



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

LICENCIATURA EN QUÍMICA

TESIS

**FORMULACIÓN DE ANTIESPUMANTES EN
EMULSIÓN A PARTIR DEL PARÁMETRO HLB**

Para obtener el grado de
Licenciado en Química

PRESENTA

Rodrigo Gabino Olvera Meneses

Director

Dr. José Antonio Rodríguez Ávila

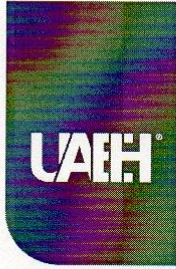
Comité tutorial

Dr. Carlos Andrés Galán Vidal

Dr. Israel Samuel Ibarra Ortega

Dra. María Elena Páez Hernández

Pachuca de Soto, Hgo., México., abril 2024



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo
Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería
School of Engineering and Basic Sciences

Mineral de la Reforma, Hgo., a 20 de marzo de 2024

Número de control: ICBI-D/390/2024

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCÍO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

Con fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; Título Quinto, Capítulo II, Capítulo V, Artículo 51 Fracción IX del Estatuto General de nuestra Institución, por este medio le comunico que el Jurado asignado al Pasante de la Licenciatura en Química **Rodrigo Gabino Olvera Meneses**, quien presenta el trabajo de titulación "**Formulación de antiespumantes en emulsión a partir del parámetro de HLB**", después de revisar el trabajo en reunión de Sinodales ha decidido autorizar la impresión del mismo, hechas las correcciones que fueron acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dr. Carlos Andrés Galán Vidal

Secretario: Dra. María Elena Páez Hernández

Vocal: Dr. José Antonio Rodríguez Ávila

Suplente: Dr. Israel Samuel Ibarra Ortega

Sin otro particular por el momento, reciba un cordial saludo.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

Dr. Otilio Arturo Acevedo Sandoval
Director del ICBI



OAAS/YCC



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
Teléfono: 771 71 720 00 Ext. 2231 Fax 2109
direccion_icbi@uaeh.edu.mx

uaeh.edu.mx



Éste trabajo de investigación se realizó en el Laboratorio 1 del Área Académica de Química de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo y en Laboratorio de I+D de Soluciones Químicas Globales, S. de R.L.M.I. como resultado del proyecto CONAHCYT-EFIDT 330053, Investigación y desarrollo de sistemas de control de espuma para la sustentabilidad ambiental de la industria de papel en México.

AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi profundo agradecimiento a las personas que siempre han estado a mi lado, quienes me han brindado su apoyo incondicional y a quienes he recurrido en los momentos más desafiantes a lo largo de mi licenciatura.

A mis padres, José Gabino Olvera y Perla Meneses, les agradezco de todo corazón por ser mi ejemplo y por su constante apoyo durante estos cinco años de carrera. Gracias por su sacrificio y por el amor y aliento que siempre me han dado; han sido el motor que me impulsó en este desafío. Infinitas gracias.

A mi hermano José Carlos Olvera, quiero agradecerte por tu apoyo constante, por la invaluable ayuda que me brindaste en los momentos difíciles, y por la compañía que me ofreciste en este viaje académico. Siempre encontré reconfortante tu presencia. De corazón, gracias.

Por último, quiero expresar mi más sincero agradecimiento a mi novia, Alexia Hernández. Gracias por guiarme con tu sabiduría en los momentos de confusión, por el amor que me das y que me ayuda a superar cualquier desafío, por tu paciencia al escucharme y por ser siempre incondicional conmigo. Has sido mi mayor apoyo en los momentos más difíciles.

A cada uno de ustedes, les estoy profundamente agradecido por ser parte indispensable de este logro en mi vida. Sin su apoyo y amor incondicional, este camino habría sido mucho más difícil.

Índice

RESUMEN	I
1. ANTECEDENTES	1
1.1 ELABORACIÓN DE EMULSIONES.....	2
1.1.1 <i>Temperatura</i>	2
1.1.2 <i>Agitación</i>	3
1.1.3 <i>Composición de tensioactivos</i>	4
1.2 BALANCE HIDROFÍLICO-LIPOFÍLICO (HLB).....	6
1.3 ANTIESPUMANTES.....	9
2. OBJETIVOS	12
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	12
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	12
3. PARTE EXPERIMENTAL	13
3.1 REACTIVOS Y SOLUCIONES.....	13
3.1.1 <i>Tensioactivos</i>	13
3.1.2 <i>Sustancias de referencia</i>	13
3.1.3 <i>Sustancias a analizar</i>	13
3.2 PREPARACIÓN DE EMULSIONES PARA DETERMINAR EL VALOR DE HLB.....	13
3.3 DETERMINACIÓN DEL VALOR DE HLB.....	14
3.3.1 <i>Método de tamaño de partícula</i>	14
3.3.2 <i>Método de conductividad</i>	14
3.4 FORMULACIÓN DE SOLUCIÓN ESPUMANTE.....	15
3.5 EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO ANTIESPUMANTE EN COMPONENTES INDIVIDUALES.....	15
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	16
4.1 TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	16
4.2 CONDUCTIVIDAD.....	18
4.3 DESEMPEÑO ANTIESPUMANTE.....	21
4.4 DISEÑO DE FORMULACIÓN ANTIESPUMANTE.....	23
CONCLUSIONES	26
REFERENCIAS	27

Resumen

El balance hidrofílico-lipofílico (HLB) introducido por Griffin en la década de los 90s, se describe como una escala que oscila en valores de 0 a 20. Esta escala es empleada para identificar el carácter lipofílico o hidrofílico de una sustancia.

Esta investigación se enfocó en la consecución de dos objetivos esenciales. En una primera etapa, se desarrollaron y validaron metodologías para la determinación del valor de HLB en emulsiones, explorando la relación entre el tamaño de partícula y la conductividad. Posteriormente, se seleccionó la metodología basada en conductividad debido a su confiabilidad y simplicidad operativa. En segundo término, se llevaron a cabo formulaciones de emulsiones con diversos componentes oleosos, con el propósito de evaluar su capacidad antiespumante. Durante este proceso, se identificaron el aceite mineral y el aceite de canola como los más efectivos en una solución espumante formada a partir del dodecilsulfonato de sodio. A través de un diseño de experimentos, se determinó que la emulsión óptima para esta solución era aquella formulada con aceite mineral. Estos resultados representan una contribución significativa para la formulación de emulsiones antiespumantes, resaltando la relevancia del aceite mineral como componente fundamental en este contexto. La combinación de estas metodologías y formulaciones ofrece una perspectiva integral para la aplicación práctica en la industria de emulsiones y productos antiespumantes.

1. ANTECEDENTES

Una emulsión se forma al agitar mecánicamente dos líquidos inmiscibles, por lo general uno de naturaleza hidrófila (agua) y otra de naturaleza hidrófoba (aceite) (Lieberman, 1988). Durante el proceso de formación de la emulsión, uno de los líquidos se dispersará en el otro en forma de pequeñas gotas, permitiendo la visualización de dos fases. El líquido dispersado se conoce como fase dispersa, mientras que el otro se conoce como fase continua. Para lograr la estabilización de las fases es necesario emplear un tensioactivo, el cual cuenta con una estructura molecular con una parte hidrófila y otra hidrófoba; el uso de un tensioactivo ayuda a disminuir la tensión interfacial de ambas fases, estabilizando la emulsión (Gautam et al., 2006).

En la actualidad, las emulsiones son componentes ampliamente presentes en una variedad de productos que consumimos a diario. En la industria alimentaria; estas emulsiones desempeñan un papel fundamental en la obtención de sabores y texturas específicas que satisfagan las preferencias del consumidor. Entre los productos que hacen uso de emulsiones se incluyen lácteos, mayonesas, aderezos y cremas para café, entre otros (Álvarez y Bautista, 2020).

Asimismo, en la industria cosmética; las emulsiones han adquirido una importancia significativa, ya que son esenciales para la fabricación de productos como cremas hidratantes, lociones, geles de baño y emulsiones de fragancias. Estos productos mejoran la experiencia de cuidado personal en nuestra rutina diaria.

En la industria farmacéutica; las emulsiones son herramientas indispensables en la producción de medicamentos, abarcando desde emulsiones orales hasta cremas tópicas y formulaciones intravenosas. Su versatilidad y capacidad para mejorar la eficacia de las formulaciones farmacéuticas las convierten en una parte esencial de la industria (Muñoz et al., 2007).

1.1 Elaboración de emulsiones

Desde el punto de vista químico, la elaboración de emulsiones se revela como un proceso sumamente intrincado. En este proceso se logra la formación de sistemas coloidales compuestos por dos líquidos que en su estado natural no se mezclan armoniosamente; en cambio, uno se dispersa en el otro en forma de diminutas gotas. El objetivo primordial en la elaboración de emulsiones es alcanzar una dispersión estable donde la tensión en la interfaz entre estos dos líquidos disminuya, lo que se traduzca en la obtención de una emulsión homogénea. Este objetivo requiere una consideración minuciosa de una serie de parámetros críticos, entre los que destacan: la temperatura, agitación, composición de tensioactivos y el tamaño de partícula.

Cada uno de estos factores desempeña un papel crucial en el proceso de elaboración para lograr una emulsión que cumpla con las especificaciones deseadas y garantice su estabilidad a lo largo del tiempo.

1.1.1 Temperatura

La temperatura es un factor crítico en la elaboración de emulsiones, ya que afecta la solubilidad de los componentes, la capacidad de los tensioactivos para reducir la tensión interfacial y la viscosidad de los componentes. A temperaturas bajas, los tensioactivos son menos eficaces para reducir la tensión interfacial, lo que puede provocar la coalescencia de las gotas de emulsión. Además, a temperaturas bajas, la viscosidad de los componentes aumenta, lo que puede dificultar la dispersión de las gotas de emulsión. La temperatura óptima para la formación de emulsiones depende de la composición específica de los componentes involucrados.

Por lo tanto, es importante controlar la temperatura durante el proceso de elaboración de emulsiones para garantizar la formación de emulsiones estables y de alta calidad (Alfonso y Drubey, 2008).

En resumen, la temperatura afecta la formación y estabilidad de emulsiones de las siguientes maneras:

- Los componentes son menos solubles a temperaturas bajas, lo que puede dificultar la dispersión de las gotas de emulsión.
- Los tensioactivos son menos eficaces para reducir la tensión interfacial a temperaturas bajas, lo que puede provocar la coalescencia de las gotas de emulsión.
- La viscosidad de los componentes aumenta a temperaturas bajas, lo que puede dificultar la dispersión de las gotas de emulsión.

Kolotova et al., (2018) evaluó el efecto de la temperatura en la elaboración de una emulsión cuya fase oleosa era petróleo crudo y usando alquilbenceno sulfonato de sodio como tensioactivo, los autores encontraron que la viscosidad de las emulsiones a 25 °C era aproximadamente un 50 % mayor que la viscosidad de las emulsiones a 55 °C. Este aumento en la viscosidad se debe a que la viscosidad del petróleo crudo aumenta a temperaturas más bajas.

1.1.2 Agitación

La agitación es un elemento crítico en el proceso de elaboración de emulsiones, sin la acción de agitar, las gotas tienden a separarse rápidamente, lo que conlleva a la formación de emulsiones inestables. La agitación cumple dos funciones en este proceso, la primera es fragmentar las gotas de mayor tamaño en gotas más pequeñas, aumentando considerablemente la superficie interfacial, esta área de contacto es esencial debido a que es la que mantiene cohesionadas a las gotas de emulsión, y en segundo lugar, la agitación constante evita que las gotas dispersas se fusionen entre sí.

Existen varios métodos de agitación empleados en la elaboración de emulsiones. El método más común es la agitación mecánica, que utiliza un agitador para mezclar eficazmente las fases acuosa y oleosa.

Otra alternativa de agitación es el uso de ultrasonido descrito en una mezcla de aceite de girasol/agua, utilizando Span 80:Tween 80 en un baño de ultrasonido a 400 W durante 10 min produce emulsiones con un tamaño de gotas de diámetro de 150–180 nm (Taha et al., 2020).

1.1.3 Composición de tensioactivos

El diseño de emulsiones considera como uno de los parámetros de control al tamaño de partícula, dicho término se refiere al diámetro promedio de las partículas dispersas en una solución o emulsión. La distribución de la fase dispersa en la fase continua debe ser homogénea con un tamaño de partícula pequeño que ayude a evitar la separación de las fases (estabilidad de una emulsión). Un tamaño de partícula pequeño permite mejorar la estabilidad de la emulsión, pues produce una reducción de coalescencia. Por otro lado, un tamaño de partícula grande puede aumentar la viscosidad de la emulsión (Farias, 2009).

Schmidts et al., (2010) describen que las gotas internas de agua en las emulsiones que contienen aceite de parafina/agua preparadas en su estudio, tenían un tamaño de aproximadamente 650 nm al utilizar una mezcla de tensioactivos estearato-10/cetoestearato-30, sin embargo, señalan que al usar una mezcla de tensioactivos estearato PEG-8/polisorbato-20 el tamaño de partícula aumenta, dejando en evidencia que el tamaño de partícula dependerá del tipo de tensioactivo seleccionado.

Los tensioactivos son compuestos con una estructura molecular anfifílica que consta de una porción hidrofílica y otra hidrofóbica. Estas moléculas se encuentran preferentemente en la interfaz entre fluidos con diferentes niveles de polaridad. Las características de un tensioactivo se pueden definir por diversos parámetros, entre ellos: la concentración micelar crítica (CMC) y el balance hidrofílico-lipofílico (HLB) (Jimenez et al., 2010).

La composición de tensioactivos se presenta como un factor clave en la elaboración de emulsiones estables y con propiedades deseables. Esta importancia radica en la influencia que los tensioactivos ejercen sobre la dinámica interfacial y la estabilidad de las emulsiones. Comprender cómo las mezclas de tensioactivos interactúan entre sí y con las fases dispersas se rige como un pilar fundamental para la optimización del proceso de emulsificación, lo

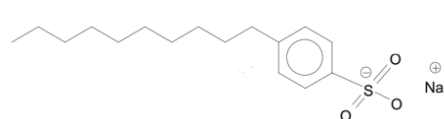
que a su vez conduce a la obtención de productos finales que cumplen con los más altos estándares de calidad y rendimiento (Farias, 2009).

Existen cuatro tipos de tensioactivos, clasificados según sus propiedades; tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos y anfóteros (Jimenez et al., 2010).

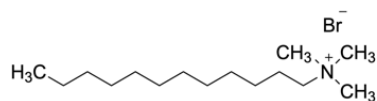
La Tabla 1 muestra los principales tensioactivos empleados a nivel industrial, mientras que en la Figura 1, se representan las estructuras químicas a modo de ejemplo.

Tabla 1. Tensioactivos utilizados a nivel industrial.

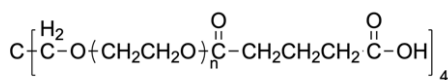
Tipo de Tensioactivo	Tensioactivos utilizados
Catiónicos	<ul style="list-style-type: none"> • bromuro de cetiltrimetilmonio • cloruro de benzalconio
Aniónicos	<ul style="list-style-type: none"> • lauril sulfato de sodio • dodecil bencen sulfonato de sodio (LAS)
No iónicos	<ul style="list-style-type: none"> • polioxietileno octilfenil éter • polioxietileno sorbital éster (POSE) • tergitol NP-10 • polisorbato 80
Anfóteros	<ul style="list-style-type: none"> • cocamidopropil betaína



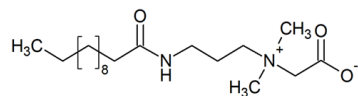
a) dodecilbencen sulfonato de sodio (LAS)



b) bromuro de dodecil trimetilamonio



c) polisorbato 20



d) cocamidopropil betaína

Figura 1. Estructuras representativas de tensioactivos: a) aniónico, b) catiónico, c) no iónico y d) anfótero.

Como se mencionó anteriormente, un parámetro importante al hablar de tensioactivos es la CMC, esta describe el punto en el cual las moléculas del tensioactivo empiezan a agruparse, generando la formación de la micela. Esta concentración de tensioactivo en la

cual se observa la formación de la micela se conoce como CMC. La Figura 2 es una representación de la formación de una micela, en ella se puede apreciar la agrupación de una serie de cadenas anfifílicas hasta el punto de formar una esfera, lo cual es de importancia ya que es en donde la fase oleosa quedará contenida, permitiendo la estabilidad de la emulsión.

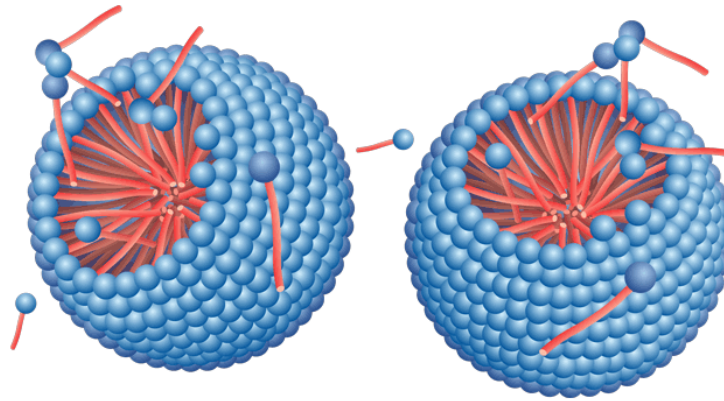


Figura 2. Formación de micela esférica. Recuperado de dataphysics instruments:
<https://www.dataphysics-instruments.com/knowledge/understanding-interfaces/#>

El diseño de emulsiones estables debe planificarse considerando la obtención de tamaños de partícula pequeños, controlado por la CMC, donde a menor valor de CMC se obtienen menores tamaños de partícula (Friberg y Goldsmith, 1968). Sin embargo, se requiere de considerar las propiedades hidrofílicas-lipofílicas de la fase dispersa y tensoactivos, empleando en valor de HLB, donde la información es limitada y requiere obtenerse prácticamente para cada sistema.

1.2 Balance hidrofílico-lipofílico (HLB)

El balance hidrofílico-lipofílico fue introducido por Griffin como una escala que varía de 0 a 20, esta es utilizada para identificar el carácter lipofílico o hidrofílico de cualquier sustancia. En el caso de tensoactivos hidrofílicos, se tienen valores de HLB generalmente por encima de 10, mientras que los tensoactivos lipofílicos tienen valores que oscilan entre 1 y 10 (Griffin, 1949).

Uno de los problemas principales al momento de planear la formulación de una emulsión es garantizar su estabilidad durante un periodo largo de tiempo. Por esta razón, se busca

encontrar la forma de optimizar este proceso. Una de las estrategias más empleadas es utilizar valores iguales de HLB tanto para la fase oleosa como para los tensioactivos.

La determinación del valor de HLB de cualquier sustancia es por tanto fundamental en la elaboración de emulsiones, con la finalidad de determinar el valor de HLB se ha propuesto asociarlos a características de las emulsiones, como son: tamaño de partícula y/o viscosidad.

Prinderre et al., (1997) describen que la metodología para su evaluación consiste en preparar emulsiones que contienen 15 % (p/p) del compuesto a evaluar, 5% de la mezcla de tensioactivos y 80% (p/p) de agua. Por otro lado, señala que cuando se desea conocer el valor de HLB de un tensioactivo, se deben preparar emulsiones de aceite mineral (HLB = 10)-agua, mezclando el tensioactivo a evaluar con Span 60, Tween 80 y SDS (Tabla 2), el valor de HLB de la mezcla con la siguiente expresión:

$$HLB_{mezcla} = \sum f_i HLB_i$$

Donde HLB_{mezcla} es el valor de HLB de la mezcla de tensioactivos, f_i es la fracción en masa y HLB_i es el valor HLB del tensioactivo "i".

Tabla 2. Valores de HLB de tensioactivos utilizados a nivel industrial.

Grupo Tensioactivo	HLB
Alquil sulfato de sodio	
i. SDS (dodecil sulfato de sodio)	40.0
Polioxietileno sorbital ésteres	
ii. Tween 80 (Polioxietileno sorbitán monooleato)	14.9
Ésteres de sorbitán	
iii. Span 60 (monostearato de sorbitán)	4.7

Al preparar la serie de emulsiones en los diferentes valores de HLB se obtendrán tres tipos de emulsiones: cremas, estables e inestables, cuyas características serán visibles. Cuando la viscosidad es alta, se observará la formación de cremas. Por otro lado, al reducirse la viscosidad y al acercarse el valor de HLB al valor óptimo, las emulsiones se vuelven fluidas, llevando gradualmente a la obtención de emulsiones estables caracterizadas por su

homogeneidad. Finalmente, al exceder el valor de HLB crítico se producirá una emulsión inestable en la que será evidente la separación de fases.

Al momento de determinar el tamaño de partícula o la viscosidad, se observarán gráficos como el que se muestra en la Figura 3, que son de utilidad en la estimación del valor de HLB crítico.

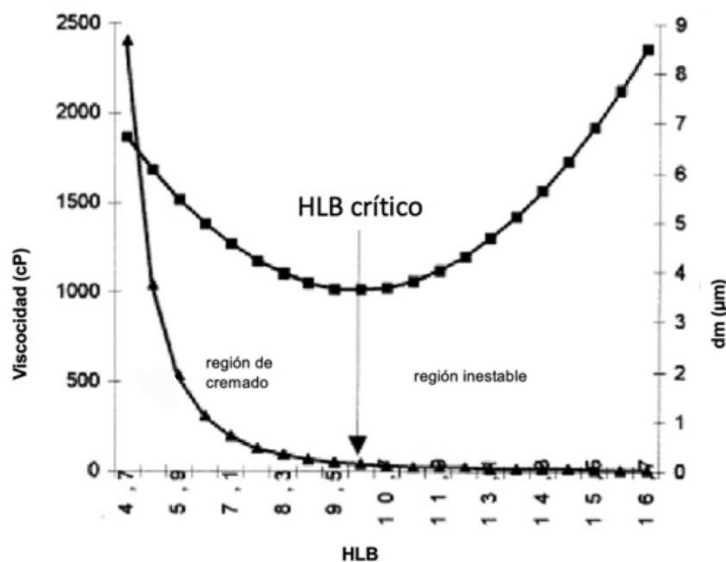


Figura 3. Curvas de viscosidad y tamaño de partícula vs. valor de HLB (Prinderre et al., 1997).

La conductividad es una propiedad importante en el mundo de las emulsiones, pues esta nos da información acerca de la estabilidad de la fase dispersa en la emulsión. La conductividad se utiliza para determinar la naturaleza de la emulsión y controlar su estabilidad con el tiempo (Kato et al., 1985). Las emulsiones son estables cuando no hay migración de electrolitos y otras sustancias encapsuladas en la fase acuosa interna. Un aumento en la conductividad indica una liberación de electrolitos, esto puede ocurrir como resultado de la ruptura de las micelas (Schmidts et al., 2010).

Asimismo, cuando se tiene una emulsión estable, las partículas permanecen uniformemente cargadas y distribuidas por toda la emulsión, dificultando la separación de fases o la coalescencia. Por otro lado, al presentarse una emulsión inestable, las partículas

cargadas comenzarán a agruparse y se formarán grumos. Cuando se tienen emulsiones aceite en agua, se ha demostrado que se puede determinar la emulsión óptima mediante una curva de conductividad contra HLB. De manera muy similar a lo que se observa en la Figura 3, el HLB crítico corresponderá al valor en el cual exista un cambio en la pendiente (Puisieux y Seillier, 1983).

1.3 Antiespumantes

La adición de antiespumantes es necesario para reducir la formación de espuma en la producción de pulpa y papel, procesamiento de alimentos, industria textil, fabricación de medicamentos, tratamiento de aguas residuales, industria petrolera, entre otras. Wasan y Cristiano (1997) definen un antiespumante como aquella sustancia que está predispersa en la solución espumante en forma de partículas sólidas, gotas de aceite o glóbulos mixtos de aceite y sólido que modifican las características superficiales evitando o limitando la formación de espuma.

Existen una variedad de antiespumantes, pero uno de los más importantes es el antiespumante de aceite-agua-tensioactivo (Karakashev y Grozdanova, 2012). Pelton y Flaherty (2003) describen que cuando se agrega un antiespumante de aceite en agua a un sistema líquido, las gotas de emulsión del antiespumante (aceite) se adhieren a las burbujas de aire en la espuma deformando en lentes la interfaz agua/aire, equilibrando las fuerzas de tensión superficial y gravitatorias (Figura 4) evitando la coalescencia de las burbujas dando como resultado la ruptura de la burbuja.

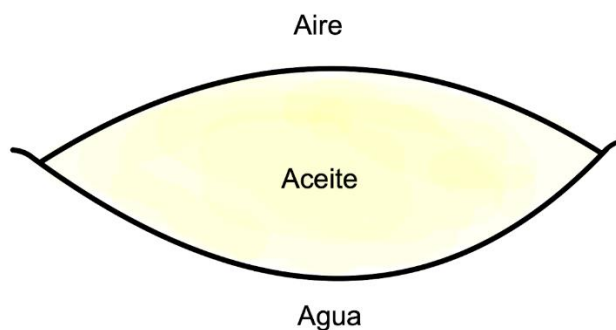


Figura 4. Deposición del antiespumante sobre la superficie de la burbuja.

Debido a que el agua y el aceite no son miscibles, es necesaria la adición de tensioactivos para formar la emulsión aceite en agua. La selección cuidadosa de los tensioactivos es crucial para garantizar que las microgotas de aceite se adhieran a las burbujas de aire y rompan la espuma de manera eficaz (Pelton y Flaherty, 2003).

Pugh (1996) analizó espumas inestables, preparadas a partir de soluciones acuosas de alcoholes (C2 a C8). Su investigación reveló que la espuma tiene una vida que varía hasta los 20 segundos (Tabla 3). Además, Pugh describe que los alcoholes empleados son tensioactivos suaves. Finalmente encontró que existe una relación entre la vida de la espuma y la concentración de tensioactivo en la solución.

Tabla 3. Persistencia máxima de espuma y concentración óptima correspondiente para tensioactivos débilmente espumantes.

Tensioactivo	Persistencia máxima de espuma (s)	Concentración óptima (mol/l)
Etilo	5	0.28000
Propilo	11	0.34000
Isobutilo	12	0.09000
Isoamilo	17	0.03600
Terc-butilo	10	0.03400
Heptilo	8	0.00007
Octilo	5	0.00030

El desempeño de los antiespumantes se evalúa mediante tres términos: actividad del antiespumante, durabilidad y eficiencia. La actividad antiespumante se refiere a la capacidad para prevenir la formación o destruir rápidamente la espuma generada. Una mayor actividad implica menos espuma generada o una destrucción más rápida. La durabilidad se relaciona con la cantidad total de espuma que un antiespumante puede destruir antes de perder su eficacia. Un antiespumante más duradero puede manejar volúmenes de espuma mayores o mantener el volumen de espuma bajo durante más tiempo. Por otro lado, la eficiencia es una medida cualitativa del rendimiento del antiespumante, considerando tanto su actividad como su durabilidad (Denkov, 2004).

La formación de espuma se promueve en tres tipos de sistemas (Figura 5): A) Ross-Miles;(B) agitación automatizada; (C) burbujeo de aire, y el desempeño se determina midiendo la formación de espuma en ausencia y presencia de la emulsión antiespumante.

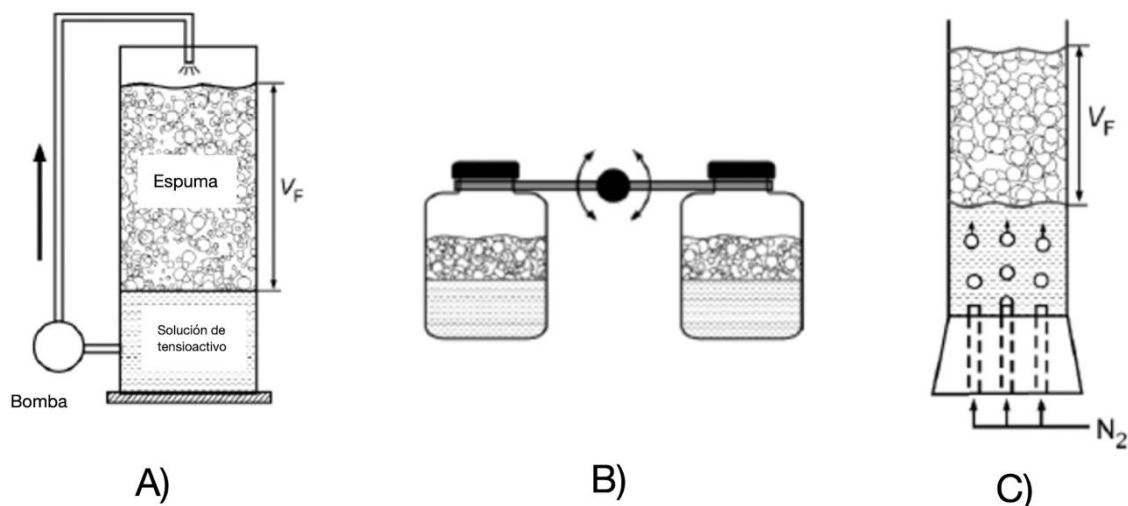


Figura 5. Formación de espuma en diversos sistemas, A) Ross-Miles;(B) agitación automatizada; (C) burbujeo de aire (Denkov, 2004).

Para medir estos parámetros, Denkov (2004) realizó pruebas con un antiespumante compuesto de aceite de silicón-sílica gel. Durante la prueba, se monitoreó el volumen de espuma a lo largo de 3000 segundos. Cuando se predispuso un 0.02 % en peso de este compuesto en la solución, el antiespumante logró mantener el volumen de espuma por debajo de 10 mL durante aproximadamente 3000 segundos.

La durabilidad del antiespumante se midió observando el momento en el cual se agotaba, indicado por un aumento rápido en el volumen de espuma. La cantidad total de espuma destruida antes del agotamiento, normalizada por la cantidad de antiespumante utilizado, proporciona una medida de la durabilidad del antiespumante.

2. Objetivos

2.1 Objetivo general

Diseñar una metodología que permita determinar el valor de HLB de compuestos químicos empleando propiedades fisicoquímicas.

2.2 Objetivos Específicos

- Diseñar y validar metodologías de determinación del valor de HLB mediante la relación del tamaño de partícula o la conductividad de emulsiones.
- Proponer una metodología que permita formular emulsiones estables utilizando el valor de HLB como variable crítica.
- Formular emulsiones de componentes individuales o en mezclas para su evaluación como antiespumantes.

3. Parte experimental

3.1 Reactivos y soluciones

3.1.1 Tensioactivos

Se utilizaron tres tipos de tensioactivos distintos. El primero fue el tensioactivo aniónico Dodecil Sulfato de Sodio (SDS), que tiene un valor de HLB de 40. El segundo fue el tensioactivo no iónico Tween 80, con un valor de HLB igual a 15. Finalmente, se utilizó el tensioactivo no iónico Span 60, con un valor de HLB de 4.7. Estos tres tensioactivos fueron seleccionados para la evaluación inicial del valor de HLB y su uso genera emulsiones estables (Nollet et al., 2019).

3.1.2 Sustancias de referencia

En la formulación de emulsiones, se emplearon tres sustancias conocidas destinadas a cumplir la función de la fase oleosa. Estas sustancias poseen valores de HLB conocidos, lo que permite que estas tres series de emulsiones sirvan para evaluar las metodologías propuestas. Esta etapa resulta importante para verificar la eficacia de la metodología, especialmente cuando se utilizan sustancias con valores de HLB desconocidos. Las sustancias de referencia utilizadas en este estudio son las siguientes: 1) alcohol cetílico (C16, HLB=15), 2) alcohol estearílico (C18, HLB= 14) y 3) aceite mineral (HLB= 10).

3.1.3. Sustancias a analizar

Por otra parte, se replicó la metodología para encontrar el valor de HLB de sustancias con valores aún no reportados, dichas sustancias son: 1) poliglicerol, 2) polipropilenglicol, 3) aceite de canola y 4) mezcla de alcoholes grasos.

3.2 Preparación de emulsiones para determinar el valor de HLB

Se prepararon una serie de seis emulsiones para cada fase oleosa. La composición de las emulsiones consistió en un 15% (p:p) del compuesto a evaluar (fase oleosa), 5% (p:p) de tensioactivo (o mezcla de tensioactivos) y 80% (p:p) de agua (Tabla 4). El tensioactivo hidrofílico se solubilizó en agua y el tensioactivo lipofílico en la fase oleosa; ambos se

colocaron en un baño maría a 60°C durante 5 minutos. La fase oleosa se dispersó en la acuosa mediante el uso de un homogeneizador a 900 r.p.m. a lo largo de 15 minutos. Posteriormente se enfría en un baño maría a 25 °C con una agitación de 600 r.p.m. por 6 minutos.

Tabla 4. Valores de HLB y masa molar de los compuestos empleados.

HLB	SDS (g)	Tween 80 (g)	Span 60 (g)	Fase oleosa (g)	H ₂ O (g)
7	0.026	1.060	4.000	10.0	85.0
9	0.024	2.020	3.000	10.0	85.0
11	0.021	3.050	2.000	10.0	85.0
13	0.022	4.000	1.000	10.0	85.0
15	0.029	4.960	0.028	10.0	85.0
17	0.440	4.590	0.034	10.0	85.0

3.3 Determinación del valor de HLB

3.3.1 Método de tamaño de partícula

El diámetro de las partículas de cada una de las emulsiones realizadas fue medida mediante el uso de un microscopio óptico AmScope, obteniendo imágenes con un objetivo de 40X.

A partir de la imagen, se determinó el diámetro de 10 partículas, calculándose el tamaño promedio de partícula para cada emulsión estudiada. De manera análoga a la Figura 3, se genera un gráfico que muestra el tamaño de partícula en función del valor de HLB para obtener el valor crítico de HLB de cada componente evaluado.

3.3.2 Método de conductividad

Se realizó por triplicado la medición de conductividad de cada una de las emulsiones realizadas utilizando un conductímetro Thermo Scientific ELITEPCTS. Se obtuvo un valor promedio para cada uno de los componentes evaluados, de forma similar a la Figura 3. se realizó un gráfico de conductividad en función del HLB para obtener el valor crítico de HLB de cada componente evaluada.

3.4 Formulación de solución espumante

La formulación de la solución espumante se llevó a cabo mediante un proceso controlado. En primer lugar, se preparó el medio que consiste en agua mantenida a una temperatura de 80°C mediante un baño maría, con una agitación constante a 300 r.p.m. Una vez que la temperatura alcanzó los 80°C, se añadió: 0.01% (p:p) de goma Xhantana, seguido de 0.01% (p:p) de dodecilsulfonato de sodio. Es importante mantener la temperatura en 80°C para tener una solubilización adecuada de la goma de xhantana; si durante la preparación disminuye la temperatura, está presente el riesgo de formación de grumos.

Una vez lograda la solución espumante y alcanzada la temperatura deseada, se procedió a la medición del desempeño antiespumante de los componentes individuales estudiados (Olvera et al., 2024).

3.5 Evaluación del desempeño antiespumante en componentes individuales

Una vez estimado el valor de HLB se prepararon emulsiones independientes con un contenido de sólidos del 20% p:p empleando la mezcla de tensioactivos que alcance el valor ideal de HLB para los compuestos: C16, C18, aceite mineral, poliglicerol, polipropilenglicol, mezcla de alcoholes grasos y aceite de canola. Posteriormente, se tomaron 1 ml de la emulsión y se diluyó a 100 ml con agua potable, reservando la emulsión diluida para su evaluación.

En una probeta de 500 ml se adicionaron 250 ml de la solución espumante y se introdujo en la parte inferior una manguera con dispersor conectada a una bomba de aire que proporcionó un flujo de 2.5 mL/min, se registró el volumen de espuma generada cada 30 segundos hasta alcanzar un volumen máximo de espuma de 250 ml en un tiempo máximo de 5 minutos. Para la evaluación de los componentes se adicionaron 1 ml de la emulsión diluida a los 250 ml de solución espumante y se realiza la determinación del volumen de espuma generada.

A partir de los gráficos de volumen de espuma (ml) vs. tiempo (s) se determinó el área bajo la curva en presencia y ausencia de la emulsión antiespumante, determinando el % de inhibición de espuma conocido como desempeño antiespumante.

4. Resultados y discusión

4.1 Tamaño de Partícula

Por medio del microscopio óptico se realizaron mediciones para cada una de las seis series realizadas de cada fase oleosa. La Figura 6 muestra una imagen representativa de las emulsiones de aceite mineral en valores de HLB de 7 y 11. El tamaño de emulsión se determina a partir del promedio del diámetro de los círculos observados, el cual se estima a partir de la distancia que existe entre las dos líneas oscuras que corresponden a 0.1 mm en el portaobjetos graduado. A partir de la imagen se puede observar que el tamaño de partícula es menor cuando se tiene una emulsión preparada a un valor de HLB de 11, el cual es cercano al valor de HLB establecido para el aceite mineral.

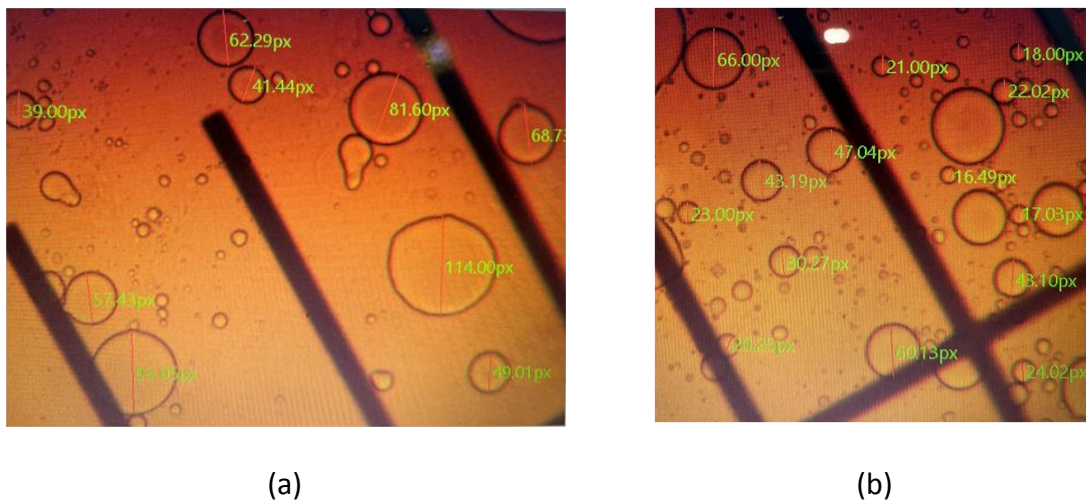


Figura 6. Tamaño de partícula de la emulsión de aceite mineral preparada a valores de HLB de: a) 7.0 y b) 11.0

La Tabla 5 presenta los valores promedio del tamaño de partícula determinado, donde se corrobora la tendencia al modelo cuadrático donde el valor de HLB se estima en el valor mínimo del mismo (Fig. 7)

Tabla 5. Valores promedio de tamaño de partícula obtenidos para el aceite mineral a diversos valores de HLB.

HLB	Tamaño de Partícula (μm)	%DER (n=5)
7	16.0	6.4
9	12.0	4.4
11	11.0	3.1
13	15.0	1.2
15	21.0	2.4

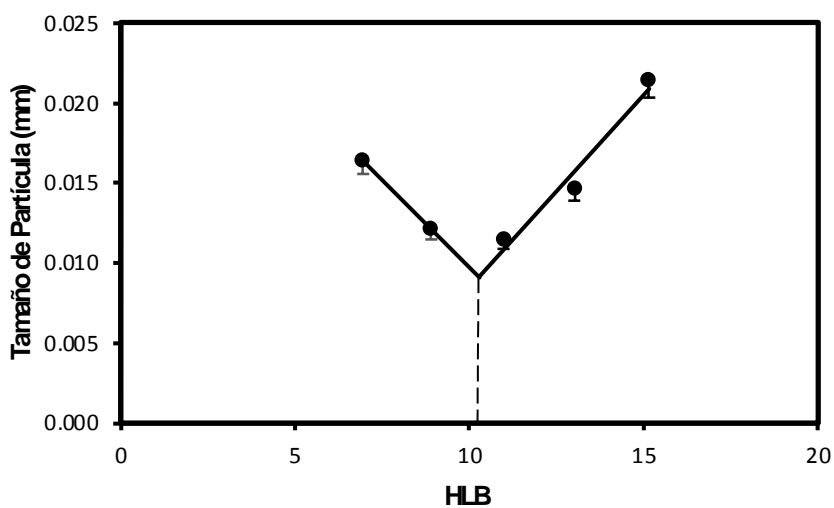


Figura 7. Representación del Tamaño de Partícula (mm) vs HLB correspondiente a las emulsiones de aceite mineral.

Este procedimiento se llevó a cabo para cada una de las fases oleosas estudiadas, encontrando un gráfico similar al de la Figura 7. La Tabla 6 muestra los valores de HLB obtenidos por el método de tamaño de partícula para cada uno de los compuestos estudiados.

Tabla 6. Valores óptimos obtenidos de HLB por el método de tamaño de partícula.

Compuesto	HLB
C16	16.5
C18	13.1
Aceite mineral	10.3
Polipropilenglicol	12.6
Poliglicerol	14.3
Aceite de Canola	15.1
Alcoholes grasos	11.0

4.2 Conductividad

Con la ayuda de un conductímetro se realizaron mediciones por triplicado para cada una de las seis series realizadas por fase oleosa, en la Tabla 7 se muestran los valores obtenidos para el alcohol estearílico. Se obtuvieron valores de desviación estándar mínimos dentro de los primeros tres valores de HLB, sin embargo, al sobrepasar el valor crítico de HLB se observa que comienza a incrementar la conductividad, dando como resultado una mayor desviación estándar en los datos debido a la inestabilidad presente en las emulsiones. La representación gráfica de los valores promedio de conductividad se muestran en la Figura 8, donde puede observarse una tendencia similar a los resultados obtenidos mediante la determinación de tamaño de partícula (Wang et al., 2023).

Tabla 7. Valores de conductividad obtenidos para el alcohol estearílico a diversos valores de HLB.

HLB	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	%DER (n=6)
7	102.7	1.1
9	81.6	0.4
11	82.1	0.7
13	100.8	5.6
15	104.5	1.6
17	127.8	4.7

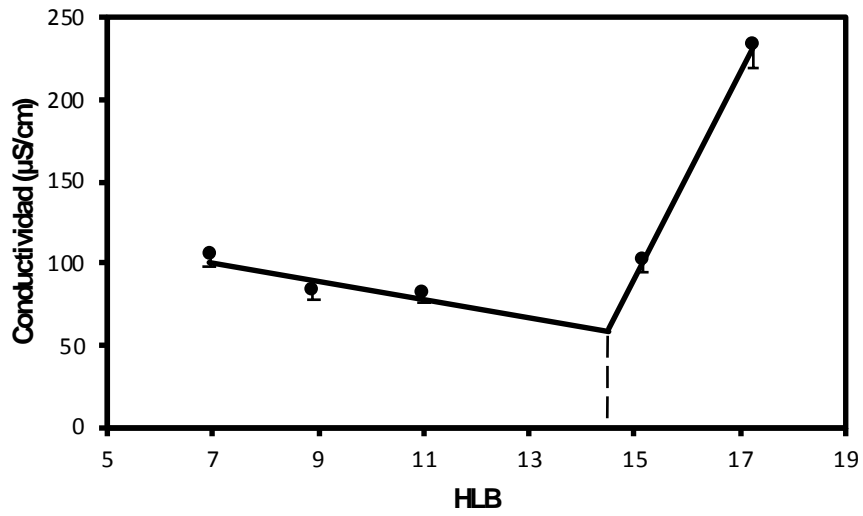


Figura 8. Gráfico de Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$) vs HLB correspondiente al alcohol estearílico.

El mismo procedimiento se repitió para cada una de las fases oleosas empleadas, obteniendo un gráfico similar al de la Figura 8. La Tabla 8. muestra los valores de HLB obtenidos por el método de conductividad.

Tabla 8. Valores óptimos de HLB obtenidos por el método de conductividad.

Compuesto	HLB
C16	15.1
C18	14.5
Aceite Mineral	10.4
Polipropilenglicol	14.9
Poliglicerol	14.9
Aceite de Canola	15.0
Alcoholes grasos	15.1

La Tabla 9 muestra los valores de HLB óptimos obtenidos mediante los métodos de conductividad y tamaño de partícula respectivamente. A simple vista se puede concluir que se obtienen valores de HLB similares en ambas metodologías, resaltando que el que más variaciones mostró fue con el compuesto de propilenglicol, esto se atribuye a la dificultad del manejo del compuesto a causa de su gran viscosidad.

Con la finalidad de resaltar las posibles diferencias entre los dos métodos empleados se realizó una prueba t para muestras emparejadas contrastando el valor determinado con el valor encontrado en la literatura para los compuestos: C16, C18 y aceite mineral,. Tanto el valor crítico de t como el valor experimental de t para ambos sistemas no mostraron el umbral de significancia establecido. Con valores experimentales de t de 2.8 y 0.4 para los métodos de conductividad y tamaño de partícula, y valor crítico de 4.3 en ambos casos. En consecuencia, según la prueba t, no hay base estadística para afirmar que exista una diferencia significativa entre los dos métodos analizados.

Tabla 9. Comparación de valores óptimos de HLB.

Compuesto	HLB		
	Conductividad	Tamaño de partícula	Teórico
C16	15.1	16.5	15.0
C18	14.5	13.1	14.0
Aceite mineral	10.4	10.3	10.0
Polipropilenglicol	14.9	12.6	
Poliglicerol	14.9	14.3	
Aceite de canola	15.0	15.1	
Alcoholes grasos	15.1	11.0	

Por otro lado, una vez obtenidos los valores experimentales para cada metodología, se puede inferir que el método de conductividad es más exacto que el método de tamaño de partícula, pues los valores obtenidos son más cercanos a los valores teóricos reportados en la literatura, sin embargo, el método de tamaño de partícula resultó ser más preciso debido a que existió menor dispersión de datos en los valores encontrados (Miller, 2002).

Por cuestión de practicidad se considera que el método de conductividad es más sencillo de llevar a cabo, pues el método de tamaño de partícula requiere de software especial para realizar las mediciones necesarias.

4.3 Desempeño antiespumante

Una vez determinado el valor de HLB experimental de cada uno de los componentes de interés, se formularon emulsiones independientes con un contenido de sólidos del 20% en el valor de HLB obtenido. Posterior a su dilución, se adiciona a la solución espumante, anotando los valores del volumen de espuma formado en la probeta al transcurrir el tiempo, esto se repitió hasta alcanzar los 300 segundos.

La Figura 9. muestra el gráfico del volumen alcanzado por cada fase oleosa empleada en función del tiempo establecido, resaltando que el aceite mineral y el aceite de canola fueron las únicas fases oleosas que inhibe la formación de espuma en un sistema de dodecil bencensulfonato de sodio al 0.01%, seguido del poliglicerol el cual mostró un buen desempeño como antiespumante.

El alcohol cetílico (C16) y la mezcla de alcoholes grasos presentan un control de la formación de espuma, pero no de inhibición. El alcohol estearílico (C18) y el polipropilenglicol fueron los compuestos oleosos que demostraron un menor desempeño como antiespumante.

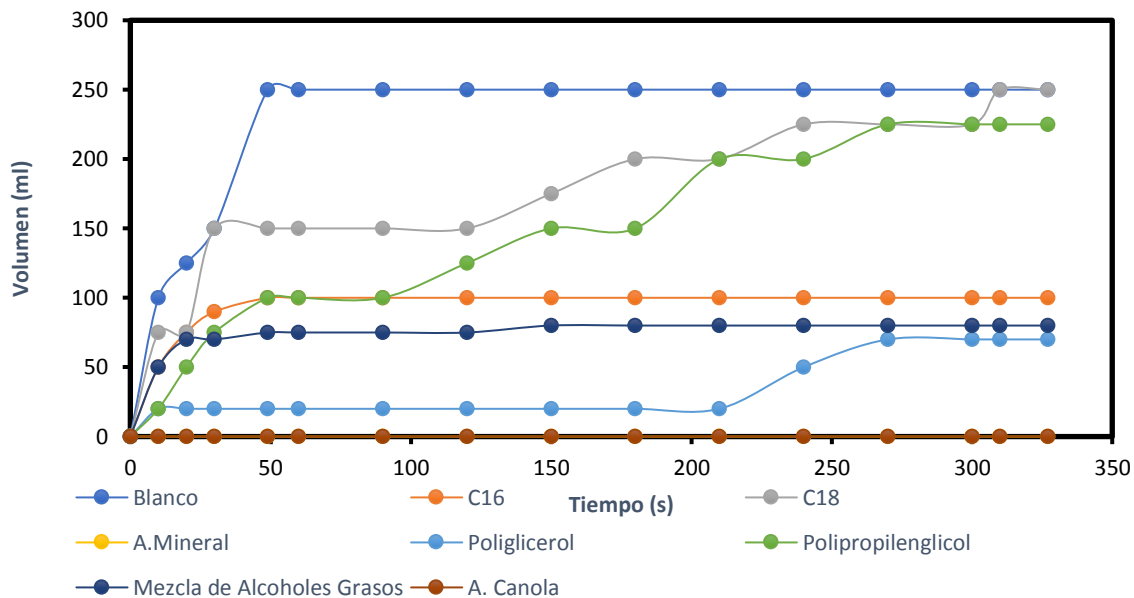


Figura 9. Gráfico del desempeño antiespumante de diversas fases oleosas.

A partir del cálculo del área bajo la curva por el método de Simpson para integración numérica (Bers, 1978), es posible calcular el desempeño antiespumante para cada componente estudiado (Tabla 10).

Tabla 10. Desempeño antiespumante para cada compuesto analizado a partir del cálculo del área bajo la curva.

Compuesto	Desempeño %
Aceite de Canola	56%
Aceite Mineral	56%
Alcohol Cetílico	32%
Alcohol Estearílico	11%
Poliglicerol	48%
Polipropilenglicol	19%
Mezcla de Alcoholes Grasos	37%

Analizando los valores de la Tabla 10, se puede observar que los compuestos que cuentan con un mejor control antiespumante son el aceite mineral y el aceite de canola, sin embargo, el poliglicerol, el alcohol cetílico y la mezcla de alcoholes grasos también presentan una capacidad antiespumante aceptable, mientras que el polipropilenglicol y el alcohol estearílico presentaron un valor de desempeño muy bajo.

4.4 Diseño de formulación antiespumante

Con la finalidad de formular una emulsión que tuviera un efecto antiespumante compuesto de más de un componente, se procedió a evaluar tres fases oleosas con base en los resultados de desempeño individual: (a) Aceite mineral, b) Polipropilenglicol, c) Mezcla de alcoholes graso. Con la finalidad de minimizar el número de formulaciones preparadas se utiliza un diseño factorial de dos niveles 2^3 , dando lugar a 8 formulaciones (Tabla 11). Para el diseño de experimentos se realizaron formulaciones compuestas por 5% de una mezcla de tensioactivos, 21% de una mezcla de fases oleosas y 74% de agua. El cálculo del desempeño antiespumante se obtiene a partir del cálculo del área bajo la curva por el método Simpson para integración numérica (Bers, 1978).

Tabla 11. Diseño de experimentos para evaluar la capacidad antiespumante de fases oleosas.

Experimento	Componente (% p/p)			HLB	Desempeño %
	A) Aceite Mineral	B) Polipropilenglicol	C) Mezcla de alcoholes grasos		
1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
2	21.0	0.0	0.0	10.3	56.0
3	0.0	21.0	0.0	12.6	35.0
4	0.0	0.0	21.0	11.0	46.0
5	10.5	10.5	0.0	11.5	46.0
6	10.5	0.0	10.5	10.6	51.0
7	0.0	10.5	10.5	11.8	34.0
8	7.0	7.0	7.0	11.3	46.0

Tabla 12. Efectos encontrados a partir del desempeño antiespumante de cada componente.

Variable	Efecto (desempeño)
A	21.0
B	2.0
C	10.0
AB	-9.5
AC	-12.5
BC	-10.5
ABC	13.0

A partir del análisis de los datos obtenidos en la Tabla 12 se puede inferir que la variable A es la que obtiene un desempeño mayor en comparación a las otras variables, por otro lado, se puede inferir que las mezclas binarias no son una buena opción ya que las tres mezclas realizadas obtuvieron un valor negativo, lo cual indica que no tienen un desempeño antiespumante favorable cuando están como mezcla, sin embargo, la mezcla ternaria ABC es la única que cuenta con un desempeño antiespumante positivo, por lo cual el uso de esta emulsión es viable, sin embargo, a partir del análisis del desempeño y de los efectos encontrados, se puede deducir que el hecho de mezclar componentes que tengan una capacidad antiespumante no garantiza que esa mezcla tendrá mejor rendimiento en comparación a los componentes individuales, es por ello que se selecciona a la variable A (aceite de canola) como la mejor opción de solución antiespumante.

Las condiciones óptimas encontradas para la formación de la emulsión fueron obtenidas a partir del análisis del gráfico de efectos medios (Figura 10) el cual se elabora a partir del promedio de las señales de las experiencias realizadas por nivel para cada componente.

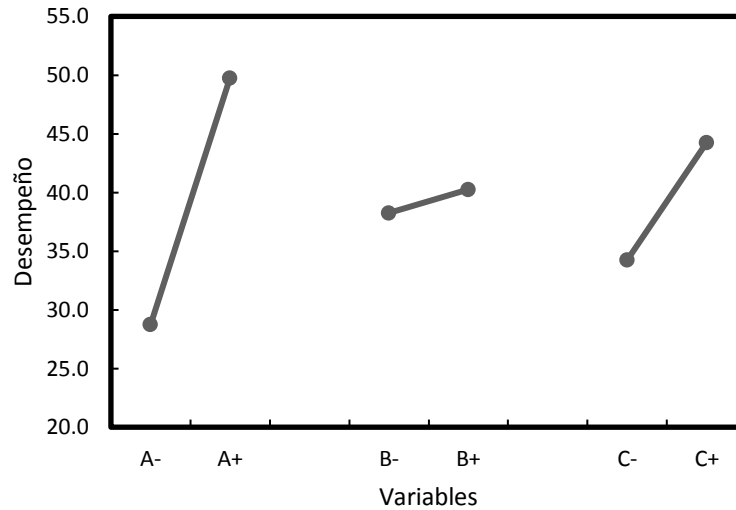


Figura 10. Gráfico de efectos obtenidos a partir del diseño experimental.

Como puede apreciarse en la Figura 10. la variable que tiene mayor influencia en el sistema, es la variable A (Aceite Mineral), por otro lado, la variable B (Polipropilenglicol) obtuvo la señal más pequeña de las tres variables estudiadas, mientras que la variable C (Mezcla de alcoholes grasos) obtuvo una señal mayor a la variable B pero menor a la de A. Debido a esto, se interpreta que las tres variables cuentan con capacidad antiespumante, a pesar de esto, se concluye que B y C no son determinantes en el sistema realizado debido a la gran capacidad antiespumante que el aceite mineral muestra en la emulsión que solo contiene este compuesto.

Conclusiones

Se diseñaron y validaron dos metodologías para determinar el valor de HLB, centradas en la conductividad y el tamaño de partícula. Ambas metodologías demostraron ser confiables, siendo la basada en conductividad más exacta y la basada en tamaño de partícula más precisa. Tras una cuidadosa evaluación, se optó por la metodología de conductividad debido a su mayor exactitud, simplicidad y facilidad de replicación, proporcionando una sólida base para futuras investigaciones y aplicaciones prácticas en la obtención de emulsiones estables a partir de la obtención del HLB crítico.

Se llevaron a cabo formulaciones con diversos componentes oleosos, abarcando tanto combinaciones como componentes individuales con el propósito de evaluar su capacidad antiespumante. Una solución espumante fue desarrollada a partir del dodecilbencensulfonato de sodio y posteriormente empleada para medir la eficacia antiespumante de cada emulsión. Los resultados indicaron que el aceite mineral y el aceite de canola exhibieron la mayor capacidad antiespumante en la solución espumante utilizada. Además, se llevó a cabo un diseño de experimentos para identificar el componente individual que ejercía el mayor efecto antiespumante. Los resultados encontrados indicaron que la emulsión óptima para la solución espumante era aquella formulada con aceite mineral, del mismo modo se logró la formulación de diversas mezclas binarias y una ternaria con la finalidad de evaluar su capacidad antiespumante, bajo estas condiciones se encontró una mezcla ternaria que tiene una suficiencia antiespumante aceptable. Estos resultados ofrecen una valiosa orientación para la formulación de emulsiones antiespumantes, destacando la eficacia específica del aceite mineral en este contexto, de este modo el presente trabajo sienta las bases para la evaluación de emulsiones con capacidad antiespumante a partir de diversas soluciones espumantes.

Referencias

1. Álvarez Nava, H. & Bautista Villarreal, M. (2020). Emulsiones en alimentos y sus aplicaciones. *Presencia universitaria*,7(14), 64–73.
2. Canselier, J.P., Delmas, H., Wilhelm, A.M., & Abismail, B. (2002). Ultrasound emulsification - an overview. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 23(1-3), 333-349.
3. Denkov, N.D. (2004). Mechanisms of foam destruction by oil-based antifoams. *Langmuir*, 20(22), 9463-9505.
4. Friberg, S.E., Quencer, L.G., & Hilton, M.L. (2020). Theory of emulsions. In *Pharmaceutical dosage forms* (pp. 53-90). CRC press.
5. Jiménez Islas, D., Medina Moreno, S.A., & Gracida Rodríguez, J.N. (2010). Propiedades, aplicaciones y producción de biotensoactivos. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 26(1), 65-84.
6. Karakashev, S. I., & Grozdanova, M. V. (2012). Foams and antifoams. *Advances in Colloid and Interface science*, 176, 1-17.
7. Kato, A., Fujishige, T., Matsudomi, N., & Kobayashi, K. (1985). Determination of emulsifying properties of some proteins by conductivity measurements. *Journal of Food Science*, 50(1), 56-58.
8. Laurencio Alfonso, H., & Delgado Drubey, y. (2008). Influencia de la temperatura en las propiedades reológicas de la emulsión de petróleo pesado. *Minería y Geología*, 24(2), 1-12.
9. Lipman Bers, Frank Karal (1978). Cálculo. México: Interamericana
10. Miller, J. N., & Miller, J. C. (2002). *Estadística y quimiometría para química analítica* (4.ª ed.). Madrid, España: Pearson Educación
11. Muñoz, J., Alfaro, M. C., & Zapata, I. (2007). Avances en la formulación de emulsiones. *Grasas y aceites*, 58(1), 64-73.
12. Muschiolik, G. (2007). Multiple emulsions for food use. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 12(4-5), 213-220.

13. Nollet, M., Boulghobra, H., Calligaro, E., & Rodier, J. D. (2019). An efficient method to determine the hydrophile-lipophile balance of surfactants using the phase inversion temperature deviation of CiEj/n-octane/water emulsions. *International Journal of Cosmetic Science*, 41(2), 99-108.
14. Olvera-Ureña, E., Lopez-Tellez, J., Vizuetto, M. M., Hidalgo-Ledezma, J. G., Martinez-Quiroz, B., & Rodriguez, J. A. (2024). Lipase-Assisted Synthesis of Alkyl Stearates: Optimization by Taguchi Design of Experiments and Application as Defoamers. *Molecules*, 29(1), 195.
15. Pelton, R., & Flaherty, T. (2003). Defoamers: linking fundamentals to formulations. *Polymer International*, 52(4), 479-485.
16. Porter, M. R. (2020). *Handbook of surfactants*. Springer.
17. Pugh, R. J. (1996). Foaming, foam films, antifoaming and defoaming. *Advances in Colloid and Interface Science*, 64, 67-142.
18. Puisieux, F., Seillier, M. (1983) *Galenica: Agents de surface et Emulsions*. Tech. Doc. Lavoisier.
19. Schmidts, T., Dobler, D., Guldan, A. C., Paulus, N., & Runkel, F. (2010). Multiple W/O/W emulsions-Using the required HLB for emulsifier evaluation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 372(1-3), 48-54.
20. Taha, A., Ahmed, E., Ismaiel, A., Ashokkumar, M., Xu, X., Pan, S., & Hu, H. (2020). Ultrasonic emulsification: An overview on the preparation of different emulsifiers-stabilized emulsions. *Trends in Food Science & Technology*, 105, 363-377.
21. Wang, Q., Zhang, H., Han, Y., Cui, Y., & Han, X. (2023). Study on the relationships between the oil HLB value and emulsion stabilization. *RSC Advances*, 13(35), 24692-24698.
22. Wasan, D. T.; Christiano, S. P. Foams and Antifoams: A thin film approach. In *Handbook of Surface and Colloid Chemistry*; Birdi, K. S., Ed.; CRC Press: New York, 1997; Chapter 6.