

CONTRIBUCION EXPERIMENTAL AL ESTUDIO DE LA
DETERMINACION DE LA POTENCIA DE LOS EMULGENTES
DERIVADOS DEL SORBITAN.

III. ESTUDIO DEL EMULSIONAMIENTO ACEITE-AGUA CON
EMULGENTES SIMPLES Y EN MEZCLAS Y DIFERENTES
TECNICAS (*)

por

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ

3.4.6.—*Estudio del emulsionamiento aceite-agua (aa) con diferentes emulgentes y técnicas.*

3.4.6.1.—*Ensayos con un sólo emulgente.*

3.4.6.1.1.—*Técnicas empleadas.*

Se utilizan en todos los casos cantidades iguales de agua y aceite, y emulgente en proporción del 5, 10 y 15% para completar un total de emulsión de 150 gramos.

Se elabora una emulsión previa por agitación manual en mortero y pistilo y se completa con agitación mecánica con el agitador Probus (tercera posición del reostato) en vaso de precipitados de 250 mililitros.

La fase externa se determina por los siguientes métodos:
Dilución en agua.

Técnica de los colorantes (Azul de metileno y Sudán III).
Conductimetría (Typomat).

(*) Véanse antecedentes bibliográficos y las dos primeras partes del trabajo en:

J. M.^a SUÑÉ y J. A. CASTERÁ: Galénica Acta.

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ: Ars. Pharm.

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ: Ars. Pharm.

Método I. Disolución o interposición del emulgente en la fase acuosa.

Se toma todo el emulgente, se añade a tres veces su peso de agua y se agita en mortero hasta disolución o interposición. A continuación se adiciona una cantidad de aceite igual a dos veces el peso de emulgente y se agita vigorosamente con el pistilo durante 3 minutos. A partir de este momento se va añadiendo alternativamente el resto de aceite y agua sin dejar de agitar, en un tiempo máximo de 15 minutos. Seguidamente, se comprueba fase y estabilidad de la emulsión, se pasa a un vaso de precipitados de 250 ml y se agita durante 5 minutos con el Agitador Probus en la posición tercera del reostato.

la emulsión formada.

Método II. Disolución o interposición del emulgente en la fase oleosa.

Se toma todo el emulgente y se añade a cuatro veces su peso de aceite, agitando hasta disolución o interposición. A la mezcla se le añade una cantidad de agua igual a dos veces el peso del emulgente y se agita durante 3 minutos con pistilo en mortero. Seguidamente se adicionan alternativamente el resto de agua y aceite hasta agotarlos, sin dejar de agitar y sin que el tiempo de incorporación exceda de 15 minutos. Se prosigue como en el método I.

*3.4.6.1.2.—Ensayos con Tween.***TWEEN 20***a) 5% de emulgente.**Método I.*

Se mezclan 7,5 g de Tween 20 y 22,5 g de agua: Se disuelve muy bien al emulgente en el agua. Después de añadir la parte de aceite y el resto de aceite y agua y de agitar manualmente se obtiene una emulsión O/A que al principio, es decir, antes de añadir todo el aceite y agua, era más consistente y finalmente se fluidifica.

Por agitación mecánica durante 5 minutos (tercera posición del reostato: 3.000 a 4.500 r. p. m.), se mantiene la emulsión O/A estable.

A las 2 horas de reposo se observa una pequeña separación.

Método II.

Se mezclan 7,5 g de Tween 20 y 30 g de aceite: Se interpone bien. Según la técnica ya descrita se obtiene en la primera interposición una emulsión O/A (menos fluida que la anterior) que al terminar de añadir los dos líquidos continua siendo O/A pero más fluida. Por agitación durante 5 minutos se mantiene la emulsión O/A que, a las pocas horas, empieza a separarse.

Después de 24 horas de reposo, aunque ambas emulsiones se han separado, la obtenida con el método II presenta una separación de fases menos nítida.

b) 10% de emulgente

Método I

Se disuelve bien en el agua.

La emulsión obtenida es O/A tanto en el mortero como por agitación mecánica (tercera posición del reostato: 4.300 a 4.500 r. p. m.).

Después de 1 hora de reposo permanece estable.

Método II

Se interpone bien.

Se obtiene en la primera interposición emulsión O/A que, al terminar la adición de la totalidad de los componentes continúa siendo O/A y parece de mejor aspecto que la anterior.

También continúa siendo O/A después de efectuar la agitación mecánica durante 5 minutos.

A las 11 horas de reposo, se separa en ambos casos una capa en el fondo bien nítida; el resto continúa siendo emulsión.

c) 15% de emulgente.

Método I.

En este caso, como tres veces el peso de emulgente es más que toda el agua a añadir, sólo se añade el total del agua. Se disuelve bien en el agua.

Se obtiene tanto con el mortero como con el agitador, emulsión O/A, que después de 5 horas de reposo continúa estable.

Método II.

Ocurre lo mismo que en el Método I respecto al agua pero con el aceite; por tanto se añade todo el aceite al emulgente.

Se obtiene tanto en el mortero como con el agitador, emulsión O/A.

Con el tiempo se separa en la parte inferior de ambas emulsiones una porción, que debe ser emulgente.

TWEEN 40

a) *5% de emulgente*

Método I

Con el agua no se llegó a disolver, sino sólo a interponer. Se obtiene con el mortero y agitador, emulsión O/A.

A las 2 horas de reposo, ya se ha separado una capa en el fondo.

Método II

Se interpone bien.

Con el mortero, se obtiene una emulsión O/A muy inestable. Con el agitador (4.000 a 4.100 r. p. m.) se consigue mayor estabilidad.

A las 2 horas, ya se ha separado una capa, pero menos patente que en la obtenida con el método anterior.

b) *10% de emulgente.*

Método I

Interposición de aspecto lechoso con el agua.

Se obtiene tanto con el mortero como con el agitador, emulsión O/A. A la hora de reposo ya se observa separación en el fondo.

Método II

Se obtiene tanto con el mortero como con el agitador emulsión de buen aspecto O/A.

Parece ser de mayor estabilidad que la anterior.

A las 12 horas se ha separado una capa en el fondo de color aceite claro que se diferencia de la separada con el método I, que parece agua.

c) *15% de emulgente.*

Método I

Se obtiene emulsión O/A tanto en mortero como con agitador (3.250 a 3.300 r. p. m.).

Método II

Se obtiene emulsión O/A tanto con el mortero como con el agitador (4.000 a 4.200 r. p. m.); con mortero presenta mejor aspecto que la anterior.

A las 48 horas, se ha separado una capa en el fondo, que parece ser de emulgente por el color que presenta.

TWEEN 60

a) *5% de emulgente.*

Método I

Con el agua cuesta bastante disolver presentando más bien aspecto de interposición.

Al principio con el mortero se consigue formar una emulsión O/A, pero al añadir todo el agua y aceite se perciben pequeñas gotas de aceite en la superficie. Con el agitador (4.100 r. p. m.) se obtiene emulsión O/A.

Método II

También cuesta interponerlo en el aceite.

Con el mortero no se logra hacer desaparecer las gotitas de aceite que se observan en la superficie, es decir, ocurre como antes, prácticamente no se forma emulsión. Con el agitador (4.100 r. p. m.) a los 5 minutos se obtiene emulsión O/A.

A las 6 horas de reposo, se nota un poco de separación en el fondo, no obstante, siempre, en todas estas emulsiones queda una porción de la misma sin separarse.

b) *10% de emulgente.*

Método I

Con el mortero se obtiene una emulsión muy inestable; con el agitador (3.600 a 4.000 r. p. m.) se obtiene emulsión O/A. A las 24 horas se observa ya una capa en el fondo.

Método II

Con el mortero se obtiene emulsión O/A bastante estable. Con el agitador, durante 5 minutos (3.000 r. p. m.) continúa siendo O/A y estable.

A las 12 horas de reposo se separa una capa en el fondo; parece emulgente.

c) *15% de emulgente.*

Método I

Con el mortero se obtiene una emulsión O/A poco estable. Con el agitador (durante 5 minutos) se obtiene una emulsión O/A más estable.

Método II

Se interpone muy bien el emulgente en el aceite.

Se forma emulsión O/A tanto con el mortero como con el agitador (4.100 a 4.200 r. p. m.), bastante estable.

TWEEN 80

a) 5% de emulgente

Método I

Tarda bastante en disolverse en el agua.

Con el mortero no se obtiene emulsión debido a su inestabilidad. Con el agitador (5 minutos) se obtiene una emulsión O/A bastante estable.

A las 12 horas de reposo, la espuma que se había formado ha desaparecido, y se ha separado la emulsión en dos capas una blanquecina en el fondo y la otra en la superficie de color de aceite.

Método II

Se interpone y homogeneiza más fácilmente que en el método I en disolverse.

Con el mortero no se consigue obtener emulsión, siempre quedan gotitas de aceite en la superficie. Con el agitador, se obtiene emulsión O/A fácilmente.

A las 12 horas de reposo se observan dos zonas, blanquecina y amarillenta.

b) 10% de emulgente.

Método I

Tarda bastante en disolverse en el agua.

Con el mortero se obtiene una emulsión O/A de poca estabilidad. Con el agitador se obtiene más estable.

A las 12 horas de reposo ha habido separación clarísima de tres capas: inferior (agua), intermedia (emulsión), superior (oleosa).

Método II

Se homogeneiza bien el emulgente en el aceite.

Al añadir la primera porción de aceite (60 g) y agua (30

g) se obtiene una emulsión algo consistente y de fase A/O, que se va invirtiendo y fluidificando al ir añadiendo el resto de los componentes, terminando en O/A relativamente estable. Con el agitador se mantiene la emulsión O/A.

c) 15% de emulgente.

Método I

Se obtiene tanto con el mortero como con el agitador, emulsión O/A.

A las 12 horas de reposo se observa en el fondo una pequeña zona separada.

Método II

Al añadir las primeras porciones de aceite (63,75 g) y agua (32 g), es decir, el 50% de agua respecto a aceite, al minuto de agitar con el mortero se obtiene una pomada de bastante consistencia, cuya fase, determinada con el Typomat, por colorantes y por dilución, fue O/A. Al incorporar el resto de agua la pomada va perdiendo su consistencia, fluidificándose, pero de fase O/A.

Con el agitador presenta el mismo aspecto fluido y la misma fase externa.

A las 12 y 24 horas de reposo, continúa estable.

A las 60 horas se ha separado una pequeña porción.

RESUMEN DE LAS EXPERIENCIAS (*)

	Método	Mortero	Agitador Probus	
TWEEN 20	a) 5% I	O/A	O/A—(1)	
	II	O/A	O/A—(2)	
	b) 10% I	O/A	O/A	} (3)
	II	O/A	O/A	
	c) 15% I	O/A	O/A	} (4)
	II	O/A	O/A	
TWEEN 40	a) 5% I	O/A	O/A	} (5)
	II	O/A	O/A	
	b) 10% I	O/A	O/A	
	II	O/A	O/A	
	c) 15% I	O/A	O/A	
	II	O/A	O/A	

TWEEN 60	a) 5%	I	O/A—No	O/A	} (6)
		II	O/A—No	O/A	
	b) 10%	I	O/A—algo	O/A	
		II	O/A	O/A	
	c) 15%	I	O/A	O/A	
		II	O/A	O/A	
TWEEN 80	a) 5%	I	No	O/A	} (7)
		II	Algo	O/A	
	b) 10%	I	Algo	O/A	
		II	A/O—O/A	O/A	
	c) 15%	I	O/A	O/A	
		II	O/A	O/A	

(*) En los casos en que aparecen dos resultados, se quiere indicar que al principio de la agitación y antes de incorporar el total de las fases se forma lo que se indica en primer lugar y posteriormente al añadir todos los componentes se forma lo siguiente:

- (1) El Tween 20 es líquido; se obtiene emulsión muy fluida, con espuma.
- (2) Al principio en el mortero parece que la emulsión sea menos fluida pero luego se fluidifica igual que la anterior. Se empiezan a separar ambas a las pocas horas. Después de 15 días de reposo se observan dos capas, la capa inferior de la primera emulsión tiene el aspecto de agua algo turbia, y la de la segunda emulsión amarillo claro. La parte superior en ambas, continúa siendo una emulsión, aunque en la superficie se ha separado una gota de aceite.
- (3) Se puede decir lo mismo que la anterior añadiendo que las capas inferiores son aquí más claras.
- (4) Lo mismo que las anteriores, excepto que las capas inferiores son un poco menores, transparentes y las dos presentan el mismo color (amarillo). El resto de la emulsión parece también más estable.
- (5) El Tween 40, pastoso, se interpone en el agua, no se disuelve; todo lo demás es similar al Tween 20, con la diferencia de que las capas de separación en el fondo son menos turbias que las anteriores. Con el 5% de Tween 40 y el método I es transparente. Con el 10% las dos son transparentes, y con el 15% con el método II queda turbio.
- (6) El Tween 60 es más pastoso que el anterior y cuesta más de interponer. Con el 5% y método I, se observa un sedimento en el fondo (debe ser Tween 60), luego una capa translúcida y después la emulsión (10 días de reposo). En los demás porcentajes igual que en el Tween 40, con la diferencia de que el último tubo también es transparente pero la capa inferior más amarillenta.
- (7) El Tween 80, también cuesta de disolver en el agua (30 días de reposo). Ninguna capa inferior es transparente, excepto en el método I del 15% de emulgente; las demás, más turbias que con el Tween 20. La parte superior más estable con las del 15% de emulgente.

Discusión de los resultados.

Todos los ensayos efectuados con Tween cualquiera que fuera la proporción utilizada dieron lugar siempre, con el agitador, a emulsión O/A. Utilizando el mortero y agitación manual también en la mayoría de los casos se obtuvo emulsión O/A, aunque menos estable, mientras que en otros como con el Tween 60 al 5% por los dos métodos y con el Tween 80 al 5% por el método I no se obtuvo emulsión y en algunos como con el Tween 60 al 10% con el método I y con el Tween 80 al 5% con el método II y 10% con el método I, se obtuvo indicios de emulsión. Ello demuestra claramente que la agitación favorece la formación de emulsión y la estabilidad de las emulsiones formadas.

Las emulsiones más fluidas se obtienen con el Tween 20 que, a su vez, es el más soluble en agua, interponiéndose bien en el aceite.

La estabilidad de las emulsiones formadas aumenta con el porcentaje de emulgente siendo las más estables de las estudiadas las obtenidas con el 15%.

No existe diferencia apreciable en la estabilidad de las emulsiones obtenidas con los dos métodos ensayados, mantenidos constantes los restantes parámetros.

3.4.6.1.3. Ensayos con Span.

SPAN 20

a) 5% de emulgente.

Método I

La interposición del emulgente en el agua es dificultosa.

Por agitación en el mortero se obtiene emulsión A/O. Con el agitador parece que se invierte formándose emulsión O/A, de acuerdo con la prueba del colorante.

A las 48 horas se empezó a romper la emulsión.

Método II

Por agitación en el mortero (15 minutos) se forma emulsión O/A. Con el agitador sigue siendo O/A.

A las 12 horas de reposo continúa estable.

A las 24 horas ya presenta un poco de agua separada en fondo.

b) *10% de emulgente.*

Método I

En este ensayo desde el primer momento se obtiene emulsión A/O, tanto si se opera manualmente como con agitación mecánica.

Es menos estable que en anteriores ensayos puesto que a los 30 minutos ya se han separado dos capas.

Método II

Se obtiene emulsión A/O, tanto en el mortero como mediante agitador (3.000 r. p. m.).

Poco estable; a los 15 minutos ya se habían separado dos capas.

c) *15% de emulgente*

Método I

Se obtiene emulsión A/O tanto en el mortero como mediante agitador (3.000 a 3.300 r. p. m.).

A los 10 minutos de reposo ya empezó a romperse.

Método II

Emulsión A/O tanto en mortero como con agitador (2.900 r. p. m.).

A los 10 minutos de reposo ya se han separado dos capas.

La inestabilidad de las últimas emulsiones, podría estar relacionada con la menor velocidad (r. p. m.) del agitador.

SPAN 40

a) *5% de emulgente.*

Método I

La interposición se realiza bien, aspecto lechoso.

En el mortero se obtiene una emulsión cortada, prácticamente no se formó. Con el agitador se obtiene emulsión A/O (3.400 r. p. m.).

A las 12 horas se ha separado ya una pequeña porción.

Método II

No se logra interponer totalmente; se observan siempre pequeñas partículas.

En el mortero parece más bien una suspensión que una emulsión, debido a las partículas. Con el agitador, no se consigue obtener emulsión ya que mientras una parte se espesa la otra continúa líquida (2.600 a 2.800 r. p. m.).

b) 10% de emulgente.

Método I

En el mortero no se consigue obtener emulsión. Con el agitador se obtiene una emulsión de gran viscosidad A/O, que cuesta de verter.

A los 4 días de reposo, permanece estable.

Método II

En el mortero lo único que se consigue es una emulsión cortada.

Con el agitador (3.200 r. p. m.), se obtiene una emulsión A/O con pequeños gránulos.

c) 15% de emulgente

Método I

En el mortero se obtiene emulsión viscosa; al tacto se notan pequeños granitos. Con el agitador se obtiene una emulsión que parece A/O pero que el Typomat indica O/A. Continúa teniendo granitos en suspensión.

Estable a las 48 horas de reposo.

Método II

En el mortero se obtiene una emulsión con partículas.

Con el agitador no se forma emulsión ya que al mismo tiempo que se espesa, se rompe.

SPAN 60

a) 5% de emulgente

Método I

En el mortero no se forma emulsión.

Con el agitador (3.500 r. p. m.) se obtiene una emulsión de fase externa dudosa: Por dilución en agua parece A/O y por el método de los colorantes, O/A.

A las 48 horas se observa una leve separación en el fondo.

Método II

No se obtiene emulsión en el mortero.

Con el agitador se obtiene una emulsión de fase dudosa: Por el método del colorante parece O/A, sin clara definición, y por dilución con agua, A/O.

A las 48 horas de reposo se ha separado una capa.

b) 10% de emulgente

Método I

interpone bien en agua, aspecto de crema.

En el mortero se obtiene una emulsión A/O. Con el agitador (3.000 r. p. m.) se obtiene una emulsión de tipo A/O determinada por dilución; por el colorante no se aprecia bien.

A las 48 horas de reposo continúa estable.

Método II

En el mortero, se obtiene emulsión granujienta, poco estable que parece ser A/O.

Con el agitador, se espesa por un lado y por otro se encuentra aceite sin incorporar. No se consigue formar emulsión.

c) *15% de emulgente*

Método I

Se interpone en el agua, aspecto de crema.

Al añadir las primeras porciones de aceite se va formando una emulsión de buen aspecto aunque de fase externa dudosa. Al añadir todo el aceite se rompe la emulsión.

Con el agitador tampoco se logra formarla (2000 r. p. m.).

Método II

Se interpone mucho peor que la anterior.

En el mortero no se obtiene prácticamente emulsión. Con el agitador se obtiene una emulsión bastante estable, de tipo A/O (por dilución) (*).

SPAN 80

a) *5% de emulgente*

Método I

En el mortero se obtiene una emulsión muy inestable, pues se observan pequeñas gotas de aceite en la superficie. Con el agitador se obtiene una emulsión O/A estable.

A las 12 horas de reposo, se observa una zona inferior más clara.

(*) Los últimos emulgentes, Span 40 y Span 60, ambos de naturaleza sólida, no se llegan a interponer o disolver bien en los líquidos correspondientes, quedando en la mayoría de los casos partículas de emulgente en suspensión, lo cual tiene que entorpecer la formación de la emulsión y disminuir su estabilidad. Más idóneo, sería fundirlos e incorporar a la misma temperatura una de las fases.

Método II

En el mortero se obtiene una emulsión A/O de buen aspecto. Con el agitador, se invierte obteniéndose una emulsión O/A.

A las 24 horas de reposo continúa estable.

A las 30 horas ya se había separado una capa.

b) *10% de emulgente**Método I*

En el mortero lo máximo que se consigue es una emulsión con gotitas de aceite en la superficie. Con el agitador se obtiene una emulsión estable de naturaleza O/A.

A las 18 horas de reposo empieza a romperse.

A las 24 horas se ha separado.

Método II

En el mortero se obtiene una emulsión A/O de buen aspecto. Con el agitador continúa siendo A/O aunque algo más fluida.

A las 24 horas de reposo continúa estable.

A las 30 horas ya se ha roto y con una capa de mayor espesor que la anterior.

c) *15% de emulgente**Método I*

En el mortero se obtiene una emulsión con gotas de aceite en la superficie. Con el agitador se obtiene una emulsión O/A estable.

A las 18 horas de reposo empieza a romperse.

Método II

En el mortero en las primeras incorporaciones de agua al aceite con emulgente se obtiene una emulsión de gran vis-

cosidad, que va fluidificándose al ir añadiendo el agua. Al final de la agitación se rompe a los pocos minutos.

Con el agitador, se obtiene una emulsión A/O que a los pocos minutos de reposo empieza a romperse.

RESUMEN DE LAS EXPERIENCIAS

	<i>Método</i>	<i>Mortero</i>	<i>Agitador Probus</i>	
SPAN 20	a) 5%	I	A/O	} (1)
		II	O/A	
	b) 10%	I	A/O	
		II	A/O	
	c) 15%	I	A/O	
		II	A/O	
SPAN 40	a) 5%	I	No	} (2)
		II	N.	
	b) 10%	I	No	
		II	A/O-No(*)	
	c) 15%	I	A/O	
		II	No	
SPAN 60	a) 5%	I	No	} (3)
		II	No	
	b) 10%	I	A/O	
		II	No	
	c) 15%	I	No	
		II	Algo	
SPAN 80	a) 5%	I	No	} (4)
		II	A/O	
	b) 10%	I	No	
		II	A/O	
	c) 15%	I	Algo	
		II	A/O	

(*) Indica que al principio, antes de incorporar todas las fases, se formó una emulsión A/O, que luego se rompió.

(1) Cuesta de interponer el Span 20 en el agua a pesar de ser líquido; las más estables son las obtenidas con el 5% de emulgente. Después de 25 días de reposo se observa un poco de aceite en la parte superior y un poco de líquido acuoso en la inferior. Entre las dos hay emulsión. Tanto las obtenidas por el método I como por el II presentan el mismo aspecto. En la proporción del 10% se observan en ambos métodos cuatro capas bien definidas.

emulgente (transparente), agua (transparente), emulsión y aceite (transparente). En la del 15% ocurre lo mismo excepto en el método II en que falta la capa de aceite.

- (2) El Span 40, se interpone mejor en el agua que en el aceite, y ésta es la causa de los resultados obtenidos. El único ensayo con el método II en que se obtuvo emulsión fue el del 10% (quizás se interpuso mejor el emulgente). A los 7 días de reposo presenta en el fondo un poco de sedimento y una capa acuosa turbia, a continuación la emulsión de aspecto regular. Con el método I y 5% de Span 40, se presenta un sedimento blanco en el fondo, similar al anterior, pero el resto de emulsión es más estable. Las emulsiones obtenidas con el método I y 10% y 15% de emulgente son muy espesas (consistencia de pomadas), más la del 15% que la del 10%, y estables.
- (3) Se interpone peor en el aceite que en el agua, pero algo mejor que en el anterior. No se forma emulsión con el método II del 10% y el método I del 15%. En los dos del 5% se separa una pequeña capa en el fondo acuosa. Las otras dos, es decir, la del método I del 10% y método II del 15%, permanecen estables, siendo más consistentes.
- (4) Se interpone mejor en el aceite; las que presentan más inestabilidad son las del 15% de Span 80, en que se han formado tres capas, parte inferior acuosa y superior aceite. Las restantes poseen todas una capa acuosa turbia en el fondo de difícil distinción entre una y otra.

Discusión de los resultados.

Los Spans utilizados pueden reunirse según su aspecto físico en dos grupos, líquidos a la temperatura ordinaria y algo más densos que el agua (Span 20 y Span 80) y sólidos a temperatura ordinaria y menos densas que el agua (Span 40 y Span 60) lo que condiciona la estabilidad y formación de las emulsiones.

En efecto, con los Spans líquidos se obtienen emulsiones fluidas que se forman la mayor parte ya en el mortero y se estabilizan con el agitador siendo su fase externa unas veces O/A y otras A/O, generalmente O/A cuando la proporción de emulgente es menor (y por tanto más fluidas). Su estabilidad no es muy elevada, siendo mayor en líneas generales en las O/A.

Con los Spans sólidos se obtienen emulsiones de elevada viscosidad, difíciles de conseguir en el mortero y algunas veces incluso con el agitador a las velocidades (r. p. m.) que se utilizaron. En todos los casos se obtienen emulsiones A/O, bastante estables, estabilidad que aumenta con la viscosidad.

3.4.6.1.4.—*Repetición de las malos.*

Algunos resultados obtenidos en las experiencias anteriores podrían considerarse anómalos y ello pudiera ser debido a la deficiente incorporación del emulgente por lo que se repiten algunas experiencias, modificando el procedimiento de la siguiente manera: Se funde el emulgente, se le incorpora la primera parte a la misma temperatura y el resto se le va añadiendo poco a poco.

Se repiten las experiencias en que no se logró formar emulsión con el agitador, a saber:

Span 40	al 5%	Método II
	al 15%	Método II
Span 60	al 10%	Método II
	al 15%	Método I

A continuación se repiten los ensayos en los que utilizando emulgentes Span, se obtuvieron emulsiones de tipo O/A, que son:

Span 20	al 5%	Método I
		Método II
Span 80	al 5%	Método I
		Método II
	al 10%	Método I
	al 15%	Método I

SPAN 40

a) 5% de emulgente

Método II

En el mortero, en la primera interposición del agua y aceite se obtiene una emulsión muy viscosa que se va fluidificando al ir añadiendo el resto de los componentes. Se obtiene una emulsión A/O de buen aspecto. Al agitar con el agitador mecánico durante 5 minutos se rompe la emulsión.

c) *15% de emulgente.**Método II*

En el mortero empieza obteniéndose una emulsión A/O de buen aspecto que termina algo grumosa. Con el *agitador*, no puede apenas agitarse debido a la viscosidad de la emulsión y empieza a romperse la emulsión al momento.

SPAN 60

b) *10% de emulgente**Método II*

En el mortero se forma al principio una emulsión A/O de buen aspecto y al añadir todos los componentes se fluidifica aunque continúa siendo estable y A/O. Al agitar con el *agitador* (2.000 a 2.900 r. p. m.), la emulsión empeora, toma un aspecto grumoso y se ve algo de aceite sin emulsionar.

c) *15% de emulgente**Método I*

En el mortero empieza formándose una emulsión de buen aspecto, pero termina siendo muy grumosa. Con el *agitador*, debido a la alta viscosidad de la emulsión, no posee bastante fuerza para agitar uniformemente, por lo que se empieza a romper la emulsión.

SPAN 20

a) *5% de emugente**Método I*

En el mortero se forma una emulsión cuya fase externa es dudosa. Con los colorantes, difunden ambos aunque algo más

el hidrosoluble; por dilución con agua en vez de difundir salen como estrias de las gotas de emulsión. Por agitación con el agitador se obtienen los mismos resultados en cuanto a discernir cual es la fase externa, es decir, también es dudosa.

Método II

Parecido al anterior. Por dilución con agua difunde lo suficiente para considerarla de tipo O/A y por el método de los colorantes difunde más el azul de metileno, pero también lo hace el Sudán III. Queda pues la duda.

SPAN 80

a) *5% de emulgente*

Método I

En el mortero se obtiene una emulsión poco estable de fase dudosa. Con el agitador (4.000 r. p. m.) se obtiene una emulsión muy fluida de tipo O/A. Una gota de la misma se extiende y disuelve en el agua; el azul de metileno se extiende y el Sudán III no.

Método II

Se obtiene en el mortero una emulsión fluida, y de fase O/A (por colorantes). Con el agitador (3.400 r. p. m.) se obtiene una emulsión O/A.

B) *10% de emulgente.*

Método I

En el mortero no se formó prácticamente emulsión. Con el agitador (3.700 a 4.300 r. p. m.) se obtiene una emulsión O/A (por colorantes).

c) 15% de emulgente.

Método I

Cuesta de interponer en el agua. Con el mortero se obtiene una emulsión algo inestable y O/A. Con el agitador (3.400 r. p. m.) se obtiene una emulsión O/A (por colorantes).

RESULTADOS RESUMIDOS DE LAS EXPERIENCIAS REPETIDAS

	Método	Emulsión formada	
		En mortero	Con agitador
SPAN 20	5% I	dudosa u O/A	dudosa u O/A
	II	dudosa	dudosa u O/A
SPAN 40	5% II	A/O	no se forma
	15% II	A/O grumosa	no se forma
SPAN 60	10% II	A/O	no se forma
	15% I	A/O grumosa	no se forma
SPAN 80	5% I	dudosa, inestable	O/A
	II	O/A	O/A
	10% I	no se forma	O/A
	15% I	O/A inestable	O/A

Los resultados obtenidos con la repetición de experiencias coinciden con los anteriores cuando se realiza mecánicamente (con agitador) y las pequeñas diferencias que se observan cuando se opera manualmente (en mortero) no son significativas, por lo que pueden darse por definitivos.

Discusión de los resultados.

Los resultados obtenidos confirman los que se obtuvieron anteriormente, al coincidir prácticamente en todo. Con los Span líquidos se obtienen emulsiones fluidas O/A o dudosas. Con los Span sólidos también coinciden los resultados a pesar de haberse modificado algo la técnica (fusión de los emulgentes antes de disolverlos o interponerlos) no consiguiéndose obtener emulsión con el agitador mecánico debido al exceso de viscosidad, que alcanza en algunos casos a la consistencia de las pomadas.

La modificación de la técnica facilita el ensayo por lo que en las sucesivas experiencias ha de tenerse en cuenta.

3.4.6.2.—*Ensayos con mezclas a partes iguales de Tween-Span y Sorbithom T-Sorbithom S.*

Una vez estudiado el comportamiento individual de los emulgentes Tween y Span, se procede al estudio del comportamiento de la mezcla de emulgentes homólogos de cada tipo, es decir, de un Tween y un Span de igual número, lo que equivale a decir de idéntico radical ácido. Se ensayan dos proporciones de emulgentes, 2,5% de cada uno de ellos en un caso (total de emulgentes 5%) y 5% de cada uno en el otro (total de emulgentes 10%). El agua y el aceite que constituyen las dos fases de la emulsión se utilizan a partes iguales.

Para la preparación de la emulsión se utiliza el Método II, anteriormente descrito, y un Método III basado en la incorporación de cada emulgente en la fase en que es más soluble. Se describen a continuación.

3.4.6.2.1.—*Técnicas empleadas*

Método II

Se coloca todo el emulgente previamente fundido, en 4 veces su peso de aceite, calentado a la misma temperatura. Se le añade a continuación el resto de aceite y agua poco a poco. Finalmente se agita con agitador durante 5 minutos con la tercera velocidad.

Método III

Se disuelve o interpone el emulgente O/A en cuatro veces su peso de agua, calentando si es preciso, y se añade poco a poco el resto de agua. Por otro lado se interpone o disuelve el emulgente A/O en cuatro veces su peso de aceite, añadiendo poco a poco el resto. Se mezclan ambas dispersiones lentamente y agitando. Finalmente se agita con el agitador durante 5 minutos en la tercera velocidad.

Las emulsiones formadas se pasan a tubos de ensayo anchos (20 × 20) para anotar la separación de capas con el tiempo.

3.4.6.2.2.—*Ensayos con mezclas Tween-Span.*

Tween 20-Span 20

a) *5% de emulgente.*

Método II

Se calientan los emulgentes a unos 40° y se les añade cuatro veces su peso de aceite, todo en el mortero, se homogeniza y se añade el resto de aceite y el agua poco a poco hasta un total de 150 g de emulsión. Se obtiene emulsión O/A. Luego se trasvasa a un vaso de precipitados de 250 ml, se agita durante 5 minutos con el agitador en su tercera velocidad y se obtiene emulsión O/A más estable (determinado por el método de la dilución y los colorantes).

Método III

Se obtiene con el mortero una emulsión O/A lo mismo que con el agitador aunque en este último caso más estable.

b) *10% de emulgente*

Método II

Se obtiene emulsión O/A tanto en el mortero como después de 5 minutos de agitación con el agitador (3.600 r. p. m.).

Método III

Se obtiene, lo mismo que antes, emulsión O/A tanto con el mortero como con el agitador.

TWEEN 40 - SPAN 40

a) *5% de emulgente*

Método II

En el mortero se obtiene una emulsión A/O aunque no bien determinada.

Con el agitador se obtiene una emulsión O/A.

Método III

En el mortero se obtiene una emulsión muy inestable.
Con el agitador se obtiene emulsión O/A más estable.

b) *10% de emulgente**Método II*

En el mortero se obtiene emulsión poco estable de tipo A/O (según colorante y dilución).

Con el agitador se obtiene emulsión de fase dudosa, pues por dilución parece A/O y mediante colorantes O/A.

Método III

En el mortero se obtiene una emulsión poco estable y que parece ser A/O.

Con el agitador se obtiene emulsión O/A.

TWEEN 60 - SPAN 60

a) *5% de emulgente**Método II*

En el mortero se obtiene una emulsión poco estable y que parece ser O/A.

Con el agitador (3.300 r. p. m.) se obtiene una emulsión O/A.

Método III

En el mortero toma un aspecto muy grumoso, es difícil determinar la fase.

Con el agitador (3.300 r. p. m.) se obtiene emulsión O/A.

b) *10% de emulgente**Método II*

En el mortero se obtiene emulsión de tipo O/A.

Con el agitador (2.500 r. p. m.) se obtiene emulsión O/A.

Método III

En el mortero se obtiene emulsión O/A clarísima.

Con agitador se obtiene emulsión O/A (por dilución, con el colorante no se determina bien).

TWEEN 80 - SPAN 80

a) 5% de emulgente

Método II

En el mortero se obtiene emulsión muy fluida de tipo O/A.

Con el agitador (3.600 r. p. m.) también se obtiene emulsión O/A.

Método III

Se obtiene tanto con el mortero como con el agitador, una emulsión O/A.

b) 10% de emulgente

Método II

Se obtiene una emulsión muy fluida O/A tanto en el mortero como en el agitador.

Método III

El mismo resultado que en el ensayo anterior, emulsión O/A.

3.4.6.2.3.—*Ensayos con mezclas Sorbithom T - Sorbithom S.*

Paralelamente a lo efectuado con las mezclas de Tween y Span de igual radical ácido se opera con mezclas de Sorbithom T y Sorbithom S, también en las proporciones totales del 5% y 10% de emulgentes, a partes iguales de cada uno, pero sólo se aplica el método II.

SORBITHOM TL - SORBITHOM SLa) *5% de emulgente*

Se obtiene una emulsión O/A tanto con mortero como con agitador.

b) *10% de emulgente*

Se obtiene también una emulsión O/A (determinada por el método de la dilución y del colorante).

SORBITHOM TP - SORBITHOM SPa) *5% de emulgente*

En el mortero se aprecia muy mal la fase, pues es muy inestable.

Con el agitador se obtiene una emulsión O/A estable.

b) *10% de emulgente*

En el mortero se obtiene una emulsión con cierta viscosidad, grumosa y con dificultad para determinar la fase externa.

Con el agitador se obtiene una emulsión, cuya fase es dudosa (no se extiende ni el Sudan III ni el azul de metileno).

SORBITHOM TE - SORBITHOM SEa) *5% de emulgente*

En el mortero se obtiene una emulsión poco estable de fase externa O/A, aunque algo dudosa.

Con el agitador (3.370 r. p. m.) se obtiene una emulsión O/A.

b) *10% de emulgente*

Al principio con el mortero se obtiene una emulsión de bastante viscosidad que al ir añadiendo el resto de los componentes se va fluidificando. Al final se obtiene una emulsión O/A de buen aspecto.

Con el agitador se mantiene la emulsión O/A.

SORBITHOM TO - SORBITHOM SO

a) 5% de emulgente

Se obtiene tanto con el mortero como con el agitador, emulsión O/A.

b) 10% de emulgente

Se obtiene una emulsión muy fluida, tanto en mortero como con agitador, y de fase O/A.

3.4.6.2.4.—Resumen de resultados.

Emulgente	%	Separación con el tiempo en cm.										
		Fase		Mét..	Mort.	Ag.	1d	2d	4d	8d	16d	32d
Tween-Span 20	5	II	O/A	O/A	3	3'4	4'3	4'5	4'9	5	5'2	
	5	III	O/A	O/A	0'8	1'2	2'1	2'2	3'65	4'85	5'5	
	10	II	O/A	O/A	0'3	0'5	0'8	1'2	1'7	2'2	4'3	
	10	III	O/A	O/A	0'4	0'6	1	1'5	2'1	3'4	4'5	
Tween-Span 40	5	II	O/A	O/A	—	—	—	—	—	—	0'4	
	5	III	O/A	O/A	0'3	0'4	0'4	0'4	0'4	0'4	0'4	
	10	II	A/O	dudosa	—	—	—	—	—	—	—	
	10	III	A/O	O/A	—	—	—	—	—	—	—	
Tween-Span 60	5	II	O/A	O/A	—	—	—	—	—	—	—	
	5	III	—	O/A	—	—	—	—	—	—	—	
	10	II	O/A	O/A	—	—	—	—	—	—	0'5	
	10	III	O/A	dudosa	—	—	—	—	—	—	—	
Tween-Span 80	5	II	O/A	O/A	2'4	3'5	4'4	4'8	5	5'1	5'5	
	5	III	O/A	O/A	3'3	4'8	5'5	6	6'35	6'45	7	
	10	II	O/A	O/A	0'2	0'4	0'5	0'2	1'4	2	4'5	
	10	III	O/A	O/A	1'5	3'3	3'8	4'3	5'2	5'7	7'4	
Sorbithom TL-SL	5	II	O/A	O/A	2	2'7	3'5	4	4'65	5	5'6	
	10	II	O/A	O/A	0'3	0'6	1	1'1	1'65	2'4	3'4	
Sorbithom TP-SP	5	II	—	O/A	—	—	—	—	0'1	0'2	0'2	
	10	II	—	dudosa	—	—	—	—	—	—	—	
Sorbithom TE-SE	5	II	O/A	O/A	—	—	—	—	—	—	0'4	
	10	II	O/A	O/A	—	—	—	—	—	0'4	0'5	
Sorbithom TO-SO	5	II	O/A	O/A	1'3	1'7	3'2	3'95	4'25	4'45	5'2	
	10	II	O/A	O/A	0'2	0'5	0'6	1'1	1'7	2'1	4	

NOTA.—Los

indican que no se formó emulsión o fue muy inestable; en las columnas de separación con el tiempo, indican que no se separó.

3.4.6.2.5.—*Discusión de los resultados.*

La mezcla de emulgentes O/A y A/O proporciona un notable aumento de estabilidad a las emulsiones de agua y aceite y operando con el agitador mecánico se obtienen siempre emulsiones de fase externa acuosa, salvo en tres casos en que la fase externa de la emulsión es dudosa.

De los dos métodos utilizados (II y III) con las mezclas de emulgentes Tween y Span, dió mejor resultado el método II que proporcionó una mayor estabilidad lo que confirma la teoría sobre técnicas de emulsificación expuestas por Atlas (*) al indicar que: "las emulsiones serán generalmente más estables si todo el emulgente está presente en el proceso de la mezcla de las dos fases". En base a ello con las mezclas de Sorbitom, solo se utilizó el método II.

La estabilidad también aumenta con el porcentaje de emulgente utilizado siendo, por tanto, más estables las del 10 por 100. Hay que mencionar, por último, que la viscosidad es factor primordial en la estabilidad, y así puede comprobarse que en las mezclas de emulgentes, en que intervienen Span 40 Span 60, Sorbitom SE, que son sólidos, la viscosidad es grande y la emulsión permanece estable en la mayoría de los casos, incluso después de tres meses de reposo, influyendo en este caso poco el porcentaje de emulgentes de tal manera que resultan igualmente estables, e incluso a veces más, las del 5% que las del 10%.

Resumiendo, se prefiere en todos los casos el método II con el 10% de emulgente en las mezclas de emulgentes líquidos y con el 5% en las mezclas en que uno de los emulgentes es sólido.

CONCLUSIONES:

- 1.— En el estudio del emulsiónamiento de agua y aceite de oliva a partes iguales con emulgentes esteres grasos de po-

(*) Folleto Atlas (A5) pág. 30, capítulo 4.

lioxietilensorbitán (serie "Tween") en proporción del 5,10 y 15% por métodos basados en el inglés y en el continental y velocidad de agitación de unas 4:000 r. p. m. (tercera posición del reostato), se obtienen siempre emulsiones O/A cuya estabilidad aumenta con el porcentaje de emulgente. No existen diferencias apreciables entre las emulsiones homólogas obtenidas por los dos métodos mencionados.

- 2.— En idéntico estudio con emulgentes esteres grasos de sorbitán (serie "Span") se observa que los términos líquidos ("Span 20" y Span 80") proporcionan en todos los casos emulsiones fluidas de tipo O/A o de tipo dudoso mientras que los términos sólidos ("Span 40" y "Span 60") dan lugar a emulsiones de elevada viscosidad, tanto más estables cuanto mayor es la viscosidad, siempre de tipo A/O. La incorporación de los emulgentes sólidos en caliente mejora las condiciones de trabajo.
- 3.— La incorporación de mezclas a partes iguales de emulgentes de ambas series e idéntico radical ácido a agua desionizada y aceite de oliva también a partes iguales, hecha por mezcla de ambos emulgentes en aceite o de cada emulgente en la fase en que es más soluble, proporciona un notable aumento de estabilidad de las emulsiones que se forman, siempre de tipo O/A, obteniéndose los mejores resultados con la técnica que interpone ambos emulgentes en aceite. La estabilidad de la emulsión formada aumenta con la viscosidad, que es especialmente elevada cuando intervienen emulgentes sólidos ("Span 40", "Span 60", "Sorbithom SP" y "Sorbithom SE"), y con la proporción de emulgentes cuando la viscosidad no es excesivamente elevada. Se demuestran idóneas las proporciones del 5% de emulgentes (2,5% de cada) en las mezclas en que uno de ellos es sólido y 10% (5% de cada) cuando ambos son líquidos.