvents, temperature.



# ÍNDICE

|        |                                                                 |    |
|--------|-----------------------------------------------------------------|----|
| I.     | INTRODUCCIÓN .....                                              | 1  |
| II.    | DISEÑO TEÓRICO.....                                             | 3  |
| 2.1.   | Antecedentes.....                                               | 3  |
| 2.2.   | Bases Teóricas .....                                            | 7  |
| 2.2.1. | Compuestos fenólicos.....                                       | 7  |
| 2.2.2. | Métodos de extracción de Compuestos Fenólicos.....              | 12 |
| 2.2.3. | Factores que afectan la extracción de compuestos fenólicos..... | 14 |
| 2.2.4. | Frutos cítricos .....                                           | 15 |
| 2.2.5. | Producción de cítricos .....                                    | 19 |
| 2.2.6. | Método de cuantificación de compuestos fenólicos .....          | 21 |
| 2.3.   | Operacionalización de Variables .....                           | 22 |
| III.   | MÉTODOS Y MATERIALES.....                                       | 23 |
| 3.1.   | Tipo de investigación.....                                      | 23 |
| 3.2.   | Diseño de investigación.....                                    | 23 |
| 3.3.   | Tipo de diseño experimental.....                                | 23 |
| 3.4.   | Población y Muestra .....                                       | 24 |
| 3.4.1. | Población.....                                                  | 24 |
| 3.4.2. | Muestra.....                                                    | 24 |
| 3.5.   | Equipos, Materiales e Insumos .....                             | 25 |
| 3.5.1. | Equipos.....                                                    | 25 |
| 3.5.2. | Materiales .....                                                | 25 |
| 3.5.3. | Insumos .....                                                   | 26 |
| 3.6.   | Procedimiento experimental .....                                | 27 |
| 3.6.1. | Pretratamiento de la materia prima.....                         | 27 |
| 3.6.2. | Obtención de extractos mediante ultrasonido.....                | 28 |

|        |                                                                                                                            |    |
|--------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.6.3. | Preparación de calibrantes y reactivos .....                                                                               | 29 |
| 3.6.4. | Curva de calibración para compuestos fenólicos totales .....                                                               | 30 |
| 3.6.5. | Determinación de compuestos fenólicos en los extractos obtenidos .....                                                     | 33 |
| IV.    | RESULTADOS.....                                                                                                            | 34 |
| 4.1.   | Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de polifenoles totales.....                     | 34 |
| 4.2.   | Determinación del contenido fenólico en residuos de cítricos (C. sinensis y C. Aurantifolia) .....                         | 38 |
| 4.2.1. | Contenido fenólico a una temperatura de 40°C.....                                                                          | 41 |
| 4.2.2. | Contenido fenólico a una temperatura de 50°C.....                                                                          | 42 |
| 4.2.3. | Contenido fenólico a una temperatura de 70°C.....                                                                          | 44 |
| 4.2.4. | Comparación del efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el rendimiento de compuestos fenólicos ..... | 45 |
| 4.3.   | Resultado de análisis estadísticos .....                                                                                   | 47 |
| 4.3.1. | Análisis de varianza.....                                                                                                  | 49 |
| 4.4.   | Discusión .....                                                                                                            | 53 |
| V.     | CONCLUSIONES .....                                                                                                         | 56 |
| 5.1.   | Recomendaciones .....                                                                                                      | 58 |
| VI.    | ANEXOS .....                                                                                                               | 65 |

## ÍNDICE DE TABLAS

|                                                                                                                                                                |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Tabla 1.</b> Clasificación taxonómica del limón .....                                                                                                       | 17 |
| <b>Tabla 2.</b> Clasificación taxonómica de la naranja .....                                                                                                   | 19 |
| <b>Tabla 3.</b> Producción por región y subproductos generados del limón sutil .....                                                                           | 20 |
| <b>Tabla 4.</b> Producción por región y cantidad de subproductos generados de la naranja.....                                                                  | 20 |
| <b>Tabla 5.</b> Operacionalización de variables .....                                                                                                          | 22 |
| <b>Tabla 6.</b> Variables, rangos y niveles de estudio para la extracción de compuestos fenólicos.                                                             | 24 |
| <b>Tabla 7.</b> Diseño factorial de la investigación para la extracción de compuestos fenólicos .....                                                          | 24 |
| <b>Tabla 8.</b> Patrones de ácido gálico .....                                                                                                                 | 31 |
| <b>Tabla 9.</b> Puntos de calibración para la cuantificación de ácido gálico.....                                                                              | 32 |
| <b>Tabla 10:</b> Resultados de los 36 tratamientos en extractos de cáscara de naranja ( <i>Citrus sinensis</i> ) mediante el método de Folin-Ciocalteu. ....   | 34 |
| <b>Tabla 11:</b> Resultados de los 36 tratamientos en extractos de cáscara de limón ( <i>Citrus aurantifolia</i> ) mediante el método de Folin-Ciocalteu ..... | 36 |
| <b>Tabla 12.</b> Contenido fenólico en extractos de cáscara de naranja ( <i>Citrus sinensis</i> ).....                                                         | 39 |
| <b>Tabla 13.</b> Contenido fenólico en extractos de cáscara de limón ( <i>Citrus Aurantifolia</i> ) .....                                                      | 40 |
| <b>Tabla 14.</b> Resultados del rendimiento fenólico, tipo de solvente vs la temperatura de extracción a 40°C.....                                             | 41 |
| <b>Tabla 15.</b> Resultados del rendimiento fenólico, tipo de solvente vs la temperatura de extracción a 50°C.....                                             | 42 |
| <b>Tabla 16.</b> Resultados del rendimiento fenólico, tipo de solvente vs la temperatura de extracción a 70°C .....                                            | 44 |
| <b>Tabla 18.</b> Prueba de normalidad de Shapiro-Wilk por niveles de temperatura.....                                                                          | 47 |
| <b>Tabla 19.</b> Prueba de Levene para la homogeneidad de varianzas del rendimiento fenólico a diferentes temperaturas.....                                    | 48 |
| <b>Tabla 20.</b> Pruebas de efectos inter-sujetos según los factores Temperatura, Fruta, Solvente y sus interacciones.....                                     | 49 |
| <b>Tabla 21.</b> Prueba de post hoc de Tukey (HSD) para la comparación de medias de concentración según temperatura.....                                       | 51 |
| <b>Tabla 22.</b> Prueba de post hoc de Tukey (HSD) para la comparación de medias de concentración según tipo de solvente. ....                                 | 51 |
| <b>Tabla 23.</b> Prueba de post hoc de Tukey (HSD) para la comparación de medias de concentración según tipo de fruta. ....                                    | 52 |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|                                                                                                                    |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Figura 1.</b> Principales clases de compuestos fenólicos .....                                                  | 7  |
| <b>Figura 2.</b> Estructura general de los flavonoides .....                                                       | 8  |
| <b>Figura 3.</b> Estructura de los flavonoles. ....                                                                | 9  |
| <b>Figura 4.</b> Estructura de las flavonas .....                                                                  | 9  |
| <b>Figura 5.</b> Estructura de las Isoflavonas .....                                                               | 10 |
| <b>Figura 6.</b> Estructura de las flavanonas.....                                                                 | 10 |
| <b>Figura 7.</b> Estructura de las antocianinas .....                                                              | 11 |
| <b>Figura 8.</b> Estructura del fruto de limón sutil .....                                                         | 17 |
| <b>Figura 9.</b> Partes estructurales de la naranja .....                                                          | 18 |
| <b>Figura 10.</b> Mecanismo de acción del reactivo de Folin-Ciocalteu .....                                        | 21 |
| <b>Figura 11.</b> Acondicionamiento de cáscaras de naranja y limón.....                                            | 27 |
| <b>Figura 12.</b> Proceso de extracción asistida por ultrasonido (UAE) .....                                       | 28 |
| <b>Figura 13.</b> Protocolo de reacción de Folin-Ciocalteu para la curva de calibración. ....                      | 31 |
| <b>Figura 14.</b> Curva de calibración del estándar de ácido gálico .....                                          | 33 |
| <b>Figura 15.</b> Rendimiento fenólico en cáscaras de naranja y limón según el solvente a 40 °C.41                 |    |
| <b>Figura 16.</b> Rendimiento fenólico en cáscaras de naranja y limón según el solvente a 50 °C.43                 |    |
| <b>Figura 17.</b> Rendimiento fenólico en cáscaras de naranja y limón según el solvente a 50 °C.44                 |    |
| <b>Figura 18.</b> Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción en extractos de cáscara de naranja ..... | 45 |
| <b>Figura 19.</b> Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción en extractos de cáscara de limón .....   | 46 |

## ÍNDICE DE ANEXOS

|                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------|----|
| <b>Anexo 1.</b> Acondicionamiento de la materia prima.....  | 65 |
| <b>Anexo 2.</b> Proceso de secado y liofilizado .....       | 66 |
| <b>Anexo 3.</b> Molienda y obtención de harina .....        | 67 |
| <b>Anexo 4.</b> Extracción de analitos .....                | 68 |
| <b>Anexo 5.</b> Preparación de reactivos y calibrantes..... | 70 |
| <b>Anexo 6.</b> Procesamiento de muestras.....              | 71 |

## I. INTRODUCCIÓN

A nivel global, los cítricos representan los cultivos frutícolas de mayor producción, destinados principalmente al consumo en fresco y elaboración de zumos. Se estima que un tercio de esta producción se somete a procesamiento industrial, generando anualmente toneladas de biomasa residual (cáscaras, pulpa y semillas) que representan aproximadamente el 50% del peso total de la fruta (Singh et al., 2020). Sin embargo, la gestión inadecuada de estos subproductos potenciales deriva en procesos de fermentación y deterioro microbiano, convirtiéndolos en una fuente de contaminación ambiental.

A diferencia de la pulpa, las cáscaras de cítricos destacan por ser una fuente potencial de compuestos fenólicos, los cuales poseen actividades farmacológicas de gran interés debido a sus propiedades antioxidantes, antimicrobianas y anticancerígenas. Específicamente, la cáscara de limón se considera un subproducto de alto valor ya que son ricas en aceites esenciales, carotenoides, pectina, flavonoides (principalmente hesperidina, naringina, rutina y neohesperidina) (Dominguez et al., 2025). Por su parte, en la cáscara de naranja los principales polifenoles encontrados incluyen ácidos fenólicos (ácido gálico, ácido *p*-cumárico y ácido ferúlico) y flavonoides (hesperidina y narirutina) (Vasquez et al., 2025). Esta condición permite su revalorización como materia prima de alto valor añadido, facilitando su aprovechamiento en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética (Muñoz et al., 2020).

En este contexto, la valorización de estos residuos surge como una alternativa estratégica debido a su amplia disponibilidad y bajo costo como fuentes de biomasa renovable. No obstante, su aprovechamiento se ve limitado por la baja eficiencia de los métodos tradicionales de extracción y la ausencia de protocolos estandarizados, debido a

la sensibilidad de los compuestos ante las variaciones de temperatura y el tipo de solvente empleado (Sabogal & Sucre, 2024).

Debido a esto, la presente investigación planteó como pregunta principal; ¿Cuál es el efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas?, Para responderla, se estableció como objetivo general evaluar el efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de compuestos fenólicos en cáscara de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*). Los objetivos específicos consistieron en: i) definir el proceso de acondicionamiento de los residuos de la cáscara de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*), ii) comparar la capacidad de extracción de cada uno de los solventes sobre el contenido de compuestos fenólicos de la cáscara de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*), iii) determinar la temperatura de extracción óptima que permita maximizar el rendimiento de extracción de compuestos fenólicos totales.

## II. DISEÑO TEÓRICO

### 2.1. Antecedentes

Becerra y Monzon (2019), Nuevo Chimbote – Perú, en su investigación “Optimización de la extracción de compuestos fenólicos asistida por ultrasonido en residuos de palta Hass (*Persea americana*)”. Realizaron un estudio con el propósito de optimizar la extracción de compuestos fenólicos a partir de cáscaras y semillas de palta. Se empleó un diseño experimental de superficie de respuesta mediante el modelo Box-Behnken, el cual permitió analizar la interacción de variables. En la cáscara, se evaluaron rangos de etanol (40-60%), temperatura (40-60 °C) y tiempo (20–80 min); mientras que en la semilla se analizó la concentración de etanol (30-50%), manteniendo los demás factores constantes. Para la cuantificación de los compuestos, se utilizó el método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu. Mediante este análisis, se determinó que las condiciones óptimas para la cáscara permitieron obtener 123.62 mg GAE/g utilizando etanol al 49%, a 51 °C durante 62 minutos. Por otro lado, para la semilla se alcanzó un rendimiento de 145.22 mg GAE/g empleando etanol al 41%, a 46 °C durante 66 minutos. Asimismo, concluyeron que trabajar con temperaturas moderadas es fundamental para que el solvente penetre mejor en la muestra, mientras que un calor excesivo induce la degradación térmica de los compuestos bioactivos

Cornejo (2020), Tacna - Perú, en su tesis "Aprovechamiento de los residuos de la granada (*Punica granatum*) variedad wonderful para la obtención de compuestos fenólicos mediante la aplicación de tecnologías limpias”. Evaluó la recuperación de compuestos bioactivos a partir de la cáscara y las membranas carpelares. El estudio comparó la eficiencia de la extracción con fluidos supercríticos (SFE) frente a líquidos presurizados (PLE), determinando que el método PLE, utilizando etanol puro como solvente, superó significativamente en rendimiento al sistema SFE (21.37%). En la fase de optimización, se analizó la interacción entre la temperatura (40 y 60 °C) y la presión (20,40,60,80 y 100



bar). Los resultados demostraron que, si bien la condición de 60 °C y 80 bar maximizó el rendimiento global (44.99%), esta presentó concentraciones inferiores de analitos específicos. En contraste, la combinación de 60 °C y 40 bar resultó superior en cuanto a selectividad química; a pesar de registrar un rendimiento ligeramente menor (40.45%), logró las concentraciones máximas de punicalagina  $\alpha$  (48.22 mg/100 g), punicalagina  $\beta$  (146.58 mg/100 g) y ácido elágico (25.57 mg/100 g).

Sagredo (2020), Valladolid – España, en su tesis “Recuperación de compuestos con propiedades antioxidantes a partir de residuos de la industria de café”. Determinó la eficiencia de la Extracción Asistida por Microondas (MAE) para la obtención de compuestos fenólicos. La metodología se basó en un diseño experimental central compuesto donde se optimizaron cuatro variables críticas: la temperatura (30 – 150 °C), el tiempo de extracción (0 – 20 min), la adición de agua en el solvente (0 - 95%) y la relación molar del solvente eutéctico profundo (ChCl:Glic de 0 a 2). Los resultados indicaron que la máxima recuperación de fenólicos (1.98 mg GAE/g) se logró a 120 °C durante 7 minutos, utilizando una relación molar de 1.01 de Cloruro de Colina y Glicerol (ChCl:Glic) diluida con un 28.78% de agua. Finalmente, concluyó que la temperatura es el factor con mayor impacto en la liberación de los compuestos, mientras que el tiempo de extracción no mostró una influencia significativa.

Burga (2022), Lambayeque – Perú, en su tesis “Extracción de flavonoides del residuo de maíz morado por ultrasonido e identificación por espectrometría de masas”. Evaluó la recuperación de compuestos bioactivos a partir de la tusa y granos de maíz morado. Utilizó la técnica de extracción asistida por ultrasonido (UAE) bajo un diseño experimental Box-Behnken, optimizando tres variables: tiempo (60, 150 y 240 min), temperatura (30, 45 y 60 °C) y concentración de etanol (40 a 80%). Los resultados demostraron que el mayor rendimiento fenólico en la tusa fue de 5350.38 mg GAE/100g

(etanol al 47.8%, a 60 °C por 240 min), mientras que en el grano se obtuvo un máximo de 2416.91 mg GAE/100g (etanol al 43.2%, a 30 °C por 240 min). Se concluyó mezclas cercanas de etanol al 40% maximiza la solubilidad de los flavonoides, mientras que tiempos prolongados incrementan el rendimiento de la extracción. No obstante, la variabilidad en la sensibilidad térmica entre la tusa y el grano de maíz evidencia que cada muestra requiere una temperatura específica para optimizar la recuperación de polifenoles.

Palacios (2023), Quito – Ecuador, en su tesis “Recuperación de compuestos fenólicos a partir de subproductos de la piña (*Ananas comosus*)”. Determinó la eficiencia de la extracción asistida por ultrasonido (UAE) para la valorización de la cáscara de piña. La metodología empleó un diseño factorial examinando la concentración de etanol (50 y 70%) y el tamaño de partícula (0.25 y 0.42 mm). Los resultados establecieron que las condiciones óptimas se alcanzaron utilizando etanol al 70% y un tamaño de partícula de 0.25 mm, logrando un rendimiento de 617.83 mg GAE/100 g MS y una actividad antioxidante de 22.05 µm TE/g MS. El estudio concluyó que el ultrasonido es un método altamente eficiente y sostenible, logrando reducir el tiempo de proceso de 4 horas en métodos convencionales a solo 6 minutos, debido a que las ondas acústicas rompen las paredes celulares de la cáscara, optimizando la liberación de los analitos.

Wang et al. (2023), Yangzhou – China, en su estudio “*Extraction and recovery of bioactive soluble phenolic compounds from brocade orange (*Citrus sinensis*) peels: Effect of different extraction methods thereon*”. La finalidad fue optimizar la recuperación de compuestos fenólicos a partir de cáscaras de naranja mediante la comparación de métodos convencionales y tecnologías emergentes. La investigación empleó un enfoque experimental basado en la metodología de superficie de respuesta con un diseño Box-Behnken para evaluar el impacto de cuatro variables críticas: relación sólido-solvente (1:10, 1:20 y 1:30 g/mL), tiempo de extracción (20, 30 y 40 min), temperatura (20, 25 y 30

°C) y potencia ultrasónica (40, 60 y 80 W). Para el proceso, se utilizó un sistema de solvente ternario compuesto por agua, metanol y dimetilsulfóxido (DMSO) en una proporción de 1:4:5 (v/v/v). Los resultados de la optimización estadística determinaron que el punto de máxima eficiencia se alcanza con una relación sólido-solvente de 17.6 ml/g a una temperatura de 26 °C durante 28 minutos con una potencia de 60W. Bajo estas condiciones, se obtuvieron rendimientos de 24.07 mg GAE /g de muestra seca para fenoles totales. Además, concluyó que la Extracción Asistida por Ultrasonido (UAE) es la técnica más eficiente para la liberación de compuestos bioactivos debido a su capacidad para maximizar la transferencia de masa y preservar la integridad de los metabolitos secundarios mediante el control de la energía ultrasónica.

Sosa (2024), Babahoyo – Ecuador, en su trabajo de titulación *“Utilización de flavonoides a partir de residuos agroindustriales de cáscaras de cítricos y sus aplicaciones en las industrias”*, desarrolló una investigación fundamentada en la recopilación sistemática y el análisis comparativo de datos de diversos autores. El estudio permitió identificar una correlación directa entre el método de extracción empleado y el rendimiento de los compuestos bioactivos, determinando que el uso de etanol (con eficiencias del 0,5% al 1,5%) es el solvente óptimo para la obtención de hesperidina en naranja. Asimismo, se estableció que la extracción asistida por ultrasonido (0,3-0,9%) y la tecnología de fluidos supercríticos (0,8-1,2%) constituyen las técnicas más eficaces para la recuperación de naringina en limón y hesperidina en mandarina, respectivamente. Además, destaca el alto potencial de estos flavonoides para los sectores alimentario, farmacéutico y cosmético, basándose en sus propiedades antioxidantes, antiinflamatorias, cardioprotectores, antimicrobianas y neuroprotectoras, lo cual posiciona a las cáscaras cítricas como una materia prima estratégica de alto valor añadido para el desarrollo de productos innovadores.

## 2.2. Bases Teóricas

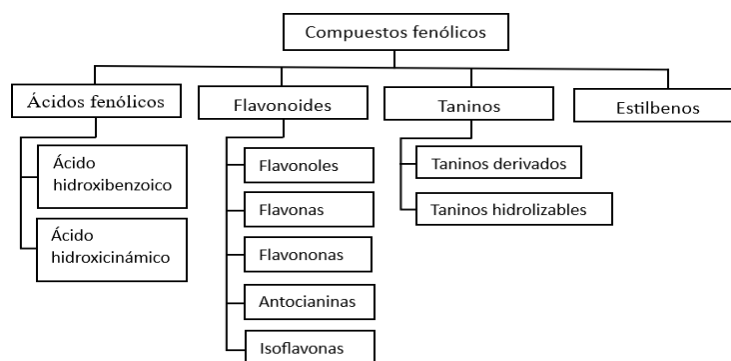
### 2.2.1. Compuestos fenólicos

Los compuestos fenólicos o polifenoles se encuentran en la naturaleza a mpliamente distribuidos en el reino vegetal, se caracterizan por que poseen en su estructura uno o más grupos hidroxilos (-OH) unidos a un anillo aromático (grupo fenol). Estos se biosintetizan producto de los metabolitos secundarios a partir del ácido sikimico y poliacetatos (Viña & Ringuélet, 2013)

Laganà et al. (2024) sostiene que, actualmente se han identificado unos 8 000 polifenoles que se han clasificado en ácidos fenólicos, flavonoides, estilbenos y taninos. En las plantas, estos compuestos desempeñan un papel de defensa frente a la radiación ultravioleta y la agresión de patógenos, mientras que en los alimentos participan en el perfil organoléptico, contribuyendo al amargor, sabor, olor, color y estabilidad oxidativa. Especialmente, el interés de estas moléculas para la salud humana se debe a la correlación observada entre el consumo de alimentos ricos en polifenoles y la disminución del riesgo de desarrollar enfermedades crónicas.

**Figura 1**

*Principales clases de compuestos fenólicos.*



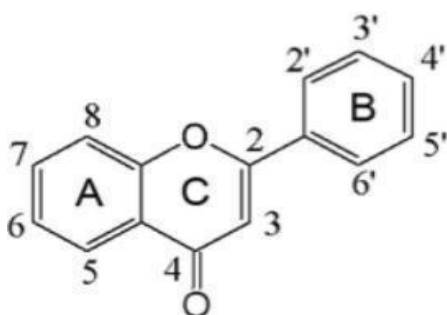
*Nota:* Adaptado de Alara et al. (2021).

## Flavonoides

Ramírez (2020) señala que, son compuestos de bajo peso molecular, solubles en agua y que comparten una estructura química en común (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>C<sub>6</sub>). En la figura 2 se observa que su estructura está conformada por dos anillos aromáticos (A y B) unidos entre sí por tres átomos de carbono que a su vez forman un anillo heterocíclico oxigenado (C).

### Figura 2

*Estructura general de los flavonoides.*



*Nota:* Tomado de Burga (2022).

Son la clase más abundante de los compuestos fenólicos, soportan modificaciones y adiciones de grupos funcionales por lo que pueden existir distintas subclases como flavanoles, flavonas, isoflavonas, flavanonas y antocianinas (Sagredo, 2020).

Las estructuras de las subclases de los flavonoides se muestran a continuación.

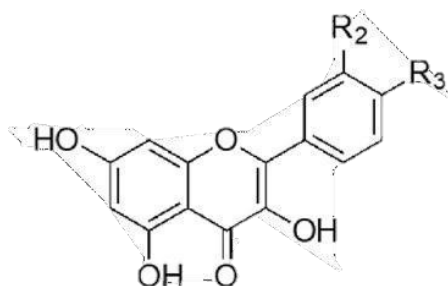
## Flavonoles

Como señala Zhuang et al. (2023), son conocidos como 3-hidroxiavonales, procesan un grupo hidroxilo en la posición C3' del anillo C (Figura 3). El O-glucósido, como sustituyente principal, se encuentra en la posición 7 del anillo A y en la posición 3 del anillo C, y genera glicósidos de flavonol; estos incluyen principalmente kaempferol, quercetina, limocitrina e isorhamnetina.

Los flavonoles también son conocidos como dihidroflavonoles, que se derivan de los 3-hidroxi de las flavanonas. Se dividen en varios tipos: catequina, galocatequina, catequina 3-galato, galocatequina 3-galato, epicatequina, epicatequina 3-galato y epicatequina 3-galato.

### Figura 3

*Estructura de los flavonoles.*



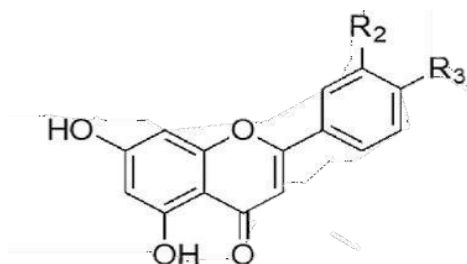
*Nota:* Tomado de Machado et al.(2024).

### Flavonas

Para Zhuang et al. (2023), son considerados como uno de los subgrupos más importantes de flavonoides, en su estructura lleva una cetona en la posición C4' del anillo C, con grupos hidroxilo en la posición C5' y C7' del anillo A (figura 4). Las principales componentes que pertenecen a esta subclase son la apigenina, luteolina, baicaleína, crisina y sus derivados.

### Figura 4

*Estructura de las flavonas.*



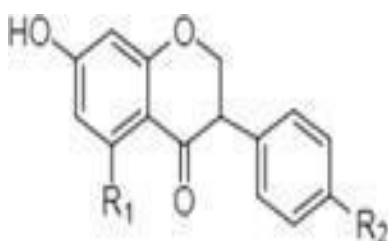
*Nota:* Tomado de Ramírez (2020).

## Isoflavonas

En palabras de Zhuang et al. (2023) revela que, existe diferencias con otros flavonoides debido a que contienen un anillo C con un anillo B en la posición 3 (Figura 5). Además, se clasifican en dos grupos genisteína y daidzina, encontrándose ampliamente distribuidos en plantas leguminosas.

### Figura 5

*Estructura de las Isoflavonas.*



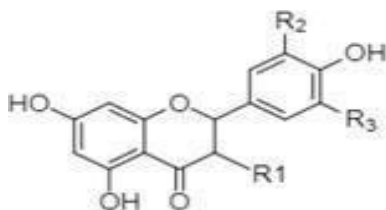
*Nota:* Tomado de Ramírez (2020).

## Flavanonas

Según Zhuang et al. (2023) señala que, son llamadas dihidroflavonas, en su estructura poseen grupos hidroxilo en las posiciones C5' y C7' del anillo A y tienen sustituyentes hidroxilo o metoxi en las posiciones C3' o C4' del anillo B (Figura 6). Se encuentran ampliamente distribuidos en los frutos cítricos y se dividen en distintos tipos como la hesperitina, naringina, naringenina, eriodictiol, hesperidina, pinocembrina y likvirtina.

### Figura 6

*Estructura de las flavanonas.*



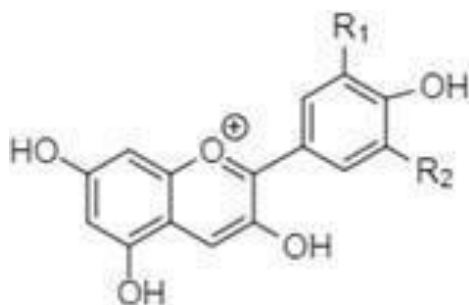
*Nota:* Tomado de Ramírez C.(2020).

### **Antocianinas**

Zhuang et al. (2023) menciona que, son compuestos polifenólicos glicosilados que no llevan ningún grupo cetona en la posición 4 del anillo C (Figura 7). Estos pigmentos son solubles en agua, por lo que resultan responsables del atractivo color de la capa externa de los vegetales y se han agrupado en las siguientes seis categorías: cianidina, delphinidina, malvidina, pelargonidina, peonidina, petunidina.

#### **Figura 7**

*Estructura de las antocianinas*



*Nota:* Tomado de Zhuang et al. (2023).

### **Beneficios para la salud**

Como lo señala Balasundram et al.(2006), los compuestos son una parte esencial de la dieta humana debido a los efectos beneficiosos para la salud por sus propiedades antioxidantes y los efectos antialérgicos, antiarterogénicos, antiinflamatorios, antimicrobianos, antitrombóticos, cardioprotectores y vasodilatadores.

Asimismo, son considerados como los principales contribuyentes a la actividad antioxidante de las verduras y las frutas; siendo ampliamente reconocidos por su excelente efecto anti obesidad, anti envejecimiento, antidiabético, neuroprotectores, hepaprotectores e incluso antivirales (protectoras contra la enfermedad del coronavirus). De hecho, muchos



estudios han destacado que las cáscaras de frutos cítricos poseen un alto contenido de fenoles (Wang et al., 2023).

### **2.2.2. Métodos de extracción de Compuestos Fenólicos**

Los procedimientos convencionales utilizados en la recuperación de compuestos fenólicos de fuentes vegetales involucran algunos de los siguientes métodos como el soxhlet, maceración e hidrodestilación. Sin embargo, estas técnicas presentan varias desventajas, como el uso de grandes volúmenes de disolventes, largos tiempos de extracción, alta demanda energética y temperaturas elevadas, que pueden causar el deterioro de los extractos ricos en sustancias sensibles al calor (Oliveira et al., 2022).

Como sostiene Osorio (2020), existen métodos alternativos que producen extractos ricos en compuestos fenólicos como la extracción asistida por microondas (MAE), la extracción con líquido presurizado (PLE), la extracción con fluidos supercríticos (SFE) y la extracción asistida por ultrasonidos (UAE); además, presentan varias ventajas en comparación con las tecnologías convencionales, mostrando una mejor selectividad, reducción del tiempo de extracción y menor uso de disolventes.

#### **Extracción asistida por microondas**

Esta metodología aplica la radiación de microondas para convertirlo en energía térmica lo que conduce a un aumento repentino de la temperatura dentro del material vegetal, provocando que las sustancias volátiles se vaporicen y la presión sea mayor al interior de la célula generando que eventualmente se dañe la pared celular, lo que permite que los compuestos que residen en la célula se muevan hacia el medio solvente y viceversa. Los parámetros de extracción como la elección del solvente, la velocidad de agitación, la temperatura, la potencia y el tiempo de irradiación se pueden ajustar para maximizar la eficiencia de la extracción. Siendo los principales beneficios de este método su alto

rendimiento, los tiempos cortos, las bajas temperaturas y la mínima degradación de los compuestos bioactivos (Ganorkar et al., 2023).

### **Extracción con líquido presurizado**

Es una extracción sólido-líquido realizada a altas temperaturas (50 – 200 °C) y presiones relativamente altas (10–15 MPa) para operar por encima del punto de ebullición del solvente (Višnjevec et al., 2024). Dentro de los equipos que posee se encuentra una celda de extracción donde la muestra se mantiene como un lecho fijo, un horno y una bomba para llevar el solvente presurizado a la celda desde un depósito. Por lo general, el solvente interactúa con la matriz sólida en la celda bajo una presión, flujo, temperatura y tiempo preestablecidos (Alvarez et al., 2020).

En esta técnica la presión es un parámetro importante para mantener los solventes en estado líquido, proporcionando un solvente de alta densidad y ayudar a que los fluidos se muevan a través del sistema. Sin embargo, la alta presión en los sistemas puede someter a la matriz de la muestra a una tensión mecánica, lo que puede provocar cambios en la estructura física (formación de masas compactas), que afectan el acceso de los compuestos al solvente e influyen en la eficiencia de la extracción (Machado et al., 2024).

### **Extracción con fluidos supercríticos**

Las técnicas de extracción con fluidos supercríticos se pueden aplicar a escala industrial para aportar sostenibilidad a los procesos a gran escala, se lleva a cabo en columnas de lecho empacado donde la extracción se ejecuta poniendo en contacto continuamente la materia prima (sustrato) con un solvente supercrítico para aislar el compuesto deseado (soluto) (Banafi et al., 2023).

Dado que la presión crítica (7,38 MPa) y la temperatura crítica (31 °C) son moderadas, las condiciones de operación podrían evitar la degradación de compuestos

lábiles. Además, la falta de luz y oxígeno protege a los extractos de la oxidación. Sin embargo, la principal desventaja es el equipo costoso, en comparación con las extracciones convencionales (López et al., 2022) .

### **Extracción asistida por ultrasonido**

En palabras de Wang et al. (2023), consiste en la aplicación de ultrasonidos (ondas sonoras con frecuencia superiores a 20 kHz) que conduce a la formación de burbujas de cavitación en todo el solvente (en contacto con una muestra), este fenómeno físico provocado por ondas ultrasónicas de alta intensidad en medios líquidos, genera microburbujas de vacío que colapsan en la superficie del tejido vegetal, acelerando la liberación de componentes fenólicos extraíbles en el solvente.

En los últimos años se ha utilizado la extracción asistida por ultrasonido (EAU) para extraer compuestos fenólicos de diferentes materiales vegetales, su eficiencia se les atribuye principalmente a sus efectos mecánicos que facilitan en gran medida la transferencia de masa entre fases inmiscibles a través de una super agitación. Además, de menor el tiempo de extracción y el consumo de energía durante su aplicación (Shirzad et al., 2017).

### **2.2.3. Factores que afectan la extracción de compuestos fenólicos**

#### **Influencia del tipo de solvente**

En opinión de Lopez (2024), el tipo de solvente se encuentra determinada por la polaridad, el punto de fusión, el punto de ebullición, densidad, gravedad específica, la afinidad hacia el compuesto objetivo, así como la pureza y la actividad del compuesto extraído. Además, disolventes diferentes para la extracción podrían dar composiciones distintas de compuestos en los extractos, ya que la solubilidad de cada compuesto fenólico en un disolvente dado es diferente.

Kumar et al. (2022) señala que, numerosos estudios sostienen que el etanol posee la mayor afinidad para la extracción de compuestos fenólicos. Además, de que destaca como un solvente ideal por ser fácil de conseguir y ser una sustancia generalmente reconocida como segura.

### **Influencia de la temperatura**

El aumento de la temperatura en un inicio favorece al rendimiento durante la extracción, debido al incremento de la propiedad de desorción y la solubilidad del soluto en el solvente. Sin embargo, el aumento adicional de la temperatura (>50 °C) disminuye el rendimiento debido a la degradación de compuestos termolábiles. Además, los compuestos fenólicos de bajo peso molecular resultan ser más sensibles ante la presencia de calor (López, 2024).

### **Influencia del tiempo**

El tiempo de extracción es un parámetro que puede influir positivamente o negativamente en el rendimiento. Principalmente en la extracción asistida por ultrasonido, hace que el efecto de cavitación del ultrasonido mejore el hinchamiento, la hidratación, la fragmentación y la formación de poros de la matriz de tejido vegetal de donde se extraerá el soluto. En cambio, si la extracción dura mucho tiempo causa daño estructural al soluto y disminuye el rendimiento de extracción (Kumar et al., 2022; Tomšik et al., 2016).

#### **2.2.4. Frutos cítricos**

Los cítricos se encuentran ampliamente cultivados y comercializados a nivel mundial. Suelen ser sembrados en regiones con climas tropicales y subtropicales, siendo este un factor crítico que influye en la coloración del fruto por lo cual se considera que las temperaturas óptimas para su desarrollo oscilan entre los 25 y 30 °C. Además, la cáscara representa el 50% del peso total del fruto y la pulpa se fracciona en varios segmentos envueltos por una membrana formando gajos, que se caracterizan por su sabor ácido o agridulce (Nunes et al., 2024).

Según Romero (2022), señala que están conformados por tres partes morfológicas:

a) El exocarpo o flavedo, resulta se la parte externa del fruto que es conocida como corteza o cáscara, ahí se localizan las vesículas oleaginosas.

b) El mesocarpo o albedo, es la parte que une al exocarpo con el interior donde el espesor varía de acuerdo a la variedad, posee células ricas en hemicelulosas.

c) El endocarpo, es considerada la parte comestible del fruto ya que contienen el zumo y la fibra carnososa.

Por su parte Flores (2018), indica que la mayor concentración de flavonoides se encuentra en el albedo, seguidos del flavedo y endocarpo, siendo en menor proporción en el zumo.

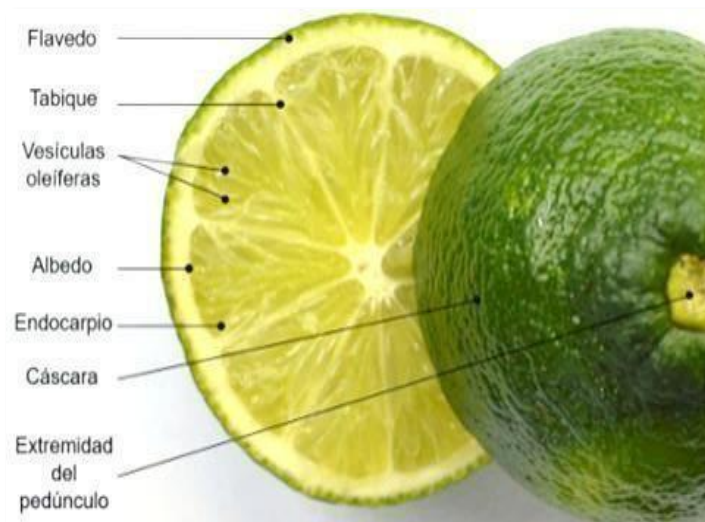
Existen diferentes variedades del género *Citrus* siendo las más populares entre los consumidores la naranja, mandarina, toronja, limón y lima. Por lo que su ingesta no solamente radica porque son frutas refrescantes, sino también por su valor nutritivo y contenido de vitaminas y minerales. Adicionalmente, son una fuente importante de sustancias bioactivas como son los compuestos fenólicos, vitamina C y carotenoides, los cuales constituyen una fuente excelente de fitoquímicos antioxidantes, que proporcionan múltiples beneficios a la salud (Ramírez, 2020).

### **Limón**

Para Alcalde y Rubio (2019) indican que, también es conocido como lima ácida, lima gallega, limón sutil, limón mexicano, limón peruano, limón criollo o limón de pica. Es un fruto de forma oval que se obtiene del árbol limonero cuyo tamaño puede ser de 3,5 a 5 cm de diámetro, su corteza es delgada de color verde amarillento cuando alcanza el estado de maduración y la pulpa se caracteriza por ser jugosa, perfumada y ácida. Es utilizado a diario en la cocina en diversas recetas, especialmente para la preparación del ceviche y pisco sour. En la Figura 8 se muestra la estructura del fruto.

## Figura 8

*Estructura del fruto de limón sutil.*



*Nota:* Recuperado de Lesdesma et al. (2018).

El limón representa una fuente natural de vitaminas, fibra dietética, minerales, carotenoides, compuestos fenólicos y aceites esenciales. Entre ellos, los compuestos fenólicos muestran una fuerte actividad antioxidante, antiinflamatoria y antimicrobiana. Es por ello que resulta de gran importancia el grado de madurez del fruto, ya que, no sólo afecta la calidad comercial sino también el contenido de compuestos bioactivos y la capacidad antioxidante que resulta beneficiosa para los consumidores (Dong et al., 2019).

### ➤ Clasificación taxonómica del limón

**Tabla 1**

*Clasificación taxonómica del limón*

|                   |               |
|-------------------|---------------|
| <b>Clase</b>      | Angiospermae  |
| <b>Subclase</b>   | Dicotoledónea |
| <b>Orden</b>      | Rutae         |
| <b>Familia</b>    | Rutácea       |
| <b>Subfamilia</b> | Aurantioideae |

|                |                     |
|----------------|---------------------|
| <b>Género</b>  | Citrus              |
| <b>Especie</b> | <i>Aurantifolia</i> |

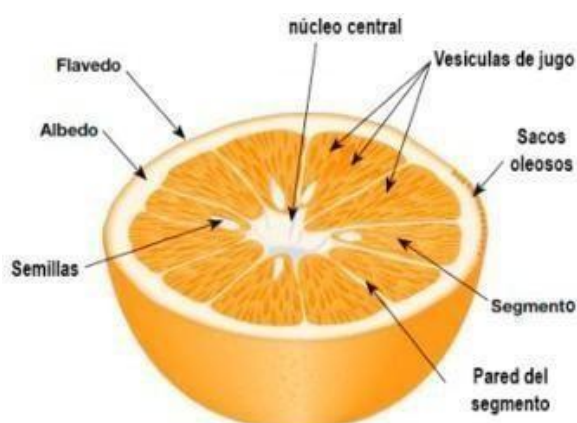
*Nota:* Recuperado de Flores (2018).

## Naranja

Es uno de los cítricos más cultivados y comercializados en todo el mundo. Tiene forma esférica, mide de 6,5 a 9,5 cm de diámetro, su corteza es de color naranja cuando alcanza su estado de maduración y su sabor varía desde el amargo hasta el dulce (Ramírez, 2020). A continuación, en la figura 2 se muestra la parte estructural del fruto.

### Figura 9

*Partes estructurales de la naranja*



*Nota:* Recuperado de Nunes et al., (2024).

Estas son plantadas en las diferentes regiones del país teniendo en cuenta que esta fruta es la que presenta mayor demanda tanto para el consumo en fresco como de jugos caseros. Principalmente, durante su procesamiento los subproductos se generan en diferentes etapas de la producción de zumo de naranja; sin embargo, en la etapa de extracción por cada 100 kg de fruta se producen alrededor de 55 kg de zumo y 45 kg de subproductos. En total, el volumen puede alcanzar entre el 50% y 60% del peso total de las frutas procesadas entre cáscara, bagazo (restos de pulpa y membranas internas) y semillas (Nunes et al., 2024).

De acuerdo con Ledesma et al. (2018) manifiesta que, las flavanonas constituyen la subclase más grande de flavonoides en los subproductos de la naranja (aproximadamente el 80%). Entre los cuales se puede encontrar la hesperidina, neohesperidina, naringina, narirutina y rutina; que son responsables del amargor de la cáscara.

➤ **Clasificación taxonómica de la naranja.**

**Tabla 2**

*Clasificación taxonómica de la naranja*

|                   |                                         |
|-------------------|-----------------------------------------|
| <b>Clase</b>      | Angiospermae                            |
| <b>Subclase</b>   | Dicotoledónea                           |
| <b>Orden</b>      | Rutae                                   |
| <b>Familia</b>    | Rutaceae                                |
| <b>Subfamilia</b> | Citroideae                              |
| <b>Género</b>     | Citrus                                  |
| <b>Especie</b>    | Naranja dulce: <i>Citrus sinensis</i>   |
| <b>Especie</b>    | Naranja amarga: <i>Citrus aurantium</i> |

*Nota:* Recuperado de Ramírez (2020).

#### **2.2.5. Producción de cítricos**

En el año 2023, se evidenció que la producción nacional de Limón Sutil llegó alrededor de 326 506 toneladas, de la cual se asume que los subproductos representan el 50% de la producción total, lo que significaría alrededor de 163 253 toneladas (MIDAGRI, 2023). Específicamente, en la tabla 3 se muestra las regiones con un mayor índice de producción, donde Piura representa 60,8 % de la producción nacional seguido de Tumbes con 15,2 % y Lambayeque con 9,5 %.



**Tabla 3***Producción por región y subproductos generados del limón sutil*

| <b>Región</b>     | <b>Limón sutil (Toneladas)</b> | <b>Subproductos (Toneladas)</b> |
|-------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| <b>Piura</b>      | 198 784                        | 99 392                          |
| <b>Tumbes</b>     | 49 505                         | 24 752                          |
| <b>Lambayeque</b> | 31 117                         | 15 558                          |

*Nota:* Adaptado de Boletín Estadístico Mensual «EL AGRO EN CIFRAS»—2022, por MIDAGRI; 2023.

Asimismo, se evidenció que la producción total de naranja a nivel nacional es de 582 567 toneladas de la cual se estima que aproximadamente se generan 291 283 toneladas de subproductos. Particularmente, en la tabla 4 muestra que la región Junín representa el 52,8% de la producción nacional, seguido de San Martín con 15,2% y Lambayeque con 0,1%.

**Tabla 4***Producción por región y cantidad de subproductos generados de la naranja*

| <b>Región</b>     | <b>Naranja (Toneladas)</b> | <b>Subproductos (Toneladas)</b> |
|-------------------|----------------------------|---------------------------------|
| <b>Junín</b>      | 307 762                    | 10 726                          |
| <b>San Martín</b> | 88 760                     | 1 474                           |
| <b>Lambayeque</b> | 592                        | 296                             |

*Nota:* Adaptado de Boletín Estadístico Mensual «EL AGRO EN CIFRAS»—2022, por MIDAGRI; 2023.

En conclusión, en esta investigación se tomará en cuenta principalmente a la región Lambayeque para calcular la disponibilidad teórica de los subproductos generados, donde se estima que del limón sutil se crean alrededor de 15 558 toneladas y de la naranja aproximadamente 296 toneladas.

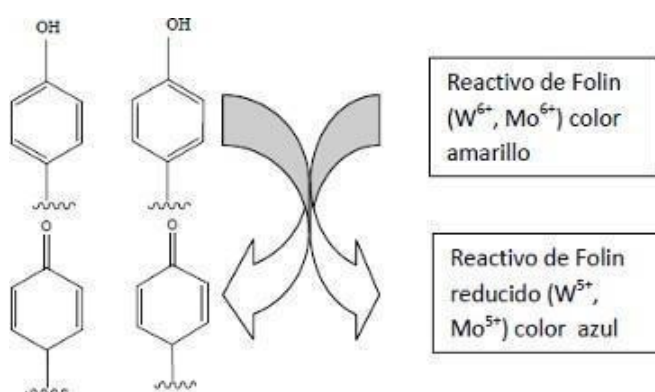
## 2.2.6. Método de cuantificación de compuestos fenólicos

### Método Folin-Ciocalteu

Según lo indicado por García (2015), es una técnica colorimétrica que consiste en dar lugar a una reducción de los compuestos fenólicos a través del uso del reactivo Folin – Ciocalteu, que se obtiene de la mezcla de wolframato sódico y molibdato sódico en ácido fosfórico. El ácido fosfomolibdotúngstico (formado por las dos sales en el medio ácido), de color amarillo, al ser reducido por los compuestos fenólicos da lugar a un complejo de color azul intenso que presenta un máximo de absorbancia a 765 nm, y que se cuantifica por espectrofotometría en base a una recta patrón de ácido gálico.

### Figura 10

*Mecanismo de acción del reactivo de Folin-Ciocalteu.*



*Nota:* Tomado de García (2015).

### 2.3. Operacionalización de Variables

**Tabla 5**

*Operacionalización de variables*

| Tipo de variable | Nombre de la variable                                            | Definición                                                                                                                    |                                                                                                                                                  | Indicadores                                                        | Escala de Medición |
|------------------|------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|--------------------|
|                  |                                                                  | Conceptual                                                                                                                    | Operacional                                                                                                                                      |                                                                    |                    |
| Independiente    | Tipo de solvente                                                 | Sustancias líquidas empleadas para disolver los compuestos fenólicos durante la extracción.                                   | Solvente usado para la extracción de fenoles en residuos cítricos.                                                                               | Tipo de solvente empleado (agua, metanol, etanol 50%, etanol 70%). | Nominal            |
|                  | Temperatura de extracción                                        | Grado de calor aplicado durante el proceso de extracción que puede influir en la eficiencia del proceso.                      | Temperatura controlada en °C durante la extracción de los compuestos fenólicos.                                                                  | Temperatura                                                        | Intervalo (°C)     |
| Dependiente      | Contenido de compuestos fenólicos en residuos de frutas cítricas | Sustancias bioactivas presentes en plantas que poseen propiedades antioxidantes y están asociadas a beneficios para la salud. | Cantidad de compuestos bioactivos extraídos de la cáscara de naranja y limón, determinada mediante el método colorimétrico de Folin – Ciocalteu. | Concentración de fenoles totales                                   | Razón (mg EAG/g)   |

### **III. MÉTODOS Y MATERIALES**

#### **3.1. Tipo de investigación**

La presente investigación es de tipo aplicada, puesto que su objetivo principal es determinar las condiciones óptimas para maximizar la extracción compuestos fenólicos en naranja y limón. El estudio adopta un enfoque cuantitativo, fundamentado en el uso de la espectrofotometría para la medición de la absorbancia y la posterior cuantificación numérica de los analitos. Asimismo, posee un alcance explicativo, orientado a establecer la relación de causalidad entre las variaciones de las variables independientes y su impacto directo en el rendimiento de la variable dependiente.

#### **3.2. Diseño de investigación**

La presente tesis trata de una investigación de carácter experimental, basada en el estudio y análisis que resulta de la manipulación de variables independientes (tipo de solvente y temperatura de extracción) y su efecto en la variable dependiente (rendimiento de compuestos fenólicos).

#### **3.3. Tipo de diseño experimental**

Con la manipulación de dos variables independientes (tipo de solvente y temperatura de extracción) y una variable dependiente (rendimiento de compuestos fenólicos), se aplicó un diseño factorial 4X3, dando como resultado 12 combinaciones experimentales por cada cítrico (cáscara de naranja y limón), cada tratamiento fue ejecutado por triplicado, sumando 36 unidades experimentales por fruto, para un gran total de 72 unidades experimentales en todo el estudio. Por otro lado, las variables de control, tales como el tamaño de partícula, tiempo de extracción, volumen del solvente y la dosis de muestra seca, se mantuvieron constantes en cada uno de los ensayos para garantizar la validez de los resultados.

**Tabla 6**

*Variables, rangos y niveles de estudio para la extracción de compuestos fenólicos.*

| VARIABLES        | RANGOS Y NIVELES                    |
|------------------|-------------------------------------|
| Tipo de solvente | Agua – Metanol - Etanol al 50 y 70% |
|                  | BAJO: 40 °C                         |
| Temperatura (°C) | MEDIO: 50°C                         |
|                  | ALTO: 70°C                          |

**Tabla 7**

*Diseño factorial de la investigación para la extracción de compuestos fenólicos.*

|               |    | Temperatura (°C) |       |                 |       |                  |       |
|---------------|----|------------------|-------|-----------------|-------|------------------|-------|
|               |    | 40°C             |       | 50 °C           |       | 70°C             |       |
| Tipo          | de | mg               | EAG/g | mg              | EAG/g | mg               | EAG/g |
| solvente (ml) |    | muestra seca     |       | muestra seca    |       | muestra seca     |       |
| Agua          |    | %R <sub>1</sub>  |       | %R <sub>5</sub> |       | %R <sub>9</sub>  |       |
| Etanol al 50% |    | %R <sub>2</sub>  |       | %R <sub>6</sub> |       | %R <sub>10</sub> |       |
| Etanol al 70% |    | %R <sub>3</sub>  |       | %R <sub>7</sub> |       | %R <sub>11</sub> |       |
| Metanol       |    | %R <sub>4</sub>  |       | %R <sub>8</sub> |       | %R <sub>12</sub> |       |

### 3.4. Población y Muestra

#### 3.4.1. Población

Todos los residuos de frutas cítricas disponibles para el estudio en la provincia de Chiclayo.

#### 3.4.2. Muestra

Un kilogramo de cáscara de limón y naranja recolectadas del Mercado Modelo de Chiclayo

### **3.5. Equipos, Materiales e Insumos**

#### **3.5.1. Equipos**

- Espectrofotómetro UV-Vis Thermo Scientific Genesys 50.
- Balanza analítica (OHAUS)
- Congeladora vertical (BIOBASE)
- Centrifuga (HETTICH)
- Vortex
- Baño ultrasonido (LAB COMPANION)
- Multi – rotador
- Campana extractora
- Liofilizador (BIOBASE)
- Molino universal (IKA)
- Tamizador (TYLER)

#### **3.5.2. Materiales**

- Micropipeta
- Tips de Micropipeta
- Embudo de Vidrio
- Matraces aforados de 10 mL y 25mL
- Mortero
- Vasos de precipitación de 100 ml y 250 ml.
- Tubos de ensayo
- Probeta
- Fiolas de 5 mL, 10 mL, 50 mL y 100 mL
- Varilla de agitación
- Frascos de vidrio

- Pipetas de 1, 5 y 10 mL
- Tubos de centrífuga
- Bandejas metálicas
- Tamiz de malla 250  $\mu\text{m}$  (número 60)
- Trípode
- Jeringas de 5ml
- Filtros de jeringas de 0.22  $\mu\text{m}$
- Gradillas
- Crioviales
- Guantes, tocas, mascarillas, lentes de seguridad y guardapolvos

### **3.5.3. Insumos**

- Residuos de biomasa de naranja y limón
- Papel aluminio
- Rotuladores
- Papel Toalla
- Bolsas ziploc (1 kg)
- Etanol
- Agua destilada
- Metanol
- Agua ultra purificada
- Hidróxido de sodio
- Ácido gálico
- Reactivo Folin Ciocalteu

### 3.6. Procedimiento experimental

#### 3.6.1. Pretratamiento de la materia prima

**Figura 11**

*Acondicionamiento de cáscaras de naranja y limón*



#### **Descripción del proceso:**

Se recolectó 1 kilogramo de cáscara de naranja y limón en el mercado modelo de Chiclayo. Del total obtenido, se tomó dos muestras representativas de 200 gramos, las cuales se lavaron con agua potable para remover impurezas superficiales. Para la desinfección, se utilizó una solución de hipoclorito de sodio a 200 ppm manteniendo un tiempo de contacto de 5 minutos, seguido de un enjuague final con agua destilada para eliminar residuos de cloro (**Anexo 01**).

Como parte del pretratamiento, las muestras se sometieron a un proceso de congelación a - 30 °C durante 24 horas, inhibiendo la actividad microbiana y enzimática. Posteriormente, se inició el proceso el proceso de liofilización con una etapa de congelación a - 45 °C durante 4 horas, garantizando la solidificación del agua presente en la matriz vegetal. Durante la fase de sublimación, la temperatura se



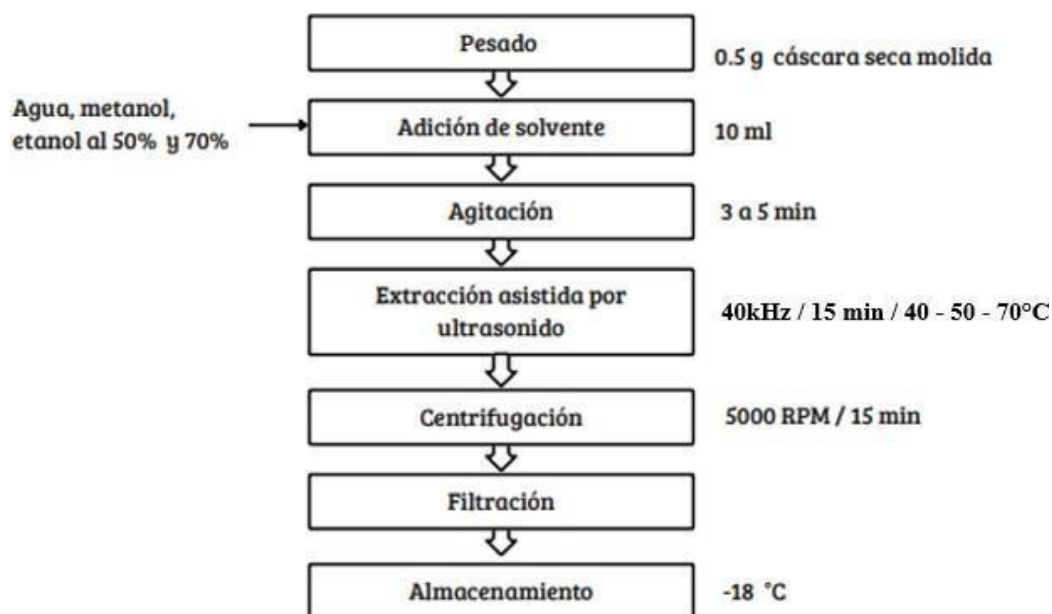
incrementó gradualmente hasta 28 °C bajo una presión de 7 pascales, manteniéndose estas condiciones por 24 horas. (**Anexo 02**).

Las muestras secas obtenidas se procesaron mediante molienda y se tamizó con una malla N° 60 (apertura de 250 µm) para obtener un tamaño de partícula homogéneo y optimizarla superficie de contacto. Finalmente, se registró una masa neta de 43.1643 gramos de naranja y 39.2403 gramos de limón, las cuales se almacenaron herméticamente a 4 °C. (**Anexo 03**).

### 3.6.2. Obtención de extractos mediante ultrasonido

**Figura 12**

*Proceso de extracción asistida por ultrasonido (UAE)*



#### **Descripción del proceso:**

En una balanza analítica se pesaron 0.5 gramos de cáscara seca molida de naranja y limón, distribuyéndose en 12 tubos de centrifuga por cada tipo de cítrico. Se adicionaron 10 ml de los solventes evaluados (agua, metanol, etanol al 50 % y

70%), homogenizando manualmente durante 5 minutos. Posteriormente, se realizó la extracción asistida por ultrasonido con una frecuencia de 40 kHz durante 15 minutos, evaluando tres temperaturas de extracción diferentes (40, 50 y 70 °C) sobre la eficiencia extractiva.

Seguidamente, las muestras se centrifugaron a 5000 RPM durante 15 minutos para obtener el sobrenadante. Este se filtró mediante membranas de jeringa para eliminar residuos sólidos que pudieran interferir en la lectura espectrofotométrica. Finalmente, el extracto obtenido se transfirió en crioviales y se almacenó en congelación a -18°C para su conservación. (**Anexo 04**)

### **3.6.3. Preparación de calibrantes y reactivos**

De acuerdo con la metodología de R. Abu-Amsha et al. (1996), el contenido de compuestos fenólicos fue determinado mediante el método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu, empleando ácido gálico como patrón de referencia.

#### **1. Ácido gálico**

Se preparó una disolución patrón de ácido gálico con una concentración de 5g/L (5000 ppm). Para ello, se pesaron 0.5 g de ácido gálico, los cuales se transfirieron a un matraz aforado de 100 ml. Posteriormente, se adicionaron 10 ml de etanol para facilitar la disolución del analito y se completó el volumen con 90 ml de agua ultrapura hasta la marca de aforo. La disolución obtenida se homogeneizó adecuadamente y se protegió de la luz envolviendo el matraz con papel aluminio, a fin de evitar la degradación del compuesto. (**Anexo 05**).

## **2. Carbonato de sodio**

Se preparó una solución de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) al 20 % p/v. Para ello, se pesaron 20 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en perlas y se transfirieron cuidadosamente a un vaso de precipitados. Debido al carácter exotérmico de la disolución, el proceso se realizó en una campana extractora, adicionando lentamente una cantidad moderada de agua destilada y agitando continuamente hasta lograr la completa disolución del soluto. Posteriormente, la solución se transfirió cuantitativamente a una fiola volumétrica de 100 ml y se aforó con agua destilada hasta la marca de enrase. (**Anexo 05**).

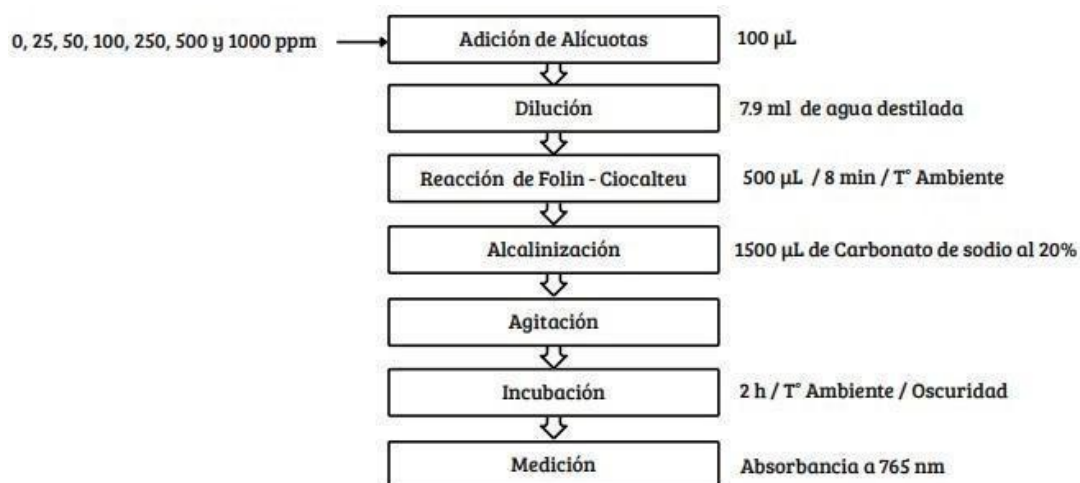
### **3.6.4. Curva de calibración para compuestos fenólicos totales**

#### **1. Preparación de las soluciones patrón**

A partir de la solución madre de ácido gálico a 5000 ppm, se prepararon los estándares de la curva de calibración en fiolas de 5 ml. Mediante el uso de una micropipeta, se transfirieron alícuotas de 0  $\mu\text{L}$ , 25  $\mu\text{L}$ , 50  $\mu\text{L}$ , 100  $\mu\text{L}$ , 250  $\mu\text{L}$ , 500  $\mu\text{L}$  y 1000  $\mu\text{L}$  de la solución madre a cada unidad. Posteriormente, se aforó con agua destilada y se homogeneizó para garantizar la uniformidad de la mezcla, obteniéndose concentraciones finales de 0 ppm, 25 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 250 ppm, 500 ppm y 1000 ppm, respectivamente. Los volúmenes exactos de los reactivos empleados en este procedimiento se detallan en la Tabla 8.

**Tabla 8***Patrones de ácido gálico*

| Reactivos         | Concentración (mg/L) de la curva patrón de ácido gálico. |       |       |     |      |     |      |
|-------------------|----------------------------------------------------------|-------|-------|-----|------|-----|------|
|                   | 0                                                        | 25    | 50    | 100 | 250  | 500 | 1000 |
| Ácido gálico (ml) | 0                                                        | 0.025 | 0.050 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1    |
| Agua (ml)         | 5                                                        | 4.975 | 4.95  | 4.9 | 4.75 | 4.5 | 4    |

**Figura 13***Protocolo de reacción de Folin-Ciocalteu para la curva de calibración.***Descripción del proceso:**

En tubos de centrifuga previamente identificados se colocaron 100  $\mu$ L de cada una de las soluciones patrón de ácido gálico (0, 25, 50, 100, 250, 500 y 1000 ppm), a los cuales se añadieron 7.9 mL de agua destilada. Con el fin de minimizar la exposición a la luz cada tubo se envolvió en papel aluminio antes de agregar 500  $\mu$ L del reactivo de Folin Ciocalteu. Tras una breve homogeneización, el contenido se mantuvo en reposo por 8 minutos a temperatura ambiente.

Seguidamente, se adicionaron 1500  $\mu\text{L}$  de la solución alcalina de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) al 20 % p/v, procediendo a mezclar nuevamente el contenido. Luego, las muestras se incubaron durante 2 horas en condiciones de oscuridad para favorecer el desarrollo del color azul característico de la reacción. Finalmente, se midió la absorbancia empleando un espectrofotómetro UV-Vis a una longitud de onda de 765 nm, permitiendo construir la curva patrón y cuantificar el contenido fenólico de los extractos. (**Anexo 06**).

**Tabla 9**

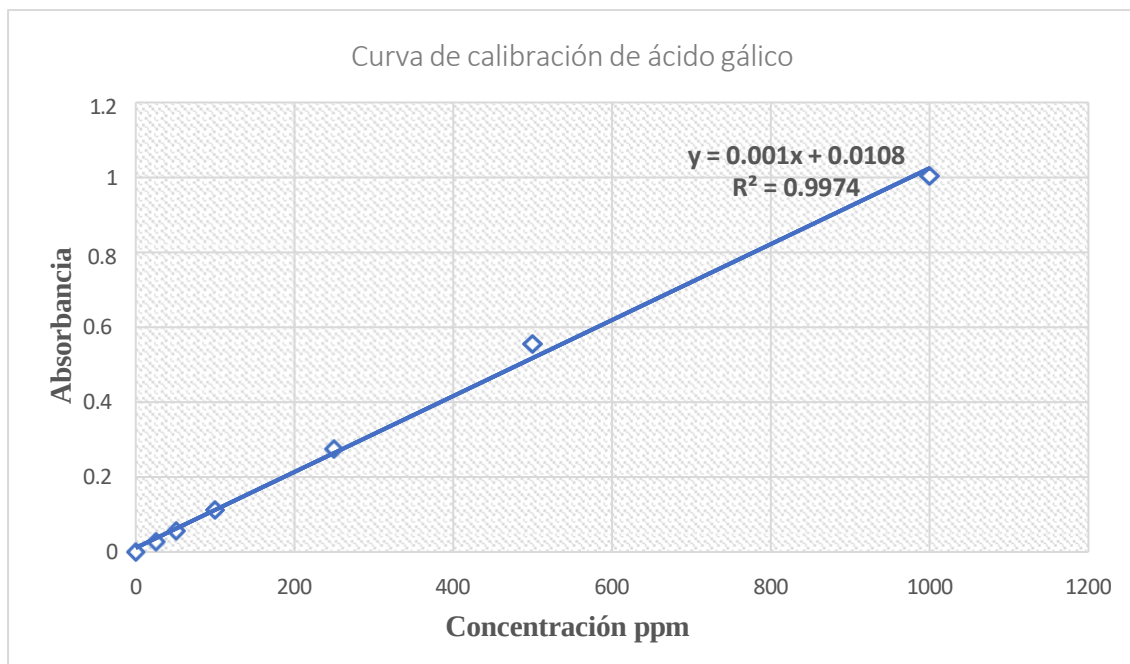
*Puntos de calibración para la cuantificación de ácido gálico.*

| <b>Puntos de calibración</b> |                             |
|------------------------------|-----------------------------|
| <b>Concentración (ppm)</b>   | <b>Absorbancia (765 nm)</b> |
| 0                            | 0                           |
| 25                           | 0.027                       |
| 50                           | 0.055                       |
| 100                          | 0.112                       |
| 250                          | 0.274                       |
| 500                          | 0.555                       |
| 1000                         | 1.004                       |

A partir de los datos presentados en la Tabla 9, se procedió a realizar el análisis de regresión lineal para obtener la curva de calibración del ácido gálico (Figura 14).

**Figura 14**

*Curva de calibración del estándar de ácido gálico*



### 3.6.5. Determinación de compuestos fenólicos en los extractos obtenidos.

Se determinó el contenido de fenoles totales en 24 extractos obtenidos mediante un diseño experimental. Para ello, se emplearon alícuotas de 100  $\mu$ L de extracto diluidas en 7.9 ml de agua destilada, después de envolver cada tubo con papel aluminio se agregó 500  $\mu$ L de reactivo Folin-Ciocalteu y se mantuvo en reposo por 8 minutos. Posteriormente, la mezcla se alcalinizó con 1500  $\mu$ L de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) al 20 % p/v y se incubó en oscuridad por 2 horas para estabilizar el complejo colorimétrico. Como etapa final, se midió la absorbancia a 765 nm por triplicado, lo que permitió calcular la concentración final mediante la ecuación de la curva de calibración del ácido gálico, garantizando la precisión y confiabilidad de los resultados. (**Anexo 06**).

## IV. RESULTADOS

### 4.1.Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el contenido de polifenoles totales.

**Tabla 10**

*Resultados de los 36 tratamientos en extractos de cáscara de naranja (Citrus sinensis) mediante el método de Folin-Ciocalteu.*

| Nº Extracción | Dosis (g) | Tipo de solvente | Temperatura (°C) | Absorbancia (765 nm) | Promedio Absorbancia | Concentración de polifenoles (mg/L) | Promedio de concentración de polifenoles |
|---------------|-----------|------------------|------------------|----------------------|----------------------|-------------------------------------|------------------------------------------|
| 1             | 0.5125    | Agua             | 40               | 0.62748              | 0.6281               | 566.41                              | 566.99                                   |
| 2             |           |                  |                  | 0.62767              |                      | 566.58                              |                                          |
| 3             |           |                  |                  | 0.62922              |                      | 567.98                              |                                          |
| 4             |           |                  |                  | 0.67001              |                      | 604.92                              |                                          |
| 5             | 0.5180    | Agua             | 50               | 0.67070              | 0.67047              | 605.54                              | 605.33                                   |
| 6             |           |                  |                  | 0.67069              |                      | 605.53                              |                                          |
| 7             |           |                  |                  | 0.65086              |                      | 587.50                              |                                          |
| 8             |           |                  |                  | 0.65064              |                      | 587.30                              |                                          |
| 9             | 0.5357    | Agua             | 70               | 0.65066              | 0.65072              | 587.32                              | 587.37                                   |
| 10            |           |                  |                  | 0.71874              |                      | 648.78                              |                                          |
| 11            |           |                  |                  | 0.71848              |                      | 648.55                              |                                          |
| 12            |           |                  |                  | 0.71878              |                      | 648.82                              |                                          |
| 13            | 0.5795    | Etanol al 50 %   | 50               | 0.74599              | 0.74627              | 673.46                              | 673.71                                   |
| 14            |           |                  |                  | 0.74631              |                      | 673.74                              |                                          |

|    |        |                |    |         |         |        |        |
|----|--------|----------------|----|---------|---------|--------|--------|
| 15 |        |                |    | 0.74652 |         | 673.93 |        |
| 16 |        |                |    | 0.63974 |         | 577.46 |        |
| 17 | 0.5255 | Etanol al 50%  | 70 | 0.63966 | 0.63965 | 577.39 | 577.38 |
| 18 |        |                |    | 0.63955 |         | 577.29 |        |
| 19 |        |                |    | 0.72115 |         | 650.96 |        |
| 20 | 0.5867 | Etanol al 70%  | 40 | 0.72095 | 0.72116 | 650.78 | 650.97 |
| 21 |        |                |    | 0.72137 |         | 651.16 |        |
| 22 |        |                |    | 0.65100 |         | 587.73 |        |
| 23 | 0.5577 | Etanol al 70 % | 50 | 0.65059 | 0.65077 | 587.36 | 587.52 |
| 24 |        |                |    | 0.65072 |         | 587.48 |        |
| 25 |        |                |    | 0.76358 |         | 689.24 |        |
| 26 | 0.5275 | Etanol al 70 % | 70 | 0.76327 | 0.7633  | 688.96 | 689.02 |
| 27 |        |                |    | 0.76314 |         | 688.85 |        |
| 28 |        |                |    | 0.53871 |         | 486.28 |        |
| 29 | 0.5447 | Metanol        | 40 | 0.53852 | 0.53807 | 486.11 | 485.70 |
| 30 |        |                |    | 0.53697 |         | 484.71 |        |
| 31 |        |                |    | 0.65711 |         | 593.25 |        |
| 32 | 0.5416 | Metanol        | 50 | 0.65696 | 0.65689 | 593.12 | 593.05 |
| 33 |        |                |    | 0.65660 |         | 592.78 |        |
| 34 |        |                |    | 0.66818 |         | 603.13 |        |
| 35 | 0.5650 | Metanol        | 70 | 0.66793 | 0.66803 | 602.90 | 603.00 |
| 36 |        |                |    | 0.66799 |         | 602.96 |        |



**Tabla 11**

*Resultados de los 36 tratamientos en extractos de cáscara de limón (Citrus aurantifolia) mediante el método de Folin-Ciocalteu.*

| N° Extracción | Dosis (g) | Tipo de solvente | Temperatura (C) | (° Absorbancia nm) | (765 Promedio Absorbancia | de Concentración de polifenoles (mg/L) | Promedio concentración polifenoles | de |
|---------------|-----------|------------------|-----------------|--------------------|---------------------------|----------------------------------------|------------------------------------|----|
| 1             |           |                  |                 | 0.42853            |                           | 386.90                                 |                                    |    |
| 2             | 0.5724    | Agua             | 40              | 0.42984            | 0.42983                   | 388.08                                 | 388.07                             |    |
| 3             |           |                  |                 | 0.43113            |                           | 389.24                                 |                                    |    |
| 4             |           |                  |                 | 0.51198            |                           | 462.25                                 |                                    |    |
| 5             | 0.5644    | Agua             | 50              | 0.51223            | 0.51205                   | 462.47                                 | 462.31                             |    |
| 6             |           |                  |                 | 0.51195            |                           | 462.21                                 |                                    |    |
| 7             |           |                  |                 | 0.45539            |                           | 411.06                                 |                                    |    |
| 8             | 0.5542    | Agua             | 70              | 0.45523            | 0.45511                   | 410.91                                 | 410.81                             |    |
| 9             |           |                  |                 | 0.45471            |                           | 410.45                                 |                                    |    |
| 10            |           |                  |                 | 0.55483            |                           | 500.83                                 |                                    |    |
| 11            | 0.5766    | Etanol al 50%    | 40              | 0.55451            | 0.55462                   | 500.55                                 | 500.64                             |    |
| 12            |           |                  |                 | 0.55450            |                           | 500.54                                 |                                    |    |
| 13            |           |                  |                 | 0.40068            |                           | 361.72                                 |                                    |    |
| 14            | 0.5537    | Etanol al 50 %   | 50              | 0.40085            | 0.40105                   | 361.88                                 | 462.05                             |    |
| 15            |           |                  |                 | 0.40161            |                           | 362.56                                 |                                    |    |
| 16            |           |                  |                 | 0.62053            |                           | 560.12                                 |                                    |    |
| 17            | 0.5224    | Etanol al 50%    | 70              | 0.62045            | 0.62059                   | 560.05                                 | 560.18                             |    |
| 18            |           |                  |                 | 0.62079            |                           | 560.35                                 |                                    |    |
| 19            |           |                  |                 | 0.44885            |                           | 405.17                                 |                                    |    |

|    |        |                |    |         |         |        |        |
|----|--------|----------------|----|---------|---------|--------|--------|
| 20 | 0.5761 | Etanol al 70%  | 40 | 0.44959 | 0.44936 | 405.84 | 405.64 |
| 21 |        |                |    | 0.44966 |         | 405.90 |        |
| 22 |        |                |    | 0.44219 |         | 399.21 |        |
| 23 | 0.5072 | Etanol al 70 % | 50 | 0.44216 | 0.44215 | 399.19 | 399.18 |
| 24 |        |                |    | 0.44210 |         | 399.13 |        |
| 25 |        |                |    | 0.63601 |         | 574.09 |        |
| 26 | 0.5795 | Etanol al 70 % | 70 | 0.63612 | 0.63283 | 574.19 | 571.22 |
| 27 |        |                |    | 0.62635 |         | 565.37 |        |
| 28 |        |                |    | 0.33726 |         | 304.42 |        |
| 29 | 0.5622 | Metanol        | 40 | 0.33723 | 0.33723 | 304.39 | 304.39 |
| 30 |        |                |    | 0.33720 |         | 304.36 |        |
| 31 |        |                |    | 0.32094 |         | 289.75 |        |
| 32 | 0.5275 | Metanol        | 50 | 0.32094 | 0.32095 | 289.76 | 289.76 |
| 33 |        |                |    | 0.32097 |         | 289.78 |        |
| 34 |        |                |    | 0.31866 |         | 287.64 |        |
| 35 | 0.5234 | Metanol        | 70 | 0.31865 | 0.31865 | 287.63 | 287.64 |
| 36 |        |                |    | 0.31865 |         | 287.63 |        |

#### 4.2. Determinación del contenido fenólico en residuos de cítricos (*C. sinensis* y *C. Aurantifolia*).

Para estimar la concentración de compuestos fenólicos totales en los extractos obtenidos, se empleó el método colorimétrico de Folin – Ciocalteu, utilizando lecturas de absorbancia a una longitud de onda de 765 nm, en tres repeticiones por cada tratamiento. En la figura 14, se observa que en el gráfico la curva de calibración de ácido gálico alcanzó un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de 0.9974, lo que asegura una alta precisión para cada tratamiento. Debido a esta fiabilidad, se empleó la ecuación de la recta:

$$Y = 0.001 X + 0.0108$$

Donde:

Y= Absorbancia promedio de cada fruta cítrica.

X= Concentración de polifenoles expresados en equivalentes de Ácido Gálico (mg/L).

Para estimar la concentración, la ecuación fue despejada:

$$x = \frac{y - 0.0108}{0.001}$$

Finalmente, con el objetivo de expresar los resultados en función del peso de la materia prima, los valores de concentración (X) se convirtieron a mg EAG/g de muestra seca. En este cálculo se consideró el volumen final del extracto obtenido (10 ml) y el peso específico utilizado en cada tratamiento, aplicando la expresión:

$$\frac{mg\ EAG}{g} = \frac{\frac{mg\ EAG}{L} \left( \frac{1L}{1000\ ml} \right) \times 10\ mL}{peso\ de\ la\ muestra\ (g)}$$

**Tabla 12***Contenido fenólico en extractos de cáscara de naranja (Citrus sinensis).*

| <b>Dosis (g)</b> | <b>Tipo Solvente</b> | <b>de Temperatura (° C)</b> | <b>Promedio de Absorbancia</b> | <b>Concentración de polifenoles (mg/L)</b> | <b>Contenido fenólico (mgEAG/g)</b> |
|------------------|----------------------|-----------------------------|--------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------------|
| 0.5125           | Agua                 | 40                          | 0.62812                        | 617.32                                     | 12.04                               |
| 0.5180           | Agua                 | 50                          | 0.67047                        | 659.66                                     | 12.73                               |
| 0.5357           | Agua                 | 70                          | 0.65072                        | 639.92                                     | 11.94                               |
| 0.5733           | Etanol al 50%        | 40                          | 0.71867                        | 707.86                                     | 12.34                               |
| 0.5795           | Etanol al 50 %       | 50                          | 0.74627                        | 735.47                                     | 12.69                               |
| 0.5255           | Etanol al 50%        | 70                          | 0.63965                        | 628.85                                     | 11.96                               |
| 0.5867           | Etanol al 70%        | 40                          | 0.72116                        | 710.35                                     | 12.10                               |
| 0.5577           | Etanol al 70%        | 50                          | 0.65077                        | 639.97                                     | 11.47                               |
| 0.5275           | Etanol al 70%        | 70                          | 0.76333                        | 752.53                                     | 14.26                               |
| 0.5447           | Metanol              | 40                          | 0.53807                        | 527.26                                     | 9.67                                |
| 0.5416           | Metanol              | 50                          | 0.65689                        | 646.09                                     | 11.93                               |
| 0.5650           | Metanol              | 70                          | 0.66803                        | 657.23                                     | 11.63                               |

**Tabla 13.***Contenido fenólico en extractos de cáscara de limón (Citrus Aurantifolia).*

| <b>Dosis (g)</b> | <b>Tipo Solvente</b> | <b>de Temperatura (° C)</b> | <b>Promedio de Absorbancia</b> | <b>Concentración de polifenoles (mg/L)</b> | <b>Contenido fenólico (mg EAG/g)</b> |
|------------------|----------------------|-----------------------------|--------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------|
| 0.5724           | Agua                 | 40                          | 0.42983                        | 419.03                                     | 7.32                                 |
| 0.5644           | Agua                 | 50                          | 0.51205                        | 501.25                                     | 8.88                                 |
| 0.5542           | Agua                 | 70                          | 0.45511                        | 444.31                                     | 8.02                                 |
| 0.5766           | Etanol al 50%        | 40                          | 0.55462                        | 543.82                                     | 9.43                                 |
| 0.5537           | Etanol al 50 %       | 50                          | 0.40105                        | 390.25                                     | 7.05                                 |
| 0.5224           | Etanol al 50%        | 70                          | 0.62059                        | 609.79                                     | 11.67                                |
| 0.5761           | Etanol al 70%        | 40                          | 0.44936                        | 438.56                                     | 7.61                                 |
| 0.5072           | Etanol al 70%        | 50                          | 0.44215                        | 431.35                                     | 8.50                                 |
| 0.5795           | Etanol al 70%        | 70                          | 0.63283                        | 622.02                                     | 10.73                                |
| 0.5622           | Metanol              | 40                          | 0.33723                        | 326.43                                     | 5.81                                 |
| 0.5275           | Metanol              | 50                          | 0.32095                        | 310.15                                     | 5.88                                 |
| 0.5234           | Metanol              | 70                          | 0.31865                        | 307.85                                     | 5.88                                 |

#### 4.2.1. Contenido fenólico a una temperatura de 40°C

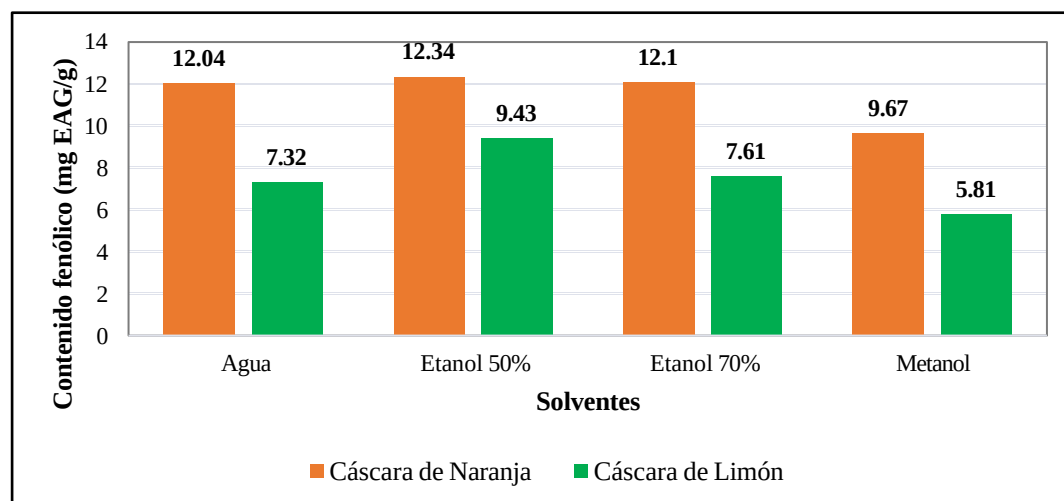
**Tabla 14**

*Resultados del rendimiento fenólico, tipo de solvente vs la temperatura de extracción a 40°C*

| Cáscara | Tipo de solvente | Temperatura (° C) | Rendimiento fenólico (mg EAG/g) |
|---------|------------------|-------------------|---------------------------------|
| Naranja | Agua             | 40                | 12.04                           |
|         | Etanol al 50 %   | 40                | 12.34                           |
|         | Etanol al 70 %   | 40                | 12.10                           |
|         | Metanol          | 40                | 9.67                            |
| Limón   | Agua             | 40                | 7.32                            |
|         | Etanol al 50 %   | 40                | 9.43                            |
|         | Etanol al 70 %   | 40                | 7.61                            |
|         | Metanol          | 40                | 5.81                            |

**Figura 15**

*Rendimiento fenólico en cáscaras de naranja y limón según el solvente a 40 °C.*



En la Figura 15, se observa que la cáscara de naranja supera a la de limón en cuanto a la concentración de compuestos fenólicos en todas las pruebas realizadas. El mayor rendimiento se alcanzó utilizando etanol al 50% como solvente a una temperatura de 40 °C, obteniendo 12.34 mg EAG/g de extracto seco para naranja y 9.43 mg EAG/g para limón. Estos resultados indican que la mezcla de agua y alcohol a dicha temperatura facilita una extracción más completa de los antioxidantes, a diferencia del metanol, que resultó ser el menos efectivo para ambos cítricos.

#### 4.2.2. Contenido fenólico a una temperatura de 50°C

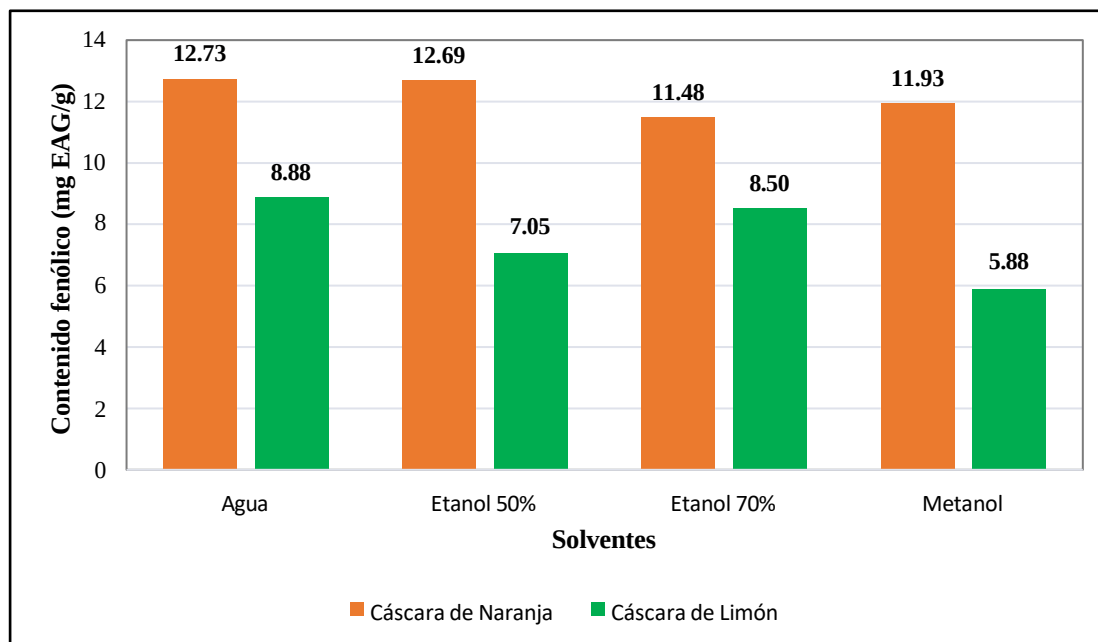
**Tabla 15**

*Resultados del rendimiento fenólico, tipo de solvente vs la temperatura de extracción a 50°C.*

| Cáscara | Tipo de solvente | Temperatura (° C) | Rendimiento<br>(mg EAG/g) | fenólico |
|---------|------------------|-------------------|---------------------------|----------|
| Naranja | Agua             | 50                | 12.73                     |          |
|         | Etanol al 50 %   | 50                | 12.69                     |          |
|         | Etanol al 70 %   | 50                | 11.47                     |          |
|         | Metanol          | 50                | 11.93                     |          |
| Limón   | Agua             | 50                | 8.88                      |          |
|         | Etanol al 50 %   | 50                | 7.05                      |          |
|         | Etanol al 70 %   | 50                | 8.50                      |          |
|         | Metanol          | 50                | 5.88                      |          |

**Figura 16**

*Rendimiento fenólico en cáscaras de naranja y limón según el solvente a 50 °C.*



A partir de los resultados presentados en la Figura 16, se observa que, a una temperatura de 50 °C, la cáscara de naranja mantiene un rendimiento fenólico significativamente superior al de la cáscara de limón en todos los solventes evaluados. Bajo estas condiciones térmicas, el agua se posicionó como el solvente más eficiente para ambos cítricos, alcanzando rendimientos de 12.73 mg EAG/g de extracto seco para naranja y 8.88 mg EAG/g para limón. Por el contrario, el metanol registró los niveles más bajos de extracción, especialmente en la cáscara de limón con solo 5.88 mg EAG/g. Esto sugieren que, al incrementar la temperatura, el uso de agua optimiza la solubilización de los compuestos fenólicos, superando la eficacia de las mezclas hidroalcohólicas y de los solventes orgánicos puros.



#### 4.2.3. Contenido fenólico a una temperatura de 70°C

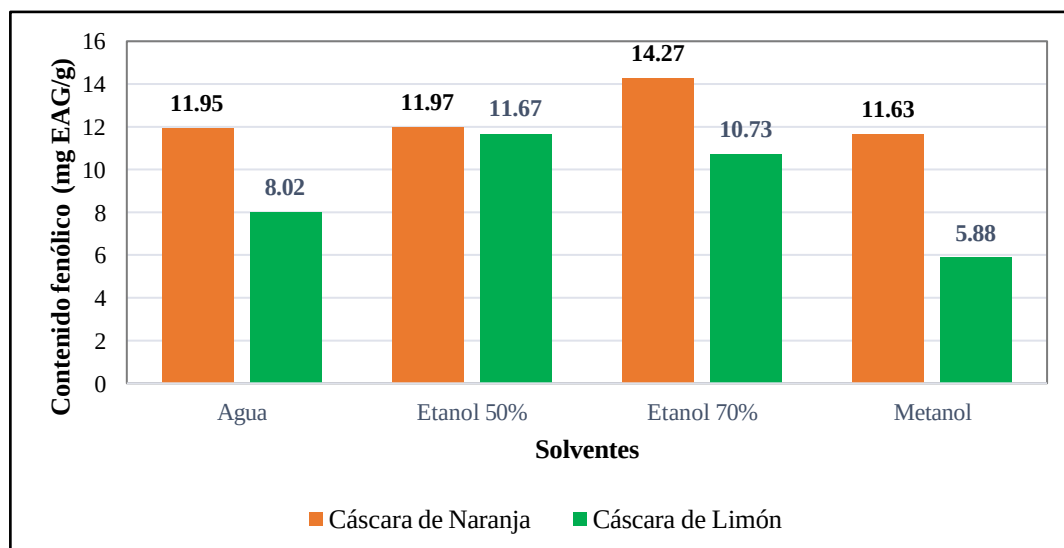
**Tabla 16**

*Resultados del rendimiento fenólico, tipo de solvente vs la temperatura de extracción a 70°C.*

| Cáscara | Tipo de solvente | Temperatura (° C) | Rendimiento fenólico (mg EAG/g) |
|---------|------------------|-------------------|---------------------------------|
| Naranja | Agua             | 70                | 11.95                           |
|         | Etanol al 50 %   | 70                | 11.97                           |
|         | Etanol al 70 %   | 70                | 14.27                           |
|         | Metanol          | 70                | 11.63                           |
| Limón   | Agua             | 70                | 8.02                            |
|         | Etanol al 50 %   | 70                | 11.67                           |
|         | Etanol al 70 %   | 70                | 10.73                           |
|         | Metanol          | 70                | 5.88                            |

**Figura 17**

*Rendimiento fenólico en cáscaras de naranja y limón según el solvente a 70 °C.*

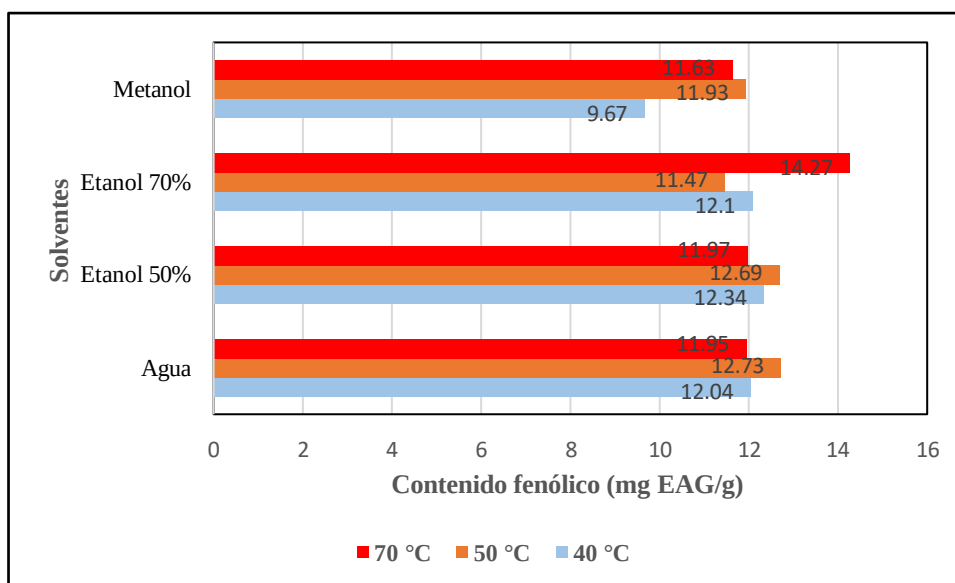


Al analizar la Figura 17, se observa que trabajar a una temperatura de 70 °C mejora notablemente la extracción de compuestos fenólicos, siendo la cáscara de naranja superior a la de limón en casi todas las pruebas. En este nivel de temperatura, el etanol al 70% fue el mejor solvente para la naranja, logrando un máximo de 14.27 mg EAG/g de extracto seco. Por su parte, el limón alcanzó su mejor resultado con etanol al 50%, registrando 11.67 mg EAG/g de extracto seco. Estos resultados indican que el calor ayuda a que las mezclas de alcohol y agua capturen mejor los antioxidantes de la fruta, superando al agua sola dejando al metanol como el solvente con menor eficacia, especialmente en el limón, donde solo se obtuvieron 5.88 mg EAG/g de extracto seco.

#### 4.2.4. Comparación del efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción sobre el rendimiento de compuestos fenólicos.

**Figura 18**

*Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción en extractos de cáscara de naranja.*

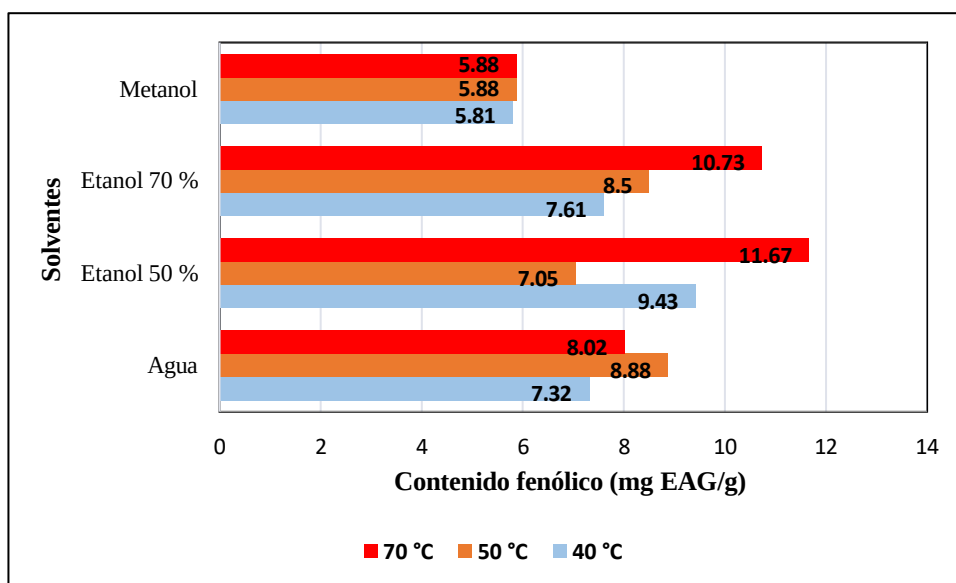


*Nota:* EAG: Equivalentes de Ácido Gálico

A partir del análisis de la Figura 18, se estableció que el rendimiento fenólico en la cáscara de naranja está condicionado por una interacción entre el tipo solvente y temperatura. La condición óptima de extracción se alcanzó a 70 °C utilizando etanol al 70 %, logrando un máximo de 14.27 mg EAG/g de extracto seco. En contraste, los solventes con mayor proporción de agua (agua pura y etanol al 50 %) exhibieron su mayor eficacia a una temperatura intermedia de 50 °C, sufriendo un ligero descenso en el rendimiento al alcanzar los 70 °C. Finalmente, aunque el metanol presentó una tendencia ascendente conforme aumentó el calor, sus valores permanecieron por debajo de las mezclas etanólicas, reafirmando que el etanol al 70 % a temperaturas elevadas es la combinación más eficiente para maximizar la recuperación fenólica.

**Figura 19**

*Efecto del tipo de solvente y temperatura de extracción en extractos de cáscara de limón.*



*Nota:* EAG: Equivalentes de Ácido Gálico

Al analizar el efecto combinado del solvente y la temperatura en la cáscara de limón en la Figura 19, se determinó que el rendimiento fenólico máximo se obtiene a 70 °C, destacando el etanol al 50% como el solvente más eficiente con 11.67 mg EAG/g de extracto seco. Se

observa que, mientras el agua alcanza su mayor capacidad de extracción a una temperatura intermedia de 50 °C (8.88 mg EAG/g), las mezclas hidroalcohólicas requieren de una temperatura mayor para optimizar la recuperación de antioxidantes. Por el contrario, el metanol mostró una baja afinidad, manteniendo niveles mínimos de extracción cercanos a los 5.88 mg EAG/g de extracto seco independientemente del calor aplicado.

#### 4.3. Resultado de análisis estadísticos

Antes de realizar el análisis de varianza (ANOVA), se verificaron los supuestos estadísticos del modelo experimental mediante el software SPSS, con el fin de garantizar la validez de los resultados obtenidos. Entre los supuestos evaluados se incluyeron la normalidad y la homogeneidad de varianzas. Para evaluar la normalidad, se aplicó la prueba de Shapiro-Wilk y para comprobar la homogeneidad de varianzas se utilizó la prueba Levene.

**Tabla 17**

*Prueba de normalidad de Shapiro-Wilk por niveles de temperatura.*

| <b>Prueba de Shapiro-Wilk</b> |                 |    |         |
|-------------------------------|-----------------|----|---------|
| Temperatura (°C)              | Estadístico (W) | Gl | p-valor |
| 40°                           | 0.960           | 24 | 0.430   |
| 50°                           | 0.953           | 24 | 0.321   |
| 70°                           | 0.550           | 24 | 0.080   |

*Nota:* Un valor de  $p > 0.05$  indica que los datos no difieren significativamente de una distribución normal.

En la figura 18, la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk mostró que los datos de rendimiento fenólico en cada nivel de temperatura siguen una distribución normal, obteniendo p-valores de 0.430, 0.321 y 0.080 para 40°C, 50°C y 70°C, respectivamente. Dado que todos estos valores son superiores al nivel de significancia de 0.05, no se rechaza la hipótesis de normalidad.

**Tabla 18**

*Prueba de Levene para la homogeneidad de varianzas del rendimiento fenólico a diferentes temperaturas.*

| <b>Prueba de Levene</b> |                  |
|-------------------------|------------------|
| <b>Estadístico (F)</b>  | <b>p - valor</b> |
| 0.920                   | 0.575            |

*Nota:* Un valor  $p > 0.05$  indica que existe homogeneidad de varianzas entre los grupos evaluados.

Posteriormente, se evaluó la homogeneidad de varianza mediante la prueba de Levene (ver Tabla 19). El análisis basado en la mediana reportó un p-valor de 0.575, lo cual confirma que no existen diferencias significativas entre las varianzas de los grupos evaluados.

Finalmente, al cumplirse satisfactoriamente ambos supuestos de normalidad y homogeneidad, permite proceder con el análisis de varianza (ANOVA) y la prueba de comparaciones múltiples de Tukey.

#### 4.3.1. Análisis de varianza

Se formularon las hipótesis de estudio de la siguiente manera:

**H<sub>0</sub> (hipótesis nula):** ninguno de los factores (temperatura, solvente, fruta) ni sus interacciones afectan la concentración de fenoles (mg EAG/g).

**H<sub>1</sub>(alternativa general):** al menos un factor (temperatura, solvente, fruta) o una interacción afecta la concentración de fenoles (mg EAG/g).

El nivel de significancia establecido fue  $\alpha = 0.05$ , aplicando el criterio de decisión, si  $p \leq 0.05$ , se rechaza la hipótesis nula.

**Tabla 19**

*Pruebas de efectos inter-sujetos según los factores Temperatura, Fruta, Solvente y sus interacciones.*

| FV                                    | SC         | Gl | CM         | F          | p-valor |
|---------------------------------------|------------|----|------------|------------|---------|
| <b>Modelo</b>                         | 667913.577 | 23 | 29039.721  | 23492.168  | <0.0001 |
| <b>Temperatura</b>                    | 91813.469  | 2  | 45906.735  | 37137.022  | <0.0001 |
| <b>Fruta</b>                          | 202869.318 | 1  | 202869.318 | 164114.533 | <0.0001 |
| <b>Solvente</b>                       | 92621.313  | 3  | 30873.771  | 24975.854  | <0.0001 |
| <b>Temperatura * Fruta</b>            | 106154.534 | 2  | 53077.267  | 42937.744  | <0.0001 |
| <b>Temperatura * Solvente</b>         | 95100.667  | 6  | 15850.111  | 12822.213  | <0.0001 |
| <b>Fruta * Solvente</b>               | 29721.650  | 3  | 9907.217   | 8014.609   | <0.0001 |
| <b>Temperatura * Fruta * Solvente</b> | 49632.626  | 6  | 8272.104   | 6691.857   | <0.0001 |
| <b>Error</b>                          | 59.335     | 48 | 1.236      |            |         |

|              |            |    |
|--------------|------------|----|
| <b>Total</b> | 667972.912 | 71 |
|--------------|------------|----|

---

*Nota:* FV: Fuente de Variación; SC: Suma de Cuadrados; Gl: Grados de Libertad; CM: Cuadrado Medio; F: Estadístico de Fisher. Un p-valor < 0.05 indica que existen diferencias estadísticamente significativas entre los factores evaluados. Elaboración propia (2026).

Los resultados obtenidos indicaron valores de  $p = <0.0001$  para los tres factores (temperatura, solvente y fruta) así como para todas sus interacciones (temperatura x fruta, temperatura x solvente, fruta x solvente y temperatura x fruta x solvente).

Por lo tanto, se rechaza la hipótesis nula, confirmándose que la temperatura de extracción, el tipo de solvente, la especie de fruta y sus interacciones influyen de manera significativa en la concentración de compuestos fenólicos.

### **1. Prueba de comparación de medias (Tukey HSD)**

Se aplicó la prueba de comparaciones múltiples Tukey HSD, con el objetivo de determinar qué niveles de los factores evaluados presentaban diferencias estadísticamente significativas.

En el presente estudio, permitió identificar con fiabilidad qué niveles de temperatura, solvente y tipo de fruta ejercieron un efecto real sobre la concentración de compuestos fenólicos.

**Tabla 20**

*Prueba de post hoc de Tukey (HSD) para la comparación de medias de concentración según temperatura.*

| Temperatura (°C) | N  | Subconjunto |           |           |
|------------------|----|-------------|-----------|-----------|
|                  |    | 1           | 2         | 3         |
| 50°              | 24 | 508.28529   |           |           |
| 40°              | 24 |             | 553.94508 |           |
| 70°              | 24 |             |           | 595.72733 |
| Sig              |    | 1,000       | 1,000     | 1,000     |

*Nota:* Tabla generada mediante IBM SPSS Statistics. Se presentan los subconjuntos homogéneos identificaos por la prueba post hoc de Tukey (HSD), basada en la media de la variable dependiente concentración.

En la tabla 21, se determinó que con la temperatura de 70 °C se tiene la máxima concentración (595.727) y con una temperatura de 50 °C se encuentra la mínima concentración (508.285).

**Tabla 21**

*Prueba de post hoc de Tukey (HSD) para la comparación de medias de concentración según tipo de solvente.*

| Solvente   | N  | Subconjunto |           |           |   |
|------------|----|-------------|-----------|-----------|---|
|            |    | 1           | 2         | 3         | 4 |
| H2O        | 18 | 506.02767   |           |           |   |
| Metanol    | 18 |             | 530.77156 |           |   |
| Etanol 70% | 18 |             |           | 578.34872 |   |



|                   |       |       |       |           |
|-------------------|-------|-------|-------|-----------|
| <b>Etanol 50%</b> | 18    |       |       | 595.46233 |
| <b>Sig.</b>       | 1,000 | 1,000 | 1,000 | 1,000     |

*Nota:* Tabla generada mediante IBM SPSS Statistics.

De acuerdo con los resultados mostrados en la Tabla 22, el etanol al 50 % registró la mayor concentración de compuestos fenólicos (595.46), en contraste con el agua, que presentó el valor más bajo (506.02).

**Tabla 22**

*Prueba de post hoc de Tukey (HSD) para la comparación de medias de concentración según tipo de fruta.*

| <b>Fruta</b> | <b>N</b> | <b>Media</b> | <b>Desv. Estandar</b> | <b>Desv. Error promedio</b> |
|--------------|----------|--------------|-----------------------|-----------------------------|
| Naranja      | 36       | 605.73392    | 53.187226             | 8.864538                    |
| Limón        | 36       | 499.57122    | 102.27313             | 17.045522                   |

*Nota:* Tabla generada mediante IBM SPSS Statistics.

De acuerdo con los resultados mostrados en la Tabla 23, la fruta naranja alcanzó la mayor concentración (605.73), en contraste con el limón, que presentó un valor menor (499.57).

En resumen, el análisis de las medias evidenció que la temperatura de 70 °C presentó los valores más altos, seguida de 40 °C y 50 °C. En cuanto al tipo de solvente, el etanol al 50 % mostró la mayor eficiencia, superando al etanol al 70 %, metanol y agua. Asimismo, la fruta naranja registró concentraciones superiores en comparación con el limón. De manera general, la prueba de Tukey confirmó que el etanol al 50 % y la temperatura de 70

°C constituyen las condiciones más eficientes para la extracción de compuestos fenólicos; en consecuencia, el tratamiento conformado por cáscara de naranja, etanol al 50 % y una temperatura de 70 °C fue el que alcanzó la mayor concentración de fenoles totales.

#### 4.4. Discusión

La presente investigación determinó que el rendimiento de compuestos fenólicos en las cáscaras de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*) está estrechamente condicionado por la interacción entre la polaridad del solvente y la energía térmica aplicada. Para la naranja, la condición óptima se alcanzó a 70 °C con etanol al 70% (14.27 mg EAG/g), mientras que para el limón, el rendimiento máximo se obtuvo a 70 °C con etanol al 50% (11.67 mg EAG/g). Al contrastar estos resultados con los 24.07 mg EAG/g obtenidos por Wang et al. (2023) en cáscara de naranja, se observa que su mayor rendimiento cuantitativo se obtuvo a una temperatura de 26 °C mediante el uso de una mezcla ternaria de agua, metanol y dimetilsulfóxido (DMSO). Si bien estos agentes poseen mayor capacidad para penetrar la muestra, su toxicidad restringe la seguridad del extracto, lo que recalca la necesidad de investigar solventes más seguros.

Un aspecto relevante observado fue la variabilidad en la respuesta de la cáscara de naranja y limón frente al tipo de solvente. En la naranja, el etanol al 70% resultó ser el más eficaz, comportamiento que guarda correlación directa con los hallazgos de Palacios (2023), quien en su investigación sobre residuos de piña obtuvo los mayores rendimientos fenólicos utilizando la misma proporción alcohólica. Esta similitud sugiere que para algunas cáscaras de frutas que son más resistentes, se necesita una mezcla con más alcohol para poder facilitar la liberación de los compuestos. Por el contrario, en el limón, la eficacia del etanol al 50% guarda similitud con Burga (2022), quien determinó que concentraciones de etanol

cercanas al 40% optimizan la solubilidad de los flavonoides en residuos de maíz morado al equilibrar la polaridad del sistema. Esta diferencia permite inferir que cada residuo, pese a su parentesco botánico, posee una composición lipofílica distinta en su cáscara lo que condiciona la afinidad del solvente para penetrar el tejido vegetal y solubilizar los flavonoides.

Además, el bajo rendimiento obtenido con metanol en ambas matrices (con valores mínimos de 5.88 mg EAG/g en limón) confirma que los solventes etanólicos son la opción más eficiente y segura. En concordancia con Sosa (2024), el uso de mezclas hidroalcohólicas se alinea con la química verde al emplear solventes de baja toxicidad y grado alimentario. A diferencia del complejo sistema ternario propuesto por Wang et al. (2023), esta investigación demuestra que una mezcla binaria de agua y etanol es suficiente para obtener extractos de alta calidad, garantizando un proceso apto para el consumo humano sin comprometer la capacidad de recuperación de los compuestos bioactivos.

En cuanto a la temperatura, ambos cítricos alcanzaron su rendimiento máximo a 70 °C, demostrando que el incremento de la energía térmica favorece la solubilidad de los analitos y acelera la transferencia de masa. Estos resultados coinciden con lo reportado por Sagredo (2020) en residuos de café, quien identificó a la temperatura como la variable con mayor impacto en la liberación de compuestos fenólicos. Esta similitud sugiere que, independientemente de método de extracción (microondas en el café o ultrasonido en los cítricos), el calor facilita el paso de los compuestos a través de la matriz vegetal. No obstante, cuando se utilizó agua pura o etanol al 50% en la naranja, el rendimiento descendió al pasar de 50 °C a 70 °C. Este descenso es una evidencia de la sensibilidad térmica mencionada por Burga (2022), un exceso de temperatura en medios con alta proporción de agua puede provocar la degradación de los flavonoides antes de ser extraídos.

La aplicación de la Extracción Asistida por Ultrasonido (UAE) demostró ser un método eficaz para la recuperación de compuestos fenólicos en residuos de cítricos. Este fenómeno se atribuye a la cavitación acústica, la cual genera microfracturas en las paredes celulares de las cáscaras, facilitando la difusión de los analitos hacia el solvente. Este mecanismo coincide con lo descrito por Palacios (2023), quien sostiene que el ultrasonido optimiza la liberación de metabolitos al romper mecánicamente las estructuras tisulares, permitiendo reducir drásticamente los tiempos de procesamiento. Asimismo, guarda relación con lo planteado por Becerra y Monzon (2019), quienes determinaron que el efecto del ultrasonido, sumado a un incremento moderado de la temperatura, favorece la solubilidad y disminuye la viscosidad del solvente, potenciando la transferencia de los compuestos bioactivos.

## V. CONCLUSIONES

- Se determinó que el rendimiento de compuestos fenólicos en la cáscara de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*) es altamente dependiente de la interacción entre la polaridad del solvente y la temperatura de extracción. Para la naranja, el incremento de la temperatura a 70 °C en combinación con etanol al 70% maximizó la solubilidad de los flavonoides (14.27 mg EAG/g). Por el contrario, el máximo rendimiento en el limón se obtuvo a 70 °C con etanol al 50 % (11.67 mg EAG/g); este comportamiento sugiere que los compuestos bioactivos de esta matriz poseen una naturaleza más hidrofílica, presentando una mayor afinidad química por mezclas solventes con una proporción equilibrada de agua. Cabe destacar que el agua pura mostró mayor eficacia a temperaturas intermedias (50 °C) en ambas matrices, mientras que el metanol presentó el desempeño más bajo, confirmando que las mezclas hidroalcohólicas a 70 °C son la estrategia más eficiente y segura para maximizar la recuperación fenólica en estos residuos cítricos.
- Se estandarizó el proceso de acondicionamiento de los residuos de naranja (*Citrus sinensis*) y limón (*Citrus aurantifolia*) mediante una secuencia de desinfección con hipoclorito de sodio (200 ppm), congelación a -30 °C y liofilización bajo condiciones controladas (7 Pa y 28 °C). Este método de deshidratación por sublimación garantizó la estabilidad de los analitos termolábiles al minimizar la actividad de agua sin comprometer la integridad estructural de los polifenoles. La reducción del tamaño de partícula a 250 µm permitió maximizar el área superficial específica, optimizando la transferencia de masa y la difusión del solvente hacia el interior de la matriz durante la extracción asistida por ultrasonido. Finalmente, el proceso permitió obtener una masa

neta de 43.1643 g de naranja y 39.2403 g de limón en forma de material particulado homogéneo para los ensayos experimentales.

- Al comparar la capacidad de extracción de los solventes, se concluye que las mezclas hidroalcohólicas poseen una mayor eficiencia en la recuperación de compuestos fenólicos en comparación con los solventes puros. En la cáscara de naranja, el etanol al 70% demostró ser el solvente más eficaz, mientras que en el limón, el mayor rendimiento se obtuvo con etanol al 50%. Este comportamiento diferencial sugiere que la afinidad química de los fenoles varía según la matriz cítrica, aunque en ambos casos el metanol resultó ser el solvente menos efectivo, con valores mínimos de hasta 5.88 mg EAG/g. Estos resultados validan el uso de solventes etanólicos como una alternativa de alta capacidad extractiva, alineada con criterios de baja toxicidad y seguridad alimentaria.
- Se determinó que la temperatura óptima de extracción para maximizar el rendimiento de compuestos fenólicos totales es de 70 °C, bajo la cual se obtuvieron los valores más altos en ambas matrices: 14.27 mg EAG/g para la naranja (utilizando etanol al 70%) y 11.67 mg EAG/g para el limón (con etanol al 50%). Se observó que el incremento de la temperatura de 40 °C a 70 °C favoreció la solubilidad y la transferencia de masa en las mezclas hidroalcohólicas; sin embargo, para el solvente agua, el rendimiento máximo se alcanzó a una temperatura intermedia de 50 °C, sufriendo un descenso al aproximarse a los 70 °C. Estos hallazgos confirman que, aunque el calor potencia la extracción, su efecto está intrínsecamente ligado a la naturaleza del solvente.

## **5.1. Recomendaciones**

- Se recomienda la valorización de los subproductos orgánicos derivados de la comercialización de frutas en mercados y establecimientos locales. Estos residuos constituyen una materia prima de bajo costo y alta disponibilidad para la obtención de compuestos fenólicos, promoviendo así la reducción del impacto ambiental y el aprovechamiento integral de los recursos.
- Se recomienda evaluar en futuros estudios otras variables del proceso, como el tiempo de extracción, la intensidad del ultrasonido y la relación solido-solvente, con el fin de optimizar aún más la técnica y alcanzar rendimientos máximos.
- Se recomienda profundizar en la identificación cualitativa de los compuestos extraídos, con el fin de determinar qué flavonoides específicos predominan en los extractos de naranja y limón.

#### IV. BIBLIOGRAFIA

- Alara, O., Abdurahman, N., & Ukaegbu, C. (2021). Extraction of phenolic compounds: A review. *Current Research in Food Science*, 4, 200–214. <https://doi.org/10.1016/j.crfs.2021.03.011>
- Alcalde, A., & Rubio, J. (2019). *Rentabilidad de la comercialización de limón sutil (Citrus aurantifolia) en el mercado Moshoqueque, distrito José Leonardo Ortiz, provincia de Chiclayo – 2017* [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo]. Repositorio Institucional UNPRG. <http://repositorio.unprg.edu.pe/handle/20.500.12893/4403>
- Álvarez, R., Bueno, M., Ballesteros, D., Mendiola, J., Ibáñez, E., & Poole, C. (2020). Extracción de líquidos presurizados (pp. 375–398). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816911-7.00013-X>
- Ascona, J. I. B., & Mencia, A. L. (2023). Análisis y fundamentación de los diseños de investigación: Explorando los enfoques cuantitativos, cualitativos y mixtos basados en Creswell & Creswell (2018). *Revista UNIDA Científica*, 7(2), 110–117.
- Balasundram, N., Sudram, K., & Samman, S. (2006). Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*, 99(1), 191–203. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.07.042>
- Banafi, A., Wee, S., Tiong, A., Kong, Z., Saptoto, A., & Sunarso, J. (2023). Modeling of supercritical fluid extraction bed: A critical review. *Chemical Engineering Research and Design*, 193, 685–712. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.04.001>
- Becerra, G., & Monzón, L. (2019). *Optimización de la extracción de compuestos fenólicos asistida por ultrasonido en residuos de palta Hass (Persea americana)* [Tesis de



- pregado, Universidad Nacional del Santa]. Repositorio Institucional UNS.  
<https://repositorio.uns.edu.pe/handle/20.500.14278/3530>
- Burga, M. (2022). *Extracción de flavonoides del residuo de maíz morado por ultrasonido e identificación por espectrometría de masas* [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo]. Repositorio Institucional UNPRG.  
<http://repositorio.unprg.edu.pe/handle/20.500.12893/11231>
- Chacaltana Lara, N. S. (2023). Valorización de residuos sólidos en el Perú. *Revista de Climatología, Edición Especial Ciencias Sociales*, 23, 3281–3290.  
<https://doi.org/10.59427/rcli/2023/v23cs.3281-3290>
- Cornejo, M. (2020). *Aprovechamiento de residuos de granada (Punica granatum) variedad Wonderful para la extracción de biocompuestos mediante la aplicación de CO<sub>2</sub> supercrítico* [Tesis de pregrado, Universidad Privada de Tacna]. Repositorio Institucional UPT. <http://repositorio.upt.edu.pe/handle/20.500.12969/1428>
- Domínguez, G., Castro, M., & Marina, M. (2025). Innovative microwave-assisted extraction with biobased solvents to enhance the recovery of bioactive extractable and non-extractable polyphenols from lemon peels. *Food Chemistry*, 494, 146195.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2025.146195>
- Dong, X., Hu, Y., & Li, Y. (2019). Degree of ripeness, phenolic compounds and antioxidant activity of Eureka lemon (*Citrus limon*): A negative correlation between total phenolic content, antioxidant capacity and soluble solids content. *Scientia Horticulturae*, 243, 281–289. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2018.08.036>
- Flores, C. (2018). *Efecto protector de la ingesta de cáscara de Citrus aurantifolia (limón) frente al daño hepático inducido por etanol en ratones* [Tesis de pregrado, Universidad

- Nacional Mayor de San Marcos]. Repositorio Institucional UNMSM. <https://cybertesis.unmsm.edu.pe/handle/20.500.12672/8249>
- Ganorkar, P., Jadeja, G., & Desai, M. (2023). Extracción asistida por microondas de ácido shikímico de diferentes partes morfológicas del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*). *Chemical Engineering and Processing – Process Intensification*, 191, 109455. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2023.109455>
- Galarza, C. A. R. (2021). Diseños de investigación experimental. *CienciAmérica*, 10(1), 1–7.
- García, E., Fernández, I., & Fuentes, A. (2015). *Determinación de polifenoles totales por el método de Folin-Ciocalteu*. <https://riunet.upv.es/handle/10251/52056>
- Kumar, A., Young, J., & Suk, Y. (2022). Phenolic compounds in active packaging and edible films/coatings. *Molecules*, 27(21), 7513. <https://doi.org/10.3390/molecules27217513>
- Lagana, R., Arena, K., Rigano, F., Cacciola, F., Dugo, P., & Mondello, L. (2024). Prediction of retention data of phenolic compounds by QSRR models under reverse-phase liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, 1370, 146465. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2024.465146>
- Ledesma, C., Priego, F., Robles, V., & Luque, M. (2018). Targeted analysis of phenolic compounds in Persian lime (*Citrus latifolia*) during fruit growth. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66(8), 1813–1820. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b05535>
- López, L., Rodríguez, P., Díaz, B., Gaspar, M., Sousa, H., Braga, M., & Domínguez, H. (2022). Supercritical fluid extraction as a suitable technology to recover bioactive compounds from flowers. *The Journal of Supercritical Fluids*, 188, 105652. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2022.105652>

- Machado, T., Portugal, I., Kodel, A., Fathi, A., Fathi, F., Oliveira, M., Dariva, C., & Souto, E. (2024). Pressurized liquid extraction as an innovative high-yield greener technique for phenolic compounds recovery from grape pomace. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 40, 101635. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2024.101635>
- Ministerio de Desarrollo Agrario y Riego. (2023, febrero 16). *Boletín estadístico mensual: El agro en cifras 2022*. <https://www.gob.pe/institucion/midagri/informes-publicaciones/2826318>
- Nunes, C., Pina, L., Lemes, A., & Ribeiro, B. (2024). Citrus by-products valorization using deep eutectic solvents: A review. *Food Bioscience*, 60, 104446. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2024.104446>
- Oliveria, A., Vigano, J., Sanches, V., Rostagno, M., & Martínez, J. (2022). Extracción de compuestos bioactivos potenciales de la cal industrial de Tahití (*Citrus latifolia*). *Food Research International*, 157, 111381. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111381>
- Osorio, F. (2020). Recent advances and comparisons of conventional and alternative extraction techniques of phenolic compounds. *Journal of Food Science and Technology*, 57(12), 4299–4315. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04433-2>
- Palacios, R. (2023). *Recuperación de compuestos fenólicos a partir de subproductos de la piña (Ananas comosus)* [Tesis de pregrado, Escuela Politécnica Nacional]. Repositorio Institucional EPN. <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/23704>
- Ramírez, H. (2020). *Evaluación de la extracción de flavonoides a partir de la cáscara de naranja* [Tesis de pregrado, Universidad de América]. <https://repository.uamerica.edu.co/handle/20.500.11839/8180>

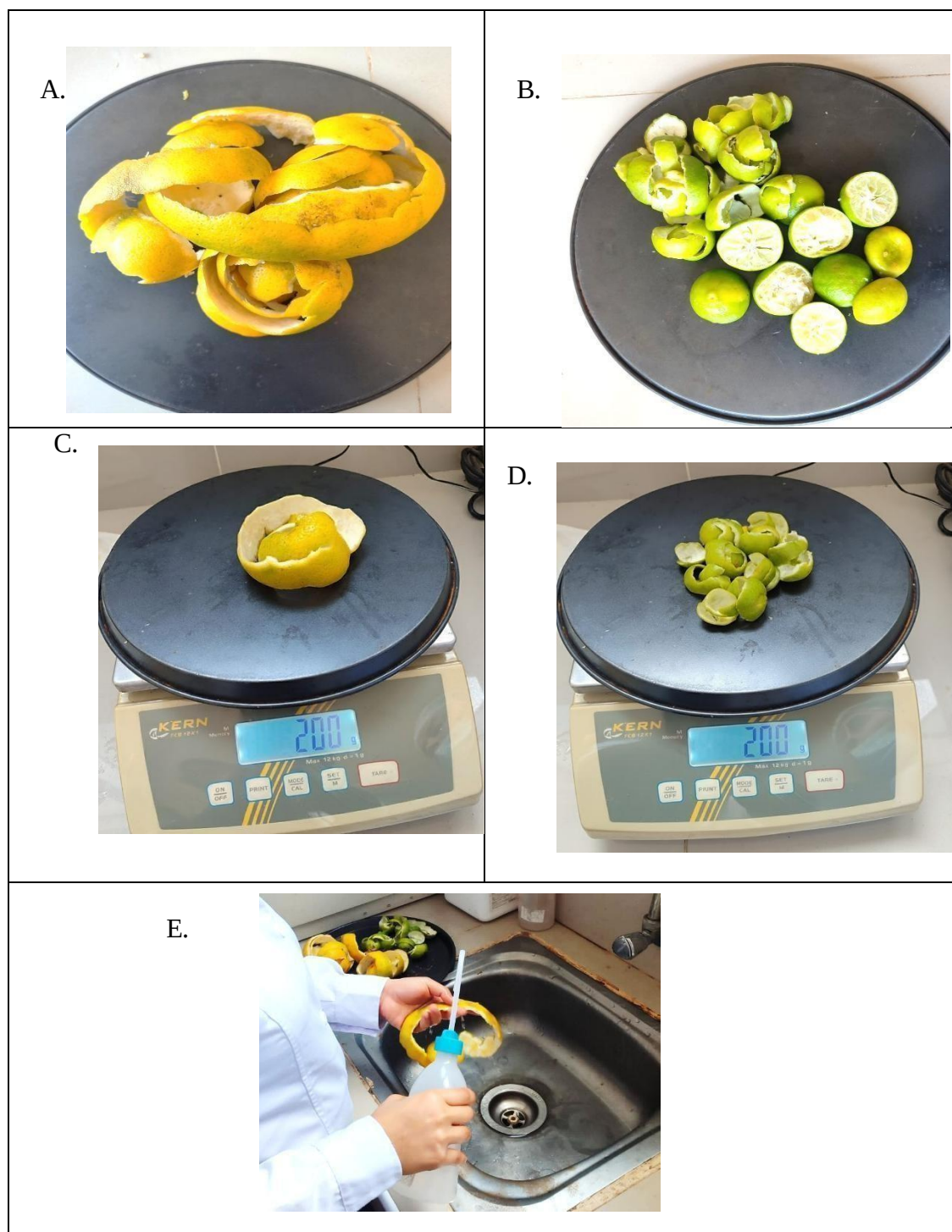
- Riguelet, J., & Viña, S. (2013). *Productos naturales vegetales*. Universidad Nacional de La Plata. <https://tinyurl.com/y32an9fz>
- Romero, L. (2022). *Efecto del grado de madurez del fruto (cáscara) de mandarina (Citrus reticulata) sobre el contenido de compuestos fenólicos* [Tesis de pregrado, Universidad Santo Tomás]. <https://repository.usta.edu.co/handle/11634/42667>
- Sabogal, O., & Sucre, M. (2024). Evaluación del contenido de compuestos fenólicos y capacidad antioxidante en subproductos de cítricos de la península de Yucatán. *Revista Facultad de Ciencias Básicas*, 19(1), 87–97. <https://doi.org/10.18359/rfcb.7397>
- Sagredo, M. (2020). *Recuperación de compuestos con propiedades antioxidantes a partir de residuos de la industria del café* [Tesis de maestría, Universidad de Valladolid]. <https://uvadoc.uva.es/handle/10324/43309>
- Singh, B., Singh, J., Kaur, A., & Singh, N. (2020). Phenolic composition, antioxidant potential and health benefits of citrus peel. *Food Research International*, 132, 109114. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109114>
- Sosa, B. (2024). *Utilización de flavonoides a partir de residuos agroindustriales de cáscaras de cítricos y sus aplicaciones* [Tesis de pregrado, Universidad Técnica de Babahoyo]. <http://dspace.utb.edu.ec/handle/49000/16059>
- Shirzad, H., Niknam, V., Taheri, M., & Ebrahimzadeh, H. (2017). Ultrasound-assisted extraction of phenolic antioxidants from olive leaves. *Journal of Food Science and Technology*, 54(8), 2361–2371. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2676-7>

- Tomšik, A., Pavlić, B., Vladić, J., Ramić, M., Brindza, J., & Vidović, S. (2016). Optimization of ultrasound-assisted extraction from wild garlic (*Allium ursinum* L.). *Ultrasonics Sonochemistry*, 29, 502–511. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2015.11.005>
- Višnjevec, A., Barp, L., Lucci, P., & Moret, S. (2024). Pressurized liquid extraction for the determination of bioactive compounds in plants with emphasis on phenolics. *Trends in Analytical Chemistry*, 173, 117620.
- Wang, Z., Mei, X., Chen, X., Rao, S., Ju, T., Li, L., & Yang, Z. (2023). Extracción y recuperación de compuestos fenólicos solubles bioactivos de cáscaras de naranja (*Citrus sinensis*). *Food Science and Technology*, 173, 114337. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2022.114337>
- Zhuang, W.-B., Li, Y.-H., & Shu, X. (2023). Classification, molecular structure, biosynthesis and roles of flavonoids under biotic and abiotic stress. *Molecules*, 28(8), 3599. <https://doi.org/10.3390/molecules28083599>

## VI. ANEXOS

### Anexo 1

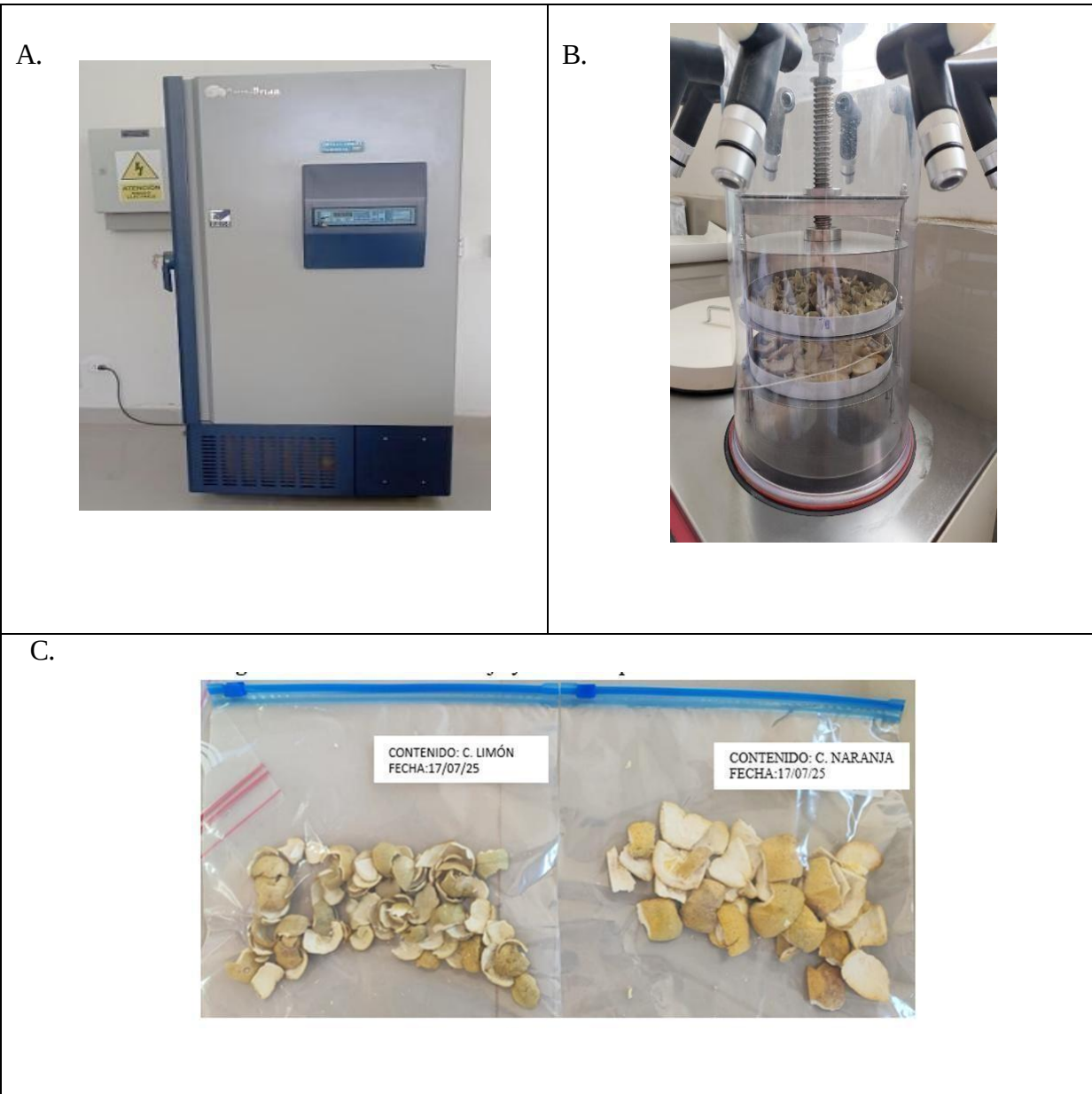
#### *Acondicionamiento de la materia prima*



A. Residuos de naranja. B. Residuos de limón. C. Pesado de cáscara de naranja. D. Pesado de cáscara de limón. E. Lavado y desinfección de cáscaras

## Anexo 2

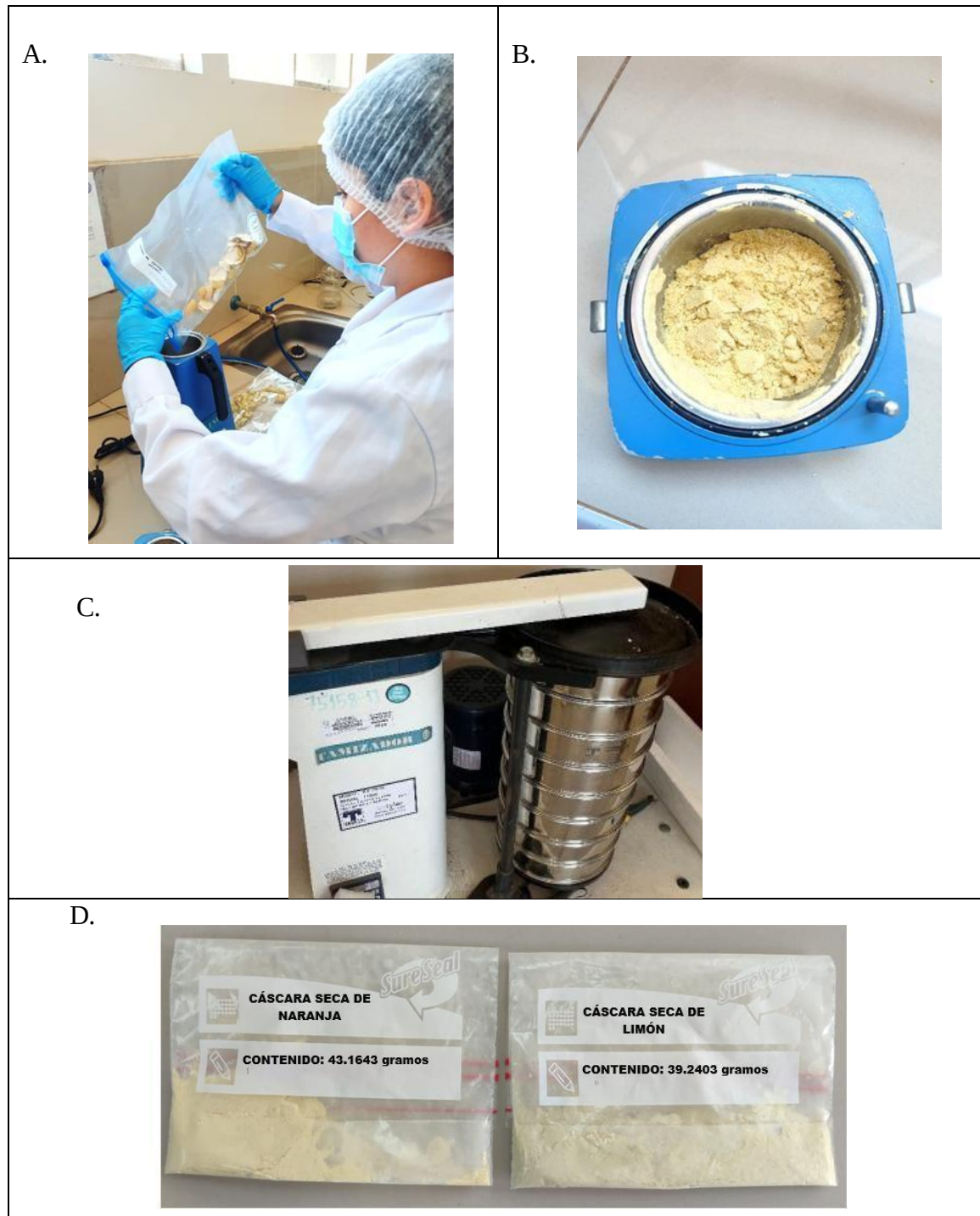
### Proceso de secado y liofilizado



A. Cáscaras en el ultracongelador a -30 °C. B. Cáscaras en el liofilizador. C. Resultado después del proceso de liofilización

### Anexo 3

#### Molienda y obtención de harina



A. Cáscaras de limón y naranja colocadas en el molino. B. Cáscara molida. C. Tamizado de muestras. D. Resultado de ambas cáscaras



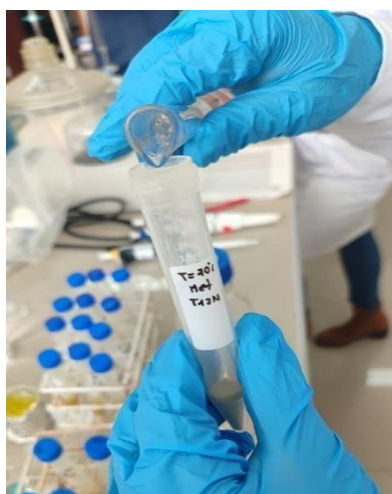
## Anexo 4

### Extracción de analitos

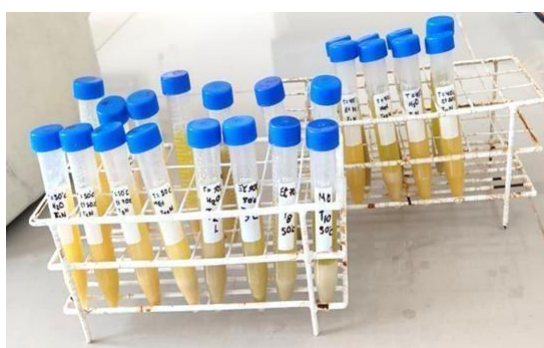
A.



B.



C.



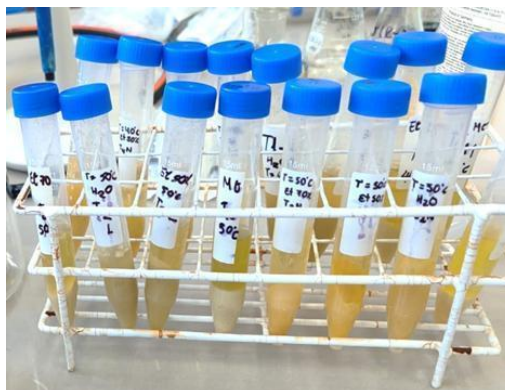
D.



E.



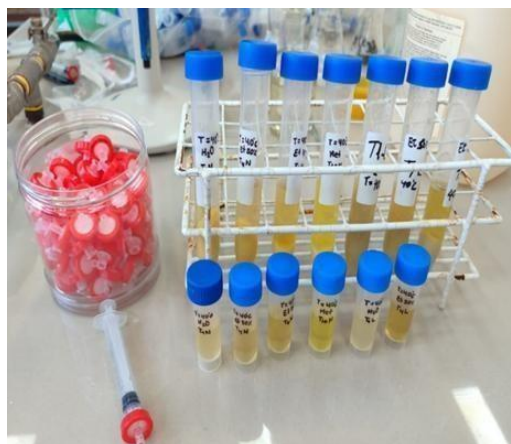
F.



G.



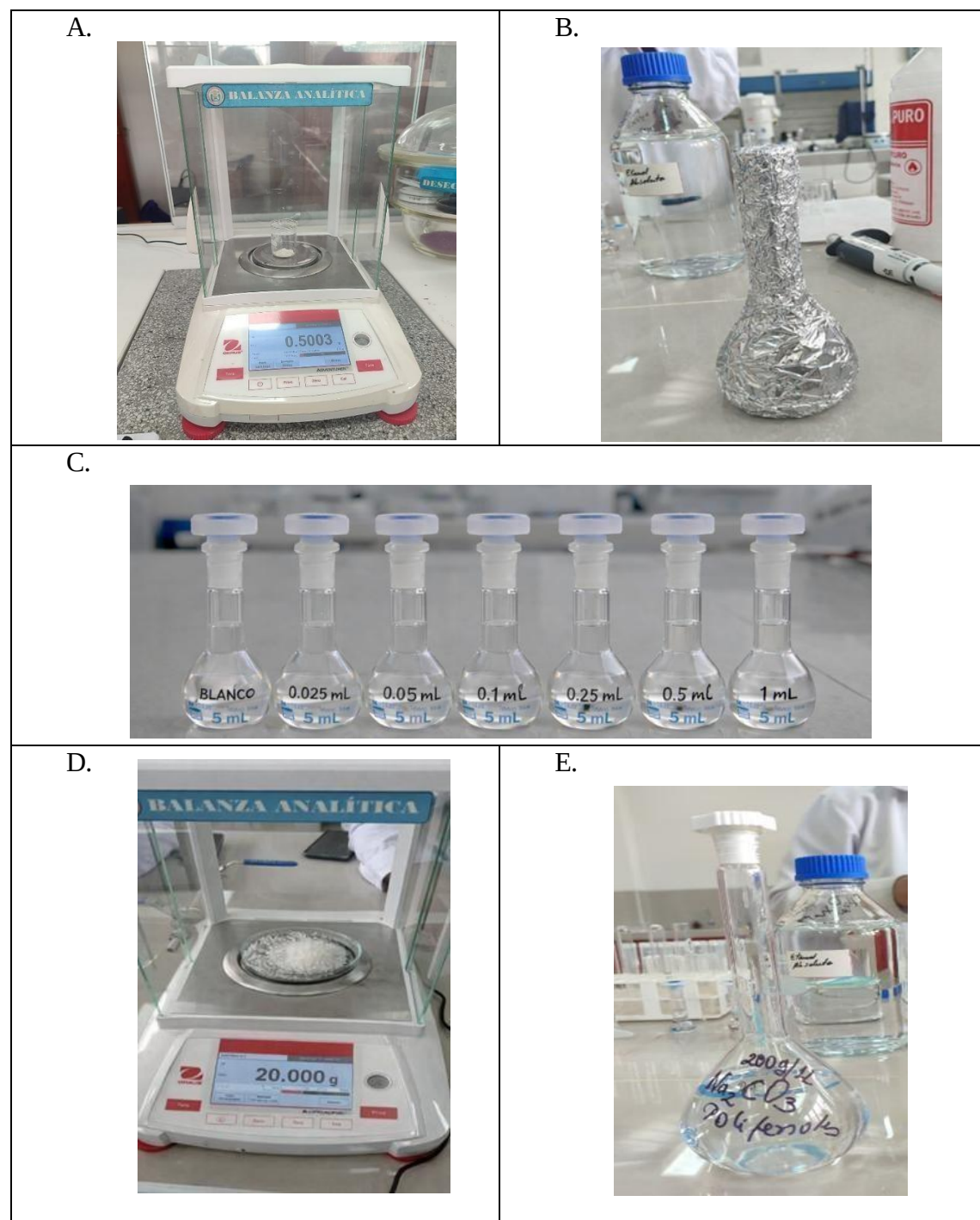
H.



A. Llenado y rotulado de tubos de centrifuga con la muestra de cáscara seca molida.  
 B. Agregado del solvente (según tratamiento). C. Muestras homogeneizadas. D. Muestras colocadas en el ultrasonido a 50Hz (según tratamiento). E. Muestras ingresadas a la centrifuga. F. Resultado del centrifugado. G. Extracción del sobrenadante con ayuda de un filtro de jeringa. H. Resultado final de la extracción de cada tratamiento.

## Anexo 5

### Preparación de reactivos y calibrantes



A. Pesado de ácido gálico. B. Ácido gálico preparado y cubierto de la luz solar. C. Fiolas con disolución de ácido gálico. D. Pesado de carbonato de sodio. E. Carbonato de sodio preparado.



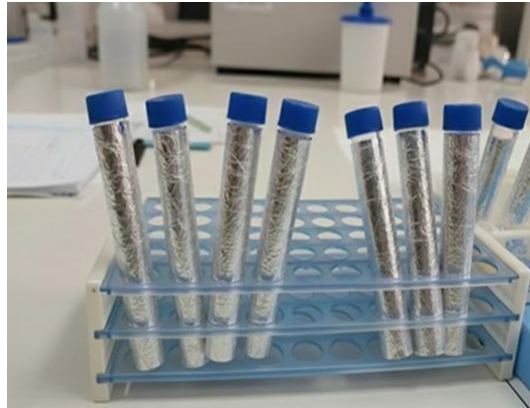
## Anexo 6

### Procesamiento de muestras

A.



B.



C.



A. Agregado de reactivos a cada muestra. B. Muestras en incubación protegidas del sol.  
C. Lectura espectrofotométrica de cada muestra.