



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

**"INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE
EMULSIFICACION SOBRE LA ESTABILIDAD DE
EMULSIONES COSMETICAS Y SU MANUFACTURA
A BAJA ENERGIA"**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICO FARMACEUTICO BILOGO

P R E S E N T A N :

MARIA ANTONIA LUGO LOPEZ

JOSE PEREZ CALDERON

DIRECTOR DE TESIS:

M. EN C. VICENTE ALONSO PEREZ

ASESOR: Q. GUSTAVO MONTES DE OCA RIVERO

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX.

1989



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

	PAGINA
1. OBJETIVOS	1
2. INTRODUCCION	2
3. GENERALIDADES	8
4. PARTE EXPERIMENTAL	21
5. RESULTADOS	31
6. TRATAMIENTO DE RESULTADOS ...	44
7. ANALISIS DE RESULTADOS	58
8. CONCLUSIONES	61
9. BIBLIOGRAFIA	63

1. OBJETIVOS

1. ELABORAR EMULSIONES COSMETICAS (O/W Y W/O) A DIFERENTES TEMPERATURAS DE EMULSIFICACION.
2. PRODUCIR EMULSIONES COSMETICAS (O/W Y W/O) POR UN PROCESO DE BAJA ENERGIA DE EMULSIFICACION.
3. DETERMINAR LA INFLUENCIA QUE TIENEN AMBOS METODOS SOBRE LA ESTABILIDAD DE LAS EMULSIONES, EN COMPARACION CON EL TRADICIONAL.
4. COMPARAR LAS VENTAJAS Y DESVENTAJAS QUE OFRECEN LOS METODOS DE EMULSIFICACION PROPUESTOS.

2. INTRODUCCION

En 1965 Lin [1] propuso una técnica de emulsificación denominada como "procedimiento semifrío" que fué diseñado para permitir la elaboración de emulsiones cosméticas con un calentamiento parcial de las materias primas. Lin probó esta técnica sobre numerosos productos emulsificados y no emulsificados en escala de producción con resultados favorables.

El método no sólo permite la reducción de las energías térmica y mecánica, sino también un aumento substancial en la eficiencia de manufactura además de una reducción en costos de operación sin ninguna repercusión en la calidad del producto.

En el proceso convencional de emulsiones cosméticas, el aceite e ingredientes solubles en agua son calentados usualmente en dos marmitas separadas como lo ilustra la figura No. 1.

Hay dos clases de energía que se suministra:

Energía Térmica: ET_1 , ET_2 (para calentamiento)

Energía Mecánica: EM_1 , EM_2 y M_3 (para homogenización y mezclado)

Si se utiliza agua de la llave para enfriar el granel (etapa de enfriamiento), toda la energía térmica suministrada deberá ser (desechada) de igual manera si se usa agua reciclada, la energía adicional requerida por el compresor en el sistema de refrigeración, implica otro gasto de energía.

La figura No. 2, muestra un proceso a granel de una emulsión cosmética la cual puede tratarse de una emulsión del tipo o/w ó w/o. En esta figura h y H representan el calor suministrado a las fases interna y externa respectivamente. Después de emulsificar, generalmente el granel es enfriado a temperatura ambiente haciendo circular agua helada en la marmita enchaquetada o pasando la emulsión caliente a través de un intercambiador de calor;

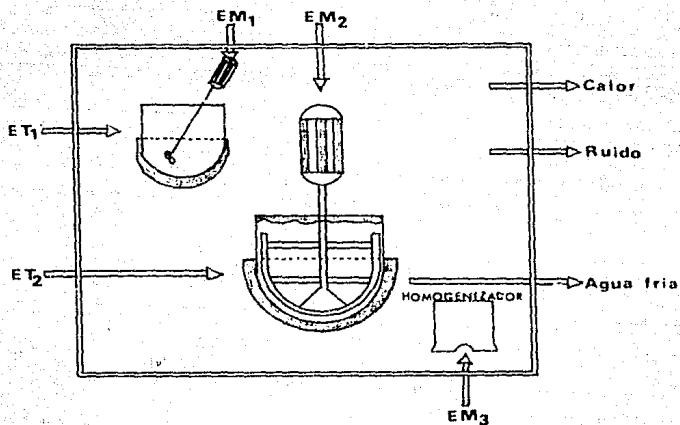


FIGURA No. 1

Energía suministrada en el proceso de emulsión donde:

EM : Energía Mecánica

ET : Energía Térmica

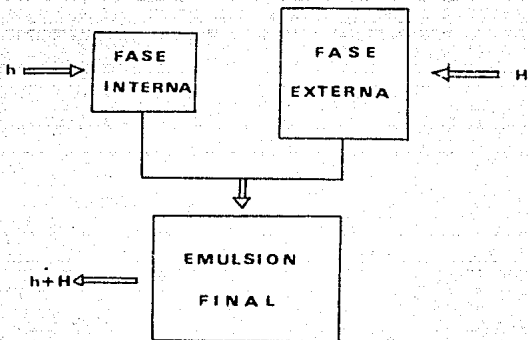


FIGURA No.2

Proceso convencional de emulsiones, donde:

H : Es el calor suministrado a la fase externa.

h : Es el calor suministrado a la fase interna.

$H+h$: Es la suma del calor suministrado en el proceso de emulsificación

de tal manera que, la cantidad de calor removido durante la etapa de enfriamiento será: $h + H$.

Con el método a Baja Energía de Emulsificación (B.E.E.) como lo muestra la figura No. 3, se pretende que el calor removido del granel sea sólo $h + 0.5H$, ya que en lugar de calentar toda la fase externa, sólo la mitad se calentará para hacer una emulsión concentrada, y la segunda porción será adicionada a temperatura ambiente para con ello reducir el tiempo de calentamiento y enfriamiento del granel.

Con este método, el suministro de poca energía al principio implica remoción de poco calor durante el periodo de enfriamiento.

Por consiguiente la fase de dilución puede realizarse durante la etapa de enfriamiento por simple medición del agua deionizada restante, de tal manera que, no hay tiempo extra consumido en la segunda fase.

Lin et al. [2], a partir de datos experimentales obtenidos de emulsiones o/w y w/o con surfactantes catiónicos, aniónicos, no iónicos y sus mezclas, observó que la técnica era bastante flexible para producir emulsiones con diferentes tamaños de glóbulo.

Además Lin, trabajando con una emulsión tipo catiónica estudió conjuntamente el efecto de la temperatura de emulsificación y el porcentaje de fase externa sobre el tamaño de glóbulo de la emulsión y observó la existencia de una relación inversa entre el tamaño de glóbulo y la temperatura de emulsificación, así como una relación lineal entre el porcentaje de fase externa y el tamaño de glóbulo.

Otro camino para lograr un ahorro energético durante la manufactura de emulsiones, se puede lograr disminuyendo la temperatura de emulsificación hasta cierta temperatura, a la cual las emulsiones sean estables.

De tal manera que si se pretende disminuir la temperatura de emulsificación se deben tomar en cuenta los puntos de fusión y de solidificación de cada uno de los componentes que constituyen la

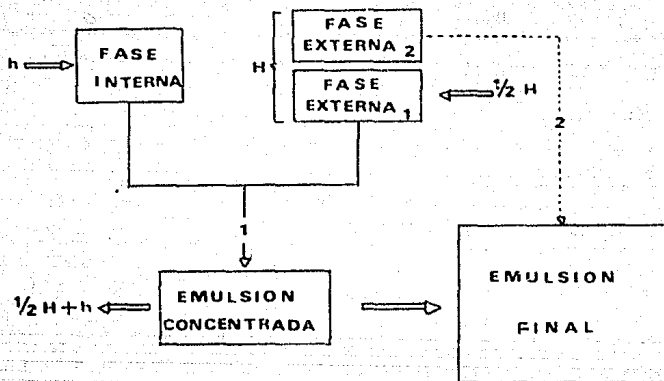


FIGURA No. 3

Proceso Baja Energía de Emulsificación.

- 1) Representa el primer paso de emulsificación utilizando un porcentaje determinada de la fase externa.
- 2) Representa la segunda parte de la fase externa para dilución y enfriamiento en el proceso de emulsificación.

formulación de la emulsión cosmética.
De acuerdo a lo anterior, se pretende efectuar un ahorro energético en la elaboración de emulsiones cosméticas con enfoque directo a nivel industrial.

3. GENERALIDADES

EMULSIONES

DEFINICIÓN.

Una emulsión es un sistema termodinámicamente inestable, que está formado por lo menos de un líquido inmiscible íntimamente disperso en otro en forma de pequeños glóbulos. Tal sistema posee una estabilidad mínima la cual es elevada por la presencia de un agente emulsificante [1, 2, 3, 4].

TEORIAS DE EMULSIFICACION.

No existe una teoría universal de la emulsificación debido a que las emulsiones pueden ser preparadas usando diferentes tipos de agentes emulsificantes, cada uno de los cuales depende para su acción de diferentes principios para obtener un producto estable.

Consideremos que sucede cuando dos líquidos inmiscibles son agitados juntos de tal manera que uno de los dos, es dispersado como pequeñas gotitas en el otro, los líquidos se separan en dos capas claramente definidas. Cuando dos líquidos no se mezclan se puede explicar diciendo que la fuerza cohesiva entre las partículas de cada líquido separada es mayor que la fuerza adhesiva entre los dos líquidos. La fuerza cohesiva de las fases individuales se manifiesta como una energía o tensión interfacial en la acción de los dos líquidos.

En el seno de un líquido las moléculas presentan interacciones con las moléculas vecinas estableciendo un balance entre las fuerzas de atracción y repulsión, siendo las resultantes de éstas, fuerzas iguales en todas direcciones creando un espacio isotópico (o sea que en cualquier dirección las propiedades intensivas del sistema son las mismas). Como es bien conocido, entre las moléculas existen fuerzas de atracción de poca importancia (las de

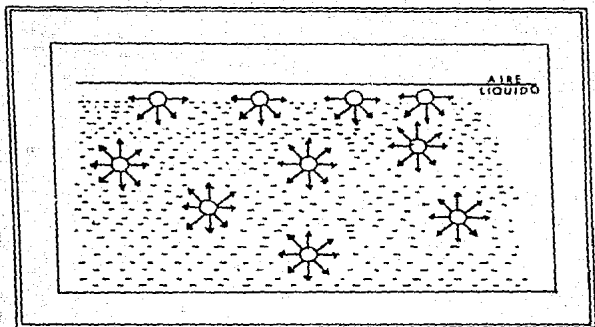


FIGURA No. 4

Las fuerzas que actúan sobre las moléculas en la superficie y en el interior de un líquido.

Van der Waals), cuando se establecen entre moléculas del mismo tipo se habla de fuerzas de cohesión, las cuales son responsables del estado líquido [4,7].

La figura No. 4, muestra las fuerzas que actúan sobre las moléculas presentes en la interfase líquido-vapor. Estas sólo establecen fuerzas de cohesión con sus vecinas situadas y adyacentes a ellas.

Con las moléculas de la otra fase en este caso el vapor, se establecen fuerzas de adhesión (entre dos tipos diferentes de moléculas), cuya resultante es despreciable en comparación a las de cohesión; estas interacciones desbalanceadas provocan que las moléculas situadas en la interfase sufran un "jalón" hacia el interior, abandonando algunas la superficie para pasar al seno del líquido, lo que ocasiona que la superficie se contraiga, presentando la gota una área superficial mínima, y por consiguiente toma la forma esférica.

ESTABILIDAD DE EMULSIONES.

Se ha notado con anterioridad que sobre bases puramente termodinámicas las emulsiones son físicamente inestables. Una reducción del área interfacial por coalescencia reduce su sistema de energía, por lo que este proceso es termodinámicamente espontáneo.

Garret [6] definió una emulsión estable como aquella que puede "mantener el mismo número y tamaño de gota de la fase dispersa por unidad de peso o volumen de la fase continua". La energía interfacial debe permanecer invariable con el tiempo de acuerdo a esta definición.

En una crema, cualquier alteración en la apariencia o consistencia la harán inaceptable porque cualquier separación insignificante hacen al producto cosmético poco elegante.

La estabilidad podría ser definida en el sentido dado por Garret

sobre bases objetivas, y la vida de anaquel es un término útil -- para explicar la evaluación subjetiva de la estabilidad.

Tan pronto como una emulsión ha sido preparada dependiendo del -- tiempo y temperatura en el proceso, puede ocurrir su separación.

Durante el almacenamiento, la inestabilidad de una emulsión se -- evidencia por cremación, agregación reversible (floculación) o -- por agregación irreversible (coalescencia).

A) CREMACION.

En ciertas emulsiones se observa que los gl-obulos de la fase dis-
persa, manteniendo su individualidad como tales, se acumulan en la
superficie de la emulsión. Este proceso que se debe a la menor den-
sidad de los glóbulos de la fase líquida dispersa y que correspon-
de por lo tanto, a una sedimentación "hacia arriba", se conoce co-
mo la formación de crema y es de manera habitual un proceso facil-
mente reversible [13,14,15].

Cuando los glóbulos de la fase dispersa se acumulan en la parte -
inferior de la emulsión, se dice que la emulsión ha sedimentado y
este proceso que es también fácilmente reversible corresponde al
normal efecto de la fuerza gravitatoria cuando la densidad de los
glóbulos de la fase dispersa es mayor que la densidad de la fase
dispersante.

B) FLOCULACION.

La floculación de la fase dispersa puede tomar lugar antes, duran-
te o después de la cremación, mejor conocida como agregación re-
versible de las gotas de la fase interna. La floculación es in-
fluenciada por los cambios de superficie de los glóbulos emulsifi-
cados. Si se presenta una cantidad insuficiente de emulsificante,
las gotas de la emulsión se agregan y coalescen rápidamente. La
floculación de los glóbulos ocurre solamente cuando la barrera -
mecánica o eléctrica es insuficiente para prevenir la coalescen -

cia de los glóbulos. En otras palabras, la floculación difiere de la coalescencia, primero por el hecho de que la película interfacial y los glóbulos, permanecen individualmente intactos. La reversibilidad de este tipo de agregación depende de la fuerza de interacción entre las partículas, así se determinó por la naturaleza química del emulsificante, por lo que un aumento de la fuerza iónica con electrólitos o un aumento en la concentración del emulsificante tiende a promover la floculación.

La viscosidad de una emulsión depende de un límite extenso de floculación, quien restringe el movimiento de las partículas y produce una red de rigidez moderada. Al agitar una emulsión se rompen las uniones entre partícula y partícula dando como resultado otra viscosidad y tixotropía.

C) COALESCENCIA.

La coalescencia es un proceso diferente a la floculación, el cual comunmente le precede. Mientras que la floculación es el agrupamiento de glóbulos, la coalescencia es la fusión de los aglomerados para formar una gota más grande.

La coalescencia es normalmente rápida cuando dos líquidos inmiscibles son agitados, ya que no existe una barrera energética que prevenga la fusión de las gotas por lo que nuevamente ocurre la formación de las dos fases originales.

Cuando un agente emulsificante es agregado al sistema, la floculación puede seguir existiendo, pero la coalescencia se reduce dependiendo de la eficiencia del agente emulsificante para formar una película interfaseal coherente y estable [5,8].

AGENTES EMULSIFICANTES Y EL SISTEMA HLB.

Se conocen como agentes emulsificantes a aquellos compuestos que modifican los fenómenos de contacto (tensión superficial) producidos en la superficie de separación entre un líquido y otro cuerpo, o bien modificando la tensión interfacial que existe en los sistemas líquido-líquido o líquido sólido.

Los agentes emulsificantes originan una notable reducción en la tensión superficial del agua y soluciones acuosas permitiendo una rápida humectación de sólidos y líquidos, y una mejora en las propiedades emulsificantes y dispersantes de dichas soluciones.

Debido a que la estructura molecular posee una porción polar y una porción no polar, los materiales tensoactivos al disolverse se ionizan dando lugar a iones compuestos por dos grupos de propiedades opuestas:

- a) Un grupo hidrofóbico, repelente al agua en la cual es insoluble y al mismo tiempo afín a los aceites en los cuales es soluble.
- b) Un grupo hidrofílico, afín al agua y no afín a los aceites. Este grupo, generalmente, es de naturaleza no-iónica con una fuerte carga electrostática que es afín a los dipolos del agua y no tiene capacidad para solubilizar cadenas hidrocarbonadas de alto peso molecular.

Según la definición, una emulsión es termodinámicamente inestable, por lo que para hacerla estable, es necesario adicionar un tercer componente que disminuya la energía interfasial, este tercer componente es denominado "emulsificante".

Los emulsificantes se dirigen hacia las interfases agua-aceite disminuyendo la energía interfasial y confiriendo estabilidad a la emulsión previniendo la coalescencia o ruptura de ésta última.

En la figura No. 5, se puede observar a las moléculas de los emulsificantes arreglándose por sí mismas por medio de la orientación de sus grupos hidrofóbicos hacia el aceite y de sus grupos hidrofilicos hacia el agua.

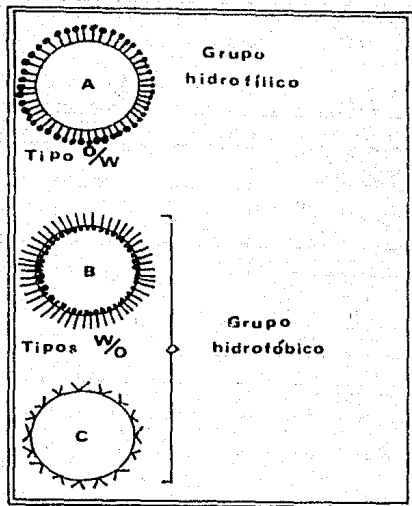


FIGURA No. 5

Tipos de emulsión:

- A) fase continua acuosa
- B) fase continua aceitosa
- C) fase continua aceitosa

El tipo de emulsión está determinado por el tipo de emulsificantes, temperatura y la relación en volumen de ambas fases líquidas.

a) El tipo de emulsificante.

El tipo de emulsión es afectada notablemente por la clase de emulsificantes, ya que generalmente, la fase líquida disuelve fácilmente a los emulsificantes iónicos y tiende a convertirse en la fase continua.

b) Temperatura.

El tipo de emulsión también es afectado por la temperatura, ya que un aumento de temperatura disminuye la tensión interfasial así como la viscosidad, por lo que podría decirse que la formación de la emulsión es favorecida por un aumento de temperatura sin embargo, al mismo tiempo un aumento de temperatura eleva la energía cinética de las gotas o glóbulos y de este modo facilita su coalescencia. Este tipo de inestabilidad se observa normalmente cuando las emulsiones se almacenan a temperaturas elevadas por largos períodos de tiempo [6,21,30]. Cambios en la temperatura alteran los coeficientes de distribución de los emulsificantes entre las dos fases por lo que ocurre la migración del emulsificante [22].

c) Relación en volumen de ambas fases.

El tipo de emulsión es afectado por la relación en volumen de ambas fases líquidas. Un porcentaje elevado (mayor al 74%) de glóbulos emulsificados no se dispersan en la emulsión, si todos los glóbulos tienden a tener el mismo tamaño y se arreglan en forma cerrada, sin embargo, como no todos los glóbulos tienen el mismo tamaño, la fase dispersa de la emulsión ocupa frecuentemente más del 90 por ciento de su volumen total.

Es importante seleccionar el emulsificante más apropiado o bien el empleo de mezclas de emulsificantes. Este problema se ha estu

diado por muchos investigadores, como Clayton, quien mencionó en su trabajo la idea del "balance hidrofílico-lipofílico (HLB)" de los emulsificantes y esta idea ha sido considerada también por otros investigadores, como Griffin de Atlas Chemical Industries, quien la representó cuantitativamente y posteriormente intentó establecer el método de selección de emulsificantes que posteriormente reportó que el número HLB se muestra como una función del porcentaje en peso del grupo hidrofílico de tensoactivos no iónicos.

El sistema HLB significa el balance hidrofílico-lipofílico y permite asignar un valor numérico al ingrediente o ingredientes que se desean emulsificar.

Todos los emulsificantes consisten de moléculas que contienen grupos hidrófilos y lipófilos, por tanto el HLB es una expresión que determina el balance del tamaño y fuerza de los grupos hidrófilos (afinidad hacia el agua o polares) de un determinado emulsificante. El HLB depende de las características químicas y capacidad de ionización de la sustancia, así como el pH.

En este método se asigna un número HLB a cada agente tensoactivo y se relacionan mediante una escala según sus aplicaciones adecuadas. El siguiente cuadro, señala la oscilación HLB requerida para varios sistemas [2].

Tabla 1. Escala hlb y su aplicación.

OSCILACION	EMULSIFICANTES
4-6	Emulsificantes w/o
7-9	Agentes penetrantes
8-12	Emulsificantes o/w
13-15	Detergentes
10-10	Solubilizantes

Como puede verse, sólo aquellos productos con número HLB entre 4 y 6 son adecuados como emulsificantes para emulsiones w/o, mientras que sólo aquellos con números entre 8 y 18 son adecuados para la preparación de emulsiones o/w. Los agentes con números HLB de diferentes escalas, aunque poseen propiedades importantes tensioactivas no se pueden emplear (de acuerdo con esta clasificación) como agentes emulsificantes.

EMULSIONES COSMÉTICAS.

En la industria cosmética, los tensioactivos son empleados tan abundantemente y en tales cantidades que pueden ser considerados indispensables para acciones sencillas o sinérgicas tales como la humectación, penetración, emulsificación, dispersión, detergencia, solubilización y acción germicida.

Los tensioactivos deben ser seleccionados cuidadosamente por su dureza, color, olor, etc., y no deben causar ninguna irritación dérmica u oftálmica.

Los tensioactivos son usados en dos formas básicas y la primera de ellas es como ingredientes primarios, donde sus propiedades afectan directamente las características de los productos finales.

El uso secundario de los tensioactivos es como aditivos teniendo las funciones de emulsificación, solubilización y dispersión [].

IMPORTANCIA DE LOS PRESERVATIVOS ANTIMICROBIANOS.

Los productos cosméticos están sujetos al deterioro por los microorganismos que actúan como agentes catalíticos en las reacciones de descomposición. Estos microorganismos pueden ser hongos, levaduras, bacterias., y deben ser destruidos o inhibir su reproducción ya sea por esterilización y/o con la adición de preserva

tivos antimicrobianos.

Un preservativo antimicrobiano actúa sobre células vivas y es - aquel material que reacciona previniendo el crecimiento o destruyendo a los microorganismos que pueden afectar, en primer término, al consumidor del producto y a la estabilidad de este último la cual puede verse comprometida si la calidad y cantidad de microorganismos se encuentran por encima de los límites permisibles, en donde la contaminación puede llegar a ocasionar cambios definitivos irreversibles en las características del producto - [16,17].

HUMECTANTES EN FORMULACIONES COSMETICAS.

La glicerina y otros humectantes son una necesidad en emulsiones cosméticas (cremas) ya que previenen el desecamiento de la crema dentro del envase y evita la pérdida de agua en la película que se forma al aplicarla.

Se adicionan también emolientes que regulan la velocidad de evaporación del agua y favorecen la penetración, algunos de estos agentes son la lanolina y el alcohol cetílico.

COMBINACION DE LAS FASES.

Las fases se mezclan generalmente, a la temperatura de 70-72°C, porque a esta temperatura ocurre el mezclado íntimo de las fases líquidas. Esta temperatura se puede disminuir algunos grados - siempre y cuando el punto de fusión de la fase grasa sea más bajo, para prevenir la cristalización y congelamiento prematuro de sus componentes [9].

Disminuyendo la temperatura a la cual se mezclan las fases, disminuye el tiempo de enfriamiento, lo que dará como resultado un ahorro en el tiempo de proceso cuando el granel a manufacturar

es grande.

La fase acuosa en una emulsión o/w, se adiciona lentamente a la fase oleosa con agitación, la concentración inicial de agua en relación a la concentración del aceite, implica la formación de una emulsión agua en aceite. La viscosidad de la emulsión tiende a aumentar mientras más fase acuosa se adicione, el volumen de la fase oleosa también aumenta hasta el punto máximo de su expansión, una vez alcanzado este punto, la viscosidad disminuye y se dice que ocurre la inversión de fase de la emulsión [11.12], las fases se reinvierten y la fase interna (aceite) es finalmente - dispersada.

4. PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL Y EQUIPO.

1) EQUIPO DE LABORATORIO.

Agitador eléctrico:

"CAFRAMO" WIARTON. ONT. Canadá.

STIRRER TYPE RZR1 115V.

Autoclave:

Pressure Sterilizer, All-American Portable, Wisconsin
Aluminum Dundry Co. Inc., Manitowoc, Wis., USA.

Balanza Analítica:

Sauter August KG D-7470 Ebingen (West-Germany)
Type 414/40.

Balanza Granataria:

TRIPLE BEAM BALANCE Model 700 USA.

Marca Reg. OHAUS.

OHAUS SACAIE CORPORATION FLORHAM PRK, N.J. USA.

Centrífuga:

MODELO J-12 SOLBAT, Hecho en México (115 v)

Cronómetro:

Hanhart AMIGO 1/10 SEC. Made in Germany.

Densímetro:

Densímetro de aluminio FISHER.

Estufa de incubación:

Kinet, Aparatos Eléctricos de Laboratorio,
Hecho en México, Patente 53874.

Parrilla eléctrica:
CORNING PG-351 HOT PLATE-STIRPER.

Potenciómetro:
Corning pH meter Model 7.

Viscosímetro:
Brookfield Modelo RVT.

2) MATERIAL DE VIDRIO DE LABORATORIO

Cajas petri.
Densímetro de vidrio.
Matraces Erlenmeyer.
Pipetas graduadas.
Pipetas volumétricas.
Termómetros (Taylor).
Tubos de vidrio.
Vasos de precipitados de vidrio.
Vidrios de reloj.

3) MEDIOS DE CULTIVO.

Agar Tripticaseina soya.

M E T O D O S

Se llevó a cabo la elaboración de tres diferentes tipos de emulsiones (o/w y w/o). La elección de dichas formulaciones estuvo en función de las características físicas que éstas presentan.

La elaboración de cada formulación se llevó a cabo por dos procesos de manufactura distintos, de tal manera que:

- La manufactura de una emulsión por el método tradicional requiere de una temperatura de emulsificación de 70 a 72°C, la variación en esta primera parte, es bajar constantemente la temperatura de emulsificación (70, 65, 60 y 55°C) hasta el punto en el cual no ocurra la emulsificación o el mezclado de las fases o la dilución de los componentes, sin afectar las características fisicoquímicas y organolépticas de la emulsión.

- Como una segunda parte, la variación en el proceso es llevar a cabo la elaboración de las emulsiones por un proceso de baja energía de emulsificación (B.E.E.), como ya se mencionó anteriormente, una sola porción de la fase externa fué primeramente calentada, para hacer una emulsión concentrada, la segunda porción se adicionó a temperatura ambiente, lo que dió como resultado la disminución en el tiempo de calentamiento y enfriamiento del granel, lo que dió como resultado un ahorro substancial de energías tanto mecánicas como eléctricas.

TEMPERATURA DE EMULSIFICACION (primera parte).

Con el término Temperatura de Emulsificación, nos referimos a cuatro distintas temperaturas, éstas son 70, 65, 60 y 55°C, de cada temperatura de emulsificación elaboramos cuatro lotes de 500 g, posteriormente sacamos el promedio de los parámetros medibles e hicimos las comparaciones necesarias con la emulsión elaborada a 70°C.

Era de suponer que ésto diera como resultado una disminuci3n en el tiempo de proceso respectivamente a la temperatura de emulsificaci3n empleada.

BAJA ENERGIA DE EMULSIFICACION (segunda parte).

La t3cnica de baja energfa de Emulsificaci3n, consiste en que una primera porci3n de la fase externa (40, 50 y 60% respectivamente) y toda la fase interna son calentadas a la temperatura de emulsificaci3n convencional (70-72°C) para formar una emulsi3n concentrada.

Posteriormente, la segunda porci3n de fase externa se adicion3 a la temperatura ambiente que serfa la temperatura ambiente lo que di3 como resultado una reducci3n en el tiempo de calentamiento y enfriamiento del granel, que en 3ltimos t3rminos ésto se vi3 reflejado en un ahorro en el tiempo de proceso respectivamente al porcentaje de fase externa adicionado.

Llevamos a cabo la elaboraci3n de cuatro lotes de 500 g. de cada porcentaje de fase externa (40, 50, 60%), y sacamos el promedio de las lecturas obtenidas e hicimos las comparaciones necesarias.

FORMULACIONES

FORMULA No. 1. Emulsión tipo iónica o/w (líquida)

	FORMULA PORCENTUAL		FORMULA DE MANUFACTURA.
	Ingredientes	% (P/P)	Lote 500 g.
A	Agua purificada	74.15	370.75
	Glicerina	1.00	5.00
	Trietanolamina	1.65	8.25
	Metilparabeno	0.20	1.00
B	Aceite mineral	16.73	83.90
	Acido esteárico	3.70	18.80
	Alcohol cetílico	1.16	5.80
	Lanolina anhidra	1.00	5.00
	Propilparabéno	0.05	0.25
C	Perfume	0.25	1.25
		100.00	500.00

FORMULA No. 11. Emulsión no-iónica O/w (sólida)

FORMULA PORCENTUAL		FORMULA DE MANUFACTURA	
	Ingredientes	% (P/P)	Lote 500 g.
A	{ Agua purificada	58.75	293.75
	{ Catón KC	10.00	50.00
B	{ Palmitato de isopropilo	10.50	52.50
	{ Base de absorción líquida	2.50	12.50
	{ Cera emulsificable NF	5.50	27.50
	{ Petrolato sólido	6.00	30.00
	{ Lanolina anhidra	3.00	15.00
	{ Alcohol estearílico POE (20)	2.50	12.50
C	{ Monoestearato de sorbitán	0.40	2.00
	{ Carbopol solución al 1%	0.15	0.75
D	{ Perfume	0.70	3.50
		<hr/>	<hr/>
		100.00	100.00

FORMULA No. III. Emulsión no iónica w/o (líquida).

FORMULA PORCENTUAL		FORMULA DE MANUFACTURA	
Ingredientes	(P/P)	lote 500 g.	
A	Aceite mineral	40.00	200.00
	Cera de abejas	5.50	27.50
	Lanolina anhidra	2.70	13.50
	Palmitato de isoronilo	5.00	25.00
	Monoestearato de glicerilo (no autoemulsificable)	0.50	1.50
	Monoestearato de sorbitán (Span 60)	3.50	17.50
	Monoestearato de sorbitán (POE 20) (Tween 60)	2.90	14.50
B	Agua purificada	35.50	177.50
	Propilenglicol	4.00	20.00
	Borax	0.10	0.50
	Benzoato de sodio	0.10	0.50
C	Perfume	0.40	2.00
		<hr/>	<hr/>
		100.00	500.00

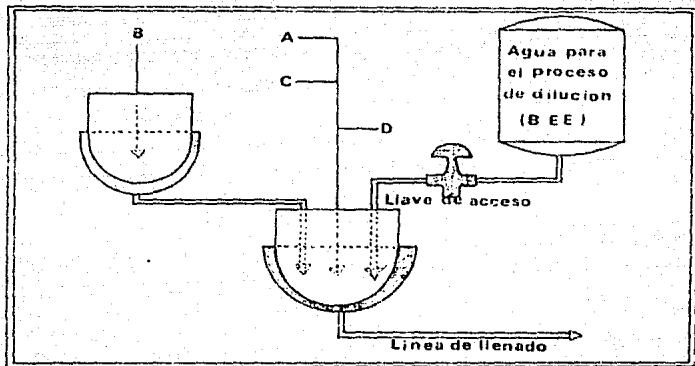


FIGURA No. 5

Esquema de flujo para los procesos de endulzamiento

- A: Fase acuosa
- B: Fase sólida
- C: Parte proporcional acuosa
- D: Frecuencia

EVALUACIONES

1. EVALUACION DE VISCOSIDAD.

Para las tres formulaciones, las determinaciones de viscosidad se llevaron a cabo a 25°C a 20 rpm. por 5 minutos utilizando el viscosímetro Brookfield.

Para la formulación No. 1, se utilizó la aguja #4, con un factor de 100; para la formulación No. 2, se utilizó la aguja #6, con un factor de 500 y por último, para la formulación No. 3 se utilizó la aguja #3 con un factor de 50. La operación se hizo en tres ocasiones por cada muestra, el promedio de estas lecturas aparece en las tablas posteriores.

El proceso de evaluación de viscosidad se repitió cada 15 días durante tres meses (90 días).

2. EVALUACION DE pH.

La determinación se hizo a temperatura de 25°C, utilizando el potenciómetro, las lecturas se tomaron en forma directa para la formulación No. 1; para la formulación No. 2, se hizo una dispersión del 10 por ciento en agua de la cual posteriormente se tomaron las lecturas; para la formulación No. 3, las lecturas se tomaron en forma directa.

3. EVALUACION DE DENSIDAD.

Para las formulaciones 1 y 2, las evaluaciones se efectuaron con picnómetro metálico a temperatura de 25°C y para la formulación No. 3 las evaluaciones se efectuaron con picnómetro de vidrio a la misma temperatura.

4. EVALUACION DE LA PRUEBA DE CENTRIFUGA.

Para las tres formulaciones, las determinaciones de prueba de centrifuga se llevaron a cabo a 25°C a 3 000 rpm por 30 minutos.

5. EVALUACION DE CONTROL MICROBIOLOGICO.

Fue de acuerdo a especificaciones y metodologia de U.S.P. XX, utilizando: buffer de fosfatos pH 7.2 y agar caseina-soya. Se hicieron dispersiones de 0.5 g en 10 ml.

6. EVALUACION DE TAMARO DE GLOBULO.

Una estimación aproximada de los diámetros de los glóbulos de cada emulsión, se efectuó según el método propuesto por Lin [2].

7. EVALUACION DE ANALISIS ORGANOLEPTICO.

El análisis organoléptico se efectuó en función a un estándar, - que fue la emulsión elaborada con el proceso tradicional y a - 70°C, los análisis efectuados en este punto fueron olor, color y prueba de uso.

5. RESULTADOS

Los resultados presentados en las tablas posteriores es el promedio de tres determinaciones respectivamente.

Las tablas No. 1a y 1b, nos presentan los resultados de las evaluaciones de pH, densidad, prueba de centrifuga, control microbiológico y análisis organoléptico de ambos procesos (baja energía de emulsificación y diferentes temperaturas de emulsificación) como resultados mínimamente afectados por las variaciones en los procesos de manufactura.

La tabla No. 2, nos muestra los valores más notablemente afectados (viscosidad), presentando para la formulación No. 1 a temperatura ambiente y a 37°C un aumento conforme disminuye la temperatura de emulsificación y conforme aumenta el tiempo de almacenamiento.

La tabla No. 3, nos presenta los valores de viscosidad de las emulsiones de la formulación No. 1 elaboradas por el proceso de baja energía de emulsificación a temperatura de estabilidad de 25°C y 37°C por un periodo de 90 días.

La tabla No. 4, indica los resultados de viscosidad de las emulsiones de la formulación No. 2 elaboradas a diferentes temperaturas de emulsificación; a temperaturas de estabilidad de 25°C y 37°C por un periodo de 90 días.

La tabla No. 5, nos presenta los resultados de estabilidad del proceso de baja energía de emulsificación a las temperaturas de estabilidad de 25°C y 37°C por un periodo de 90 días.

La figura No. 7, nos muestra los cambios de viscosidad en función a la temperatura de emulsificación empleada y al tiempo de almacenamiento a 37°C.

En esta figura podemos observar claramente el efecto que tiene cada temperatura de emulsificación sobre la estabilidad, pues --

conforme aumenta la temperatura de emulsificación podemos apreciar una disminución en la viscosidad lo que indica una disminución en el tamaño del glóbulo, esta disminución en el tamaño del glóbulo conlleva a una mayor estabilidad de la emulsión o a permanecer estable.

Además la observación anterior hace más notorio que los cambios de viscosidad en los primeros días de almacenamiento se aprecian mejor que en los días subsiguientes durante el periodo de almacenamiento.

La figura No. 8, nos muestra los cambios de viscosidad en función a los porcentos de fase externa manejados y al tiempo de almacenamiento de 37°C.

Podemos observar que el comportamiento de las curvas son muy semejantes a las de la figura No. 7, conforme disminuimos el porcentaje de fase externa como es de suponer obtendremos una disminución en viscosidad y por consiguiente en el tamaño de glóbulo lo que da como resultado un tamaño pequeño lo cual confiere mayor estabilidad a la emulsión.

La figura No. 9, nos muestra la influencia del tiempo y la temperatura de emulsificación sobre la viscosidad de la emulsión No. 2 podemos observar en esta figura que de manera contraria a la emulsión No. 1, la influencia que tiene cada temperatura de emulsificación sobre la viscosidad podría ser una consecuencia del tipo de componentes que constituyen la formulación No. 2.

La figura No. 10, nos muestra la influencia del tiempo y del porcentaje de fase externa sobre la viscosidad de la emulsión No. 2 para el proceso de Baja Energía de Emulsificación. En esta figura podemos observar que a menor porcentaje de fase externa se alcanza con mayor rapidez un tamaño de glóbulo promedio.

FORMULACION No. 3.

Al llevar a cabo las pruebas físicas (específicamente la prueba de centrifuga), inmediatas a su manufactura a 25°C. se observó que existía separación de fases, es decir, que la emulsión no permanecía estable a temperaturas de emulsificación menores de 60°C, es decir, a 70, 65 y 60°C la emulsión parecía ser estable pero al llevar a cabo el periodo de almacenamiento a temperatura ambiente y a 37°C únicamente la que fue permaneció estable - fué el lote elaborado a 70°C, debido a estos resultados preliminares obtenidos, se decidió no llevar a cabo las evaluaciones correspondientes durante el periodo de almacenamiento de tres meses a 37°C y a temperatura ambiente.

Con el método de Baja Energía de Emulsificación observamos de manera semejante la separación de las fases independientemente de los porcentajes de fase externa manejados.

Debido a las características anteriormente mencionadas podemos decir que esta formulación es de poca estabilidad, e en su defecto, revisar a fondo cada componente de la formulación para saber si en alguno de ellos radica la poca estabilidad que presenta esta emulsión.

F O R M U L A # 1					F O R M U L A # 2				
	70°C	66°C	60°C	55°C		70°C	66°C	60°C	55°C
pH	7.8	7.8	7.8	7.8	pH	7.8	7.8	7.8	7.8
Densidad	0.9583	0.9589	0.9648	0.9567	Densidad	0.9546	0.9289	0.9303	0.9363
Prueba de cent.	No sep.	No sep.	No sep.	No sep.	Prueba de cent.	No sep.	No sep.	No sep.	No sep.
Control microbial	Cero col.	Cero col.	Cero col.	Cero col.	Control microbial	Cero col.	Cero col.	Cero col.	Cero col.
Prueba de uso	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Prueba de uso	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio

TABLE No. 1g

Resultados de las evaluaciones hechas a las formulaciones No. 1 y 2 elaboradas a diferentes temperaturas de emulsificación (7.5.2).

F O R M U L A # 1				F O R M U L A # 2			
	40%	50%	60%		40%	50%	60%
pH	7.9	7.9	7.9	pH	6.9	6.9	6.9
Densidad	0.9530	0.9607	0.9520	Densidad	0.9302	0.9279	0.9284
Prueba de cent.	No sep.	No sep.	No sep.	Prueba de cent.	No sep.	No sep.	No sep.
Control microbiol.	Cero col.	Cero col.	Cero col.	Control microbiol.	Cero col.	Cero col.	Cero col.
Prueba de uso	Satis-factorio	Satis-factorio	Satis-factorio	Prueba de uso	Satis-factorio	Satis-factorio	Satis-factorio

TABLA No. 1b

Resultados de las evaluaciones hechas a las formulaciones No. 1 y 2 elaboradas por el proceso de baja energía de emulsificación (B.E.E).

V I S C O S I D A D E S (P O I S E S)								
Temperaturas de emulsió.	70°C		65°C		60°C		55°C	
Temperaturas de estabilidad	25°C	37°C	25°C	37°C	25°C	37°C	25°C	37°C
Tiempo de almacenamiento	-	-	-	-	-	-	-	-
0	25	19	23	32	25	43	26	43
15	25	37	30	62	31	67	31	65
30	29.5	48	34	66	35	73	36	72
45	29.5	50	51	69	55	78	46	78
60	29.5	54	51	76	52	84	44	81
75	37	69	52.5	74	57	87	53	77
90	37	71	53	82	59	89	58	78

TABLA No. 2

Resultados de estabilidad de la formulación No. 1 (emulsión tipo iónica O/W), elaboradas a diferentes temperaturas de emulsificación (T.E.).

V I S C O S I D A D E M (P O I S E)						
% de fase externa	40 %		50 %		60 %	
Temperatura de estabilidad	25°C	45°C	25°C	35°C	25°C	35°C
Tiempo de almacenamiento	-	-	-	-	-	-
0	24	33	48	46	59,25	66
15	41	50	67	50	60	60
30	55	65	86	73	67	68
45	66	75	98	79	50	69
60	67	82	99	70	48	69
75	68	76	98,5	70	64	69
90	68	100	98,5	70	69	75

Tabla No. 4

Resultados de estabilidad de la formulación No. 1 (emulsión tipo Iónica O/W) elaboradas por el proceso de baja energía de emulsificación (B.C.F.).

V I S C O S I D A D E S (P O I S E S)

Temperatura de emulsión	20°C		65°C		80°C		95°C	
Temperatura de estabilidad	20°C	45°C	20°C	45°C	20°C	45°C	20°C	45°C
Tiempo de almacenamiento	-	-	-	-	-	-	-	-
0	160	160	160	160	170	170	170	170
15	160	162,5	157,5	157,5	167,5	160	160	160
30	162,5	162,5	160	157,5	170	175	160	160
45	160	162,5	162,5	157,5	180	175	172,5	160
60	160	162,5	162,5	157,5	185	185	175	165
75	175	162,5	175	160	180	185	175	165
90	170	162,5	170	157,5	180	185	172,5	165

Tabla No. 1

Resultados de estabilidad de la formulación No. 2 (emulsión número 0/60), elaboradas a diferentes temperaturas de emulsificación (T.E.).

V I S C O S I D A D E S (P O I S E S)						
% de Fase externa	40 %		50 %		60 %	
Temperatura de estabilidad	25°C	47°C	25°C	37°C	25°C	37°C
Tiempo de almacenamiento	-	-	-	-	-	-
0	170	170	170	170	80	145
15	140	135	140	145	80	145
30	77,5	130	90	145	80	145
45	77,5	130	92,5	145	80	145
60	77,5	130	95	150	80	140
75	75	130	94	150	75	140
90	70	130	85	150	75	140

TABLE No. 5

Resultados de estabilidad de la formulación No. 2 (emulsión no-láctea 0/20), elaboradas por el proceso de baja energía de emulsificación (B.F.C.).

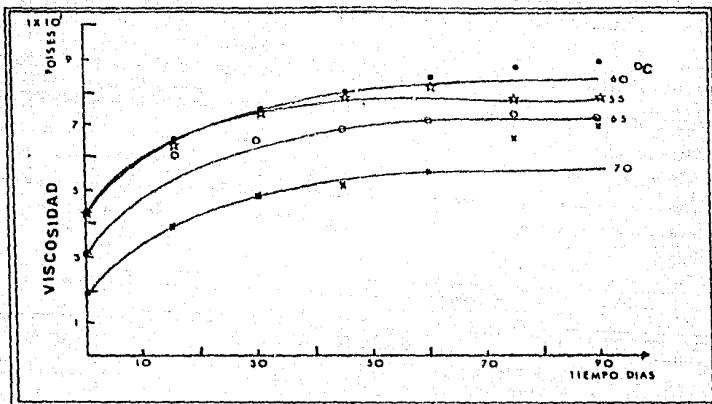


FIGURA No. 7

Influencia del tiempo y temperatura de esterilización
(T.E.) sobre la viscosidad de la suspensión No. 1

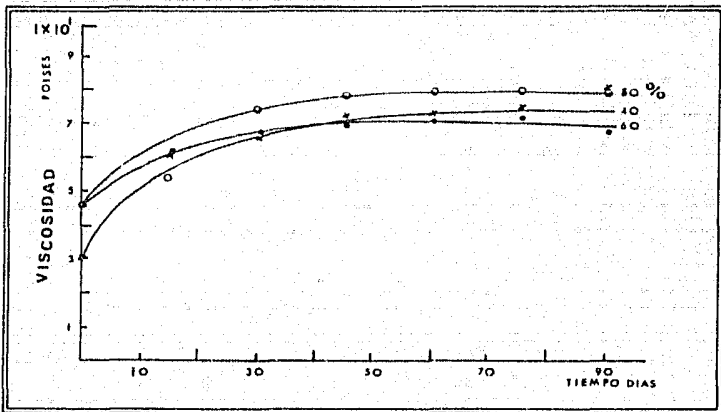


FIGURA No. A

Influencia del tiempo y del porcentaje de fase externa sobre la viscosidad de la Formulación No. 1 para el proceso de - baja energía de emulsificación (B.E.C.).

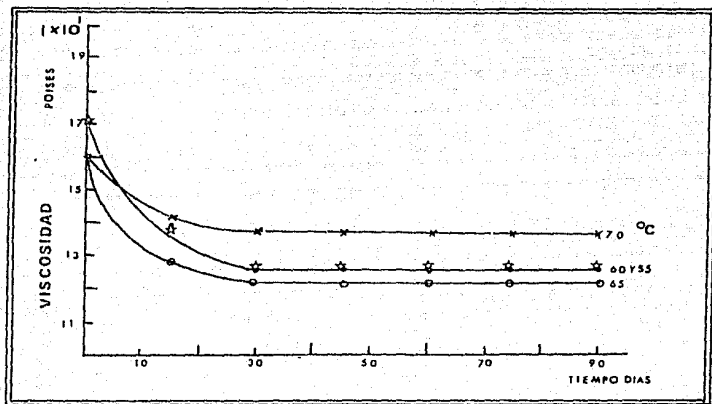


FIGURA No. 9

Influencia del tiempo y temperatura de polimerización
(P.E.) sobre la viscosidad de la resina No. 2

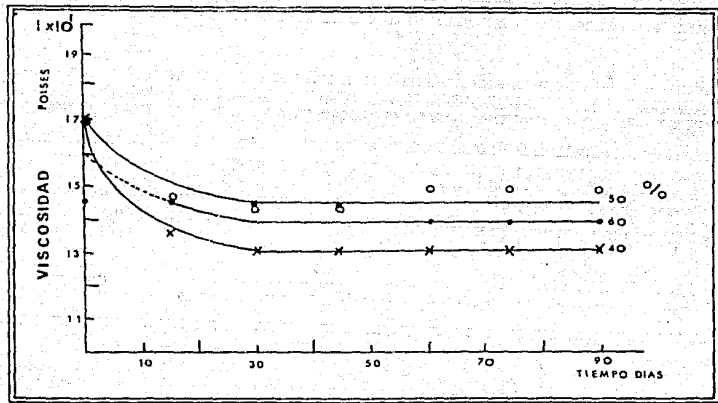


FIGURA No. 10
Influencia del tiempo y del porcentaje de fase externa sobre
la viscosidad de la Fase externa No. 2 para el proceso de
la goma de resaca (R.C.F.).

6. TRATAMIENTO DE RESULTADOS

Hood indica que muchas emulsiones muestran en un principio cambios en su consistencia [32], las cuales siguen un comportamiento lineal cuando son graficadas.

Se creyó que la ausencia completa de una pendiente (o que no existieran cambios de viscosidad con el tiempo) sería el sistema ideal, pero como lo muestra la figura No. 11, la mayoría de los sistemas exhiben un aumento moderado de viscosidad entre los primeros días y 12 meses de almacenamiento.

Algunas otras emulsiones presentan cambios más drásticos y aumentos o disminuciones imprevistas no lineales en viscosidad, esto puede ocurrir después de 2 ó 3 meses de almacenamiento.

Considerando el comportamiento de los sistemas mostrados en la figura No. 11 y relacionándolo a los resultados obtenidos, al graficar la viscosidad en función del tiempo, temperatura de emulsificación y porcentaje de fase externa sólo podemos hacer una evaluación cualitativa de la estabilidad de la emulsión, es decir, sólo podemos decir si el sistema sigue o no un comportamiento semejante al ideal, pero no en que magnitud.

Un camino alternativo para lograr predecir la estabilidad cualitativamente de una emulsión es tomar en cuenta lo que nos indica Sherman [34], que menciona que la mejor forma de utilizar las determinaciones de viscosidad y predecir la vida de anaquel de un sistema, está en función de la variación del tamaño del glóbulo.

Para llevar a efecto lo anteriormente mencionado los valores obtenidos de viscosidad se trataron de manera semejante a como lo hizo T.J. Lin [2], que muestra una grafica (figura No. 12) en la cual se puede hacer un cálculo aproximado de los diámetros de glóbulos de cada una de las emulsiones en período de almacenamiento.

La utilidad de la figura No. 12, consiste en interpolar los valores obtenidos de viscosidad de las emulsiones manejadas con las variaciones respectivas en su proceso para obtener un tamaño de glóbulo aproximado.

La tabla No. 6, muestra los valores obtenidos de tamaño de glóbulo en función a las lecturas de viscosidad para el proceso de temperatura de emulsificación (T.E.) de la formulación No. 1.

Con lo que respecta al proceso de Baja Energía de Emulsificación (B.E.E.), las lecturas de viscosidad obtenidas se trataron de igual manera que en el proceso de diferentes temperaturas de emulsificación (T.E.) para obtener un tamaño de glóbulo aproximado, estos valores son presentados en la tabla No. 7.

En relación a la formulación No. 2, tenemos que: la emulsión -- ideal o la que tiende a ser estable puede mantener el mismo número y tamaño de glóbulo de la fase dispersa por unidad de volumen o peso de la fase continua.

Un proceso que puede ocurrir en una emulsión estable es la redistribución del tamaño de glóbulo de la fase dispersa por el proceso de agitación, lo que puede dar como resultado un aumento o disminución del tamaño de glóbulo de la fase dispersa.

Muchos de estos fenómenos pueden ocurrir por el proceso natural de almacenamiento como función del tiempo [6].

Para calcular el tamaño de glóbulo de la formulación No. 2 procedimos a interpolar los valores de viscosidad obtenidos en la figura No. 12, para que de esta manera obtener un tamaño de glóbulo aproximado.

La tabla No. 8 nos presenta el tamaño de glóbulo en función a las viscosidades obtenidas de la formulación No. 2 del proceso a diferentes temperaturas de emulsificación (T.E.).

Para el proceso de Baja Energía de Emulsificación (B.E.E.) las lecturas de viscosidad se trataron de igual manera que en el proceso de T.E. para obtener el tamaño de glóbulo aproximado res

pectivo, los cuales son presentados en la tabla No. 9.

Lo que respecta a la representación gráfica del tamaño del glóbulo en función a las viscosidades, podemos mencionar que:

La figura No. 11, representa gráficamente el diámetro en función del tiempo en la cual se observa que existe un aumento gradual - del tamaño del glóbulo conforme disminuye la temperatura de emulsificación, y un aumento muy marcado en los primeros días del período de almacenamiento.

Esta figura concuerda con la figura No. 7, pues es bueno recordar que ambas figuras dependen de la viscosidad, por lo tanto, es de suponer que si aumenta la viscosidad se verá aumentado el tamaño de glóbulo, el cual está en función a la variación de el proceso que se esté trabajando.

Mencionando lo anterior es de suponer que las figuras No. 12, 13 y 14 tengan el mismo comportamiento.

Al graficar el diámetro, lo que pretendemos es linealizar un poco las curvas y por consiguiente trabajar con valores poco menos variables, de esta manera podremos hablar de estabilidad en función a un tamaño determinado, lo que dará como resultado un mejor entendimiento.

Como ya mencionamos anteriormente estas consideraciones son únicamente evaluaciones cualitativas del comportamiento del tamaño - del glóbulo en función del tiempo, temperatura de emulsificación y por ciento de fase externa manejados.

Tanto para la formulación No. 1 como para la formulación No. 2 se puede apreciar que sólo existe variación en el tamaño del glóbulo en un principio para los dos procesos tanto el de T.E. como en el proceso de B.E.E., es decir, que aproximadamente a partir de 30 días el tamaño de glóbulo casi alcanza su estabilidad, esto para la formulación No. 1 y sin lugar a duda para la formulación No. 2, esto se ve claramente, pues en los posteriores días de almacenamiento ya no hay variación en el tamaño del glóbulo.

por lo tanto alcanza su estabilidad permanente.

De acuerdo a Reichmann y Peterson [35] al trabajar con emulsiones no acuosas, la viscosidad se ve disminuida con respecto al tiempo, en este caso la disminución en viscosidad está relacionada con un tamaño de gota grueso de la emulsión.

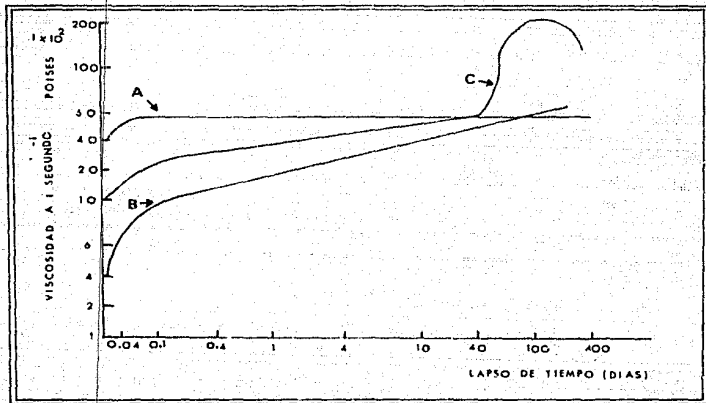


FIGURA No. 11

Curvas de emulsiones en periodo de almacenamiento donde:

- A. Representa una vino de anaqueil ideal
- B. una vino de anaqueil típico
- C. Una vino típico de almacenaje en frías

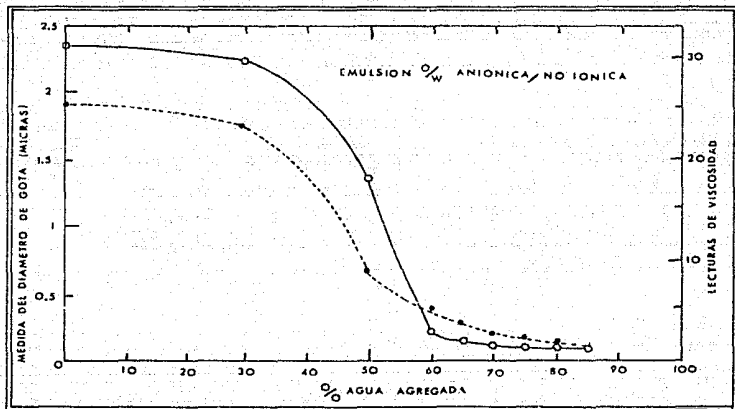


FIGURA No. 12

Gráfica mostrada por L.L.H., en la cual se puede hacer un cálculo aproximado de los diámetros de los glóbulos para cada viscosidad obtenida de las diferentes formulaciones.

U I S C O S I O A O E S									
Temperatura de estudio	20°C		65°C		70°C		85°C		55°C
	Fuerza de corte	μ (%)	Fuerza de corte	μ (%)	Fuerza de corte	μ (%)	Fuerza de corte	μ (%)	Fuerza de corte
Tiempo de almacenamiento	-	-	-	-	-	-	-	-	-
0	19	1.34	37	2.36	32	6.19	43	3.88	
15	37	2.73	69	4.51	62	4.96	64	4.83	
30	48	3.09	66	4.40	66	5.40	72	5.33	
45	50	3.71	64	5.11	69	5.76	78	5.78	
60	54	4.43	76	5.60	76	6.20	81	6.00	
75	65	6.03	76	5.46	76	6.45	77	5.57	
90	71	5.25	67	6.06	82	6.58	70	5.76	

TABLA NO. 2

Tamaño de glóbulo en función de las fuerzas de corte experimentales de la formulación No. 1, durante el período de almacenamiento --- llevado a cabo a 37°C.

V I S C O S I D A D E S						
% de fase externa	40 %		50 %		60 %	
	fuera de parte	A (%)	fuera de parte	B (%)	fuera de parte	C (%)
Tiempo de almacenamiento	-	-	-	-	-	-
0	30	2.23	46	3.44	46	3.44
15	60	4.45	50	3.71	60	4.45
30	65	4.81	73	5.44	66	5.05
45	72	5.33	79	5.85	69	5.10
60	72	5.33	79	5.85	69	5.10
75	74	5.46	79	5.85	69	5.10
90	81	5.91	79	5.85	75	5.55

TABLA No. 2

Valores de viscosidad y el número del nódulo para el proceso de baja energía de emulsificación (B.F.E.).

V I S C O S I T A T I V O

Temperatura de Hmofilia	20°C		65°C		80°C		95°C	
	Tiempo de corte	η (g)	Tiempo de corte	η (g)	Tiempo de corte	η (g)	Tiempo de corte	η (g)
Tiempo de al- macenamiento	-	-	-	-	-	-	-	-
0	32	2,43	32	2,43	34	2,52	34	2,53
15	29,5	2,33	26,5	1,97	26	2,08	26	2,00
30	27,5	2,08	24,5	1,93	25	1,86	25	1,86
45	27,5	2,08	24,5	1,93	25	1,86	25	1,86
60	27,5	2,08	24,5	1,93	25	1,86	25	1,86
75	27,5	2,08	24,5	1,93	25	1,86	25	1,86
90	27,5	2,08	24,5	1,93	25	1,86	25	1,86

TABLA No. R

Tamaño de glóbulo en función de los viscosímetros experimentales
de la formulación No. 2; e Interpolados en la figura No. 7.

V I S U O S I D A D E S						
% de fase esteroil	40 %		50 %		60 %	
	Fuerza de corte	β ($^{\circ}$)	Fuerza de corte	β ($^{\circ}$)	Fuerza de corte	β ($^{\circ}$)
Tiempo de al- mationamiento	-	-	-	-	-	-
0	36	2,63	36	2,63	33,5	2,60
15	27	2,03	29	2,16	29	2,16
30	26	1,93	29	2,16	29	2,16
45	26	1,93	29	2,16	29	2,16
60	26	1,93	30	2,23	28	2,08
75	26	1,93	30	2,23	28	2,08
90	26	1,93	30	2,23	28	2,08

TABLA No. 4

Valores del ángulo del núcleo para el proceso de baja energía de coalescencia (O.C.F.), formulados en la Figura No. 7.

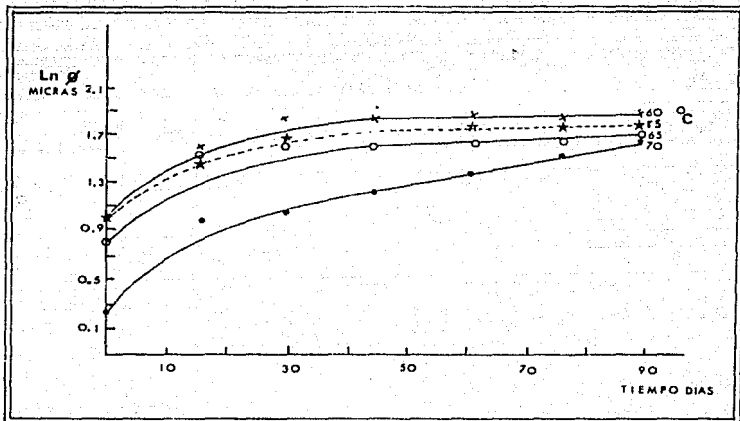


FIGURA No. 12

Influencia del tiempo y de la temperatura de emulsificación sobre el $\ln g$ del glóculo, de la formulación No. 1.

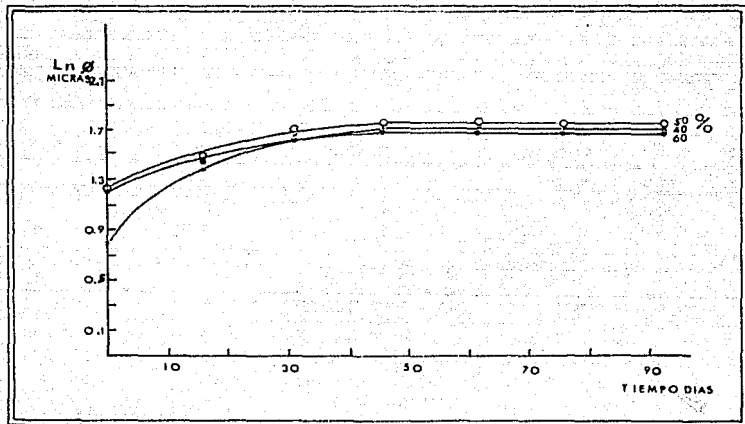


FIGURA No. 12

Influencia del tiempo y del porcentaje de fase externa, sobre el $\text{Ln } \phi$ del glóbulo, de la formulación No. 1.

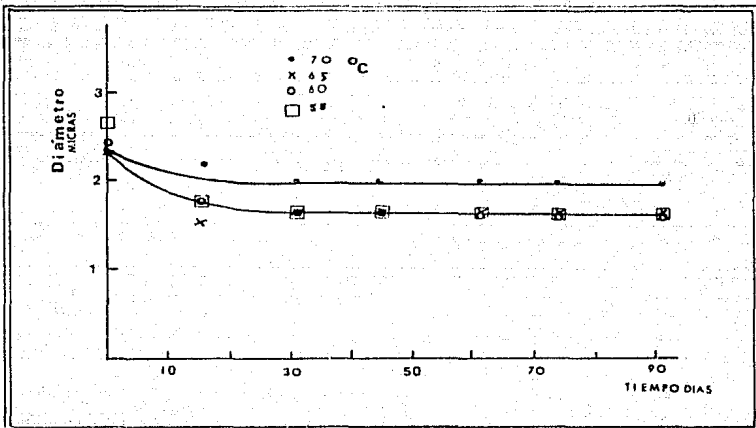


FIGURA No. 14.

Influencia del tiempo y de la temperatura de emulsificación sobre el diámetro del glóbulo de la formulación No. 2 .

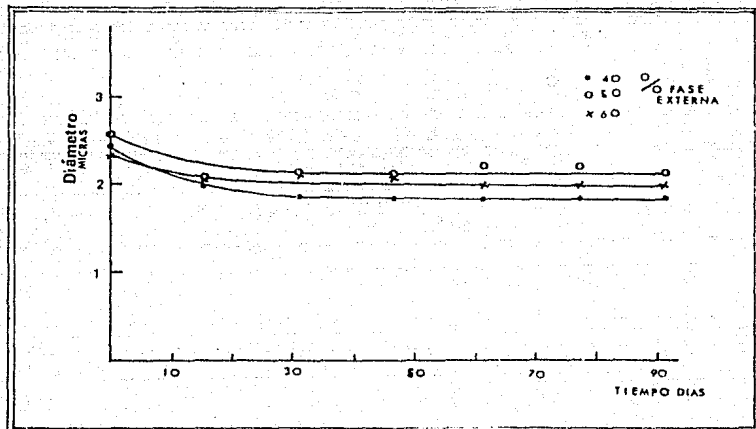


FIGURA No. 15

Influencia del tiempo y del porcentaje de fase externa sobre el tamaño del glóbulo, de la emulsión No. 2

7. ANALISIS DE RESULTADOS

Uno de los métodos de evaluación de la estabilidad de las emulsiones es la determinación de la medida del tamaño de la gota o del número de glóbulos formados de una determinada cantidad de aceite [4].

King y Mukherjee, muestran que el grado de disminución del área interfacial en una emulsión es razonablemente constante con el tiempo. [6]

Tomando en cuenta estos razonamientos podemos referirnos a las figuras No. 7 y 11, ambas dependen del tamaño de glóbulo formado de esta manera observamos que la gráfica correspondiente a la temperatura de emulsificación de 70°C mantiene un aumento constante del tamaño de glóbulo, lo que ocurre hasta la temperatura de 60°C, de manera semejante se comporta la emulsión elaborada a 55°C, pero como podemos observar existe un decaimiento a partir de los 40 días de almacenamiento, al respecto podríamos decir que la disminución de temperatura puede precipitar a los emulsificantes y por consiguiente provocar cambios en las características de la emulsión [4].

Sin embargo, no hay relación definitivamente clara entre la temperatura y los grados de cambio de los parámetros cuantificables utilizados para evaluar la estabilidad de las emulsiones.

Por otro lado, las figuras No. 8 y 12, se comportan de manera semejante a las ya mencionadas, pero es de esperar que no existan variaciones en sus características pues de esto depende el éxito del proceso.

Es decir, si no existen variaciones en la calidad de las emulsiones elaboradas por el proceso de T.E. y B.E.E. podríamos llegar a la conclusión halagadora de ambos procesos.

Como podemos observar existe un comportamiento semejante para

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

los porcentos de fase externa de 40 y 50 por ciento, para 60 por ciento pues de igual manera se observa claramente un decaimiento en la viscosidad.

El comportamiento plástico y tixotropía de determinadas emulsiones son alterados por efectos de la temperatura de emulsificación y por los diferentes grados de enfriamiento.

El enfriamiento lento minimiza las variaciones de inestabilidad de las emulsiones, se forman pequeñas gotas con una área interfacial bien definida, lo que da emulsiones estables [6]. En contraste a la observación previa y a la variación del proceso -- B.E.E., lo que nosotros llevamos a cabo es un rápido enfriamiento de la emulsión concentrada con el porcentaje de la fase externa determinado, lo que da como resultado un tamaño de glóbulo menos estable conforme aumenta el porcentaje de fase externa para el proceso de dilución.

Por consiguiente, podemos explicar de esta manera el comportamiento de la curva perteneciente al 60 por ciento de fase externa adicionado y es de suponer que si se hubiesen manejado mayores porcentos de fase externa estos resultados caerían por debajo de la curva del 60 por ciento.

Para poder explicar el comportamiento de las curvas de las figuras No. 9 y 13, fué necesario hacer referencia a la bibliografía. Se considera generalmente como verdadero que las emulsiones viscosas son más estables que una menos viscosa (fluidas) debido al retardo de la coalescencia.

En el caso específico de emulsificantes sólidos insolubles a bajas concentraciones, la viscosidad disminuye con agitación de la emulsión.

A altas concentraciones de estos emulsificantes, se nota un ligero incremento en la viscosidad. La explicación a este fenómeno es de que hay un rango inicial de hidratación de los sólidos utilizados en la formulación [6, 21, 30].

Un modelo más adecuado para explicar la reología de las emulsiones en sistemas no newtonianos, es la viscosidad de las emulsiones o/w con disminuciones subsecuentes en viscosidad hasta que un valor mínimo es alcanzado. Esto puede ser atribuido a la destrucción de agregados, pues existe un equilibrio de tamaño.

La formulación No. 2 es una emulsión o/w de tipo sólido, el comportamiento presentado en las figuras 9 y 13, denotan las características anteriormente mencionadas pues la viscosidad se observa aumentada en los primeros días de almacenamiento para alcanzar su estabilidad con un tamaño de glóbulo promedio a los 25 días de almacenamiento, de igual manera concuerda la explicación anterior con el comportamiento de las curvas pertenecientes a los 60 y 55°C de temperatura de emulsificación, donde mencionamos que las bajas temperaturas de emulsificación pueden precipitar a los emulsificantes y por consiguiente provocar cambios en las características de la emulsión. El comportamiento de las curvas a las temperaturas de 60 y 55°C dependen bastante del tipo de componentes utilizados en la formulación y el estado físico de la misma.

Con lo que respecta al proceso de Baja Energía de Emulsificación de la formulación No. 2, podemos observar en las figuras No. 10 y 14 que ocurre algo semejante a lo presentado por la formulación No. 1, pues la explicación dada es de que se llevó a cabo un rápido enfriamiento de la emulsión concentrada con el porcentaje de fase externa adicionado, lo que nos da como resultado un tamaño de glóbulo menos estable conforme aumenta el porcentaje de fase externa adicionado en el proceso de dilución.

8. CONCLUSIONES

1. De acuerdo a la bibliografía [5] se confirma que condiciones de prueba acelerada, como por ejemplo, altas temperaturas pueden ser no muy recomendadas debido al mecanismo básico de inestabilidad pues éstas son relativamente alteradas en comparación a la vida anaquel.
2. Con lo que respecta al proceso a diferentes temperaturas de emulsificación (T.E.) fué posible efectuarlas satisfactoriamente sólo hasta la T.E. de 60°C ya que a 55°C o menor temperatura de emulsificación se observó una lenta incorporación de los componentes de la formulación, lo que da como resultado una variación en el comportamiento del tamaño del glóbulo durante la vida de anaquel.
3. En las evaluaciones de pH, densidad, prueba de centrifuga, control microbiológico y análisis organoléptico, no se observaron cambios notables en estas propiedades.

4. Las ventajas que ofrecen ambos métodos en comparación con el tradicional, es que se puede obtener un ahorro substancial en el tiempo de proceso en la manufactura de las emulsiones - elaboradas por estos métodos, principalmente, si el granel a manufacturar es grande.

5. Una de las desventajas de estos métodos es de que no para todas las emulsiones funcionan adecuadamente, en el caso de la formulación -- No. 3 (emulsión aniónica w/o) la fase externa es aceite, y para el proceso de D.E.C. la dilución se llevaba a cabo con éste, de tal manera que el diámetro globular medio se ve --- afectado lo que da como resultado alteraciones en la estructura formada en la emulsión - concentrada.

B I B L I O G R A F I A .

- 1) T. J. LIN, Low-energy emulsification -I- principles and applications. "J. Soc. Cosmet. Chem.", 29, 117-125 (1978).
- 2) T. J. LIN, Low-energy emulsification -II- evaluation of emulsion -- quality. "J. Soc. Cosmet. Chem.", 29 745-756. (1978).
- 3) KOZO SHINDO, The correlation between the dissolution state of non-ionic surfactant and the type of dispersion stabilized with the surfactant. "J. of Colloid Interface Science", 26, 4-9 (1967).
- 4) Curso de actualización sobre tecnología farmacéutica (CMOB - IPQ (1984).
- 5) GEORGE ZOURAFI, Physical stability assessment of emulsions and related disperse system; G. Zourafi, professor of pharmaceutical school of Pharmacy University of Wisconsin-Madison (ref. 4).
- 6) EDWARD P. GARRETT, Stability of oil-in-water emulsions. "J. of Pharmaceutical Sciences", 54, 11 (1965).
- 7) BECKER PAUL, "Emulsions, theory and practice". Eitner Educational Publishing, Inc. EDITORIAL BLUME, primera edición española 1972 de la segunda edición americana.
- 8) ICI American Inc. (CARAMEX, S.A. de C.V.) El sistema OLB que guía -- que ahorra tiempo en la selección de emulsificantes. Wilmington, -- Delaware 1976.
- 9) LACHMAN, LEDN. The theory and practice of Industrial Pharmacy, ed. by L. Lachman, Hn. Lieberman and J.L. Boling, Philadelphia, Lea & Febiger, 1976 511 pp.
- 10) HELMAN JOSE, Farmacología Teórica y Práctica. C.F.C.S.A. CIA, Co. Continental, S.A. de C.V. México.
- 11) T. J. LIN, Ph. D., HARUKI KURIHARA, B.S., and HIDEAKI OHTA, B.S., Effects of phase inversion and surfactant location on the formation of o/w Emulsions. "J. Soc. Cosmet. Chem.", 24, 121-139 (1975).

- 13) S. MATSUMOTO and P. SHERMAN, A DIA technique for identifying the p-phase inversion temperature of O/W emulsions, "J. of Colloid and Interface Science", 33, 2 (1970).
- 14) C.P. PENNY, D.M. PEIRK and A.S. CHAIER, Emulsion stability - theoretical studies on simultaneous flocculation and creaming, "J. of Colloid and Interface Science", 82, 1 (1981).
- 15) W.S. HENNY and M.S. COLLIER, Emulsion stability - Experimental studies on simultaneous flocculation and creaming, "J. of Colloid and Interface Science", 82, 1 (1981).
- 16) D.F. BERGSTEIN, P.J. GIBBONI, and R.F. PH, Kinetics of flocculation under coexistence of dilute oil-in-water emulsions, "J. of Pharmaceutical Science", 60, 5 (1971).
- 17) Catalog of Atlas Products for the Marketing and Pharmaceutical - 2 Industries -10- 102, Capitolo 2 Atlas Surface Active Agents, Capitolo 3 for O/W Systems of emulsifying surfactants, pp 19-36.
- 18) Cold creams and cleansing products., ICI American Inc. 1976.
- 19) M. DOSTERBRÖCK and J. MELLEMA, Linear viscoelasticity of emulsions. -I- the effect of an interfacial film on the dynamic viscosity -- of nonultra emulsions, "J. of Colloid and Interface Science", 84, 1 (1981).
- 20) M. DOSTERBRÖCK, J. MELLEMA and J.S. LOPULISSA, Linear viscoelasticity of emulsions. -II- Measurements, of the linear viscoelastic behavior of emulsions in the kilohertz range, "J. of Colloid and Interface Science" 84, 1 (1981).
- 21) Remington's Pharmaceutical Sciences, capitolo 23 Particle phenomena, W.I. HIGUCHI, A.P. SIMONELLI, Fifteenth edition 1975 Ed. Mack Publishing Company Pennsylvania pp 360-349. Capitolo 22 Coarse - Dispersions, James Swarbrick, Reinselner, N.Y. pp 322-329.
- 22) P. SHERMAN, Changes in the rheological properties of emulsions -- on aging, and their dependence on the kinetics of globule coagulation. "J. Phys. Chem." 67, (1963).

- 22) HIROYUKI NISHI and MITSUYUKI KITAHARA, Stability and flocculation of oil droplets in oil-in-water emulsions., "J. of Pharmaceutical Sciences", 55, -- 1 (1966).
- 23) C. CHU and N. CARREERS, The effect of viscosity on the drop weight technique for the measurement of dynamic surface tension., "J. of Colloid and Interface Science" 99, 2 (1984).
- 24) G. BRADY, L. MANDICORN and G.A. WINKLER, The kinetics of coagulation of an emulsion., "Canadian J. of Chemistry", 31, 55-64 (1952).
- 25) I.-J. LIO, HARUKI HURIMURA and HIROAKI OHTA, Prediction of optimum o/w emulsification via sububilization measurements., "J. Soc. Cosmet. Chem." 28, 457-479 (1977).
- 26) J.T. BAYLES, The application of the Gibbs equation to charged micelles and their desorption from the oil-water interface., "Transactions of the Faraday Society" 48, 1052-1061 (1952).
- 27) R.P. ENEVER, Correlation of phase inversion temperature with kinetics of globule coalescence for emulsions stabilized by a polyoxyethylene alkyl ether., "J. of Pharmaceutical Sciences", 65, 517-520 (1976).
- 28) DEVRAJ RAMBHAU, D.S. PHADKE, and A.K. DORLE, Evaluation of o/w emulsion stability through zeta potential -I- "J.Soc.Cosmet.Chem.", 28, -- 183-196 (1977).
- 29) ROBERT D. VOLD and ROBERT C. GROGT, An ultracentrifugal method for the quantitative determination of emulsion stability., "J. of Physical Chemistry", 66, 1969-1975 (1962).
- 30) T. WALL and SONS, LTD., ACTON, LONDON W.3, England, Changes in the rheological properties of emulsions on aging, and their dependence on the kinetics of globule coagulation., "J.Phys.Chem.", 67, 2531-37 (1963).
- 31) I. ZAITZ JOEL, Effect of formulation additives on flocculation of dispersions stabilized by a non-ionic surfactant., "International J. of Pharmaceutics", 4, 83-86 (1979).

- 32) P. SHERMAN, Rheological changes in emulsions on aging. "J. of Colloid and Interface Science". 24, 107-114 (1967).
- 33) WOOD, J.R. and CATACALOS, G. "J. Soc. Cosmetic Chemists". 14, 147 (1963).
- 34) KEITH W. REICHMANN and ROBERT V. PETERSON, Temperature studies with nonaqueous emulsions. "J. of Pharmaceutical Sciences". 62, 1850-1856 (1973).
- 35) DELVIN J. REHFELD, The effects of initial surfactant concentration and emulsification time upon the particle size and distribution of benzene-in-water emulsions. "J. of Colloid and Interface Science" 24, 358-365 (1967).