

CONTRIBUCION EXPERIMENTAL AL ESTUDIO DE LA
DETERMINACION DE LA POTENCIA DE LOS EMULGENTES
DERIVADOS DEL SORBITAN. II.
ESTUDIO DE LAS VARIACIONES DE VELOCIDAD DURANTE EL
EMULSIONAMIENTO DE LAS FASES, ACUOSA Y LIPOFILA, SIN
ADICION DE EMULGENTES (*)

por

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ

34.—*Esqu*

del número de revoluciones por minuto (r.p.m.).

A.—*Agitador Probus*, con su varilla y placa rectangular.

B.—*Reostato* acoplado al agitador, con interruptor (I) de contacto, dos enchufes, uno que conecta con el suministro eléctrico y otro con el agitador, teniendo éste a su vez otro interruptor (e). Posee siete te resistencia (R) que condicionan siete velocidades distintas en el agitador.

C.—*Tacómetro manual HT 64/50*,

por el punto a, bien directamente o por algún otro procedimiento. Se ensayó el

unió al eje del agitador por a', mediante una varilla no rígida (especie de muelle) con lo que se conseguía determinar las r.

siciones para tres intervalos de velocidades (de 50 a 500 r.p.m., de 500 a 5.000 y de 5.000 a 50.000 r.p.m.) que se adaptan a la posición deseada mediante la palanca (b). Finalmente existe un botón (c) que al presionar pone en libertad la aguja indicadora

posición en que se encontraba.

(*) Véanse antecedentes bibliográficos en *Galénica Acta.* y la primera parte del trabajo en *Ars Pharm.*

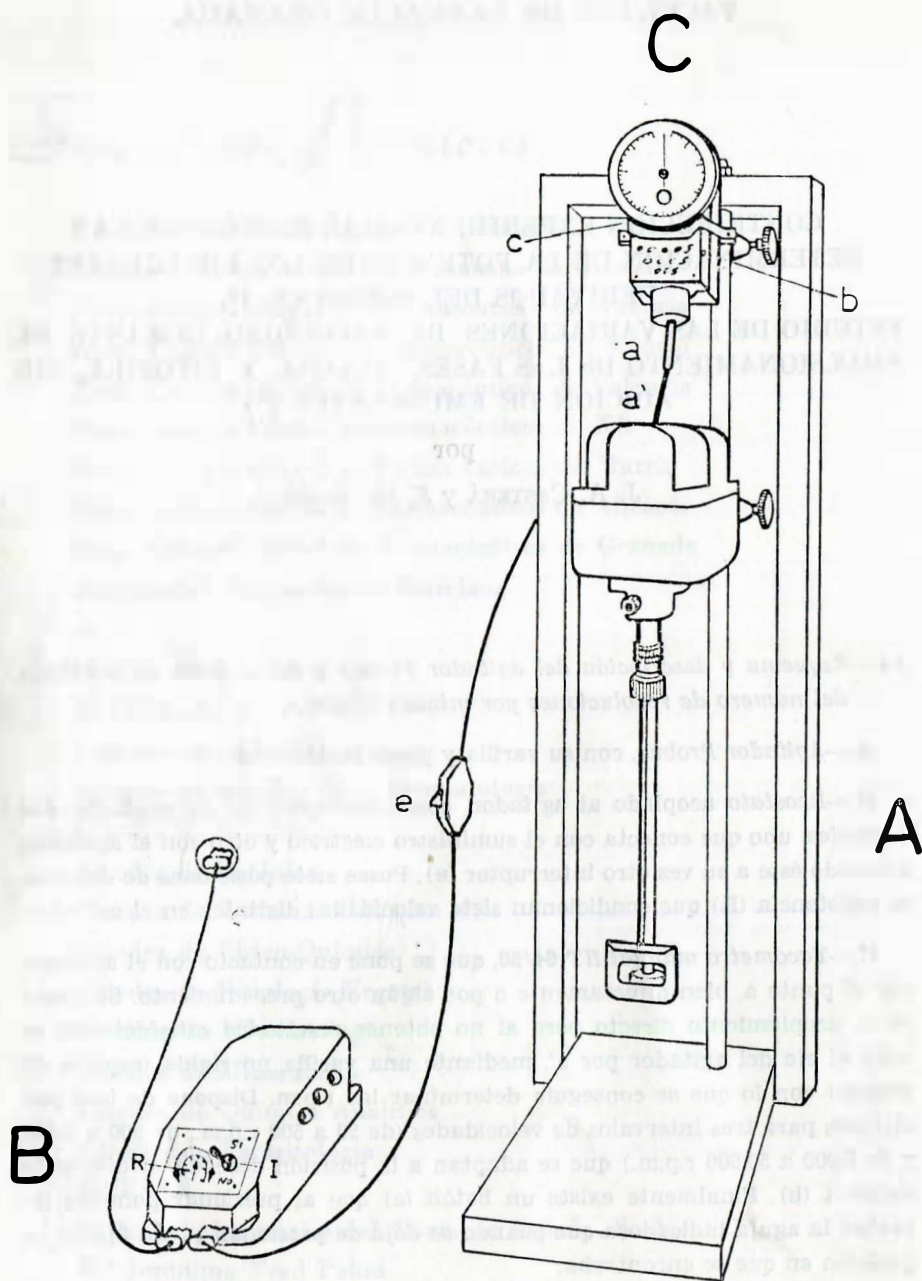


Fig. 11

3.4.—*Velocidades en el aire correspondientes a las distintas posiciones del agitador.*

Se ensayan las velocidades en el aire en r.p.m. correspondientes a las siete posiciones del agitador.

Se realiza el ensayo para observar la uniformidad del r.p.m. dentro de una misma posición del agitador agitando a cada posición durante 10 minutos, anotándose la velocidad en r.p.m. de minuto en minuto.

Después de los 10 minutos, sin intervalo de reposo, se pasa posición. En este momento y sin interrupción empieza el II ensayo, con la diferencia r se va descendiendo a la 6.^a, 5.^a... etc., hasta finalizar la experiencia con la 1.^a posición de partida. T

Observando los resultados del cuadro anterior, se ve que en las tres primeras posiciones del reostato, tanto en el 1.^o como en el 2.^o ensayo, las diferencias en r.p.m. entre el primer minuto de agi bastante ostensibles y oscilan alrededor de las 1.000 r.p.m. En la cuarta posición las diferencias ya son menores, alrededor de las 500 r.p.m. Y en las tres últimas posiciones no hay diferencias significativas en las r.p.m. tanto respecto al tiem

Comparando los dos ensayos, se diferencias que se mantiene en la 3.^a y 2.^a posición, para incrementarse de forma considerable en la 1.^a posición.

De todo ello, se puede deducir que para obtener velocidades relativamente uniformes, conviene que el agitador lleve varios minutos en funcionamiento y utilizar las tres últimas posiciones del reostato.

3.4.2.—*Ensayo de las velocidades en agua, aceite parafina líquida, en r.p.m., correspondientes a las 7 posiciones del agitador.*

Se utiliza un vaso de precipitados de 250 ml. de capacidad y se opera a temperatura ambiente de 20°C. mente después de 1 minuto de agitación, en cuatro volúmenes diferentes de líquido (100, 150, 200 y 350 de una posición a otra del reostato sin interrumpir la agitación.

En el cuadro de valores experimentales se ha trazado una línea con la que se quiere indicar que en todas las experiencias que se hallan por encima y a la derecha de la misma, se incorpora aire durante

I Ensayo		Velocidad en r.p.m.					
Tiempo en minutos	1.a	2.a	3.a	4.a	5.a	6.a	7.a
1	6.300	8.500	11.000	11.600	12.700	12.700	12.500
2	6.900	9.000	11.300	11.900	12.700	12.700	12.500
3	7.000	9.200	11.500	12.000	12.700	12.700	12.500
4	7.400	9.400	11.600	12.000	12.700	12.700	12.400
5	7.600	9.500	11.800	12.000	12.700	12.700	12.400
6	7.800	9.000	12.000	12.00	12.700	12.700	12.600
7	7.800	9.700	12.000	12.000	12.700	12.700	12.700
8	8.000	10.000	12.000	12.000	12.700	12.700	12.700
9	8.200	10.100	12.000	12.000	12.700	12.700	12.500
10	8.300	10.200	12.000	12.000	12.700	12.700	12.700

II Ensayo		Velocidad en r.p.m.					
Tiempo en minutos	1.a	2.a	3.a	4.a	5.a	6.a	7.a
1	9.000	8.500	10.500	1	11.400	12.000	12.600
2	9.30	9.200	11.500	12.100	12.100	12.300	12.500
3	9.300	9.400	11.600	12.200	12.200	12.400	12.200
4	9.400	9.600	11.700	12.200	12.400	12.500	12.200
5	9.400	10.000	11.800	12.200	12.500	12.500	12.400
6	9.500	10.100	11.700	12.200	12.700	12.400	12.200
7	9.700	10.200	11.800	12.200	12.600	12.400	12.200
8	9.800	10.400	11.800	12.200	12.700	12.500	12.200
9	10.000	10.400	11.700	12.200	12.700	12.600	12.300
10	9.800	10.600	11.700	12.200	12.700	12.400	12.500

Velocidad en r.p.m.

ml de líquido	1. ^a	2. ^a	3. ^a	4. ^a	5. ^a	6. ^a	7. ^a
AGUA							
100	4.800	7.750	8.400	9.400	10.000	11.000	12.200
150	4.300	5.500	6.300	7.800	8.500	9.400	11.000
200	4.400	5.500	6.300	7.100	8.000	8.800	10.800
250	4.300	4.880	6.300	7.100	7.850	se	sale
ACEITE							
100	3.700	4.320	5.000	6.500	7.500	8.400	10.200
150	2.600	3.070	3.000	6.000	6.800	8.100	10.000
200	2.350	2.850	3.400	4.080	6.500	8.000	9.400
250	2.350	2.800	3.450	4.140	6.500	8.000	9.500
PARAFINA LIQUIDA							
100	3.380	4.100	4.800	6.200	7.200	8.200	10.400
150	2.500	2.980	4.500	5.800	7.000	8.700	10.000
200	2.300	2.740	3.200	4.720	6.000	7.500	7.000
250	2.320	2.750	3.220	3.820	6.000	7.200	7.000

do esto en todos los ensayos realizados con 100 ml. de líquido debido a que el volumen no llega a cubrir la placa rectangular del agitador. Como consecuencia de ello el agitador va a más r. p. m. de las que debería ir, pues halla menos resist

Con 150 ml de líquido, toma aire en la cuarta posición cuando se opera con el agua y el aceite y en la tercera posición con la parafina líquida. Con 200 ml de líquido, toma aire en la quinta posición con el agua y el aceite, y en la cuarta con la parafina líquida. Con 250 ml, en agua se desborda y en la quinta el aceite y la parafina líquida toman aire.

Como es lógico, cada posición del reostato, son mayores las velocidades que incorpora aire.

3.4.3.—*Estudio del emulsionamiento de agua y aceite: Ensayos preliminares.*

Se utiliza el agitador Probus, colocando el reostato en la cuarta posición. Temperatura ambiente $22 \pm 1^\circ \text{C}$.

Se determina la máxima proporción de agua en aceite en que es posible obtener emulsión A/O, con estabilidad inicial y sin emulgentes.

Porcentaje de los componentes		Tiempo en formarse emulsión A/O	
Aceite	Agua	minutos	segundos
50	50	1	56
40	60	2	10
30	70	2	1
25	75	3	5
20	80	No se forma en 10 minutos	

La estabilidad decrece al disminuir el porcentaje de aceite.

3.4.4.—*Estudio del emulsionamiento de agua "conservas" y aceite.*

Se utiliza agua "conservas" obtenida por incorporación al agua desionizada de 0.18% de nipagin (metil-paraben) y 0.02% de nipasoraben). El peso total de los componentes utilizados es de 100 ensayo y de 150 g. en todos los demás.

Ensayo n.º 1.

Primera

r. p. m. en el aire (alrededor de)	8.000
r. p. m. en 100	7.000
r. p. m. en 100 ml. de aceite	3.925

Se utiliza vaso de precipitados de 250 ml.

Porcentaje de los
componentes

Aceite	Agua "con- servans"	
80	20	Formación instantánea de emulsión A/O. Velocidad: 4.000 r. p. m. Tiempo de agitación: 10 minutos (*). Aspecto de la emulsión: Grumoso. A los 10 minutos de reposo: No se s de forma definida. A los 12 minutos: Separación de agua.
70	30	Formación instantánea de emulsión A/O. Velocidad: Tiempo de agitación: 5 minutos. Aspecto de la emulsión: Más clara y uniforme que la anterior y de mayor viscosidad A los 6 minutos de reposo: Estrias y gotitas de aceite. A los 10 minutos: Prosigue el proceso de rotura. A las 3 horas: Se diferencian tres capas de color de aceite y blanco en los extremos y color intermedio en la capa media.
60	40	Formación de emulsión A/O a los 15 segundos de agita- ción. Velocidad: 4.200 r. p. m. Tiempo de agitación: 5 minutos (La velocidad oscila de 4.100 Aspecto de la emulsión: Similar a la anterior. A los 4 minutos de reposo: Puntos blancos en la masa y tenue capa supe A los 12 minutos: Des hace más patente la capa superficial blanquecina. A los 1 A los media y blanca.
50	50	Formación de emulsión al minuto de agitación. Tipo dudoso inclinándose por el O/A. Velocidad: 4.100 r. p. m. Tiempo de agitación: 5 minutos (La velocidad oscila de 4.100 a 4.250 r. p. m.). Aspecto de la emulsión: Fluido, menos estable que las anteriores. Al minuto de reposo: Dos capas, con aspecto de un conjunto de gotas de ac inferior (de menor grosor). A los 5 minutos: Separación total.
40	60	La formación de emulsión es dudosa, y en caso de for- marse es O/A. Velocidad: Oscila de 4.500 a 4.700 r. p. m. Tiempo de agitación: 5 minutos. Aspecto de la emulsión: Muy fluida e inestable. A los 30 segundos de reposo: Separación total.

(*) Aún cuando la primera experiencia se ha hecho con 10 minutos de agi-
tación, en
formación
tuar aquella.

40	60	Se repite el ensayo con la única diferencia de aumentar el tiempo de agitación a 10 minutos. Presenta el mismo aspecto. Al minuto de reposo: Separación total.
----	----	--

Observaciones:

La cantidad de 100 gramos de emulsión es insuficiente para cubrir la placa rectangular del agitador por lo que el número de r. p. m. es mayor que el que se obtendría con mayor cantidad; por otra parte existe el inconveniente de que incorpora aire. Para solventarlo los próximos ensayos han de efectuarse con 150 gramos de emulsión.

Las emulsiones con 50 y 60 % de agua conservans tienden a ser de tipo O/A y poseen menor estabilidad que las que contienen el 40% o menos de agua (60% como mínimo de aceite).

Ensayo n.º 1 bis.

Primera posición del reostato y 150 g. de emulsión.

Porcentaje de los
componentes

Aceite	Agua "conservans"	
80	20	Formación de emulsión A/O a los pocos segundos de agitación. Velocidad inicialmente 2.600 emulsión: 2.100 r. p. m. Tiempo de agi Aspecto de la emulsión: Como si se agitate sólo aceite. A los 6 minutos de reposo: No se observa separación alguna. A los 10 minutos: Se observa como una gran gota de aceite A las 24 horas: Está completamente separada y la parte acuosa es transparente.
70	30	Formación de emulsión A/O a los pocos segundos de agitación. Velocidad: Oscila de 3.100 a 3.300 r. p. m. Tiempo de agitación: 5 minutos. Aspecto de la emulsión: Como de aceite, de un tono más claro que la anterior. A los 2 minutos de reposo: No se observa ninguna separación. A los 4 minutos: Se observan gotas y líneas de aceite. A los 15 minutos: Se ha separado A las 24 horas: Se ha separado completamente, sin embargo la fase acuosa no es transparente.

60	40	Formación de emulsión de tipo dudoso, más bien O/A, al minuto de Velocidad: 3.600 r. p. m. Tiempo de agitación: 10 minutos. A los 6 minutos de reposo: Pequeña capa de aceite en la superficie y en el fondo cina. A los 11 minutos: Mayor separación de fase oleosa y acuosa.
----	----	--

*Ensayo n.º 2.**Segunda posición del reostato, 150 g. de emulsión.*

Velocidad en el aire: Aproximadamente 10.000 r. p. m.
 Velocidad en el agua (200 ml): Aproximadamente 4.800
 Velocidad

Porcentaje de los
 componentes

Aceite	Agua "con- servans"
--------	------------------------

80	20	Formación de emulsión A/O a los pocos segundos de agitación. Velocidad: Oscila de 2.400 a 2.600 r. p. m. Tiempo de agitación: 5 minutos Aspecto de la emulsión: Oleosa y uniforme. A los 11 minutos de reposo: No se observa separac de fases. A los 40 minutos: Tampoco se observa separación de fases. A la hora: Gota de agua en el fondo y franja de aceite en la superficie.
----	----	---

Debido a la poca diferencia de velocidad entre la primera posición del reostato y la segunda, no se realizan más ensayos de esta última y se pasan a los de la tercera posición.

*Ensayo n.º 3.**Tercera posición del reostato y 150 g. de emulsión.*

Velocidad en el aire: Alrededor de 10.800 r. p. m.
 Velocidad en el agua (200 ... 6.000
 Velocidad en el aceite (150 g). ... 3.500 r. p. m.

Porcentaje de los
 componentes

Aceite	Agua "con- servans"
--------	------------------------

70	30	Formación instantánea de emulsión A/O. Velocidad: 4.100 r. p. m. Tiempo de agitación: 5 minutos. Aspecto de la emulsión: Homogéneo, oleoso. A los 5 minutos de reposo: Estrias y gotas de aceite. A los 20 minutos: Se han agrandado las gotas de aceite La emulsión se ha roto.
----	----	--

- 60 40 Formación de emulsión A/O dudosa a de agitación.
Velocidad: 4.500 r. p. m.
Tiempo de agitación: 5 minutos.
Aspecto
A los 10 minutos de reposo: Gota gruesa de agua en el fondo.
A los 20 minutos: Aumenta de grosor la gota de agua mié aspecto.
- 50 50 Formación de emulsión O/A al minuto de agitación, en cuyo intervalo toma aire, aumentando de volumen y de r. p. m.
Velocidad: Inicialmente 4.600 r. p. m. y al formarse la emulsión 5.800 r. p. m.
Tiempo de agitación: 5 minutos (la velocidad ascila de 5.200 a 5.800 r. p. m.).
Aspecto
anteriores.
A los 5 minutos de reposo: Dos matices, la mitad inferior del tubo menos clara que la superior.
A las 12 horas: Separación completa de las fases.
- 40 60 Homogeneización instantánea pero sin formarse propiamente una emulsión
5 minutos de agitación aumentando la velocidad, el volumen y siendo O/A.
Velocidad: Inicialmente 5.000 r. p. m. y al formarse la emulsión 5.800 r. p. m.
Tiempo de agitación: 5 minutos después de formarse la emulsión.
Aspecto de la emulsión: Fluido, homogéneo claro.
Al minuto de reposo: Una capa superior de espuma.
A los 10 minutos: La espuma una capa de aceite en la parte superior y acuosa blanquecina en la inferior.
- 30 70 Homogeneización instantánea: Formación de emulsión O/A a los 4 minutos.
Velocidad: Inicialmente 5.100 r. p. m. y al formarse la emulsión 6.100 r. p. m.
Tiempo de agitación: 5 minutos después de formarse emulsión.
Aspecto de la emulsión: Muy fluida, blanquecina.
Al instante de dejarla en reposo: Espuma en la parte superior.
A los 2 minutos: Aparece en el fondo del tubo una capa acuosa lechosa.
- 20 80 Formación de emulsión O/A (con reservas) al minuto y medio de agitación.
Velocidad: Inicial 6.000 r. p. m. y al formarse
Tiempo de agitación: 4 minutos (hasta que empezó a rebozar por el matraz).
Aspecto de emulsión: Muy fluida y blanca.
Al instante de dejarla en reposo:
la parte superior y el resto emulsión que a su vez separa

Ensayo n.º 4.

Quinta posición de

Velocidad en el aire:	11.200 r. p. m.
Velocidad en el agua (150 ml):	8.500 r. p. m.
Velocidad en el aceite (150 ml):	6.800 r. p. m.

Se varía el tiempo de agitación a 10 minutos en total.

Porcentaje de los
componentes

Aceite	Agua "conservans"	
70	30	Formación de emulsión A/O a los 15 segundos de agitación. Velocidad: 6.500 r. p. m. Tiempo de agitación: 10 minutos. Aspecto A los 15 minutos de reposo: Permanece estable. A los 24 minutos: Gotas de aceite en la superficie y acuosas en el fondo.
60	40	Formación de emulsión de fase externa dudosa a los 15 segundos de agitación. Velocidad: Oscila de 6.700 a 7.200 r. p. m. Tiempo de agitación: 10 minutos. Aspecto de la emulsión: De un tono más claro que la anterior. A los 7 minutos de reposo: Se separan unas gotas de aceite y agua en la superficie y fondo respectivamente.
50	50	Formación de emulsión O/A y aumento de volumen a los 15 segundos de agitación. Velocidad: 7.800 r. p. m. Tiempo de agitación: 10 minutos. Aspecto de la emulsión: fluida, superficie. A los 5 minutos de reposo: Una capa de espuma y el resto permanece estable.
40	60	Formación de emulsión O/A con aumento de volumen a los 30 segundos d Velocidad: 7.700 r. p. m. Tiempo de agitación: 10 minutos. Aspecto de la emulsión: Fluida y con espuma.

La obtención de emulsiones de tipo O/A con 40 y 50% de aceite no era previsible por lo que se sospechó una posible
utilizados en la preparación del agua conservans (e
lico del hidroxibenzoico). Para comprobarlo se efectuó un ensayo paralelo
con agua potable y otro con agua desionizada, en ambos casos sin conser-
vador y una proporción del 40% de aceite.

Porcentaje de los
componentes

Aceite	Agua potable
--------	-----------------

40	60
----	----

Homogeneiz

Formación de emulsión A/O con pérdida de fluidez a los 10 minutos de agitación.

Velocidad: Inicialmente 8.300 r. p. m. y al obtenerse la emulsión 5.000 r. p. m.

Tiempo de agitación: 2 minutos después de obtenerse la emulsión.

Aspecto de la emulsión: Oleosa, muy inestable.

Al instante de dejarla en reposo: Separa fondo.

Porcentaje de los
componentes

Aceite	Agua sionizada
--------	-------------------

40	60
----	----

Homogeneización a los 30 segundos de agitación.

Formación de emulsión A/O con pérdida de fluidez a los 9 minutos de agitación.

Velocidad: De 8.000 r. p. m. iniciales desciende al obtener la emulsión a 5.400 r. p. m.

Agitación:

Aspecto: Oleoso poco fluida.

A los 14 minutos de reposo: Empieza la rotura.

Los dos ensayos efectuados con agua sin conservador, potable en un caso y desionizada en el otro, corroboran la influencia del conservador en el sentido de que tiende a fluidificarlas y a hacerlas de tipo O/A. Para confirmarle se prosigue efectuando ensayos con agua exenta de conservador.

3.4.5.—*Estudio del emulsionamiento de agua desionizada y aceite.*

Se preparan, en todos los casos, 1 de agitación es, de 10 minutos y la temperatura ambiente de 19° ± 1.

Ensayo n.º 1.

Primera posición del reostato.

Porcentaje de los
componentes

Aceite	Agua
--------	------

80	20
----	----

Homogeneización y formación de emulsión A/O al minuto de agitación.

Velocidad: 2.420 r. p. m.

Aspecto

A los 15 minutos de re

A los 25 minutos: Agua en el

70	30	<p>Homogeneización y formación de emulsión A/O al minuto de agitación. Velocidad: Inicialmente 3.000 r. p. m. y al formarse la emulsión 2.600 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa, uniforme. A los 10 minutos de reposo: Continúa estable. A los 15 minutos: Pequeñas gotas translúcidas en el fondo. A los 25 minutos:</p>
60	40	<p>No se llega a homogeneizar completamente ni a formarse emulsión. Velocidad: 3.200 r. p. m. Inmediatamente después de dejar de agitar, se separan las dos fases.</p>

Ensayo n.º 2.

Segunda posición del reostato.

Se empieza con el 70% de aceite por suponer que con mayor proporción se obtendría fácilmente emulsión al estar operando c mayor.

Porcentaje de los componentes

Aceite	Agua
--------	------

70	30	<p>a) Homogeneización y formación de emulsión A/O al minuto de agitación. V la emulsión 2.650 r. p. m. Al momento de dejarla en reposo aparece en el fondo una capa de aspecto blancuzco. b) Homogeneización y formación de emulsión A/O al minuto de agitación. Velocidad: 2.600 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa, A los 4 minutos de reposo: Continúa estable. A los A los 15 minutos: Continúa estable aunque se observan algunas gotas de agua en el seno de la emulsión. A los 30 minutos, se ven</p>
60	40	<p>No se llega a homogeneizar completamente ni a emulsionar después de 4 minutos de agitación. Velocidad: 4.250 Al dejar de agitar aparece en el fondo capa blanquecina. Prácticamente no se formó emulsión.</p>

Ensayo n.º 3.

Tercera posición del reostato.

Porcentaje de los componentes

Aceite	Agua
--------	------

70	30	<p>Homogeneización y formación de emulsión A/O al minuto de agitación.</p>
----	----	--

Velocidad: Inicialmente emulsión 2.880 r. p. m.
 Aspecto de la emulsión: Oleosa, uniforme.
 A los 10 minutos de reposo continúa estable.
 A los 15 minutos: Pequeñas gotas en el fondo.
 A los 30 minutos: Mayor número de gotas.
 A los 45 minutos: Dos capas bien definidas.

60	40	No se llega a homogeneizar completamente ni a formarse emulsión. Velocidad: 4.750 r. p. m. Inmediatamente después de dejar de agitarse separa en el fondo la porción acuosa.
----	----	--

Ensayo n.º 4.

Cuarta posición del reostato.

Porcentaje de los componentes

Aceite	Agua
--------	------

60	40	Homogeneización incompleta a los 30 segundos de agitación. Se inicia la formación de emulsión A/O a los 2 minutos de agitación, completándose Velocidad: Inicialmente 7.300 emulsión A/O 5.200 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa. Al dejar de agitar se observa alguna gota de aceite o agua, pero el resto permanece estable. A los 5 minutos de reposo: No ha habido variación. A los 10 minutos: Aparece una mayor tonalidad amarilla en la parte superior.
50	50	Homogeneización a los 15 segundos No se aprecia en ningún momento un cambio que nos indique la formación de la emulsión A/O. Velocidad: 7.200 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Muy fluida. Al momento de dejarla en reposo se separan dos capas.

Ensayo n.º 5.

Quinta posición del reostato.

Porcentaje de los componentes

Aceite	Agua
--------	------

60	40	Homog estable Formación de agitación. Velocidad: Inicialmente 8.000 r. p. m. y al formarse la emulsión 6.500 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa, uniforme. A los 20 minutos de reposo: Continúa estable. A los 25 minutos: Continúa estable. A los 30 minutos: Pequeña franja oleosa en la superficie y algunas gotas dispersas en la emulsión.
----	----	--

50	50	Homogeneización y formación de una emulsión A/O incompleta a los 30 segundos de emulsión. No a los 2 minutos. Velocidad: Inicialmente 8.600 r. p. m. y al formarse la emulsión 6.400 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa, con cierta viscosidad. A los 25 minutos de reposo: Continúa estable. A los 30 minutos: Aparecen el seno de la emulsión.
40	60	Homogeneización a los 30 segundos de agitación. Formación de emulsión A/O de forma clara a los 6 minutos de agitación. Velocidad: emulsión 6.400 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa, con mayor viscosidad que las anteriores. Al momento de detener el agitador, se ven algunas gotas de acei A los 6 minutos de reposo: Continúa de la misma forma. A los 9 minutos: Toda la emulsión está llena de gotas. A los 19 minutos: Emulsión rota.
30	70	Homogeneización a los 30 segundos de agitación. Formación de emulsión A/O a los 4 minutos de agitación. Velocidad: emulsión 6.500 Aspecto de la emulsión: Oleosa. A los 2 minutos de reposo: va aumentando en espesor. A los 5 minutos: La emulsión se ha roto.
20	80	Homog mó emulsión. Velocidad: 9.000 r. p. m. Al dejar de agitar se separan las dos fases.

*Ensayo n.º 6.**Sexta posición del reostato.*

Porcentaje de los componentes

Aceite	Agua	
50	50	Homogeneización a los 15 segundos de agitación. Formación de emulsión A/O a los 2 minutos 30 segundos de agitación. Velocidad: Inicialmente 9.900 r. p. m., al formarse la emulsión 8.000 r. p. m. y después de formarse 8.700 r. Aspecto A los 15, 25,
40	60	Homogeneización a los 15 segundos de agitación. Formación de emulsión pero sin verse muy bien. Velocidad: Inicialmente 10.250 r. p. m., al formarse la emulsión 9 11.0 Aspecto de la emulsión: Más fluida que la anterior. A los 5 minutos de reposo: Permanece estable.

		A los 7 minutos: Aparec del tubo, con abundantes y pequeñas gotas en toda la masa de la emulsión.
30	70	Homogeneización a los 20 segundos de agitación. For- mac nutos de agitación. Velocidad: Inicialmente 11.000 la emulsión 10.000 r. p. m. Al minuto de reposo: Agua en el fondo.
20	80	Homogeneización a los 30 segundos de agitación. For- mación de emulsión A/O a los 6 minutos de agita- ción aunque con muchas reservas. Velocidad: 11.000 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Con bastante viscosidad. Al dejar de agitar aparece
10	90	Homogeneización a los 30 segundos de agitación. No se formó emulsión. Velocidad: 10.600 r. p. m. Al dejar de ag

*Ensayo n.º 7.**Séptima posición del reostato.*

Porcentaje de los
c . . .

Aceite	Agua	
40	60	Homogeneización a los 30 segundos de agitación. For- mación de emulsión A/O al minuto de agitación. Velocidad: Inicialmente 11.500 emulsión 11.000 r. p. m. y después de formarse 12.000 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleosa, viscosa. A los 6 minutos de reposo: Gotas en la parte inferior.
30	70	Homogeneización a los 15 segundos de agitación. For- mación de emulsión A/O al minuto de agitación. Velocidad: Inicialmente 12.000 r. p. m., al formarse la emulsión 11.000 r. p. m. y después de formada 12.000 r. p. m. Aspecto de la emulsión: Oleos Al minuto de reposo: Gotas de agua en el fondo. A los 3 minutos: Franja de agua en el fondo.
20	80	Homogeneización a los 15 segundos de agitación For- mación de emulsión A/O, con muchas reservas, al minuto y 30 segundos de agitaci Velocidad: 12.000 r. p. m. Al momento de detener el agitador aparece en el fondo un poco de agua.
10	90	Homogeneización a los 15 segundos de agitación. No parece que se consiga formar emulsión. Velocidad: 12.300 r. p. m. Al dejar de agitar se separan dos capas, acuosa y oleosa.

VELOCIDADES	% DE ACEITE							
	80	70	60	50	40	30	20	10
1 ^a	2.420 2.420 2.420	3.000 2.600 2.600	3.200 — —					
2 ^a		3.500 2.650 2.650	4.250 — —					
3 ^a		3.700 2.880 2.880	4.750 — —					
4 ^a			7.300 5.200 5.200	7.200 — —				
5 ^a			8.000 6.500 6.500	8.600 6.400 6.400	8.600 6.400 6.400	8.800 6.500 6.500	9.000 — —	
6 ^a				9.900 8.000 8.700	10.250 9.800 11.000	11.000 10.000 10.000	11.000 — —	10.600 — —
7 ^a					11.500 11.000 12.000	12.400 11.000 12.000	12.000 — —	12.300 — —

Fig. 12

Velocidades medias en r. p. m. en las diferentes emulsiones, antes de formarse, en el momento de formarse y después de formarse la emulsión.

3.4.5.1.—Discusión de los

En la figura 12 prime

v
y agua desionizada antes de formarse emulsión, en el momento de formarse y después de su formación. Se señala con rayado el lugar que corresponde a emulsiones no ensayadas por presuponerse su total estabilidad por la proporción de los componentes y velocidad utilizada en la agi se indica con línea de trazo la separación entre las emulsiones estables y las que no consiguen formarse.

VELOCIDADES	% DE ACEITE							
	80	70	60	50	40	30	20	10
1 ^a	x, 15	x, 10						
2 ^a		x, 10						
3 ^a		x, 10						
4 ^a			x, 5					
5 ^a			x, 25	x, 25	x, 5	x, 1		
6 ^a				x, 60	x, 5	x, -	—	
7 ^a					x, 5	x, -	—	

Fig. 13

Pare aceite de oliva y agua desionizada sin conservador (150 g de emulsión) obtenida en vaso de precipitados de 250 ml de capacidad.

La x indica que se formó emulsión. Los números colocados junto a la x, indican tiempo mínimo de estabilidad en minutos.

La figura 13 es similar a la primera con la sola diferencia de reemplazarse las indicaciones de velocidades tiempo mínimo de estabilidad en minutos.

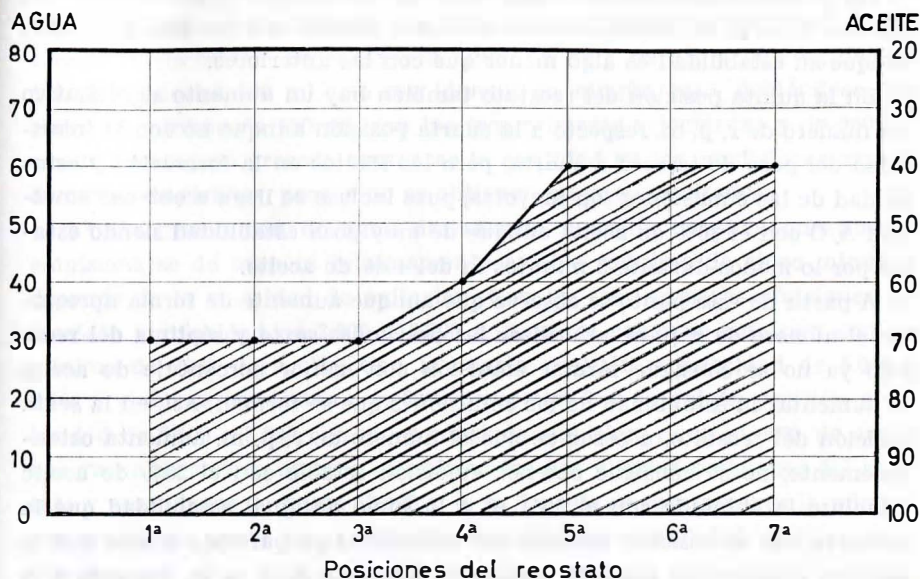


Fig. 14

Proporciones de agua y aceite de oliva en que se forma emulsión estable, como mínimo durante 5 minutos, a diferentes velocidades de agitación.

La figura 14 indica las proporciones de los componentes, agua desionizada y aceite, que conducen a emulsión estable durante un tiempo mínimo de cinco minutos para cada velocidad de agitación (correspondiente a cada posición del reostato). Son estables las posiciones que se hallan por debajo de la línea continua (zona rayada) e inestables las que se hallan por encima.

Observando los resultados reflejados en las figuras se llega a la conclusión lógica de que el incremento en la estabilidad de las emulsiones A/O formadas con agua desionizada y aceite y se consigue obtener emulsión incluso con mayor porcentaje de agua que de aceite.

En la figura 12 se observa que en las tres primeras posiciones del reostato y para un 70% de aceite el número de r. p. m. es muy similar y el tiempo de estabilidad de las emulsiones formadas idéntico (cuadro segundos) así como el porce

En la cuarta posición del reostato se aprecia una gran diferencia en el número de r. p. m. consiguiéndose emulsión estable con un 60% de aceite, aunque su estabilidad es algo menor que con las anteriores.

En la quinta posición del reostato también hay un aumento significativo del número de r. p. m. respecto a la cuarta posición aunque no con la intensidad del paso de tercera a cuarta, pero los efectos en la formación y estabilidad de las emulsiones son mayores, pues incluso se llega a obtener emulsión A/O con el 30% de aceite aunque de muy poca estabilidad siendo estable por lo menos durante 5 minutos la del 40% de aceite.

A partir de este punto se observa que aunque aumente de forma apreciable el número de r. p. m. al utilizar las posiciones sexta y séptima del reostato ya no se consigue formar emulsión con menor porcentaje de aceite ni aumentar la estabilidad de las emulsiones que se forman. Así, en la sexta posición del reostato, a pesar de que el número de r. p. m. aumenta ostensiblemente, no se consigue obtener emulsión estable con el 20% de aceite e incluso la obtenida con el 30% es a lo sumo de igual estabilidad que la obtenida con la posición anterior del reostato. Algo parecido ocurre con la séptima posición del reostato, aunque el aumento de r. p. m. respecto a la sexta ya no es muy acusado.

Concluyendo, se puede afirmar que el número de r. p. m. influye notablemente en la formación y estabilidad de la emulsión A/O obtenida con agua desionizada y aceite, hasta alcanzar un porcentaje mínimo de aceite del 30% en el que se consigue obtener emulsión estable aunque de estabilidad inferior al minuto, incluso aumentando de 6.500 a 11.000 el número de r. p. m.; con menores porcentajes ya no se consigue obtener emulsión ni utilizando 12.000 r. p. m.

CONCLUSIONES

1.^a—Previo al estudio de la determinación de la potencia de emulgentes por el método de Oliver y Suñé, se procedió a la normalización del sistema de agitación para determinar la velocidad en cada momento. Ante la imposibilidad de encontrar en el mercado un agitador provisto de dispositivo cuenta-revoluciones acoplado, hubo que montarlo acoplado a un Agitador PROBUS con reostato de siete posiciones, un tacómetro manual con tres escalas desde 50 a 50.000 r. p. m. La normalización se efectuó en las siete posiciones del reostato frente a:

a) Tiempo. Se demostró el aumento de la velocidad del agitador con el tiempo de funcionamiento en las posiciones iniciales del reostato es decir, las menos veloces.

b) Cantidad de líquido. Se ensayó desde 100 a 250 ml. estudiando en cada caso la incorporación de aire que influye aumentando la velocidad al disminuir la viscosidad. Se ensayaron agua, aceite y parafina líquida, demostrándose que los 100 ml. no son idóneos en ningún caso, debiéndose emplear un mínimo de 150 ml. con las tres primeras velocidades y de 200 ml. con la cuarta; no procede aumentar la cantidad en las condiciones experimentales empleadas, porque no se obtienen mejores resultados.

2.^a—La proporción de agua desionizada y aceite de oliva que pueden emulsionarse de manera relativamente estable (mínimo de cinco minutos) depende de la velocidad de agitación. Con las tres primeras posiciones del reostato y velocidad de 2.600 a 3.700 r. p. m. se consigue emulsión con un mínimo de 70% de aceite. Con la cuarta posición y velocidad de 5.000 a 7.300 r. p. m. se emulsiona con 60% de aceite. Con la quinta posición y velocidad de 6.500 a 8.800 r. p. m. se consigue emulsionar con el 40% de aceite que ya no se mejora aunque se utilicen las dos últimas posiciones del reostato y velocidades de hasta 12.400 r. p. m. De ello se concluye que la mínima proporción de aceite que puede dar emulsión de estabilidad mínima cinco minutos, con agua en las condiciones experimentales es la del 40%. Todas las emulsiones resultan ácuo-oleosas (A/O).

3.^a—La utilización de "Agua conservans" (0,18% de metil-paraben y 0,02% de propil-paraben) tuvo que desecharse por demostrarse influencia del conservador en el sentido de tendencia a fluidificación de la emulsión y a hacerla oleoacuosa.