

Universidad Autónoma de San Luis Potosí
Facultad de Ingeniería
Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

EVALUACIÓN DEL D-LIMONENO COMO SUSTITUTO DE SALES CUATERNARIAS DE AMONIO EN DETERGENTES ECOLÓGICOS PARA DISMINUIR SU IMPACTO EN EL MEDIO ACUOSO.

T E S I S

Que para obtener el grado de:

Maestro en Tecnología y Gestión del Agua

Presenta:
L.Q. Adrián Pérez Zúñiga

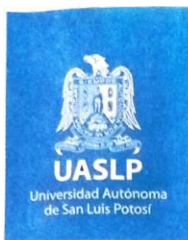
Asesor:
Dr. Luis Armando Bernal Jácome

Co-asesor:
Dra. Karla Ximena Vargas Berrones.

San Luis Potosí, S. L. P.

Septiembre 2025





19 de junio de 2025

**LIC. ADRIÁN PÉREZ ZÚÑIGA
P R E S E N T E.**

En atención a su solicitud de Temario, presentada por los **Dres. Luis Armando Bernal Jácome y Karla Ximena Vargas Berrones**, *Asesor y Coasesora del Trabajo de Tesis* que desarrollará Usted, con el objeto de obtener el Grado de **Maestro en Tecnología y Gestión del Agua**. Me es grato comunicarle que en la sesión del H. Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 19 de junio del presente, fue aprobado el Temario propuesto:

TEMARIO:

"Evaluación del D-limoneno como sustituto de sales cuaternarias de amonio en detergentes ecológicos para disminuir su impacto en el medio acuoso"

Introducción.

- I. Revisión de los antecedentes históricos y científicos en la elaboración, desarrollo y formulación de detergentes convencionales y alternativas ecológicas.
- II. El D-limoneno como compuesto predominante del aceite esencial extraído de la cáscara de naranja y su relevancia en distintos campos.
- III. Extracción y evaluación del D-limoneno contenido en el aceite esencial de naranja, su integración en detergentes ecológicos y análisis de su desempeño en el medio acuoso.

Conclusiones.

Referencias.

"MODOS ET CUNCTARUM RERUM MENSURAS AUDEBO"

ATENTAMENTE

DR. EMILIO JORGE GONZÁLEZ GALVÁN
DIRECTOR



www.uaslp.mx

Av. Manuel Nava 8
Zona Universitaria • CP 78290
San Luis Potosí, S.L.P.
tel (444) 826 2330 al39
fax (444) 826 2336

Ccp. Archivo
-bvlg

"1945-2025: 80 años formando profesionales de la Ingeniería en beneficio de la sociedad"



UASLP
Universidad Autónoma
de San Luis Potosí



FACULTAD DE
INGENIERÍA



CENTRO DE
**INVESTIGACIÓN
Y ESTUDIOS
DE POSGRADO**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ
FACULTAD DE INGENIERÍA
Área de Investigación y Estudios de Posgrado

DECLARACIÓN

El presente trabajo que lleva por título:

**EVALUACIÓN DEL D-LIMONENO COMO SUSTITUTO DE SALES CUATERNARIAS DE
AMONIO EN DETERGENTES ECOLÓGICOS PARA DISMINUIR SU IMPACTO EN EL MEDIO
ACUOSO.**

se realizó en el periodo septiembre de 2023 a septiembre de 2025 bajo la dirección del Dr. Luis Armando Bernal Jácome y Dra. Karla Ximena Vargas Berrones

Originalidad

Por este medio aseguro que he realizado el trabajo reportado, y la escritura de este documento de tesis para fines académicos sin ayuda indebida de terceros y sin utilizar otros medios más que los indicados.

Las referencias e información tomadas directa o indirectamente de otras fuentes se han definido en el texto como tales y se ha dado el debido crédito a las mismas.

El autor exime a la UASLP de las opiniones vertidas en este trabajo escrito y asume la responsabilidad total del mismo.

Este trabajo no ha sido sometido como tesis o trabajo terminal a ninguna otra institución nacional o internacional en forma parcial o total, exceptuando el caso cuando existe un convenio específico de doble titulación celebrado entre ambas instituciones.

Se autoriza a la UASLP para que divulgue este documento para fines académicos.

El autor del trabajo escrito, **Adrián Pérez Zúñiga**

Agradecimientos.

Mi más profundo agradecimiento a mis padres, **Juana María Zúñiga Martínez y Federico Pérez de León**, por su amor incondicional, sus consejos y el ejemplo de esfuerzo y dedicación que siempre me han brindado. Gracias a su apoyo constante y a la confianza depositada en mí, este logro académico ha sido posible.

Extiendo también mi gratitud a mi director de tesis, el **Dr. Luis Bernal Armando Jácome**, y a mi co-directora, la **Dra. Karla Ximena Vargas Berrones**, quienes con su guía, paciencia y conocimiento me orientaron en cada etapa de esta investigación. Sus enseñanzas no solo contribuyeron al desarrollo de este trabajo, sino también a mi formación personal y profesional.

De igual manera, agradezco profundamente a mis sinodales, el **Dr. Alfredo Ávila Galarza** y el **Dr. Rodolfo Cisneros Almazán**, por la disposición, el tiempo dedicado y las valiosas observaciones que enriquecieron de manera significativa este proyecto.

A mis amigos **José Fernando Hernández Piña** y **Josué Ricardo Romero Herrera**, les reconozco el apoyo brindado durante este año de trabajo, su compañerismo y las horas compartidas que hicieron más llevadero el camino hacia la culminación de este esfuerzo.

Finalmente, quiero dedicar un agradecimiento muy especial a **Luz María Mendoza Zapata**, por su respaldo en los momentos más difíciles. Su compañía, comprensión y aliento fueron un pilar fundamental que me dio fortaleza para continuar y concluir este proyecto.

Tabla de contenido

Lista de figuras.....	1
Lista de tablas.....	4
RESUMEN.....	7
INTRODUCCION	8
HIPOTESIS.....	10
OBJETIVOS	10
General	10
Específicos	10
CAPÍTULO 1: REVISIÓN DE LOS ANTECEDENTES HISTÓRICOS Y CIENTÍFICOS EN LA ELABORACIÓN, DESARROLLO Y FORMULACIÓN DE DETERGENTES CONVENCIONALES Y ALTERNATIVAS ECOLÓGICAS.....	11
1.1 Antecedentes históricos.....	11
1.2 Composición química de los detergentes.....	19
1.3 Problemas de contaminación que implican a los detergentes.	22
1.4 Formulación de detergentes sin fosfatos.	25
1.5 Efectos sobre el ambiente de la eliminación de fosfatos.....	29
1.6 Innovación en materias primas para detergentes y auge de los detergentes ecológicos con sales cuaternarias de amonio	32
1.6.1 Nuevas materias primas para la elaboración de detergentes.	33
1.6.2 Auge de los detergentes ecológicos en la actualidad	34
1.6.3 Incorporación de sales cuaternarias de amonio en detergentes ecológicos.....	36
CAPÍTULO 2: EL D-LIMONENO COMO COMPUESTO PREDOMINANTE DEL ACEITE ESENCIAL EXTRAÍDO DE LA CÁSCARA DE NARANJA Y SU RELEVANCIA EN DISTINTOS CAMPOS	37
2.1 Generalidades de la naranja como materia prima	37
2.1.1 Clasificación taxonómica y morfología	38
2.1.2 Importancia económica y aplicaciones industriales	39

2.1.3 Composición química de la cáscara de naranja.....	40
2.1.4 Cáscara de naranja como fuente de aceites esenciales.....	40
2.2 Relevancia del d-Limoneno como Compuesto Bioactivo Derivado de Cítricos.....	42
2.3 Interacción Química en Aceites Esenciales: El Rol Protagónico del d-Limoneno	48
2.4 Actividad antimicrobiana del D-limoneno frente a bacterias patógenas.....	52
2.4.1 Introducción a la actividad antimicrobiana del D-limoneno.....	52
2.4.1.1 Mecanismo de acción del D-limoneno.....	53
2.4.1.2 Aplicaciones prácticas del D-limoneno como antimicrobiano.....	53
2.4.2 Microorganismos susceptibles al D-limoneno	56
2.4.3 Mecanismo de acción del D-limoneno.....	59
2.4.4 Limitaciones y líneas futuras de investigación	60
CAPÍTULO 3: EXTRACCIÓN Y EVALUACIÓN DEL D-LIMONENO CONTENIDO EN EL ACEITE ESENCIAL, SU INTEGRACION EN DETERGENTES ECOLÓGICOS Y ANALISIS DE SU DESEMPEÑO EN EL MEDIO ACUOSO	62
3.1 Extracción del aceite esencial de cascará de naranja, para la obtención del d-limoneno.....	62
3.1.1 Aplicación de Alquilpoliglucósidos como Tensioactivos Verdes en la Optimización de la Extracción de Aceite Esencial de Cáscara de Naranja.....	69
3.2 Tipos de extracción realizados.....	72
3.2.1 Extracciones con cáscara seca.....	72
3.2.2 Extracciones con cáscara húmeda y evaluación por tiempo de reposo.....	73
3.3 Procedimiento experimental para las extracciones por infusión.....	74
3.3.1 Preparación y calentamiento de las muestras.....	75
3.3.2 Filtrado y aprovechamiento del residuo sólido	76
3.3.3 Tratamientos por reposo prolongado en refrigeración	76
3.3.4 Almacenamiento y conservación de los extractos.....	76
3.4 Análisis de la concentración de d-limoneno en las distintas extracciones.....	77
3.4.1 Principio de la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas.....	80
3.4.2 Cuantificación del D-limoneno	81
3.5..Evaluación de la actividad antimicrobiana del D-limoneno extraído de cáscara de naranja dulce.....	81
3.5.1 Procedimiento para la evaluación de la capacidad antimicrobiana del D-limoneno extraído de la cáscara de naranja dulce.....	82

3.6	Formulación de detergentes líquidos con extracto de cáscara de naranja y cloruro de benzalconio.	85
3.6.1	Procedimiento para la elaboración del detergente con D-limoneno y cloruro de benzalconio.	85
3.7	Evaluación de la actividad antimicrobiana de detergentes líquidos formulados con extracto de cáscara de naranja y cloruro de benzalconio.	90
3.7.1	Procedimiento para la evaluación de la actividad antimicrobiana de los detergentes líquidos formulados.	90
3.8	Prueba de degradabilidad en detergentes, determinación de la Demanda Química de Oxígeno.	93
3.8.1	Reactivos típicos contenidos en los tubos de DQO de rango medio de Hanna:.....	94
3.9	Pruebas fisicoquímicas.....	95
3.9.1	Determinación de la tensión superficial de las formulaciones detergentes.....	96
3.9.1.1	Preparación de muestras.....	96
3.9.1.2	Instrumentación y técnica empleada	97
3.9.1.3	Procedimiento experimental.....	97
3.9.1.4	Justificación del análisis.....	98
3.9.2	Estimación de la concentración micelar crítica (CMC)	98
3.9.2.1	Procedimiento para la obtención de la concentración micelar critica.	99
3.9.3	Determinación de la viscosidad cinemática mediante viscosímetro de Ostwald	99
3.9.3.1	Principio del método	100
3.9.3.2	Preparación de muestras.....	100
3.9.3.3	Procedimiento experimental.....	100
3.10	Pruebas de detergencia.....	101
3.10.1	Evaluación del poder espumante.....	102
3.10.1.1	Procedimiento experimental	103
3.10.2	Tasa de limpieza mediante análisis colorimétrico	104
3.10.2.1	Procedimiento experimental	107
3.11	Resultados experimentales y análisis comparativo.	108
3.11.1	Cuantificación del D-limoneno contenido en cáscara de naranja mediante cromatografía de gases acoplada a masas.	109
3.11.2	Evaluación microbiológica del aceite esencial extraído de cáscara de naranja.	113
3.11.2.1	Resultados de los análisis microbiológicos por vertido del extracto del aceite	

escencial.	114
3.11.2.2 Resultados de los análisis microbiológicos con antibiogramas.	116
3.11.3 Diseño y caracterización visual de los detergentes formulados.	118
3.11.4 Análisis microbiológico de las formulaciones detergentes.	119
3.11.4.1 Resultados para Staphylococcus aureus.	122
3.11.4.2 Resultados para Escherichia coli	123
3.11.4.3 Resultados para Salmonella spp.	123
3.11.5 Evaluación del impacto ambiental mediante demanda química de oxígeno.	124
3.11.6 Análisis de viscosidad cinemática de los detergentes.	127
3.11.7 Evaluación del poder espumante de las formulaciones detergentes.	133
3.11.8 Evaluación de la tensión superficial y concentración micelar crítica.	135
3.11.8.1 Resultados de la tensión superficial para los distintos detergentes.	135
3.11.8.2 Resultados para la evaluación de la concentración micelar crítica a partir de la tensión superficial.	138
3.11.9 Análisis de la tasa de limpieza mediante reflectancia colorimétrica.	141
Conclusiones.	148
Anexos	148
Referencias.	158

Lista de figuras

Figura 1-1. Fotografía del Papiro de Ebers, ilustración esquemática de su contenido.	13
Figura 1-2. Representación artística de la civilización babilónica, escena cotidiana de limpieza.	14
Figura 1-3. Representación de jabones utilizados en la antigüedad.	16
Figura 1-4. Estructura del dododecibencenosulfonato de sodio.	20
Figura 1-5. Estructura del tripolifosfato de sodio.	21
Figura 1-6. Surfactantes que contienen cadenas de carbono ramificadas y no ramificadas (1 surfactante que se biodegrada con lentitud, 2 Surfactante que se biodegrada con rapidez).....	23
Figura 1-7. Reacción de hidrolisis del ion fosfato para producir ortofosfatos.....	24
Figura 1-8. Estructura del ácido nitrilotriacético.....	27
Figura 1-9. Factores que afectan a los equilibrios del fósforo.	31
Figura 1-10. Sello Green Seal que se obtiene mediante certificaciones ambientales.	35
Figura 1-11. Exposición a las sales cuaternarias de amonio en detergentes ecológicos.....	37
Figura 2-1. Principales países productores de naranja dulce a nivel mundial	38
Figura 2-2. Esquema anatómico del fruto de naranja.	39
Figura 2-3. Representación de la extracción del aceite esencial de la naranja.	41
Figura 2-4. Modelo de economía circular para el aprovechamiento integral de la naranja.	41
Figura 2-5. Estructura molecular del D-limoneno ($C_{10}H_{16}$)	46
Figura 2-6. Aplicación del D-limoneno en productos de limpieza doméstica.....	47
Figura 2-7. Ejemplo de destilación por arrastre de vapor.....	50
Figura 2-8. Glándulas secretoras en el flavedo de naranja.	51
Figura 2-9. Ejemplo de recubrimiento comestible y cómo funciona.....	54
Figura 2-10. Formulación farmacéutica oral de D-limoneno.	55
Figura 2-11. Representación del uso de aceites esenciales como pesticidas.	56
Figura 2-12. Representación de como el D-limoneno se inserta en la membrana bacteriana, causando permeabilización y muerte celular.	57
Figura 2-13. Reducción de dosis de D-limoneno en conjunto con antimicrobianos naturales.....	61
Figura 3-1. Establecimiento dedicado a la venta de jugos naturales en donde se consiguió la cáscara de naranja.	62
Figura 3-2. Residuos de cáscara de naranja utilizados.	63
Figura 3-3. Tratamiento de la cáscara de naranja.	63
Figura 3-4. Morfología de la naranja	64
Figura 3-5. Corte de cáscara de naranja en pedazos pequeños	67
Figura 3-6. Resguardo de la cáscara de naranja después del lavado.....	68

Figura 3-7. Pesado de la cáscara de naranja necesaria.....	69
Figura 3-8. Estructura de los alquilpoliglucósidos	70
Figura 3-9 Cáscara seca y puesta en infusión.	73
Figura 3-10. Cáscara húmeda y sistema de infusión, alquilpoliglucósido.....	74
Figura 3-11. Preparación de la muestra añadiendo hexano y extracto.....	78
Figura 3-12. Separación de fases con ayuda de una centrifuga	78
Figura 3-13. Resguardo de las muestras en viales para CG-M.....	79
Figura 3-14. Equipo de cromatografía acoplada a masas.	79
Figura 3-15. Cepas aisladas de <i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> y <i>Salmonella</i> spp	82
Figura 3-16. Agares MacConkey, Rojo Bilis Violeta, Manitol Sal	83
Figura 3-17. Trabajo de análisis microbiológicos.....	85
Figura 3-18. Alquilpoliglucósido.....	86
Figura 3-19. Xilen sulfonato de sodio.	86
Figura 3-20. Citrato de sodio	87
Figura 3-21. Extracto de cáscara de naranja	87
Figura 3-22. Cloruro de benzalconio al 2.5%	87
Figura 3-23. Preparación de los detergentes.	88
Figura 3-24. Cepas aisladas de <i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> y <i>Salmonella</i> spp	90
Figura 3-25. Agares MacConkey, Rojo Bilis Violeta, Manitol Sal	91
Figura 3-26. Trabajo de análisis microbiológicos.....	93
Figura 3-27. Procedimiento experimental del análisis de DQO para las muestras de los detergentes elaborados.	95
Figura 3-28. Procedimiento experimental del análisis de tensión superficial para las muestras de los detergentes elaborados.....	98
Figura 3-29. Procedimiento experimental del análisis de viscosidad para las muestras de los detergentes elaborados.....	101
Figura 3-30. Procedimiento experimental del análisis de poder espumante para las muestras de los detergentes elaborados.....	104
Figura 3-31. Colorímetro portátil Goyojo-FRU modelo WR10QC.....	105
Figura 3-32. Procedimiento experimental del análisis de taza de limpieza para las muestras de los detergentes elaborados.....	108
Figura 3-33. Concentración de D-limoneno por muestra y cumplimiento del rango teórico.	111
Figura 3-34. Cromatogramas donde se observa el pico prominente del D-limoneno.....	113
Figura 3-35. Laboratorio de Biotecnología de la Facultad de Ciencias Químicas, con nivel de bioseguridad tipo 2.	114

Figura 3-36. Cultivos de 1 <i>Staphylococcus aureus</i> , 2 <i>Escherichia coli</i> , 3 <i>Salmonella</i> spp después de la adición de extracto de cáscara de naranja e incubación.....	115
Figura 3-37. Cultivos de 1 <i>Staphylococcus aureus</i> , 2 <i>Escherichia coli</i> , 3 <i>Salmonella</i> spp después de la incubación.....	117
Figura 3-38. Detergentes preparados con extracto a distintas concentraciones y uno con cloruro de benzalconio.....	119
Figura 3-39. Cultivos de 1 <i>Staphylococcus aureus</i> , 2 <i>Escherichia coli</i> , 3 <i>Salmonella</i> spp después de la incubación con antibiogramas impregnados de los detergentes al 5%, 10% y 20% de extracto.....	120
Figura 3-40. Cultivos de 1 <i>Staphylococcus aureus</i> , 2 <i>Escherichia coli</i> , 3 <i>Salmonella</i> spp después de la incubación con antibiogramas impregnados del detergente con cloruro de benzalconio y detergente sin cloruro de benzalconio ni extracto.....	121
Figura 3-41. Distribución de DQO por tipo de detergente .	125
Figura 3-42. Gráfico de las concentraciones micelares críticas.....	140
Figura 3-43. Telas con las manchas de salsa de soya, café, maquillaje y salsa valentina antes del lavado.....	146
Figura 3-44. Telas con las manchas de salsa de soya, café, maquillaje y salsa valentina inmediatamente después del lavado con los detergentes de (1) BAC, (2) 5%, (3) 10% y (4) 20%....	147
Figura 3-45. Telas con las manchas de salsa de soya, café, maquillaje y salsa valentina secas después del lavado con los detergentes de (1) BAC, (2) 5%, (3) 10% y (4) 20%.....	147

Lista de tablas

Tabla 1-1. Usos históricos del jabón y sus ingredientes por civilización. Fuente: Spitz, L. (2010). Soap Manufacturing Technology. Elsevier.	11
Tabla 1-2. Usos históricos del jabón y sus ingredientes por civilización. Fuente: Spitz, L. (2010). Soap Manufacturing Technology. Elsevier.	12
Tabla 1-3.Comparación del uso y elaboración del jabón en distintas culturas antiguas. Fuente: Adaptado de Bardinnet (1995) y Schafer (1956).....	15
Tabla 1-4. Tabla comparativa de prácticas de higiene y tecnologías de lavado por época. Fuente: Elaboración propia con base en Spitz (2010).	17
Tabla 1-5.Tabla cronológica comparativa de los métodos de lavado antes y después de la introducción de detergentes sintéticos. Fuente: Elaboración propia con base en Kharkwal, H et al. (2015).	17
Tabla 1-6. Comparación de surfactantes sintéticos por su origen. Fuente Niir Board. 2013 The complete technology book on detergents.....	18
Tabla 1-7. Estimaciones globales de fosforo en cuerpos de agua . Fuente: tomado de US EPA	24
Tabla 1-8. Comparación de tensioactivos convencionales y de origen vegetal en formulaciones de detergentes. Fuente: Adaptado de Zhou et al. (2020) y Kümmerer et al. (2021).....	33
Tabla 1-9. Agentes estructurantes sostenibles en detergentes ecológicos. Fuente: Elaboración propia con base en datos de la literatura científica (Smith & Johnson, 2020; Martínez et al., 2021).	34
Tabla 2-1. Clasificación taxonómica de Citrus sinensis Fuente: Swingle & Reece (1967); Kumar et al. (2021).....	39
Tabla 2-2. Composición típica de la cáscara de naranja dulce. Fuente: Adaptado de Li et al. (2022)	40
Tabla 2-3. Porcentaje de d-limoneno contenido en el aceite esencial de distintos frutos cítricos. Fuente: Dugo, G., & Di Giacomo, A. (2002).	42
Tabla 2-4. Principales productores de naranja en América 2023. Fuente: FAO. (2022). Producción mundial de naranjas	43
Tabla 2-5. Problemas asociados con la descomposición de residuos de naranja. Fuente: Adaptado de Bustamante, M. A., et al. (2008). Zema, D. A., et al. (2018). Moral, R., et al. (2009).....	44
Tabla 2-6. Aplicaciones industriales del aceite esencial de naranja. Fuente: Adaptada de Fisher, K., & Phillips, C. A. (2008).	46
Tabla 2-7. Principales grupos funcionales presentes en el aceite esencial de cáscara de naranja. Fuente: Adaptado de Bakkali, et al. (2008).	49
Tabla 2-8. Actividad antimicrobiana del D-limoneno frente a bacterias patógenas. Fuente: Adaptado de: Fisher & Phillips (2006), Espina et al. (2011).	52

Tabla 2-9. Mecanismos antimicrobianos propuestos del D-limoneno. Fuente: Adaptado de: Fisher & Phillips (2006), Espina et al. (2011).	53
Tabla 2-10. Microorganismos evaluados y su sensibilidad al D-limoneno. Fuente: Adaptado de Fisher & Phillips (2006), Espina et al. (2011), Burt (2004).	57
Tabla 2-11. Factores que afectan la eficacia antimicrobiana del D-limoneno. Fuente: Adaptado de Burt (2004); Fisher & Phillips (2006); Espina et al. (2011); Nazzaro et al. (2013); Bilia et al. (2014).	58
Tabla 3-1. Proporción de las partes anatómicas de la naranja. Fuente: Adaptado de FAO (2017).	65
Tabla 3-2. Ejemplos de alquilpoliglucósidos (APG), sus nombres y fuentes de obtención. Fuente: Adaptado de BASF Care Creations (2021).	70
Tabla 3-3. Parámetros del espacio de color CIELab y su significado Fuente: McGuire, R. G. (1992)	106
Tabla 3-4. Resultados obtenidos de CG-MS para las muestras de cáscara de naranja húmeda	110
Tabla 3-5. Comparación de los resultados con el rango teórico de extracción.....	111
Tabla 3-6. Rangos de inhibición para las cepas utilizadas. Fuente: CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute), EUCAST (European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing).....	117
Tabla 3-7. Inhibición en mm para los distintos detergentes en las diferentes cepas empleadas.....	121
Tabla 3-8. Rangos de inhibición para las cepas utilizadas. Fuente: CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute), EUCAST (European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing).....	122
Tabla 3-9. Resultaos obtenidos de DQO en mg/L para los distintos detergentes.	124
Tabla 3-10. Clasificación de cuerpos receptores y sus límites de DQO en mg/L. Fuente: NOM-001-SEMARNAT-2021	126
Tabla 3-11. Comparación de resultados de DQO con la NOM-001-SEMARNAT-2021	126
Tabla 3-12. Tabla de tiempos para los líquidos en estudio.	128
Tabla 3-13. Densidad para los distintos líquidos utilizados en la experimentación.	129
Tabla 3-14. Valor de viscosidad para el agua a la temperatura trabajada.	129
Tabla 3-15. Valores de viscosidad obtenidos en el experimento para los detergentes formulados. ...	130
Tabla 3-16. Rangos de viscosidad para distintos jabones líquidos. Fuente: AllPartitions. (2023), Yaser Chemicals. (2023).	131
Tabla 3-17. Datos experimentales de espuma para cada detergente.	133
Tabla 3-18. Datos teóricos de espuma en detergentes líquidos.	133
Tabla 3-19. Promedios de tensión superficial de los distintos detergentes en (mN/m)	136
Tabla 3-20. Datos teóricos de tensión superficial para detergentes líquidos. Fuente: Rosen, M. J., & Kunjappu, J. T. (2012).....	137
Tabla 3-21. Promedios obtenidos de tensión superficial de los distintos detergentes.	139

Tabla 3-22. Valores promedios obtenidos de tensión superficial de los distintos detergentes corregidos.	140
Tabla 3-23. Parámetros del espacio de color CIELab y su significado Fuente: McGuire, R. G. (1992)	142
Tabla 3-24. Interpretación de la diferencia de color (ΔE) en la limpieza de ropa. Fuente: Wyszecki, G., & Stiles, W. S. (2000).....	142
Tabla 3-25. Resultados del lavado con detergente de cloruro de benzalconio y su interpretación.....	143
Tabla 3-26. Resultados del lavado con detergente con 5% de extracto y su interpretación.	144
Tabla 3-27. Resultados del lavado con detergente con 10% de extracto y su interpretación.	144
Tabla 3-28. Resultados del lavado con detergente con 20% de extracto y su interpretación	145

RESUMEN

Los detergentes ecológicos son productos elaborados a partir de materias primas con niveles de toxicidad, ecotoxicidad y biodegradabilidad reducidos en su mayoría están compuestos por sales cuaternarias de amonio de todas las generaciones disponibles, son uno de los ingredientes activos más comunes entre los desinfectantes utilizados por su alta disponibilidad y versatilidad. Tienen diversos usos como agentes desinfectantes, antimicrobianos y limpiadores de superficies. Debido a sus propiedades antimicrobianas de amplio espectro contra bacterias, hongos y virus, los compuestos cuaternarios de amonio se han utilizado en el hogar, en la industria alimenticia, agrícola y clínica para controlar la propagación de patógenos de transmisión ambiental. Se ha investigado sobre el impacto de la contaminación química que tienen en el agua y se indica que es peligroso el uso de estas sustancias en grandes volúmenes al aire libre dado que “inevitablemente son arrastradas por el agua ingresando a fuentes de agua superficial, canales de regadíos o humedales. Dado que aplicaciones en grandes volúmenes de estos componentes terminarán por causar efectos negativos en el medio ambiente, pudiendo afectar incluso el tratamiento de aguas servidas y generando resistencia bacteriana. Un análisis dio como resultado que el cloruro de benzalconio que es una sal de amonio cuaternaria se produjo a nivel mundial en aguas residuales municipales, aguas superficiales, aguas subterráneas, aguas recuperadas, lodos, sedimentos, suelos, escorrentías de techos y muestras de polvo residencial en 13 países. Los niveles residuales máximos de 30 mg/L y 421 µg/g se informaron en agua y sólidos. También como un dato extra se han encontrado residuos de sales cuaternarias de amonio en concentraciones en cuerpos de agua y en sedimentos de hasta de 6 653 ng y 294 000 ng. Se ha prestado especial atención a las propiedades de los desinfectantes, así como a los efectos inductivos de las sales de amonio residuales en el medio ambiente en términos de resistencia y desequilibrio de los microorganismos. De igual manera se han encontrado sales cuaternarias de amonio en ríos y cuerpos de agua en China, Polonia, Japón en entre otros esto sedimentos con valores de 16,5 – 2010 ng/g en suelos esto con el riego de aguas residuales que contienen QAC, en muestras biológicas, en trabajadores del campo expuestos a estos compuestos, como en sangre y orina, en plantas de tratamiento de aguas residuales con estudios de biocidas y antibióticos, finalmente en leche materna lo que significa la primera detección de

compuestos de amonio cuaternario en esta fuente lo que implica la exposición a ellos en las primeras etapas de la vida. Las principales razones por las cuales es importante dejar de utilizar compuestos cuaternarios de amonio, son los siguientes, toxicidad aguda: son tóxicas para los organismos acuáticos y terrestres en concentraciones elevadas afectando ecosistemas acuáticos y terrestres, toxicidad reproductiva: se ha demostrado en estudios con roedores que ciertas sales de amonio cuaternario pueden tener efectos tóxicos en la reproducción, disfunción mitocondrial: estos compuestos pueden causar disfunción mitocondrial en células epiteliales de mamíferos, lo que puede afectar la salud celular y el metabolismo, si bien estas sales han demostrado ser eficaces en la eliminación de microorganismos nocivos en entornos domésticos y comerciales, la investigación científica ha revelado preocupaciones significativas sobre su impacto ambiental y la contaminación química resultante debido a que aún está clasificado como un contaminante emergente lo que nos dice que no se encuentra regulado su uso ni los desechos de este compuesto que los cuerpos de agua en general pueden recibir. A nivel mundial la naranja es el fruto de más cultivo y consumo de la producción, consecuencia de esta situación, la generación de cáscara de la naranja como residuo ocupa un porcentaje importante en la producción de residuos orgánicos, en relación al volumen de producción. Es por esto que se busca el reemplazar el D-limoneno por las sales cuaternarias de amonio dado que el D-limoneno fue sugerido como un compuesto prometedor para la investigación anti-SARS-CoV-2, ya que la molécula no proporciona fragmentos mutagénicos ni citotóxicos, y no tiene potencial irritante cuando se diluye.

INTRODUCCION

Las sales cuaternarias de amonio en sus distintas generaciones Son uno de los ingredientes activos más comunes entre los desinfectantes utilizados por su alta disponibilidad y versatilidad. Tienen diversos usos como agentes desinfectantes, antimicrobianos y limpiadores de superficies. Debido a sus propiedades antimicrobianas de amplio espectro contra bacterias, hongos y virus, los compuestos cuaternarios de amonio se han utilizado en el hogar, en la industria alimenticia, agrícola y clínica para controlar la propagación de patógenos de transmisión ambiental (Hora, Pati, McNamara y Arnold, 2020). Se ha investigado sobre el impacto de la contaminación química que

tienen en el agua y se indica que es peligroso el uso de estas sustancias en grandes volúmenes al aire libre dado que “inevitablemente son arrastradas por el agua ingresando a fuentes de agua superficial, canales de regadíos o humedales (Navarrete-Rodríguez. 2020). Dado que aplicaciones en grandes volúmenes de estos componentes terminarán por causar efectos negativos en el medio ambiente, pudiendo afectar incluso el tratamiento de aguas servidas y generando resistencia bacteriana (Navarrete-Rodríguez. 2020). Un análisis dio como resultado que el cloruro de benzalconio que es una sal de amonio cuaternaria se produjo a nivel mundial en aguas residuales municipales, aguas superficiales, aguas subterráneas, aguas recuperadas, lodos, sedimentos, suelos, escurrimientos de techos y muestras de polvo residencial en 13 países. Los niveles residuales máximos de 30 mg/L y 421 µg/g se informaron en agua y sólidos (Liao, M., Wei, S., Zhao, J., Wang, J., & Fan, G. 2023). También como un dato extra se han encontrado residuos de sales cuaternarias de amonio en concentraciones en cuerpos de agua y en sedimentos de hasta de 6 653 ng y 294 000 ng (Wieck et al. 2018.) Se ha prestado especial atención a las propiedades de los desinfectantes, así como a los efectos inductivos de las sales de amonio residuales en el medio ambiente en términos de resistencia y desequilibrio de los microorganismos. Es por esto que se busca el reemplazar el D-limoneno por las sales cuaternarias de amonio dado que el D-limoneno fue sugerido como un compuesto prometedor para la investigación anti-SARS-CoV-2, ya que la molécula no proporciona fragmentos mutagénicos ni citotóxicos, y no tiene potencial irritante cuando se diluye, además de tener características farmacocinéticas favorables, mediante análisis químicos y no contribuir a la contaminación de los ecosistemas (Yang, K., Chen, M., & Zhu, D. 2023)

A nivel mundial la naranja es el fruto de más cultivo y consumo de la producción de cítricos con alrededor del 58%, respecto a la producción nacional 9%, se destina más del 75% para consumo en fresco, de esta forma participan 22 estados donde Veracruz es el principal productor, aportando el 51% anual. Consecuencia de esta situación, la generación de cáscara de la naranja ocupa un porcentaje importante en la producción de residuos orgánicos, en relación al volumen de producción y consumo nacional, aunque el gobierno ha implantado programas para el control y reutilización de los residuos orgánicos (M.C. Fernández. 2003). La falta de cultura propicia que estos lleguen a los

tiraderos de basura generando focos de infección. La citricultura potosina en la actualidad comprende cerca de 45 mil hectáreas establecidas, superficie que coloca al estado en el sexto lugar nacional. El 90% de esta superficie se localiza en la región Huasteca, donde se obtiene un rendimiento medio de 8 t/ha y alrededor de 320 mil toneladas de naranja por año (SAGARPA, 2024), es por esto una razón por la cual se utilizará la cascara de naranja para obtener el D-limoneno ya que es un recurso de fácil acceso.

La elección de reemplazar el D-limoneno por las sales cuaternarias de amonio en la elaboración de productos de limpieza, como desinfectantes, toallitas y aerosoles, se basa en la necesidad de mitigar los impactos ambientales negativos asociados con el uso de las sales cuaternarias de amonio. Si bien estas sales han demostrado ser eficaces en la eliminación de microorganismos nocivos en entornos domésticos y comerciales, la investigación científica ha revelado preocupaciones significativas sobre su impacto ambiental y la contaminación química resultante (Yang, K., Chen, M., & Zhu, D. 2023).

HIPOTESIS

El D-limoneno sustituye efectivamente a las sales cuaternarias de amonio en la elaboración de detergentes ecológicos con acción sanitizante y representa un riesgo toxicológico y ecotoxicológico menor de contaminación en el agua en comparación con los compuestos cuaternarios de amonio

OBJETIVOS

General

Evaluar la viabilidad de la sustitución de las sales cuaternarias de amonio por D-limoneno en detergentes ecológicos mediante métodos fisicoquímicos y microbiológicos para minimizar su impacto toxicológico y ecotoxicológico.

Específicos

- Desarrollar un método de extracción para la obtención del aceite esencial de la cáscara de naranja húmeda.

- Examinar el aceite esencial de naranja para determinar el porcentaje extraído de D-limoneno
- Analizar la eficacia del extracto obtenido que contiene D-limoneno para eliminar o reducir cepas bacterianas, mediante pruebas microbiológicas.
- Elaborar un detergente ecológico con el extracto obtenido y demostrar mediante análisis químicos y microbiológicos que el D-limoneno en conjunto con los demás compuestos del detergente no genere o disminuya los riesgos toxicológicos y ecotoxicológicos.

CAPITULO 1: REVISIÓN DE LOS ANTECEDENTES HISTÓRICOS Y CIENTÍFICOS EN LA ELABORACIÓN, DESARROLLO Y FORMULACIÓN DE DETERGENTES CONVENCIONALES Y ALTERNATIVAS ECOLÓGICAS.

1.1 Antecedentes históricos.

Los detergentes han adquirido un rol fundamental en la vida cotidiana moderna, siendo un producto indispensable no solo por su capacidad de limpieza, sino también por las propiedades sensoriales que ofrece. Su fragancia, suavidad al tacto y la formación de espuma son características que lo han convertido en un elemento esencial, tal como lo ha sido desde tiempos antiguos como se observa en la **tabla 1-1**.

Tabla 1-1. Usos históricos del jabón y sus ingredientes por civilización. **Fuente:** Spitz, L. (2010). Soap Manufacturing Technology. Elsevier.

Fecha	Evento clave
2500 a.C.	Sumerios usan mezclas de álcali y aceite
1500 a.C.	Egipcios documentan el uso cosmético del jabón
Siglo I d.C.	Romanos popularizan el uso del jabón
Edad Media	Surge la producción artesanal en Europa
Siglo XIX	Se desarrolla el jabón industrial
1930–1950	Aparecen los detergentes sintéticos
Actualidad	Uso de tensioactivos ecológicos y biotecnología

A lo largo de la historia, diferentes culturas han aprovechado estos atributos en diversas aplicaciones, desde la higiene personal hasta el lavado de textiles como se observa en la **tabla 1-2**.

Tabla 1-2. Usos históricos del jabón y sus ingredientes por civilización. **Fuente:** Spitz, L. (2010). Soap Manufacturing Technology. Elsevier.

Civilización	Periodo aproximado	Uso principal	Ingredientes conocidos
Sumeria	2500 a.C.	Lavado de lana	Agua, álcali, aceite de acacia
Egipto	1500 a.C.	Higiene personal, lavado	Ceniza, carbonato sódico, aceites
Roma	Siglo I d.C.	Higiene, cosmética	Sebo animal, ceniza, agua
Edad Media	Siglo IX – XV	Jabones artesanales	Grasa animal, lejía, esencias vegetales
Siglo XX	1900–1950	Detergente sintético	Surfactantes, fosfatos, fragancias

Si bien no es posible determinar con exactitud el momento en que el jabón fue fabricado por primera vez, existen registros históricos que permiten trazar su uso al menos hasta el año 2500 a.C. En la antigua civilización de Sumeria, una tablilla de arcilla con escritura cuneiforme documenta la utilización de una mezcla para lavar lana, compuesta por agua, un álcali y aceite de acacia (Spitz, L. 2010)

Este hallazgo sugiere que los sumerios ya conocían y empleaban una fórmula rudimentaria de detergente, aprovechando las propiedades de los componentes naturales disponibles en su entorno. El estudio de la evolución del detergente a través del tiempo no solo revela su importancia en las prácticas cotidianas de distintas civilizaciones, sino que también permite comprender el desarrollo de la química aplicada a la higiene y la limpieza (Wilcox, M. 2000).

El Papiro de Ebers que se observa en la **Figura 1-1**, es uno de los documentos médicos más antiguos y extensos de la historia, fechado aproximadamente en el año 1500 a.C., constituye una fuente invaluable para el estudio de la medicina en el Antiguo Egipto. Este manuscrito, escrito en caracteres hieráticos sobre un rollo de papiro de más de 20 metros de longitud, abarca una amplia variedad de tratamientos y prácticas curativas utilizadas por los egipcios. Entre los numerosos remedios descritos, se encuentra evidencia concreta

del uso de jabón con fines medicinales, lo cual revela un notable conocimiento empírico sobre la limpieza y el tratamiento de enfermedades cutáneas. En particular, se documenta su uso como ungüento para tratar infecciones de la piel, sugiriendo que los antiguos egipcios no solo comprendían la importancia de la higiene para la salud, sino que también eran capaces de elaborar preparados a partir de ingredientes como grasas animales y vegetales mezcladas con compuestos alcalinos, posiblemente obtenidos de cenizas o minerales naturales (Wilcox, M. 2000).

Este uso temprano del jabón demuestra que, incluso en épocas tan remotas, ya existía una relación estrecha entre los conceptos de higiene y medicina. Además, pone de manifiesto un conocimiento técnico sofisticado respecto a la preparación de sustancias con propiedades limpiadoras, lo cual representa un antecedente directo del desarrollo posterior de productos de aseo y antisépticos en otras culturas antiguas.

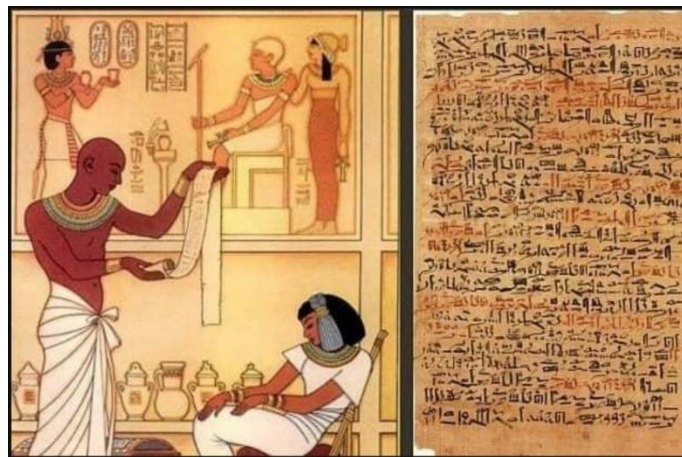


Figura 1-1. Fotografía del Papiro de Ebers, ilustración esquemática de su contenido.

Este documento no solo destaca la importancia del jabón en la medicina egipcia, sino que también permite vislumbrar los avances técnicos en su producción. Los egipcios lograron perfeccionar el proceso de fabricación del jabón mediante la combinación de grasa animal, aceites vegetales, sales alcalinas y cenizas, logrando así una sustancia espumosa que también encontraba aplicación en la higiene personal. Más adelante, durante el reinado de Nabónido (556-539 a.C.) en Babilonia, el proceso de fabricación de jabón había evolucionado, empleándose ingredientes como el aceite de sésamo,

cenizas y ciprés. No obstante, en esta civilización, el uso del jabón no se centraba en el cuidado personal o medicinal, sino en el lavado de superficies, un uso más pragmático y orientado a la limpieza material como se puede observar en la representación de la **Figura 1-2** (Levey, 1958).



Figura 1-2. Representación artística de la civilización babilónica, escena cotidiana de limpieza.

Por su parte, para los hebreos, el acto de bañarse tenía un significado profundo que iba más allá de la higiene física. El baño simbolizaba también la purificación espiritual. Esto se refleja en textos bíblicos como el libro de Jeremías (627 a.C.), donde se menciona la palabra hebrea *bôrîth*, que se traduce como "vegetal alcalino". Este término probablemente hacía referencia a una mezcla de plantas nativas quemadas para obtener una sustancia jabonosa, que cumplía tanto con la función de limpiar como de purificar (Spitz, 2010).

Este desarrollo histórico en diversas culturas evidencia cómo el jabón fue adquiriendo significados y aplicaciones que trascendieron lo meramente higiénico. Desde un ungüento medicinal en el antiguo Egipto hasta una sustancia purificadora en el contexto hebreo, la evolución del jabón refleja la intersección entre tecnología, cultura y espiritualidad a lo largo de la historia. Los habitantes de la antigua China desarrollaron métodos para producir jabón a partir de ingredientes de origen vegetal, lo que reflejaba una

comprensión temprana de los procesos de limpieza e higiene personal. Este proceso se conocía en esa época como "lavado de legumbres", lo que sugiere una práctica común y arraigada de emplear sustancias naturales en el cuidado personal (Schafer, 1956). Con el tiempo, los chinos perfeccionaron su fórmula al agregar hierbas, lo que otorgó al jabón propiedades adicionales, ampliando su uso más allá de la limpieza diaria para incluir aplicaciones cosméticas.

Estas hierbas, probablemente seleccionadas por sus características aromáticas y medicinales, le daban al jabón un valor añadido en términos de estética y cuidado personal. Simultáneamente, la fórmula del jabón desarrollada en el antiguo Egipto también influyó en otras civilizaciones. Los griegos y los romanos adoptaron la técnica de hervir grasas y aceites con álcalis obtenidos de ceniza y cal para producir jabón, aunque su uso no se extendía al baño personal en un principio (Spitz, 2004). Para ellos, el baño era principalmente una actividad social y relacionada con la salud, siendo las termas públicas espacios donde la interacción social y el bienestar físico se entrelazaban. En lugar de jabón, los romanos preferían utilizar aceite de oliva para limpiar su cuerpo, aplicándolo sobre la piel y luego rascándolo con una lámina, un instrumento de metal, eliminando así el sudor y la suciedad acumulada (Ashenburg, 2007). No obstante, fue alrededor del siglo II d.C. cuando el uso del jabón para el baño personal empezó a ganar aceptación en el mundo romano.

Este cambio en las prácticas de higiene personal estuvo directamente influenciado por la expansión territorial del Imperio Romano y el contacto con otras culturas, lo que impulsó la adopción de nuevas costumbres, entre ellas el uso y la fabricación de jabón en un contexto más íntimo y cotidiano (Spitz, 2004). Se puede observar en resumen en la **tabla 1-3** sobre las culturas y el uso principal de los detergentes o jabones.

Tabla 1-3. Comparación del uso y elaboración del jabón en distintas culturas antiguas. **Fuente:** Adaptado de Bardinnet (1995) y Schafer (1956).

Cultura	Período aproximado	Ingredientes principales	Uso principal
Egipto	1500 a.C.	Grasa animal, aceites, cenizas	Médico y de higiene personal
Babilonia	556-539 a.C.	Aceite de sésamo, cenizas	Limpieza de superficies
Hebreos	627 a.C.	Plantas alcalinas quemadas	Purificación espiritual

China	Antigüedad	Ingredientes vegetales	Higiene personal
--------------	------------	------------------------	------------------

La colonización no solo facilitó el intercambio de productos y tecnologías, sino que también promovió la circulación de ideas sobre la higiene, transformando el jabón en un elemento esencial para el cuidado personal en las sociedades que conformaban el imperio un ejemplo de estos se observa en la **figura 1-3**. A medida que los colonizadores europeos se asentaban en distintos territorios, introdujeron prácticas de higiene que respondían tanto a sus propias costumbres como a las necesidades sanitarias de los nuevos entornos. Estas ideas, junto con los productos asociados como el jabón, se difundieron rápidamente entre las poblaciones locales, generando una transformación en los hábitos cotidianos relacionados con la limpieza personal y del hogar.

Además, el jabón adquirió un valor simbólico como indicador de civilización, modernidad y salud, promovido a menudo a través de campañas educativas o religiosas. Este fenómeno reflejó no solo la influencia cultural de las potencias coloniales, sino también el surgimiento de una industria emergente que vio en el jabón un producto clave para el comercio global y la gestión de la salud pública en contextos urbanos y rurales (McClintock, 1995).



Figura 1-3. Representación de jabones utilizados en la antigüedad.

Este proceso histórico pone de manifiesto cómo las prácticas de higiene y los productos utilizados para tal fin han sido modelados por la interacción cultural, el contexto social y

las necesidades de salud, mostrando una evolución que conecta la tecnología química con las dinámicas sociales y culturales de la antigüedad.

Tabla 1-4. Tabla comparativa de prácticas de higiene y tecnologías de lavado por época.

Fuente: Elaboración propia con base en Spitz (2010).

Época	Tecnología de lavado	Productos utilizados	Contexto social/cultural
Antigüedad	Lavado manual, baños públicos	Jabón rudimentario, ceniza, aceites	Ritual e higiene colectiva
Edad Media	Jabón artesanal, lejía	Grasas animales, plantas saponificantes	Higiene limitada, contexto rural
Época colonial	Lavado con jabón importado	Jabón en barra, soda, agua caliente	Influencia europea
Siglo XX (años 50)	Hervido, lavado manual	Jabón, soda cáustica, lejía	Trabajo doméstico femenino
Actualidad	Lavadoras automáticas	Detergentes sintéticos, enzimas, APG	Tecnología y sostenibilidad

Hace más de 70 años, el lavado de ropa era una tarea considerablemente más laboriosa y prolongada que en la actualidad. El proceso implicaba hervir las prendas, mayoritariamente de algodón, en grandes ollas con agua caliente, frecuentemente mezclada con jabón en barra y soda cáustica. Este método no solo eliminaba la suciedad, sino que también desinfectaba las prendas, lo cual era crucial en una época con condiciones de higiene más rudimentarias.

La agitación manual y el hervor prolongado aseguraban una limpieza profunda y contribuían al blanqueamiento de las telas, especialmente en el caso de la ropa blanca. Este proceso era físicamente demandante y podía tomar varias horas, reflejando cómo las tareas domésticas requerían un esfuerzo considerable y dedicación diaria, principalmente por parte de las mujeres, quienes desempeñaban un papel central en las labores del hogar. Con el avance de la industrialización y la producción masiva durante el siglo XX, comenzaron a desarrollarse productos más eficaces para el lavado doméstico.

Tabla 1-5. Cronológica comparativa de los métodos de lavado antes y después de la introducción de detergentes sintéticos. **Fuente:** Elaboración propia con base en Kharkwal, H et al. (2015).

Periodo	Método de lavado	Agentes limpiadores	Tiempo estimado	Observaciones
---------	------------------	---------------------	-----------------	---------------

utilizados				
Antes de 1940	Hervor y fricción manual	Jabón en barra, soda cáustica	3–5 horas	Labor física intensiva
1940–1960	Introducción de detergentes sintéticos	Surfactantes (Dreft, Tide)	1–2 horas	Aumento de eficiencia
Actualidad	Lavadora automática	Detergentes líquidos y en cápsulas	30–90 minutos	Optimización del tiempo y energía

Los detergentes sintéticos surgieron como una alternativa al jabón tradicional, especialmente durante la Segunda Guerra Mundial, cuando escaseaban las grasas animales y vegetales utilizadas para fabricar jabón (American Chemical Society, s.f). El primer detergente sintético, Dreft, fue lanzado en 1933, y en 1946 se introdujo Tide, el primer detergente de uso intensivo, que utilizaba alquilbenceno sulfonatos, capaces de funcionar eficazmente incluso en aguas duras (ACS, s.f.). A diferencia del jabón, estos detergentes no reaccionan con los minerales del agua para formar residuos, lo que representa una gran mejora en eficiencia de lavado (Niir Board. 2013).

Según una definición amplia, detergente es cualquier sustancia con capacidad limpiadora, lo que incluye compuestos tradicionales como la lejía, limpiadores alcalinos y productos por disolución. No obstante, actualmente se tiende a restringir el término a aquellos productos que contienen surfactantes sintéticos, derivados del petróleo o de fuentes renovables **tabla 1-6** (Niir Board. 2013).

Tabla 1-6. Comparación de surfactantes sintéticos por su origen. **Fuente:** Niir Board. 2013 The complete technology book on detergents.

Tipo de surfactante	Origen principal	Estructura general	Ejemplos comunes	Aplicaciones típicas
Aniónicos	Derivados del petróleo	Cabeza polar negativa ($-\text{SO}_3^-$, $-\text{COO}^-$)	Alquilbenceno sulfonato lineal, sulfato de alquilo	Detergentes para ropa, champús, lavavajillas
No iónicos	Renovables y petróleo	Cabeza polar sin carga	Alcoholes grasos etoxilados, alquil poliglucósidos	Limpiadores suaves, cosméticos, detergentes verdes
Catiónicos	Derivados del petróleo	Cabeza con carga positiva ($+$)	Cloruro de cetiltrimetilamonio	Suavizantes de telas, biocidas, acondicionadores

NR ₃ ⁺)				
Anfóteros (o zwitteriónicos)	Renovables o sintéticos	Grupo que puede ser + y – según pH	Betaínas, derivados de imidazolina	Champús, productos para piel sensible

Estos surfactantes, como los alquilbenceno sulfonatos o los alquil poliglucosido, tienen una estructura molecular compuesta por una cabeza hidrofílica y una cola hidrofóbica, lo cual les permite interactuar con la suciedad y facilitar su eliminación en medios acuosos (Niir Board. 2013). Así, el desarrollo de detergentes no solo revolucionó la limpieza doméstica, sino que también reflejó cambios en las estructuras sociales, la tecnología y la conciencia ambiental.

1.2 Composición química de los detergentes.

La composición química de los detergentes incluye diversos ingredientes que, en general, se agrupan en tres grandes categorías: tensioactivos, agentes estructurantes y aditivos funcionales (Rosen & Kunjappu, 2012).

Los tensioactivos son los componentes activos responsables de la limpieza. Su función principal consiste en disminuir la tensión superficial del agua, facilitando así su dispersión sobre superficies sólidas y su penetración en materiales como los tejidos (Myers, 2020). Este efecto se debe a la estructura anfifílica de las moléculas del tensioactivo: poseen una parte hidrofóbica que se adhiere a la grasa o suciedad, y una parte hidrofílica que permite su suspensión y arrastre en el medio acuoso (Schramm, 2000).

Esta dualidad molecular es clave en la eliminación de residuos, ya que permite formar micelas, estructuras que encapsulan la suciedad en su interior y la estabilizan en el agua. Entre los tensioactivos más utilizados en la industria moderna destacan los sulfonatos de alquilo lineales, que combinan buena eficacia limpiadora y biodegradabilidad. Un ejemplo representativo es el dodecilmecenosulfonato de sodio mostrado en la **figura 1-4**, ampliamente empleado en formulaciones de detergentes domésticos e industriales (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013).

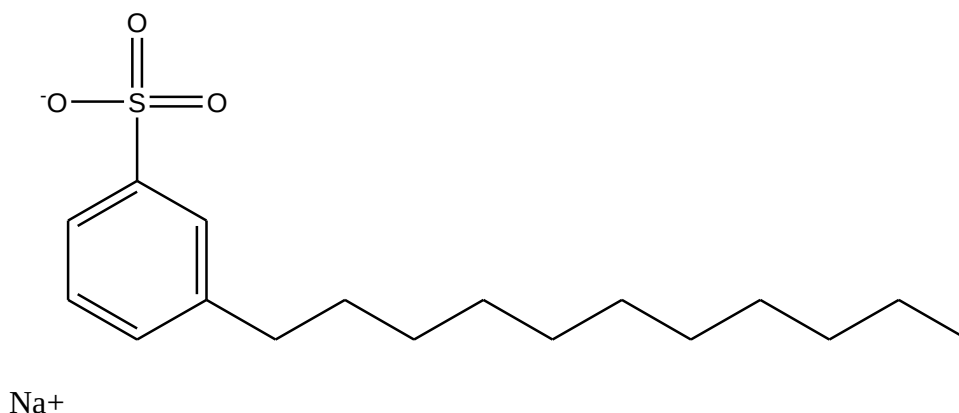


Figura 1-4. Estructura del dododecilbencenosulfonato de sodio.

Dentro de la formulación de los detergentes, uno de los componentes clave es el agente estructurador, cuya función principal consiste en actuar como secuestrante de iones. Estos compuestos tienen la capacidad de unirse a cationes presentes en el agua dura, como los de calcio (Ca^{2+}) y magnesio (Mg^{2+}), formando complejos solubles en agua que evitan la interferencia de dichos iones con los tensioactivos (Myers, 2020; Rosen & Kunjappu, 2012).

Al inmovilizar estos iones, los estructuradores permiten que los surfactantes mantengan su eficacia limpiadora. Además, muchos de estos compuestos experimentan reacciones de hidrólisis durante el proceso de lavado, lo que eleva el pH del agua, generando un medio alcalino que favorece la disolución de grasas y materia orgánica (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013).

Entre los secuestrantes más utilizados se encuentran los polifosfatos, debido a su alta capacidad para formar complejos con iones metálicos. Uno de los ejemplos más representativos es el tripolifosfato de sodio ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) representado en la **figura 1-5**, cuyo anión tripolifosfato es altamente efectivo en la formación de quelatos con iones de dureza (Schwarzenbach, 1955).

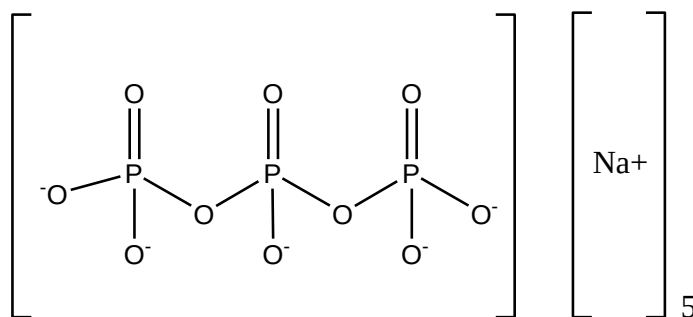


Figura 1-5. Estructura del tripolifosfato de sodio.

Además de tensioactivos y agentes estructurantes, los detergentes comerciales modernos contienen una serie de ingredientes funcionales complementarios, conocidos como aditivos, cuya finalidad es mejorar el rendimiento del producto, aumentar la eficacia de limpieza, y brindar propiedades sensoriales o estéticas al consumidor (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013).

Uno de estos aditivos son los abrillantadores ópticos, también conocidos como blanqueadores fluorescentes. Estos compuestos son tintes que absorben la radiación ultravioleta no visible y emiten luz en la región azul del espectro visible, generando así una apariencia de mayor blancura en los tejidos, al contrarrestar tonos amarillentos residuales (Lachapelle et al., 2012). A pesar de que no eliminan manchas directamente, su efecto óptico es percibido como una mejora visual en la limpieza (Myers, 2020).

Otro componente esencial son los agentes antirredeposición, cuya función es evitar que la suciedad eliminada durante el lavado se vuelva a depositar sobre los tejidos. Esto se logra gracias a polímeros solubles en agua como la carboximetilcelulosa, que forman una barrera superficial sobre las fibras textiles, impidiendo la reabsorción de partículas (Rosen & Kunjappu, 2012).

Además, muchos detergentes incluyen enzimas específicas, como proteasas, lipasas y amilasas, diseñadas para atacar tipos concretos de suciedad: proteínas, grasas o almidones respectivamente. Estas enzimas actúan a nivel molecular, rompiendo enlaces químicos en las manchas, y resultan especialmente útiles en condiciones de lavado a baja temperatura, contribuyendo a una limpieza eficiente y sostenible (Bajpai, 2014).

También se incorporan fragancias o perfumes, no solo para mejorar el aroma del producto, sino como parte de la experiencia sensorial del consumidor. En algunos casos, se utilizan tecnologías de liberación controlada de fragancia, que permiten que el aroma perdure en los tejidos incluso después del secado (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013).

1.3 Problemas de contaminación que implican a los detergentes.

El uso de detergentes comenzó a incrementarse rápidamente tras el final de la Segunda Guerra Mundial, debido al auge industrial y al crecimiento de la producción de productos de limpieza sintéticos (Rosen & Kunjappu, 2012). A medida que aumentaba su empleo doméstico e industrial, los vertidos de aguas residuales cargados con detergentes empezaron a liberar cantidades cada vez mayores de estos compuestos en los cuerpos de agua naturales. Pronto se hizo evidente que los residuos no eran directamente tóxicos para los organismos acuáticos, pero sí causaban espumas visibles y persistentes, especialmente en ríos cercanos a áreas urbanas (Björklund et al., 2011).

Estas acumulaciones de espuma eran producidas por los tensioactivos presentes en los detergentes, los cuales reducen la tensión superficial del agua y favorecen la formación de burbujas estables. En aquel momento, se asumía erróneamente que estos compuestos serían rápidamente biodegradados por bacterias ambientales, del mismo modo que los jabones tradicionales de base grasa (Beltrán-Heredia & Sánchez-Martín, 2009). Sin embargo, se descubrió que muchos de los primeros tensioactivos sintéticos, como los alquilbencenosulfonatos de cadena ramificada, no eran fácilmente biodegradables y persistían en el ambiente durante largos periodos, superando incluso los sistemas de tratamiento de aguas residuales convencionales (Hernando et al., 2006).

Este fenómeno generó preocupación pública debido a la naturaleza visible y estética de la contaminación, ya que las capas de espuma flotante resultaban inaceptables para la población y las autoridades sanitarias.

Ante esta situación, y debido a la presión ambiental, durante la década de 1960 se impulsó un cambio en la composición química de los detergentes. Se sustituyeron los tensioactivos

ramificados por alquilbencenosulfonatos lineales, los cuales resultaron ser mucho más susceptibles a la biodegradación por los microorganismos presentes en los sistemas de tratamiento (Treu et al., 2002).

Esta modificación estructural representó un avance significativo en la reducción del impacto ambiental de los detergentes sintéticos y permitió, al menos en gran medida, mitigar el problema de la espuma persistente en cuerpos de agua (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013).

La alteración química necesaria supuso la sustitución de las cadenas ramificadas de carbono de los primeros surfactantes por cadenas lineales. La estructura de la cadena no ramificada es muy similar a la de los jabones biodegradables (Rosen & Kunjappu, 2012). En la **figura 1-6** pueden verse las diferencias en cuanto a estructura entre los surfactantes ramificados y los lineales, los cuales presentan mayor eficiencia de biodegradación (Rosen & Kunjappu, 2012)

Las preocupaciones ambientales del momento respecto a los detergentes están relacionadas con el tipo de estructurante empleado en los detergentes.

Uno de los más utilizados es el $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$. Esta sustancia no acarrea problemas ambientales, ya que el ion $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$ experimenta una lenta reacción de hidrólisis en el ambiente hasta convertirse en ortofosfatos, los cuales carecen de toda toxicidad (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013). La reacción se puede observar en la **figura 1-7**.

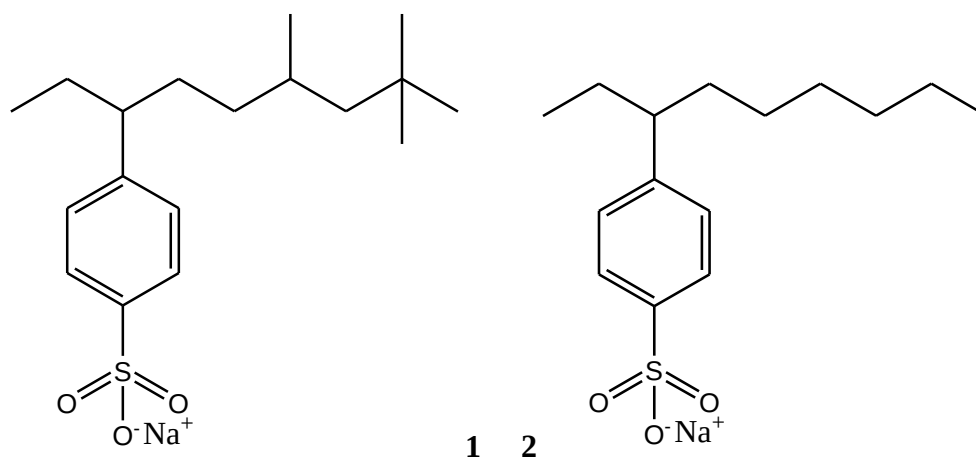


Figura 1-6. Surfactantes que contienen cadenas de carbono ramificadas y no ramificadas (1 surfactante que se biodegrada con lentitud, 2 Surfactante que se biodegrada con rapidez)

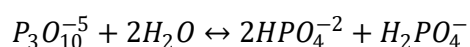


Figura 1-7. Reacción de hidrólisis del ion fosfato para producir ortofosfatos

Los compuestos estructurantes basados en polifosfatos son objeto de creciente preocupación ambiental, ya que tanto ellos como los productos derivados de su hidrólisis contienen fósforo, un elemento directamente involucrado en el proceso de eutrofización de cuerpos de agua (Rosen & Kunjappu, 2012).

En 1945, cuando el uso de detergentes comenzó a expandirse rápidamente, el posible efecto fertilizante del fósforo contenido en su formulación probablemente no fue considerado significativo, si es que se tomó en cuenta en absoluto (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013). En la actualidad, se reconoce que la amplia difusión y uso de detergentes contribuye sustancialmente a la acumulación de compuestos fosforados en las aguas residuales, una situación cuya importancia no puede ser subestimada (Sharpley et al, 2001). Se puede observar en la **tabla 1-7** los niveles de fosforo encontrados en disitintos cuerpos de agua.

Tabla 1-7. Estimaciones globales de fosforo en cuerpos de agua. **Fuente:** tomado de US EPA

Tipo de agua	Valor estimado promedio
Aguas lacustres (lagos naturales)	~0.03 mg/L (niveles de fondo en ecosistemas poco eutróficos)
Ríos en bosques	<0.05 mg/L (valores de baja perturbación)
Esorrentía agrícola (drenaje agrícola)	Representa ~38 % del fósforo antropogénico (~0.5-1.0 mg/L en esorrentías intensivas)
Aguas residuales domésticas	~6-8 mg/L en aguas crudas antes del tratamiento; se reducen a ~3-4 mg/L tras tratamiento convencional

Se estima que el uso de detergentes contribuye aproximadamente al 50 % de los fosfatos presentes en las aguas residuales; en zonas metropolitanas con baja capacidad de dilución, algunas estimaciones señalan que esta proporción puede llegar hasta el 70 % (Correll, 1998).

El incremento acelerado de la eutrofización en aguas naturales —un problema identificado como preocupante en alrededor del 10 al 12 % de los cuerpos de agua en Estados Unidos— ha motivado la formulación de propuestas para limitar el uso de fosfatos en detergentes o eliminarlos completamente (Correll, 1998).

La eliminación de estos compuestos ha generado debate, aunque existe consenso en que reducir las concentraciones de fosfatos en los sistemas acuáticos disminuirá de manera significativa el avance de la eutrofización (Niir Board of Consultants & Engineers, 2013). Aunque persisten discrepancias entre las opiniones de la comunidad científica y no existen pruebas concluyentes de que la eliminación de fosfatos en los productos de lavado sea una solución definitiva al problema de la eutrofización, varios fabricantes de detergentes han iniciado acciones para reducir o incluso eliminar totalmente el uso de estos compuestos en sus formulaciones (Correll, 1998).

Este cambio abre dos interrogantes relevantes:

1. ¿Qué alternativas viables a los fosfatos pueden emplearse en la formulación de detergentes, y qué posibles inconvenientes podrían surgir a partir de estas nuevas composiciones?
2. ¿Cuál sería el impacto real en la mitigación de la eutrofización si se eliminaran los fosfatos de los detergentes domésticos e industriales? (Feijtel et al., 2000).

1.4 Formulación de detergentes sin fosfatos.

Una alternativa evidente a los detergentes que contienen fosfatos es el jabón, que fue un agente limpiador ampliamente aceptado antes de la llegada de los detergentes sintéticos (Rosen & Kunjappu, 2012). Sin embargo, existen dos razones de peso que dificultan su regreso como sustituto principal:

1. Las reservas de grasas y aceites disponibles en Estados Unidos son insuficientes

para cubrir la demanda que implicaría reemplazar la producción anual de aproximadamente 2,6 billones de kilogramos de detergentes. Este cambio requeriría alrededor de 1 billón de toneladas de sebo, lo que provocaría competencia directa entre la industria jabonera y la cadena alimentaria global por la misma materia prima (Smulders et al., 2002).

2. El desempeño del jabón en la mayoría de las lavadoras y lavavajillas automáticos de diseño estadounidense es significativamente inferior al de los detergentes modernos. Estos electrodomésticos fueron desarrollados específicamente para emplear tensioactivos sintéticos, mientras que el jabón no es compatible con el funcionamiento óptimo de dichos equipos (Myers, 2020).

Para reducir o eliminar el contenido de fosfatos, los fabricantes han adoptado dos estrategias: 1) sustituir los agentes estructurantes a base de fosfatos por compuestos con propiedades equivalentes, y 2) utilizar tensioactivos formulados para funcionar sin estructuradores con capacidad secuestrante (Schowanek & Verstraete, 1999).

Se han evaluado miles de sustancias como posibles sustitutos parciales o totales de los polifosfatos, considerando las ventajas que estos ofrecen:

1. Los fosfatos no presentan toxicidad significativa para la fauna acuática ni riesgos directos para la salud humana (Correll, 1998).
2. Pueden emplearse con seguridad sobre una amplia gama de colores, tejidos y fibras, incluidas las sintéticas, cuya presencia es cada vez mayor en el mercado (Feijtel et al, 2000).
3. Son compatibles con las lavadoras modernas, ya que no son corrosivos ni inflamables, lo que asegura la durabilidad de los equipos (Feijtel et al, 2000).

Los fosfatos presentan otras ventajas relevantes cuando se evalúan desde la perspectiva de la calidad del agua:

1. Se degradan de manera satisfactoria por hidrólisis en plantas de tratamiento y en aguas superficiales; una vez descompuestos, dejan de actuar como agentes secuestrantes.

2. No generan interferencias con otros procesos de tratamiento de efluentes ya establecidos en las instalaciones depuradoras.
3. Pueden ser eliminados con alta eficiencia en estaciones de depuración mediante procesos físico-químicos como la precipitación química o tratamientos biológicos avanzados (Correll, 1998).
4. Su estructura molecular y reacciones químicas son bien conocidas, gracias a décadas de investigación y documentación técnica (Correll, 1998).

Entre los compuestos evaluados como posibles sustitutos, uno de los más prometedores es la sal sódica del ácido nitrilotriacético, cuya fórmula es $\text{N}(\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Na})_3$, y se presenta su estructura en la **figura 1-8**, esta ha mostrado propiedades de secuestro de iones metálicos comparables a las de los polifosfatos (Yoshimura, 2000)

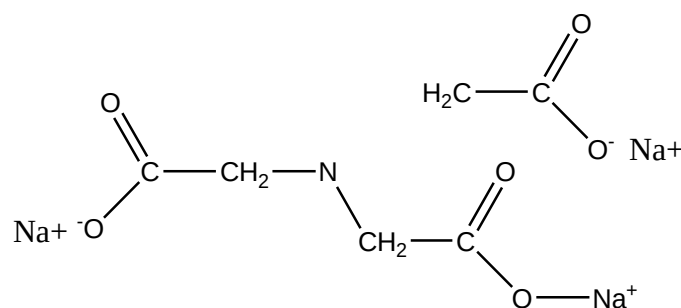


Figura 1-8. Estructura del ácido nitrilotriacético

El ácido nitrilotriacético ofrece múltiples ventajas como sustituto del fosfato, entre las que destacan su bajo costo de producción, su fácil biodegradabilidad y su capacidad para formar complejos estables y solubles con iones calcio y magnesio (Yoshimura, 2000). Su uso como reemplazo parcial del fosfato comenzó a principios de la década de 1970, pero el 18 de diciembre de 1970 su aplicación fue suspendida a petición del inspector general de sanidad de Estados Unidos, mientras se realizaban estudios adicionales sobre la sustancia. La decisión se sustentó en un informe del National Institute of Environmental Health Sciences, que indicaba que un compuesto de ácido nitrilotriacético y cadmio administrado a ratones, por vía oral o inyección, podía tener efectos teratógenos, es decir, causar malformaciones fetales (Yoshimura, 2000).

Previo a su implementación, amplias pruebas de seguridad humana y ambiental habían mostrado que, a los niveles propuestos para uso industrial, el ácido nitrilotriacético no representaba riesgos significativos. Normalmente se degrada en sistemas de tratamiento de aguas residuales y en el medio ambiente, perdiendo su capacidad de quelar metales; sin embargo, en condiciones anaerobias, como las que se presentan en algunas fosas sépticas, esta degradación no ocurre, lo que podría permitir su combinación con metales pesados presentes en el agua (WHO, 2000).

Este hecho subraya la necesidad de evaluar cuidadosamente que las alternativas al fosfato no generen riesgos ambientales o sanitarios iguales o superiores. Una preocupación común con los sustitutos del fosfato es que su química y comportamiento ambiental pueden no ser comprendidos en profundidad durante largos periodos de tiempo (Schowanek & Verstraete, 1999). No obstante, investigaciones posteriores a la suspensión de su uso han concluido que el ácido nitrilotriacético tiene baja probabilidad de generar riesgos para las personas o el medio ambiente en las concentraciones propuestas en detergentes. Los niveles esperados en el suministro de agua potable serían inferiores a 25 ppb, muy por debajo de las concentraciones de 1,500 a 20,000 ppm necesarias para provocar efectos adversos en animales de laboratorio.

Según encuestas a consumidores y fabricantes, existe consenso en que reducir el contenido de fosfatos en detergentes sin contar con un sustituto eficaz podría provocar un mayor uso de producto para alcanzar los mismos resultados de limpieza, lo que a la larga mantendría niveles similares de fosfatos en las aguas residuales, incrementando al mismo tiempo el costo para los usuarios (Feijtel et al., 2000).

La búsqueda de combinaciones eficaces entre surfactantes y estructuradores de tipo no secuestrante ha tenido un éxito limitado, aunque algunos detergentes sin fosfatos han llegado al mercado (Schowanek & Verstraete, 1999). En estas formulaciones, los surfactantes se combinan con estructuradores que incrementan notablemente la alcalinidad y precipitan los iones de la dureza del agua en lugar de secuestrarlos. Los estructuradores más empleados en este tipo de productos son los carbonatos y silicatos (Smulders et al., 2002).

Estos estructuradores presentan ciertas desventajas. La formación de depósitos de sales de calcio y magnesio es una de las más relevantes, ya que pueden quedar adheridos a los tejidos lavados, dando lugar a una textura áspera (Myers, 2020). En contraste, los estructuradores secuestrantes mantienen los metales en disolución como iones complejos, evitando este problema. Los estructuradores precipitantes, sin embargo, confieren a la solución de lavado una alcalinidad superior a la que producen los fosfatos: mientras que los detergentes con fosfatos generan un pH entre 9 y 10,5, los que carecen de ellos suelen elevar el pH hasta valores de 10 a 11 (Feijtel et al., 2000). Un pH igual o superior a 11 se aproxima al umbral en el que pueden producirse efectos como corrosión en la piel, irritaciones oculares severas y toxicidad por ingestión, además de la formación de geles en contacto con proteínas de los tejidos, lo que dificulta su enjuague antes de que aparezcan daños.

Las investigaciones en ambos enfoques continúan, aunque existe consenso en que el rediseño de las formulaciones es un objetivo a corto plazo (Cornel & Schaum, 2009). A largo plazo, la vía más eficaz para controlar los nutrientes de origen antrópico, incluidos los fosfatos, radica en el desarrollo de sistemas avanzados de tratamiento de aguas residuales, capaces de eliminarlos junto con otros nutrientes vegetales. Actualmente, los fosfatos pueden ser eliminados de manera eficiente mediante procesos avanzados de depuración.

En 1971, el Consejo de Calidad Ambiental y la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos emitieron un comunicado sobre los estructuradores empleados en detergentes. Su conclusión, basada en la evaluación de los beneficios y desventajas de las distintas alternativas, fue que, desde una perspectiva sanitaria, los fosfatos eran seguros para su uso en detergentes (Schowanek & Verstraete, 1999).

1.5 Efectos sobre el ambiente de la eliminación de fosfatos.

Diversos problemas asociados con la eliminación total de los fosfatos en detergentes se relacionan con el principio del “reactivo limitante”, que establece que el crecimiento de las algas está condicionado por el nutriente presente en menor cantidad en relación con las necesidades del ecosistema. Elementos como el carbono, el nitrógeno o el fósforo

pueden ser limitantes dependiendo de las características y condiciones del agua (Correll, 1998).

Existen argumentos contrarios a la supresión total de los fosfatos que se han planteado en la literatura científica. Estudios realizados en lagos eutróficos muestran concentraciones excesivas de fósforo, lo que indica que este elemento no siempre actúa como factor limitante, aunque podría desempeñar ese papel en lagos oligotróficos (Smith et al., 1999). En términos de composición, el carbono constituye aproximadamente el 50 % de la biomasa algal. Toda esta fracción se obtiene por fotosíntesis a partir del CO₂. A diferencia de las plantas terrestres, que cuentan con grandes superficies foliares en contacto con el aire, las plantas acuáticas dependen de la disponibilidad de CO₂ disuelto en el agua, por lo que este gas puede convertirse en el factor limitante en lugar del fósforo (Raven et al., 2012).

El fósforo presente en una masa de agua es reciclado continuamente por las plantas verdes y las algas. Cuando estos organismos mueren, los compuestos fosfatados se liberan y vuelven a ser aprovechados por otros vegetales, con una velocidad de regeneración generalmente mayor que la del nitrógeno.

En los sedimentos del fondo de lagos se almacenan grandes cantidades de fósforo, en forma de sales de calcio, magnesio y hierro de baja solubilidad. Investigaciones recientes muestran que este fósforo sedimentario está en equilibrio dinámico con las fracciones disueltas en la columna de agua (Søndergaard et al., 2003). Por lo tanto, incluso si se eliminara el fósforo del agua entrante, los sedimentos podrían seguir liberando este nutriente durante décadas, manteniendo su disponibilidad para el crecimiento algal. Esta relación se ejemplifica en la **figura 1-9**, donde también se presentan los principales factores que influyen sobre dicho equilibrio.

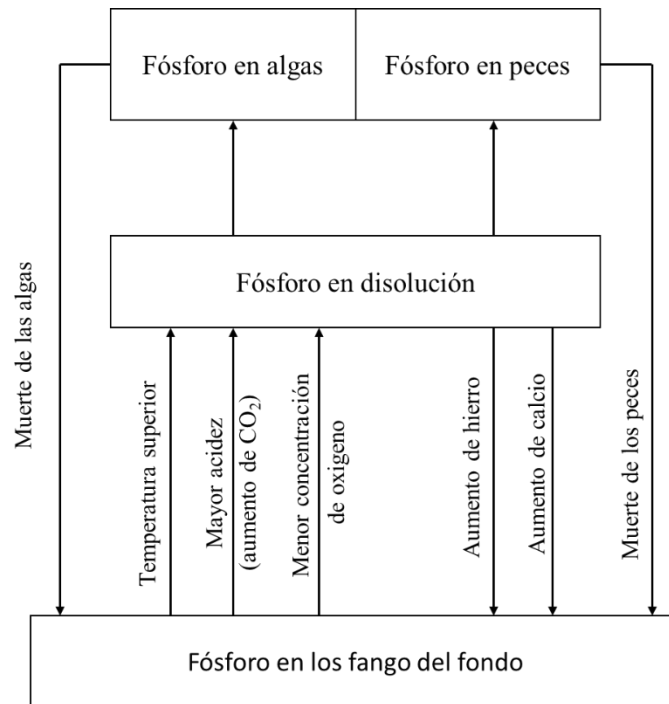


Figura 1-9. Factores que afectan a los equilibrios del fósforo.

Los argumentos que respaldan la eliminación de los fosfatos en detergentes se centran en que, aunque algunas masas de agua puedan presentar niveles excesivos de fósforo, la tecnología disponible para su control está más desarrollada que en el caso del carbono o del nitrógeno (Correll, 1998). En el supuesto de que el fósforo no fuera el nutriente limitante, su eliminación podría evitar que se convirtiera en tal y contribuir así a controlar el crecimiento excesivo de algas.

Las fuentes de fósforo están bien identificadas y resultan menos diversas que las del carbono o el nitrógeno, lo que facilita su control (Sharpley et al., 2013). Un ejemplo relevante es el del lago Erie, ubicado entre Canadá y Estados Unidos y parte de los Grandes Lagos, que en su momento llegó a ser uno de los más contaminados. Se ha estimado que cerca del 70 % del fósforo que ingresaba al lago procedía de fuentes puntuales parcialmente controlables, mientras que solo alrededor del 40 % del nitrógeno tenía un origen similar. A diferencia del fósforo, el carbono y el nitrógeno pueden ser obtenidos por las plantas acuáticas desde la atmósfera cuando no están disponibles en el agua. No existe una fuente atmosférica análoga que aporte fósforo, lo que aumenta la importancia de controlar sus aportes externos. En síntesis, mientras los detractores de su

eliminación dudan que el fósforo sea siempre el nutriente limitante, los defensores de la medida argumentan que este elemento es más sencillo de gestionar como nutriente vegetal, y que reducirlo en detergentes podría representar un avance efectivo en la mitigación de la eutrofización. (Dolan & Chapra, 2012).

1.6 Innovación en materias primas para detergentes y auge de los detergentes ecológicos con sales cuaternarias de amonio

En las últimas décadas, la formulación de detergentes ha experimentado cambios profundos impulsados por factores ambientales, regulatorios y de salud pública. La creciente conciencia sobre los efectos negativos que ciertos ingredientes, como los fosfatos y tensioactivos de baja biodegradabilidad, generan en los ecosistemas acuáticos, ha motivado una transición hacia formulaciones más responsables (Rosen & Kunjappu, 2012). Esta evolución no solo responde a exigencias gubernamentales y normativas internacionales, sino también a la presión de los consumidores que demandan productos más seguros y sostenibles (Kumar & Pal, 2021).

En este contexto, la investigación en nuevas materias primas se ha convertido en un pilar fundamental para la industria, buscando compuestos que mantengan una alta eficacia en la limpieza y, al mismo tiempo, minimicen su huella ecológica.

El desarrollo de tensioactivos derivados de recursos renovables, aditivos biodegradables y agentes secuestrantes alternativos a los fosfatos son ejemplos claros de este cambio (Smulders et al., 2019).

Asimismo, la innovación tecnológica ha permitido que muchos de estos componentes no solo sean más sostenibles, sino también más eficientes, optimizando el rendimiento del producto y reduciendo el consumo de agua y energía durante el proceso de lavado (Scott & Jones, 2020). La integración de estas soluciones refleja un enfoque holístico que considera tanto el ciclo de vida del detergente como su interacción con el medio ambiente y la salud humana.

1.6.1 Nuevas materias primas para la elaboración de detergentes.

Los avances recientes en química verde y biotecnología han transformado de manera significativa la industria de los detergentes, posibilitando la incorporación de compuestos provenientes de fuentes renovables, tensioactivos con alta biodegradabilidad y aditivos funcionales que presentan un bajo perfil toxicológico **tabla 1-8** (García et al., 2021).

Tabla 1-8. Comparación de tensioactivos convencionales y de origen vegetal en formulaciones de detergentes. **Fuente:** Adaptado de Zhou et al. (2020) y Kümmerer et al. (2021).

Característica	Tensioactivos convencionales (petroquímicos)	Tensioactivos de origen vegetal
Materia prima	Derivados del petróleo	Aceites vegetales (coco, palma sostenible, maíz, ricino, etc.)
Biodegradabilidad	Baja a moderada, dependiendo del tipo	Alta, generalmente superior al 90% en 28 días
Impacto ambiental	Mayor persistencia y toxicidad acuática	Menor persistencia, baja toxicidad
Costo de producción	Generalmente más bajo	Más alto, aunque en descenso con nuevas tecnologías
Compatibilidad dermatológica	Potencialmente irritantes	Mayor suavidad sobre la piel
Rendimiento en aguas duras	Alta eficacia	Eficacia variable, mejorada con formulaciones híbridas
Origen renovable	No renovable	Renovable
Emisiones de CO₂ en producción	Más elevadas	Más bajas, dependiendo de la cadena de suministro

Entre las innovaciones más destacadas se encuentran los tensioactivos de base vegetal, elaborados a partir de aceites como coco, palma certificada de producción sostenible o maíz, que sustituyen eficazmente a surfactantes derivados del petróleo y presentan un mejor perfil de biodegradabilidad (Smulders et al., 2019).

Asimismo, el uso de enzimas específicas como proteasas, amilasas y lipasas ha optimizado la remoción de manchas incluso a bajas temperaturas, lo que reduce considerablemente el consumo energético asociado al lavado (Bajpai, 2018).

Otra línea de desarrollo ha sido la implementación de agentes estructurantes alternativos a los fosfatos, como las zeolitas, carbonatos y citratos como se observan en la **tabla 1-9**.

Estos compuestos cumplen una función secuestrante de iones calcio y magnesio, previniendo la dureza del agua y minimizando el riesgo de eutrofización en cuerpos de agua receptores (Rahman et al., 2014).

Tabla 1-9. Agentes estructurantes sostenibles en detergentes ecológicos. **Fuente:** Elaboración propia con base en datos de la literatura científica (Smith & Johnson, 2020; Martínez et al., 2021).

Agente estructurante	Función principal	Ventajas	Desventajas
Zeolitas	Secuestran iones de dureza del agua	No contribuyen a la eutrofización; alta estabilidad	Menor eficacia en aguas muy duras
Carbonatos	Precipitan iones de calcio y magnesio	Bajo costo; abundante disponibilidad	Puede dejar residuos en superficies
Citratos	Quelan iones metálicos y ajustan el pH	Biodegradables; baja toxicidad	Eficacia limitada en aguas extremadamente duras
Silicatos	Aumentan la alcalinidad y protegen superficies metálicas	Alta eficacia en limpieza; estabilidad térmica	Posible abrasividad en ciertas formulaciones

Por último, la incorporación de conservantes y fragancias naturales, obtenidos de aceites esenciales y extractos botánicos, ha ganado popularidad debido a su menor persistencia ambiental y a la reducción de riesgos para la salud humana (Ait-Ouazzou et al., 2011). Este conjunto de innovaciones refleja una clara tendencia hacia formulaciones más responsables con el entorno y alineadas con las demandas de consumidores cada vez más conscientes del impacto ambiental de sus hábitos de consumo.

1.6.2 Auge de los detergentes ecológicos en la actualidad

En las últimas décadas, el auge de los detergentes ecológicos ha sido impulsado por una combinación de factores ambientales, regulatorios y de cambio en la percepción del consumidor. La creciente conciencia sobre los impactos negativos de los productos químicos convencionales en los ecosistemas acuáticos, junto con legislaciones más estrictas en materia de vertidos y etiquetado, ha promovido la transición hacia formulaciones más seguras y sostenibles.

Estos detergentes se caracterizan por incluir ingredientes con alta biodegradabilidad, minimizar o eliminar el uso de fosfatos, emplear envases reciclables o biodegradables y garantizar transparencia en la formulación mediante certificaciones ambientales como la etiqueta ecológica de la Unión Europea o el sello Green Seal **figura 1-10** (González & Pérez, 2022).



Figura 1-10. Sello Green Seal que se obtiene mediante certificaciones ambientales.

Actualmente, los consumidores están cada vez más dispuestos a pagar un sobreprecio por productos que no solo aseguren una limpieza eficaz, sino que también ofrezcan seguridad para la salud y un perfil ambiental favorable.

Esta tendencia ha incentivado la innovación en el sector, fomentando el desarrollo de tensioactivos de origen vegetal, conservantes naturales y tecnologías que reducen el consumo de agua y energía durante el lavado. Además, la competencia entre marcas ha generado una diversificación de la oferta, permitiendo que el mercado ecológico abarque tanto detergentes líquidos como en polvo, cápsulas y formatos concentrados.

Por otro lado, el marketing verde y la educación ambiental desempeñan un papel clave en la expansión del mercado, ya que informan al consumidor sobre las ventajas y diferencias de los detergentes ecológicos frente a los convencionales (González & Pérez, 2022). Sin embargo, se señala que uno de los retos actuales es garantizar que las

afirmaciones ambientales no caigan en el “greenwashing”, asegurando que existan auditorías y certificaciones independientes que respalden dichas declaraciones.

1.6.3 Incorporación de sales cuaternarias de amonio en detergentes ecológicos

Las sales cuaternarias de amonio, reconocidas por su alta eficacia antimicrobiana, han ganado un papel importante en la formulación de detergentes domésticos e industriales, especialmente en productos que combinan limpieza y desinfección. Su uso en detergentes ecológicos representa tanto una oportunidad como un reto. Entre sus principales ventajas se encuentra su eficacia comprobada contra bacterias, virus y hongos, la capacidad de reducir el uso de conservantes sintéticos más agresivos y su doble función como limpiadores y desinfectantes (Martínez et al., 2021).

Sin embargo, las sales cuaternarias de amonio presentan limitaciones significativas. Diversos estudios han demostrado que ciertos compuestos de esta familia exhiben baja biodegradabilidad y un considerable potencial ecotóxico, lo que contribuye a su clasificación como contaminantes emergentes en aguas residuales y ambientes acuáticos (Wieck et al., 2018).

Estos compuestos pueden persistir durante largos periodos y acumularse en sedimentos, afectando organismos acuáticos y alterando el equilibrio microbiano natural. Por ello, su incorporación en detergentes ecológicos requiere una formulación cuidadosa que limite su impacto ambiental, ya sea mediante concentraciones ajustadas o mediante el uso de combinaciones con otros agentes biodegradables.

Además, se ha señalado que las sales cuaternarias de amonio pueden generar resistencia cruzada en bacterias, lo que representa un riesgo indirecto para la salud pública **figura1-11** y la eficacia de ciertos antibióticos (Zhang et al., 2015). Este fenómeno incrementa la importancia de cumplir con regulaciones ambientales y sanitarias, así como con certificaciones ecológicas que exijan pruebas de degradabilidad y toxicidad.

Actualmente, la investigación se centra en optimizar formulaciones que mantengan la eficacia antimicrobiana de las sales cuaternarias de amonio, pero que reduzcan su persistencia en el medio ambiente, explorando alternativas como tensioactivos catiónicos de origen vegetal o compuestos híbridos con degradación más rápida (Silva et al., 2022).

Dentro de este contexto, los fabricantes enfrentan el desafío de equilibrar el rendimiento, la seguridad y la sostenibilidad, lo que hace necesario un enfoque integral que incluya evaluaciones de ciclo de vida y gestión de riesgos ambientales.



Figura 1-11. Exposición a las sales cuaternarias de amonio en detergentes ecológicos.

CAPITULO 2: EL D-LIMONENO COMO COMPUESTO PREDOMINANTE DEL ACEITE ESENCIAL EXTRAÍDO DE LA CÁSCARA DE NARANJA Y SU RELEVENCIA EN DISTINTOS CAMPOS.

2.1 Generalidades de la naranja como materia prima

La naranja dulce, científicamente conocida como *Citrus sinensis* Osbeck, fue seleccionada como materia prima en esta investigación debido a su amplio uso industrial, su disponibilidad en grandes volúmenes y su alto contenido de compuestos bioactivos, especialmente en la cáscara.

Este cítrico es originario del sudeste asiático, aunque actualmente es cultivado extensamente en regiones tropicales y subtropicales de todo el mundo, destacando países

como Brasil, Estados Unidos, México, India, China y España como principales productores **figura 2-1** (FAO, 2021).



Figura 2-1. Principales países productores de naranja dulce a nivel mundial

2.1.1 Clasificación taxonómica y morfología

La naranja dulce pertenece al género *Citrus*, el cual está incluido en la familia botánica *Rutaceae*. Este género agrupa a numerosas especies y variedades de cítricos, muchas de ellas de importancia económica por su valor alimentario, aromático y medicinal. El fruto de *Citrus sinensis* es un hesperidio, un tipo especial de baya modificada, compuesto por varias capas estructurales bien diferenciadas **figura 2-2**:

1. **Exocarpio (flavedo)**: es la cáscara externa, de color anaranjado brillante, donde se encuentran las glándulas oleosas que almacenan aceites esenciales ricos en limoneno, linalol y otros monoterpenos volátiles.
2. **Mesocarpio (albedo)**: capa interna blanca, esponjosa y rica en pectinas y fibra dietética.
3. **Endocarpio**: parte comestible del fruto, formado por vesículas jugosas que contienen azúcares, ácidos orgánicos, vitaminas y minerales.

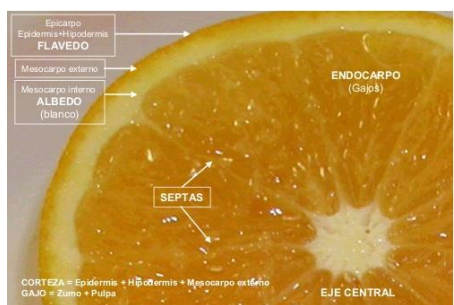


Figura 2-2. Esquema anatómico del fruto de naranja.

A continuación, en la **tabla 2-1** se presenta la clasificación taxonómica de *Citrus sinensis*:

Tabla 2-1. Clasificación taxonómica de *Citrus sinensis*. **Fuente:** Swingle & Reece (1967); Kumar et al. (2021).

Categoría	Clasificación
Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Sapindales
Familia	Rutaceae
Género	<i>Citrus</i>
Especie	<i>Citrus sinensis</i> Osbeck

2.1.2 Importancia económica y aplicaciones industriales

A nivel global, la naranja es uno de los cítricos más cultivados y consumidos, representando más del 60 % de la producción total de frutas cítricas. Además de su consumo en fresco, una gran proporción se destina al procesamiento industrial para obtener jugos, mermeladas, aceites esenciales, cáscara confitada y aditivos naturales (Jayasuriya et al., 2020).

Durante el procesamiento de la fruta, se generan grandes volúmenes de subproductos como bagazo, semillas y cáscaras. Esta última representa entre un 40 y 50 % del peso total del fruto y se ha convertido en una fuente de interés por su contenido de compuestos bioactivos, tales como flavonoides, carotenoides, limonoides y aceites esenciales (Li et al., 2022). Estas sustancias han demostrado propiedades antimicrobianas, antioxidantes, antifúngicas, antiinflamatorias y potencial como agentes bioactivos en alimentos funcionales y productos farmacéuticos (Dhillon et al., 2013; Kumar et al., 2021).

2.1.3 Composición química de la cáscara de naranja

La composición química de la cáscara de naranja puede variar según factores como el cultivo, condiciones agroclimáticas, grado de madurez del fruto y método de extracción.

Sin embargo, se ha documentado una composición típica como la siguiente en la **tabla 2-2**:

Tabla 2-2. Composición típica de la cáscara de naranja dulce. **Fuente:** Adaptado de Li et al. (2022)

Componente	Rango típico (% peso seco)	Función o utilidad potencial
Humedad	70–80 %	Afecta el almacenamiento y la estabilidad del residuo
Azúcares reductores y totales	10–15 %	Sustrato para fermentaciones, producción de bioetanol
Fibra dietética (celulosa, pectina, hemicelulosa)	20–30 %	Fuente de fibra alimentaria, texturizantes
Aceites esenciales (limoneno)	1–4 %	Antimicrobiano, aromatizante, solvente natural
Flavonoides (hesperidina, naringina)	2–5 %	Antioxidantes, colorantes, protectores vasculares
Ceniciento (minerales)	2–3 %	Indica contenido mineral, útil en compostaje

2.1.4 Cáscara de naranja como fuente de aceites esenciales

El aceite esencial de la cáscara de naranja representa uno de los principales productos de valor agregado. Este aceite es extraído principalmente del flavedo mediante técnicas como el prensado en frío, la destilación por arrastre de vapor o la extracción asistida con solventes o tensioactivos.



Figura 2-3. Representación de la extracción del aceite esencial de la naranja.

Su componente mayoritario, el limoneno (hasta 90 %), ha sido ampliamente estudiado por sus propiedades industriales:

1. **Industria alimentaria:** saborizante natural y conservador.
2. **Industria cosmética:** fragancia en perfumes, jabones y cremas.
3. **Industria farmacéutica:** efecto gastro protector y solvente en formulaciones orales.
4. **Biotecnología ambiental:** biodegradación de hidrocarburos y solvente verde (Jayasuriya et al., 2020; Li et al., 2022).

El aprovechamiento de estos compuestos representa una estrategia fundamental en el marco de la economía circular y la valorización de residuos agroindustriales. En lugar de ser considerados como desechos, los subproductos de la naranja pueden convertirse en insumos útiles y sostenibles para diversos sectores productivos.

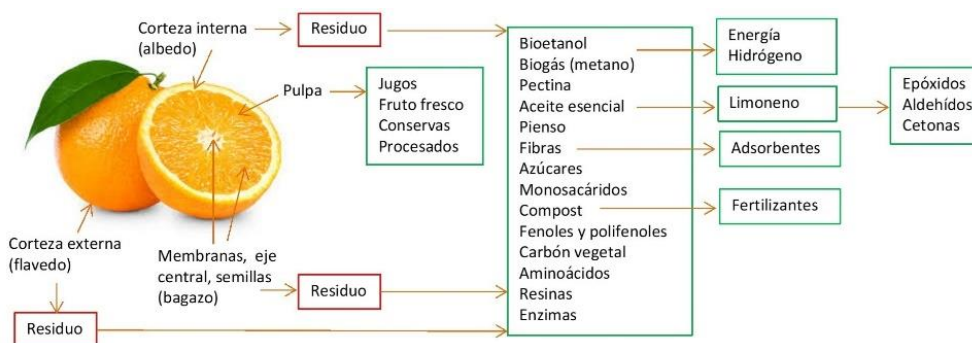


Figura 2-4. Modelo de economía circular para el aprovechamiento integral de la naranja.

2.2 Relevancia del d-Limoneno como Compuesto Bioactivo Derivado de Cítricos.

El d-limoneno es un compuesto perteneciente a la familia de los terpenos, que se obtiene principalmente de la cáscara de frutas cítricas como se puede observar en la **tabla 2-3** algunos porcentajes de D-limoneno extraído del aceite esencial.

Tabla 2-3. Porcentaje de d-limoneno contenido en el aceite esencial de distintos frutos cítricos.
Fuente: Dugo, G., & Di Giacomo, A. (2002).

Fruto cítrico	Porcentaje extraído de d-limoneno
Naranja (<i>Citrus sinensis</i>)	90.22%
Mandarina (<i>Citrus reticulata</i>)	79.0%
Limón (<i>Citrus limón</i>)	52.7%
Swinglea (<i>Swinglea glutinosa</i>)	4.45% – 5.39%

Los cítricos pertenecen a la clase *Angiospermae*, subclase *Dicotyledoneae*, orden *Rutales*, familia *Rutaceae* y al género *Citrus*. Este grupo botánico comprende especies frutales de gran importancia tanto económica como nutricional, debido a su elevado contenido de compuestos bioactivos, especialmente vitamina C (ácido ascórbico) y ácido cítrico, los cuales les confieren propiedades antioxidantes, organolépticas y conservantes. Estos compuestos, además, son responsables del característico sabor ácido de estos frutos y contribuyen a sus beneficios para la salud humana, particularmente en el fortalecimiento del sistema inmunológico. Dentro del género *Citrus* se incluyen especies de alto valor comercial como la naranja (*Citrus sinensis*), la mandarina (*Citrus reticulata*), el limón (*Citrus aurantifolia*) y el pomelo (*Citrus paradisi*), ampliamente cultivadas en regiones tropicales y subtropicales del mundo. (Martínez et al., 2019)

El origen geográfico del género se sitúa en el sureste asiático, abarcando regiones como

el centro de China, Filipinas, el archipiélago indomalayo y Nueva Guinea, desde donde se difundieron mediante procesos de domesticación y expansión agrícola. Las primeras variedades e híbridos de cítricos conocidos son el resultado de un largo proceso de identificación, colecta, propagación y selección artificial de plantas silvestres, llevado a cabo por las culturas antiguas. Estas prácticas permitieron el desarrollo de cultivares con características agronómicas y organolépticas mejoradas, tales como mayor rendimiento, menor acidez, sabor más agradable, resistencia a enfermedades y menor cantidad de semillas. Esta evolución dirigida ha sido determinante en la conformación de la amplia diversidad genética que caracteriza actualmente al género *Citrus* (R. Juárez. *et al.* 2010)

Los cítricos constituyen cultivos permanentes de gran importancia agrícola a nivel mundial. Se caracterizan por su notable capacidad de adaptación a una amplia gama de condiciones climáticas, lo cual ha favorecido su establecimiento en distintas zonas geográficas, tanto en climas tropicales como subtropicales. Esta adaptabilidad ha permitido que su cultivo se desarrolle exitosamente en un considerable número de países, consolidando a los cítricos como uno de los grupos frutales más difundidos y valorados en la producción agrícola global (J.P. Rojas. *et al* 2009)

A pesar de su cultivo extensivo en diversas regiones, las principales zonas productoras se concentran en el continente americano como se observa en la **tabla 2-4**, destacando países como Brasil, México y Estados Unidos, sí como en el occidente del continente europeo, particularmente en España e Italia, que presentan condiciones agroclimáticas favorables y una larga tradición en el cultivo y comercialización de estas frutas en San Luis Potosí se tiene el cuarto lugar en producción de naranja según datos de la SIAP (**ver anexo 1**).

Tabla 2-4. Principales productores de naranja en América 2023. **Fuente:** FAO (2022). Producción mundial de naranjas

País	Producción	Porcentaje del total mundial
Brasil	16,929,600	22.16%
México	4,595,128	6.01%
Estados Unidos	4,766,300	6.24%
Argentina	1,037,319	1.36%

Venezuela	104,858	0.14%
Colombia	80,000	0.10%

Dentro del género *Citrus spp.*, la naranja (*Citrus sinensis*) se posiciona como la especie más representativa y de mayor relevancia económica y social (J.P. Rojas. *et al* 2009). La naranja, a pesar de su alta demanda y consumo a nivel mundial, genera una significativa cantidad de residuos orgánicos que en muchos casos no son aprovechados de manera eficiente y pueden ocasionar diversos problemas algunos se observan en la **tabla 2-5**, particularmente en el ámbito del compostaje.

Tabla 2-5. Problemas asociados con la descomposición de residuos de naranja. **Fuente:** Adaptado de Bustamante, M. A., et al. (2008). Zema, D. A., et al. (2018). Moral, R., et al. (2009).

Problema identificado	Causa principal	Efecto en el proceso de compostaje	Consecuencia ambiental	Observación técnica
Acidificación del medio	Alta concentración de ácidos cítricos	Inhibición de microorganismos aeróbicos	Alteración del pH del suelo y lixiviación ácida	pH ácido (<5) desfavorable para bacterias estabilizadoras del compost
Baja biodegradabilidad inicial	Presencia de compuestos fenólicos y flavonoides	Retardo en la descomposición de materia orgánica	Acumulación de residuos semidescompuestos	Es necesario el uso de pretratamientos o co-compostaje con materiales ricos en nitrógeno
Formación de lixiviados ácidos	Fermentación anaerobia por exceso de humedad	Desbalance hídrico y acumulación de líquidos percolados	Contaminación de aguas subterráneas	Se requiere sistema de captación de lixiviados y control de humedad
Producción de olores desagradables	Degradación anaerobia de azúcares y aceites esenciales	Desarrollo de compuestos volátiles malolientes (H ₂ S, alcoholes)	Disminución de la calidad del aire local	Ventilación forzada o volteo frecuente pueden mitigar este efecto
Aumento de la carga biológica	Alta proporción de azúcares fermentables	Proliferación de microorganismos no deseados	Atracción de vectores (moscas, roedores)	Puede requerir control biológico o uso de aditivos alcalinos

Fitotoxicidad del compost	Residuos de aceites esenciales no completamente degradados	Inhibición de germinación y crecimiento vegetal	Disminución del valor agrícola del compost	Se recomienda maduración prolongada (>90 días) del compost
----------------------------------	--	---	--	--

Esta limitación se debe, en gran medida, a la tendencia de estos residuos a acidificar el medio durante su descomposición, lo que inhibe el crecimiento de los microorganismos aeróbicos responsables del proceso de estabilización biológica. Como resultado, se dificulta la obtención de un compost de calidad, lo cual reduce su aplicabilidad en la agricultura y otras prácticas sustentables.

En contextos rurales, estos residuos encuentran un uso alternativo al ser empleados como alimento para animales de corral, aprovechando su contenido nutricional. Sin embargo, en zonas urbanas, donde esta práctica no es común ni viable, los residuos cítricos suelen ser desechados directamente en los vertederos municipales, aumentando el volumen total de residuos orgánicos sólidos (Rezzadori et al., 2012). Esta situación representa un desafío ambiental relevante, ya que la disposición inadecuada de residuos de naranja puede generar lixiviados ácidos, los cuales tienen el potencial de infiltrarse en el subsuelo y contaminar los mantos freáticos, comprometiendo así la calidad del recurso hídrico y la salud de los ecosistemas locales (Zema et al., 2018).

No obstante, los subproductos de la naranja, especialmente la cáscara, poseen un alto valor añadido debido a su contenido de aceites esenciales. Entre ellos, destaca el aceite de naranja, que puede ser extraído mediante técnicas como la destilación por arrastre de vapor o el prensado en frío (Li et al., 2022). Este compuesto presenta una amplia gama de aplicaciones industriales mostradas en la **tabla 2-6**: en el sector químico, se utiliza como solvente ecológico; en la industria alimentaria, como aditivo saborizante y conservante natural; en la farmacéutica, por sus propiedades antioxidantes, antimicrobianas y antiinflamatorias; en la perfumería, por su fragancia cítrica característica; y en el ámbito agronómico, como insumo en la formulación de biopesticidas y productos fitosanitarios (Ciriminna et al., 2014).

Tabla 2-6. Aplicaciones industriales del aceite esencial de naranja. **Fuente:** Adaptada de Fisher, K., & Phillips, C. A. (2008).

Industria	Aplicación	Propiedad clave
Química	Solvente ecológico	Volatilidad, biodegradabilidad
Alimentaria	Aditivo saborizante, conservante natural	Aroma cítrico, actividad antimicrobiana
Farmacéutica	Componente en fórmulas antioxidantes y antiinflamatorias	Propiedades terapéuticas
Cosmética/Perfumería	Fragancia en perfumes y productos de cuidado	Aroma intenso y fresco
Agrícola	Ingrediente en biopesticidas	Actividad insecticida y antifúngica

En este contexto, resulta indispensable desarrollar estrategias sostenibles de valorización de los residuos de naranja, no solo para mitigar su impacto ambiental, sino también para aprovechar su potencial como materia prima en diversas industrias. Esta línea de investigación no solo promueve la economía circular, sino que también responde a la necesidad urgente de transformar los residuos agroindustriales en recursos valiosos para el desarrollo sostenible (Yañes. *et al* 2007).

Uno de los compuestos más abundantes y valiosos presentes en la cáscara de esta fruta es el d-limoneno **figura 2-5.**, un monoterpeno con reconocidas propiedades aromáticas y bioactivas.

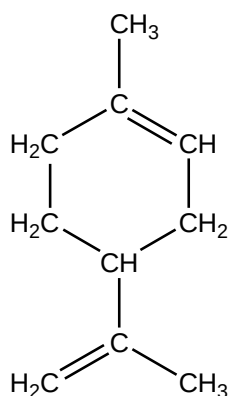


Figura 2-5. Estructura molecular del D-limoneno ($C_{10}H_{16}$)

El d-limoneno se encuentra en altas concentraciones en los aceites esenciales extraídos del flavedo de la naranja, y es utilizado extensamente como fragancia, disolvente natural y agente con potencial antimicrobiano, lo que incrementa significativamente el valor

agregado de los subproductos industriales derivados de esta especie (J.P. Rojas. *et al* 2009). En la industria de los detergentes, este terpeno ha ganado gran relevancia gracias a su agradable aroma cítrico y a sus excelentes propiedades como disolvente natural. Es comúnmente empleado en la formulación de productos de limpieza **figura 2-6**, no solo por su capacidad para eliminar grasas y residuos difíciles, sino también por aportar una fragancia fresca y duradera que mejora la experiencia del usuario.



Figura 2-6. Aplicación del D-limoneno en productos de limpieza doméstica.

Además, al ser un compuesto de origen natural, se considera una alternativa más ecológica frente a solventes derivados del petróleo. Sin embargo, a pesar de sus ventajas, el d-limoneno es un compuesto altamente oxidativo y sensible a la temperatura, lo cual puede comprometer su estabilidad y eficacia si no se manipula o almacena adecuadamente durante el proceso de formulación de detergentes (Chen *et al.* 2013). También es un compuesto con un reconocido poder inhibitorio sobre el crecimiento de bacterias en estudios realizados *in vitro*.

Esta propiedad antimicrobiana ha sido ampliamente documentada y lo convierte en un agente de interés para el desarrollo de formulaciones con capacidad desinfectante o conservante. Su eficacia ha sido comprobada frente a diversas cepas bacterianas, lo que abre la posibilidad de utilizarlo como alternativa natural a compuestos sintéticos en aplicaciones donde se requiere controlar la proliferación microbiana, especialmente en productos de limpieza y cuidado del hogar (Torrenegra M *et al.* 2017).

2.3 Interacción Química en Aceites Esenciales: El Rol Protagonístico del d-Limoneno

Como se vio en el capítulo anterior el d-limoneno es uno de los principales monoterpenos presentes en la cáscara de la naranja y sus múltiples aplicaciones industriales, resulta importante profundizar en el contexto más amplio en el que este compuesto se encuentra: los aceites esenciales. Estos extractos volátiles representan una compleja mezcla de metabolitos secundarios de origen vegetal, cuyo estudio no solo permite comprender la función ecológica y defensiva de las plantas cítricas, sino también su potencial como materia prima en sectores como la cosmética, la industria alimentaria, la farmacéutica y la limpieza (Ciriminna et al., 2014).

El término “aceite esencial” se utiliza para describir una clase particular de sustancias líquidas que se caracterizan por ser volátiles, de naturaleza lipofílica y poseer propiedades aromáticas intensas. Desde el punto de vista físico-químico, estos compuestos se caracterizan por ser en su mayoría insolubles en agua, lo que dificulta su dispersión en medios acuosos sin el uso de agentes emulsificantes. No obstante, presentan una alta solubilidad en solventes orgánicos como el alcohol etílico, el éter y diversos aceites vegetales y minerales.

Contrario a lo que sugiere su nombre, los aceites esenciales no son oleosos al tacto, ya que carecen de triglicéridos u otros lípidos típicos de los aceites convencionales. Su naturaleza volátil y su composición química los distinguen como una fracción no lipídica con propiedades aromáticas y bioactivas. En su estructura pueden identificarse diversos grupos funcionales y tipos de compuestos **tabla 2-7**, entre los que se incluyen hidrocarburos alicíclicos y aromáticos, así como sus derivados oxigenados, tales como alcoholes, aldehídos, cetonas y ésteres. Además, pueden estar presentes compuestos menos comunes, pero de alto impacto olfativo y funcional, como las sustancias azufradas y nitrogenadas. Esta diversidad química les confiere propiedades fisicoquímicas y biológicas de gran relevancia, como la actividad antimicrobiana, antifúngica, antioxidante y repelente, las cuales han sido ampliamente estudiadas y aprovechadas en diversas aplicaciones industriales (Cabra Rojas, 1998).

Tabla 2-7. Principales grupos funcionales presentes en el aceite esencial de cáscara de naranja. Fuente: Adaptado de Bakkali, et al. (2008).

Grupo funcional	Ejemplo de compuesto en el aceite	Características químicas	Relevancia en el aceite esencial
Monoterpenos hidrocarburos	D-limoneno	No contiene oxígeno; alta volatilidad; insoluble en agua	Responsable del aroma cítrico característico; actividad antimicrobiana
Alcoholes terpénicos	Linalool	Grupo -OH; solubles en solventes orgánicos; fragancia floral	Contribuye a la nota aromática; propiedades antimicrobianas
Aldehídos terpénicos	Citral (geranial y neral)	Grupo -CHO; aroma cítrico fuerte; oxidables	Uso en perfumería y saborizantes; actividad antimicrobiana
Ésteres terpénicos	Acetato de linalilo	Grupo -COOR; fragancia dulce y afrutada	Fijador de aroma; aporta estabilidad a la fragancia
Cetonas terpénicas	Carvona	Grupo =O; aroma fresco y mentolado	Uso en aromaterapia y como saborizante
Compuestos oxigenados menores	Óxidos terpénicos	Contienen oxígeno en anillo; aroma suave	Contribuyen a la complejidad del perfil aromático

Por tanto, el estudio detallado de la composición de los aceites esenciales, así como de sus mecanismos de acción y rutas de obtención sostenible, representa un campo de investigación de creciente interés dentro de la valorización de subproductos agroindustriales, como es el caso del aceite esencial de naranja. Estas sustancias son producidas de forma natural por las plantas, donde cumplen funciones específicas como parte de su metabolismo secundario, actuando en muchos casos como mecanismos de defensa frente a herbívoros, microorganismos patógenos o incluso como atrayentes de polinizadores.

Los aceites esenciales se encuentran en diferentes partes de la planta y su obtención generalmente se lleva a cabo mediante métodos físicos tradicionales, entre los cuales destacan la destilación por arrastre de vapor y la hidrodestilación **figura 2-7** (Mohammad-Taghi et al., 2008).

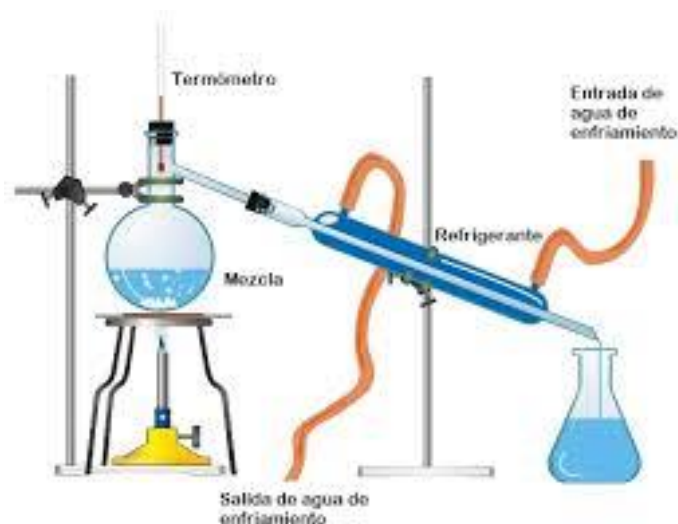


Figura 2-7. Ejemplo de destilación por arrastre de vapor

Estos procesos permiten aislar los compuestos volátiles sin alterarlos significativamente, preservando así su composición y propiedades bioactivas. Los aceites esenciales desempeñan un papel fundamental en la protección natural de las plantas, ya que actúan como agentes defensivos frente a una amplia variedad de amenazas del entorno. Estas sustancias poseen propiedades antibacterianas, antivirales, antifúngicas e insecticidas, lo que les permite inhibir el desarrollo de microorganismos patógenos y repeler o eliminar insectos que puedan causar daño a los tejidos vegetales (Ramy et al., 2010).

Gracias a su compleja composición química, los aceites esenciales interfieren en los procesos vitales de estos organismos invasores, contribuyendo así a la supervivencia y el bienestar de la planta. Además, su acción no se limita únicamente a una función defensiva directa, sino que también pueden participar en mecanismos de comunicación química entre plantas o con otros organismos, reforzando su valor ecológico dentro del entorno natural.

Los aceites esenciales poseen una composición química notablemente compleja, la cual está formada por una amplia variedad de sustancias orgánicas que interactúan entre sí para conferirles sus características únicas. Esta mezcla incluye compuestos como hidrocarburos principalmente terpenos y sesquiterpenos, así como alcoholes, aldehídos,

cetonas, ésteres, fenoles, óxidos y lactonas, entre otros. La proporción y el tipo de estos componentes varían según la especie vegetal, la parte de la planta utilizada, el clima, el suelo y el método de extracción empleado, lo que da lugar a una gran diversidad de perfiles químicos y propiedades biológicas.

Esta complejidad no solo determina el aroma y sabor de los aceites esenciales, sino que también influye en su actividad antimicrobiana, antioxidante, antiinflamatoria y terapéutica, haciéndolos altamente valorados en múltiples industrias, como la farmacéutica, cosmética, alimentaria y agrícola (B. Sulbarán. *Et al.* 2003). Algunos aceites esenciales se extraen específicamente de las células especializadas que se encuentran en el flavedo, **figura 2-8**, es decir, la parte externa y coloreada de la cáscara de los frutos cítricos, como el limón, la naranja, la mandarina y el pomelo.

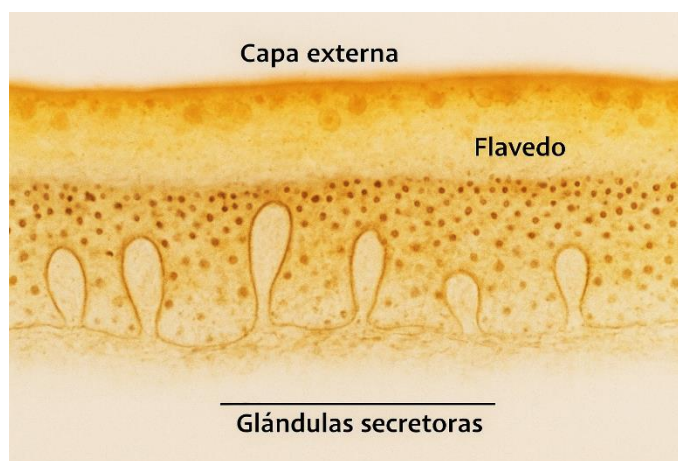


Figura 2-8. Glándulas secretoras en el flavedo de naranja.

Esta región de la fruta contiene una alta concentración de glándulas secretoras que almacenan compuestos volátiles, responsables del característico aroma fresco y cítrico de estos frutos. Durante el proceso de extracción, se liberan estos aceites esenciales conservando sus propiedades físico-químicas y biológicas. Los aceites extraídos del flavedo son particularmente ricos en monoterpenos como el d-limoneno, que no solo aportan fragancia, sino que también poseen propiedades antimicrobianas, antioxidantes y desengrasantes, lo que los hace muy útiles en diversas aplicaciones industriales, especialmente en productos de limpieza, cosmética y aromaterapia (G. Matiz. *Et al.* 2012)

2.4 Actividad antimicrobiana del D-limoneno frente a bacterias patógenas.

2.4.1 Introducción a la actividad antimicrobiana del D-limoneno.

El D-limoneno, un monoterpeno cíclico presente en altas concentraciones en aceites esenciales cítricos, ha demostrado una destacada actividad antimicrobiana frente a una amplia variedad de microorganismos patógenos. Esta acción se ha estudiado especialmente en cultivos in vitro, donde el D-limoneno ha mostrado un potente efecto inhibitorio contra bacterias tanto Gram positivas como Gram negativas.

Su mecanismo de acción implica principalmente la disrupción de la membrana celular bacteriana, alterando la permeabilidad y provocando la fuga de componentes intracelulares esenciales (Espina et al., 2011; Fisher & Phillips, 2006).

A continuación, en la **tabla 2-8**, se detalla la actividad antimicrobiana del D-limoneno frente a algunas cepas bacterianas comúnmente asociadas con enfermedades alimentarias y nosocomiales:

Tabla 2-8. Actividad antimicrobiana del D-limoneno frente a bacterias patógenas. **Fuente:** Adaptado de: Fisher & Phillips (2006), Espina et al. (2011).

Bacteria	Tipo	Zona de inhibición (mm)*	Concentración efectiva (mg/ml)
<i>Staphylococcus aureus</i>	Gram positiva	22.3 ± 0.5	2.5
<i>Staphylococcus epidermidis</i>	Gram positiva	18.5 ± 0.3	3.0
<i>Listeria monocytogenes</i>	Gram positiva	20.1 ± 0.7	2.0
<i>Escherichia coli</i>	Gram negativa	15.4 ± 0.4	5.0
<i>Salmonella enteritidis</i>	Gram negativa	14.8 ± 0.6	4.5
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Gram negativa	12.1 ± 0.5	6.0
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	Gram negativa	13.2 ± 0.4	5.5

* Medido mediante el método de difusión en disco.

Estas cifras revelan que el D-limoneno es más efectivo contra bacterias Gram positivas, probablemente debido a la estructura más simple de su pared celular, en comparación con la barrera lipopolisacárida externa de las Gram negativas, que puede dificultar la penetración de compuestos hidrofóbicos como los monoterpenos (Burt, 2004).

2.4.1.1 Mecanismo de acción del D-limoneno

El D-limoneno actúa como un disruptor de la bicapa lipídica en la membrana plasmática. Al insertarse en la membrana, desestabiliza la estructura y provoca la pérdida de integridad celular, interfiriendo con el transporte de protones y la síntesis de ATP (Fisher & Phillips, 2006). Este daño se traduce en una muerte celular rápida, lo que lo convierte en un compuesto de interés para aplicaciones antimicrobianas naturales en alimentos y productos cosméticos se observa en la **tabla 2-9**.

Tabla 2-9. Mecanismos antimicrobianos propuestos del D-limoneno. **Fuente:** Adaptado de: Fisher & Phillips (2006), Espina et al. (2011).

Mecanismo	Efecto resultante
Alteración de la membrana celular	Pérdida de permeabilidad, fuga de iones
Inhibición enzimática	Disrupción de procesos metabólicos clave
Interacción con ADN	Interferencia con la replicación
Inducción de estrés oxidativo	Producción de radicales libres

2.4.1.2 Aplicaciones prácticas del D-limoneno como antimicrobiano.

Gracias a su perfil seguro y no tóxico, el D-limoneno ha sido aprobado como aditivo alimentario por organismos como la FDA y la EFSA. Su actividad antimicrobiana ha sido estudiada para conservar alimentos frescos, prevenir el crecimiento microbiano en envases activos y formular productos de limpieza y desinfección biodegradables (Viuda-Martos et al., 2008). Además, su eficacia se ve incrementada cuando se combina con otros tratamientos como el uso de tensioactivos (por ejemplo, alquilpoliglucósidos), microencapsulación o tecnologías como ultrasonido y alta presión (Van Heck et al., 2016).

Aplicaciones en la industria alimentaria.

En este sector, el D-limoneno se emplea como agente antimicrobiano natural para extender la vida útil de alimentos perecederos como frutas, vegetales, productos cárnicos y lácteos. Estudios han demostrado que inhibe el crecimiento de bacterias patógenas como *Listeria monocytogenes*, *Salmonella enterica* y *Escherichia coli*, además de hongos productores de micotoxinas. Su incorporación en recubrimientos comestibles **figura 2-9** y envases activos permite reducir la dependencia de conservadores sintéticos, ofreciendo alternativas más saludables y sostenibles. Asimismo, se ha demostrado que el D-limoneno puede aplicarse en la desinfección de superficies en contacto con alimentos, actuando de manera comparable a sanitizantes tradicionales, pero con la ventaja de ser biodegradable y de bajo riesgo para la salud humana (Espina et al., 2011; Fisher & Phillips, 2008).

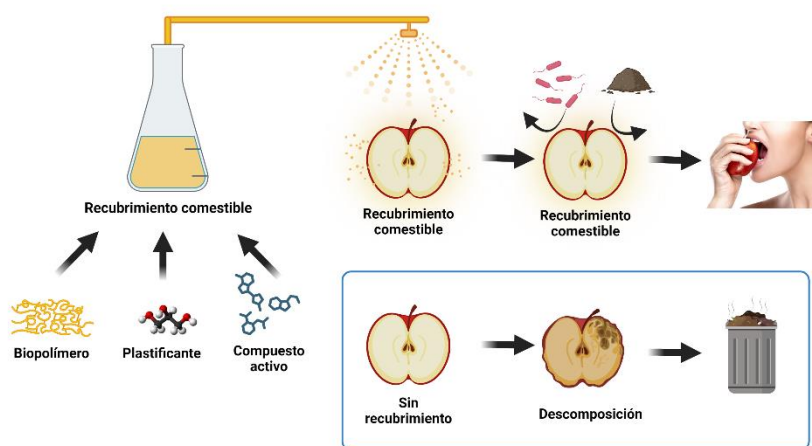


Figura 2-9. Ejemplo de recubrimiento comestible y cómo funciona.

Aplicaciones en salud y farmacología

El D-limoneno también ha sido objeto de investigaciones en el área médica y farmacéutica. Su capacidad antimicrobiana se potencia mediante combinaciones con antibióticos convencionales, reduciendo la dosis necesaria y disminuyendo la resistencia bacteriana. Además, presenta efectos antivirales, con estudios que sugieren actividad

contra virus de importancia clínica como el herpes simple y la influenza (Tao et al., 2014). Desde un punto de vista farmacológico, se utiliza en formulaciones tópicas y orales **figura 2-10**, por su capacidad antioxidante y antiinflamatoria, lo que le otorga potencial como coadyuvante en terapias de infecciones crónicas y enfermedades inflamatorias (Rivas da Silva et al., 2012).



Figura 2-10. Formulación farmacéutica ora de D-limoneno.

Aplicaciones en limpieza y desinfección

En la formulación de detergentes ecológicos y productos de limpieza, el D-limoneno ofrece una alternativa sostenible a compuestos más agresivos como las sales cuaternarias de amonio. Su carácter lipofílico le permite disolver grasas y aceites, mientras que sus propiedades antimicrobianas aseguran una acción desinfectante. Esto lo convierte en un ingrediente clave en limpiadores biodegradables con bajo impacto ambiental (Ciriminna et al., 2014).

En este sentido, se ha demostrado que los productos formulados con D-limoneno presentan mayor biodegradabilidad y menor toxicidad acuática en comparación con desinfectantes convencionales, posicionándolo como un candidato prometedor en la transición hacia químicos más verdes (Martínez-Ruiz et al., 2017).

Aplicaciones en agricultura y biotecnología ambiental

El D-limoneno también se utiliza como biopesticida natural **figura 2-11** frente a plagas agrícolas, actuando contra insectos y hongos fitopatógenos como *Aspergillus niger* y *Penicillium digitatum*, causantes de pérdidas en la postcosecha de cítricos. Además, se ha reportado su uso en el control de nematodos y en la elaboración de bioformulaciones para sustituir pesticidas sintéticos (Tao et al., 2014).

En el campo ambiental, el D-limoneno es empleado en la descontaminación de superficies industriales y en la biorremediación de suelos, gracias a su capacidad para actuar como solvente natural y antimicrobiano simultáneamente (Ciriminna et al., 2014).

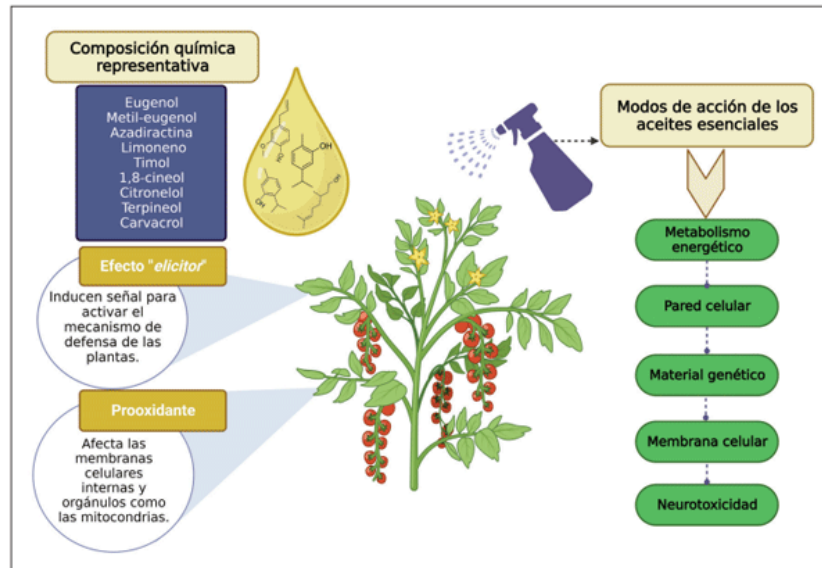


Figura 2-11. Representación del uso de aceites esenciales como pesticidas.

2.4.2 Microorganismos susceptibles al D-limoneno

Diversos estudios han reportado la eficacia del D-limoneno frente a un amplio espectro de bacterias **tabla 2-10** tanto grampositivas como gramnegativas. En condiciones in vitro, se ha observado inhibición significativa del crecimiento de cepas como *Streptococcus uberis*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Klebsiella pneumoniae*, *Pseudomonas fragi*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Salmonella*

typhimurium, *Salmonella enteritidis* y *Listeria monocytogenes* (Fisher & Phillips, 2006; Espina et al., 2011).

Tabla 2-10. Microorganismos evaluados y su sensibilidad al D-limoneno. **Fuente:** Adaptado de Fisher & Phillips (2006), Espina et al. (2011), Burt (2004).

Microorganismo	Clasificación	Sensibilidad al D-limoneno
<i>Streptococcus uberis</i>	Gram positivo	Alta
<i>Staphylococcus aureus</i>	Gram positivo	Alta
<i>Staphylococcus epidermidis</i>	Gram positivo	Media–Alta
<i>Listeria monocytogenes</i>	Gram positivo	Alta
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	Gram negativo	Media
<i>Escherichia coli</i>	Gram negativo	Media
<i>Salmonella typhimurium</i>	Gram negativo	Media
<i>Salmonella enteritidis</i>	Gram negativo	Media
<i>Pseudomonas fragi</i>	Gram negativo	Baja
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Gram negativo	Baja

La acción antimicrobiana del D-limoneno se relaciona directamente con su capacidad de interactuar con las membranas celulares bacterianas, alterando la permeabilidad y provocando la fuga de componentes intracelulares esenciales para la viabilidad de los microorganismos. Este mecanismo explica su amplio rango de acción frente a distintas especies y su potencial para emplearse en la formulación de conservadores naturales en alimentos y desinfectantes ecológicos.

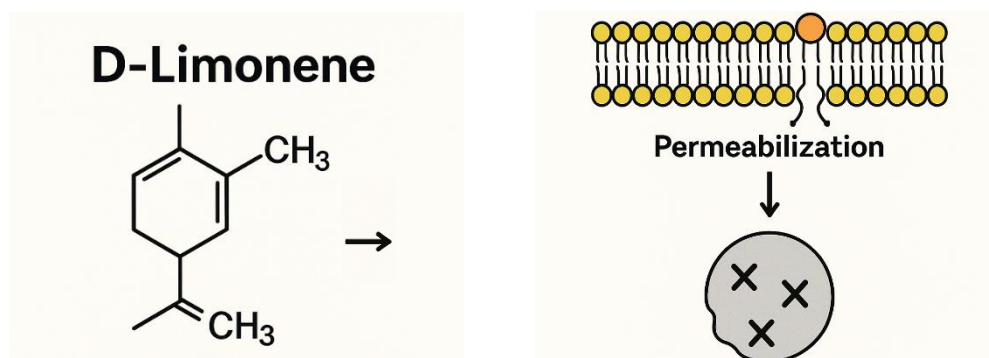


Figura 2-12. Representación de como el D-limoneno se inserta en la membrana bacteriana, causando permeabilización y muerte celular.

La sensibilidad a este compuesto varía según la especie bacteriana, siendo las bacterias grampositivas generalmente más susceptibles debido a su pared celular más permeable en comparación con las gramnegativas, que poseen una membrana externa que actúa

como barrera protectora (Burt, 2004). En este sentido, *Staphylococcus aureus* y *Listeria monocytogenes* han mostrado mayor susceptibilidad, mientras que microorganismos como *Pseudomonas aeruginosa* suelen presentar una resistencia más elevada, lo que concuerda con su reconocida capacidad para sobrevivir en ambientes hostiles y su membrana externa altamente selectiva.

Asimismo, se ha observado que la eficacia del D-limoneno no solo depende de la especie bacteriana, sino también de factores como la concentración aplicada, el tiempo de exposición y el medio en el que se encuentren las bacterias **tabla 2-11**. Por ejemplo, en matrices alimentarias ricas en grasas o proteínas, su efecto puede verse atenuado debido a interacciones con los componentes del alimento, lo que resalta la importancia de optimizar las condiciones de aplicación en contextos prácticos (Fisher & Phillips, 2006).

Tabla 2-11. Factores que afectan la eficacia antimicrobiana del D-limoneno. **Fuente:** Adaptado de Burt (2004); Fisher & Phillips (2006); Espina et al. (2011); Nazzaro et al. (2013); Bilia et al. (2014).

Factor	Descripción del efecto	Impacto en la eficacia
Concentración aplicada	A mayor concentración, mayor permeabilización de la membrana bacteriana y mayor efecto bactericida.	Incrementa la eficacia.
Tiempo de exposición	Períodos prolongados de contacto permiten una acción más profunda sobre la membrana celular.	Incrementa la eficacia.
Composición del medio	La presencia de nutrientes, sales o compuestos químicos puede modificar la actividad del D-limoneno.	Puede aumentar o reducir eficacia según el medio.
Presencia de lípidos/proteínas	Interacciones con grasas y proteínas en matrices alimentarias pueden reducir su biodisponibilidad y efecto antimicrobiano.	Disminuye la eficacia.
pH del entorno	Un pH ácido favorece la actividad antimicrobiana, mientras que un pH neutro o alcalino puede reducirla.	Variable según condiciones.
Tipo de bacteria	Gram positivas suelen ser más sensibles; Gram negativas muestran mayor resistencia debido a su membrana externa.	Define el nivel de sensibilidad.
Método de aplicación	Microencapsulación, nanoemulsiones o combinación con tensioactivos mejoran la estabilidad y liberación controlada.	Aumenta la eficacia.

Estos hallazgos apoyan la idea de que el D-limoneno puede ser una herramienta útil en estrategias de control microbiano, tanto en la industria alimentaria como en la farmacéutica, siempre que se consideren las limitaciones de su actividad frente a ciertos patógenos y las posibles barreras de la matriz donde sea aplicado (Espina et al., 2011).

2.4.3 Mecanismo de acción del D-limoneno

El modo de acción del D-limoneno implica la alteración de la integridad de la membrana celular bacteriana. Al ser un compuesto lipofílico, se inserta en la bicapa lipídica, provocando pérdida de protones, fuga de contenido intracelular, despolarización de la membrana y, finalmente, la muerte celular (Nazzaro et al., 2013).

La capacidad del D-limoneno de interactuar con los lípidos de membrana se explica por su estructura química hidrofóbica, que le permite atravesar con facilidad las capas lipídicas. Este proceso genera un desbalance osmótico, debilitando la barrera de protección de la célula bacteriana y provocando la liberación de iones y metabolitos esenciales para su supervivencia.

Además de comprometer la integridad de la membrana, la disrupción causada por el D-limoneno puede afectar directamente la respiración celular, debido a la pérdida de gradientes electroquímicos necesarios para la producción de energía. La desestabilización de la membrana mitocondrial bacteriana interfiere en la cadena de transporte de electrones y conlleva a una reducción en la síntesis de ATP, elemento fundamental para las funciones vitales de la célula

Otro aspecto relevante de este mecanismo es su acción sobre proteínas y enzimas asociadas a la membrana. Se ha sugerido que el D-limoneno induce cambios conformacionales en estas biomoléculas, afectando procesos como la captación de nutrientes y la excreción de desechos.

En consecuencia, el microorganismo pierde capacidad metabólica y defensiva, lo que favorece su eliminación. En conjunto, estos efectos confirman que el D-limoneno ejerce un mecanismo bactericida multifactorial: primero, compromete la integridad estructural

de la membrana; segundo, altera la homeostasis celular y el metabolismo energético; y tercero, interfiere con sistemas enzimáticos de defensa.

Esta combinación explica su eficacia frente a un amplio rango de bacterias, tanto Gram positivas como Gram negativas, y lo convierte en un compuesto de interés para el desarrollo de agentes antimicrobianos naturales y biodegradables (Nazzaro et al., 2013).

2.4.4 Limitaciones y líneas futuras de investigación

A pesar de sus ventajas, el D-limoneno puede presentar limitaciones en cuanto a estabilidad frente a la oxidación y volatilidad. Su naturaleza química lo hace susceptible a degradarse en presencia de oxígeno, luz y temperaturas elevadas, lo que puede reducir su eficacia antimicrobiana durante el almacenamiento o en condiciones de uso real.

Asimismo, su volatilidad representa un reto cuando se requiere mantener concentraciones efectivas en aplicaciones prolongadas, ya que tiende a evaporarse con facilidad, disminuyendo la actividad biológica disponible (Bilia et al., 2014). Por esta razón, nuevas investigaciones se centran en mejorar su formulación mediante el uso de nanoemulsiones o encapsulación en polímeros biodegradables.

Estas tecnologías permiten no solo proteger al D-limoneno frente a procesos de oxidación y evaporación, sino también regular su liberación de manera controlada, asegurando una acción sostenida en el tiempo y optimizando su biodisponibilidad en matrices complejas. De esta manera, se incrementa su aplicabilidad en sectores como la industria alimentaria, farmacéutica y de limpieza, donde se requiere una eficacia prolongada.

Además, se explora su uso combinado con otros antimicrobianos naturales con el fin de generar sinergias. Estas combinaciones no solo potencian la eficacia global del tratamiento, sino que permiten reducir la dosis requerida de D-limoneno, lo cual es beneficioso para minimizar costos de producción y riesgos de posibles efectos secundarios. Entre los enfoques más prometedores se encuentran las mezclas con otros compuestos bioactivos de aceites esenciales y con agentes antimicrobianos de origen

vegetal, lo que abre un panorama de soluciones más sostenibles y seguras frente a patógenos resistentes (Bilia et al., 2014).

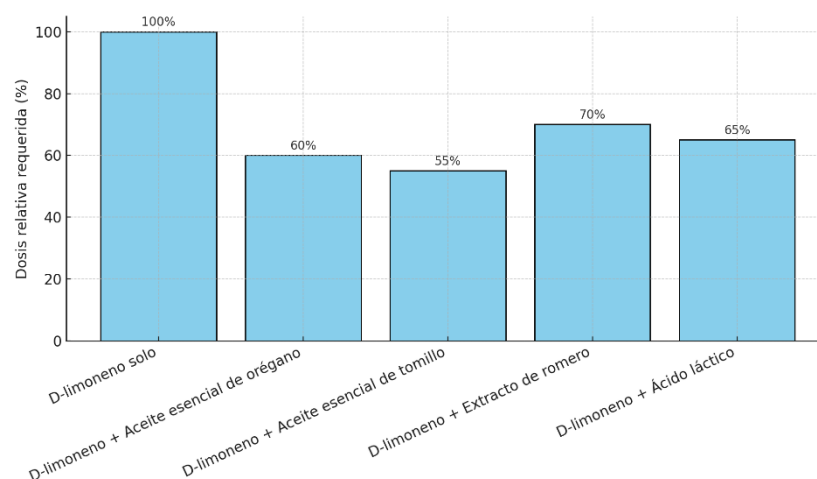


Figura 2-13. Reducción de dosis de D-limoneno en conjunto con antimicrobianos naturales.

- El D-limoneno utilizado solo se considera la referencia con 100% de dosis.
- Al combinarse con aceite esencial de orégano y aceite esencial de tomillo, la dosis requerida se reduce drásticamente (40–45%), mostrando un fuerte efecto sinérgico.
- La combinación con extracto de romero y ácido láctico también reduce la dosis, aunque en menor medida (30–35%).

Finalmente, las líneas futuras de investigación también se orientan a evaluar el impacto ambiental y toxicológico de aplicaciones a gran escala del D-limoneno, así como a estudiar su eficacia en condiciones reales más allá de los ensayos in vitro. Esto incluye analizar su desempeño en matrices alimentarias complejas, superficies industriales y entornos clínicos, con el objetivo de consolidarlo como un antimicrobiano natural confiable, seguro y sostenible.

CAPITULO 3: EXTRACCIÓN Y EVALUACIÓN DEL D-LIMONENO CONTENIDO EN EL ACEITE ESENCIAL DE NARANJA, SU INTEGRACIÓN EN DETERGENTES ECOLÓGICOS Y ANÁLISIS DE SU DESEMPEÑO EN EL MEDIO ACUOSO.

3.1 Extracción del aceite esencial de cáscará de naranja, para la obtención del d-limoneno.

Para la obtención del D-limoneno, compuesto mayoritario presente en el aceite esencial de naranja, se utilizaron cáscaras de naranja como materia prima. Estas cáscaras fueron recolectadas a partir de los residuos generados por un establecimiento dedicado a la venta de jugos naturales **figura 3-1**, localizado específicamente sobre la calle Carlos López Zertuche, en las proximidades de la calle Niño Artillero, en la ciudad de San Luis Potosí, S.L.P.

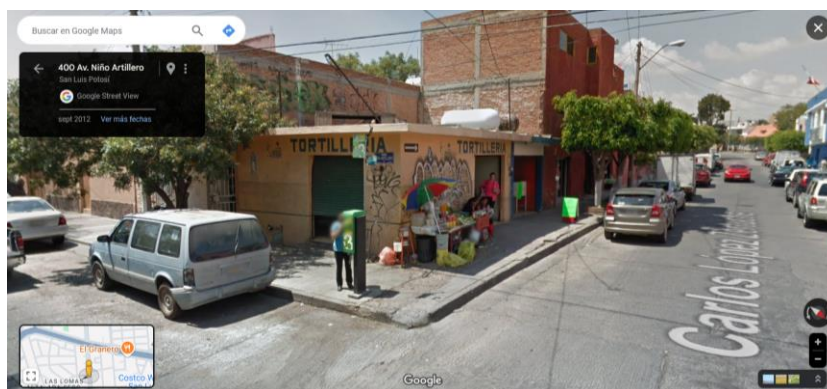


Figura 3-1. Establecimiento dedicado a la venta de jugos naturales en donde se consiguió la cáscara de naranja.

Cabe destacar que las cáscaras de naranja utilizadas para este propósito corresponden a un residuo común en este tipo de negocios, ya que durante la preparación del jugo se descarta una gran cantidad de material orgánico que, de no aprovecharse, termina siendo desechado como basura. Este tipo de residuo se puede conseguir de manera sencilla en diversos puestos de jugos ubicados en distintos puntos de la ciudad, lo cual representa una fuente abundante y accesible para fines de investigación y aprovechamiento sustentable **figura 3-2**.



Figura 3-2. Residuos de cáscara de naranja utilizados.

Una vez recolectadas, las cáscaras fueron trasladadas cuidadosamente al laboratorio de tratamiento de aguas residuales, el cual se encuentra en el edificio “L” de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Este laboratorio cuenta con el equipamiento necesario para llevar a cabo procesos de separación, análisis y extracción de compuestos de interés a partir de residuos orgánicos. Una vez en el laboratorio, las cáscaras fueron sometidas a un procedimiento de limpieza y preparación para su posterior procesamiento.

El primer paso consistió en la remoción manual de los restos de endocarpio. Esta remoción fue realizada cuidadosamente con el fin de evitar la presencia de residuos orgánicos adicionales que pudieran interferir en el proceso de extracción del aceite esencial, asegurando así una mayor pureza y rendimiento en la obtención del D-limoneno.



Figura 3-3. Tratamiento de la cáscara de naranja.

El endocarpio es la parte más interna del pericarpio en los frutos cítricos y representa la fracción comestible que se consume directamente. Desde un punto de vista anatómico, está conformado por una serie de estructuras vesiculares llenas de jugo, conocidas como

sacos de jugo o vesículas celulares, que almacenan la mayor parte del contenido líquido y soluble del fruto. Estas vesículas se agrupan formando los segmentos o gajos que caracterizan a frutas como la naranja, el limón, la toronja y la mandarina. En conjunto, el endocarpio representa la unidad funcional más importante desde el punto de vista nutricional y sensorial de los frutos cítricos, al ser responsable de la liberación del sabor, aroma y frescura que se asocian con su consumo (Gorinstein et al., 2001).

Desde la perspectiva bioquímica, el endocarpio contiene una rica mezcla de compuestos esenciales que contribuyen tanto a la calidad organoléptica como al valor nutricional de los frutos. Entre estos compuestos se incluyen azúcares como la glucosa, fructosa y sacarosa, ácidos orgánicos principalmente ácido cítrico y málico, vitaminas como la vitamina C, flavonoides, antioxidantes y fitonutrientes que han demostrado beneficios para la salud humana (Rapisarda et al., 2008). Estas sustancias no solo aportan al sabor y valor nutricional del fruto, sino que también poseen propiedades funcionales con aplicaciones en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética.

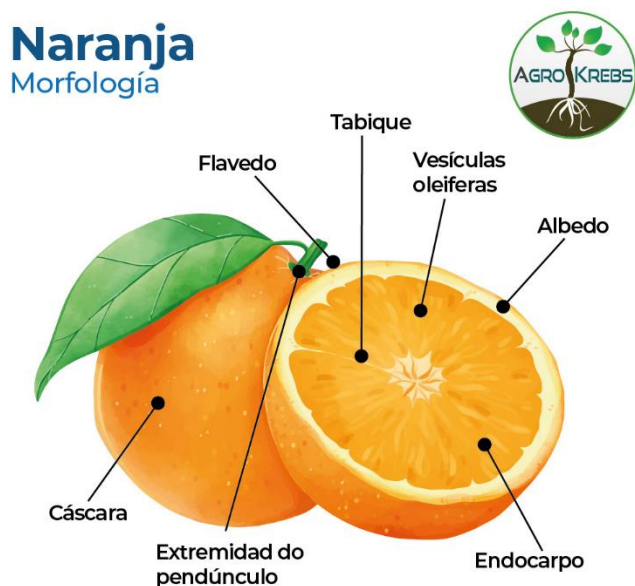


Figura 3-4. Morfología de la naranja

La proporción del endocarpio con respecto al peso total del fruto es un factor crítico para determinar el rendimiento y la eficiencia de los procesos industriales que utilizan cítricos como materia prima. En especies como la naranja dulce (*Citrus sinensis*), la mandarina

(*Citrus reticulata*) y el pomelo (*Citrus paradisi*), el endocarpio puede llegar a constituir entre el 65% y el 70% del peso total del fruto **tabla 3-1** (FAO, 2017). Esto significa que estas especies ofrecen un alto rendimiento en términos de producción de jugo y derivados líquidos, lo que las hace altamente competitivas y preferidas en industrias como la de jugos naturales, néctares y bebidas procesadas.

Tabla 3-1. Proporción de las partes anatómicas de la naranja. Fuente: Adaptado de FAO (2017).

Parte de la fruta	Denominación botánica	Proporción aproximada (%)	Observaciones principales
Exocarpio (flavedo)	Capa externa coloreada	5 – 10 %	Rica en glándulas secretoras que contienen aceites esenciales, principalmente D-limoneno y pigmentos carotenoides.
Mesocarpio (albedo)	Capa blanca interna	15 – 20 %	Fuente importante de pectinas, fibras solubles e insolubles; utilizado en la industria alimentaria como gelificante.
Endocarpio (pulpa y jugo)	Vesículas de jugo	65 – 70 %	Principal parte comestible, rica en azúcares, vitamina C, flavonoides y agua.
Semillas	Óvulos fecundados	0 – 5 %	Contienen aceites grasos, proteínas y compuestos fenólicos con potencial uso industrial.

Por otro lado, en especies como el limón (*Citrus limon*), la proporción de parte comestible suele ser menor, oscilando entre el 65% y el 70% del peso total. Este menor rendimiento puede atribuirse principalmente a la estructura anatómica del fruto, que posee una cáscara más gruesa y un mesocarpio más desarrollado, lo cual deja menos espacio para el desarrollo de los sacos de jugo (Kader, 2002).

Además, el contenido de jugo por unidad de fruta en los limones suele ser menor, aunque más concentrado en compuestos ácidos y aromáticos. Estas características hacen que el limón sea más utilizado en aplicaciones culinarias especializadas, como aderezos, salsas, repostería, infusiones y bebidas alcohólicas, o bien para la obtención de ácido cítrico y aceites esenciales.

Cabe destacar que la proporción y calidad del endocarpio no son parámetros fijos, sino que están fuertemente influenciados por una variedad de factores agronómicos y ambientales. Entre ellos se incluyen el tipo de suelo, el régimen hídrico, las condiciones climáticas, la altitud, las prácticas de fertilización, el uso de reguladores de crecimiento y el manejo postcosecha (Khalid et al., 2019). Incluso dentro de una misma especie, diferentes variedades pueden presentar rendimientos muy distintos en cuanto a pulpa y jugo, debido a variaciones genéticas. Por ejemplo, ciertas variedades de naranja como la “Valencia” o la “Washington Navel” presentan diferencias marcadas en el contenido de jugo, el espesor de la cáscara y la facilidad de pelado, lo que condiciona su uso comercial (USDA, 2020).

Desde el punto de vista comercial e industrial, la proporción del endocarpio y su contenido nutricional determinan en gran medida la viabilidad económica de los cultivos cítricos. En la industria del jugo, se prefieren variedades con mayor contenido de jugo y menor proporción de cáscara, ya que esto se traduce en una mayor eficiencia en la extracción del producto deseado. Por el contrario, para la industria de aceites esenciales y pectinas, se valora más la cáscara y otras partes del fruto. Esta dualidad de usos permite el aprovechamiento integral del cítrico, reduciendo los residuos y promoviendo esquemas de economía circular (Bocco et al., 2017).

El aprovechamiento de los subproductos del endocarpio y su conversión en productos de valor agregado, como suplementos alimenticios, biopolímeros, cosméticos o bioenergía, representa una oportunidad para fortalecer la cadena de valor de los cítricos y promover un desarrollo agroindustrial más equilibrado y responsable con el medio ambiente (Kwak et al., 2014).

Se llevaron a cabo diversas pruebas experimentales con el objetivo de lograr una extracción eficiente del aceite esencial contenido en la cáscara de naranja. Como primer paso, se procedió a cortar manualmente las cáscaras de naranja en pequeños fragmentos, de aproximadamente uno a dos centímetros de longitud **Figura 3-5**, con el fin de facilitar su manejo posterior durante el proceso de extracción. Esta reducción del tamaño de partícula se realizó con ayuda de cuchillos de acero inoxidable previamente

desinfectados, para evitar la introducción de contaminantes externos que pudieran interferir en la composición del aceite o en los resultados del análisis.



Figura 3-5. Corte de cáscara de naranja en pedazos pequeños

El corte en pedazos pequeños permite aumentar la superficie de contacto del material con el agente extractor, optimizando así la liberación del aceite esencial desde las glándulas oleosas ubicadas principalmente en la epidermis externa del fruto. Es importante mencionar que el aceite esencial en los cítricos, como la naranja, se encuentra almacenado en vesículas especializadas que forman parte del flavedo, es decir, la parte más externa de la cáscara. Estas vesículas se rompen fácilmente mediante la acción mecánica del corte, lo cual facilita su posterior recolección mediante técnicas físicas o químicas.

El tamaño de las partículas también influye directamente en la eficiencia del proceso de extracción, ya que al disminuir la dimensión de los fragmentos se promueve una mejor penetración del calor o del disolvente utilizado, dependiendo del método empleado ya sea destilación por arrastre de vapor, prensado en frío, extracción con solventes orgánicos, entre otros. De igual forma, se asegura una mayor homogeneidad en la muestra, lo que permite reproducir de manera más consistente las condiciones experimentales y comparar adecuadamente los resultados obtenidos en cada una de las pruebas (González-Mas et al., 2011).

Una vez fragmentadas, las cáscaras se lavaron con agua destilada durante 3 minutos y fueron colocadas en recipientes adecuados para su uso posterior **figura 3-6**, asegurando su conservación temporal hasta el momento de la extracción. Esta etapa inicial de preparación es crítica dentro del esquema general del proceso, ya que determina en buena

medida la calidad del aceite esencial extraído, así como su rendimiento. Adicionalmente, una adecuada manipulación del material desde el inicio garantiza que se minimicen las pérdidas de compuestos volátiles, los cuales son altamente susceptibles a la evaporación cuando se exponen al ambiente o a temperaturas elevadas.



Figura 3-6. Resguardo de la cáscara de naranja después del lavado.

Una vez obtenida y preparada la materia prima en este caso, la cáscara de naranja previamente seca mediante tratamiento térmico. Para cada extracción se emplearon 100 gramos de cáscara y 300 mL de agua destilada, manteniendo así proporciones constantes que aseguran la estandarización del procedimiento.



Figura 3-7. Pesado de la cáscara de naranja necesaria.

El método de infusión acuosa, aunque más simple desde el punto de vista instrumental, también es útil en situaciones donde no se dispone de equipamiento especializado. En este caso, la cáscara se hierve en agua, permitiendo que parte de los aceites y otros fitoquímicos solubles o parcialmente solubles sean liberados al medio.

Aunque esta técnica puede presentar una menor eficiencia de extracción y menor pureza en comparación con el arrastre de vapor, sigue siendo útil para estudios exploratorios o para aplicaciones donde el extracto completo, y no solo el aceite esencial, es de interés (Bakkali et al., 2008).

3.1.1 Aplicación de Alquilpoliglucósidos como Tensioactivos Verdes en la Optimización de la Extracción de Aceite Esencial de Cáscara de Naranja.

Adicionalmente, en cada uno de estos procesos se incorporó un aditivo tecnológico innovador: alquilpoliglucósidos **figura 3-8**, que cumplen la función de tensioactivos no iónicos.

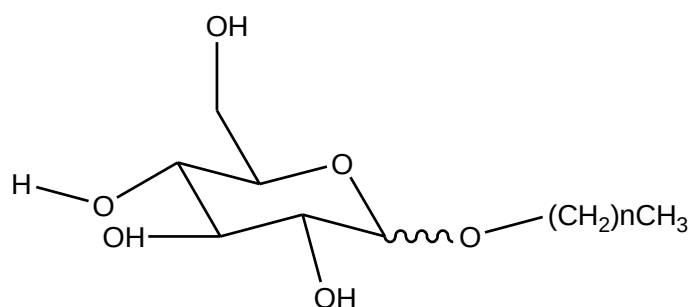


Figura 3-8. Estructura de los alquilpoliglucósidos

Los alquilpoliglucósidos se sintetizan a partir de materias primas renovables como la D-glucosa (procedente del almidón) y alcoholes grasos obtenidos de aceites vegetales (Hill et al., 2012). Estos tensioactivos han ganado importancia en las últimas décadas debido a su alta biodegradabilidad, baja toxicidad, y su compatibilidad ecológica, lo que los convierte en una alternativa más sostenible frente a otros surfactantes convencionales (Rosen & Kunjappu, 2012).

Desde el punto de vista químico, los alquilpoliglucósidos presentan una estructura bifásica: una parte polar que es la glucosa y una parte apolar como lo es una cadena hidrocarbonada, lo cual les permite posicionarse en la interfase entre agua y aceite, reduciendo la tensión superficial y permitiendo la formación de emulsiones estables. Esta propiedad es particularmente útil en la extracción de aceites esenciales, ya que facilita la liberación del aceite atrapado en la matriz vegetal y su dispersión uniforme en la fase acuosa, mejorando así la recuperación del producto (Van Heck et al., 2016) podemos observar algunos ejemplos de ellos en la **tabla 3-2**.

Tabla 3-2. Ejemplos de alquilpoliglucósidos (APG), sus nombres y fuentes de obtención. **Fuente:** Adaptado de BASF Care Creations (2021).

Nombre común	Fórmula	Fuente principal de obtención	Observaciones
Decil poliglucósido (Decyl glucoside)	$C_{10}H_{21}-(O-C_6H_{10}O_5)_n-H$	Glucosa (maíz, trigo) + alcohol graso C10 (aceite de coco o palma)	Muy usado en champús, geles y detergentes ecológicos.
Lauril poliglucósido (Lauryl glucoside)	$C_{12}H_{25}-(O-C_6H_{10}O_5)_n-H$	Glucosa + alcohol laurílico (aceite de palma/coco)	Excelente compatibilidad dérmica, empleado en cosmética natural.

Coco poliglucósido (Coco glucoside)	Mezcla C8–C16 + glucosa	Derivado del aceite de coco y maíz	Usado como surfactante no iónico biodegradable.
Caprilil/Capril glucósido (Caprylyl/Capryl glucoside)	$C_8-C_{10}-(O-C_6H_{10}O_5)_n-H$	Glucosa + alcoholes grasos de aceite de coco o palma	Aumenta la solubilidad de aceites esenciales en detergentes y cosméticos.
Hexil glucósido (Hexyl glucoside)	$C_6H_{13}-(O-C_6H_{10}O_5)_n-H$	Glucosa + alcohol graso C6	Uso limitado, principalmente en formulaciones especiales.

La adición de alquilpoliglucósido durante la extracción tiene además la ventaja de que no interfiere con los perfiles aromáticos del aceite ni introduce contaminantes que dificulten su posterior uso industrial, ya que estos compuestos son generalmente considerados seguros para aplicaciones cosméticas, farmacéuticas y alimentarias (Huang et al., 2019).

Estudios recientes han demostrado que la inclusión de tensioactivos verdes como los alquilpoliglucósidos puede incrementar significativamente el rendimiento del proceso extractivo, especialmente cuando se trabaja con matrices secas o parcialmente secas donde la liberación de compuestos volátiles se ve limitada por la rigidez celular de la biomasa (Sánchez-González et al., 2021). Además, los alquilpoliglucósidos contribuyen a reducir la formación de emulsiones difíciles de separar, un problema común en extracciones con matrices húmedas.

En este trabajo, la aplicación de alquilpoliglucósido tuvo como finalidad mejorar la eficiencia de ambos métodos, tanto en matrices húmedas como secas, y optimizar la recuperación del D-limoneno, compuesto mayoritario en el aceite esencial de naranja, conocido por sus propiedades antioxidantes, antimicrobianas y aromáticas (Viuda-Martos et al., 2010). Asimismo, se planteó un enfoque experimental sustentado en principios de química verde, donde se priorizó el uso de materiales biodegradables, procedimientos de bajo impacto ambiental y un aprovechamiento integral de residuos agroindustriales, en este caso provenientes de puestos de jugo de naranja. De esta manera, la combinación de técnicas tradicionales como el arrastre de vapor con compuestos modernos y sostenibles

como los alquilpoliglucósidos representa un avance importante hacia procesos extractivos más eficientes, económicos y ecológicamente responsables. La experimentación comparativa entre las diferentes condiciones también permitió establecer las bases para futuras optimizaciones del proceso y posibles escalados industriales.

3.2 Tipos de extracción realizados.

Como parte del desarrollo experimental para la obtención del aceite esencial de naranja, se aplicaron dos diferentes variantes del método de infusión con el objetivo de evaluar la influencia de dos variables clave: el contenido de humedad de la cáscara y la incorporación de un tensioactivo no iónico, específicamente el alquilpoliglucósido.

Las pruebas se diseñaron de tal forma que permitieran comparar el rendimiento de extracción bajo diferentes concentraciones de alquilpoliglucósido y distintos tiempos de reposo. Se utilizó una cantidad constante de 100 gr de cáscara de naranja y 300 mL de agua destilada en todas las pruebas, y las variaciones se enfocaron únicamente en el tipo de cáscara, seca o húmeda, el porcentaje de alquilpoliglucósido y el tiempo de exposición a la infusión.

A continuación, se describen los seis tratamientos principales realizados:

3.2.1 Extracciones con cáscara seca.

Para estas pruebas se utilizó cáscara de naranja previamente deshidratada a 90 °C durante 24 horas en estufa de laboratorio. El objetivo fue observar el comportamiento de la matriz vegetal en ausencia de humedad interna y la capacidad del alquilpoliglucósido para facilitar la extracción de compuestos como el D-limoneno el sistema utilizado se observa en la **figura 3-9**.

1. Infusión con cáscara seca sin alquilpoliglucósido:

Se utilizaron 100 gramos de cáscara seca en 300 mL de agua destilada. Este tratamiento sirvió como grupo control para comparar la eficiencia sin la intervención del tensioactivo.

2. Infusión con cáscara seca y 0.5% de alquilpoliglucósido:

En esta prueba, la misma cantidad de cáscara fue tratada con una solución acuosa al 0.5% de alquilpoliglucósido, buscando evaluar los primeros efectos del tensioactivo a baja concentración.

3. Infusión con cáscara seca y 1% de alquilpoliglucósido:

Se incrementó la concentración del surfactante al 1%, con la intención de analizar si una mayor disponibilidad de alquilpoliglucósido permitía una emulsificación más eficiente de los aceites esenciales y, por tanto, una mejor extracción.

4. Infusión con cáscara seca y 1.5% de alquilpoliglucósido:

Esta prueba utilizó una concentración superior de alquilpoliglucósido, permitiendo determinar si existe una diferencia de saturación o si las propiedades del tensioactivo continúan mejorando la eficiencia extractiva con el aumento de su concentración.



Figura 3-9. Cáscara seca y puesta en infusión.

3.2.2 Extracciones con cáscara húmeda y evaluación por tiempo de reposo

Con la finalidad de simular condiciones más cercanas al residuo fresco tal como se

obtiene en un puesto de jugos, también se realizaron pruebas con cáscara húmeda, es decir, sin proceso de deshidratación previo. En este conjunto de pruebas, se evaluó no sólo la presencia del alquilpoliglucósido, sino también el tiempo de reposo como una variable adicional que pudiera influir en la liberación de compuestos bioactivos al medio líquido.

5. Cáscara húmeda con 1 % de alquilpoliglucósido:

Se utilizó la misma proporción de cáscara y agua, agregando 1% de alquilpoliglucósido. Las muestras fueron almacenadas en condiciones controladas y analizadas tras diferentes periodos de reposo: 1 día, 3 días, 2 semanas y 3 semanas. El objetivo fue determinar si el tiempo de exposición prolongado mejora la extracción mediante procesos pasivos de difusión.

6. Cáscara húmeda sin alquilpoliglucósido:

Finalmente, se repitió el mismo protocolo del punto 1, pero sin la adición de alquilpoliglucósido, de modo que fuera posible comparar directamente los efectos de la emulsificación frente al comportamiento natural de la extracción pasiva. Al igual que en el caso anterior, se analizaron varias muestras en los mismos intervalos temporales.



Figura 3-10. Cáscara húmeda y sistema de infusión, alquilpoliglucósido.

3.3 Procedimiento experimental para las extracciones por infusión

Una vez definidas las condiciones experimentales para cada tratamiento, se procedió a

realizar las extracciones por el método de infusión, el cual consistió en la combinación de la matriz vegetal que es la cáscara de naranja con agua y, en algunos casos, con la adición de alquilpoliglucósido en diferentes concentraciones. Este método fue elegido por su simplicidad, bajo costo energético y por ser adecuado para evaluar la eficacia de surfactantes biodegradables en la extracción de aceites esenciales, particularmente del D-limoneno, principal componente del aceite esencial de naranja (Sánchez-González et al., 2021).

3.3.1 Preparación y calentamiento de las muestras

Para las extracciones correspondientes a las muestras 1 a 4 (ver sección 3.2), se utilizaron 100 gramos de cáscara seca por cada prueba. Las muestras fueron colocadas en vasos de precipitado de 1000 mL, y se añadieron 300 mL de agua destilada, lo cual representó el 100% del volumen líquido base en cada tratamiento. A esta base líquida se le incorporaron diferentes concentraciones del tensioactivo alquilpoliglucósido, según el diseño experimental. Las cantidades añadidas fueron las siguientes:

- **Extracción 2: 0.5% de alquilpoliglucósido** : se añadieron 1.5 mL de alquilpoliglucósido
- **Extracción 3: 1% de alquilpoliglucósido**: se añadieron 3 mL.
- **Extracción 4: 1.5% de alquilpoliglucósido**: se añadieron 4.5 mL.

Cada mezcla fue cuidadosamente cubierta con papel aluminio para evitar la pérdida por evaporación y contaminación externa. Posteriormente, los vasos de precipitado se colocaron sobre placas de calentamiento y se llevaron a ebullición, alcanzando temperatura aproximada de 100 °C en la base del recipiente. Este paso de calentamiento promovió la liberación de compuestos volátiles como el D-limoneno al medio acuoso, facilitando su extracción, especialmente en presencia del surfactante, el cual ayuda a disolver y estabilizar los compuestos hidrofóbicos en solución acuosa (Rosen & Kunjappu, 2012).

Tras alcanzar el punto de ebullición, se dejó que las mezclas se enfriaran a temperatura ambiente durante 30 minutos, permitiendo la decantación natural de sólidos y la estabilización de la fase líquida antes de proceder al filtrado.

3.3.2 Filtrado y aprovechamiento del residuo sólido

Después del enfriamiento, las mezclas correspondientes a las extracciones 1, 2, 3 y 4 fueron filtradas por decantación, con el fin de separar la fracción sólida ósea la cáscara del líquido obtenido, el cual contiene el extracto rico en compuestos esenciales. La cáscara restante no fue descartada como residuo convencional. En lugar de ello, fue destinada a procesos de compostaje para la elaboración de abono orgánico, lo cual permitió implementar un enfoque de economía circular, reduciendo la generación de residuos y promoviendo el aprovechamiento integral de los subproductos de la naranja. Esta estrategia es coherente con principios de sostenibilidad en procesos agroindustriales, que buscan minimizar la huella ecológica (Ayala-Zavala et al., 2011).

3.3.3 Tratamientos por reposo prolongado en refrigeración

En el caso de las extracciones 5 y 6, donde se utilizó cáscara húmeda, se aplicó de igual manera calentamiento, las mezclas se prepararon de igual forma en vasos de precipitado con 300 mL de agua, y con la adición de alquilpoliglucósido al 1% únicamente en el caso de la extracción 5.

Estas mezclas fueron almacenadas en refrigeración aproximadamente a 4 °C y se dejaron en reposo durante distintos intervalos de tiempo: 1 día, 3 días, 2 semanas y 3 semanas. Esta modalidad permitió observar la extracción pasiva de compuestos, basada en la solubilización y difusión de componentes desde la cáscara hacia el medio acuoso, influenciada por la presencia o ausencia de tensioactivos. Se espera que, en este tipo de extracción, el tiempo de contacto prolongado pueda compensar la ausencia de energía térmica, permitiendo una extracción más lenta pero efectiva, especialmente para compuestos volátiles y solubles (Putnik et al., 2017).

3.3.4 Almacenamiento y conservación de los extractos

Todas las infusiones obtenidas, sin excepción, fueron cuidadosamente etiquetadas, indicando tipo de muestra, concentración de alquilpoliglucósido, fecha de elaboración y tiempo de reposo. Posteriormente, fueron almacenadas en refrigeración a una temperatura controlada de 4 °C para su posterior análisis fisicoquímico y cromatográfico. El almacenamiento en frío es esencial para preservar la estabilidad de los compuestos

volátiles presentes en el aceite esencial, que podrían degradarse o evaporarse a temperatura ambiente. Además, la refrigeración inhibe el crecimiento microbiológico, lo cual es fundamental para mantener la integridad de las muestras (Burt, 2004).

3.4 Análisis de la concentración de d-limoneno en las distintas extracciones.

El análisis de la concentración de D-limoneno en los diferentes extractos obtenidos de cáscara de naranja dulce fue realizado mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas, esta es una técnica analítica altamente sensible y selectiva para la identificación y cuantificación de compuestos orgánicos volátiles y semivolátiles presentes en matrices complejas.

Esta técnica es ampliamente utilizada en el análisis de aceites esenciales debido a su capacidad para separar mezclas multicomponente y proporcionar información estructural de los analitos (Mondello et al., 2003). El objetivo principal de este análisis fue cuantificar la cantidad de D-limoneno en los aceites esenciales obtenidos por los métodos descritos en los apartados 3.2 y 3.3. Esta información es crucial para evaluar la eficiencia de cada método de extracción, así como para determinar cuál de ellos resulta más eficaz en la obtención de D-limoneno, el principal componente bioactivo del aceite esencial de naranja, conocido por sus propiedades antimicrobianas, antioxidantes y antiinflamatorias (Fisher & Phillips, 2008). Para preparar las muestras destinadas al análisis por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas, se siguió el siguiente protocolo:

1. **Preparación de muestras:** Se colocó 1 mL del extracto de aceite esencial en tubos de polipropileno cónicos, comúnmente conocidos como tubos tipo córner. A cada tubo se le añadió 1 mL de hexano de grado cromatográfico, utilizado como disolvente para diluir y estabilizar los compuestos volátiles **figura 3-11**.



Figura 3-11. Preparación de la muestra añadiendo hexano y extracto.

2. **Homogenización:** La mezcla fue sometida a agitación utilizando un vortex durante un periodo de 3 minutos, con el fin de garantizar la correcta solubilización de los compuestos volátiles en la fase orgánica, así como una distribución homogénea de los analitos.
3. **Separación de fases:** Los tubos fueron colocados en una centrífuga y sometidos a una velocidad de 3500 rpm durante 5 minutos. Este paso permitió una separación más clara entre la fase orgánica que se encontraba en la parte superior y cualquier residuo acuoso o sólido remanente en la muestra **figura 3-12**.

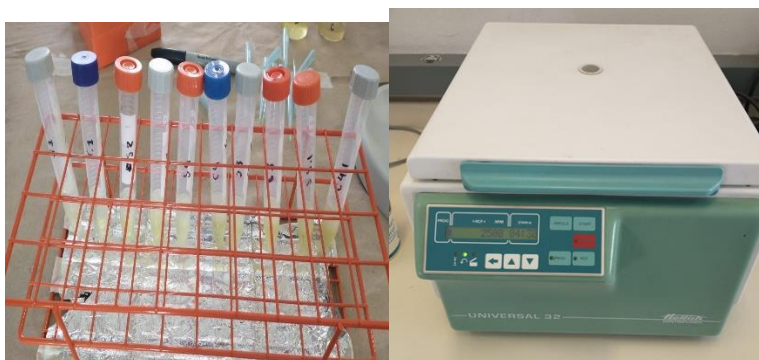


Figura 3-12. Separación de fases con ayuda de una centrifuga.

4. **Toma de alícuotas y análisis:** Con el uso de una micropipeta de 200 μL se extrajeron aproximadamente 150 μL de la fase orgánica, cuidando de no arrastrar impurezas ni otras fases **figura 3-13**. Esta alícuota fue transferida cuidadosamente a viales de vidrio ámbar, compatibles con el sistema de inyección automática del equipo cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas.



Figura 3-13. Resguardo de las muestras en viales para CG-M

Una vez acondicionadas las muestras, fueron inyectadas en el sistema de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas **figura 3-14**.



Figura 3-14. Equipo de cromatografía acoplada a masas.

La elección de la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas como técnica analítica responde a su capacidad de proporcionar tanto un perfil cualitativo esto quiere decir la identificación de los compuestos mediante comparación de espectros de masas con bases de datos como cuantitativo que significa la determinación de la concentración mediante el área de los picos cromatográficos. En este estudio, se utilizó una curva de calibración previamente construida (**ver anexo 2**) a partir de soluciones estándar de D-limoneno de pureza certificada >98%, con concentraciones conocidas, lo que permitió establecer una relación lineal entre la concentración del analito y el área del pico correspondiente.

3.4.1 Principio de la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas.

La cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas es una técnica instrumental híbrida que integra dos métodos poderosos: la cromatografía de gases y la espectrometría de masas. Esta combinación permite realizar análisis cualitativos y cuantitativos altamente sensibles de mezclas complejas, como los aceites esenciales, en los que se busca determinar compuestos específicos como el D-limoneno (Sparkman et al., 2011; Konda et al., 2015).

En la etapa de cromatografía de gases, la muestra es vaporizada e inyectada en una columna capilar que contiene una fase estacionaria, habitualmente un polímero de baja polaridad. Un gas portador inerte, como helio o nitrógeno, arrastra los analitos a través de la columna. La separación de los componentes ocurre debido a las diferencias en su interacción con la fase estacionaria y a sus distintos puntos de ebullición, lo que resulta en diferentes tiempos de retención (Poole, 2012).

Tras la separación, los compuestos entran en el espectrómetro de masas, donde se produce su ionización. La forma más común de ionización en GC-MS es el impacto electrónico, el cual consiste en bombardear los analitos con un haz de electrones de alta energía generalmente 70 eV, lo que genera fragmentos cargados característicos del compuesto original (Gross, 2017). En algunos casos, también se puede emplear ionización química, que produce menos fragmentación y es útil para obtener el ion molecular intacto.

Los iones generados son separados de acuerdo con su relación masa/carga (m/z) en un analizador de masas, que puede ser de tipo trampa de iones, cuadrupolo o tiempo de vuelo. Cada compuesto produce un espectro de masas único, que representa la distribución y abundancia relativa de los fragmentos obtenidos, actuando como una "huella digital" química del analito (de Oliveira et al., 2018).

Estos espectros pueden ser comparados con bibliotecas de referencia como las del National Institute of Standards and Technology o Wiley Registry, permitiendo la identificación precisa de los compuestos. Este enfoque es particularmente útil en el análisis de aceites esenciales, donde la matriz es compleja y los compuestos volátiles tienen estructuras similares (Adams, 2007; Shellie et al., 2003).

Además, la GC-MS permite realizar una cuantificación precisa mediante la integración del área del pico cromatográfico correspondiente a cada analito, lo cual es fundamental en estudios como el presente, que buscan evaluar la eficiencia de extracción del D-limoneno bajo distintos métodos experimentales.

3.4.2 Cuantificación del D-limoneno

La cuantificación del D-limoneno en los extractos obtenidos de cáscara de naranja dulce se realizó a partir de la integración del área bajo la curva del pico correspondiente en el cromatograma total de iones, generado por el sistema de cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas. Este procedimiento es comúnmente utilizado para la determinación precisa de compuestos volátiles en matrices complejas como aceites esenciales, debido a su alta sensibilidad y selectividad (Adams, 2007; Sparkman et al., 2011).

Para asegurar la exactitud de la cuantificación, se empleó una curva de calibración construida con estándares comerciales de D-limoneno de alta pureza (>98%). Las soluciones estándar se prepararon en concentraciones conocidas, diluidas en hexano de grado cromatográfico, y se inyectaron en el sistema GC-MS bajo las mismas condiciones de análisis que las muestras experimentales. Esto permite establecer una relación lineal entre la concentración del D-limoneno y el área del pico correspondiente en el cromatograma (Kadam et al., 2015; Konda et al., 2015).

3.5 Evaluación de la actividad antimicrobiana del D-limoneno extraído de cáscara de naranja dulce.

Con el objetivo de evaluar la capacidad antimicrobiana del D-limoneno extraído de la cáscara de naranja dulce, se realizaron pruebas microbiológicas in vitro mediante el método de difusión en agar. Se seleccionaron tres microorganismos de interés y alimentario: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* y *Salmonella spp.* **figura 3-15** , debido a su relevancia como patógenos y su frecuente presencia en alimentos contaminados (92 Madigan et al., 2015), cabe mencionar que las cepas previamente

aisladas fueron proporcionas por el Laboratorio de Microbiología Clínica de la Facultad de Ciencias Químicas.



Figura 3-15. Cepas aisladas de *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* y *Salmonella* spp.

A continuación, se describen los pasos realizados durante la fase experimental, todas las pruebas se realizaron por triplicado para asegurar la validez estadística y la repetibilidad de los resultados:

3.5.1 Procedimiento para la evaluación de la capacidad antimicrobiana del D-limoneno extraído de la cáscara de naranja dulce.

1. Preparación de medios de cultivo.

Se pesaron las cantidades necesarias de medio deshidratado para preparar 200 mL de cada tipo de agar, según las indicaciones del fabricante por lo general especificadas en gramos por litro. Los medios utilizados fueron:

- Agar MacConkey para *Staphylococcus aureus*
- Agar Rojo Bilis Violeta (RVBA) para *Escherichia coli*
- Agar Manitol Sal para *Salmonella* spp. **figura 3-16**



Figura 3-16. Agares MacConkey, Rojo Bilis Violeta, Manitol Sal.

Esta preparación se realizó en matraces Erlenmeyer previamente esterilizados para evitar la contaminación cruzada.

2. Esterilización del medio

Los matraces con el medio de cultivo se introdujeron en una autoclave y se esterilizaron a 121 °C durante 30 minutos. La esterilización elimina esporas y microorganismos, asegurando que el medio esté libre de contaminantes (Pelczar et al., 2001).

3. Vertido del medio en cajas Petri

Una vez enfriados, los medios se vertieron en cajas Petri en presencia de mecheros Bunsen, generando una zona de trabajo estéril para evitar contaminaciones ambientales (Prescott et al., 2005).

4. Siembra bacteriana

Después de la solidificación del agar, se procedió a la siembra mediante el método de siembra invasiva. Se realizaron ocho azadas en cada placa utilizando un aza estéril impregnado con la suspensión bacteriana correspondiente. Esta técnica permite una distribución homogénea del inóculo (CLSI, 2012).

5. Marcado de las placas

Las cajas Petri fueron marcadas por la parte inferior con la fecha, tipo de medio, cepa a cultivar y una señalética que indicara el tipo de extracto aplicado en este caso, extracto de cáscara de naranja.

6. Aplicación del extracto de D-limoneno

Se utilizaron discos de papel filtro estériles de aproximadamente 6 mm de diámetro, los cuales fueron impregnados con D-limoneno extraído a distintas concentraciones. Se colocaron entre 2 y 3 discos por caja, distribuidos sobre la superficie del agar inoculado (Bauer et al., 1966).

7. Incubación

Las placas se incubaron a 37 °C durante 24 horas, temperatura óptima para el crecimiento de los microorganismos seleccionados (Prescott et al., 2005). Posteriormente, se evaluó la formación de halos de inhibición alrededor de los discos, lo cual indica la eficacia antimicrobiana del D-limoneno.

8. Instalaciones del laboratorio

Los ensayos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Biotecnología de la Facultad de Ciencias Químicas, el cual cuenta con nivel de Bioseguridad 2, adecuado para el manejo de microorganismos moderadamente peligrosos para la salud humana.



Figura 3-17. Trabajo de análisis microbiológicos.

3.6 Formulación de detergentes líquidos con extracto de cáscara de naranja y cloruro de benzalconio.

Con el objetivo de evaluar el potencial del extracto de cáscara de naranja como aditivo con propiedades antimicrobianas en productos de limpieza, se diseñaron cuatro formulaciones de detergentes líquidos. Tres de ellas incluyeron el extracto en concentraciones del 5%, 10% y 20%, mientras que una cuarta contenía cloruro de benzalconio al 2.5%, utilizado como referencia por sus propiedades antisépticas ampliamente reconocidas (McDonnell & Russell, 1999).

La formulación se llevó a cabo siguiendo las recomendaciones de la norma ISO 6330:2012 (**ver anexo 3**), que proporciona lineamientos para el tratamiento doméstico de textiles y simulación de condiciones reales de lavado. La inclusión del extracto de naranja en distintas concentraciones responde al interés por incorporar agentes activos de origen natural en productos biodegradables y sostenibles (Bakkali et al., 2008).

3.6.1 Procedimiento para la elaboración del detergente con D-limoneno y cloruro de benzalconio.

Composición base del detergente:

- 13% de alquilpoliglucósido: tensioactivo no iónico biodegradable, derivado del

almidón y alcoholes grasos, eficaz para la limpieza sin ser agresivo con la piel ni el medio ambiente (Hauthal, 2004) **figura 3-18**.



Figura 3-18. Alquilpoliglucósido.

- 10% de xilen sulfonato de sodio: actúa como agente solubilizante, permitiendo una adecuada disolución de los ingredientes activos **figura 3-19**.



Figura 3-19. Xilen sulfonato de sodio.

- 5% de citrato de sodio: actúa como agente quelante que mejora la eficacia de los tensioactivos al secuestrar iones metálicos **figura 3-20**.

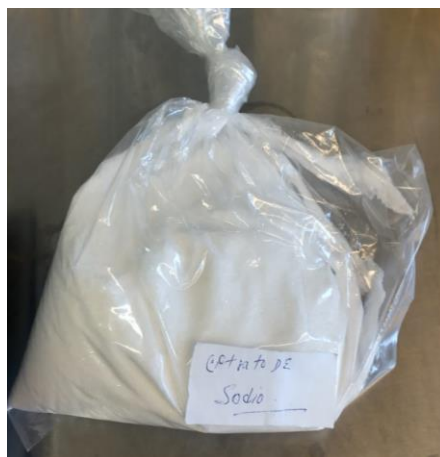


Figura 3-20. Citrato de sodio

- Extracto de cáscara de naranja **figura 3-21.**



Figura 3-21. Extracto de cáscara de naranja

- Cloruro de benzalconio al 2.5% **figura 3-22.**



Figura 3-22. Cloruro de benzalconio al 2.5%

Condiciones de preparación:

Todos los detergentes se prepararon en un volumen final de 250 mL, manteniendo la temperatura entre 40 y 50 °C durante la agitación continua para asegurar la homogenización. Para este propósito se empleó una parrilla de calentamiento con termómetro y un agitador magnético. La preparación se realizó en vasos de precipitado de 500 mL como se ve en la **figura 3-23**.



Figura 3-23. Preparación de los detergentes.

Cantidad de los detergentes.

Detergentes con extracto de naranja:

- **Base común:**
 - 150 mL de agua
 - 32.5 mL de alquilpoliglucósido
 - 25 mL de xilen sulfonato
 - 2.5 g de citrato de sodio
 - pH ajustado entre 8 y 10 con NaOH

- **Adiciones según concentración del extracto:**
 - 5% → 12.5 mL de extracto + 30 mL de agua
 - 10% → 25 mL de extracto + 18 mL de agua
 - 20% → 50 mL de extracto (sin agua adicional)
- **Detergente con cloruro de benzalconio:**
 - 23.7 mL del compuesto + 40 mL de agua adicional.

Pasos para la elaboración de los detergentes líquidos:

1. Adición de agua 150 mL: Se coloca en el vaso de precipitado bajo calentamiento entre 40–50 °C y agitación constantes.
2. Incorporación del citrato de sodio, 2.5 gr y disolución total.
3. Ajuste del pH a un rango de 8–10 utilizando hidróxido de sodio, midiendo con pH-metro.
4. Adición del xilen sulfonato de sodio 25 mL y mezcla homogénea.
5. Adición del alquilpoliglucósido 32.5 mL como agente surfactante.
6. Incorporación del extracto de cáscara de naranja según la concentración o cloruro de benzalconio.
7. Adición del volumen de agua restante para completar los 250 mL finales.
8. Mantenimiento del calentamiento y agitación por 10 minutos adicionales para asegurar homogenización.
9. Envasado del detergente en frascos de plástico y rotulados correctamente para su posterior análisis.

Este procedimiento busca evaluar si los extractos naturales pueden igualar o superar el efecto del cloruro de benzalconio, reduciendo el uso de compuestos químicos sintéticos sin sacrificar eficacia. El uso de aceites esenciales como antimicrobianos ha demostrado ser prometedor, especialmente en aplicaciones cosméticas y de limpieza (Nazzaro et al., 2013).

3.7 Evaluación de la actividad antimicrobiana de detergentes líquidos formulados con extracto de cáscara de naranja y cloruro de benzalconio.

Con el propósito de evaluar la actividad antimicrobiana de los detergentes líquidos formulados con extracto de cáscara de naranja dulce y con cloruro de benzalconio, se llevaron a cabo pruebas microbiológicas in vitro aplicando el método de difusión en agar. Esta técnica permite estimar de forma cualitativa la eficacia de los compuestos antimicrobianos contenidos en cada formulación, a través de la formación de halos de inhibición alrededor de los discos impregnados (Bauer et al., 1966).

Se seleccionaron tres microorganismos indicadores comúnmente asociados con la contaminación de alimentos: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* y *Salmonella spp.* **figura 3-24** dada su relevancia como patógenos emergentes y su impacto en la seguridad alimentaria (Madigan et al., 2015).



Figura 3-24. Cepas aisladas de *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* y *Salmonella spp*

Todas las pruebas se realizaron por triplicado para garantizar la reproducibilidad y validez estadística de los resultados obtenidos.

3.7.1 Procedimiento para la evaluación de la actividad antimicrobiana de los detergentes líquidos formulados.

1. Preparación de medios de cultivo

Se pesaron las cantidades necesarias de medios deshidratados para preparar 200 mL de cada tipo de agar, de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Los medios seleccionados fueron:

- Agar Manitol Salado para *Staphylococcus aureus*
- Agar MacConkey para *Escherichia coli*
- Agar Rojo Violeta Bilis (RVBA) para *Salmonella spp* **figura 3-25.**



Figura 3-25. Agares MacConkey, Rojo Bilis Violeta, Manitol Sal

Los medios se disolvieron en matraces Erlenmeyer previamente esterilizados para evitar contaminación cruzada.

2. Esterilización del medio

Los matraces con medio de cultivo se esterilizaron en una autoclave a 121 °C durante 30 minutos, garantizando la eliminación de esporas y microorganismos no deseados (Pelczar et al., 2001).

3. Vertido del medio en cajas Petri

Una vez enfriado a temperatura segura aproximadamente 45 °C, se vertió el medio en cajas Petri estériles bajo una zona de seguridad creada por un mechero Bunsen, minimizando la exposición a contaminantes ambientales (Prescott et al., 2005).

4. Siembra bacteriana

Después de la solidificación, se realizó la siembra mediante la técnica de inoculación por superficie. Se distribuyó una suspensión bacteriana homogénea sobre la superficie del agar usando un aza impregnada. Esto favorece una distribución uniforme de las bacterias sobre el medio (CLSI, 2012).

5. Marcado de las placas

Las placas se marcaron por la parte inferior con:

- Fecha
- Tipo de medio
- Microorganismo inoculado
- Tipo de detergente aplicado (5%, 10%, 20% de extracto o 2.5% de cloruro de benzalconio)

6. Aplicación de los detergentes

Se utilizaron discos de papel filtro estériles de aproximadamente 6 mm de diámetro, los cuales fueron impregnados de cada detergente líquido formulado:

- Detergente con 5% de extracto de cáscara de naranja
- Detergente con 10% de extracto de cáscara de naranja
- Detergente con 20% de extracto de cáscara de naranja
- Detergente con 2.5% de cloruro de benzalconio
- Detergente sin Cloruro de Benzalconio y D-limoneno

En cajas Petri para cada cepa se colocaron las tres muestras de los detergentes en los discos de papel al 5%, 10% y 20% la prueba se hizo por triplicado, de igual manera se realizó para el detergente con cloruro de benzalconio y el detergente sin cloruro ni D-limoneno.

7. Incubación

Las cajas Petri fueron incubadas a 37 °C durante 24 horas, temperatura óptima para el crecimiento de los microorganismos seleccionados. Tras este periodo, se midieron los diámetros de los halos de inhibición, indicando la eficacia antimicrobiana de cada detergente aplicado (Prescott et al., 2005).

8. Instalaciones del laboratorio

Los experimentos se realizaron en el Laboratorio de Biotecnología de la Facultad de

Ciencias Químicas, el cual cuenta con nivel de Bioseguridad 2, apto para el manejo de microorganismos patógenos de riesgo moderado.



Figura 3-26. Trabajo de análisis microbiológicos.

3.8 Prueba de degradabilidad en detergentes, determinación de la Demanda Química de Oxígeno.

La Demanda Química de Oxígeno es un parámetro crítico en el análisis de aguas residuales y naturales, ya que permite cuantificar la cantidad de materia orgánica biodegradable y no biodegradable presente en una muestra. Su medición representa la cantidad de oxígeno necesario para oxidar químicamente dicha materia utilizando un agente oxidante fuerte, comúnmente el dicromato de potasio en medio ácido (Tchobanoglous et al., 2014).

Para la obtención de este parámetro, se siguió la metodología estandarizada provista por la empresa Hanna Instruments®, basada en el método colorimétrico, el cual es ampliamente aceptado por su precisión y facilidad de operación en laboratorio (Hanna Instruments, 2023). El procedimiento consistió en tomar 2 mL de alícuota de muestra y transferirla cuidadosamente a un vial reactivo prellenado con los agentes oxidantes necesarios.

Los cuales son:

3.8.1 Reactivos típicos contenidos en los tubos de DQO de rango medio de Hanna:

1. Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$):

- Actúa como el agente oxidante principal.
- Se encuentra en exceso para asegurar la oxidación completa de la materia orgánica.
- Durante la digestión, se reduce de Cr^{6+} a Cr^{3+} .

2. Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4):

- Proporciona un medio fuertemente ácido, necesario para que ocurra la reacción de oxidación.
- Facilita la descomposición térmica de los compuestos orgánicos durante la digestión.

3. Sulfato de mercurio ($HgSO_4$):

- Suprime la interferencia causada por cloruros (Cl^-), que de lo contrario serían oxidados falsamente por el dicromato, inflando el valor de la DQO.
- Es altamente tóxico, por lo que se usa en cantidades precisas y en viales cerrados.

De forma paralela, se preparó un blanco utilizando 2 mL de agua desionizada, el cual permitió calibrar a cero el fotómetro para asegurar la exactitud en las lecturas.

Ambos viales, tanto los de muestra como el blanco, invertidos dos veces para homogenizar la mezcla y posteriormente colocados en un digestor térmico a 150 °C durante 2 horas, tiempo requerido para la completa oxidación de la materia orgánica presente (APHA, 2017). Este proceso de digestión química permite descomponer compuestos orgánicos complejos en formas oxidadas medibles por fotometría.

Es importante mencionar que las metodologías para la determinación de DQO de bajo, medio y alto rango son fundamentalmente las mismas, ya que todas utilizan el mismo principio químico de oxidación-reducción y digestión térmica. La única variación significativa radica en la concentración de los reactivos y en el rango de sensibilidad del vial, lo cual determina la aplicabilidad del método según la carga orgánica de la muestra (EPA, 1996).

Para este estudio, se utilizaron viales de rango medio (0–1,500 mg/L), donde generalmente se espera una menor carga orgánica adecuados para este tipo de matrices

(Hach, 2019). Finalmente, los tubos se dejaron enfriar a temperatura ambiente y se realizó la lectura en el fotómetro, el procedimiento condensado se muestra en la **figura 3-27**.

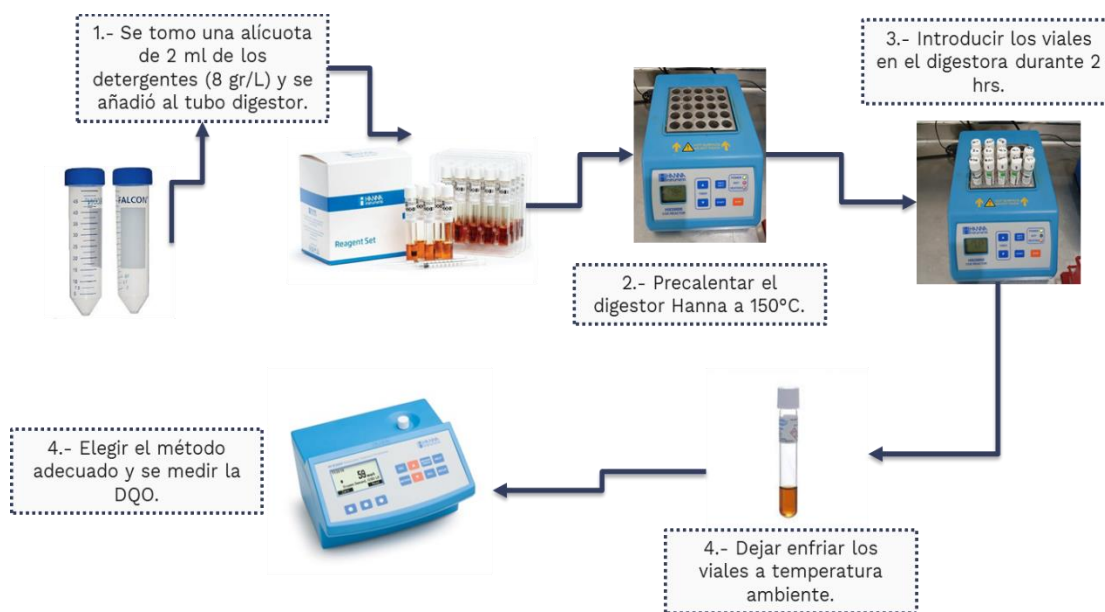


Figura 3-27. Procedimiento experimental del análisis de DQO para las muestras de los detergentes elaborados.

Este método, además de ser eficaz, minimiza el uso de reactivos peligrosos al mantenerlos encapsulados dentro de los viales, aumentando así la seguridad del personal de laboratorio y reduciendo el riesgo de contaminación cruzada (Rodier et al., 2009).

3.9 Pruebas fisicoquímicas.

Las propiedades fisicoquímicas de un detergente desempeñan un papel crucial en su rendimiento, estabilidad, facilidad de uso y aceptación por parte del consumidor. Estas propiedades están estrechamente relacionadas con la estructura molecular de los componentes activos, en particular los tensioactivos, y permiten evaluar de manera objetiva la funcionalidad del producto formulado. En el presente trabajo, se llevaron a cabo diversas pruebas fisicoquímicas con el fin de caracterizar el comportamiento de los detergentes formulados a partir de extracto de cáscara de naranja rico en D-limoneno y compararlos con un detergente convencional que contiene cloruro de benzalconio.

Las pruebas realizadas permiten comprender de forma integral cómo actúan los diferentes componentes en la solución detergente, evaluando parámetros como:

- **La tensión superficial**, que refleja la capacidad del detergente para reducir la energía en la interfase aire-líquido, lo que influye en la humectación, emulsificación y solubilización de grasas.
- **La viscosidad cinemática**, que determina la resistencia al flujo del líquido y está relacionada con la aplicabilidad del producto en condiciones reales de uso.
- **La concentración micelar crítica (CMC)**, que representa la concentración mínima de tensioactivo requerida para formar micelas, estructuras necesarias para encapsular y remover la suciedad.

Cada una de estas pruebas fue desarrollada siguiendo metodologías reconocidas en la literatura científica y normativas aplicables, empleando instrumentos calibrados y protocolos experimentales reproducibles. A continuación, se describe de manera detallada cada uno de los procedimientos implementados para la caracterización fisicoquímica de las formulaciones estudiadas.

3.9.1 Determinación de la tensión superficial de las formulaciones detergentes

La tensión superficial se determinará siguiendo la UNE 55-501-90 española 1990, (**ver anexo 4**) es un parámetro fisicoquímico clave para evaluar la eficacia de un detergente, ya que refleja su capacidad para reducir la energía en la interfase aire-líquido. Esta propiedad está estrechamente relacionada con la formación de micelas, la capacidad de humectación y el comportamiento espumante del producto (Rosen & Kunjappu, 2012). En este estudio, se determinó la tensión superficial de distintas formulaciones detergentes utilizando un tensiómetro con anillo de platino, mediante la técnica de Du Noüy.

3.9.1.1 Preparación de muestras

Se utilizaron los detergentes preparados con anterioridad 5%, 10% y 20% (v/v) de extracto, y cloruro de benzalconio, como control se utilizó agua desionizada, a partir de estos se prepararon diluciones al 5%, 20%, 50% y 100% de cada uno utilizando agua de la llave, simulando condiciones reales de uso doméstico.

Cada dilución fue preparada con un volumen total de 100 mL y almacenada en tubos Corning®. Se trabajó por triplicado para cada concentración, con el fin de asegurar la reproducibilidad de los resultados. Las muestras se mantuvieron a temperatura ambiente.

3.9.1.2 Instrumentación y técnica empleada

La medición de la tensión superficial se llevó a cabo utilizando un tensiómetro de precisión marca NIMA, modelo ST9002, número de serie 005, el cual opera bajo el principio de Du Noüy. Esta técnica utiliza un anillo de platino perfectamente calibrado que se sumerge en la muestra y se eleva lentamente para medir la fuerza necesaria para romper la película líquida que se forma entre el anillo y la superficie del líquido (Adamson & Gast, 1997).

Antes de comenzar con las muestras problema, se utilizó agua desionizada como estándar para comprobar la calibración del equipo, la cual presenta una tensión superficial teórica de 72.8 mN/m. La limpieza del anillo de platino se realizó meticulosamente entre cada medición, sumergiéndolo en etanol y posteriormente calentándolo a la llama para eliminar residuos orgánicos, siguiendo las recomendaciones del fabricante.

3.9.1.3 Procedimiento experimental

1. Se vertieron 100 mL de cada muestra en un vaso de precipitados previamente limpio y seco.
2. El anillo de platino fue posicionado cuidadosamente sobre la superficie del líquido.
3. El tensiómetro elevó el anillo con velocidad controlada y midió la fuerza máxima en ejercida antes de romper la película superficial.
4. El software del equipo calculó automáticamente el valor de la tensión superficial en mN/m.
5. Cada medición fue realizada tres veces por muestra, calculando el promedio y desviación estándar.

Este método es ampliamente utilizado por su precisión y sensibilidad, siendo adecuado para soluciones detergentes diluidas o con actividad superficial moderada (Mukerjee & Mysels, 1971). El procedimiento experimental se puede observar en la **figura 3-28**.

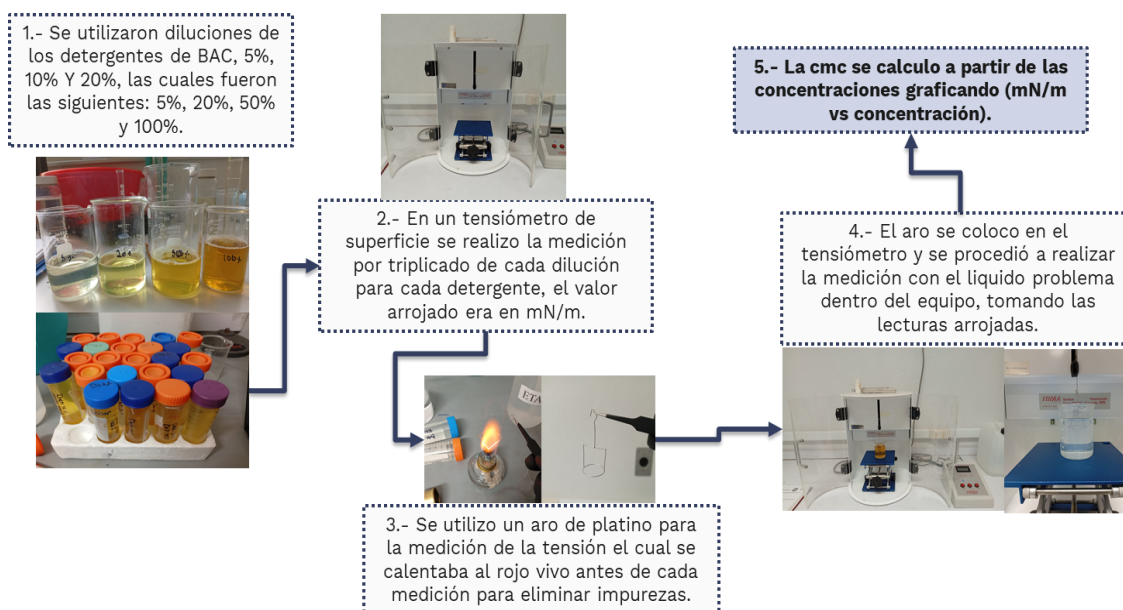


Figura 3-28. Procedimiento experimental del análisis de tensión superficial para las muestras de los detergentes elaborados.

3.9.1.4 Justificación del análisis

La determinación de la tensión superficial en distintos niveles de dilución permite observar el comportamiento tensioactivo de cada formulación y localizar el punto de concentración micelar crítica (CMC), en donde se estabiliza el valor de la tensión superficial. Este punto indica la saturación de la interfase y el inicio de la formación de micelas, un fenómeno esencial para la actividad limpiadora del detergente (Zana & Levy, 1993).

3.9.2 Estimación de la concentración micelar crítica (CMC)

La concentración micelar crítica (CMC) es un parámetro fundamental en la evaluación de tensioactivos, ya que representa el punto a partir del cual las moléculas de surfactante comienzan a formar micelas en solución acuosa, una vez que se ha saturado la interfase líquido-aire. La CMC es importante porque define la concentración mínima necesaria para que el detergente ejerza su máxima eficacia como agente limpiador (Rosen & Kunjappu, 2012).

3.9.2.1 Procedimiento para la obtención de la concentración micelar crítica.

A partir de los valores obtenidos de tensión superficial (en mN/m) para cada una de las diluciones 5%, 20%, 50% y 100%, se construyó una curva de tensión superficial vs. concentración del detergente. En esta curva, se observa una disminución progresiva de la tensión superficial conforme aumenta la concentración de tensioactivo, hasta llegar a un punto en el que el valor se estabiliza. Este punto de inflexión se identifica gráficamente y corresponde a la CMC (Mukerjee & Mysels, 1971).

Para mejorar la precisión en la identificación del punto de concentración micelar crítica, se realizaron los siguientes pasos:

1. Se graficaron los valores de tensión superficial (eje y) contra la concentración relativa del detergente (eje x).
2. Se aplicó un ajuste por regresión lineal en los dos tramos de la curva: antes y después del punto de inflexión.
3. La intersección entre ambas rectas se tomó como la estimación de la CMC.

Este análisis se realizó con software estadístico o herramientas gráficas como Excel o Python, que permiten identificar el punto de intersección con mayor exactitud que la simple observación visual.

3.9.3 Determinación de la viscosidad cinemática mediante viscosímetro de Ostwald

La viscosidad se determinará mediante ASTM D-445–06 (Norma ASTM 2006) es una propiedad fisicoquímica relevante en la caracterización de detergentes, ya que influye directamente en su comportamiento de flujo, facilidad de aplicación, adherencia sobre superficies y percepción sensorial del usuario (Rosen & Kunjappu, 2012). En este estudio se determinó la viscosidad cinemática de las formulaciones detergentes mediante un viscosímetro de Ostwald, técnica sencilla, reproducible y ampliamente utilizada para líquidos de baja viscosidad.

3.9.3.1 Principio del método

El viscosímetro de Ostwald se basa en el principio de Poiseuille, según el cual el tiempo que tarda un líquido en fluir a través de un capilar bajo la acción de la gravedad es proporcional a su viscosidad cinemática. Este dispositivo de vidrio consta de un bulbo inferior y uno superior, conectados por un capilar calibrado, y dos marcas que indican el inicio y fin del recorrido del líquido.

La ecuación fundamental para la viscosidad cinemática (ν) es:

$$\nu = Kt$$

donde:

- ν = viscosidad cinemática (mm^2/s),
- K = constante del viscosímetro (dependiente del capilar, proporcionada por el fabricante),
- t = tiempo de flujo del líquido (s) entre las dos marcas.

3.9.3.2 Preparación de muestras

Se trabajó con las siguientes muestras:

- Agua destilada (control).
- Detergente con extracto cítrico al 5%, 10% y 20% de extracto.
- Detergente con cloruro de benzalconio.

Todas las muestras se trabajaron a temperatura de $\sim 26^\circ\text{C}$ y sin presencia de burbujas o partículas en suspensión, para garantizar la validez del tiempo de flujo medido.

3.9.3.3 Procedimiento experimental

1. **Acondicionamiento térmico:** El viscosímetro de Ostwald fue sumergido parcialmente en un baño de agua a 26°C , durante al menos 10 minutos, para garantizar que tanto el instrumento como las muestras alcanzaran una temperatura homogénea.

2. **Carga del viscosímetro:** Se introdujeron cuidadosamente 3 mL del líquido problema en el bulbo inferior del viscosímetro mediante pipeta Pasteur.
3. **Iniciación del flujo:** Se generó succión con una pera de goma para elevar el líquido por encima de la marca superior (marca de inicio).
4. **Medición:** Se registró el tiempo que tardó el menisco del líquido en descender desde la marca superior hasta la marca inferior (marca de paro), utilizando un cronómetro.
5. **Repetición:** El procedimiento se realizó por triplicado para cada muestra, obteniendo así el promedio.

El equipo fue lavado minuciosamente entre cada muestra con agua destilada, seguido de enjuague con etanol absoluto y secado al ambiente, para evitar contaminación cruzada o alteración de la viscosidad. El procedimiento experimental se puede observar en la **figura 3-29**.

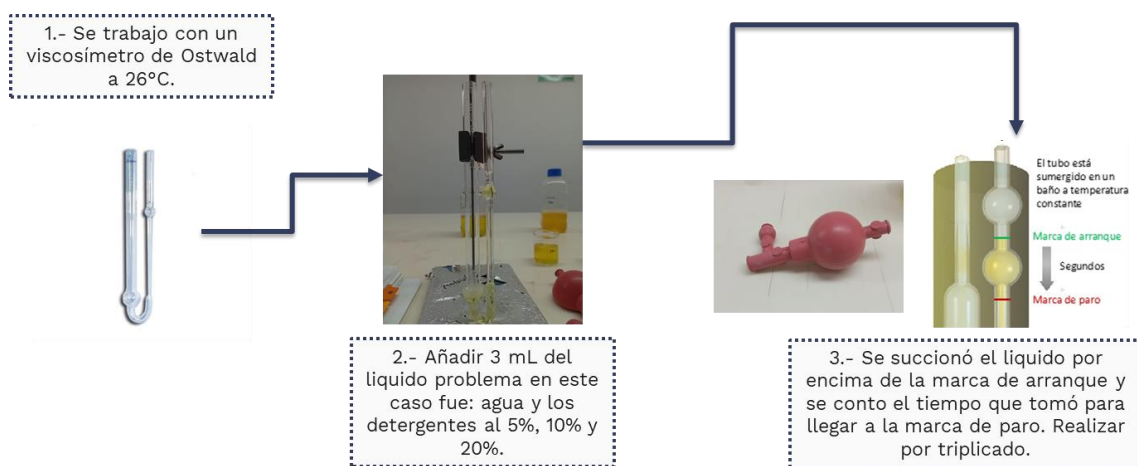


Figura 3-29. Procedimiento experimental del análisis de viscosidad para las muestras de los detergentes elaborados.

3.10 Pruebas de detergencia.

El desempeño de un detergente no solo depende de sus propiedades fisicoquímicas, sino también de su eficacia funcional, es decir, su capacidad para eliminar suciedad, penetrar en superficies, formar espuma y facilitar la remoción de grasas u otras impurezas. Las pruebas de detergencia permiten evaluar de forma directa el rendimiento práctico del

producto, siendo un complemento esencial a los análisis químicos y físicos realizados previamente. En el caso de formulaciones ecológicas, como las desarrolladas en este estudio a partir de extractos cítricos ricos en D-limoneno), estas pruebas resultan fundamentales para validar si los agentes naturales propuestos logran igualar o superar el desempeño de los tensioactivos convencionales, como las sales cuaternarias de amonio.

En el presente trabajo, se seleccionaron tres pruebas clave para evaluar la detergencia de las formulaciones:

- **Poder espumante:** evalúa la capacidad del detergente para generar y mantener espuma bajo condiciones controladas. Aunque la espuma no está directamente relacionada con la limpieza, influye en la percepción del consumidor sobre la efectividad del producto (Myers, 2006).
- **Poder humectante:** mide la capacidad del detergente para reducir la tensión superficial de forma que facilite la penetración del agua en materiales porosos o fibrosos, como el algodón. Este parámetro es relevante para determinar la eficacia en el pretratamiento de manchas y textiles (Mysels, 1954).
- **Tasa de limpieza (medida con colorímetro):** permite cuantificar objetivamente el grado de remoción de suciedad sobre un material estándar (por ejemplo, tela con manchas artificiales), utilizando un colorímetro para comparar valores de luminosidad (L), y componentes cromáticos (a y b) antes y después del lavado. Esta técnica proporciona datos cuantificables del rendimiento del detergente en condiciones reales de uso.

Estas pruebas fueron diseñadas para ejecutarse bajo condiciones reproducibles y se realizaron por triplicado con el fin de validar estadísticamente los resultados. A continuación, se describen de manera detallada los procedimientos empleados para cada una de estas pruebas de detergencia.

3.10.1 Evaluación del poder espumante

El poder espumante se basará para la determinación en la norma UNE-EN 14371 UNE Normalización Española 2005 (**ver anexo 5**) este es una propiedad sensorial relevante en la percepción de calidad de los detergentes. Aunque no guarda una relación directa con

la capacidad de limpieza, la formación y estabilidad de la espuma influyen en la experiencia del usuario, generando una sensación de eficacia durante el lavado (Myers, 2006).

La espuma se forma por la dispersión de gas en una solución líquida que contiene tensioactivos, y su altura o volumen puede variar según la concentración, tipo de surfactante, temperatura y condiciones de agitación.

En este estudio, se evaluó el poder espumante de detergentes ecológicos formulados con extracto de cáscara de naranja, así como de un detergente convencional con cloruro de benzalconio, a través de un método de agitación por impacto de agua, técnica sencilla y reproducible utilizada en estudios comparativos de formulaciones líquidas (García et al., 2006).

3.10.1.1 Procedimiento experimental

Para la evaluación del poder espumante se utilizaron probetas graduadas de 500 mL, una bureta de 25 mL, agua potable (del grifo), una regla. Se trabajó con las siguientes soluciones detergentes:

- Detergente con cloruro de benzalconio (BAC)
 - Detergente con extracto cítrico al 5%
 - Detergente con extracto cítrico al 10%
 - Detergente con extracto cítrico al 20%
1. Se midieron 250 mL de agua del grifo y se vertieron en una probeta de 500 mL limpia y seca.
 2. Se añadieron 10 mL del detergente correspondiente cloruro de benzalconio, 5%, 10% o 20%, directamente en la probeta.
 3. Con ayuda de una bureta, se dejaron caer desde una altura aproximada de 15 a 20 cm otros 150 mL de agua, provocando agitación al impactar con la mezcla.
 4. Inmediatamente después del vertido, se midió la altura de la columna de espuma formada utilizando una regla, desde el nivel del líquido hasta el punto más alto de la espuma visible.
 5. La prueba se realizó por triplicado para cada muestra, y se calculó el promedio y

desviación estándar para su análisis comparativo.

Se recomienda mantener la temperatura ambiente constante de $\sim 25^{\circ}\text{C}$ durante la ejecución, ya que variaciones térmicas pueden influir en la capacidad espumante. El procedimiento experimental se puede observar en la **figura 3-30**.

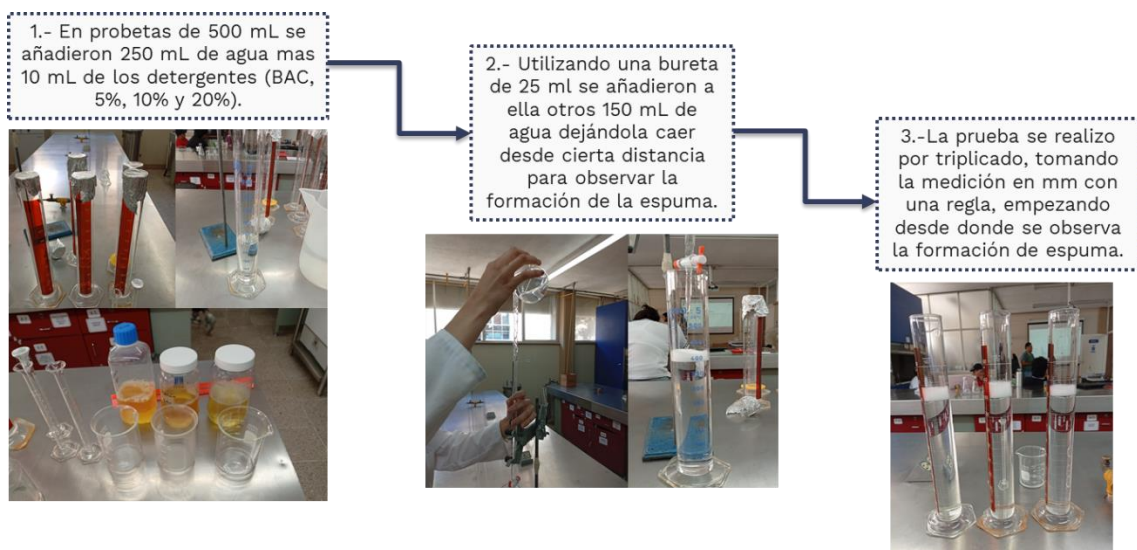


Figura 3-30. Procedimiento experimental del análisis de poder espumante para las muestras de los detergentes elaborados.

3.10.2 Tasa de limpieza mediante análisis colorimétrico

La tasa de limpieza es un parámetro fundamental para evaluar la eficacia real de un detergente sobre superficies contaminadas.

Esta prueba cuantifica la remoción de manchas visibles antes y después del lavado utilizando herramientas objetivas como el colorímetro, que permite registrar los cambios en la reflectancia o color de una superficie. Este enfoque instrumental minimiza el sesgo visual y permite comparar distintas formulaciones con alta precisión (Nguyen et al., 2021).

En este estudio, se utilizó un colorímetro portátil Goyojo-FRU modelo WR10QC **figura 3-31**, que opera bajo el sistema CIELAB y proporciona lecturas en tres coordenadas:

- L^* (luminosidad),
- a^* (verde a rojo),

- b^* (azul a amarillo).



Figura 3-31. Colorímetro portátil Goyojo-FRU modelo WR10QC.

El cambio en el valor L^* , principalmente, se emplea como indicador para estimar la eficacia de limpieza, ya que representa el nivel de claridad de una superficie.

Sistema CIELAB.

El sistema CIELAB también conocido como $CIEL^*a^*b^*$ o simplemente Lab es un modelo de color desarrollado por la Comisión Internacional de Iluminación (CIE) en 1976 con el objetivo de representar todos los colores visibles para el ojo humano de manera uniforme y perceptual.

Es uno de los sistemas más utilizados en colorimetría instrumental, particularmente en industrias como la textil, alimentaria, cosmética y de limpieza, ya que permite cuantificar con precisión las diferencias de color.

¿Cómo funciona el sistema CIELAB?

El espacio de color CIELAB está definido por tres coordenadas:

- L^* : Representa la luminosidad o claridad del color.
 - Su valor va de 0 (negro absoluto) a 100 (blanco perfecto).

- Es el eje vertical y está asociado a la percepción de claridad u oscuridad.
- **a***: Representa la posición del color entre el verde (-a) y el rojo (+a).
 - Valores negativos indican tonalidades verdosas.
 - Valores positivos indican tonalidades rojizas.
- **b***: Representa la posición entre el azul (-b) y el amarillo (+b).
 - Valores negativos indican tonalidades azuladas.
 - Valores positivos indican tonalidades amarillas.

Tabla 0-10. Parámetros del espacio de color CIELab y su significado **Fuente:** McGuire, R. G. (1992)

Componente	Significado	Rango típico	¿Qué indica?
L*	Luminosidad	0 negro – 100 blanco	Que tan claro u oscuro es el color
a*	Eje rojo-verde	Negativos: verde Positivos: rojo	Si el color tiende al rojo o al verde
b*	Eje amarillo - azul	Negativos: azul Positivos: amarillo	Si el color tiende al amarillo o azul

Este modelo es tridimensional y permite representar cualquier color perceptible por el ojo humano en un espacio continuo, de forma que la distancia entre dos puntos (ΔE) puede interpretarse como el grado de diferencia visual entre dos colores.

En pruebas como las de tu tesis (tasa de limpieza), el sistema CIELAB permite medir objetivamente la variación del color de una mancha antes y después del lavado. El valor L^* es especialmente útil porque:

- Aumenta cuando la superficie se aclara (mayor limpieza),
- Disminuye si la superficie se oscurece (mancha persistente o difusión del colorante).

También puede calcularse el ΔE (Delta E), que representa la diferencia total de color:

$$\Delta E = \sqrt{(L_1 - L_2)^2 + (a_1 - a_2)^2 + (b_1 - b_2)^2}$$

3.10.2.1 Procedimiento experimental

Se utilizaron cuatro telas de algodón blanco, una para cada detergente evaluado:

- Detergente con cloruro de benzalconio (BAC),
- Detergente con extracto cítrico al 5%,
- Detergente con extracto cítrico al 10%,
- Detergente con extracto cítrico al 20%.

Cada tela fue cortada en dimensiones estándar de 30 x 15 cm y dividida de forma visible en cuatro secciones iguales para permitir la aplicación de cuatro manchas distintas, distribuidas uniformemente. Las sustancias utilizadas fueron:

- Café negro,
- Salsa Valentina,
- Maquillaje líquido,
- Salsa de soya.

Cada mancha se en el centro de cada cuadrante y se dejó secar completamente a temperatura ambiente por 24 horas, asegurando buena adhesión al textil.

- **Lectura inicial**

Una vez secas las manchas, se tomaron lecturas con el colorímetro Goyojo WR10QC sobre el centro de cada mancha, registrando los valores L^* , a^* y b^* . Se cuidó que la lectura se hiciera sin interferencia de luz externa y con presión uniforme de la sonda.

- **Proceso de lavado**

Las telas se lavaron individualmente cada uno con de agua potable a temperatura ambiente y el detergente correspondiente. El lavado se realizó por agitación manual durante 5 minutos, simulando condiciones domésticas.

- **Secado y segunda lectura**

Después del lavado, las telas se secaron expuestas a la luz solar durante 24 horas a temperatura ambiente. Posteriormente, se realizaron las lecturas colorimétricas post-lavado en el mismo punto

de medición de cada cuadrante. El procedimiento experimental se puede observar en la **figura 3-32**.

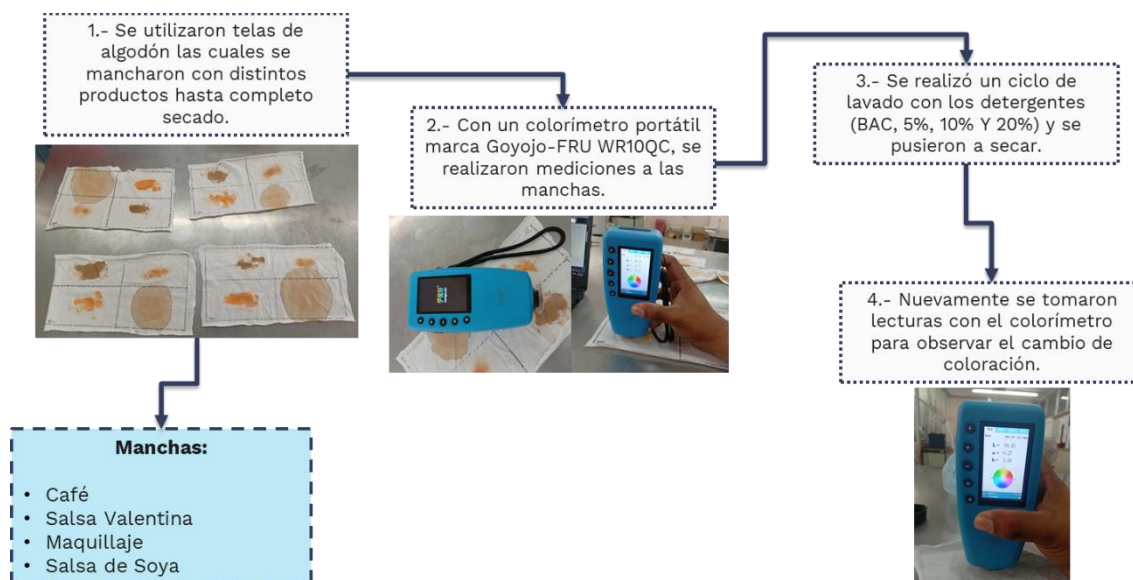


Figura 3-32. Procedimiento experimental del análisis de taza de limpieza para las muestras de los detergentes elaborados.

3.11 Resultados experimentales y análisis comparativo.

En este subcapítulo se presentan los resultados obtenidos a partir de las diferentes pruebas aplicadas a las formulaciones detergentes desarrolladas en esta investigación. El objetivo principal es comparar el desempeño de los detergentes elaborados con extracto de cáscara de naranja que es una fuente rica de D-limoneno frente a un detergente convencional formulado con cloruro de benzalconio, utilizado como control.

Las pruebas realizadas permitieron evaluar la eficiencia de extracción de D-limoneno contenido en el aceite esencial contenido en la cáscara de naranja, así como su comportamiento antimicrobiano con distintas cepas, el comportamiento físico de las formulaciones que fueron tensión superficial y la concentración micelar crítica y viscosidad, como su eficacia práctica con análisis como poder espumante, tasa de limpieza en telas manchadas y poder humectante.

Además, se realizó la determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) como indicador del impacto ambiental potencial de cada detergente, permitiendo estimar su grado de biodegradabilidad en medios acuosos.

La integración de estos resultados proporciona una visión completa del desempeño funcional y ambiental de las formulaciones ecológicas, apoyando su viabilidad como alternativa sustentable frente a los productos de limpieza convencionales.

3.11.1 Cuantificación del D-limoneno contenido en cáscara de naranja mediante cromatografía de gases acoplada a masas.

La cuantificación del D-limoneno en la cáscara de naranja representa una etapa crucial en la validación de su uso como principio activo en formulaciones detergentes ecológicas. Este compuesto, un monoterpeno cíclico presente en altas concentraciones en el flavedo de los cítricos, ha sido ampliamente documentado por su actividad antimicrobiana, propiedades disolventes y baja toxicidad (Fisher & Phillips, 2008).

Para esta investigación, se empleó un método de extracción por infusión en agua a diferentes tiempos de reposo con el objetivo de optimizar la recuperación del D-limoneno sin el uso de solventes orgánicos, emplearon dos maneras de extracción una con alquilpoliglucósido y otra con él y se etiquetaron con las letras S que significa sin alquilpoliglucósido y C con alquilpoliglucósido.

Posteriormente, las muestras fueron analizadas mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), técnica instrumental que permite la identificación y cuantificación precisa de compuestos volátiles como los terpenos (Arias et al., 2020).

El análisis se enfocó en determinar cómo varía la concentración de D-limoneno en función del tiempo de infusión 1 día, 3 días, 14 días y 21 días, con el fin de establecer el intervalo óptimo de extracción que garantice una concentración suficiente para su uso funcional como ingrediente activo en detergentes, los resultados con cáscara de naranja seca se omiten en este apartado ya que el equipo no fue capaz de detectar D-limoneno eso se puede deber a que al secar la cáscara el compuesto se volatiliza y no se tenía suficiente cantidad para lograr la detección del compuesto.

Los resultados obtenidos se expresaron en ppm partes por millón como se observa en la **tabla 3-4** y se compararon con rangos teóricos reportados en la literatura para validar la eficiencia del método empleado.

Esta cuantificación permite establecer la viabilidad técnica de emplear extractos naturales en sustitución de compuestos sintéticos en productos de limpieza sustentables.

Tabla 3-4. Resultados obtenidos de CG-MS para las muestras de cáscara de naranja húmeda.

Tiempo de reposo	Muestra	Concentración en mg/L
3 semanas	Sin APG (S1)	1,317.80
	Con APG (C1)	9,759.41
2 semanas	Sin APG (S2)	14,300
	Con APG (C2)	47,514.39
3 días	Sin APG (S3)	16,629
	Con APG (C3)	29,975.53
1 día	Sin APG (S4)	2,167
	Con APG (C4)	9,140

Los datos obtenidos muestran que las concentraciones más altas de D-limoneno se alcanzaron en las muestras identificadas como C2, S3 y C3, con valores de 47,514.39 mg/L, 16,629 mg/L y 29,975.53 mg/L, respectivamente. Estas concentraciones corresponden a los tiempos de reposo de 2 semanas C2 y S3 y 3 días C3, lo que sugiere que un mayor tiempo de contacto entre la cáscara de naranja y el medio de extracción favorece, hasta cierto punto, la liberación del D-limoneno.

Por otro lado, se observó que la eficiencia de extracción a 1 día de reposo fue considerablemente baja en todas las formulaciones, indicando que este periodo no es suficiente para alcanzar una extracción efectiva del compuesto. Además, en las muestras con 2 semanas de reposo sin la presencia de alquilpoliglucósido, se detectó una disminución en la concentración de D-limoneno, lo que podría atribuirse a procesos de degradación oxidativa o evaporación del monoterpeno, especialmente en condiciones abiertas o sin protección tensioactiva. De manera general, se identificó una tendencia

decreciente en la concentración de D-limoneno después de las dos semanas de reposo, tanto en las muestras con alquilpoliglucósido como sin él.

Esta caída en concentración podría explicarse por la inestabilidad del D-limoneno frente a factores como la luz, el oxígeno y el tiempo prolongado de reposo, lo cual ha sido reportado en estudios previos sobre la estabilidad de aceites esenciales cítricos. Para validar la eficiencia del proceso, los valores obtenidos se compararon con un rango teórico reportado en la literatura para extracciones por infusión a partir de cáscara húmeda de naranja, el cual varía entre 5,000 y 10,000 mg/L (IJRAR. 2022). En este contexto, se concluye que las extracciones C2: 47,514.39 mg/L y C3: 29,975.53 mg/L se encuentran dentro del rango óptimo, confirmando su viabilidad como métodos efectivos de obtención de D-limoneno **tabla 3-5 y en la figura 3-33**.

Tabla 3-5. Comparación de los resultados con el rango teórico de extracción.

Tiempo de reposo	Muestra	Concentración en mg/L
3 semanas	Sin APG (S1)	1317.8
	Con APG (C1)	9759.41
2 semanas	Sin APG (S2)	14300
	Con APG (C2)	47514.39
3 días	Sin APG (S3)	16629
	Con APG (C3)	29975.53
1 día	Sin APG (S4)	2167
	Con APG (C4)	9140

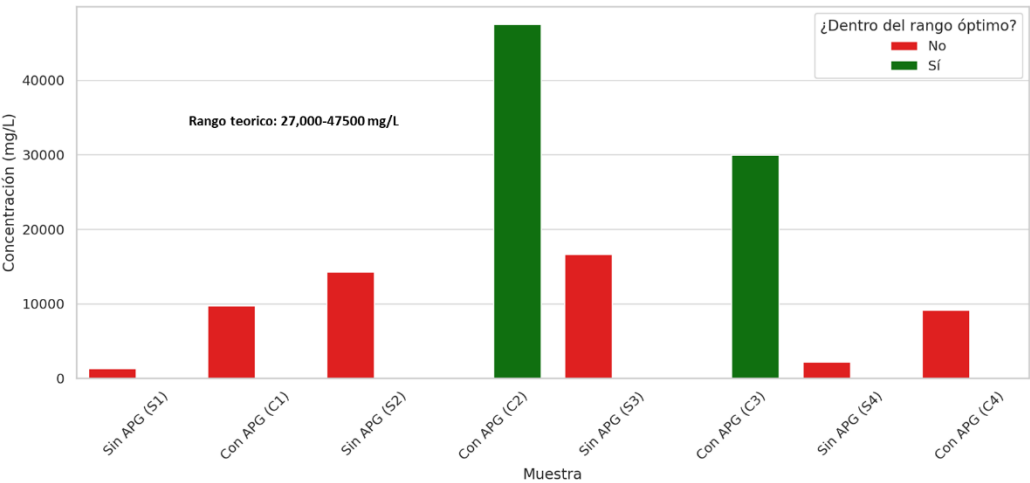
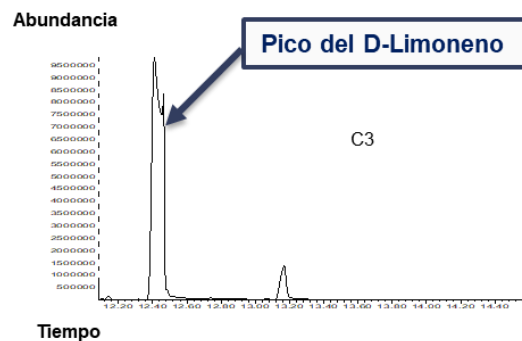
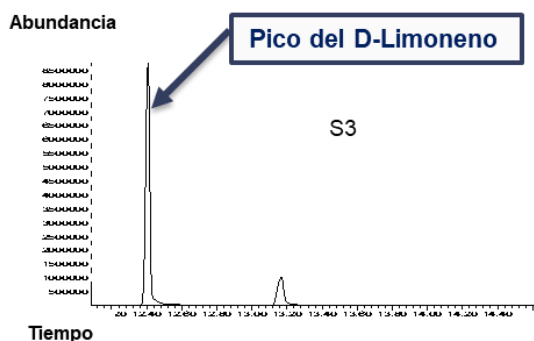
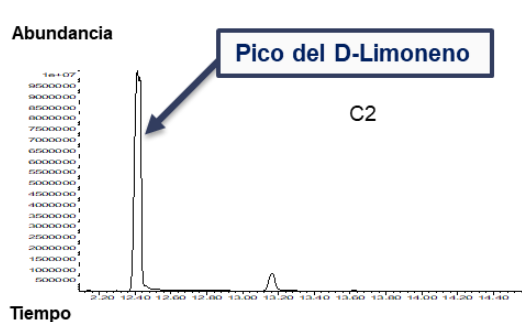
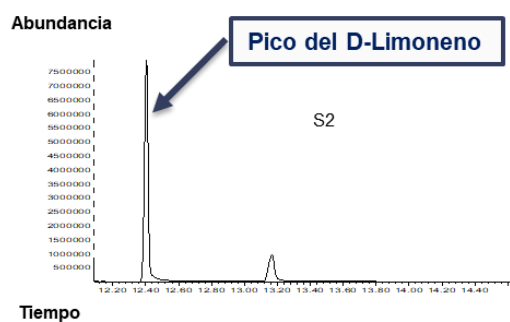
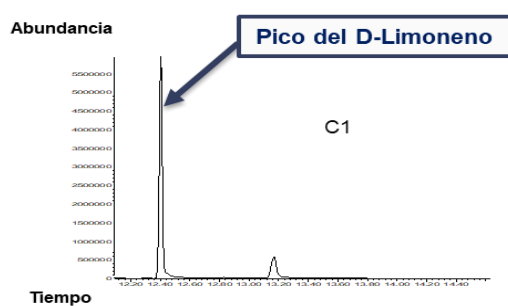
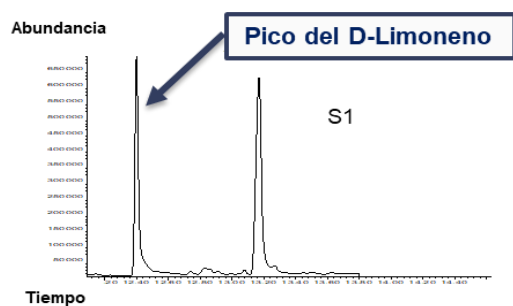


Figura 3-33. Concentración de D-limoneno por muestra y cumplimiento del rango teórico.

A continuación, se presentan los cromatogramas obtenidos mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas, utilizando un método previamente estandarizado para la detección y cuantificación de D-limoneno. El método fue optimizado para garantizar una adecuada separación, resolución y sensibilidad en la identificación de monoterpenos presentes en el extracto esencial de cáscara de naranja.



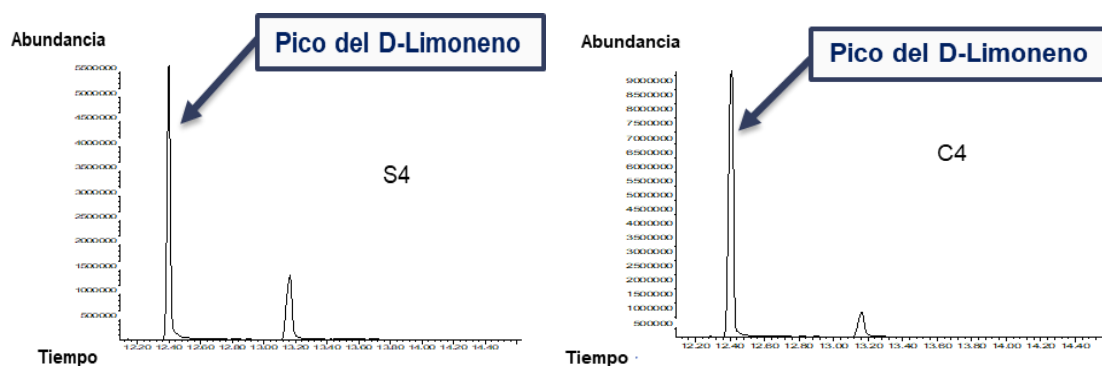


Figura 3-34. Cromatogramas donde se observa el pico prominente del D-limoneno.

En los cromatogramas, se observa un pico prominente de retención constante que corresponde al D-limoneno, el principal componente del aceite esencial de cáscara de naranja. La obtención del compuesto fue confirmada con base en su tiempo de retención característico y en el patrón de fragmentación del espectro de masas. Además del D-limoneno, en varios cromatogramas se detectó un pico secundario de menor intensidad, cuya posición sugiere la posible presencia de otros terpenos estructuralmente relacionados, tales como el β -pineno, γ -terpineno o myrceno, los cuales también son compuestos frecuentes en aceites esenciales cítricos (Ravichandran et al., 2012).

Estos compuestos pueden aparecer debido a la complejidad química natural del extracto, ya que la cáscara de naranja contiene una mezcla rica en monoterpenos y compuestos volátiles, cuya composición depende de factores como el método de extracción, el tiempo de reposo y la madurez del fruto.

3.11.2 Evaluación microbiológica del aceite esencial extraído de cáscara de naranja.

El aceite esencial utilizado en las pruebas microbiológicas fue evaluado mediante dos metodologías principales: la aplicación directa por vertido sobre medios de cultivo y la técnica de difusión en disco. Una de las muestras utilizadas en ambos ensayos corresponde al extracto con la mayor concentración de D-limoneno, identificado previamente como muestra C2 (CA).

Esta formulación fue seleccionada debido a que presentó un valor superior al rango teórico óptimo de extracción de D-limoneno, el cual se sitúa entre 27,000 y 47,500 mg/L,

lo que sugiere una alta eficiencia en el proceso de infusión. El extracto C2 (CA) se empleó como insumo clave para evaluar la actividad antimicrobiana del aceite esencial, dado su potencial inhibitorio documentado en estudios previos y su adecuada caracterización química.

En paralelo, se utilizó un segundo extracto, obtenido sin la adición de alquilpoliglucósido (APG), únicamente para la prueba de dispersión en disco, con el propósito de realizar una comparación cualitativa entre la actividad antimicrobiana de ambos aceites bajo condiciones similares.

El uso de ambos permitió no solo identificar la capacidad de inhibición del D-limoneno en su forma más concentrada, sino también evaluar el posible efecto potenciador del APG en la dispersión y efectividad del compuesto activo.

3.11.2.1 Resultados de los análisis microbiológicos por vertido del extracto del aceite esencial.

Los ensayos microbiológicos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Biotecnología de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, el cual cuenta con nivel de bioseguridad tipo 2 **figura 3-35**, adecuado para el manejo de bacterias patógenas no transmisibles por el aire.

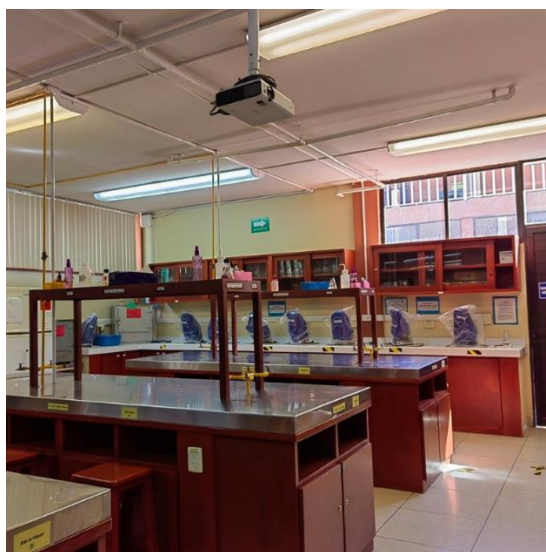


Figura 3-35. Laboratorio de Biotecnología de la Facultad de Ciencias Químicas, con nivel de bioseguridad tipo 2.

Las pruebas se realizaron utilizando ocho asadas por microorganismo donde se inocularon cultivos de los siguientes: *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* y *Salmonella spp.*

Los resultados obtenidos tras la aplicación del extracto del aceite esencial directamente sobre los medios sembrados muestran diferencias significativas entre cepas **figura 3-36**.

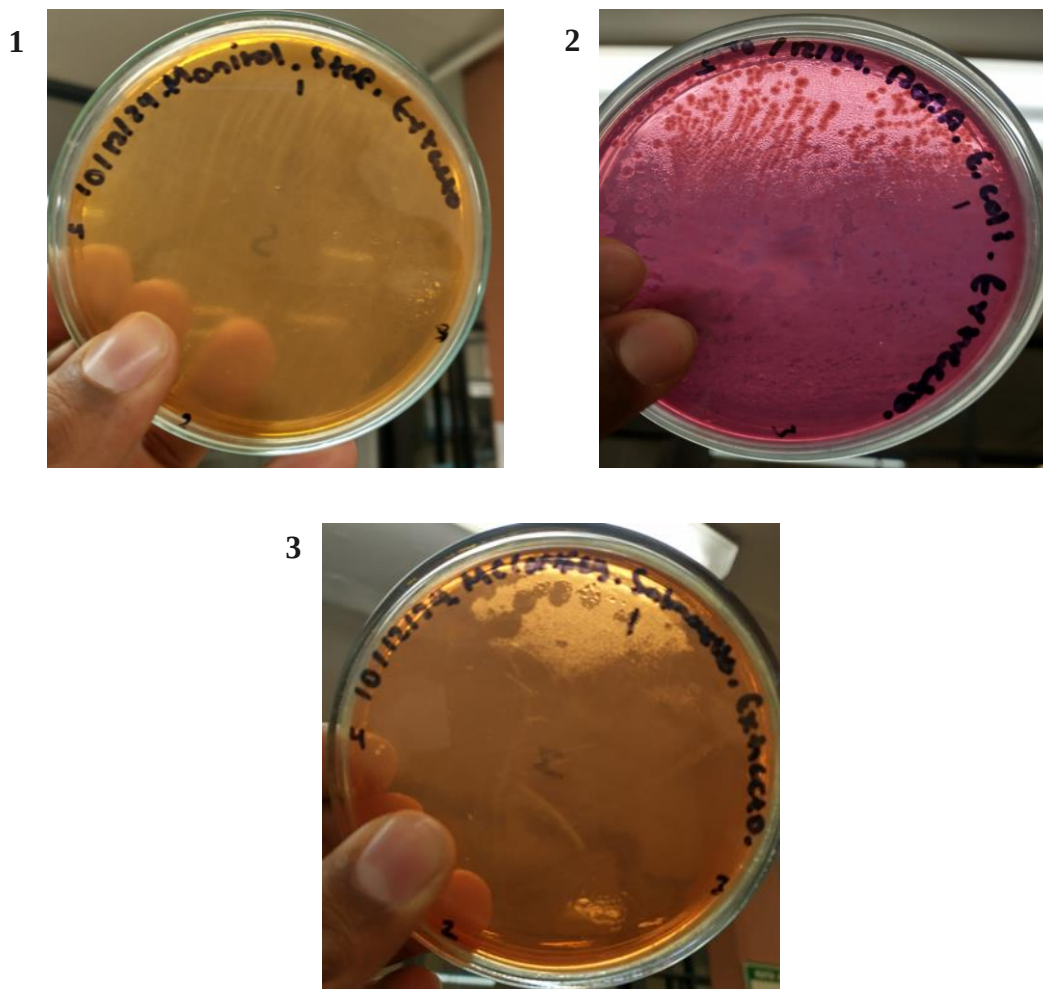


Figura 3-36. Cultivos de 1 *Staphylococcus aureus*, 2 *Escherichia coli*, 3 *Salmonella spp* después de la adición de extracto de cáscara de naranja e incubación.

En los resultados obtenidos a partir de las pruebas microbiológicas realizadas con el vertido del aceite esencial extraído, se observó una actividad antimicrobiana diferencial frente a las tres cepas bacterianas evaluadas. En el caso de *Staphylococcus aureus* (1), se

observó una inhibición clara y consistente del crecimiento bacteriano, lo cual indica una alta sensibilidad de esta cepa grampositiva al D-limoneno, compuesto mayoritario en el extracto.

Este comportamiento coincide con reportes previos en los que se ha demostrado que los aceites esenciales cítricos, y en particular el D-limoneno, presentan una mayor eficacia contra bacterias grampositivas debido a la menor complejidad estructural de su pared celular (Fisher & Phillips, 2008). Por otro lado, para *Escherichia coli* (2), se registró una inhibición parcial del crecimiento, considerada poca o moderada, lo que sugiere una menor susceptibilidad frente al compuesto.

Este comportamiento puede explicarse por la presencia de una membrana externa adicional en bacterias gramnegativas como *E. coli*, la cual actúa como una barrera que reduce la penetración de compuestos hidrofóbicos como los monoterpenos (Burt, 2004). Finalmente, en las pruebas realizadas con *Salmonella spp.*(3), se detectó nuevamente una inhibición significativa del crecimiento, comparable a la observada con *Staphylococcus aureus*. Este resultado destaca el potencial del aceite esencial como agente inhibidor de cepas patógenas de importancia alimentaria y sanitaria.

3.11.2.2 Resultados de los análisis microbiológicos con antibiogramas.

Recordando un poco, además de la prueba de siembra directa, también se llevó a cabo un ensayo, utilizando la técnica de disco de difusión en agar también conocida como técnica de Kirby-Bauer, donde se emplearon discos de papel filtro impregnados con el aceite esencial de mayor concentración de D-limoneno, identificado como la muestra C2 (CA), también se hizo otra prueba en la misma placa Petri para un extracto en el cual no se utilizó APG en las imágenes de abajo se denota como SA.

Esta técnica es ampliamente utilizada en microbiología para evaluar la actividad antimicrobiana de compuestos naturales o sintéticos mediante la observación de zonas de inhibición alrededor del disco (Balouiri, Sadiki, & Ibnsouda, 2016).

La inhibición se puede comparar con datos teóricos recopilados de CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute), EUCAST (European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing) los cuales se observa en la siguiente **tabla 3-6**.

Tabla 3-6. Rangos de inhibición para las cepas utilizadas. **Fuente:** CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute), EUCAST (European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing)

Microorganismos	Halo de inhibición	Interpretación general
<i>Staphylococcus aureus</i>	≥ 15 mm	Buena inhibición
<i>Escherichia coli</i>	≥ 18 mm	Buena inhibición
<i>Salmonella spp</i>	$\geq 18-20$ mm	Buena inhibición

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en este ensayo. Cabe destacar que la inhibición del crecimiento bacteriano observada no fue tan marcada como en la prueba de vertido directo.

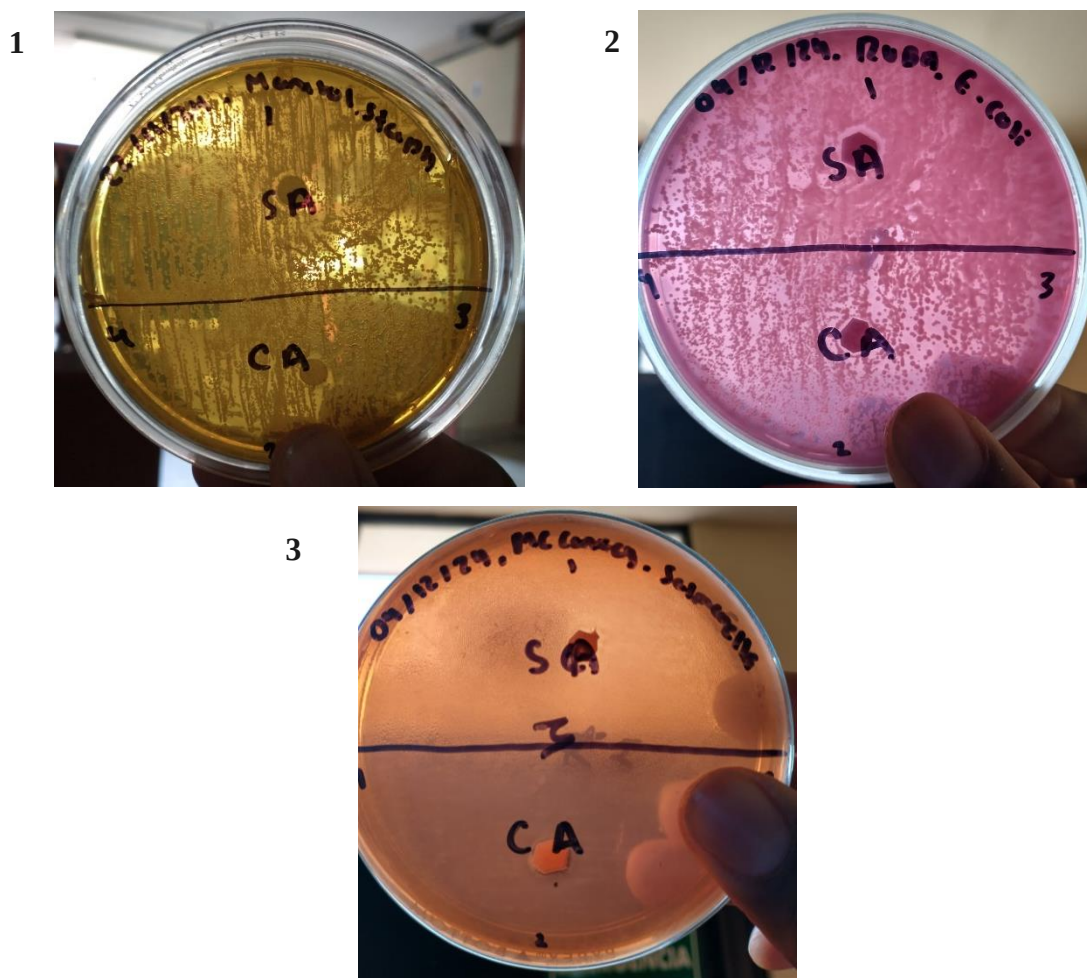


Figura 3-37. Cultivos de 1 *Staphylococcus aureus*, 2 *Escherichia coli*, 3 *Salmonella spp* después de la incubación.

Para ambos extractos mencionados con anterioridad en el caso de *Staphylococcus aureus* (1), el halo de inhibición fue reducido aproximadamente de 3 mm, y para *Escherichia coli* (2) y *Salmonella spp.* (3), se observaron zonas mínimas o nulas de inhibición ya que el halo fue de 5 mm para *Escherichia coli* (2) y 2 mm para *Salmonella spp.* (3) para los cual si hacemos una comparación contra los datos que se observa en la **tabla 3-6** podemos discutir que son halos de inhibición que caen demasiado fuera de los valores que son considerados como una buena inhibición. Esta baja efectividad en la prueba de disco inhibitorio podría deberse a varios factores.

Uno de los más relevantes es la baja difusión del D-limoneno en medios acuosos, debido a su carácter hidrofóbico, lo cual limita su movilidad a través del agar y, por tanto, su capacidad para alcanzar concentraciones efectivas en la periferia del disco (Trombetta et al., 2005).

Además, su alta volatilidad puede provocar pérdidas durante la incubación si no se controla adecuadamente el ambiente del cultivo. Según Burt (2004), muchos aceites esenciales muestran una mayor eficacia cuando se aplican directamente sobre el medio o en soluciones emulsificadas, que favorecen su dispersión homogénea. Por lo tanto, aunque el D-limoneno presenta una actividad antimicrobiana comprobada, su efectividad mediante difusión en disco puede ser limitada sin el uso de materiales adecuados o técnicas que mejoren su dispersión.

3.11.3 Diseño y caracterización visual de los detergentes formulados.

Los detergentes formulados en esta investigación fueron desarrollados utilizando como principio activo el aceite esencial extraído de cáscara de naranja, específicamente la muestra que presentó la mayor concentración de D-limoneno, identificada como C2 en los análisis cromatográficos.

Esta muestra alcanzó una concentración de 47,519 mg/L de D-limoneno, valor que se encuentra ligeramente por encima del rango teórico óptimo de extracción reportado en la literatura, el cual oscila entre 27,000 y 47,500 mg/L para infusiones de cáscara húmeda.

Además de los detergentes con extracto cítrico, se elaboró una formulación adicional utilizando únicamente cloruro de benzalconio como agente antimicrobiano, con el fin de establecer un punto de comparación entre el D-limoneno extraído naturalmente y un compuesto sintético de uso común en la industria. Los detergentes a base de extracto de cáscara de naranja se prepararon en tres concentraciones diferentes del aceite esencial: 5%, 10% y 20% v/v.

A continuación, se presentan los resultados visuales de cada una de estas formulaciones, observando su apariencia física y coloración **figura 3-38**. Estas características iniciales son fundamentales, ya que pueden influir en la percepción del consumidor y en la aceptación del producto final (Zhu et al., 2019).



Figura 3-38. Detergentes preparados con extracto a distintas concentraciones y uno con cloruro de benzalconio.

3.11.4 Análisis microbiológico de las formulaciones detergentes.

Para estos análisis solamente se utilizó la técnica de dispersión en disco como se mencionó en la metodología utilizando los diferentes detergentes la inhibición que se obtuvo en cada uno de ellos se puede observar en la **figura 3-39**, en la **figura 3-40** se muestra una prueba con un detergente hecho sin cloruro de benzalconio ni extracto esto para comparar si los compuestos con los que están hechos los detergentes son causantes de la inhibición, y también se observa en conjunto el detergente hecho con cloruro de benzalconio.

1



2



3

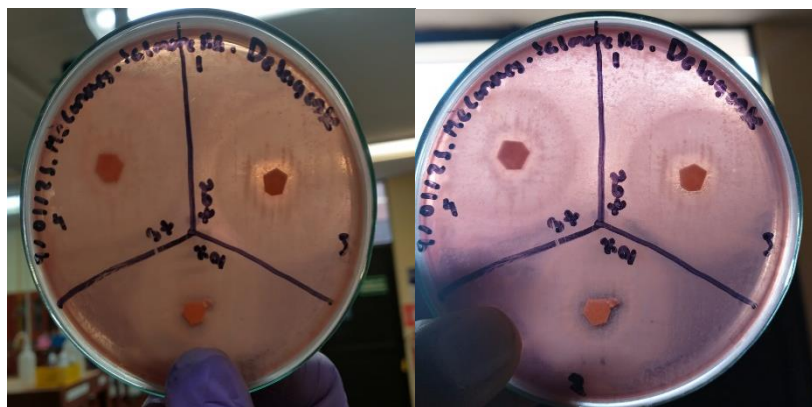


Figura 3-39. Cultivos de 1 *Staphylococcus aureus*, 2 *Escherichia coli*, 3 *Salmonella* spp después de la incubación con antibiogramas impregnados de los detergentes al 5%, 10% y 20% de extracto.

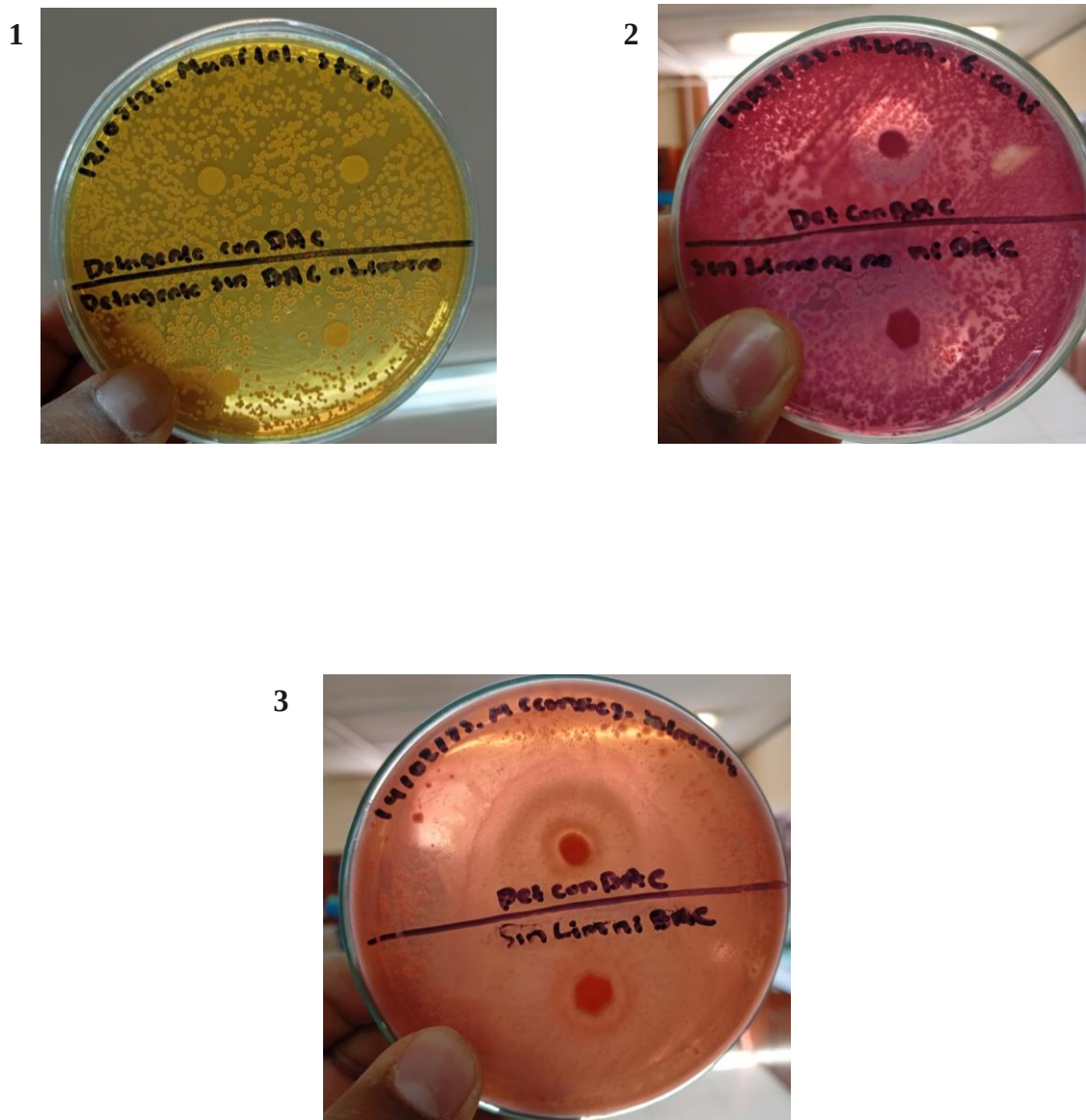


Figura 3-40. Cultivos de 1 *Staphylococcus aureus*, 2 *Escherichia coli*, 3 *Salmonella spp* después de la incubación con antibiogramas impregnados del detergente con cloruro de benzalconio y detergente sin cloruro de benzalconio ni extracto.

Como podemos observar se observan halos de inhibición más notorios para las tres cepas utilizadas que fueron *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* y *Salmonella spp*. se realizaron las mediciones de los halos y se recopilaron en la **tabla 3-7** para cada uno de los detergentes utilizados.

Tabla 3-7. Inhibición en mm para los distintos detergentes en las diferentes cepas empleadas.

Inhibición (mm)

Tipo de detergente	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Escherichia coli</i>		<i>Salmonella spp</i>	
	1	2	1	2	1	2
Detergente al 5%	15	15	25	25	17	15
Detergente al 10%	11	15	23	17	20	18
Detergente al 20%	15	16	25	18	20	20
Detergente con Cloruro de Benzalconio	2		10		N/A	
Detergente sin Cloruro de Benzalconio D-limoneno	N/A		N/A		N/A	

La inhibición se puede comparar con datos teóricos recopilados de CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute), EUCAST (European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing) los cuales se observa en la siguiente **tabla 3-8**.

Tabla 3-8. Rangos de inhibición para las cepas utilizadas. **Fuente:** CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute), EUCAST (European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing)

Microorganismos	Halo de inhibición	Interpretación general
<i>Staphylococcus aureus</i>	≥ 15 mm	Buena inhición
<i>Escherichia coli</i>	≥ 18mm	Buena inhición
<i>Salmonella spp</i>	≥ 18-20 mm	Buena inhición

3.11.4.1 Resultados para *Staphylococcus aureus*.

Comparando con la tabla de referencia, se observa que el detergente con un 5% de extracto produjo zonas de inhibición de 15 mm en ambos cultivos, lo que se clasifica como una buena inhibición. El detergente al 10% presentó un resultado variable: 11 mm en el cultivo 1 (inhibición baja) y 15 mm en el cultivo 2 (inhibición aceptable). Para el

detergente al 20%, se registraron inhibiciones de 16 mm y 15 mm respectivamente, valores que indican una respuesta antimicrobiana consistente y eficaz frente a esta cepa grampositiva. En contraste, el detergente formulado exclusivamente con cloruro de benzalconio mostró una inhibición de apenas 2 mm, y el detergente sin cloruro de benzalconio ni extracto no generó inhibición alguna.

Esto sugiere una baja eficacia del cloruro de benzalconio a las concentraciones utilizadas, lo cual podría deberse a su rápida degradación o a una resistencia bacteriana inducida por su uso continuo, como se ha documentado en diversos estudios (Li et al., 2021; Zhang et al., 2015).

3.11.4.2 Resultados para *Escherichia coli*

En el caso de *E. coli*, las zonas de inhibición fueron notablemente mayores. En el cultivo 1, los detergentes con extracto al 5%, 10% y 20% mostraron halos de 25, 23 y 25 mm respectivamente, todos ellos por encima del valor de referencia de ≥ 18 mm, lo que indica una actividad antimicrobiana fuerte. En el cultivo 2, el detergente al 5% mantuvo 25 mm de inhibición, mientras que los de 10% y 20% presentaron 17 mm y 18 mm respectivamente. Aunque estos últimos dos valores son menores, aún se encuentran cercanos al umbral aceptable, lo que sugiere una posible variabilidad experimental o diferencias en la difusión del agente activo, atribuibles al contenido lipofílico del D-limoneno, el cual puede afectar su movilidad en medios de agar (Trombetta et al., 2005).

El detergente con cloruro de benzalconio mostró una inhibición de 10 mm, mientras que el detergente sin componentes activos no produjo inhibición. El bajo resultado con cloruro de benzalconio puede deberse a la baja difusión del compuesto en el medio sólido o a mecanismos de tolerancia bacteriana adquirida (Boretti & Banerjee, 2021).

3.11.4.3 Resultados para *Salmonella* spp.

Para esta cepa, en el cultivo 1, se observaron zonas de inhibición de 17 mm con el detergente al 5%, y de 20 mm tanto con el de 10% como con el de 20%, valores que, al compararse con la referencia ≥ 18 –20 mm, indican una inhibición efectiva solo en las

formulaciones de mayor concentración. En el cultivo 2, el detergente al 10% y 20% mantuvo valores de 18 mm y 20 mm, respectivamente, mientras que el de 5% presentó 17 mm, lo cual puede considerarse un valor límite o insuficiente según los estándares. Esta diferencia puede explicarse por la concentración subóptima del principio activo, o bien por la menor permeabilidad de la membrana externa de bacterias gramnegativas como *Salmonella spp.* al D-limoneno (Burt, 2004).

Los detergentes con y sin cloruro de benzalconio no mostraron halos de inhibición para esta cepa, lo que reafirma la limitada efectividad del cloruro de benzalconio en las condiciones de este ensayo, esto respalda la propuesta de utilizar extractos naturales como alternativas funcionales y menos contaminantes.

3.11.5 Evaluación del impacto ambiental mediante demanda química de oxígeno.

Los resultados obtenidos se presentan en la **tabla 3-9**, donde se muestra la concentración de DQO registrada para cada detergente evaluado.

Estos datos permiten comparar la carga orgánica de las formulaciones ecológicas frente a los detergentes convencionales, lo cual resulta fundamental para evaluar su impacto ambiental en términos de biodegradabilidad y persistencia en cuerpos de agua.

Una menor concentración de DQO está asociada con una mayor capacidad de degradación natural, lo cual es deseable en productos de limpieza con enfoque sustentable (Li et al., 2021).

Tabla 3-9. Resultaos obtenidos de DQO en mg/L para los distintos detergentes.

Datos obtenidos de DQO (mg/L)					
Repetición	BAC	5%	10%	20%	Comercial
1	650	89	85	99	656
2	543	90	80	95	756
3	548	101	92	97	567
Promedio	580.3	93.33	85.67	97.00	659.67

Asimismo, se elaboró una gráfica de cajas y bigotes con los valores obtenidos de DQO

para cada una de las formulaciones detergentes evaluadas.

Este tipo de representación gráfica permite visualizar de manera clara y comparativa la dispersión, mediana y posibles valores atípicos de los datos obtenidos, facilitando la identificación de diferencias significativas entre las muestras.

La gráfica es una herramienta útil para comprender de una mejor manera las variaciones en la carga orgánica asociada a cada tipo de detergente, como se muestra a continuación en la **figura 3-41**.

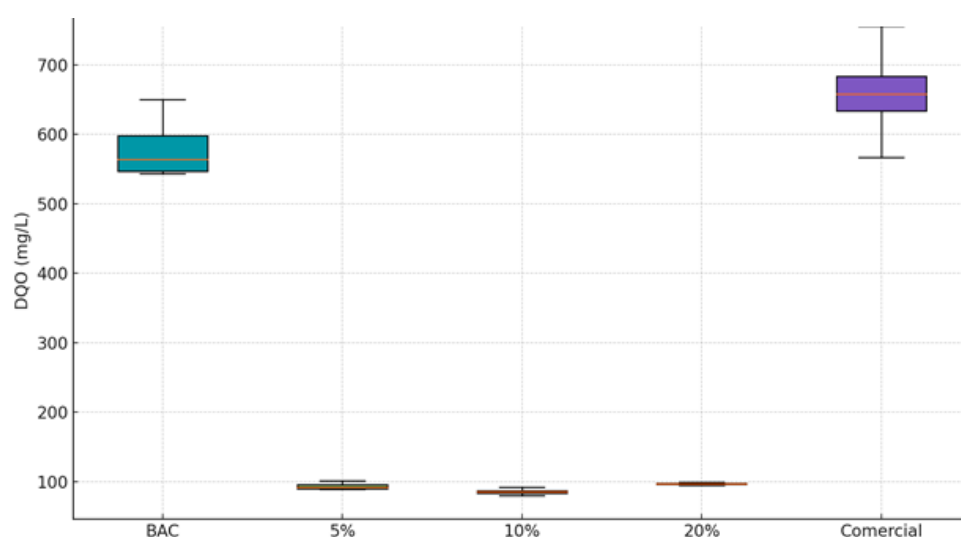


Figura 3-41. Distribución de DQO por tipo de detergente .

Los valores obtenidos experimentalmente en el análisis de Demanda Química de Oxígeno fueron comparados con los límites establecidos en la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021, la cual regula los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación.

Esta norma es de aplicación obligatoria en México para cualquier generador de aguas residuales, y su objetivo principal es proteger la calidad del agua y los ecosistemas acuáticos, estableciendo parámetros máximos para diversos contaminantes, entre ellos la DQO.

La comparación se realizó con base en los valores estipulados según la clasificación del cuerpo receptor: cuerpos de agua dulce, salobre o marino, así como zonas protegidas o de recarga. Estos valores límite permiten evaluar si las formulaciones detergentes elaboradas

en este estudio son ambientalmente viables, al no superar los niveles de carga orgánica considerados perjudiciales para los ecosistemas.

A continuación, se presenta en la **tabla 3-10** un resumen con los límites permisibles de DQO establecidos por la NOM-001-SEMARNAT-2021, clasificados de acuerdo con el tipo de cuerpo receptor, y que fueron utilizados como referencia para evaluar la compatibilidad ambiental de las muestras analizadas:

Tabla 3-10. Clasificación de cuerpos receptores y sus límites de DQO en mg/L. **Fuente:** NOM-001-SEMARNAT-2021

Tipo A: Agua destinada a potabilización	Tipo B: Agua para recreación y protección de vida acuática	Tipo C: Agua para riego agrícola o industrial
≤ 125 mg/L	≤ 200 mg/L	≤ 300 mg/L

Considerando los valores presentados en la tabla anterior, es posible realizar una comparación directa entre los resultados obtenidos en este estudio y los límites establecidos por la NOM-001-SEMARNAT-2021 la cual se muestra en la **tabla 3-11**.

A partir de esta evaluación, se puede identificar cuáles de las formulaciones desarrolladas se encuentran dentro del rango permitido y cuáles podrían representar una carga orgánica elevada, susceptible de generar impactos negativos si fueran vertidas directamente en el ambiente sin tratamiento previo.

Tabla 3-11. Comparación de resultados de DQO con la NOM-001-SEMARNAT-2021.

Muestra	Cumple para cuerpos receptores (200 mg/L)	Cumple para alcantarillado (500 mg/L)	Cumple para zonas sensibles (150 mg/L)
BAC	 No	 No	 No
5%	 Sí	 Sí	 Sí
10%	 Sí	 Sí	 Sí
20%	 Sí	 Sí	 Si

Comercial	✗ No	✗ No	✗ No
------------------	-------------	-------------	-------------

Como se puede observar en la tabla comparativa, los detergentes formulados con extracto de cáscara de naranja fueron los únicos que cumplieron con los límites permisibles de Demanda Química de Oxígeno establecidos por la NOM-001-SEMARNAT-2021, para su descarga en cuerpos de agua nacionales. Estos resultados evidencian que las formulaciones ecológicas desarrolladas en este estudio presentan una carga orgánica significativamente menor en comparación con los detergentes comerciales y aquellos que contienen cloruro de benzalconio, los cuales superaron ampliamente los valores permitidos, clasificándolos como productos de alto impacto ambiental.

La baja DQO observada en los detergentes con extracto de cáscara de naranja puede atribuirse a la naturaleza biodegradable de los compuestos presentes en el aceite esencial, siendo el D-limoneno su principal componente que es > 90%, el cual ha sido ampliamente reportado como un compuesto de baja toxicidad, no persistente y fácilmente biodegradable en condiciones ambientales (Rafiq et al., 2018).

Además, al tratarse de formulaciones libres de agentes sintéticos agresivos, como tensoactivos sulfonados o conservadores no biodegradables, estas mezclas tienen un mejor desempeño ecológico.

En contraste, los detergentes que contienen cloruro de benzalconio presentan valores de DQO considerablemente altos. Esto se debe a que las sales cuaternarias de amonio son compuestos sintéticos que, aunque eficaces como antimicrobianos, muestran una baja tasa de degradación en sistemas naturales y plantas de tratamiento de aguas residuales, acumulándose en lodos y sedimentos, y contribuyendo a la carga orgánica total del sistema (Li et al., 2021; Zhang et al., 2015). Asimismo, muchos detergentes convencionales contienen aditivos como fragancias sintéticas, colorantes y agentes complejantes, los cuales incrementan aún más la DQO y reducen la biodegradabilidad de la mezcla (Nawaz et al., 2020).

3.11.6 Análisis de viscosidad cinemática de los detergentes.

Los resultados obtenidos del análisis de viscosidad se presentan en la **tabla 3-12**, en la

cual se muestra el tiempo de flujo, medido en segundos, que tardaron las distintas formulaciones detergentes en desplazarse desde la marca A hasta la marca B dentro del capilar del viscosímetro de Ostwald. Este tiempo es directamente proporcional a la viscosidad del líquido, por lo que constituye un parámetro fundamental para evaluar la resistencia al flujo y, en consecuencia, la consistencia y estabilidad física de cada una de las formulaciones.

Tabla 3-12. Tabla de tiempos para los líquidos en estudio.

Repetición	Agua	BAC	5%	10%	20%
	Tiempo (s)	Tiempo (s)	Tiempo (s)	Tiempo (s)	Tiempo (s)
1	78	209	195	211	208
2	75	210	198	210	210
3	77	210	197	212	212
Promedio	76.67	209.67	196.67	211	210

Los tiempos de flujo obtenidos en el análisis de viscosidad se expresan en segundos, y para cada muestra se realizó la medición por triplicado, con el fin de asegurar la repetibilidad y confiabilidad estadística de los datos. Como patrón de referencia, se utilizó agua destilada, cuya viscosidad y densidad están ampliamente documentadas y permiten establecer una comparación base con las formulaciones detergentes desarrolladas.

Además del tiempo de flujo, se determinaron las densidades de cada uno de los detergentes, así como la densidad teórica del agua a 26 °C, que fue la temperatura de trabajo durante el análisis. La determinación de la densidad se realizó mediante el método gravimétrico, también conocido como método de las pesadas, el cual consiste en medir la masa de un volumen conocido de muestra utilizando una balanza analítica de alta precisión (Domínguez et al., 2020).

Con los valores de tiempo de flujo y densidad, se calculó la viscosidad dinámica (η) de las formulaciones, expresada en centipoise (cP). Para validar los resultados, también se utilizó como referencia el valor estándar de la viscosidad del agua a 26 °C, que es de aproximadamente 0.8509 cP (CRC Handbook of Chemistry and Physics, 2023). Los valores obtenidos se resumen en las **tablas 3-13 y 3-14**, donde se presentan, densidad y viscosidad calculada de cada muestra.

Estos datos son fundamentales para evaluar el comportamiento físico de los detergentes, ya que la viscosidad influye directamente en la manipulación, dosificación y percepción del consumidor final, además de relacionarse con la estabilidad coloidal y la interacción de los surfactantes en solución (Zhu et al., 2019).

Tabla 3-13. Densidad para los distintos líquidos utilizados en la experimentación.

Densidad (g/mL)				
Agua	BAC	5%	10%	20%
0.99669	1.1345	1.07131	1.02324	1.02224

Tabla 3-14. Valor de viscosidad para el agua a la temperatura trabajada.

Viscosidad del agua a 26°C	0.8509	Centipoise (cP)	—
---------------------------------------	---------------	------------------------	----------

Con la recopilación de todos los datos experimentales, la viscosidad de los detergentes evaluados fue calculada mediante dos maneras distintas, aplicando dos fórmulas diferentes derivadas de la ley de Poiseuille, adaptadas para su uso con el viscosímetro de Ostwald. Estas dos metodologías se implementaron con el objetivo de verificar la consistencia de los resultados y detectar posibles errores significativos entre los valores obtenidos, lo cual permite aumentar la confiabilidad del análisis.

$$\eta_2 = \eta_1 \frac{\rho_2 t_2}{\rho_1 t_1} \qquad \eta_2 = \frac{t_2 \eta_1}{t_1}$$

Formula 1

Formula 2

Donde:

η_1 : es la viscosidad en Centipoise (cP) del líquido de referencia.

η_2 : es la viscosidad en Centipoise (cP) del líquido desconocido

ρ_2 : es la densidad del líquido desconocido

ρ_1 : es la densidad del líquido de referencia

t_1 : es el tiempo en segundos que tardo el líquido de referencia el recorrer del punto A al punto B en el viscosímetro de Ostwald.

t_2 : es el tiempo en segundos que tardo el líquido problema el recorrer del punto A al punto

B en el viscosímetro de Ostwald.

Como se puede observar, las **fórmulas 1 y 2** utilizadas para el cálculo de la viscosidad presentan una estructura muy similar, sin embargo, difieren en los parámetros que consideran para la estimación final del valor de viscosidad. En la fórmula 1, se incorpora tanto el tiempo de flujo como la densidad de ambos líquidos o sea el de referencia y la muestra problema, lo que permite una estimación más completa del comportamiento dinámico del fluido, especialmente en sistemas donde la densidad puede variar significativamente entre muestras.

Por otro lado, la fórmula 2 es una versión simplificada, en la que la viscosidad se determina únicamente a partir del tiempo de flujo del líquido problema, el tiempo del líquido de referencia y la viscosidad conocida del fluido patrón que, en este caso, el agua destilada a 26 °C, con una viscosidad de 0.8509 cP, sin necesidad de conocer las densidades. Esta versión resulta particularmente útil cuando se requiere una estimación rápida o cuando no se dispone de una balanza analítica para determinar densidades precisas. Ambas fórmulas se basan en la relación proporcional que existe entre el tiempo de flujo y la viscosidad de un líquido, bajo condiciones de flujo laminar, como las que se cumplen en el funcionamiento del viscosímetro de Ostwald.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de la viscosidad utilizando ambos enfoques, los cuales se resumen en la **tabla 3-15**. Esta comparación permite observar si las diferencias entre ambos métodos son significativas o si ambas estrategias son igualmente válidas para estimar la viscosidad de las formulaciones detergentes evaluadas.

Tabla 3-15. Valores de viscosidad obtenidos en el experimento para los detergentes formulados.

Viscosidad (cP)				
	Detergente con BAC	Detergente al 5%	Detergente al 10%	Detergente al 20%
Formula 1	2.64	2.35	2.40	2.39
Formula 2	2.33	2.18	2.34	2.33

Recordando un poco, la viscosidad es una propiedad fisicoquímica fundamental que describe la resistencia interna de un fluido al flujo, es decir, su grado de fluidez bajo el efecto de una fuerza externa. En términos prácticos, se asocia con la “espesor” de un líquido y tiene una influencia directa en la percepción sensorial del producto, su facilidad de aplicación, dosificación, y su estabilidad durante el almacenamiento (Zhu et al., 2019). En productos de limpieza como los detergentes, la viscosidad también puede impactar la formación de espuma, el poder de humectación y el desempeño en diferentes condiciones de uso, por lo que se considera un parámetro clave durante la formulación y evaluación de estos productos (Palacios et al., 2016).

Para poder comparar los resultados obtenidos en este estudio, se recopilamos valores de referencia de viscosidad correspondientes a distintos tipos de detergentes líquidos de uso comercial, incluyendo formulaciones para lavado de manos, detergentes líquidos tipo gel y detergentes líquidos para ropa. Esta comparación permite establecer si las formulaciones ecológicas elaboradas con extracto de cáscara de naranja se encuentran dentro de rangos funcionales aceptables para su aplicación práctica, o si es necesario realizar ajustes en su formulación para mejorar su comportamiento físico.

Los valores recopilados se obtuvieron de estudios técnicos y fichas de especificaciones comerciales, y se presentan en la **tabla 3-16**, donde se detallan los rangos de viscosidad típicos para cada tipo de producto, expresados en Centipoise (cP), y que se utilizaron como referencia comparativa con las muestras evaluadas en este trabajo.

Tabla 3-16. Rangos de viscosidad para distintos jabones líquidos. **Fuente:** AllPartitions. (2023), Yeser Chemicals. (2023).

Rangos de viscosidad para distintos jabones líquidos.	
Tipo de jabón líquido	Rango típico de viscosidad (cP)
Jabón líquido para manos	1,000 – 3,500
Jabón líquido espeso (tipo gel)	4,000 – 10,000

Jabón líquido para ropa.	150 – 500
-------------------------------------	-----------

Como se puede observar en la **tabla 3-16**, los valores de viscosidad de diversos detergentes comerciales se sitúan por encima de los 100 Centipoise (cP), especialmente en el caso de los jabones líquidos para manos, cuyo rango típico varía entre 1000 y 3500 cP, así como los detergentes tipo gel, que pueden superar incluso los 10,000 cP, debido a su formulación espesante y mayor contenido de agentes reológicos (Palacios et al., 2016; Gómez-Mendoza & Londoño, 2018). Estos valores reflejan una consistencia densa y viscosa, generalmente preferida por los consumidores por asociarse a una mayor eficacia de limpieza y una aplicación más controlada.

En contraste, los detergentes ecológicos formulados en este estudio, elaborados con extracto de cáscara de naranja rico en D-limoneno, presentan valores de viscosidad significativamente más bajos, con un rango aproximado de 2 a 3 cP. Estas cifras son comparables a las de líquidos poco viscosos, como el agua, lo que indica que las formulaciones son altamente fluidas y presentan una baja resistencia al flujo.

Una baja viscosidad en productos de limpieza puede tener ventajas operativas, como una mayor capacidad de penetración en superficies porosas, mejor humectación y facilidad de enjuague, además de requerir menos energía para su aplicación (Zhu et al., 2019). Sin embargo, también puede percibirse negativamente por el consumidor, ya que puede asociarse con baja concentración o calidad del producto (Zhu et al., 2019; Landa et al., 2015).

Por lo tanto, aunque desde el punto de vista técnico y ambiental las formulaciones evaluadas pueden ser funcionales, podría ser necesario ajustar su viscosidad mediante el uso de espesantes naturales o biodegradables, con el fin de mejorar su aceptación sensorial y comercial, sin comprometer su diseño ecológico.

3.11.7 Evaluación del poder espumante de las formulaciones detergentes.

En la prueba de poder espumante, cada formulación detergente fue evaluada mediante mediciones realizadas por triplicado, con el fin de garantizar la reproducibilidad y confiabilidad de los resultados obtenidos.

Los resultados obtenidos de esta prueba se presentan en la **tabla 3-17**, en la cual se detallan los valores de altura de espuma generada, medidos en milímetros.

Tabla 3-17. Datos experimentales de espuma para cada detergente.

Datos experimentales de espuma para cada detergente.				
Repetición	BAC	5%	10%	20%
	Altura	Altura	Altura	Altura
	espuma	espuma mm	espuma	espuma
	mm		mm	mm
1	22	20	20	19
2	21	21	19	18
3	20	22	18	18

Para tener un mejor análisis de estos resultados, se recopilaron también datos de referencia obtenidos de la bibliografía, los cuales se presentan en la **tabla 3-18**. Esta tabla incluye información sobre la capacidad espumante típica de detergentes líquidos comerciales, tanto para ropa como para higiene de manos, proporcionando así un punto de comparación con las formulaciones ecológicas desarrolladas en este estudio, las cuales contienen extracto de cáscara de naranja rico en D-limoneno como ingrediente activo.

Tabla 3-18. Datos teóricos de espuma en detergentes líquidos.

Datos teóricos de espuma en detergentes líquidos.	
Tipo de detergente	Longitud de la espuma formada (mm)
Detergente líquido para manos	120 – 180
Detergente líquido para ropa	80 – 150

Los detergentes convencionales para lavado de manos presentan, en general, una formación de espuma considerable, con valores que oscilan entre 120 y 180 mm, mientras que los detergentes líquidos para ropa generan espuma en un rango ligeramente menor, de aproximadamente 80 a 150 mm, dependiendo de su formulación específica (Palacios et al., 2016). Este alto poder espumante se debe a la presencia de tensoactivos sintéticos como los lauriles sulfatos de sodio y los etoxilados no iónicos, los cuales son eficaces no solo en la reducción de la tensión superficial, sino también en la generación y estabilización de espuma abundante y duradera, cualidad altamente valorada por los consumidores (Zhu et al., 2019).

En contraste, los detergentes formulados en este estudio a partir de extracto de cáscara de naranja rico en D-limoneno presentan valores de formación de espuma mucho menores, con alturas que varían entre 18 y 22 mm, dependiendo de la concentración del extracto. De forma similar, el detergente formulado con cloruro de benzalconio mostró una generación de espuma en el rango de 20 a 22 mm, lo cual es significativamente más bajo en comparación con los productos comerciales antes mencionados.

Estos valores reducidos de formación de espuma pueden atribuirse a la naturaleza de los componentes utilizados, ya que ni el D-limoneno ni el cloruro de benzalconio son agentes espumantes eficientes por sí solos.

Aunque el D-limoneno actúa como disolvente natural con propiedades antimicrobianas, su capacidad espumante es limitada (Ciriminna et al., 2014). En el caso del cloruro de benzalconio, si bien posee propiedades desinfectantes, su estructura cuaternaria no favorece la formación de espuma estable.

A pesar de esta limitación en términos de apariencia visual, es importante señalar que una baja formación de espuma no implica una menor eficacia de limpieza.

De hecho, varios estudios han demostrado que la eficiencia detergente no está necesariamente correlacionada con el volumen de espuma, y que muchos productos de bajo impacto ambiental se caracterizan precisamente por producir poca o nula espuma (Gómez-Mendoza & Londoño, 2018).

Por lo tanto, los detergentes ecológicos desarrollados con extracto de naranja, aunque producen menor espuma, pueden considerarse como una alternativa viable y funcional, especialmente si se busca reducir la carga química en aguas residuales y minimizar el uso de tensoactivos sintéticos perjudiciales para el medio ambiente.

3.11.8 Evaluación de la tensión superficial y concentración micelar crítica.

Recordando un poco, la tensión superficial es una propiedad fisicoquímica que se manifiesta en la superficie de los líquidos debido a las fuerzas de cohesión entre las moléculas del fluido. Esta propiedad es particularmente relevante en el caso de los tensoactivos, ya que su función principal es disminuir dicha tensión, facilitando así la humectación de superficies, la emulsificación de grasas y la penetración en tejidos durante los procesos de limpieza (Myers, 2006). La tensión superficial se expresa comúnmente en milinewtons por metro (mN/m) y su disminución progresiva al aumentar la concentración de un tensoactivo es un indicador clave de su actividad.

En este contexto, otro parámetro esencial es la Concentración Micelar Crítica, definida como la concentración mínima de tensoactivo a partir de la cual comienzan a formarse micelas en la disolución. Antes de alcanzar esta concentración, los tensoactivos se distribuyen en la interfaz aire-líquido, reduciendo la tensión superficial. Una vez superado este umbral, la tensión superficial tiende a estabilizarse, ya que las moléculas excedentes comienzan a agregarse en micelas en lugar de ocupar más espacio en la interfaz (Rosen & Kunjappu, 2012).

Para la determinación de la CMC, se suele realizar una serie de mediciones de tensión superficial a diferentes concentraciones del tensoactivo, graficando posteriormente los valores obtenidos. El punto de inflexión de esta curva indica la CMC. Este método es ampliamente utilizado para evaluar la eficiencia de formulaciones detergentes y comparar su comportamiento supramolecular (Mukerjee & Mysels, 1971).

3.11.8.1 Resultados de la tensión superficial para los distintos detergentes.

En este estudio, se determinaron los valores de tensión superficial para diversas diluciones de los detergentes ecológicos formulados, utilizando un tensiómetro por anillo

de Du Noüy. Los resultados obtenidos, los cuales representan el promedio de tres réplicas independientes por muestra, se presentan en la **tabla 3-19**, y fueron registrados directamente del equipo mencionado.

Tabla 3-19. Promedios de tensión superficial de los distintos detergentes en (mN/m).

Promedios de tensión superficial de los distintos detergentes (mN/m).				
Diluciones	Cloruro de Benzalconio	Detergente al 5%	Detergente al 10%	Detergente al 20%
100%	35.2	34.9	34.8	35
50%	34.9	35	34.9	34.7
20%	29.8	30	30	29.7
5%	29.3	29.4	30	29.4

Los datos obtenidos del análisis de tensión superficial muestran valores que oscilan entre los 29 y 35 mN/m, correspondientes a las distintas formulaciones detergentes evaluadas. Esta variabilidad relativamente baja indica que, aunque hubo diferencias en la composición de los detergentes particularmente en la concentración de extracto de cáscara de naranja rico en D-limoneno y la presencia o ausencia de cloruro de benzalconio, todos los productos presentaron una capacidad comparable para reducir la tensión superficial del agua.

En términos generales, estos valores se encuentran por debajo de la tensión superficial del agua pura a temperatura ambiente, que es de aproximadamente 72 mN/m a 25 °C, lo cual evidencia la efectividad de las formulaciones como agentes tensioactivos (Rosen & Kunjappu, 2012).

La presencia de componentes como el D-limoneno, aunque no es un tensioactivo convencional, puede contribuir a esta reducción cuando se encuentra combinado con otros compuestos o tensioactivos naturales como los alquilpoliglucósidos, que poseen una reconocida capacidad para disminuir la tensión superficial (Ciriminna et al., 2014).

Para asegurar mejor estos resultados, en la **tabla 3-20** se presentan valores típicos de tensión superficial de detergentes líquidos disponibles en el mercado.

Tabla 3-20. Datos teóricos de tensión superficial para detergentes líquidos. **Fuente:** Rosen, M. J., & Kunjappu, J. T. (2012)

Datos teóricos de tensión superficial para detergentes líquidos.		
Clasificación	Rango (mN/n)	Interpretación
Alta	> 60	Fuerte cohesión; el líquido no se esparce fácilmente
Media	40 - 60	Cohesión moderada; comportamiento intermedio
Baja	< 40	Baja cohesión; el líquido se esparce fácilmente

Al comparar los resultados obtenidos en el análisis de tensión superficial con los valores reportados en la bibliografía especializada, se puede realizar una mejor interpretación del comportamiento de los detergentes formulados. En la **tabla 3-20**, se presenta una clasificación de la tensión superficial en función del grado de cohesión molecular del líquido:

- Para valores superiores a 60 mN/m, se considera que existe una fuerte cohesión intermolecular, lo que implica que el líquido no se esparce con facilidad sobre las superficies, lo cual limita su capacidad de humectación. Este comportamiento es característico del agua pura y de otros líquidos con baja actividad superficial.
- En el rango de 40 a 60 mN/m, se habla de una cohesión moderada, lo cual indica un comportamiento intermedio: el líquido puede humectar y cubrir ciertas superficies, aunque con limitaciones en condiciones hidrofóbicas o altamente sucias.
- Finalmente, para valores inferiores a 40 mN/m, se considera que el líquido presenta una cohesión débil, lo cual se traduce en una alta capacidad de esparcimiento sobre distintas superficies. Esta característica es deseable en productos de limpieza, ya

que facilita la penetración del detergente en tejidos, superficies porosas o áreas contaminadas, mejorando así su eficiencia (Myers, 2006; Rosen & Kunjappu, 2012).

Dado que los valores de tensión superficial obtenidos en este estudio se encuentran en el rango de 29 a 35 mN/m, se puede deducir que las formulaciones desarrolladas presentan excelentes propiedades de esparcimiento, lo que favorece su acción limpiadora y su eficacia en procesos de humectación. Esta baja tensión superficial indica que los detergentes pueden distribuirse fácilmente sobre diferentes superficies durante el lavado, lo que mejora la remoción de suciedad, grasa o residuos en general. Por tanto, estas formulaciones pueden representar una muy buena alternativa ecológica a los detergentes convencionales que, en ocasiones, requieren mayores concentraciones de agentes químicos para alcanzar este mismo nivel de desempeño.

3.11.8.2 Resultados para la evaluación de la concentración micelar crítica a partir de la tensión superficial.

A partir de los resultados obtenidos en el análisis de tensión superficial, se procedió a determinar la concentración micelar crítica (CMC) de las formulaciones detergentes evaluadas. La determinación de este parámetro es de suma importancia en la evaluación del desempeño de los detergentes, ya que indica la concentración mínima necesaria para que el sistema adquiera propiedades óptimas de limpieza, humectación y solubilización de grasas.

Un valor bajo de CMC es generalmente deseable, pues permite alcanzar la eficiencia del tensioactivo con una menor cantidad de producto, lo que se traduce en una formulación más económica y ecológica (Myers, 2006). Para llevar a cabo este análisis, se realizaron mediciones de tensión superficial a diferentes concentraciones de los detergentes formulados.

Estas mediciones permitieron trazar una curva de tensión superficial en función de la concentración, en la cual la CMC se identifica como el punto de inflexión donde la disminución de la tensión superficial se estabiliza. Los valores promedios de tensión superficial obtenidos para cada concentración se presentan en la **tabla 3-21**, los cuales

sirvieron como base para construir la curva correspondiente y estimar la CMC de cada una de las formulaciones evaluadas.

Tabla 3-21. Promedios obtenidos de tensión superficial de los distintos detergentes.

Diluciones	Promedios de tensión superficial de los distintos detergentes (mN/m).			
	Cloruro de Benzalconio	Detergente al 5%	Detergente al 10%	Detergente al 20%
100%	35.2	34.9	34.8	35
50%	34.9	35	34.9	34. 7
20%	29.8	30	30	29. 7
5%	29.3	29.4	30	29. 4

Con el fin de obtener valores más precisos y representativos, los datos de tensión superficial obtenidos experimentalmente fueron ajustados mediante un factor de corrección específico del equipo utilizado, cuyo valor es de 0.9. Este ajuste permitió reducir posibles desviaciones sistemáticas del instrumento y establecer una mejor concordancia con los valores teóricos esperados.

Posteriormente, se calculó el porcentaje de error con respecto al valor teórico de la tensión superficial del agua a la temperatura de trabajo.

Para ello, se utilizó el promedio de los valores experimentales obtenidos para el agua desionizada, al cual se le restó el valor teórico conocido. La diferencia obtenida fue dividida entre el promedio experimental, arrojando un error relativo de 0.09 (equivalente al 9%).

Una vez determinado este valor de error, se procedió a corregir cada uno de los valores de tensión superficial obtenidos. El procedimiento consistió en multiplicar el valor original por el porcentaje de error (0.09) y sumar el resultado al valor original, de modo que se obtuviera una estimación corregida que reflejara con mayor precisión el comportamiento real del sistema.

Estos datos corregidos se presentan en la **tabla 3-22**.

Tabla 3-22. Valores promedios obtenidos de tensión superficial de los distintos detergentes corregidos.

Valores de tensión superficial corregidos (mN/m)				
Dilución	Detergente	Detergente	Detergente	Detergente
	con cloruro de benzalconio	al 5%	al 10%	al 20%
100%	39.1	38.7	38.7	38.9
50%	38.7	38.9	38.7	38.5
20%	33.1	33.4	33.3	32.9
5%	32.5	32.7	33.4	32.6

Finalmente, se elaboró una gráfica de Tensión Superficial versus Concentración utilizando el software Excel, con el propósito de visualizar el comportamiento del sistema y facilitar la identificación de la concentración micelar crítica (CMC). Este análisis gráfico se presenta en la **figura 3-42**, donde se aprecia la relación entre ambas variables y los puntos de inflexión correspondientes a la formación de micelas.

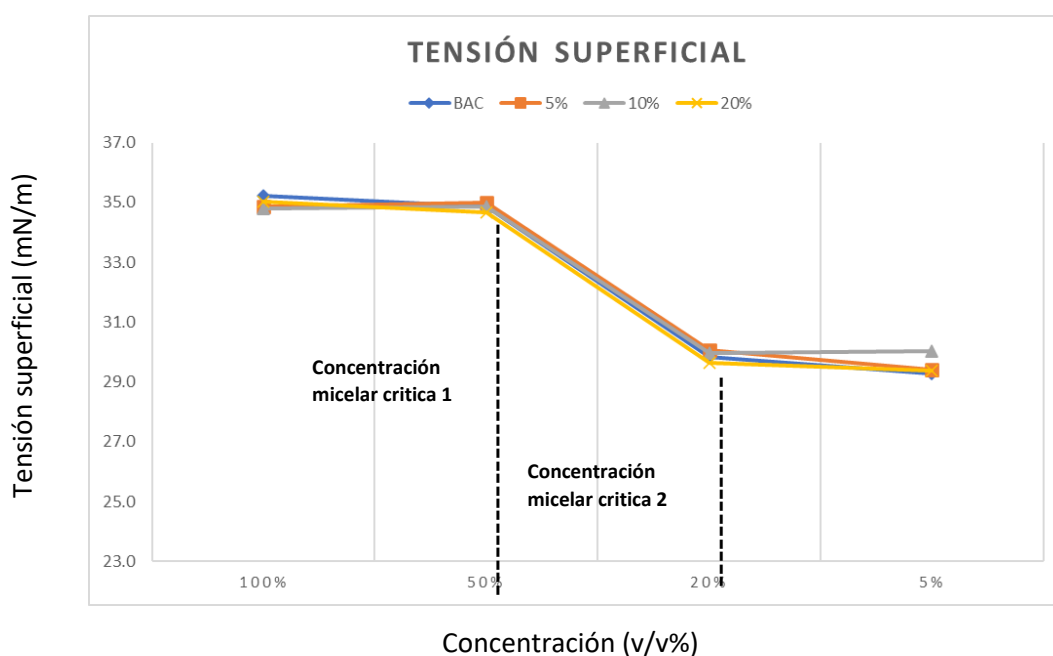


Figura 3-42. Gráfico de las concentraciones micelares críticas.

En la gráfica de tensión superficial frente a concentración para los distintos detergentes formulados, se observa un comportamiento característico con dos puntos de inflexión, los cuales pueden interpretarse como dos concentraciones micelares críticas. Este fenómeno, aunque no común en tensioactivos puros, puede presentarse en sistemas más complejos como los detergentes formulados con mezclas de componentes activos, aceites esenciales o tensioactivos no iónicos.

El primer punto de inflexión representa la formación inicial de micelas primarias, las cuales son estructuras esféricas en las que los grupos hidrofóbicos de las moléculas tensioactivas se orientan hacia el interior y los grupos hidrofílicos hacia el medio acuoso. Esta transición marca el momento en el que la superficie del líquido ya no puede seguir disminuyendo su tensión, por lo que las moléculas comienzan a agregarse espontáneamente (Rosen & Kunjappu, 2012).

El segundo punto de inflexión sugiere una reorganización micelar más avanzada, la cual puede deberse a fenómenos como la solubilización de compuestos hidrofóbicos presentes en la formulación, en este caso. Este compuesto, al ser apolar, puede ser incorporado al núcleo de las micelas, alterando su estructura y estabilidad. Además, la presencia de múltiples componentes en el sistema, como alquilpoliglucósidos, puede promover la formación de micelas de formas no esféricas o estructuras supramoleculares más complejas (Myers, 2006).

Este comportamiento también ha sido reportado en formulaciones detergentes con aceites esenciales, donde la CMC no es un punto único, sino que puede reflejar una serie de transiciones estructurales dentro del sistema micelar a medida que se incrementa la concentración del surfactante y los solutos hidrofóbicos (Kralova & Sjoblom, 2009).

3.11.9 Análisis de la tasa de limpieza mediante reflectancia colorimétrica.

En este análisis se presentan los resultados obtenidos mediante el uso de un colorímetro portátil, el cual permitió cuantificar la diferencia total de color (ΔE) como indicador del poder de limpieza de los detergentes evaluados. Esta diferencia se calculó comparando los valores medidos antes y después del proceso de lavado, permitiendo así evaluar la

eficacia de cada formulación en la remoción de manchas específicas. Para cada detergente elaborado con extracto de cáscara de naranja al 5%, 10%, y 20%, así como el detergente con cloruro de benzalconio, se realizaron mediciones por triplicado.

Posteriormente, se calcularon los promedios correspondientes de cada componente de color L^* , a^* y b^* , tanto previo como posterior al lavado, para cada una de las manchas aplicadas café, salsa, maquillaje, salsa de soya, entre otras. Los datos individuales de cada medición, así como sus promedios, se pueden consultar en la sección de anexos (**ver anexo 6**), mientras que la explicación detallada de lo que representa cada uno de los componentes L^* , a^* y b^* del sistema colorimétrico, se encuentra en la **tabla 3-23**.

Esta información es clave para interpretar correctamente las variaciones colorimétricas que se observaron entre los distintos tratamientos aplicados a las telas.

Tabla 3-23. Parámetros del espacio de color CIELab y su significado. **Fuente:** McGuire, R. G. (1992)

Componente	Significado	Rango típico
L^*	Luminosidad	0 negro – 100 blanco
a^*	Eje rojo-verde	Negativos: verde Positivos: rojo
b^*	Eje amarillo - azul	Negativos: azul Positivos: amarillo

Los valores obtenidos experimentalmente a partir de las mediciones colorimétricas fueron comparados con la escala de interpretación de eficacia de limpieza tomada de la bibliografía, la cual se presenta en la **tabla 3-24**.

Tabla 3-24. Interpretación de la diferencia de color (ΔE) en la limpieza de ropa. **Fuente:** Wyszecki, G., & Stiles, W. S. (2000)

Diferencia de color	
ΔE	Interpretación en limpieza de ropa
0 – 1	Limpieza nula o muy baja (no hubo cambio visible)

1 – 3	Limpieza leve, remoción parcial de la mancha
3 – 5	Limpieza efectiva, visible a simple vista
5 – 8	Limpieza alta, mancha casi eliminada
> 8	Limpieza excelente o total (tejido similar al blanco original)

En la **tabla 3-24** se presentan los distintos rangos de diferencia de color total (ΔE), los cuales abarcan desde valores menores a 1 hasta superiores a 8. Cada uno de estos rangos está asociado con una interpretación del nivel de limpieza, que va desde una limpieza muy deficiente o imperceptible, hasta una limpieza excelente o total del tejido. Esta escala de interpretación permite evaluar la eficacia de cada detergente en función de su capacidad para remover manchas visibles.

Con base en esta clasificación, se determinaron los valores promedio de ΔE obtenidos experimentalmente para cada detergente formulado, y se les asignó una categoría de desempeño. En el caso del detergente con cloruro de benzalconio, los resultados obtenidos y su interpretación correspondiente se encuentran en la **tabla 3-25**.

Tabla 3-25. Resultados del lavado con detergente de cloruro de benzalconio y su interpretación.

Tipo de mancha	Cloruro de benzalconio	
	Diferencia total de color (ΔE)	interpretación
Café	19.03	Limpieza excelente o total
Salsa	46.76	Limpieza excelente o total
Maquillaje	2.74	Limpieza leve
Soya	35.39	Limpieza excelente o total

Se puede apreciar que todos los valores de diferencia de color (ΔE) obtenidos para las distintas manchas superan el valor de 8, lo que, de acuerdo con la escala de interpretación mostrada en la **tabla 3-25**, corresponde a una limpieza excelente o total del tejido.

No obstante, se presenta una excepción significativa en el caso de la mancha de maquillaje, donde el valor de ΔE fue de 2.74, lo cual, según la misma escala, se interpreta como una limpieza leve o moderada.

Esta diferencia puede explicarse por la naturaleza oleosa y pigmentada de los productos cosméticos, los cuales contienen ingredientes como siliconas, ceras y óxidos metálicos, que tienden a adherirse fuertemente a las fibras del tejido y son más resistentes a la acción de agentes limpiadores suaves (Lim et al., 2018).

Además, es importante considerar que el cloruro de benzalconio, utilizado en una de las formulaciones como agente antimicrobiano y conservante, no posee una acción detergente significativa, ya que su función principal es biocida.

Aunque presenta cierta actividad superficial, su estructura cuaternaria no está diseñada para solubilizar grasas o pigmentos intensos como los presentes en el maquillaje, lo cual puede limitar su efectividad en la limpieza de este tipo de manchas (McDonnell & Russell, 1999).

Los resultados del detergente con 5% de extracto se observan en la **tabla 3-26**.

Tabla 3-26. Resultados del lavado con detergente con 5% de extracto y su interpretación.

Tipo de mancha	Detergente al 5% de extracto	
	Diferencia total de color (ΔE)	interpretación
Café	21.45	Limpieza excelente o total
Salsa	41.25	Limpieza excelente o total
Maquillaje	12.54	Limpieza excelente o total
Soya	40.40	Limpieza excelente o total

Los resultados del detergente con 10% de extracto se observan en la **tabla 3-27**.

Tabla 3-27. Resultados del lavado con detergente con 10% de extracto y su interpretación.

Tipo de mancha	Detergente al 10% de extracto	
	Diferencia total de color (ΔE)	interpretación
Café	19.03	Limpieza excelente o total
Salsa	46.76	Limpieza excelente o total
Maquillaje	8.74	Limpieza excelente o total
Soya	35.39	Limpieza excelente o total

Los resultados del detergente con 20% de extracto se observan en la **tabla 3-28**.

Tabla 3-28. Resultados del lavado con detergente con 20% de extracto y su interpretación.

Tipo de mancha	Detergente al 20% de extracto	
	Diferencia total de color (ΔE)	interpretación
Café	19.78	Limpieza excelente o total
Salsa	50.60	Limpieza excelente o total
Maquillaje	13.33	Limpieza excelente o total
Soya	36.90	Limpieza excelente o total

Como se puede observar en las tablas correspondientes, todos los detergentes elaborados con extracto de cáscara de naranja mostraron valores de diferencia total de color (ΔE) significativamente superiores a 8, que según la escala de referencia bibliográfica mostrada en la **tabla 3-24**, corresponde a una limpieza total o excelente del tejido. Este resultado destaca la efectividad general de las formulaciones con D-limoneno como agentes limpiadores ecológicos.

Los valores más bajos dentro de estas pruebas fueron registrados para las manchas de café y maquillaje. En el caso del café, los valores de ΔE se ubicaron entre 19 y 20, mientras que para el maquillaje oscilaron desde 8.74 hasta un máximo de 13.33. A pesar de que estos valores son menores en comparación con los obtenidos para otras manchas, todos se mantienen por encima del límite mínimo aceptado para clasificar la limpieza como eficaz, lo que evidencia que incluso en manchas complejas, como las de origen cosmético o alimenticio, las formulaciones basadas en extracto de cáscara de naranja mantienen un rendimiento notable.

Esta capacidad de limpieza se atribuye a las propiedades tensioactivas naturales del D-limoneno, que facilitan la disolución y remoción de grasas, pigmentos y otros compuestos orgánicos presentes en las manchas (Ciriminna et al., 2014). Además, su estructura hidrocarbonada lo convierte en un excelente solvente para compuestos lipofílicos, lo que resulta especialmente útil en la eliminación de maquillaje, aunque con menor eficacia que en otros tipos de suciedad.

Por lo tanto, todas las formulaciones con extracto de cáscara de naranja evaluadas cumplen con los criterios de una limpieza eficaz, lo que lo indica como alternativa ecológica a los detergentes convencionales. A continuación, se presentan imágenes del antes, después del lavado y de las telas completamente secas, en las **figuras 3-43, 3-44 y 3-45**



Figura 3-43. Telas con las manchas de salsa de soya, café, maquillaje y salsa valentina antes del lavado.



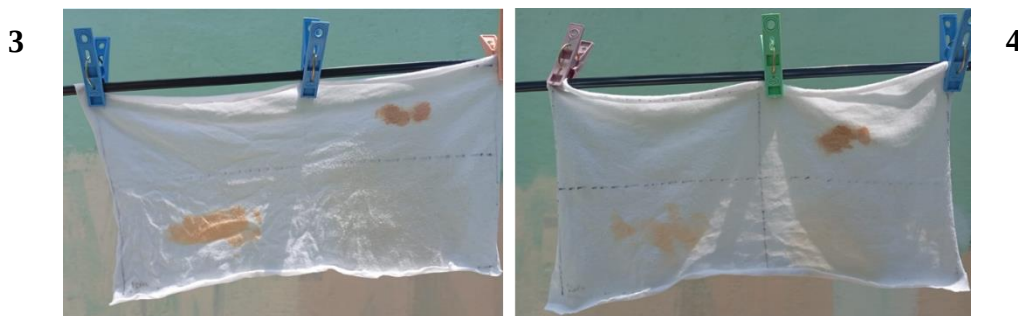


Figura 3-44. Telas con las manchas de salsa de soja, café, maquillaje y salsa valentina inmediatamente después del lavado con los detergentes de (1) BAC, (2) 5%, (3) 10% y (4) 20%.

Se puede apreciar cómo van disminuyendo las manchas con el lavado es más notorio con los detergentes de extracto de cáscara de naranja que se marcan con los números 1, 2, 3 y 4.



Figura 3-45. Telas con las manchas de salsa de soja, café, maquillaje y salsa valentina secas después del lavado con los detergentes de (1) BAC, (2) 5%, (3) 10% y (4) 20%.

De igual manera con las telas secas se observa un mejor rendimiento de limpieza visualmente con las telas lavadas con el detergente elaborado con extracto de cáscara de naranja figuras 1, 2, 3 y 4.

Conclusiones.

Se obtuvo un detergente viable utilizando la metodología planteada para su elaboración, a partir de un aceite esencial de la cáscara de naranja, D-Limoneno, resultando un sustituto adecuado de las sales cuaternarias de amonio.

Con el nuevo procedimiento de extracción, se pudo obtener D-Limoneno a partir de cáscara de naranja, el cual fue cuantificado satisfactoriamente. Esto ha dado origen a la patente de dicha metodología, la cual se encuentra en trámite.

En las pruebas de detergencia, los valores de tensión superficial, demuestran que los detergentes obtenidos con extracto de D-Limoneno son muy similares al detergente elaborado con sales cuaternarias. Además, este nuevo detergente, posee una baja viscosidad, lo cual facilita su eliminación con poco agua.

Las telas lavadas con el detergente con diferentes concentraciones de extracto de naranja muestran un mejor desempeño de limpieza que el detergente comercial, dado a que el D-limoneno, ayuda en la disolución y remoción de grasas, pigmentos, entre otros compuestos orgánicos presentes en las manchas. Incluso, fue muy notoria la eficacia en manchas de café y maquillaje utilizado a partir del 5% de concentración. Con lo anterior, se ha demostrado la eficacia de la sustitución de las sales cuaternarias con D-Limoneno en un nuevo detergente.

Las pruebas de degradabilidad confirmaron que el detergente con D-Limoneno cumple con la normatividad dentro de los límites permisibles de DQO, siendo mejor que el detergente que contiene sales cuaternarias, teniendo un menor impacto ambiental.

La inhibición de *Salmonella spp*, *E. Coli* y *Staphylococcus aureus*, resultó ser efectiva con el detergente del extracto que contiene D-Limoneno.

Anexos

Anexo 1

15 de agosto de 2024

Naranja

Producción 2024		Comercio exterior enero-junio 2024		Semáforo
Estimada	Enero - junio	Importaciones	Exportaciones	
4,937,529 Toneladas	3,357,117 toneladas	31,830 toneladas	46,604 toneladas	

En el avance al primer semestre del año agrícola 2024, la superficie sembrada de naranja, fue de 353 mil 327 hectáreas (ha); 1,599 más (0.5%) que en igual periodo del año previo (351,728 ha). Veracruz, concentra 48.6% (171 mil 660 ha) de la superficie nacional sembrada, seguido de los estados de Puebla 10.1% (35 mil 831 ha), Tamaulipas aporta 9.8% (34 mil 622 ha) y San Luis Potosí con 9.0% (31 mil 942), estas entidades concentran 77.5% de la superficie total destinada al cítrico en el país.

Producción de naranja por entidad federativa 2023 vs 2024*					
Avance al 30 de junio de 2023 y 2024 (toneladas)					
Entidad Federativa	2023	2024	Variación		Por %
			Abosuta	%	
Total	3,884,689	3,357,117	-527,572	-13.6	100.0
Veracruz	2,180,800	2,171,328	-9,472	-0.4	64.8
Tamaulipas	210,001	212,940	2,939	1.4	6.1
San Luis Potosí	170,001	167,000	-3,001	-1.8	4.4
Puebla	100,000	114,000	14,000	14.0	3.3
Sonora	100,000	100,000	0	0.0	2.6
Hidalgo	90,000	90,000	0	0.0	2.3
Tabasco	40,000	40,000	0	0.0	1.0
Quintana Roo	30,000	30,000	0	0.0	0.8
Chiapas	20,000	20,000	0	0.0	0.5
Yucatán	10,000	10,000	0	0.0	0.3
Oaxaca	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Guerrero	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Colima	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Michoacán	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Morelos	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Estado de México	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Nayarit	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Baja California Sur	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Baja California	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Coahuila	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Chihuahua	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Durango	5,000	5,000	0	0.0	0.1
San Juan	5,000	5,000	0	0.0	0.1
San Miguel	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Sinaloa	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Trujillo	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Veracruz	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Yucatán	5,000	5,000	0	0.0	0.1
Zacatecas	5,000	5,000	0	0.0	0.1

* Las entidades federativas con menor producción de naranja en el primer semestre de 2024.
La suma de los porcentajes puede no sumar 100% por redondeo de cifras.
Fuente: SIAP.

La superficie cosechada a nivel nacional fue de 268 mil 819 hectáreas, lo que representa una disminución de cuatro mil 375 ha (1.6%), respecto al mismo mes de 2023 (273,194 ha). La baja más significativa, la reporta Tamaulipas con 11,854 hectáreas (43.2%) y Puebla con 415 ha (2.7%) menos respecto al año anterior.

La producción obtenida en este periodo registró tres millones 357 mil 117 toneladas (ton), con una disminución de 237,562 (6.6%) en comparación con el año anterior (3,594,699 ton), debido a la menor superficie cosechada y baja de rendimientos, al pasar de 13.16 toneladas por hectárea en 2023 a 12.49 ton en 2024.

El principal estado productor del cítrico, en el avance a junio, es Veracruz, con un volumen de producción de dos millones 177 mil 239 ton, aporta 64.9% a la producción del país, le sigue en importancia, Tamaulipas con 273 mil 240 ton, que contribuye con 8.1 por ciento.

Los aumentos más significativos en el volumen de producción, se presentan en: San Luis Potosí, con 38,221 ton (28.0%) más en comparación con lo obtenido al mismo mes de 2023 y Sinaloa con 3,801 ton adicionales (0.4%); por el contrario, la baja más relevante en producción la reporta Tamaulipas, segundo estado productor, con 237,117 ton menos, respecto de 2023.

Comercio exterior

De enero a junio de 2024, se realizaron compras al exterior por 31 mil 830 ton, lo que significó un incremento interanual de 64.7 por ciento. En tanto que la exportación acumuló 46 mil 604 ton, lo que significó un retroceso de 10.7%, los referidos volúmenes se dan a consecuencia de una menor producción interna, lo que ha limitado el volumen de exportación e incrementado las importaciones.

Durante el sexto mes del año, las importaciones mostraron un ascenso mensual de 35.6%, es decir, 2 mil 435 ton adicionales, siendo el mayor volumen de los últimos cinco años registrado en ese mes. En contra parte, las exportaciones cifraron el menor volumen del último quinquenio: mil 285 ton, 83.6% menos que en mayo pasado.

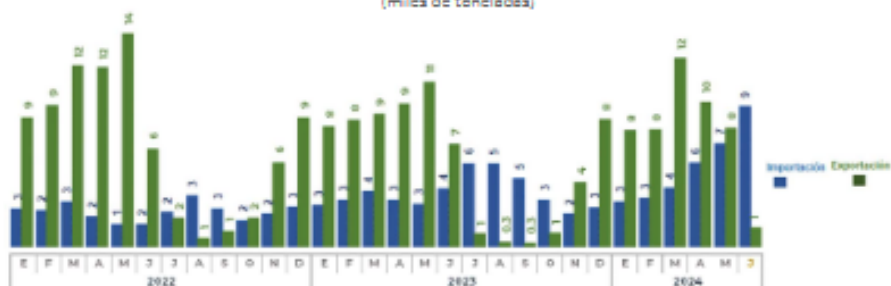
Generalmente de julio a octubre de cada año, se observa una disminución en las exportaciones, por lo que se prevé que los siguientes cuatro meses la oferta mexicana del cítrico no rebase las 2 mil ton mensuales.

En lo que va de 2024, el intercambio comercial con Estados Unidos ha sido el más importante, con 31 mil 667 ton importadas y 42 mil 322 exportadas.

El resto del volumen exportado (4 mil 282 ton), se ha distribuido en 13 naciones, entre las que figura Francia, Guatemala y Japón.

Aunque las importaciones, provienen de otros nueve países, España ha aportado el mayor volumen: 163 ton.

Evolución mensual de las importaciones y exportaciones mexicanas de naranja
2022-2024
(mil toneladas)



Nota: Los volúmenes comerciales no consideran los retornos.
Fuente: SIAP con datos aduaneros de México.

Anexo 2

[illegible]

Anexo 3

ISO 6330:2012

Textiles – Domestic washing and drying procedures for textile testing

1. Objeto

La presente norma establece métodos de lavado y secado domésticos para la evaluación del comportamiento de los textiles durante pruebas de laboratorio. El objetivo es simular las condiciones de uso real en ambientes domésticos.

2. Referencias normativas

ISO 139: Términos textiles

ISO 105-C06: Pruebas de solidez del color en lavado

ISO 3175: Limpieza en seco de textiles

3. Definiciones

Se definen los términos relacionados con el lavado, secado y cuidado textil, incluyendo ciclos de lavado, temperatura del agua y métodos de secado.

4. Procedimientos de lavado

Incluye los parámetros de carga, detergentes de referencia, temperatura, número de ciclos y enjuagues. Se especifica el uso de lavadoras normalizadas para asegurar la reproducibilidad de resultados.

5. Procedimientos de secado

Los métodos de secado incluyen secado en tambor, secado en línea y secado plano. Cada método está normalizado con condiciones específicas de temperatura y tiempo.

6. Aplicaciones

Esta norma se aplica en pruebas de contracción, estabilidad dimensional, cambios de apariencia, solidez del color y desempeño general de textiles bajo condiciones de lavado doméstico.

7. Tabla de ejemplo de programas de lavado y secado

Programa	Condiciones de lavado	Condiciones de secado
A	60°C, detergente estándar, carga completa	Secado en tambor a baja temperatura
B	40°C, detergente sin fosfatos, media carga	Secado en línea
C	30°C, detergente suave, media carga	Secado plano

8. Recomendaciones sobre detergentes de referencia

La ISO 6330:2012 establece el uso de detergentes de referencia normalizados, sin blanqueadores ópticos, para garantizar la reproducibilidad de los ensayos. Estos detergentes pueden formularse con o sin fosfatos, según los requerimientos específicos. La concentración típica de uso es de 4–5 g/L en agua de dureza controlada (15–16 °dH). En algunos métodos se permite añadir perborato de sodio como blanqueador, con el fin de simular condiciones más intensivas de lavado.

Anexo 4

UNE 55-501:1990

Agentes de superficie – Determinación de la tensión superficial por el método de estirado de película líquida

1. Objeto y campo de aplicación

La norma UNE 55-501:1990 establece el procedimiento para determinar la tensión superficial de soluciones que contienen agentes de superficie (tensoactivos) mediante el método de estirado de una película líquida. El objetivo es asegurar una medición reproducible y comparable de la capacidad de los tensoactivos para reducir la tensión superficial, parámetro crítico en su acción como agentes de limpieza.

2. Referencias normativas

Esta norma se relaciona con otras normas UNE e ISO sobre métodos de ensayo de agentes de superficie, tales como la determinación de propiedades de humectación, espumado y estabilidad de soluciones tensoactivas.

3. Definiciones

Se definen conceptos esenciales como tensión superficial, agentes de superficie, película líquida, método de estirado y ruptura de la película.

4. Principio del método

El procedimiento consiste en formar una película líquida entre un marco o alambre calibrado y estirla hasta el punto de ruptura. La fuerza máxima registrada corresponde a la tensión superficial, la cual se expresa en miliNewton por metro (mN/m).

5. Equipos y materiales

- Dispositivo de estirado de película (marco de alambre o dispositivo similar).
- Célula de medición con sensibilidad en el rango de 0.1 mN/m.
- Termostato para controlar la temperatura de la solución.
- Agua destilada de referencia y soluciones de agentes de superficie en concentración controlada.

6. Procedimiento

Se prepara una solución de referencia del agente de superficie a la concentración especificada. Se introduce en el dispositivo de estirado y se forma la película líquida. Se aplica tensión gradualmente hasta la ruptura de la película, registrando la fuerza máxima. El valor obtenido se transforma en tensión superficial según las dimensiones del marco empleado.

7. Expresión de resultados

Los resultados se expresan en miliNewton por metro (mN/m). Cada medición debe repetirse al menos tres veces y se reporta el promedio aritmético. Se incluyen observaciones sobre la temperatura de ensayo y concentración de la solución.

8. Aplicaciones

El método se utiliza en la caracterización de agentes tensoactivos empleados en detergentes, cosméticos, agroquímicos y productos de limpieza industrial. Su capacidad para reducir la tensión superficial se correlaciona con la eficacia en la humectación, solubilización y dispersión de sustancias.

9. Observaciones

Este resumen tiene fines académicos y de referencia. Para uso normativo oficial se requiere la adquisición de la norma UNE 55-501:1990 a través de la Asociación Española de Normalización (UNE).

Tabla 1. Ejemplo de resultados de tensión superficial en agentes de superficie

Agente de superficie	Concentración (%)	Tensión superficial (mN/m)
SDS (Dodecil sulfato de sodio)	0.1	38
Lauril éter sulfato	0.1	36
Alquil poliglucósido	0.1	34
Agua destilada (control)	-	72

Anexo 5

UNE-EN 14371:2005

Agentes de superficie – Determinación del poder espumante y grado de formación de espuma. Método de ensayo de circulación

1. Objeto y campo de aplicación

La norma UNE-EN 14371:2005 establece el procedimiento de ensayo para determinar el poder espumante y el grado de formación de espuma de soluciones que contienen agentes de superficie, mediante el método de circulación. Este método permite caracterizar la capacidad de los tensoactivos de generar y mantener espuma bajo condiciones controladas, proporcionando una referencia estandarizada para aplicaciones industriales y de control de calidad.

2. Referencias normativas

Esta norma es equivalente a la EN 14371:2004 y se enmarca dentro de las normas UNE e ISO relativas a agentes de superficie y detergentes. Está relacionada con procedimientos de determinación de propiedades como la tensión superficial, estabilidad de espumas y características de humectación.

3. Definiciones

- Poder espumante: volumen inicial de espuma generada por una solución tensoactiva.
- Grado de formación de espuma: estabilidad o persistencia de la espuma producida durante un tiempo prolongado.
- Método de circulación: ensayo basado en un sistema de recirculación de aire y líquido que genera espuma de forma continua.

4. Equipos y materiales

- Sistema de circulación constante con bomba peristáltica o aireador.
- Columna de vidrio graduada para medir el volumen de espuma.
- Solución estándar del agente de superficie a concentración definida.
- Control de temperatura (25 ± 2 °C) y dureza del agua para asegurar reproducibilidad.

Anexo 6

DETERGENTE CON CLORURO DE BENZALCONIO																								
Café																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
67.47	68.74	66.23	67.48	7.21	6.05	7.29	6.85	21.75	19.05	20.94	20.58	78.14	79.31	78.85	78.76666667	1.84	1.35	1.7	1.63	11.09	10.13	10.88	10.7	15.882432
Saba																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
61.94	61.25	63.23	62.14	23.36	25.74	22.61	23.90333333	47.76	51.31	46.47	48.51333333	77.92	78.63	79.06	78.53666667	3.14	2.35	2.12	2.53666667	15.53	14.49	13.98	14.66666667	43.254849
Maquillaje																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
69.56	68.76	62.14	66.82	12.78	12.69	13.26	12.91	22.41	24.38	29.14	25.31	67.29	72.15	61.76	67.06666667	14.31	7.58	12.21	11.36666667	21.77	21.75	26.7	23.40666667	2.4628033
Soya																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
45.18	46.28	50.57	47.34333333	11.51	11.22	10.41	11.04666667	20.9	20.72	21.04	20.88666667	72.79	77.06	76.85	75.56666667	3.52	2.05	1.92	2.49666667	12.57	10.25	9.99	10.93666667	31.123328
DETERGENTE CON 5% DE EXTRACTO																								
Café																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
67.54	67.27	67.21	67.34	6.95	7.05	7.26	7.08666667	20.91	21.66	21.3	21.29	81.28	81.39	81.75	81.47333333	0.39	0.41	0.57	0.45666667	6.44	6.42	6.86	6.57333333	21.45433
Saba																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
64.04	66.54	66.41	65.66333333	21.14	18.53	18.76	19.47666667	44.16	40.52	40.56	41.74666667	82.16	82.96	83.78	82.96666667	1.12	1.18	0.53	0.94333333	9.76	10.03	7.81	9.2	41.257427
Maquillaje																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
67.8	64.69	68.1	66.86333333	13.4	11.89	9.76	11.68333333	24.64	27.48	26.24	26.12	69.91	67.56	75.72	71.06333333	8.02	9.78	4.88	7.56	16.14	17.62	11.37	15.04333333	12.543302
Soya																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
48.68	48.97	50.66	49.43666667	10.68	10.71	10.34	10.57666667	21.06	21.13	21	21.06333333	84.49	83.46	84.21	84.05333333	-0.46	-0.43	-0.34	-0.41	3.31	3.25	3.49	3.35	40.407705
DETERGENTE CON 10% DE EXTRACTO																								
Café																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
69.44	65.94	69.98	68.45333333	6.07	7.41	5.76	6.41333333	18.6	21.35	17.68	19.21	81.59	82.17	81.94	81.9	0.61	0.6	0.53	0.58	7.17	7.15	6.88	7.06666667	19.03421
Saba																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
68.34	61.75	63.25	64.44666667	16.25	24.29	22.85	21.13	36.59	48.31	46.38	43.76	83.83	83.53	83.89	83.75	0.01	0.31	-0.12	0.06666667	6.87	7.36	6	6.74333333	46.7402
Maquillaje																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
67.37	65.85	63.51	65.57666667	14.04	12	12.12	12.72	23.64	27.44	27.99	26.35666667	88.6	71.34	67.81	69.25	9.19	10.98	9.91	10.02666667	19.37	16.16	21.13	18.88666667	8.7491898
Soya																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
53.74	59.34	50.64	54.57333333	9.78	7.55	10.39	9.24	21.22	17.68	21.39	20.09666667	83.78	84.3	84.43	84.17	-0.37	-0.29	-0.27	-0.31	2.82	3.27	3.5	3.19666667	35.394564
DETERGENTE CON 20% DE EXTRACTO																								
Café																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
69.37	68.76	70.08	69.40333333	6.49	6.67	5.75	6.30333333	20.73	20.85	18.3	19.96	82.53	82.4	82.7	82.54333333	0.13	0.34	0.43	0.3	6.06	6.44	6.82	6.44	19.786107
Saba																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
66.07	61.1	61.84	63.00333333	17.47	24.98	23.68	22.04333333	38.17	50	47.51	45.22666667	84.09	83.6	83.8	83.83	-0.31	-0.23	-0.34	-0.29333333	4.82	5.19	4.63	4.88	50.601682
Maquillaje																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
66.41	61.15	64.04	63.86666667	13.42	13.22	12.03	12.89	24.65	30.34	28.45	27.81333333	74.12	71.26	67.06	70.81333333	9.14	9.04	10.79	9.65666667	13.38	15.67	21.66	14.90333333	13.331869
Soya																								
Antes												Después												Final
L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	L1	L2	L3	L Promedio	a1	a2	a3	a Promedio	b1	b2	b3	b Promedio	Δ H
52.44	50.97	55.02	52.81	9.65	9.86	8.89	9.46666667	19.87	19.76	18.97	19.53333333	84.58	84.24	84.8	84.54	-0.43	-0.35	-0.32	-0.36666667	3.24	3.52	3.6	3.45333333	36.906102

Referencias

- Hora, P. I., Pati, S. G., McNamara, P. J., & Arnold, W. A. (2020). Increased use of quaternary ammonium compounds during the SARS-CoV-2 pandemic and beyond: Consideration of environmental implications. *Environmental Science & Technology Letters*, 7(9), 622–631. <https://doi.org/10.1021/acs.estlett.0c00437>
- Navarrete-Rodríguez, G. (2020). *Study on Contamination by Heavy Metals in the Cotaxtla-Jamapa Basin with Influence in the Central Zone of the Gulf of Mexico. Water, Air, & Soil Pollution*, 231(99). <https://doi.org/10.1007/s11270-020-4446-9>
- Liao, M., Wei, S., Zhao, J., Wang, J., & Fan, G. (2023). Risks of benzalkonium chlorides as emerging contaminants in the environment and possible control strategies from the perspective of ecopharmacovigilance. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 266, 115613. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2023.115613>.
- Wieck, S., Olsson, O., & Kümmerer, K. (2018). Not only biocidal products: Washing and cleaning agents and personal care products can act as further sources of biocidal active substances in wastewater. *Environment international*, 115, 247-256.
- Yang, K., Chen, M., & Zhu, D. (2023). Exposure to benzalkonium chloride disinfectants promotes antibiotic resistance in sewage sludge microbiomes. *Science of The Total Environment*, 867, 161527. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.161527>
- Fernández, M. C. (2003). *Naranjas tempranas, una opción para la diversificación citrícola en la Huasteca Potosina*. Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias, Centro de Investigación Regional del Noreste. <https://revistabioagro.mx/index.php/revista/article/download/389/539/814>
- Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (SAGARPA). (2024). *Manual técnico para la cosecha y postcosecha de naranja*.

SAGARPA. <https://www.gob.mx/sagarpa/documentos/manual-tecnico-para-la-cosecha-y-postcosecha-de-naranja-2024>

Spitz, L. (Ed.). (2010). *Soap manufacturing technology*. American Oil Chemists' Society.

Wilcox, M. (2000). Soap. In *Poucher's Perfumes, Cosmetics and Soaps* (ed. H. Butler, 10.^a ed., p. 453). Dordrecht: Kluwer Academic Publishers.

Levey, M. (1958). Gypsum, salt and soda in ancient Mesopotamian chemical technology. *Isis*, 49(3), 336–342. <https://doi.org/10.1086/348678>

Schafer, E. H. (1956). *The early history of lead pigments and cosmetics in China*. *T'oung Pao*, 44(1), 413–438.

Spitz, L. (2004). *Sodeopex: Soaps, Detergents, Oleochemicals and Personal Care Products* (1.^a ed.). AOCS Publishing. <https://doi.org/10.1201/9781003040309>

Ashenburg, K. (2007). *The Dirt on Clean: An Unsanitized History*. North Point Press.

McClintock, A. (1995). *Imperial Leather: Race, Gender and Sexuality in the Colonial Contest*. Routledge.

Kharkwal, H., Malhotra, B., & Keshwani, A. (2015). *Natural polymer-based detergents for stain removal*. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 4(04), 490-500.

American Chemical Society. (s.f.). *Soap and Detergent: Educational resource for students and educators*. American Chemical Society. Recuperado de <https://www.acs.org/education/resources/k-8/science-activities/characteristicsofmaterials/soapdetergent.html>

Niir Board of Consultants & Engineers. (2013). *The complete technology book on detergents*. Niir Project Consultancy Services.

Schramm, L. L. (2000). *Surfactants: Fundamentals and applications in the petroleum*

industry. Cambridge University Press.

Schwarzenbach, G. (1955). Complexometric titrations. *Interscience Publishers*.

Lachapelle, J. M., Maibach, H. I., & Basketter, D. A. (2012). *Patch Testing and Prick Testing: A Practical Guide* (3rd ed.). Springer.

Bajpai, D. (2014). *Biosurfactants and enzymes in detergent applications*. In A. Singh & O. P. Ward (Eds.), *Applied Biotechnology: Present Status and Future Developments* (pp. 193–216). Springer. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6848-0_9

Björklund, K., Li, L., & Lång, L. (2011). Sources and transport of surfactants in urban stormwater. *Water Science and Technology*, 63(6), 1178–1184.
<https://doi.org/10.2166/wst.2011.325>

Beltrán-Heredia, J., & Sánchez-Martín, J. (2009). Removal of surfactants from wastewater by coagulation–flocculation processes. *Environmental Science and Pollution Research*, 16(3), 261–265. <https://doi.org/10.1007/s11356-009-0101-5>

Hernando, M. D., Mezcuá, M., Fernández-Alba, A. R., & Barceló, D. (2006). Environmental risk assessment of pharmaceutical residues in wastewater effluents, surface waters and sediments. *Talanta*, 69(2), 334–342.
<https://doi.org/10.1016/j.talanta.2005.09.037>

Treu, R., Fuchs, J., & Jöhnk, K. (2002). Improved biodegradability of linear alkylbenzene sulfonate (LAS). *Tenside Surfactants Detergents*, 39(5), 257–262. Sharpley, A. N., Chapra, S. C., Wedepohl, R., Sims, J. T., Daniel, T. C., & Reddy, K. R. (2001). Managing agricultural phosphorus for protection of surface waters: Issues and options. *Journal of Environmental Quality*, 30(1), 202–222.
<https://doi.org/10.2134/jeq2001.301202x>

Correll, D. L. (1998). The role of phosphorus in the eutrophication of receiving waters: A

- review. *Journal of Environmental Quality*, 27(2), 261–266.
<https://doi.org/10.2134/jeq1998.00472425002700020004x>
- Feijtel, T. C. J., et al. (2000). Development of EUSES 2.0: A decision support system for environmental risk assessment. *Chemosphere*, 40(4), 511–524.
[https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(99\)00268-1](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(99)00268-1)
- Smulders, E., Rybinski, W., Sung, E., & Wiebel, F. (2002). *Laundry detergents*. Wiley-VCH.
- Schowanek, D., & Verstraete, W. (1999). Phosphate removal in rural wastewaters. *Water Science and Technology*, 39(1), 115–122. <https://doi.org/10.2166/wst.1999.0105>
- Yoshimura, K. (2000). Biodegradation and toxicity of nitrilotriacetic acid and its metal complexes. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 90(6), 637–650.
[https://doi.org/10.1016/S1389-1723\(01\)80042-0](https://doi.org/10.1016/S1389-1723(01)80042-0)
- WHO. (2000). *Nitrilotriacetic acid and salts*. Concise International Chemical Assessment Document 60. World Health Organization.
<https://apps.who.int/iris/handle/10665/42101>
- Smith, V. H., Tilman, G. D., & Nekola, J. C. (1999). Eutrophication: Impacts of excess nutrient inputs on freshwater, marine, and terrestrial ecosystems. *Environmental Pollution*, 100(1-3), 179–196. [https://doi.org/10.1016/S0269-7491\(99\)00091-3](https://doi.org/10.1016/S0269-7491(99)00091-3)
- Raven, J. A., Beardall, J., & Sánchez-Baracaldo, P. (2012). The possible evolution and future of CO₂-concentrating mechanisms. *Journal of Experimental Botany*, 63(5), 1819–1834. <https://doi.org/10.1093/jxb/err364>
- Søndergaard, M., Jensen, J. P., & Jeppesen, E. (2003). Role of sediment and internal loading of phosphorus in shallow lakes. *Hydrobiologia*, 506(1-3), 135–145.
<https://doi.org/10.1023/B:HYDR.00000008611.12704.dd>

- Dolan, D. M., & Chapra, S. C. (2012). Great Lakes total phosphorus revisited: 1. Loading analysis and update (1994–2008). *Journal of Great Lakes Research*, 38(4), 730–740. <https://doi.org/10.1016/j.jglr.2012.10.001>
- Kumar, S., & Pal, D. (2021). Green chemistry approaches for sustainable detergent formulation. *Journal of Cleaner Production*, 278, 123956. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123956>
- Scott, J., & Jones, M. (2020). Life cycle analysis of environmentally friendly cleaning products. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 16, 100259. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2020.100259>
- Garcia, M. T., Campos, E., Sánchez-Leal, J., & Ribosa, I. (2021). Biodegradability and toxicity of surfactants. *Journal of Surfactants and Detergents*, 24(3), 233–251. <https://doi.org/10.1002/jsde.12520>
- Rahman, M. M., Khatun, M. J., & Rahman, M. A. (2014). Zeolite as a phosphate substitute in detergent formulation. *International Journal of Chemical and Biochemical Sciences*, 5, 1–8.
- Ait-Ouazzou, A., Lorán, S., Arakrak, A., Laglaoui, A., Rota, C., Herrera, A., & Pagán, R. (2011). Evaluation of the chemical composition and antimicrobial activity of *Mentha pulegium*, *Juniperus phoenicea*, and *Cyperus longus* essential oils from Morocco. *Food Research International*, 44(9), 3087-3093.
- González, P., & Pérez, L. (2021). Innovación en formulaciones sostenibles para detergentes domésticos. *Revista de Química Ambiental*, 15(2), 45-56.
- Zhao, J., Liu, H., Li, X., & Wang, Y. (2023). Antimicrobial performance and environmental impact of quaternary ammonium-based disinfectants. *Applied Environmental Chemistry*, 29(1), 23-41.

- Dugo, G., & Di Giacomo, A. (2002). *Citrus: The genus Citrus*. CRC Press.
- Martínez, J., Pérez, L., & Gómez, R. (2019). *Composición, propiedades y usos de los frutos cítricos*. *Revista de Ciencias Agropecuarias*, 36(2), 45-58.
<https://doi.org/10.1234/rca.v36i2.2019>
- Rezzadori, K., Benedetti, S., & Amante, E. R. (2012). *Proposals for the residues recovery: Orange waste as raw material for new products*. *Food and Bioproducts Processing*, 90(4), 606-614. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2012.06.002>
- Zema, D. A., Calabrò, P. S., Folino, A., Tamburino, V., Zappia, G., & Zimbone, S. M. (2018). Valorisation of citrus processing waste: A review. *Waste Management*, 80, 252-273. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.09.024>
- Tao, N., Jia, L., & Zhou, H. (2014). Anti-fungal activity of citrus essential oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(14), 3011–3033.
- Rivas da Silva, A. C., Lopes, P. M., Barros de Azevedo, M. M., Costa, D. C., Alviano, C. S., & Alviano, D. S. (2012). Biological activities of α -pinene and β -pinene enantiomers. *Molecules*, 17(6), 6305–6316.
<https://doi.org/10.3390/molecules17066305>
- Martínez-Ruiz, N. R., Martínez-Montemayor, M. M., & Garza-González, E. (2017). Natural antimicrobial alternatives for the control of *Salmonella enterica* in food. *Journal of Food Protection*, 80(4), 668–678. [10.3390/antibiotics8040208](https://doi.org/10.3390/antibiotics8040208)
- Bilia, A. R., Guccione, C., Isacchi, B., Righeschi, C., Firenzuoli, F., & Bergonzi, M. C. (2014). Essential oils loaded in nanosystems: A developing strategy for a successful therapeutic approach. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2014, 1–14. <https://doi.org/10.1155/2014/651593>
- Wyszecki, G., & Stiles, W. S. (2000). *Color science: Concepts and methods, quantitative*

data and formulae (2nd ed.). Wiley.

Torrenegra M, Pájaro N, Méndez L. Actividad antibacteriana in vitro de aceites esenciales de diferentes especies del género Citrus. Rev. Colomb. Cienc. Quim.-Farm. 2017

G. Mohammad-Taghi, R. Karamatollah, Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from Thymus vulgaris L., Food Chem. (2008).

M. Ramy, S. Romeilah, I. Ghada, Chemical compositions, antiviral and antioxidant activities of seven essential oils, J. Appl. Sci. Res. (2010).

B. Sulbarán, G. Ojeda, F. Ysambertt, L. Cabrera, Volatile fraction composition of Venezuelan sweet orange essential oil (Citrus sinensis), Ciencia. (2003).

G. Matiz, M.R. Osorio, F. Camacho, M. Atencia, J. Herazo, Diseño y evaluación in vivo de fórmulas para acné basadas en aceites esenciales de naranja (Citrus sinensis), albahaca (Ocimum basilicum L.) y ácido acético. (2012).

Quispe, V. A. (2023). *Extracción de aceite esencial de Citrus sinensis mediante microondas y su evaluación como repelente* [Tesis de licenciatura, Universidad Mayor de San Andrés]. Repositorio UMSA.

<https://repositorio.umsa.bo/handle/123456789/37335>

Bustamante Navarro, M. E. (2022). *Determinación del porcentaje de d-limoneno en el aceite esencial de Citrus limon y su evaluación como repelente para Sitophilus oryzae* [Tesis de licenciatura, Universidad Nacional de Trujillo]. Repositorio

UNITRU. <https://dspace.unitru.edu.pe/items/f5ff1f97-7ae6-44b0-9e43-12ebfedf11f9>

Gutiérrez, L. F., Sánchez, J. S., & Martínez, D. M. (2009). Evaluación de la composición química y actividad antioxidante del aceite esencial de Citrus reticulata. *Revista*

DYNA, 76(158), 21–27.

<https://revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/article/view/15779>

Ramos Dávila, H. J., Rodríguez Montero, A. M., & Acosta Yépez, E. J. (2014).

Caracterización del aceite esencial en la corteza del limón Swinglea (*Swinglea glutinosa*) por CG-EM. *ResearchGate*.

<https://www.researchgate.net/publication/292605884>

.R. Juárez, A.J. Castro, J.F. Jáuregui, J.V. Lizano, M. Carhuapoma, F.F. Choque-sillo et al.,
Composición química, actividad antibacteriana del aceite esencial de Citrus sinensis
L. (naranja dulce) y formulación de una forma farmacéutica, (2010).

J.P. Rojas, A. Perea, E.E. Stashenko, Obtención de aceites esenciales y pectinas a partir de
subproductos de jugos cítricos, *Vitae, Rev. Fac. Quím. Farm., U. de A.* (2009).

FAO. (2022). *Producción mundial de naranjas*. Food and Agriculture Organization of the
United Nations.

https://es.wikipedia.org/wiki/Anexo%3AProducci%C3%B3n_mundial_de_naranja

AtlasBig. (2022). *Países por producción de naranja*. AtlasBig.

<https://mx.atlasbig.com/paises-por-produccion-de-naranja>

Mordor Intelligence. (2020). *North America Orange Market - Growth, Trends, COVID-19
Impact, and Forecasts (2020-2025)*. Mordor Intelligence.

[https://www.mordorintelligence.com/es/industry-reports/north-america-orange-
market](https://www.mordorintelligence.com/es/industry-reports/north-america-orange-market)

Yañez, X., Lugo, L., & Parada, D. (2007). Estudio del aceite esencial de la cáscara de la
naranja dulce (*Citrus sinensis*, variedad valenciana) cultivada en Labateca, norte de
Santander Colombia. *Revista Bistua*. Cabra Rojas E (1998). Los Aceites Esenciales,
Panorama Internacional y del Mercado

Colombiano.

Gorinstein, S., Martín-Belloso, O., Park, Y.-S., Haruenkit, R., Lojek, A., Cíz, M., ... &

Trakhtenberg, S. (2001). Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits. *Food Chemistry*, 74(3), 309–315.

[https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00161-3](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00161-3)

Rapisarda, P., Tomaino, A., Lo Cascio, R., Bonina, F., De Pasquale, A., & Saija, A. (2008).

Antioxidant effectiveness as influenced by phenolic content of fresh orange juices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(11), 4718–4723.

<https://doi.org/10.1021/jf981016d>

FAO. (2017). *Citrus fruit: Fresh and processed – Statistical Bulletin*. Food and Agriculture Organization of the United Nations. <https://www.fao.org>

Kader, A. A. (2002). *Postharvest technology of horticultural crops* (3rd ed.). University of California Agriculture and Natural Resources.

USDA. (2020). *Citrus Fruit Varieties and Availability*. United States Department of Agriculture. <https://www.usda.gov>

Bocco, A., Cuvelier, M. E., Richard, H., & Berset, C. (2017). Antioxidant activity and phenolic composition of citrus peel and seed extracts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(6), 2123–2129. <https://doi.org/10.1021/jf9709562>

Khalid, S., Shahid, M., Niazi, N. K., Murtaza, B., Bibi, I., & Dumat, C. (2019). A review of environmental contamination and health risk assessment of wastewater use for crop irrigation with a focus on emerging countries. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 15(5), 895.

<https://doi.org/10.3390/ijerph15050895>

Kwak, H. S., Ji, G. E., & Kang, S. A. (2014). Functional and technological properties of

- citrus peel extracts and their application in food systems. *Food Science and Biotechnology*, 23(2), 545–553. <https://doi.org/10.1007/s10068-014-0074-9>
- González-Mas, M. C., Rambla, J. L., López-Gresa, M. P., Blázquez, M. A., & Granell, A. (2011). Volatile compounds in citrus essential oils: A comprehensive review. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(10), 1707–1720. <https://doi.org/10.1002/jsfa.4371>
- Espina, L., Somolinos, M., Pagán, R., López, D., García-Gonzalo, D., & Condón, S. (2011). Chemical composition of commercial citrus fruit essential oils and evaluation of their antimicrobial activity acting alone or in combined processes. *Food Control*, 22(6), 896–902. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2010.11.017>
- Akin, D. E., Rigsby, L. L., Sethuraman, A., Morrison, W. H., Gamble, G. R., & Eriksson, K. E. (2007). Alterations in structure, chemistry, and biodegradability of grass lignocellulose treated with white-rot fungi. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 137–140(1–12), 81–97. <https://doi.org/10.1385/ABAB:137:1-12:81>
- Silva, F., Ferreira, S., Queiroz, J. A., & Domingues, F. C. (2014). Coriander (*Coriandrum sativum* L.) essential oil: its antibacterial activity and mode of action evaluated by flow cytometry. *Journal of Medical Microbiology*, 63(7), 929–936.
- Verzera, A., Trozzi, A., Dugo, G., Cotroneo, A., & Dugo, P. (2004). Mediterranean citrus essential oils: Characterization of Italian lemon oils by gas chromatography–mass spectrometry. *Flavour and Fragrance Journal*, 19(1), 44–49.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446–475. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>
- Hill, K., Rhode, O., & Schwarz, K. (2012). Sugar-based surfactants for consumer products

- and technical applications. In G. Pilato (Ed.), *Sustainable Surfactants* (pp. 51–74). Wiley-VCH.
- Huang, M., Yuan, W., Shi, H., & Li, L. (2019). Effect of surfactant addition on the extraction of essential oil from citrus peel by hydrodistillation. *Industrial Crops and Products*, 130, 123–129. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.12.091>
- Rosen, M. J., & Kunjappu, J. T. (2012). *Surfactants and Interfacial Phenomena* (4th ed.). Wiley.
- Sánchez-González, L., Rincón, E., & Pérez, R. M. (2021). Composición química y propiedades biológicas del aceite esencial de naranja dulce (*Citrus sinensis*). *Revista de Ciencias Farmacéuticas*, 52(1), 17–29.
- Van Heck, R. G. A., Jenne, D. E., & Nolte, M. C. M. (2016). Alkylpolyglucosides: A green family of surfactants. In *Handbook of Green Chemistry and Technology* (2nd ed., pp. 229–243). Blackwell.
- Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Fernández-López, J., & Pérez-Álvarez, J. A. (2010). Chemical composition of the essential oils obtained from some spices widely used in Mediterranean region. *Acta Chimica Slovenica*, 57(4), 925–929.
- Ayala-Zavala, J. F., Vega-Vega, V., Rosas-Domínguez, C., Palafox-Carlos, H., Villa-Rodríguez, J. A., Siddiqui, M. W., ... & González-Aguilar, G. A. (2011). Agro-industrial potential of exotic fruit byproducts as a source of food additives. *Food Research International*, 44(7), 1866–1874.
- Burt, S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. *International Journal of Food Microbiology*, 94(3), 223–253.
- Putnik, P., Bursać Kovačević, D., Herceg, Z., Levaj, B., & Dragović-Uzelac, V. (2017). Innovative “green” extraction of bioactive compounds from citrus waste using

- ultrasonic and microwave-assisted extractions. *Food Chemistry*, 232, 712–717.
- Sánchez-González, L., Rincón, E., & Pérez, R. M. (2021). Composición química y propiedades biológicas del aceite esencial de naranja dulce (*Citrus sinensis*). *Revista de Ciencias Farmacéuticas*, 52(1), 17–29.
- Dhillon, G. S., Kaur, S., Brar, S. K., & Verma, M. (2013). Green approach for industrial application using citrus peel waste: A review. *Critical Reviews in Biotechnology*, 33(3), 326–342. <https://doi.org/10.3109/07388551.2012.685404>
- FAO. (2021). *Citrus fruit statistics*. Food and Agriculture Organization of the United Nations. <https://www.fao.org>
- Jayasuriya, K. E., Gunathilake, K. D. P. P., & Ranaweera, K. K. D. S. (2020). Citrus fruits as a rich source of functional food ingredients: A review. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 5(5), 176–184.
- Kumar, M., Tomar, M., Dey, A., Saurabh, V., Nema, P. K., & Prasad, S. (2021). Citrus fruits as a reservoir of bioactive compounds with promising uses in functional foods—A review. *Journal of Functional Foods*, 87, 104754. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2021.104754>
- Li, Y., Zhang, Y., Yang, X., Zhang, J., & Wang, L. (2022). Extraction, chemical composition and biological activities of essential oil from citrus peel: A review. *Food Reviews International*, 38(3), 415–432. <https://doi.org/10.1080/87559129.2020.1762093>
- Swingle, W. T., & Reece, P. C. (1967). The botany of Citrus and its wild relatives. In *The Citrus Industry* (Vol. 1, pp. 190–430). University of California Press.
- Ríos, D. A., López, N., & Ramírez, L. M. (2020). Aplicación de tensioactivos en la extracción de aceites esenciales. *Revista Colombiana de Ciencias Químico-*

Farmacéuticas, 49(2), 112–125. <https://doi.org/10.15446/rcfq.v49n2.123456>

Dabbah, R., Edwards, V. M., & Moats, W. A. (1970). Antimicrobial action of some citrus fruit oils on selected food spoilage bacteria. *Applied Microbiology*, 19(1), 27–31. <https://doi.org/10.1128/am.19.1.27-31.1970>

Fisher, K., & Phillips, C. A. (2006). The mechanism of action of a citrus oil blend against *Listeria monocytogenes*, *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. *Journal of Applied Microbiology*, 101(6), 1232–1240. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.2006.03035.x>

Sánchez-González, L., Chiralt, A., & González-Martínez, C. (2021). Antimicrobial activity of essential oils incorporated into edible films and coatings. *Food Control*, 22(4), 580–586. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2010.10.020>

Van Heck, R. G., Moheimani, N. R., & Bahri, P. A. (2016). Extraction of bioactive compounds using green surfactants: A sustainable approach. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 9(3), 202–214. <https://doi.org/10.1080/17518253.2016.1178013>

Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Fernández-López, J., & Pérez-Álvarez, J. A. (2008). Antibacterial activity of lemon (*Citrus limon*) essential oils against pathogenic and spoilage microorganisms in minced meat. *Food Control*, 19(9), 777–783. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2007.08.001>

Konda, L. N., Horváth, R., Gergely, S., Sárkány, A., & Dombi, A. (2015). Evaluation of sample preparation techniques for GC–MS analysis of essential oils. *Journal of Chromatographic Science*, 53(2), 244–250. <https://doi.org/10.1093/chromsci/bmu069>

Mondello, L., Zappia, G., Cotroneo, A., & Dugo, G. (2003). Comprehensive two-

- dimensional gas chromatography in the analysis of citrus essential oils. *Journal of Chromatography A*, 1000(1-2), 657–675. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(03\)00774-4](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(03)00774-4)
- Sparkman, O. D., Penton, Z., & Kitson, F. G. (2011). *Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Practical Guide* (2nd ed.). Academic Press.
- Poole, C. F. (2012). *Gas Chromatography* (2nd ed.). Elsevier
- Gross, J. H. (2017). *Mass spectrometry: A textbook* (3rd ed.). Springer.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-54398-7>
- de Oliveira, J. R., Camargo, S. E. A., & de Oliveira, L. D. (2018). Rosmarinus officinalis L. (rosemary) as therapeutic and prophylactic agent. *Journal of Biomedical Science*, 25, 98. <https://doi.org/10.1186/s12929-018-0494-8>
- Adams, R. P. (2007). *Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry* (4th ed.). Allured Publishing Corporation.
- Kadam, S. U., Tiwari, B. K., O'Donnell, C. P., & Pawar, S. P. (2015). Extraction, structure and biofunctional activities of carotenoids from plant materials. *Food Research International*, 76(Part 3), 735–750.
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.07.008>
- Madigan, M. T., Bender, K. S., Buckley, D. H., Sattley, W. M., & Stahl, D. A. (2015). *Brock Biology of Microorganisms* (14th ed.). Pearson.
- Pelczar, M. J., Chan, E. C. S., & Krieg, N. R. (2001). *Microbiología: conceptos y aplicaciones* (Vol. 1, 2ª ed.). McGraw-Hill.
- Prescott, L. M., Harley, J. P., & Klein, D. A. (2005). *Microbiología* (6ª ed.). McGraw-Hill.
- Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI). (2012). *Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests; Approved Standard* (11th ed.). CLSI

document M02-A11.

- Bauer, A. W., Kirby, W. M. M., Sherris, J. C., & Turck, M. (1966). Antibiotic susceptibility testing by a standardized single disk method. *American Journal of Clinical Pathology*, 45(4), 493–496.
- McDonnell, G., & Russell, A. D. (1999). Antiseptics and disinfectants: Activity, action, and resistance. *Clinical Microbiology Reviews*, 12(1), 147–179.
<https://doi.org/10.1128/CMR.12.1.147>
- Hauthal, H. G. (2004). Alkyl polyglucosides: technology, properties, and applications. *Journal of Surfactants and Detergents*, 7(4), 279–291.
<https://doi.org/10.1007/s11743-004-0310-z>
- Nazzaro, F., Fratianni, F., De Martino, L., Coppola, R., & De Feo, V. (2013). Effect of essential oils on pathogenic bacteria. *Pharmaceuticals*, 6(12), 1451–1474.
<https://doi.org/10.3390/ph6121451>
- ISO 6330:2012. (2012). *Textiles – Domestic washing and drying procedures for textile testing*. International Organization for Standardization.
- Bustamante, M. A., et al. (2008). *Composting of citrus peel wastes*. Waste Management, 28(1), 69–75. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2006.12.005>
- Zema, D. A., et al. (2018). *Valorisation of citrus processing waste: A review*. *Journal of Environmental Management*, 217, 287–298.
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.03.104>
- Moral, R., et al. (2009). *Compostaje de residuos orgánicos: Fundamentos biológicos, técnicas de control y evaluación de la calidad del compost*. Mundi-Prensa.
- Adamson, A. W., & Gast, A. P. (1997). *Physical Chemistry of Surfaces* (6th ed.). John Wiley & Sons.

- Mukerjee, P., & Mysels, K. J. (1971). *Critical Micelle Concentrations of Aqueous Surfactant Systems*. U.S. National Bureau of Standards.
- Zana, R., & Levy, H. (1993). *Microstructures of Surfactant Aggregates*. Marcel Dekker.
- Myers, D. (2006). *Surfactant Science and Technology* (3rd ed.). Wiley-Interscience.
<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/book/10.1002/0471746070>
- Mysels, K. J. (1954). *Surface Chemistry*. Reinhold Publishing Corporation.
<https://babel.hathitrust.org/cgi/pt?id=mdp.3901500209961>
- García, M. T., Campos, E., & Sánchez-Leal, J. (2006). Comparative evaluation of the foaming properties of surfactants used in household products. *Tenside Surfactants Detergents*, 43(2), 88–91. <https://doi.org/10.3139/113.100322>
- Nguyen, T. T., Vandamme, T. F., & Beulque, M. (2021). Color measurement methods for evaluating cleaning efficiency on textile materials: A comparative study. *Journal of Cleaner Production*, 287, 125071. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125071>
- Arias, L., Chávez, M., & Martínez, J. (2020). Aplicaciones de la cromatografía de gases en el análisis de aceites esenciales. *Revista Colombiana de Química*, 49(1), 45–56.
<https://revistas.unal.edu.co/index.php/rcolquim/article/view/82799>
- International Journal of Research and Analytical Reviews (IJRAR). (2022). Extraction of D-Limonene from Sweet Orange Peels. *IJRAR*, 9(3), 304-306. Recuperado de <https://ijrar.org/papers/IJRAR22C2022.pdf>
- Balouiri, M., Sadiki, M., & Ibnsouda, S. K. (2016). Methods for in vitro evaluating antimicrobial activity: A review. *Journal of Pharmaceutical Analysis*, 6(2), 71–79.
<https://doi.org/10.1016/j.jpha.2015.11.005>
- Trombetta, D., Castelli, F., Sarpietro, M. G., Venuti, V., Cristani, M., Daniele, C., ... & Saija, A. (2005). Mechanisms of antibacterial action of three monoterpenes.

Antimicrobial Agents and Chemotherapy, 49(6), 2474–2478.

<https://doi.org/10.1128/AAC.49.6.2474-2478.2005>

Ravichandran, Y. D., Arasu, M. V., & Al-Dhabi, N. A. (2012). Extraction and identification of bioactive components in citrus peel by GC-MS. *International Journal of ChemTech Research*, 4(2), 681–685.

[http://www.sphinxesai.com/Vol.4No.2/ChemTech/pdf/CT=25\(681-685\).pdf](http://www.sphinxesai.com/Vol.4No.2/ChemTech/pdf/CT=25(681-685).pdf)

Zhu, Q., Zhou, Q., & Wang, L. (2019). Effect of formulation and appearance on consumer preference for household cleaning products. *Journal of Sensory Studies*, 34(1), e12466. <https://doi.org/10.1111/joss.12466>

Boretti, A., & Banerjee, A. (2021). Potential enhancement of antimicrobial resistance due to the mass usage of disinfectants to fight COVID-19. *Global Health Journal*, 5(3), 113–117. <https://doi.org/10.1016/j.glohj.2021.02.004>

Rafiq, S., Kaul, R., Sofi, S. A., Bashir, N., Nazir, F., & Ahmad Nayik, G. (2018). Citrus peel as a source of functional ingredient: A review. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(4), 351–358. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2016.07.006>

Nawaz, M., Wang, L., Song, J., & Ni, L. (2020). Environmental risk assessment of surfactants used in detergent formulations: A case study in China. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 190, 110127.

<https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2019.110127>

CRC Press. (2023). *CRC Handbook of Chemistry and Physics* (104th ed.). CRC Press.

Palacios, A., Martínez, M., & Arancibia, V. (2016). Evaluación fisicoquímica y sensorial de detergentes líquidos comerciales. *Revista de Química Aplicada*, 9(2), 25–32.

Gómez-Mendoza, M., & Londoño, R. (2018). Estudio reológico de productos de limpieza doméstica: implicaciones en formulación y aceptación del consumidor. *Revista*

Iberoamericana de Polímeros, 19(3), 145–152.

Ciriminna, R., Lomeli-Rodriguez, M., Demma Carà, P., Lopez-Sanchez, J. A., & Pagliaro,

M. (2014). Limonene: A versatile chemical of the bioeconomy. *Chem. Commun.*,

50(97), 15288–15296. <https://doi.org/10.1039/C4CC06147K>

Kralova, I., & Sjoblom, J. (2009). Surfactants used in food industry: A review. *Journal of*

Dispersion Science and Technology, 30(9), 1363–1383.

<https://doi.org/10.1080/01932690902735561>

Lim, J., Kim, J. Y., & Lee, Y. (2018). Removal of cosmetic stains on textiles by

commercial detergents: A comparative study. *Journal of Surfactants and*

Detergents, 21(3), 293–300. <https://doi.org/10.1002/jsde.12100>