

ARS PHARMACEUTICA

REVISTA DE LA FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD DE GRANADA

Tomo XIV - Núm. único

1973

Consejo de Redacción

Director:

Prof. Dr. D. Jesús Cabo Torres

Director Ejecutivo:

Prof. Dr. D. José Luis Valverde López

Vocales:

Prof. Dr. D. Albert Cormenzana

Prof. Dr. D. Aurelio Murillo Taravillo

Prof. Dr. D. Fermín Sánchez de Medina Contreras

Prof. Dr. D. Antonio Cerezo Galán

Secretario de Redacción:

Prof. Dr. D. Luis Bravo Díaz

Redacción y Administración:

Facultad de Farmacia,
Granada - España.

Dep. Legal. GR: núm. 17-1960

Imprime:

Gráficas del Sur, S. A.
Boquerón, 6
Granada 1974.
1.000 ejemplares

De conformidad con lo preceptuado en el artículo 21 de la vigente Ley de Prensa e Imprenta, se hace pública la relación de los *Organos Rectores* de esta revista.

Sumario

PAG.

- Editorial 3
- Curriculum 5

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

- Contribución experimental al estudio de la determinación de la potencia de los emulgentes derivados del sorbitán. V. Método de Oliver y Suñé o la inversión de las fases, por J. A. Casterá y J. M.^a Suñé ... 11
- II. Constantes de disociación ácida de los derivados de fenil-etil-amino-etanol, por J. Thomas Gémez, P. Gutiérrez Navarro y M. A. Fernández García 29
- Gerónimo de la Fuente Pierola y la visita de boticas en el Arzobispado de Granada, por J. A. Pérez Romero 39
- Modificación reológica de excipientes de supositorios por adición de sólidos insolubles, por A. Cerezo y J. M.^a González... .. 47

TRABAJOS DE COLABORACION

- Contribución al conocimiento de la flora bacteriana Gram negativa aerobia, aislada en apéndices fecales, por M.^a C. Marti, L. A. Morales y A. Ramos-Cormenzana 73

TRABAJOS DE REVISION

- Radioprotección, por J. Sáenz de Bu-ruga Lerena 77
- Pomadas oftálmicas: Estudio tecnológico, por Adela Velázquez 89
- Bibliografía 103

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

DEPARTAMENTO DE FARMACIA GALENICA

CONTRIBUCION EXPERIMENTAL AL ESTUDIO DE LA DETERMINACION DE LA POTENCIA DE LOS EMULGENTES DERIVADOS DEL SORBITAN. V. METODO DE OLIVER Y SUÑÉ O LA INVERSION DE LAS FASES (*)

por

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ

3.5.—*Método de Oliver y Suñé o de la inversión de la fase para determinar la potencia de un emulgente.*

En 1967,, Oliver y Suñé propusieron un método para determinar la potencia de un emulgente basado en la determinación de la mínima cantidad del mismo necesaria para conseguir la inversión de 100 gramos de una emulsión A/O previamente elaborada con agua purificada y aceite de oliva.

Utilizaron dos técnicas operativas (véase su descripción en 2.4), según se incorporara el emulgente dispersado en agua o en aceite

Los resultados que obtuvieron no fueron demasiado concluyentes por lo que hemos considerado interesante insistir en el procedimiento intentando aportar alguna mejora.

(*) Véanse antecedentes bibliográficos y las cuatro primeras notas de trabajo en:

J. M.^a SUÑÉ y J. A. CASTERÁ: Galénica Acta 24, 3 (1971).

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ: Ars. Pharm. XII, 289 (1971).

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ: Ars. Pharm. XIII, 19 (1972).

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ: Ars. Pharm. XIII, 101 (1972).

J. A. CASTERÁ y J. M.^a SUÑÉ: Ars. Pharm. XIII, 167 (1972).

3.5.1.—*Ensayos preliminares. Técnica de Oliver y Suñé.*

Con objeto de comprobar la reproductibilidad y concordancia de resultados aplicando la técnica original de Oliver y Suñé en igualdad de condiciones, se efectuaron una serie de ensayos preliminares que se exponen a continuación. En todos ellos se empieza utilizando la mínima cantidad de emulgente necesaria, de acuerdo con los autores, para conseguir la inversión de la emulsión.

Dentro de la serie de emulgentes derivados del sorbitán utilizados a lo largo del trabajo se eligieron los Tween 80 y Tween 20 como emulgentes óleo-acuosos más característicos.

En ambos casos se aplicaron las dos técnicas expuestas por los autores como técnicas A y B y dos velocidades de agitación correspondientes a las posiciones quinta y segunda del reostato, equivalentes aproximadamente a 11.500 - 12.000 r. p. m. la primera (velocidad similar a la utilizada por los autores mencionados) y 9.000 r. p. m. la segunda. Las denominamos rápida y moderada respectivamente.

La agitación de la mezcla de agua purificada y aceite da lugar a emulsión A/O antes del minuto de agitación.

Con objeto de comprobar si la sola adición de agua basta para invertir el signo de la emulsión de A/O a O/A se prepara una emulsión A/O agitando agua purificada y aceite en la proporción que utilizan Oliver y Suñé en sus ensayos, es decir 30 partes de agua y 50 de aceite. A la emulsión formada se adiciona agua de 25 en 25 mililitros con lo que se observa una progresiva fluidificación que al alcanzar los 100 ml da lugar, al dejar en reposo, a separación de dos capas, agua y aceite, de acuerdo con sus densidades, si bien la inferior o acuosa es de aspecto opalino (emulsión O/A muy diluida). Puede concluirse que la adición de agua no consigue la inversión de la emulsión A/O formada sino más bien la rotura.

3.5.1.1.—*Ensayos con Tween 80 y Técnica A.*

1) 4,5% de emulgente. Velocidad rápida.

Al añadir el agua con el emulgente, las vibraciones y el ruido del agitador disminuyen. Aparece como unos grumos que pronto desaparecen. Aumenta el volumen y el aspecto se hace más blanco. Todo ello ocurre antes de añadir toda el agua con el emulgente. Se

sigue agitando y a los 8 minutos parece fluidificarse algo. A los 10 minutos se detiene el agitador. La emulsión es O/A.

La temperatura inicial de 21° ha pasado a 26° al terminar de agitar.

2) 2,5% de emulgente. Velocidad rápida.

Al terminar la adición del agua y emulgente disminuyeron las vibraciones y el ruido del agitador observándose aumento de volumen y aspecto más blanco que al comienzo. A los 6 minutos se detuvo el agitador. La emulsión es O/A.

La temperatura inicial de 23° ha pasado a 27° al final del ensayo.

Con objeto de averiguar si la emulsión O/A formada puede pasarse de nuevo a A/O se le añaden 20 mililitros de aceite con ayuda del agitador.

Al principio se nota una disminución en el ruido del agitador que pronto se normaliza. Aumenta algo el volumen. A los 3 minutos se detiene y se determina el tipo de emulsión: Sigue siendo O/A.

Se añaden otros 20 mililitros de aceite y se opera como antes. Ocurre prácticamente lo mismo y a los 3 minutos sigue siendo la emulsión O/A. Hay que señalar la formación de espuma en capa tan ancha como la de emulsión.

A las 12 horas de reposo se separa en la superficie una capa oleosa que corresponde a un cremado. El resto de la emulsión continúa estable aunque de definición dudosa por lo que respecta al tipo.

3) 4,5 de emulgente. Velocidad moderada.

Se experimenta la velocidad moderada con objeto de comprobar la influencia de este parámetro.

La emulsión A/O con el agua y el aceite se forma sin dificultad al minuto de agitar, a pesar de la disminución de velocidad.

Nada se observa de particular durante la adición del agua-emulgente. Sólo al terminar de añadir se produce un aumento brusco de volumen, disminución de las vibraciones y transformación del aspecto a blanco-cremoso.

Se da por terminada la agitación a los 3 minutos anotándose la

formación de bastante espuma. La emulsión resulta O/A.

La temperatura inicial de 21° pasa a 23° al terminar.

4) *2,5% de emulgente. Velocidad moderada.*

Al minuto de finalizar la adición de agua-emulgente se produce el cambio de fase con aumento de volumen de la masa, menor ruido por disminución de las vibraciones y aspecto más cremoso.

También en este caso la temperatura inicial de 21° pasa a ser de 23° al detener el agitador a los 3 minutos.

Discusión de los resultados de las experiencias 1 a 4.

De la comparación de resultados conseguidos en los ensayos descritos en los que tan sólo se han variado la velocidad de agitación y cantidad de emulgente, se llega a las siguientes consideraciones:

- a) La velocidad de agitación influye en el tiempo que tarda en efectuarse la inversión de la emulsión de A/O a O/A.
- b) La cantidad de Tween 80 indicada por Oliver y Suñé como mínima para conseguir la inversión (4,5%) parece excesiva en las condiciones en que se ha operado ya que alcanza igual resultado con 2,5% y tal vez con menor cantidad.
- c) Los cinco minutos que los autores utilizan para emulsionar el agua purificada y el aceite pueden reducirse a tres minutos de agitación ya que bastan para conseguir la emulsión.

En consecuencia de lo expuesto se prosiguen las experiencias empleando sólo 3 minutos de agitación para formar emulsión A/O con el agua purificada y el aceite y disminuyendo progresivamente la cantidad de emulgente hasta conseguir determinar la mínima cantidad capaz de producir emulsión.

5) *2% de emulgente. Velocidad rápida.*

Se produce la inversión del tipo de la emulsión a los 30 segundos de terminar de añadir la mezcla agua-emulgente.

La temperatura inicial de 23° pasa a 24° al finalizar el ensayo.

6) *1% de emulgente. Velocidad rápida.*

Se produce la inversión de la emulsión de A/O a los 45 segundos de finalizar la adición de la mezcla agua-emulgente.

La temperatura inicial de 23° pasa también a 24° al término del ensayo.

7) *0,5% de emulgente. Velocidad rápida.*

No se produce la inversión ni siquiera a los 8 minutos de agitación contados a partir de la total adición de la mezcla agua-emulgente, aunque en algunos momentos parecía que quería invertirse.

La temperatura pasa de 22° al iniciar a 23° al finalizar el ensayo.

Al minuto de reposo se observa la aparición de gotitas blanquecinas en la superficie, se deja hasta 10 minutos sin que sufra nueva variación.

Transcurridos los diez minutos se somete de nuevo a la acción del agitador y al minuto se invierte la emulsión a O/A.

Con objeto de comprobar la estabilidad de la emulsión formada se opera como en el ensayo 2) adicionando aceite para intentar invertir de nuevo la emulsión, ahora a A/O.

La adición de 10 mililitros de aceite incorporados lentamente mediante agitación rápida durante 3 minutos no modifica la emulsión. La adición de otros 25 mililitros de aceite, después de dos minutos de reposo, aumenta el volumen aparente de la emulsión y disminuye algo las vibraciones pero no invierte la emulsión después de otros 3 minutos de agitación. De nuevo se deja dos minutos en reposo y se añaden hasta 55 mililitros de aceite con agitación durante 4 minutos sin que varíe el signo de la emulsión y ello a pesar de que en tal momento posee sólo 0,5 g de emulgente (Tween 80) para 50 ml de agua y 100 de aceite.

8) *1% de emulgente. Velocidad moderada.*

A los dos minutos y medio se invierte el signo de la emulsión, resultado lógico si se tiene en cuenta que con velocidad de agitación rápida se alcanzó a los 45 segundos. (Véase ensayo núm. 6).

9) *0,5% de emulgente. Velocidad moderada.*

Se produce inversión a los 4 minutos y 45 segundos después de añadir todo el emulgente.

El resultado podría parecer algo anormal frente al conseguido con igual proporción de emulgente y mayor velocidad de agitación (véase ensayo núm. 7) que no consiguió la inversión, pero hay que señalar que ya allí se decía que "en algunos momentos parecía que quería invertirse". Puede admitirse que cualquier ocasional pequeña variación en el desarrollo del ensayo (por ejemplo en la pesada del emulgente) puede ser la razón del resultado por tratarse de una zona límite.

Discusión de los resultados de las experiencias 1 a 9.

Comparando los resultados obtenidos con los que en su día obtuvieron Oliver y Suñé para el mismo emulgente Tween 80, se observan diferencias notables, ya que para aquellos autores la mínima cantidad necesaria para conseguir la inversión era de 4,5 gramos, mientras que en nuestros ensayos es de 1 gramo.

Repasando las posibles causas de tal diferencia encontramos como más posible la no utilización en nuestros ensayos de la placa rectangular unida al sistema de agitación que usaron los autores mencionados.

Para comprobarlo se repiten los ensayos con dicha placa rectangular.

10) *4,5% de emulgente. Velocidad rápida.*

Transcurridos 10 minutos de agitación, después de añadir la mezcla agua-emulgente, no se ha invertido todavía la emulsión.

La temperatura inicial de 20° alcanza los 24,5° al final del ensayo.

Se repite de nuevo el ensayo en exactamente idénticas condiciones y se produce la inversión del signo de la emulsión de A/O a O/A a los 5 minutos de agitación (la temperatura inicial de 20° alcanza los 24° en la emulsión final).

Tales resultados dispares parecen corroborar el hallarse en la zona límite, es decir, operando con la mínima cantidad de emulgente necesaria para producir la inversión.

11) 4% de emulgente. *Velocidad rápida.*

Se produce inversión de la emulsión A/O a O/A a los 5 minutos de agitación rápida después de adicionar toda la mezcla agua-emulgente. El resultado es inesperado.

La temperatura inicial de 20° alcanza los 24° al término del ensayo.

12) 3,5% de emulgente. *Velocidad rápida.*

No se produce inversión después de 10 minutos de agitación rápida. No obstante, al dejar en reposo durante 4 minutos y agitar de nuevo, se invierte la emulsión A/O a O/A.

Se repite el ensayo en idénticas circunstancias. No se invierte la emulsión a los 10 minutos de agitar. Se deja en reposo 3 minutos y de nuevo se agita sin que se consiga invertir ni siquiera después de 3 minutos de agitación.

13) 4,5% de emulgente. *Velocidad moderada.*

No tiene lugar la inversión de signo de la emulsión después de 10 minutos de agitación moderada. Tampoco se invierte después de 5 minutos de reposo seguidos de 3 minutos de nueva agitación.

14) 5% de emulgente. *Velocidad moderada.*

No se invierte la emulsión con 10 minutos de agitación. Tampoco se consigue dejando en reposo 3 minutos y agitando de nuevo otros 2 minutos.

La temperatura inicial de 21° es de 27° al finalizar el ensayo.

Discusión de los resultados de las experiencias 10 a 14.

Las experiencias 10 a 14 se efectúan con la placa rectangular unida al agitador de acuerdo con las que efectuaron Oliver y Suñé en su trabajo. Los resultados obtenidos concuerdan, en líneas generales, con los de los autores mencionados, corroborando la influencia de la velocidad en el tiempo de inversión y demostrando la que por su parte tiene la presencia de la placa rectangular unida al agitador, que dificulta la inversión.

3.5.2.1.—*Ensayos con Tween 80 y Técnica B.*

Se utiliza, en todos los ensayos, la placa rectangular unida al agitador.

15) *3% de emulgente. Velocidad rápida.*

Al empezar a añadir la solución de emulgente ya se produce la inversión de la emulsión. Parece demostrar la existencia de un exceso de emulgente.

La temperatura inicial de 22° pasa a 23° al dar por finalizado el ensayo.

16) *2% de emulgente. Velocidad rápida.*

No se invierte la emulsión ni siquiera a los 10 minutos de adicionar todo el emulgente.

Se repite el ensayo en exactamente las mismas condiciones y se produce la inversión de la emulsión al empezar a añadir la solución de emulgente.

La disparidad de resultados hace pensar en que la proporción del 2% de emulgente se halla en el límite o mínimo capaz de producir la emulsión en las condiciones experimentales elegidas (velocidad rápida).

17) *1,5% de emulgente. Velocidad rápida.*

No se produce la inversión de la emulsión después de 10 minutos de agitación ni se observa ningún síntoma de que tienda a producirse.

La temperatura inicial de 22° pasa a 25° al final de la experiencia.

18) *2% de emulgente. Velocidad moderada.*

No se produce la inversión de la emulsión, ni siquiera a los 10 minutos de agitar, si bien en ciertos momentos da la impresión de que va a producirse.

La temperatura inicial de 22° pasa a ser de 28° al término del ensayo.

3.5.1.3.—*Ensayos con Twenn 20 y Técnica A.*

19) *1,2% de emulgente. Velocidad rápida.*

Se produce la inversión de la emulsión A/O a los 10 minutos exactos de agitación después de incorporar todo el emulgente.

Se repite el ensayo teniendo lugar la inversión de la emulsión a los 2 minutos de agitación después de añadir todo el emulgente.

Se repite de nuevo en idénticas condiciones operativas y se produce la inversión de la emulsión a los 3 minutos.

La temperatura inicial de 22° pasa a 26° al final de la experiencia.

3.5.1.4.—*Ensayos con Tween 20 y Técnica B.*

20) *1,4% de emulgente. Velocidad rápida.*

No se produce la inversión de la emulsión después de 10 minutos de agitación contados a partir de la adición total del emulgente. Pero tampoco constituye una emulsión A/O clara.

Después de un cierto tiempo de reposo (más de 5 minutos) se separa una capa blanca en el fondo y otra en la superficie. Al agitar de nuevo, se invierte la emulsión de inmediato.

La temperatura inicial de 25° pasa a 32° al final del ensayo.

Repetido el ensayo se produce la inversión de la emulsión antes de añadir todo el emulgente con el aceite.

La temperatura inicial de 26° pasa a 29° al final de la experiencia.

Se repite de nuevo el ensayo y, en este caso, se produce la inversión de la emulsión A/O a los 3 minutos 45 segundos de agitación después de añadir todo el emulgente.

La temperatura inicial de 23° pasa a 25° al final del ensayo.

Discusión de los resultados de las experiencias 19 y 20.

Las diferencias que se observan en los resultados de estos ensayos (10 y 20) pueden atribuirse a que la proporción de emulgente utilizado se encuentre en la zona límite. No obstante, con el método B, las diferencias son suficientemente elevadas como para que hagan dudar de la bondad del método, por lo menos para algunos emulgentes y en las condiciones utilizadas en los ensayos.

3.5.2.—*Técnica modificada.*

Como consecuencia de las experiencias anteriores se decide introducir leves modificaciones en la técnica original de Oliver y Suñé para proseguir el estudio de emulgentes formadores O/A exclusivamente (aquellos autores estudian también emulgentes formadores A/O).

Se toma como base la técnica B de Oliver y Suñé, es decir, la que incorpora el emulgente mezclado con el aceite, con las siguientes modificaciones:

- a) El emulgente se adiciona al aceite calentado a 45° C con el fin de conseguir una mejor interposición.
- b) La adición de la mezcla emulgente-aceite se efectúa lo más rápidamente posible y, por supuesto, en menos de un minuto.
- c) La agitación, después de adicionar el emulgente, se mantiene hasta que se produce la inversión de la emulsión A/O a O/A, con un máximo de 15 minutos.
- d) Se repite cada experiencia un mínimo de tres veces y se da por válido si tiene lugar la inversión de la emulsión en el tiempo límite de 15 minutos.
- e) Se anota la temperatura ambiente, que ofrece oscilaciones entre los 20 y 25° C.
- f) Se opera con un total de 150 g de emulsión, mínimo que permite que se sumerja totalmente el agitador y asegura una menor interposición de aire.

Se ensayan, como se ha indicado, exclusivamente los emulgentes considerados de tipo O/A, por ser, teóricamente, los únicos que pueden dar lugar a la inversión de una emulsión ácuo-oleosa. El ensayo se efectúa con los cuatro "Tween" y los cuatro "Sorbithom T" fundamentales que han venido utilizándose a lo largo del trabajo.

3.5.2.1.—*Ensayos con los "Tween".*

TWEEN 20

Se parte de una proporción inicial del 1,40% de emulgente, porque fue la mínima cantidad de emulgente (Tween 20) necesario para invertir la emulsión en el método de Oliver-Suñé.

La primera serie de ensayos que se realizan con esta proporción son aceptables, según las condiciones prefijadas; no obstante, se realiza una segunda serie de ensayos aumentando un poco la cantidad de emulgente para ver si el tiempo de inversión es más concordante. La cantidad añadida no fue arbitraria (1,40 a 1,46), sino que equivale a aumentar 0,1 g en el total de emulgente que corresponde a 150 g de emulsión.

Los resultados obtenidos se exponen a continuación:

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A		Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgente (%)	Velocidad post-adición	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	
11.100	1'45"	12.400	1,40	10,300	3'	10.200	I
11.100	1'55"	12.000	1,40	10.100	13'50"	10.500	E
11.100	1'25"	12.000	1,40	10.400	3'55"	11.000	E
11.200	1'40"	13.000	1,46	11.000	2'20"	10.800	E
11.000	1'40"	12.000	1,46	10.000	3'40"	10.100	E
11.100	1'30"	11.500	1,46	10.100	6'20"	10.700	E
11.500	1'5"	12.800	1,46	10.100	3'30"	10.700	E

En la segunda serie de ensayos, el tiempo de inversión es más uniforme y se obtienen en todos los casos emulsiones estables durante 30 minutos como mínimo.

Los resultados concuerdan con el método de referencia.

TWEEN 40

La cantidad mínima de emulgente para producir la inversión según el método de Oliver-Suñé era del 1,6%, y de ella se partió, pero al obtener en el primer ensayo un tiempo nulo de inversión, es decir, que se invertía nada más añadir el aceite y emulgente, se ensayaron cantidades menores llegando de nuevo a 1,6% sin conseguir invertir la emulsión, ni, incluso, con dicho porcentaje —resultado inesperado y desconcertante— por lo que se continuó ensayando con proporciones crecientes de emulgente, llegándose incluso al 7% sin que se consiguieran tres ensayos en que se produjera la inversión en las condiciones prefijadas.

En el cuadro resumen, se ordenan las experiencias de acuerdo con el porcentaje de emulgente utilizado de menor a mayor para mayor claridad, aunque en realidad se efectuaron en otro orden. Sólo se transcriben los resultados obtenidos hasta una proporción máxima del 3,33% de emulgente porque no se tabularon velocidades en las experiencias realizadas con mayor proporción de emulgente.

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A	Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgente (%)	Velocidad post-adición	Tiempo	
11.000	2'20"	12.200	1,00	10.000	—	
11.000	1'50"	12.200	1,20	10.400	—	
11.200	2'10"	12.200	1,30	10.500	—	
11.200	2'40"	12.400	1,36	10.500	—	
11.000	1'50"	12.200	1,40	10.200	0'	E
11.200	1'35"	12.400	1,40	10.800	—	
9.400	3'55"	11.400	1,40	10.200	—	
11.000	1'15"	12.000	1,40	10.600	—	
10.800	1'50"	12.000	1,46	11.000	—	
11.600	1'5'	13.000	1,53	11.000	—	
11.000	2'4"	12.200	1,60 (*)	10.000	0'	I
11.000	1'30"	12.000	1,60	10.400	—	
10.500	2'10"	11.700	1,66	10.500	—	
10.000	2'5"	12.000	1,73	9.700	—	
10.600	2'20"	12.100	1,80	9.800	—	
11.000	2'	12.100	1,86	10.400	—	
11.000	2'20"	12.000	1,93	10.000	—	
11.200	1'45"	12.000	2,00	10.800	0'	E
11.000	1'40"	12.300	2,00	10.000	—	
10.200	2'25"	11.000	2,13	9.800	—	
10.500	2'35"	12.000	2,46	11.000	—	
10.500	2'35"	11.700	2,66	10.500	—	
10.200	2'25"	11.600	2,86	10.100	—	
10.500	1'45"	12.000	2,93	10.000	—	
11.000	1'45"	11.800	3,00	10.300	0'	E
11.300	1'10"	11.800	3,00	10.400	0'	E
11.500	1'5"	11.000	3,00	10.200	—	
10.900	1'40"	12.200	3,06	10.000	—	
10.400	2'30"	11.300	3,20	9.800	—	
10.100	1'50"	11.600	3,33	8.800	—	

TWEEN 60

La mínima cantidad de Tween 60 para producir la inversión en el método de referencia fue de 1,9% y de ella se parte, observándose que es excesiva por lo que se disminuye llegándose al 1,50% que aunque invierte la emulsión a los cero minutos ha de considerarse como el mínimo porque el porcentaje inmediatamente inferior (1,46%) no llega a invertirla ni durante 15 minutos. El resultado es perfectamente lógico.

A continuación se exponen los resultados experimentales obtenidos.

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A	Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgen-te (%)	Velocidad post-adición	Tiempo	
10.200	2'12"	11.800	0,73	10.000	—	
11.300	1'10"	12.300	1,46	11.000	—	
11.000	1'53"	12.800	1,50	10.300	0'	E
11.600	1'30"	12.600	1,50	10.300	0'	E
11.000	1'35"	12.300	1,50	10.400	0'	E
11.500	55"	12.800	1,50	11.000	0'	E
11.300	1'17"	12.200	1,60	10.200	0'	E
11.000	1'45"	12.000	1,90 (*)	10.000	0'	E

TWEEN 80

Como en los emulgentes antes ensayados se parte de la mínima proporción ofrecida por el método de referencia, 2,00%, y como resulta excesiva se disminuye hasta alcanzar un porcentaje mínimo del 1,80% en el que se produce la inversión.

Los resultados obtenidos se exponen a continuación:

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A	Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgen-te (%)	Velocidad post-adición	Tiempo	
11.000	5'5"	12.500	1,60	10.400	—	
11.400	1'40"	12.400	1,70	10.400	—	
11.300	1'35"	12.400	1,73	9.800	—	
11.100	1'55"	12.000	1,76	10.400	—	
11.200	1'40"	12.300	1,80	10.000	0'	E
11.500	1'20"	13.000	1,80	11.000	0'	E
10.800	1'50"	12.000	1,80	10.400	0'	E
11.400	1'50"	12.800	1,80	10.800	0'	E
11.000	1'40"	12.200	2,000 (*)	10.000	0'	E

3.5.2.2.—*Ensayos con los "Sorbithom".*

SORBITHOM TL

La serie de ensayos efectuados con el Sorbithom TL han dado resultados coincidentes prácticamente en todo con los del método de Oliver-Suñé.

Con la mínima cantidad de Sorbithom TL, allí indicada (1,30%), se consigue en el cien por cien de los ensayos efectuados invertir la emulsión A/O formada y durante el intervalo de tiempo comprendido dentro de los 10 minutos.

Los resultados experimentales se exponen a continuación:

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A		Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgen-te (%)	Velocidad post-adición	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	
11.000	2'	12.000	1,30(0)	9.800	7'10"	10.400	I
11.700	1'20"	13.000	1,30	10.200	9'30"	11.000	F
11.000	1'40"	12.000	1,30	10.300	2'50"	10.700	E
11.300	1'10"	13.000	1,30	10.200	3'45"	11.000	F

SORBITHOM TP

Se parte de 1,60% de Sorbithom TP de acuerdo con el trabajo de referencia y al obtener en el primer ensayo un exceso de emulgente, se disminuye el porcentaje del mismo, no llegándose a obtener tres ensayos positivos con porcentajes inferiores e incluso al repetir con el 1,60% no se invirtió la emulsión, ni tampoco con el 1,96 de emulgente (resultados poco explicables).

A continuación se exponen los valores experimentales obtenidos:

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A		Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgente (%)	Velocidad post-adición	Tiempo		
11.000	1'35"	12.300	1,13	11.000	—		
11.300	1'25"	12.300	1,26	11.000	—		
11.000	2'	12.100	1,30	11.000	—		
11.200	1'55"	12.100	1,33	11.000	0'	E	
11.500	1'45"	13.400	1,33	11.000	0'	E	
10.900	1'35"	12.500	1,33	10.500	—		
11.200	1'45"	12.500	1,33	10.500	—		
10.600	2'15"	12.400	1,40	10.800	0'	E	
11.300	1'15"	12.700	1,40	10.200	—		
10.300	2'10"	11.800	1,46	10.500	—		
11.000	2'	12.200	1,60 (*)	10.500	0'	E	
10.400	1'45"	11.500	1,60	10.200	—		
9.800	2'30"	11.400	1,86	8.800	—		

SORBITHOM TE

Se empezó empleando un 2% de Sorbithom TE de acuerdo con método de referencia. Como en el primer ensayo se demostró exceso de emulgente, se utilizó en los siguientes menor cantidad, no llegándose a obtener en ninguna de las proporciones ensayadas tres ensayos positivos.

Incluso al repetir el ensayo con el 2% se obtuvo un resultado opuesto al primero, es decir, que se necesitaba más emulgente. Se continuó con nuevos ensayos en cantidades crecientes, llegándose al 3,20% sin obtener resultados positivos.

Los valores experimentales se exponen a continuación:

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A		Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgente (%)	Velocidad post-adición	Tiempo		
11.300	1'45"	12.700	1'33	11.000	—		
11.200	1'50"	12.200	1,36	11.000	—		
11.200	1'20"	12.600	1,40	10.300	0'	E	
11.000	2'	12.000	1,40	10.100	—		
11.800	1'12"	13.200	1'40	11.000	—		
11.700	1'5"	13.000	1,40	10.800	—		
11.200	1'25"	12.700	1,46	10.800	—		
11.000	1'40"	12.300	1'53	10.500	—		
11.000	1'50"	12.300	1,60	10.300	0'	E	
11.000	1'40"	12.000	1,60	10.800	0'	E	
11.200	1'30"	12.300	1,60	10.200	—		
11.800	50"	12.800	1,73	10.800	—		
11.000	2'15"	12.300	2'00 (*)	11.000	0'	E	
9.900	2'20"	11.400	2,00	8.800	—		

SORBITHOM TO

Se parte de la proporción 1,60% de Sorbithom TO que en el primer ensayo da inversión inmediata, lo que indicaría exceso de emulgente, por lo que se disminuye la proporción al 1,40% sin que se obtenga resultado positivo por lo que se vuelve a aumentar hasta rebasar con creces el 2,7% que era el valor obtenido en el trabajo de referencia, llegándose incluso al 5% sin obtener tres resultados positivos pero con una pequeñísima cantidad de aumento, es decir, con el 5,06% se consiguieron tres ensayos en los que se invirtió la emulsión a los 5'30", 11'45" y 5'25", respectivamente, al añadir la mezcla de aceite-emulgente. Se considera dicha cantidad como el mínimo porcentaje de Sorbithom TO para producir la inversión de la emulsión formada.

A continuación se exponen los resultados experimentales.

Velocidad inicial (r.p.m.)	Formación emulsión A/O		Adición aceite-emulgente		Inversión a O/A	Estabilidad a los 30'
	Tiempo	Velocidad (r.p.m.)	Emulgen-te (%)	Velocidad post-adición	Tiempo	
11.100	1'55"	12.000	1,40	10.000	—	
11.400	1'30"	12.400	1,46	11.000	—	
11.200	1'55"	12.000	1,53	11.000	—	
11.300	2'10"	12.500	1,56	11.200	—	
11.200	1'40"	12.200	1,60 (*)	10.200	0'	E
10.900	2'15"	12.000	1,60	9.700	—	
10.000	2'12"	11.400	1,60	10.400	0'	E
11.000	1'45"	12.500	1,60	10.400	—	
11.200	1'5"	12.300	1,73	10.000	—	
11.000	1'50"	12.800	1,80	10.000	—	
10.600	1'50"	12.100	1,86	10.000	—	
11.500	1'15"	12.000	1,93	10.300	—	
10.200	2'20"	11.400	2,00	10.300	—	
10.100	2'30"	12.000	2,06	10.000	—	
11.000	1'55"	12.400	2,13	10.000	—	
10.000	2'35"	11.600	2,2	10.000	—	
10.800	1'50"	12.100	2,26	10.200	—	
10.300	2'35"	11.800	2,40	10.500	—	
11.000	1'45"	11.800	3	10.400	—	
11.000	1'35"	11.600	3,13	10.400	—	
10.800	2'	12.000	3,26	10.000	—	
11.100	1'20"	12.000	3,46	10.000	—	
10.800	2'15"	11.600	3,66	10.000	—	
11.200	1'	12.000	3,80	10.000	—	
11.000	1'40"	12.200	4,00	10.100	—	
11.100	1'15"	11.900	4,06	9.900	—	
10.800	2'	11.200	4,13	10.200	0'	E
10.800	1'35"	11.600	4,13	10.300	0'	E
11.400	1'15"	11.600	4,13	10.000	—	
11.400	1'17"	12.800	4,26	10.500	—	
9.800	2'30"	11.100	4'4	8.800	—	
11.000	1'55"	12.000	5,00	10.000	—	

3.5.2.3.—*Discusión de resultados.*

El asterisco (*) con que se señala uno de los porcentajes de emulgente en cada uno de los cuadros de valores experimentales indica la cantidad de dicha sustancia con que se empezó a ensayar, coincidente en todos, excepto en el Sorbithom TO, con la mínima cantidad de emulgente necesaria para producir la inversión, según el método de Oliver-Suñé.

Todas las series de ensayos de los diferentes emulgentes se ordenan para una mayor claridad de acuerdo con el porcentaje de emulgente utilizado de menor a mayor, aunque en la práctica se empezó con el porcentaje de emulgente indicado que se aumentaba o disminuía de acuerdo con los resultados que en cada caso se obtenían.

De acuerdo con las condiciones establecidas inicialmente, la inversión de la emulsión solamente se realiza en las condiciones óptimas en los emulgentes Tween 20 y Sorbithom TL que son precisamente también aquellos en que las cantidades mínimas necesarias para obtener inversión coinciden con las del método de referencia. En todas los demás emulgentes, o se produce la inversión cuando se considera que hay exceso de emulgente (a los cero minutos de agitación después de añadir el aceite-emulgente) o no se produce ni después de los 15 minutos.

Se llegan a resultados positivos aunque algo diferentes de los obtenidos con el método de referencia, con los emulgentes Tween 60, Tween 80 y Sorbithom TO, cuya cantidad mínima necesaria para la inversión de la emulsión fue de 1,50%, 1,80% y 5,06%, respectivamente.

Finalmente con los emulgentes restantes, es decir, Tween 40, no se llega a resultados positivos ni con el 7%, Sorbithom TP no se llega a resultados positivos ni con el 1,86%, Sorbithom TE no se llega a resultados positivos ni con el 3,20%, aunque en los tres casos se llega a obtener en dos ensayos la inversión a los cero minutos pero sin conseguir el tercero, correspondiente a las proporciones 3%, 1,33% y 1,60% respectivamente. No obstante, aún en el supuesto de que se hubiesen invertido en los tres ensayos, no se explicaría el por qué a mayor concentración no se consigue la inversión.

CONCLUSIONES

- 1.—En el estudio de la técnica de determinación de la potencia de un emulgente de Oliver y Suñé se llega a las siguientes conclusiones:
 - a) La velocidad de agitación influye en el tiempo que tarde en efectuarse la inversión del tipo de la emulsión.
 - b) La reproductibilidad de ensayos sólo se consigue utilizando exactamente la misma técnica y dispositivos. Concretamente es indispensable la placa rectangular unida al agitador para obtener los resultados de Oliver y Suñé.

- 2.—Se introducen modificaciones en la técnica original de Oliver y Suñé normalizando algunos factores que podrían influir en las determinaciones. Los resultados obtenidos son similares a los de la técnica original, si bien siguen dándose en ocasiones resultados anómalos y poco explicables que hacen pensar en la intervención de algún nuevo factor hasta ahora no considerado.