



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**IMPLANTACIÓN DE UN MONTAJE PARA EVALUAR EL PROCESO DE
EMULSIONACIÓN ESPONTÁNEA EN SISTEMAS SURFACTANTE/AGUA/ACEITE
EMPLEANDO LA TÉCNICA DE VIDEOMETRÍA**

Tutor Académico:

Prof. Juan Carlos Pereira

Autor (es):

Br. EIMY, Rangel C.I.:18.858.620

Br. JOAN, Ruiz C.I.: 19.641.381

Bárbula, julio de 2012



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**IMPLANTACIÓN DE UN MONTAJE PARA EVALUAR EL PROCESO DE
EMULSIONACIÓN ESPONTÁNEA EN SISTEMAS SURFACTANTE/AGUA/ACEITE
EMPLEANDO LA TÉCNICA DE VIDEOMETRÍA**

*Trabajo Especial de Grado presentado ante la ilustre Universidad de Carabobo para
optar al título de Ingeniero Químico*

Tutor Académico:

Prof. Juan Carlos Pereira

Autor (es):

Br. EIMY, Rangel C.I.:18.858.620

Br. JOAN, Ruiz C.I.: 19.641.381

Bárbula, julio de 2012



DEDICATORIA

Mi tesis de grado la dedico con todo mi amor y cariño

En primer lugar a ti Dios por darme la oportunidad y la dicha de seguir viva, por permitir que tuviera y compartiera con una familia maravillosa.

A mis queridos padres porque desde pequeña me enseñaron valores súper importantes sin ellos no sería quien soy hoy día, gracias mami y papi ah y por supuesto mi abuelita, Emely y Elianys mis lindas hermanitas por estar conmigo en las buenas y malas los considero mis mejores amigos, que más le podría pedir a la vida si los tengo conmigo.

Los quiero con todo mi corazón y este trabajo que me llevó un tiempo hacerlo es para ustedes, son mi motivación y razón de ser. Por ser la mayor, siempre quise ser un ejemplo para mis hermanitas y un orgullo para mis padres, me siento feliz porque ya estoy logrando una de mis metas y sé que estoy cumpliendo con ese rol ejemplar.

Alexis mi bello, que te puedo decir, muchísimas gracias por todo lo que has hecho por mi estos últimos días, al igual que mi familia tu también eres súper importante en mi vida, esta tesis te la dedico con todo mi corazón, agradezco por tu apoyo incondicional, en todo momento estuviste ahí para mi, espero que siempre estemos juntos, quiero seguir contando con tu apoyo!!!!

A mi compañera de tesis la cual juntas logramos que este trabajo especial de grado se llevara a cabo; **Joan**, feaa lo logramooosss si se pudooo!! y a mis amigos que conocí durante este trayecto largo de mi carrera sin excluir a ninguno pero en especial; **Hey, Dariana, Ricardo, Alberto, Vanessa, Angel** y por supuesto **Gonzalo** con quien tuve la dicha de compartir muchos momentos alegres y tristes, te aprecio mucho. Espero seguir contando con ustedes, siempre los llevare en mi corazón.

Gracias al apoyo que me brindaron, pude lograr que hoy día me este graduando de ingeniero. Por compartir conmigo todos esos momentos agradables y tristes, pero esos momentos son los que hacen valorar lo que nos rodea.

Atte. Inq. Eimy Rangel



Dedicatoria

En estos momentos, en el cual pienso en plasmar estas palabras; mi pensamiento hace mención a grandes personas que de alguna manera hicieron énfasis en el logro de esta meta. Es por ello, que dedico este trabajo.

En primera instancia a esas dos personas que hicieron de mí lo que soy en estos momentos; mi madre **Jovania Zepeda**, quien me ha demostrado que el esfuerzo es constante en nuestra vida y que la superación esta en uno; mi padre **Ernesto Ruiz**, hombre tenaz en todo lo que realiza, por su ejemplo de superación, perseverancia y entrega; a mis tías: **Jazmina, María José y Carla Zepeda**, las cuales siempre brindan ese sostén incondicional, fuerza y perseverancia.

A una de las personas con quien convivo día a día y que siempre ha estado sin importar las discusiones; mi hermano (casi morocho) **Manuel E. Ruiz** (Manu), a quien admiro y siempre ha sido mi guía de ejemplo.

Sin duda alguna, a personas que se han ganado mi respeto y es por ello que considero como parte de mi familia y agrandarla aún más: **madrina Estefanía**, por darme aliento siempre con respecto a esta carrera; **Milena Mairena**, por ser una mujer luchadora y prestarme apoyo en todo momento; **Sra. María**, por todos sus consejos sabios, confortadores y ser madre ejemplar; y de igual manera mi **padrino Víctor** por su constancia en la vida.

En este proceso de enseñanza, de esfuerzo y persistencia a aquellas personas que de igual manera han tenido relevancia en mí en este trayecto: **Eimy Rangel**, compañera en esta travesía ardua y luchar por el cumplimiento de este logro; **Gonzalo Rubín**, por todo tu apoyo, consejos y enseñanzas obtenidas gracias a ti. Y sin importar a personas que de una u otra forma hicieron posible el paso por esta carrera con altos y bajos: **Jetsalix Gómez, Vanessa Veloz** (Bruja), **Keyra Martínez, Dariana Devies, Heyrangis Guzmán, Maryangel Jiménez, Ángel Guevara, Ricardo y Alberto Meijide** y por supuesto **Carlos Roque** (nano).

Gracias por haber fomentado en mí el deseo de superación y el anhelo de triunfo en la vida. Mil palabras no bastarían para agradecerles su apoyo, esto es un aprendizaje constante y ahora como profesional; a todo ustedes dedico esta nueva meta.

Ing. Joan Andrea Ruiz Zepeda



AGRADECIMIENTOS

A nuestra linda familia por todo el apoyo que nos brindaron todo este tiempo, agradecemos muchísimo a nuestros padres, la verdad es que estamos orgullosas de ustedes, nuestras madres son mujeres súper emprendedoras, nos enseñaron muchas cosas que ayudaron en nuestra formación personal y ni hablar de nuestros padres, son hombres ejemplares. Los queremos muchisimoo!!.

Alexis tu formas parte de mi familia, gracias por ser parte de lo que más quiero, por entender mis enfados, por demostrarme que si se puede, por la simpleza con que vez las cosas, por no reprocharme nada, por tomar y aceptar lo poco que te doy y mil gracias por estar en mi vida.

Al profesor Juan Carlos Pereira nuestro tutor, gracias por la confianza depositada en brindarnos este maravilloso tema, logrando de esta manera un amplio conocimiento e incursionarnos en el área de las emulsiones.

Sin lugar a duda, a todas aquellas personas pertenecientes al Laboratorio de Petróleo, hidrocarburos y Derivados (PHD) de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT) de la Universidad de Carabobo, por sus atenciones ya que colaboraron en todo momento en el inicio del trabajo experimental, gracias a sus conocimientos brindados.

De igual manera, al personal del Centro de Investigaciones Médicas y Biotecnológicas de la Universidad de Carabobo; en especial a la Lic. Mai Lyng Hung por toda su ayuda, colaboración, comprensión y tu optimismo, gracias por ser la persona atenta prestada día a día hacia con nosotras. Al Técnico José Ostos, gracias por ser una persona servicial, contribuyente, por los consejos brindados, por tu supervisión la cual nos ayudo a la culminación de este trabajo experimental.

Al profesor Freddy Narea y al Profesor Rafael Muñoz, por darnos la guía necesaria en la incursión en el área óptica que nos sirvió en el aporte de información valiosa en la parte experimental.



Agradecimientos



Sin quitar méritos alguno agradecer a tres mujeres esenciales de la escuela de la facultad de Ingeniería Química como lo son: Mary Padilla, Leída Díaz y Trina Padilla, las cuales estuvieron a la altura por su organización y trabajo, gracias por ser personas tan excelentes en cuanto a trato, atenciones y profesionalidad.

Gracias a todos por el apoyo ofrecido sin precio alguno, por esta razón podemos decir sin pena alguna; al transcurso del camino si caes es para levantarte, si te levantas es para seguir, si sigues es para llegar a donde quieres ir y si llegas es para saber que lo mejor esta por venir. Sin más que decir, estaremos firmemente agradecidas por todo su esfuerzo prestado.

¡Muchas Gracias!



SUMARIO

El estudio de las emulsiones a baja energía ha constituido un factor importante a nivel Industrial. El objetivo principal de este trabajo ha sido implementar un diseño experimental que permita estudiar con detenimiento el efecto que ocurre cuando una gota de agua se pone en contacto con una de fase oleica produciéndose así el proceso de emulsión espontánea. La estrategia o diseño de la investigación fue de tipo experimental, ya que se manipularon variables dependientes del proceso el cual permitió observar la conducta de la emulsión; tales como: contacto de las fases, tipo de surfactante, entre otros.

Para la realización del trabajo se procedió en formular diversos sistemas, empleando surfactantes como son: el nonil fenol etoxilado (NFE-6), (NFE-4), Igepal CO-630, Igepal CO-730, Igepal CO-710, Vassa A-120 como fase aceite de cada sistema y el uso de alcoholes: 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, pentanol. Una vez obtenidos los sistemas, se analizó el tamaño de las gotas formadas, resultando que el sistema más estable es el compuesto por: nonil fenol etoxilado (NFE-6) (10%p/v)/2-propanol (20%v/v)/Igepal CO-730 (4%v/v), con una distribución de tamaños de gota igual a 44,21 μm . Seguidamente, para el nonil fenol etoxilado (NFE-4) (10%p/v)/1-propanol (20%v/v)/Igepal CO-630 (4%v/v), con una distribución de tamaños de gota igual a 166,18 μm .

Aunado a esto, cuando se realizó el estudio mediante microscopía óptica polarizada a la fase oleosa de los sistemas preparados, para la observación de cristales líquidos, se obtuvo que para la fase aceite no se visualizaron. Por lo cual, el fenómeno de birrefringencia no fue observado. Así mismo, al estudiar mediante microscopía óptica la interacción de una gota de los sistemas en una celda con agua, la emulsión se produjo en la superficie puesto que no hubo interacción en el contenido volumétrico y esta emergió rápidamente.

Palabras claves: Emulsión, surfactante, emulsión espontánea, cristal líquido.



Índice General

	Páginas
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
1.1 Descripción del problema.....	3
1.2 Formulación del problema.....	7
1.3 Situación actual.....	7
1.4 Situación deseada.....	7
1.5 Objetivos.....	8
1.5.1 Objetivo General.....	8
1.5.2 Objetivos específicos.....	8
1.6 Justificación.....	9
1.7 Limitaciones.....	9
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	10
2.1 Antecedente.....	10
2.2 Fundamentos teóricos.....	14
2.2.1 Emulsiones simples.....	14
2.2.2 Surfactantes.....	16
2.2.2.1 Clasificación de los surfactantes.....	16
2.2.2.1.1 Surfactantes aniónicos.....	16
2.2.2.1.2 Surfactantes no iónicos.....	17
2.2.3 Propiedades de los surfactantes en solución.....	17
2.2.4 Fenómenos fundamentales.....	18
2.2.4.1 Adsorción.....	18
2.2.4.2 Asociación.....	21
2.2.5 Métodos de determinación del tamaño de la gota.....	23
2.2.6 Emulsión espontánea.....	24
2.2.7 Cristales líquidos.....	25
2.2.7.1 Empaquetamiento molecular lamelar.....	25



	Páginas
2.2.7.2 Empaquetamiento molecular hexagonal normal y la hexagonal inversa.....	25
2.2.7.3 Empaquetamiento molecular cúbica.....	26
2.2.7.4 Propiedades ópticas de la fase lamelar.....	26
2.2.7.5 Influencia del tipo de alcohol sobre la formación de nano-emulsiones y la existencia de mesofases de cristal líquido.....	28
2.2.8 Microscopía y análisis de imágenes.....	29
2.2.8.1 Microscopía óptica de luz polarizada.....	30
2.2.8.2 Luz polarizada.....	30
2.2.8.3 Birrefringencia en fase lamelares.....	31
CAPÍTULO III. MARCO METODOLÓGICO.....	33
3.1 Tipo de estudio y de investigación.....	33
3.2 Etapas de la investigación.....	34
3.3 Lugar de la investigación experimental.....	34
3.4 Desarrollo de los objetivos.....	35
3.4.1 Selección de los sistemas de surfactante/agua/aceite.....	35
3.4.2 Desarrollo de las emulsiones espontáneas.....	35
3.4.2.1 Preparación de las soluciones madres al 10% p/v de surfactantes en conjunto con el aceite Vassa A-120.....	36
Empleando como solvente Vassa A-120.....	36
Utilizando aditivos lipofílicos e hidrofílicos sobre el proceso de emulsión espontánea.....	37
3.4.3 Análisis de la emulsión y su comportamiento mediante un microscopio óptico convencional.....	38
3.4.3.1 Cuantificación del ensayo aplicando método de la gota.....	39
3.4.3.2 Estimación del tamaño de las gotas mediante el microscopio óptico convencional.....	41
3.4.4 Diseño del montaje experimental para el estudio de cristales formados en el procesos de emulsión espontánea.....	44



	Páginas
3.4.4.1 Selección del microscopio óptico.....	44
3.4.4.2 Selección de filtros polarizadores.....	45
3.4.4.3 Selección de portaobjetos.....	45
3.4.5 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos y el proceso de emulsión espontánea.....	45
3.4.5.1 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos.....	45
3.4.5.2 Construcción del montaje experimental para observar la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.....	47
3.4.6 Evaluación del montaje experimental empleando la técnica de videometría para observar la dinámica del proceso.....	49
3.4.6.1 Evaluación del montaje experimental empleando la técnica de videometría para observar cristales líquidos.....	49
3.4.6.1.1 Selección del sistema patrón (surfactante/agua/aceite) para la observación de cristales líquidos.....	49
3.4.6.1.2 Desarrollo del sistema patrón (surfactante/agua/aceite) para la observación de cristales líquidos.....	50
3.4.6.1.3 Preparación del sistema A sin la adición de alcohol para la observación de cristales líquidos.....	50
3.4.6.2 Observación visual.....	51
3.4.6.3 Evaluación de cristales líquidos mediante microscopía óptica con luz polarizada.....	51
3.4.6.3.1 Cuantificación del ensayo de microscopía óptica polarizada.....	51
3.4.6.4 Microscopía óptica para la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.....	51
3.4.6.5 Cuantificación del ensayo de microscopía óptica de la interacción de una gota de los sistemas preparados con NFE-6 y NFE-4.....	52



	Páginas
CAPÍTULO IV. DISCUSIONES Y RESULTADOS	53
4.1 Selección de los sistemas de agua/aceite más adecuados para el estudio de la emulsión espontánea.....	53
4.1.1 Información recaudada para validar los criterios de selección.....	53
4.2 Desarrollo de la emulsión espontánea seleccionada bajo las condiciones establecidas.....	57
4.3 Análisis de la emulsión y su comportamiento mediante un microscopio óptico convencional.....	62
4.4 Diseño del montaje experimental para el estudio de cristales formados en el proceso de emulsión espontánea.....	81
4.5 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos y el proceso de emulsión espontánea.....	82
4.5.1 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos.....	82
4.5.2 Construcción del montaje experimental para observar la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.....	82
4.5.3 Costos de los equipos empleados en la construcción del montaje experimental para el estudio de cristales líquidos.....	83
4.5.4 Costos de los equipos empleados en la construcción del montaje experimental para la evaluación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.....	84
4.6 Evaluar el montaje experimental empleando la técnica de videometría con la finalidad de observar la dinámica del proceso.....	85
4.6.1 Selección del sistema patrón (surfactante/agua/aceite) para la observación de cristales líquidos.....	85
4.6.2 Desarrollo de las soluciones para la observación de cristales líquidos.....	86
4.6.2.1 Sistema patrón.....	86
4.6.2.2 Sistema A sin la adición de alcohol.....	87



	Páginas
4.6.3 Evaluación del ensayo de microscopía óptica polarizada.....	87
4.6.3.1 Sistemas NFE-6 y NFE-4.....	89
4.6.4 Evaluación del ensayo de microscopía óptica de la interacción de una gota de los sistemas preparados con NFE-6 y NFE-4.....	91
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES	93
Referencia bibliográficas	95
Apéndices	99
Apéndice A. Cálculos Típicos.....	100
Apéndice B. Datos Experimentales.....	102
Apéndice C. Imágenes Capturadas.....	107



Índice de Tablas

	Páginas
CAPÍTULO III. MARCO METODOLÓGICO	
Tabla 3.1. Sistemas patrones de comparación para la clasificación cualitativa de los preparados en la investigación.....	36
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
Tabla 4.1. Combinación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa a-120 y (NFE-6), surfactante: Igepal CO-730, Igepal CO- 630, Igepal CO-710.....	57
Tabla 4.2. Combinación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa a-120 y (NFE-4), surfactante: Igepal CO-730, Igepal CO- 630, Igepal CO-710.....	58
Tabla 4.3. Imágenes de los sistemas preparados usando NFE-4 con sus respectivas observaciones.....	59
Tabla 4.4. Imágenes de los sistemas preparados usando NFE-6 con sus respectivas observaciones.....	60
Tabla 4.5. Criterio de selección para la comparación de los sistemas estudiados.....	71
Tabla 4.6. Sistemas seleccionados con el NFE-6.....	72
Tabla 4.7. Sistemas seleccionados con el NFE-4	80
Tabla 4.8. Costo total de equipos y materiales del montaje para la evaluación de cristales líquidos.....	83
Tabla 4.9. Costo total de equipos y materiales para la evaluación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.....	84



Índice de Figuras

	Páginas
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO	
Figura 2.1. Emulsiones simples.....	14
Figura 2.2 Los fenómenos de adsorción y asociación y su relación con la tensión superficial.....	17
Figura 2.3. Dodecil benceno sulfonato de sodio.....	19
Figura 2.4. Fenómenos relacionados a la adsorción.....	20
Figura 2.5. Micela.....	21
Figura 2.6. Solubilización micelar.....	22
Figura 2.7. Diferentes estructuras producidas por la asociación de surfactantes.....	23
Figura 2.8. Tipos de ordenamientos en los cristales líquidos. (A: Estructura de la fase laminar, B: Estructuras de la fase hexagonal (H_I) y hexagonal inversa (H_{II}))...	26
Figura 2.9. Bordes birrefringentes de gotitas de una emulsión.....	27
Figura 2.10. Cruces de extinción de cristales líquidos uniáxicos: a) positivos, b) negativos.....	28
Figura 2.11. Comportamiento de fases en función de la fracción en peso del alcohol en la dispersión $R = \text{alcohol}/(\text{alcohol} + \text{aceite})$, manteniendo constante la fracción de agua ($f_w = 0,28$) y $O/S = 60/40$ para los diferentes alcoholes lineales.....	29
Figura 2.12. Polarización lineal de luz.....	31
Figura 2.13. Esquema representativo del fenómeno de birrefringencia.....	32
CAPÍTULO III. MARCO METODOLÓGICO	
Figura 3.1. Metodología para la preparación de la solución madre al 10% p/v.....	36
Figura 3.2. Soluciones necesarias para la preparación de los sistemas. (A: Soluciones madres de (NFE-6) y (NFE-4), B: Alcoholes, C: Surfactantes hidrofílicos empleados.....	38



	Páginas
Figura 3.3. Montaje experimental aplicando método de la gota para observar la emulsión espontánea.....	39
Figura 3.4. Microscopio óptico Axiostar plus, ubicado en el Laboratorio del CIMBUC en la Universidad de Carabobo.....	42
Figura 3.5. Pantalla de inicio del software AxioVision.....	43
Figura 3.6. Ventana principal del programa ImageJ vista en la PC.....	44
Figura 3.7. Montaje experimental para observar cristales líquidos (A: Polarizador entre el objetivo y la muestra, B: Polarizador entre la muestra y la luz blanca para iluminar la muestra; C: Montaje de los dos polarizadores)...	46
Figura 3.8. Lámina portaobjeto con adición de capilares.....	47
Figura 3.9. Cámara digital usada para la toma de fotos y videos.....	47
Figura 3.10. Celda para la observación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.....	48
Figura 3.11. Montaje para la observación de una gota de aceite en un volumen de agua.....	48
Figura 3.12 Montaje de la microscopía óptica para la visualización desde arriba de la muestra.....	52
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
Figura 4.1. Estructura molecular del Igepal CO-630.....	55
Figura 4.2. Sistema A (Vassa A-120/NFE-6/Igepal CO- 730/ 2-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.....	64
Figura 4.3. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema A (Vassa A-120/NFE-6/Igepal CO- 730/2-Propanol).....	64
Figura 4.4. Sistema C (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ Butanol), analizado mediante microscopía óptica.....	65
Figura 4.5. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema C (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ Butanol).....	66
Figura 4.6. Sistema D (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ 1-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.....	67



	Páginas
Figura 4.7. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema D (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ 1-Propanol).....	67
Figura 4.8. Sistema K (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Butanol), analizado mediante microscopía óptica.....	68
Figura 4.9. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema K (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Butanol).....	69
Figura 4.10. Sistema J (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Pentanol), analizado mediante microscopía óptica.....	70
Figura 4.11. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema J (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Pentanol).....	70
Figura 4.12. Sistema H' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 630/1-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.....	73
Figura 4.13. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema H' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal CO-630/1-Propanol).....	73
Figura 4.14. Sistema E' (Vassa A-120/NFE-4/ Igepal 630/2-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.....	74
Figura 4.15. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema E' (Vassa A-120/NFE-4/ Igepal 630/2-Propanol).....	75
Figura 4.16. Sistema A' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ 2-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.....	76
Figura 4.17. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema A' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ 2-Propanol).....	76
Figura 4.18. Sistema K' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 710/Butanol), analizado mediante microscopía óptica.....	77
Figura 4.19. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema K' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 710/Butanol).....	78
Figura 4.20. Sistema B' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ Pentanol), analizado mediante microscopía óptica.....	79



	Páginas
Figura 4.21. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema B' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ Pentanol).....	79
Figura 4.22. Polarizador utilizado en el montaje experimental para observar cristales líquidos.....	81
Figura 4.23. Comportamiento de la fase de sistema agua/Brij 30/decano a 25°C.....	86
Figura 4.24 Muestra cristal líquido.....	88
Figura 4.25. Microscopio óptico polarizado del sistema A (NFE-6/Igepal CO-730)).....	89
Figura 4.26. Sistema A (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización.....	90
Figura 4.27. Vista lateral de la celda del Sistema A (NFE-6/Igepal CO-730/2-propanol); formación de la emulsión en la superficie.....	91
Figura 4.28. Vista superior de la celda del Sistema A (NFE-6/Igepal CO-730/2-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	92
APÉNDICE C	
Figura C.1.1 Sistema C (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización.....	107
Figura C.1.2. Sistema D (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización.....	107
Figura C.1.3. Sistema K (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-710) con polarización.....	108
Figura C.1.4. Sistema J (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-710) con polarización.....	108
Figura C.1.5. Sistema H' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-630) con polarización.....	108
Figura C.1.6. Sistema E' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-630) con polarización.....	109



	Páginas
Figura C.1.7. Sistema A' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización.....	109
Figura C.1.8. Sistema K' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-710) con polarización.....	109
Figura C.1.9. Sistema B' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización.....	110
Figura C.2.1. Vista lateral de la celda del Sistema C (NFE-6/Igepal 730/2-propanol/Butanol); formación de la emulsión en la superficie.....	110
Figura C.2.2 Vista superior de la celda del Sistema C (NFE-6/Igepal 730/2-propanol/Butanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	110
Figura C.2.3. Vista lateral de la celda del Sistema D (NFE-6/Igepal 730/1-propanol); formación de la emulsión en la superficie.....	111
Figura C.2.4. Vista superior de la celda del Sistema D (NFE-6/Igepal 730/2-propanol/1-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	111
Figura C.2.5. Vista lateral de la celda del Sistema K (NFE-6/Igepal 710/Butanol); formación de la emulsión en la superficie.....	111
Figura C.2.6. Vista superior de la celda del Sistema K (NFE-6/Igepal 710/Butanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	112
Figura C.2.7. Vista lateral de la celda del Sistema H' (NFE-4/Igepal 630/1-propanol); formación de la emulsión en la superficie.....	112
Figura C.2.8. Vista superior de la celda del Sistema H' (NFE-4/Igepal 630/1-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	112
Figura C.2.9. Vista lateral de la celda del Sistema E' (NFE-4/Igepal 630/2-propanol); formación de la emulsión en la superficie.....	113



	Páginas
Figura C.2.10. Vista superior de la celda del Sistema E' (NFE-4/Igepal 630/2-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	113
Figura C.2.11. Vista lateral de la celda del Sistema A' (NFE-4/Igepal 730/2-propanol); formación de la emulsión en la superficie.....	113
Figura C.2.12. Vista superior de la celda del Sistema A' (NFE-4/Igepal 730/2-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	114
Figura C.2.13. Vista lateral de la celda del Sistema K' (NFE-4/Igepal 710/Butanol); formación de la emulsión en la superficie.....	114
Figura C.2.14. Vista superior de la celda del Sistema K' (NFE-4/Igepal 710/Butanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	114
Figura C.2.15. Vista lateral de la celda del Sistema B' (NFE-4/Igepal 730/Pentanol); formación de la emulsión en la superficie.....	115
Figura C.2.16. Vista superior de la celda Sistema B' (NFE-4/Igepal 730/Pentanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.....	115



INTRODUCCIÓN

Las emulsiones son sistemas compuestos por, al menos, dos fases líquidas inmiscibles entre sí de las cuales se encuentra dispersa en forma de gotas en la otra que es la fase continua. Si la emulsión contiene gotas de aceite (O) dispersas en agua (W), se le llamará emulsión O/W, ahora si la fase dispersada es el agua, se llama una emulsión W/O.

Es necesario resaltar que el tamaño y distribución de las gotas tienen gran importancia, puesto que son factores que influyen en las propiedades físicas de la emulsión. Es por ello, que la mejor descripción morfológica de una emulsión se hace mediante la distribución de los tamaños de gotas, esta información tiene gran valor, porque tanto la estabilidad como la viscosidad dependen de este fenómeno. Se ha discutido además que la presencia de fases de cristal líquido lamelar es una condición necesaria para la obtención de emulsiones con un ordenamiento molecular pequeño, tal como la micro y nano-emulsión cuando éstas se obtienen por el método de transición de fases por adición de agua a un sistema que contiene una dispersión de aceite/surfactante no-iónico.

Por otra parte, se conoce que el tipo y cantidad de alcohol tiene influencia sobre el comportamiento de fases de los sistemas agua/surfactante/aceite particularmente con la formación o destrucción de mesofases de cristal líquido. El tipo y cantidad de alcohol rige su concentración en la membrana interfacial, alcoholes muy hidrofílicos (de cadena corta) se solubilizarán preferiblemente en la fase acuosa mientras que los alcoholes más lipofílicos (de cadena mas larga) se solubilizarán en la fase oleosa. (Forgiarini, 2009).



En la rama de la industria química, farmacéutica, alimenticia y cosmética, los sistemas emulsionados son de gran importancia ya que una mala condición de los mismos, puede ocasionar pérdidas de propiedades del producto y por ende de su valor comercial. Además de implicar graves problemas a nivel operacional en las etapas de su procesamiento.

Con base a lo antes descrito, se plantea como objetivo principal de la presente investigación la implementación de un montaje para evaluar el proceso de emulsión espontánea en sistemas surfactante/agua/aceite empleando la técnica de videometría. Para llevar a cabo el desarrollo del mismo se establecieron diversos sistemas que contienen surfactante/aceite/agua, empleando el método de la gota para así estudiar la emulsión espontánea. Asimismo, se evalúan los tamaños de las gotas mediante microscopía óptica y empleando el programa ImageJ, se obtienen las dimensiones de éstas. Posteriormente, se analiza la posibilidad de presencia de cristales líquidos en la fase oleica (aceite/surfactante), empleando una muestra patrón donde se forma la fase cristal líquido lamelar.

La presente investigación está constituida por cuatro capítulos. El capítulo I, presenta la descripción de la problemática a desarrollar, tomando en cuenta los diversos factores que influyen para el desarrollo de la misma. De igual forma, se hace énfasis en los objetivos generales y específicos planteados para la investigación. Luego, en el capítulo II se presentan los antecedentes y las bases teóricas que fundamentan la investigación. Seguidamente, en el capítulo III, se describen los procedimientos que se llevaron a cabo para el desarrollo de los objetivos establecidos. El capítulo IV, muestra los resultados obtenidos, discusión y análisis de cada uno de ellos para el cumplimiento de los objetivos propuestos. Finalmente, se presentan las conclusiones y cálculos asociados al presente trabajo especial de grado.



CAPÍTULO I

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En la presente etapa de la investigación, se describe de forma detallada el planteamiento del problema, su justificación y los objetivos puntuales que rigen el desarrollo de este trabajo.

1.1 Descripción del problema

En años recientes se ha presentado un cambio de paradigma significativo en la ingeniería química, debido que a medida que surgen nuevos proyectos emergen diversos problemas en el entorno como por ejemplo la contaminación, es por esto, que se interesa en buscar cada día alternativas de mejoras en cuanto al impacto que se ocasiona al ambiente y el medio que lo rodea, es entonces en donde se hace significativo el enfoque que pueda tener el ingeniero químico de la ingeniería de procesos a la ingeniería de productos. Este campo de desarrollo científico se encuentra incluido desde la biotecnología hasta el estudio de nano-estructuras e interfases para su utilización en materiales inteligentes, diseñados para que cumplan una labor específica en procesos cada vez más eficientes que consuman la menor cantidad de energía posible.

Las interfases juegan un papel fundamental para la formación de micro y nano-estructuras, debido a que son estructuras más estables y se pueden aplicar en muchas áreas industriales y domésticas; entre estas se encuentran las emulsiones, sistemas formados por dos fases líquidas inmiscibles, una de las cuales está dispersada en la otra en forma de gotas a través de sustancias que modifican la actividad interfacial denominadas surfactantes (Márquez, 2005).



Cabe destacar que las emulsiones son sistemas termodinámicamente inestables que contienen dos fases inmiscibles, una de las cuales (fase interna) está dispersa en otra (fase externa o continua) y cuya estructura es estabilizada por un agente emulsionante. (Salager S., 1999). Según sea la fase dispersa polar (agua) o no polar (aceite), la emulsión se denomina W/O (agua en aceite) u O/W (aceite en agua). Existen además las emulsiones múltiples en las que la fase interna es a su vez una emulsión. Las emulsiones múltiples pueden ser designadas como agua en aceite en agua (W/O/W) o aceite en agua en aceite (O/W/O) donde la nomenclatura ($W_1/O/W_2$) se refiere a una emulsión en la que W_1 es la fase acuosa inicial (o más interna) y W_2 es la fase acuosa más externa (Salager, 1997). Estas emulsiones múltiples son usadas particularmente en productos farmacéuticos y cosméticos.

Las mezclas de dos líquidos inmiscibles producen un aumento importante del área interfacial y de la energía libre cuando son sometidos a una agitación mecánica. En presencia de un surfactante, éste se adsorbe en la interface líquido – líquido, reduciendo la tensión interfacial y formando una barrera eléctrica, estérica y mecánica alrededor de las gotas (Becher, 1977).

Los surfactantes son sustancias capaces de alterar notablemente las variables fisicoquímicas (como Temperatura y Presión) que rigen el comportamiento interfacial de dos ó más fases inmiscibles en contacto aún a pequeñas concentraciones. Tal alteración se debe al carácter anfífilo de sus moléculas, es decir, la condición dual de poseer grupos hidrofílicos (polares) y lipofílicos (apolares) en su estructura molecular. (Adamson, 1967). El grupo polar es generalmente un grupo funcional que contiene heteroátomos como oxígeno, azufre, nitrógeno y fósforo, que permiten un alto grado de solubilidad en solventes polares, particularmente en agua; la parte apolar o lipofílica, generalmente es una cadena hidrocarbonada de tipo alquil o alquibenceno, con presencia en ciertos casos de átomos de un halógeno u oxígeno, la cual es soluble en solventes orgánicos no polares, particularmente hidrocarburos, aceites y grasas. Debido a esta dualidad polar-apolar, una molécula de surfactante tiene tendencia a migrar a



unainterfase o una superficie con la finalidad de satisfacer sus dos tipos de afinidad. Sin embargo, no todas las sustancias anfífilas poseen esta propiedad. (López, 2004)

Es preferible clasificarlos de acuerdo a la naturaleza del grupo hidrofílico o más exactamente según la forma como se disocian en el agua. Por lo tanto, los surfactantes se pueden clasificar como surfactantes aniónicos; la cuales son sustancias que se disocian en un anión anfífilo y un catión, contienen uno de cuatro grupos polares solubles (carboxilato, sulfonato, sulfato o fosfato) combinado con una cadena hidrocarbonada hidrófoba. Si esa cadena es corta son muy hidrosolubles y en caso contrario tendrán baja hidrosolubilidad lo cual actuaran en sistemas no acuosos como aceites lubricantes, surfactantes catiónicos; caracterizándose por disociarse en un catión anfífilo y un anión, generalmente un halogenuro y surfactantes no iónicos; los cuales poseen grupos hidrofílicos del tipo alcohol, fenol, éter, amida. (Márquez, 2005).

A diferencia de los líquidos ordinarios, en los cristales líquidos las moléculas o iones que los forman se disponen de manera relativamente ordenadas, se constituyen cuando un sólido se disuelve en un líquido apropiado a intervalos determinados de concentración, temperatura y presión. El IUPAC (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada) define al estado líquido cristalino como un estado mesomórfico, este es un estado de la materia en el cual el grado de orden molecular es intermedio entre perfectamente ordenado en tres dimensiones y de largo alcance en cuanto a orientación y posición que se encuentra en los sólidos cristalinos y la ausencia de un orden de largo alcance que se encuentra en los líquidos isotrópicos, gases y sólidos amorfos. (Pasquali, 2006).

Los cristales líquidos influyen notablemente la emulsión espontánea a cuanto mayor se presenten las características líquido cristalinas, la cual se origina sin necesidad de un aporte de energía mecánica, en donde el equilibrio físico-químico causado por el tiempo de pre-equilibrio de las muestras descarta la posibilidad de una transferencia de masa, es decir, la adsorción de materia tensioactiva se vuelve tan



grande que se logra una tensión negativa, produciéndose entonces una expansión de la interfase y por lo tanto la formación de una emulsión estable (Salager, 1997).

Entre las emulsiones se pueden producir nano-emulsiones estas poseen un tamaño de gota entre 20 y 500 nm. En las nano-emulsiones existe un gran esfuerzo de numerosos investigadores, ya que tienen aplicaciones tanto industriales como domésticas (detergencia, deshidratación de crudo, acondicionamiento de alimentos y bebidas, pinturas, productos farmacéuticos y cosméticos). Las nano-emulsiones se emplean como base para la elaboración de productos farmacéuticos que incorporan a la vez una fase oleosa y una fase acuosa, tal es el caso de emulsiones utilizadas como aporte energético y para la dosificación controlada de medicamentos. (Márquez R., 2005)

El Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD) de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT) de la Universidad de Carabobo a demostrado gran interés en el estudio de las emulsiones, por lo que se requiere de la formulación y el posterior estudio de las fases aceite para la observación de los cristales líquidos formados empleando el método de la gota, seguidamente mediante un estudio más exhaustivo y cuidadoso (videometría óptica) se procede a obtener y clasificar las emulsiones de acuerdo al tamaño de la gota y su estabilidad.

En la actualidad la formación de la emulsión espontánea es un factor económico importante por lo que constituye un vehículo de alta innovación tecnológica, ya que facilita el mezclado y la homogeneización de todos los componentes requiriendo de un mínimo de energía mecánica para la obtención de la misma (Begoña, 2002).

Debido a lo antes descrito, el trabajo especial de grado presentado tiene como principal enfoque la obtención de las fases aceite, en los que se observe la formación de cristales líquidos para el posterior análisis y selección de las emulsiones espontáneas (sistema surfactante/agua/aceite) más adecuadas, seguidamente el estudio del tamaño de las gotas formadas en las misma empleando videometría óptica.



1.2 Formulación del problema

Las emulsiones no siempre alcanzan el estado de equilibrio en corto tiempo, y como consecuencia frecuentemente experimentan alteraciones con el mismo. Debido al interés de este estudio el Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD) de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT) de la Universidad de Carabobo, ha propuesto implementar un montaje experimental para comprender con detenimiento los mecanismos de la emulsión espontánea, donde el mismo no requiera de energía externa para llevarse a cabo.

Sobre esta base se plantea la siguiente interrogante, ¿Permitirá este montaje experimental ayudar a comprender los mecanismos de emulsión espontánea, para luego realizar investigaciones que permitan facilitar el estudio en cuanto a la formulación de los mismos?

1.2.1 Situación actual

Se necesitan profundizar los conocimientos sobre emulsiones y las herramientas de equipos con videometría para la observación de los mecanismos y procesos presentes en una emulsión, por lo que se implementará en el laboratorio de PHD ya que éste no cuenta con el mismo.

1.2.2 Situación deseada

Se dispone de la información concerniente a lo que ocurre cuando una gota de aceite se pone en contacto con una gota de agua, por esto se desarrolla un montaje en el laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD) específicamente en la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología (FACYT) de la Universidad de Carabobo, que permita observar detalladamente los mecanismos que ocurren en la formación de la emulsión espontánea.



A su vez, se han analizado la formación de los cristales líquidos contenidos en los sistemas surfactantes/agua/aceite, para conocer su efecto sobre la obtención de una buena emulsión, este proceso se analiza mediante el uso de videometría y el empleo de polarizadores. A partir del mismo, se evalúa el contacto que hay de una gota de aceite en un contenido volumétrico de agua, para ello se utiliza un montaje experimental que permite observar lo que ocurre en este proceso.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Implementar un montaje para evaluar el proceso de emulsión espontánea en sistemas surfactantes/agua/aceite empleando la técnica de videometría.

1.3.2 Objetivos específicos

1. Seleccionar los sistemas de surfactantes/agua/aceite más adecuados para el estudio de la emulsión espontánea.
2. Desarrollar la emulsión espontánea seleccionada bajo sus condiciones establecidas.
3. Analizar la emulsión y su comportamiento mediante un microscopio óptico convencional.
4. Diseñar un montaje experimental para el estudio de cristales formados en el proceso de emulsión espontánea.
5. Construir el montaje experimental para observar la emulsión espontánea.
6. Evaluar el montaje experimental empleando técnicas de videometría con la finalidad de observar la dinámica del proceso.



1.4 Justificación

La presente investigación tiene como basamento principal fundamentar una propuesta de implementación de un montaje experimental, para la obtención de una buena emulsión. Su aporte estará dado para futuras investigaciones con respecto a la formulación de una emulsión espontánea facilitando el trabajo de los mismos, el diseño de este montaje tiene gran relevancia a nivel ambiental, ya que al emplearse genera una forma más sencilla de obtener lo requerido sin necesidad de usar energía externa lo que permite ahorrar electricidad. Este a su vez, es más económico que los empleados en la industria ya que los equipos usados para su elaboración, son más prácticos y no se requieren de agitadores o motores para llevar a cabo el mecanismo.

De esta manera, la investigación experimental pretende brindar una metodología para conocer la implementación de este equipo, en la que se desea que suministre un gran rendimiento, confiabilidad y fortalezca los conocimientos teóricos, técnicos de la Ingeniería Química, los cuales se pretenden desarrollar en el transcurso del estudio de pregrado. En un ámbito específico, se pretende obtener mediante esta investigación, un adelanto en cuanto al estudio e implementación del montaje experimental propuesto en el Laboratorio de PHD de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT) de la Universidad de Carabobo.

1.5 Limitaciones

De acuerdo a esta investigación se presenta la limitación de no haber apreciado la presencia de cristales en los sistemas propuestos, a pesar de ser un objetivo de esta investigación pero esto pudo deberse a la adición de alcohol ya que el mismo a altas concentraciones tiene el efecto de diluir cristales presentes en una emulsión.



CAPÍTULO II

2. MARCO REFERENCIAL

En esta unidad se muestran aquellos trabajos de relevancia que tienen analogía con la investigación que se lleva a cabo, enfatizando aquellos objetivos y respectivas conclusiones que presentan desenlaces afines a los perseguidos en esta investigación.

2.1 Antecedentes

1. *García A. y Ceballos S. (2010)*, realizan una evaluación de sistemas Surfactantes/ Agua/ Aceite en la formación de emulsiones espontáneas. El objetivo de esta investigación es la preparación de sistemas surfactante-agua-aceite, evaluando el efecto de aditivos hidrofílicos y lipofílicos (alcoholes), de igual manera se evalúa el proceso de emulsión espontánea, mediante dos métodos, los cuales son: método de la gota y método industrial.

Mediante el estudio realizado se pudieron desarrollar diversas formulaciones en las cuales se aplicaron métodos que permitió conocer las dimensiones de gotas formadas en sistemas formados de fase oleica y agua, pudiéndose asimismo conocer cual método es más factible en cuanto a rentabilidad y rapidez de obtener una emulsión en menos tiempo, resultando que el método de la gota es el mejor en comparación con el industrial.

2. *Lawrence J. (1987)*, presentó una investigación de transición media y micro-emulsión con fase de cristal líquido en sistemas tensioactivoaniónico a bajo contenido de alcohol. Se tomaron dos tensioactivosaniónicos, alcohol, cloruro de sodio, agua y sistemas de n-decano produciéndose una transición de micro-emulsiones a fases líquidas cristalinas con la disminución del contenido de alcohol y la disminución de la temperatura. El



primer sistema en estudio fue el surfactante sulfonato de olefina comercial y butanol, el segundo sistema era dodecilsulfato sódico puro (SDS) y hexanol.

Determinando mediante el análisis de estas soluciones, la primera se observó que incluía una región coexistente de cuatro fases: de salmuera, micro-emulsión, cristal líquido y el aceite en donde no se produjo una separación completa de las fases a temperatura constante. En cambio, el aceite y la salmuera se encontraron que coexisten con dispersiones estables birrefringentes en composiciones contenidas en tres fases: microemulsión, cristal líquido y aceite. Posteriormente, en el análisis de la composición de las formulaciones seleccionadas de la región de cuatro fases del sistema SDS mostró los cristales líquidos a ser rica en petróleo, haciéndolos diferentes de fases lamelares en sistemas tensioactivos acuosos que contienen agua más del 90%.

3. Castillo I. y otros. (2008), realizan una investigación acerca del comportamiento de fase de un surfactante no-iónico tipo alcohol polietoxilado con decano y dodecano, variando la porción de agua entre 5 a 90% para identificar las composiciones donde ocurre la formación de cristales líquidos y microemulsiones. Para este estudio se hizo uso de luz polarizada la cual se pudieron observar las fases separadas, mostrando en ellas características de cristales líquidos de forma hexagonal. La importancia de este estudio está basado en proponer hipótesis sobre los factores que determinan la formación y la estabilidad de fases compuestas por sistemas surfactante/aceite/agua.

Entre las principales conclusiones de este estudio se cuenta que a medida que se adicionó agua a un sistema surfactante/aceite se pudo estudiar el comportamiento de fases de sistemas surfactante no iónico/agua/aceite facilitando de este modo el estudio de los cristales formados y de sistemas que dan origen a las nano-emulsiones, importante para muchas aplicaciones en la actualidad.

4. Forgiarini A. y otros. (2009), mostraron la influencia del tipo y cantidad de alcohol sobre el tamaño de gota de emulsiones de aceite de soja en agua, obtenidas con mezclas de surfactantes no iónicos utilizando un método de baja energía. Estas



emulsiones se produjeron mediante dilución con agua de sistemas agua/ surfactante/ aceite de soja. Tanto el tamaño de la gota como la estabilidad de la nano-emulsión se relacionaron con el tipo de alcohol y posteriormente, la existencia de mesofases de cristal líquido en el proceso de emulsión.

En el estudio realizado, se evidenció que para la obtención de nano-emulsiones del tipo O/W, determinaron que existe una relación entre la presencia de cristales líquidos y la estabilidad cinética de las emulsiones. Debido a que la presencia de cristales líquidos en el sistema está relacionada con el tipo de alcohol utilizado, para este caso, los alcoholes de cadena intermedia inhiben la formación de cristales líquidos, que aceleran la separación de fases en las nano-emulsiones. Por ende, los alcoholes de cadena más larga, inducen la formación de cristales líquidos en los sistemas, produciendo nano-emulsiones cinéticamente más estables.

5. Salager J. y otros. (2009), efectúan microemulsiones para la recuperación mejorada de crudo y la limpieza de pozos. El uso de la macroemulsión se emplea para formar un tapón que permita la perforación de un pozo y de este modo reducir las pérdidas del fluido. Por otra parte, emplean surfactantes para formar sistemas trifásicos y de este modo recuperar el petróleo.

Debido a esto, los sistemas surfactantes/agua/aceite pueden formar microemulsionesbicontinuas, que presentan un enorme potencial en cuanto a sus aplicaciones. Sin embargo, la complejidad y diversidad de los efectos y el gran número de variables ha limitado hasta ahora las aplicaciones de las microemulsiones.

6. Kralova I. y Sjöblom J. (2009), analizaron el efecto de los tensioactivos empleados en la industria alimentaria, con el fin de comprender la formación y propiedades de las emulsiones para la creación y estabilización de las estructuras en los alimentos, debido a que muchos de ellos son sistemas coloidales que poseen estructuras de agregación, en los cuales la formación de las partículas se origina gracias a los surfactantes.



Posteriormente, se estudiaron las magnitudes relativas de atracción y de repulsión, en función de las composiciones de las formulaciones de los alimentos.

A partir de este estudio, se encontraron tres principales tipos de emulsiones como lo son: las emulsiones de aceite en agua, en donde las propiedades de los alimentos se controlaron por medio de los tensioactivos y los componentes en la fase acuosa; emulsiones de agua en aceite se sugieren en productos más complejos y por último las emulsiones de agua/aceite/agua donde crean nuevas estructuras durante su proceso. El estudio concluyó que el emulsionante reduce la tensión interfacial (entre las dos fases) y en cierta medida reduce la cantidad de trabajo requerido para superar la energía de la superficie, con el fin de dispersar a los líquidos uno de otro, la cual sirve para estabilizar la dispersión final mediante la prevención de floculación y la separación en dos fases inmiscibles.

7. Binks P. y otros. (2010), estudia la influencia que hay en agregar nanopartículas de sílice cargado negativamente a sistemas de microemulsiones Winsor multifase de tensioactivo catiónico y alcohol. Se ha encontrado que las partículas no cambian la progresión inducida por la sal de sistemas Winsor en gran medida, incluso cuando se añade la misma concentración de surfactante. Sin embargo, cuando el mismo contiene alcohol el sistema se ve afectado. Concluyeron, que a medida que aumentan la concentración del cosurfactante (alcohol) se ve afectado aun más el sistema Winsor, aumentando así la fracción de volumen de la microemulsión entre las fases.

Este trabajo de investigación contribuye un aporte debido a que se debe que cuando un surfactante contiene alcohol ocurre una división entre las fases, resultando de interés debido a que se quiere que ocurra una emulsión espontánea, y el aceite y el agua se separen.

2.2 Fundamentos teóricos

En esta sección se presentan los fundamentos teóricos que sustentan el presente trabajo especial de grado.

2.2.1 Emulsiones simples

Cuando se tienen dos líquidos inmiscibles, como aceite y agua, y estos se agitan, se forman gotas de un líquido en otro. Estas gotas de un líquido en otro es lo que se conoce como una emulsión. Las emulsiones simples pueden ser entonces de dos tipos: una en la cual las gotas (fase dispersa o interna) son de agua o solución acuosa y la fase en donde están inmersas las gotas (fase continua o externa) es aceite; se llama emulsión directa, o simplemente emulsión. El otro tipo de emulsión es la de gotas de aceite en una fase continua acuosa, llamada “inversa” en la jerga de todos los industriales con excepción de la industria petrolera, que usa la denominación opuesta porque el tipo de emulsión más corriente es la de gotas de agua en aceite. Las primeras se denotan como emulsiones W/O agua-en-aceite (W = water, agua O = oil, aceite) y las segundas O/W, aceite-en-agua. La figura 2.1, muestra los dos tipos de emulsiones (Cárdenas, 2011).

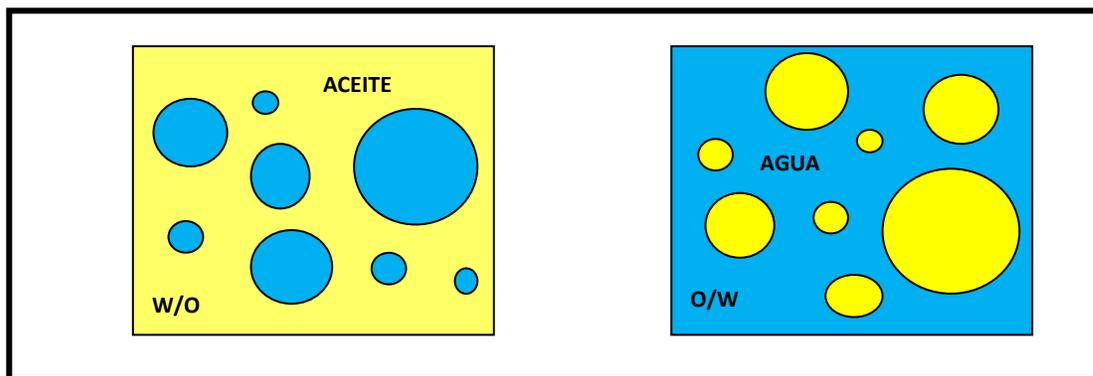


Figura 2.1. Emulsiones simples (Cárdenas, 2011)



Ahora bien, como se mencionó arriba, al agitar dos fases inmiscibles, se forman gotas de una fase en otra, pero para que exista la emulsión, es necesario evitar que al cesar la agitación las gotas se unan de una vez. Para lograr la persistencia de las emulsiones se necesita entonces un tercer componente conocido como “surfactante” (del inglés surface active agent = surfactant, activo en la superficie). Este componente se ubica en la superficie de las gotas de la emulsión y evita o retarda la coalescencia de las gotas, haciendo de esta forma la emulsión “estable”. Se habla en general de “estabilidad” aunque no es la palabra correcta porque una emulsión no es termodinámicamente estable y se rompe tarde o temprano (Cárdenas, 2011).

En resumen para formar una emulsión, se requiere de lo siguiente:

1. Dos líquidos inmiscibles entre sí.
2. Un agente que estabilice a la emulsión (surfactante).
3. Agitación que permita dispersar una fase inmiscible en otra. (Cárdenas, 2011).

Las microemulsiones no son un tipo de emulsión. Sin embargo, a diferencia de estas últimas, son sistemas termodinámicamente estables. La inestabilidad de las emulsiones se debe al aumento del área (ΔA) durante la emulsificación, que produce un incremento de la energía libre de Gibbs (ΔG) (Pascuali, 2009).

$$\Delta G = \gamma \cdot \Delta A \quad (I)$$

(Pascuali, 2009)

Donde:

γ :tensión interfacial

Las emulsiones son muy importantes a nivel industrial y en la vida diaria, pueden ser útiles o perjudiciales según sea el caso. La mayonesa es un ejemplo claro de lo que es una emulsión aceite en agua, estabilizada por la lecitina que proviene de uno de sus ingredientes, el huevo. Otro ejemplo de emulsiones, es la que se forma con gotas de agua en petróleo cuando éste último se extrae del pozo (Pérez, 2010).



Las emulsiones deben ser estabilizadas por componentes con actividad interfacial, de los cuáles los más utilizados son los surfactantes, así la composición de las mismas son al menos dos líquidos inmiscibles y un (o varios) agentes que la estabilizan (surfactantes).

2.2.2 Surfactantes

Los surfactantes son sustancias cuyas moléculas poseen a la vez un **grupo polar** y un **grupo no polar**. El grupo polar es en general un grupo funcional que contiene heteroátomos como O, S, N o P; los grupos polares más comunes son los grupos: carboxilato, sulfonato, sulfato, amonio y fosfato. Los grupos hidroxilo y éter deben tener un cierto orden de multiplicidad para producir un grupo polar apropiado (poliol, poliéter).

En cuanto al grupo apolar (no polar) es en general una cadena hidrocarbonada de tipo alquilo ó alquil-arilo con típicamente 12 a 20 átomos de carbonos (Salager, 2002).

2.2.2.1 Clasificación de los surfactantes

Desde el punto de vista comercial los surfactantes se clasifican según su aplicación. Por tanto, se prefiere, clasificarlos de acuerdo a la estructura de su molécula, o más exactamente, según la forma de disociación en el agua. Algunas de las clasificaciones de los surfactantes son:

2.2.2.1.1 Surfactantes aniónicos

Se disocian en un anión anfífilo y un catión, el cual es en general un metal alcalino o un amonio cuaternario. A este tipo pertenecen los detergentes sintéticos como los alquil benceno sulfonatos, los jabones (sales de sodio de ácidos grasos), los agentes espumantes como el lauril sulfato, los humectantes del tipo sulfosuccinato, los



dispersantes del tipo lignosulfonatos, etc. La producción de los surfactantes aniónicos representa alrededor del 55% de los surfactantes producidos anualmente en el mundo.

2.2.2.1.2 Surfactantes no iónicos

Están en el segundo rango por orden de importancia con un poco menos del 40% del total. En solución acuosa no se ionizan, puesto que ellos poseen grupos hidrófilos del tipo alcohol, fenol, éter o amida. Una alta proporción de estos surfactantes pueden tornarse relativamente hidrofílicos gracias a la presencia de una cadena poliéter del tipo polióxido de etileno. El grupo hidrófobo es generalmente un radical alquilo o alquil benceno y a veces una estructura de origen natural como un ácido graso, sobre todo cuando se requiere una baja toxicidad.

2.2.3 Propiedades de los surfactantes en solución

La condición dual de poseer grupos hidrofílicos y lipofílicos en su estructura, llamada anfipatía o anfifilicidad, hace que las moléculas de surfactante en solución emigren hacia interfases de carácter polar/apolar, donde alcanzan un estado de mínima energía. Este fenómeno, llamado adsorción, va generalmente acompañado de una reducción de la tensión interfacial o superficial. A cierta concentración (denominada concentración micelar crítica, o CMC), las moléculas de surfactante "saturan" la fase que las contiene. Por encima de la CMC, se verifica la asociación de las moléculas adicionales de surfactante en posiciones favorables a la condición fisicoquímica de sus grupos polares y apolares en estructuras de asociación denominadas micelas. (Hernández, 2004).

La disminución de la tensión interfacial favorece la deformación y ruptura de una interfase, la formación de sistemas dispersos como las emulsiones o las espumas, la modificación de la adherencia de una fase líquida sobre un sustrato o una fase gaseosa, etc. Por otra parte, las micelas propician la solubilización en su seno de una fase inmiscible con aquélla donde originalmente se encuentra el surfactante para conformar dispersiones estables de fases líquidas inmiscibles denominadas

emulsiones. Estas propiedades son la base del gran número de aplicaciones que encuentran los surfactantes en muy diversos campos del mundo moderno. (Hernández 2004). En la figura 2.2, se muestra una imagen de los fenómenos de adsorción y asociación.

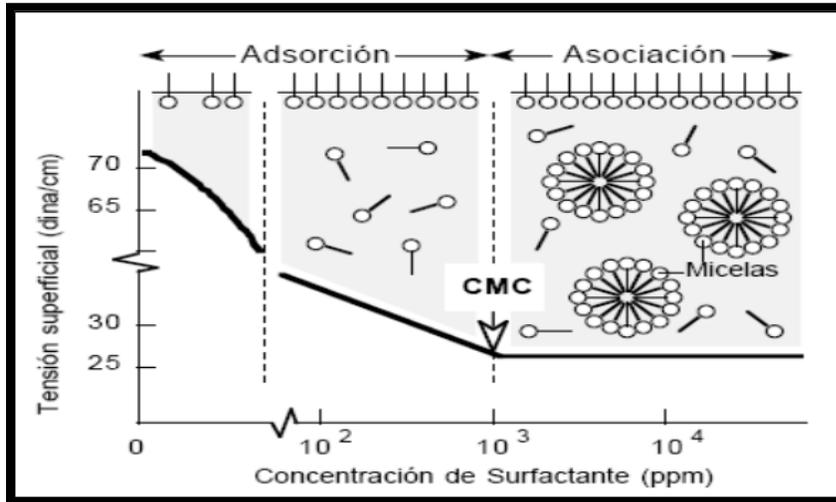


Figura 2.2. Los fenómenos de adsorción y asociación y su relación con la tensión superficial. (Hernández, 2004)

2.2.4 Fenómenos fundamentales

Con excepción del poder bactericida de ciertos surfactantes, fenómeno del cual no hay una explicación absolutamente segura, se puede decir que todas las propiedades y usos de los surfactantes provienen de dos propiedades fundamentales de estas sustancias: de una parte, su capacidad de adsorberse a las interfases y de otra parte su tendencia a asociarse para formar estructuras organizadas.

2.2.4.1. Adsorción

Todos los surfactantes poseen una molécula que presenta a la vez un grupo polar (hidrofílico) y un grupo apolar (hidrófobo o lipofílico). El grupo polar es en general un grupo funcional que contiene heteroátomos (O, S, N, P), mientras que el grupo apolar es en la mayoría de los casos un hidrocarburo parafínico o alquil-aromático. La figura

2.3, muestra la estructura de un surfactante muy utilizado en los polvos para lavar: el dodecil benceno sulfonato de sodio.



Figura 2.3. Dodecil benceno sulfonato de sodio. (Salager, 2004)

En vista de su dualidad polar-apolar, una molécula de surfactante no puede satisfacer su doble afinidad ni en un solvente polar, ni en un solvente orgánico. Cuando una molécula de surfactante se coloca en una interfase agua-aire ó agua-aceite, ella puede orientarse de manera a que el grupo polar esté en el agua, mientras que el grupo apolar se ubica "fuera" del agua, en el aire o en el aceite. Desde un punto de vista energético, se puede decir que la energía libre de una molécula de surfactante a la interfase es inferior a la de una molécula solubilizada en el seno de una fase acuosa. La transferencia desde el seno de una fase acuosa a la interfase, llamada adsorción es por lo tanto espontánea.

La adsorción de un surfactante en una superficie gas-líquido o en una interfase líquido-líquido, produce en general una reducción de la tensión superficial o interfacial, de donde se origina el nombre "tensioactivo". La tensión es responsable de la curvatura de las interfases, de la formación de gotas, de un gran número de inestabilidades capilares y de numerosos fenómenos de estabilización de interfases. Las fuerzas capilares involucradas pueden ser considerables y se pueden encontrar aplicaciones en la fabricación de adhesivos, la recuperación mejorada de petróleo, la colocación de una monocapa protectora, la contracción de capas de petróleo flotando, etc.

El descenso de la tensión favorece la deformación y la ruptura de una interfase, la formación de sistemas dispersos como las emulsiones o las espumas, la movilización del petróleo residual, la limpieza industrial, etc. La adsorción de surfactantes no se limita

a las interfases fluido-fluido. Ella se produce también en las interfases líquido-sólido, y eventualmente gas-sólido. La fuerza motriz de la adsorción en una interfase líquido-sólido puede incluir uno o varios de los efectos siguientes: atracción polar por la presencia de cargas eléctricas en el sólido, efecto hidrófobo, formación de estructuras de baja energía, así como algunos otros efectos de menor interés.

Cualquiera sea el caso, siempre es la presencia de una capa (en general monocapa) de surfactante a la interfase que es responsable de un cierto número de fenómenos utilizados en las aplicaciones.

La adsorción de surfactantes iónicos permite producir un efecto antiestático. Si el balance de cargas adsorbidas no alcanza la neutralidad, las superficies tienden a repelerse, lo cual constituye un mecanismo de estabilización de sistemas dispersos. El impedimento estérico producido por moléculas de surfactante adsorbidas puede ser también responsable de la estabilización de muchos sistemas dispersos.

La adsorción de surfactantes en las interfases puede modificar los equilibrios trifásicos sólido-fluido-fluido y conducir a la extensión en forma de una monocapa o al cambio de mojabilidad de una superficie, fenómenos que son ampliamente utilizados en procesos industriales tales como la hidrofiliación y la hidrofobación, la flotación, el secado, la lubricación, la detergencia, etc. En la figura 2.4, se muestran los fenómenos relacionados a la adsorción.

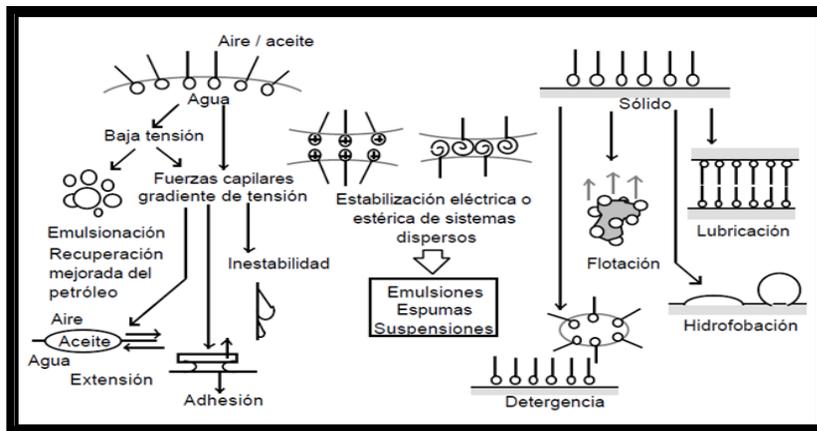


Figura 2.4. Fenómenos relacionados a la adsorción. (Salager, 2004)

2.2.4.2 Asociación

Cuando a una solución (acuosa por ejemplo) se le añade cada vez más surfactante, este comienza por adsorberse a las interfases disponibles, luego su concentración en forma mono molecular aumenta hasta que se forman las primeras micelas. A continuación se muestra una imagen de una estructura micelar.

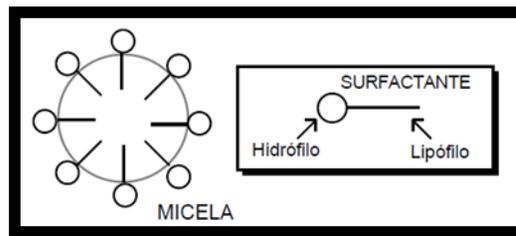


Figura 2.5. Micela (Salager, 2004)

El fenómeno de la micelización se produce como un compromiso entre dos tipos de efectos: los efectos que tienden a favorecer la formación de una micela, particularmente el efecto hidrófobo, que aumenta con el tamaño de la cadena hidrocarbonada del surfactante. De otra parte, los efectos que tienden a oponerse a la formación de una micela, tal como la repulsión entre los grupos hidrofílicos, particularmente importante en el caso de surfactantes iónicos. La presencia de un alcohol que se intercala entre las moléculas de surfactante en la interfase, o la adición de electrólitos que produce un efecto de pantalla que reduce el campo eléctrico intermolecular, reduce las fuerzas repulsivas y por este efecto favorece la micelización.

Los efectos que favorecen la micelización producen un descenso de la CMC y viceversa. Se ha hablado sólo de micelas en medio acuoso, pero se puede considerar que los mismos fenómenos se producen en medios apolares. Las micelas son responsables de una propiedad fundamental de las soluciones de surfactantes: su poder solubilizante. (Salager, 2004).

La figura 2.6, muestra la variación de la concentración de hidrocarburo solubilizado en una solución de surfactante en función de la concentración de este

último. A partir de la CMC, la solubilización aumenta considerablemente, ya que el hidrocarburo penetra dentro del corazón de las micelas.

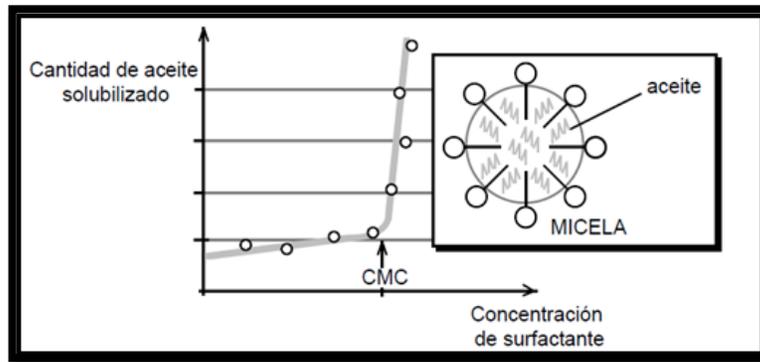


Figura 2.6. Solubilización micelar. (Salager, 2004)

La solubilización micelar puede producirse por diversos mecanismos. Ella permite "disolver" aceite en agua o viceversa, lo que es de gran interés para diversos tipos de aplicaciones tales como la detergencia, la vectorización de medicamentos, la separación y la extracción selectiva.

En ciertos casos la solubilización puede ser considerable y se observan sistemas llamados "microemulsiones". El término microemulsión se ha escogido mal ya que se puede pensar que se trata de una (macro) emulsión compuesta de (micro) gotas. Este no es el caso general y es mejor considerar una microemulsión como una solución micelar en la cual las micelas están hinchadas y se tocan entre ellas.

En realidad, se encuentran micelas y micelas inversas en coexistencia, a menudo en una estructura bicontinua. A veces, el tipo de surfactante favorece la formación de una estructura estratificada plana llamada cristal líquido que posee propiedades birrefringentes utilizadas en pantallas planas.

Estas estructuras y otras menos organizadas tienden a inmovilizar grandes cantidades de solvente para formar geles.

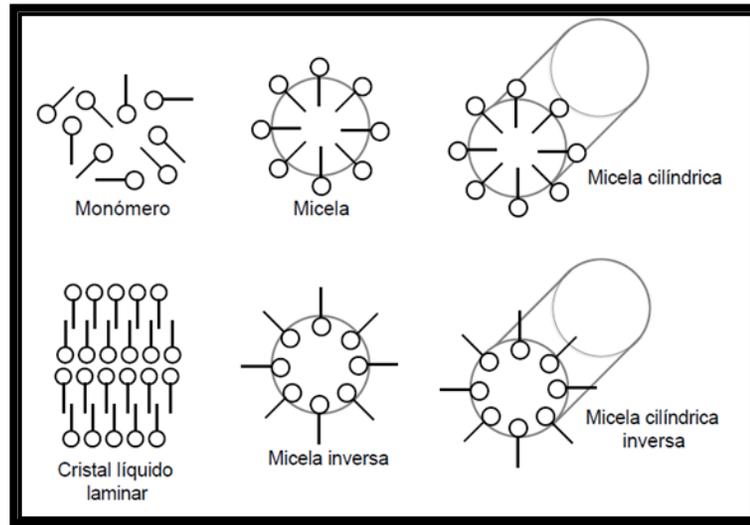


Figura 2.7. Diferentes estructuras producidas por la asociación de surfactantes. (Salager, 2004).

Ciertos surfactantes de origen natural, tales como los fosfolípidos, tienden a formar estructuras bidimensionales de tipo membrana bicapa (Salager, 1992).

2.2.5 Métodos de determinación de tamaño de gota

La importancia de definir algún parámetro característico de una dispersión o de una emulsión, tal como un diámetro "promedio", aparece claramente en la literatura que trata de las aplicaciones. Por ejemplo, las propiedades de fraguado y de resistencia del concreto dependen del diámetro medio y de la forma de la distribución de tamaño; el poder recubridor de las pinturas, el sabor de las emulsiones alimenticias, y la eficiencia de las dispersiones o las emulsiones farmacéuticas, dependen también de estas características (Peña, 2004).

Se puede determinar la distribución de tamaño de gotas de una emulsión por varios métodos experimentales, basados en fenómenos físicos. Se pueden clasificar por un lado, en métodos "globales" que se basan sobre una propiedad promedio del sistema, tal como su superficie o su reflectancia, y que por lo tanto dan solo un diámetro



equivalente; y por otro lado en métodos "individuales" que consideran las propiedades a la escala de la gota, y que mediante un análisis estadístico, llevan a la distribución de tamaño (Peña, 2004).

Se hará énfasis en la segunda categoría, la cual puede subdividirse de acuerdo con los fenómenos involucrados: microscopía y análisis de imagen, dispersión de radiación, difracción de radiación, propiedades eléctricas, y movimiento relativo gota-fase externa. (Peña, 2004).

2.2.6 Emulsión espontánea

Al entrar en contacto dos líquidos inmiscibles, en ciertos casos, se observa que se forma espontáneamente una emulsión sin necesidad de un aporte de energía mecánica. Este fenómeno de emulsión espontánea se conoce desde hace bastante tiempo. En todos los casos, hay evidencia de que un material tensioactivo (surfactante y/o alcohol) se encuentra fuera del equilibrio fisicoquímico. Se sospecha por lo tanto que la emulsión espontánea está ligada a un fenómeno de transferencia de masa a través de la interfase. Sin embargo, el equilibrio fisicoquímico causado por el tiempo de pre-equilibración de las muestras descarta la posibilidad de una transferencia de masa y por lo tanto de emulsión espontánea. (Salager, 1997)

Algunos autores introdujeron la noción de tensión interfacial negativa. La explicación dada era que la adsorción de materia tensioactiva se vuelve tan grande que se logra una tensión negativa, produciendo entonces una expansión de la interfase y por lo tanto la formación espontánea de una emulsión. Sin embargo, este concepto es de difícil aceptación desde el punto de vista termodinámico. Mittal y Scriven (1976), mencionan que cuando la tensión interfacial es baja (0,1 a 0,01 dina/cm), otros factores pueden contribuir a los cambios energéticos que acompañan las deformaciones de la interfase, en particular la energía de las dobles capas eléctricas.



2.2.7 Cristales líquidos

A la estabilidad de las emulsiones se les atribuyen estructuras (moléculas o iones) que se disponen de manera relativamente ordenadas a las cuales se les llaman cristales líquidos, que se forman cuando un sólido se disuelve en un líquido apropiado a intervalos determinados de concentración, temperatura y presión. (Pasquali, 2006).

Las fases líquido cristalinas se clasifican en: termotrópicas y liotrópicas. Los cristales termotrópicos se forman al calentar ciertos sólidos a una temperatura característica para cada sustancia. A otra temperatura, mayor y definida, desaparece el orden a nivel molecular y el sistema presenta las características de un líquido ordinario. Los cristales líquidos liotrópicos, en cambio, se presentan en un cierto intervalo de temperatura, cuando algunas sustancias se dispersan en un líquido. Para una temperatura fija, este tipo de cristal líquido aparece en un intervalo de concentración (Pasquali, 2006).

A medida que aumenta la concentración de las moléculas en la solución, ellas toman diferentes ordenamientos como empaquetamiento molecular lamelar (empaquetamiento en capas), empaquetamiento molecular cúbico, y empaquetamiento molecular hexagonal. Estas influyen notablemente la emulsión espontánea, cuanto mayor se presenten las características líquido cristalinas, la cual se origina sin necesidad de un aporte de energía mecánica (Salager, 1997).

2.2.7.1 Empaquetamiento molecular lamelar: consisten en bicapas de moléculas de una sustancia anfifílica separadas entre sí por capas de agua. Esta fase líquida cristalina se caracteriza por su relativa fluidez. Posee un único eje óptico (dirección a la cual no presenta birrefringencia) que es perpendicular a las capas (Pasquali, 2006).

2.2.7.2 Empaquetamiento molecular hexagonal normal y la hexagonal inversa: la hexagonal normal (H_1) está constituida por micelas cilíndricas dispuestas en un retículo

bidimensional hexagonal y el agua forma una fase continua que llena el espacio entre los cilindros, la hexagonal inversa (H_{II}) esta posee núcleos de agua rodeados por los grupos polares de las moléculas o iones de las sustancias anfifílicas, con el volumen restante ocupado completamente por las cadenas hidrocarbonadas (Pasquali, 2006).

2.2.7.3 Empaquetamiento molecular cúbicas: poseen una viscosidad muy elevada y no presentan birrefringencia. Se encuentran las fases cúbicas bicontinuas y las micelares. Las fases bicontinuas están basadas en superficies mínimas periódicas, mientras que las micelares en acomodamientos complejos o agregados micelares discretos (Pasquali, 2006).

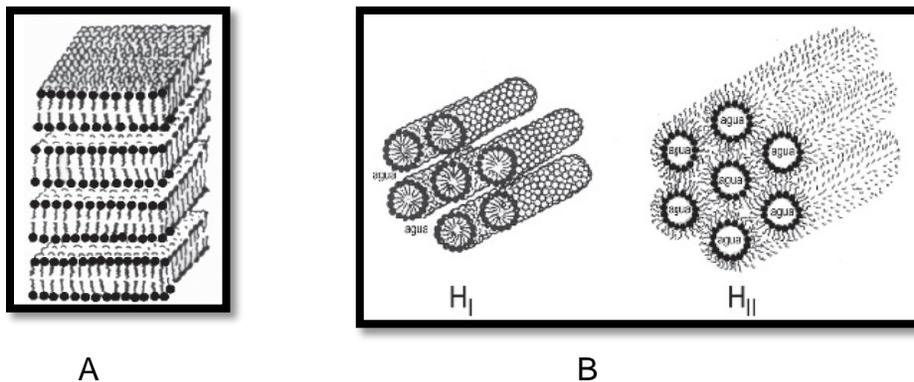


Figura 2.8. Tipos de ordenamientos en los cristales líquidos. (A: Estructura de la fase laminar, B: Estructuras de la fase hexagonal (H_I) y hexagonal inversa (H_{II})) (Pasquali, 2006).

2.2.7.4 Propiedades ópticas de la fase lamelar

Un dominio es una región de una fase líquida cristalina que posee una sola dirección. Algunas de las texturas de la fase lamelar se originan en su tendencia a disponerse paralelamente a las superficies, tales como las de burbujas o de gotitas (ver figura 2.9).



Figura 2.9. Bordes birrefringentes de gotitas de una emulsión (Pasquali, 2006)

Si las bicapas se disponen paralelamente al porta y cubre objeto, el eje óptico queda paralelo al microscopio. Este tipo de alineamiento, en el cual el director es perpendicular (y las capas paralelas) a la superficie del sustrato, se denomina homeotrópico. En una alineación la muestra aparece como isotrópica, ya que no se observa birrefringencia cuando se ilumina con un haz de rayos paralelos entre sí y perpendiculares a la superficie. Si se utiliza un haz de luz convergente se observan cruces de interferencia uniaxiales (Pasquali, 2006).

Otro tipo de texturas que presenta la fase laminar son las cónicas focales, que constituyen una consecuencia de fuerzas que impiden la formación de una disposición homeotrópica o uniaxial. Así, por ejemplo, son favorecidas por precipitación rápida, alteración mecánica o térmica, o por curvatura de la superficie de las gotas. Bajo estas circunstancias, las capas de la fase laminar se curvan y dan una familia de superficies tales que minimizan la tensión a que se ve sometida la estructura laminar curvada.

Las texturas cónicas focales se dividen, en texturas debidas al tipo de unidades y en texturas compuestas. Las primeras se dividen en unidades positivas, negativas y con forma de abanico. Las unidades positivas y negativas son las que dan cruces de extinción que corresponden, respectivamente, a estructuras uniáxicas positivas y negativas. (ver figura 2.10).

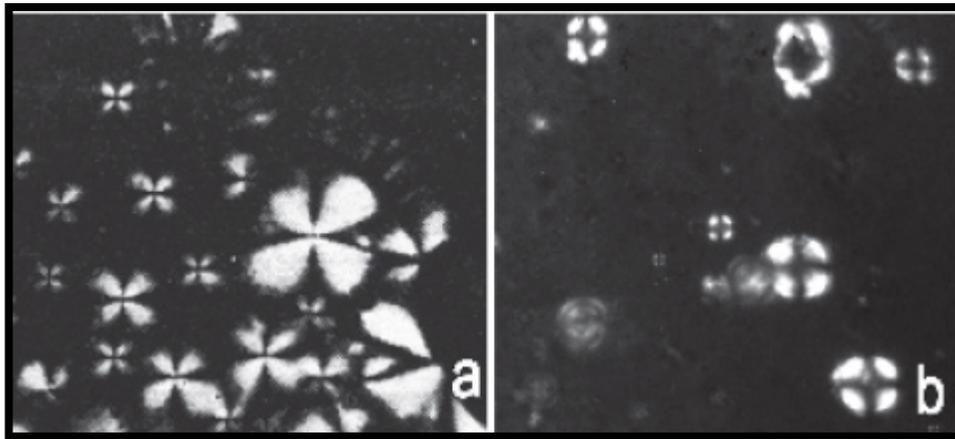


Figura 2.10. Cruces de extinción de cristales líquidos uniáxicos: a) positivos, b) negativos (Pasquali, 2006)

2.2.7.5 Influencia del tipo de alcohol sobre la formación de nano-emulsiones y la existencia de mesofases de cristal líquido

Por ser sistemas termodinámicamente inestables, las nano-emulsiones requieren energía para su formación. Dependiendo de la forma como se suministre la energía necesaria para emulsionar al sistema los métodos de emulsión pueden ser clasificados como métodos de alta energía (también denominados de dispersión o fuerza bruta siendo necesario el uso de homogeneizadores de alta presión, molinos de coloides, equipos de alta cizalla, etc.) y métodos de baja energía denominados también fisicoquímicos o de transición de fases. Entre los métodos de baja energía se destacan por su aplicación y amplio uso a nivel industrial el de temperatura de inversión de fases (PIT) y el método de inversión de fases por dilución. La presencia de fases de cristal líquido lamelar es una condición necesaria para la obtención de nano-emulsiones cuando éstas se obtienen por el método de transición de fases por adición de agua a un sistema que contiene una de aceite/surfactante no-iónico (Forgiarini, 2009).

Por otra parte, se conoce que el tipo y cantidad de alcohol tiene influencia sobre el comportamiento de fases de los sistemas agua/surfactante/aceite particularmente con

la formación o destrucción de mesofases de cristal líquido. El tipo y cantidad de alcohol rige su concentración en la membrana interfacial, alcoholes muy hidrofílicos (de cadena corta) se solubilizan preferiblemente en la fase acuosa mientras que alcoholes más lipofílicos (de cadena más larga) se solubilizan en la fase oleosa.

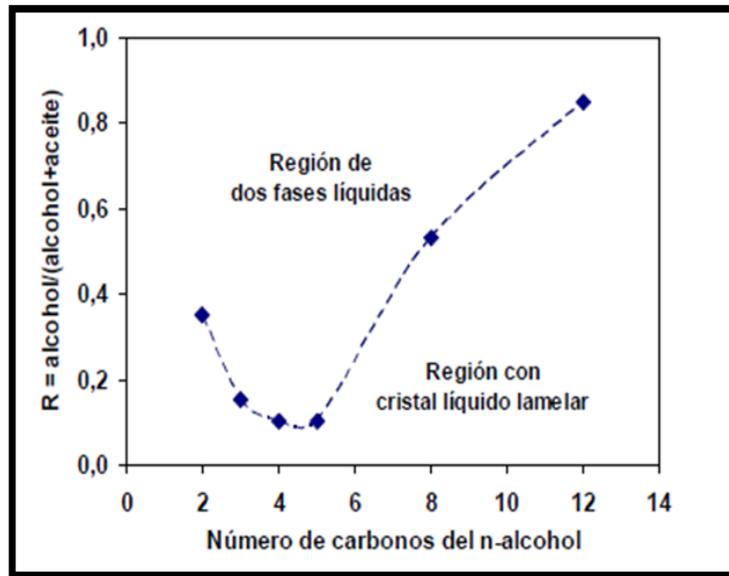


Figura 2.11. Comportamiento de fases en función de la fracción en peso del alcohol en la dispersión $R = \text{alcohol} / (\text{alcohol} + \text{aceite})$, manteniendo constante la fracción de agua ($f_w = 0,28$) y $O/S = 60/40$ para los diferentes alcoholes lineales (Forgiarini, 2009).

2.2.8 Microscopía y análisis de imágenes

La observación directa o la fotografía en microscopía óptica son el método más simple, y el único que puede considerarse como absoluto; permite al operador pronunciar un juicio subjetivo acerca del tamaño o de la forma de las gotas. Sin embargo, se vuelve extremadamente tedioso y a menudo es difícil hacer medidas objetivas, como la determinación del tamaño de gota (Peña, 2004).

El límite inferior de la microscopía óptica es del orden de $1 \mu\text{m}$, en buenas condiciones de iluminación y de contraste. Sin embargo, para tales dimensiones, el



movimiento browniano se vuelve un problema y se requiere utilizar películas muy sensibles y alumbrados flash para "inmovilizar" la imagen.

2.2.8.1 Microscopía óptica de luz polarizada

La microscopía constituye la manera más directa de obtener información sobre una muestra. Un método muy sencillo que permite obtener información acerca de las microestructuras formadas por soluciones de tensioactivos es la microscopía óptica de luz polarizada (Galaz, s.f.).

Con la adición de filtros polarizadores, los compuestos orgánicos responden al efecto de la luz, éstos tienen un alto grado de orientación molecular (sustancias anisótropas), haciendo que la luz que los atraviesa pueda hacerlo en determinados planos vibratorios atómicos. El primero de ellos, el polarizador propiamente dicho, sirve para generar un haz de ondas luminosas que oscilan en un solo plano y que se hace incidir en la muestra. El segundo, denominado analizador, se encuentra entre la muestra y el ocular. Cuando ambos polarizadores se encuentran cruzados, se extingue la luz generada por el primer polarizador. Sin embargo, si la muestra contiene sustancias que presentan anisotropía, se produce birrefringencia y esta puede detectarse.

2.2.8.2 Luz polarizada

La luz se propaga en ondas electromagnéticas, en las cuales los planos que contienen a los campos magnéticos y eléctricos son perpendiculares entre sí. La luz blanca se compone de ondas con campo que fluctúan en todas las direcciones posibles, a lo que se le llama luz polarizada al azar.

Un polarizador es un material que por su composición química hace que la luz que pasa a través de él lo haga en una sola dirección, a la cual se le llama dirección preferencial. Al hacer pasar a la luz polarizada al azar por un polarizador, se obtiene luz

linealmente polarizada lo que significa que ésta fluctúa solamente en un plano específico (ver figura 2.12).

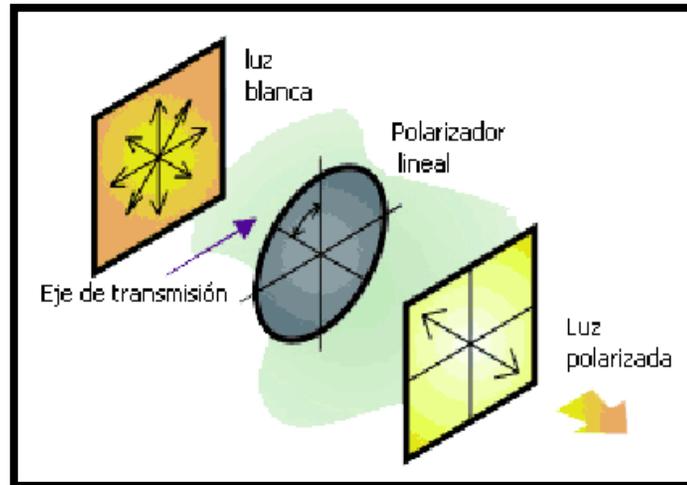


Figura 2.12. Polarización lineal de luz (Galaz, s.f.).

Si se colocan dos polarizadores de tal forma que sus ejes preferenciales sean paralelos entre sí toda la luz que pasa a través del primer polarizador pasará a través del segundo. En cambio, si estos se colocan de manera perpendicular o cruzada, la luz que logra pasar a través del primer polarizador no pasará a través del segundo (Galaz, s.f.).

2.2.8.3 Birrefringencia en fase lamelares

La microscopía de luz polarizada es de gran utilidad para diferenciar muestras isotrópicas de muestras anisotrópicas. Una muestra anisotrópica presentará un fenómeno conocido como birrefringencia, pudiéndose considerar que posee dos índices de refracción.

Esto implica que al colocar esta muestra entre polarizadores cruzados, la luz polarizada por el primero se ve afectada por el índice de refracción de la muestra y no es bloqueada al pasar por el segundo polarizador.

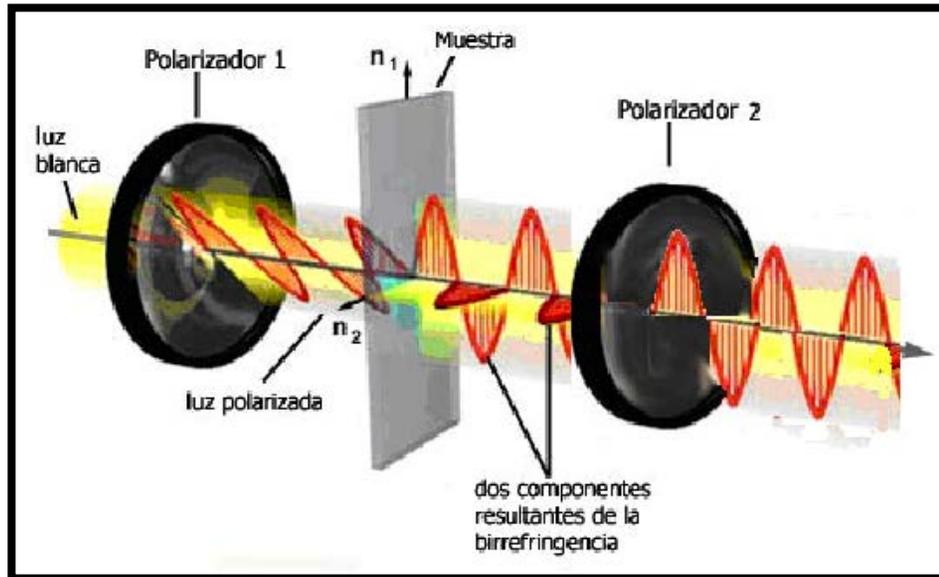


Figura 2.13.Esquema representativo del fenómeno de birrefringencia (Galaz, s.f.).

Considerado el caso de una fase lamelar, la luz que se polariza linealmente por el primer polarizador adquiere una polarización elíptica que dura sólo mientras ésta se propaga dentro de la muestra. Al llegar esta onda de luz al segundo polarizador existe una componente que es capaz de pasar a través de él, por lo que la muestra presenta un aspecto brillante (ver figura 2.13) (Galaz, s.f.).



CAPÍTULO III

3. Marco Metodológico

Se presentan un conjunto de actividades orientadas a darle culminación a los objetivos planteados en el trabajo de investigación, estableciéndose las estrategias con las cuales se lleva a cabo la realización de este estudio, además se presentan las etapas metodológicas, herramientas y actividades que permiten desarrollar de forma organizada los objetivos planteados.

3.1 Tipo de estudio y de investigación

Teniendo en cuenta los objetivos planteados, la investigación a nivel de profundidad, es de tipo experimental, ya que se tendrá manipulación de variables dependientes del proceso y posterior a ello se observará la conducta de la emulsión.

Como lo indican Debold B. Van Dalen y William J. Meyer (2007); la investigación experimental consiste en “la manipulación de una variable experimental no comprobada, en condiciones rigurosamente controladas, con el fin de describir de qué modo o por qué causa se produce una situación o acontecimiento en particular”.

En esta investigación se analizará la estabilidad de los sistemas propuestos, para luego conocer si hay presencia de cristal líquido, tratando de que el medio en que se lleven a cabo los experimentos no afecte con el desarrollo de los mismos.



3.2 Etapas de la Investigación

Para el desarrollo sistemático de la investigación (DSI), se plantean las siguientes fases:

- ✚ Selección de los sistemas de agua/aceite más adecuados para el estudio de la emulsión espontánea.
- ✚ Desarrollo de la emulsión espontánea seleccionada bajo sus condiciones establecidas.
- ✚ Análisis de la emulsión y su comportamiento mediante un microscopio óptico convencional.
- ✚ Diseño de un montaje experimental para el estudio de cristales líquidos formados en el proceso de emulsión espontánea.
- ✚ Construcción del montaje experimental.
- ✚ Evaluación del montaje experimental empleando técnicas de videometría con la finalidad de observar la dinámica del proceso.

3.3 Lugar de la investigación experimental

La realización de los experimentos fueron llevados a cabo en el Centro de Investigación Médicas y Biotecnológicas de la Universidad de Carabobo (CIMBUC), en conjunto con el Laboratorio Instrumentación, Materiales, Caracterización y Óptica del Departamento de Física de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT) de la misma Universidad, ubicado en Valencia Edo. Carabobo y en el Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD) de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT), el trabajo especial de grado está orientado a la línea de investigación de fenómenos interfaciales de esta facultad.



3.4 Desarrollo de los objetivos

A continuación, se explicaran los objetivos planteados en este trabajo especial de grado de un manera detallada.

3.4.1 Selección de los sistemas de surfactantes/agua/aceite

En la selección de los sistemas de surfactantes/agua/aceite se tomaron en cuenta análisis previos a una línea de investigación de trabajo especial de grado que están en conjunto con el desarrollado en esta investigación, como lo fue el trabajo especial de grado titulado “Evaluación de sistemas surfactantes-agua-aceite en la formación espontánea de emulsiones” llevada a cabo por (García, 2010). Tomando en cuenta la naturaleza del surfactante a emplear ya sea lipofílico o hidrofílico, a partir del mismo se determinan el conjunto de reactivos necesarios (alcoholes y aceites) para la formación de sistemas en fase aceite y por ende la emulsión al añadirle agua a estos sistemas.

Además se conocen las formulaciones óptimas en este trabajo especial de grado debido a conocimientos previos de investigaciones llevadas a cabo en años anteriores, para ser más específicos desde el año 1970, es por este motivo que no es necesario realizar un diseño de experimentos.

3.4.2 Desarrollo de las emulsiones espontáneas

Para el desarrollo de la emulsión espontánea se requieren llevar a cabo una serie de pasos previos que permitan obtener lo requerido en este objetivo.

3.4.2.1 Preparación de las soluciones madres al 10% p/v de surfactantes lipofílicos en conjunto con el aceite Vassa A-120

En la preparación de las soluciones madres se tomó en consideración la naturaleza del surfactante (hidrofílico y lipofílico) por lo que depende de gran importancia del carácter de solubilización, mencionando que si es de carácter o naturaleza hidrofílico este será soluble en agua y si es de carácter o naturaleza lipofílico será soluble en aceite.

En la figura 3.1, se hace referencia a un esquema que representa la metodología para la preparación de la solución madre al 10% p/v, en un volumen de 100 mL

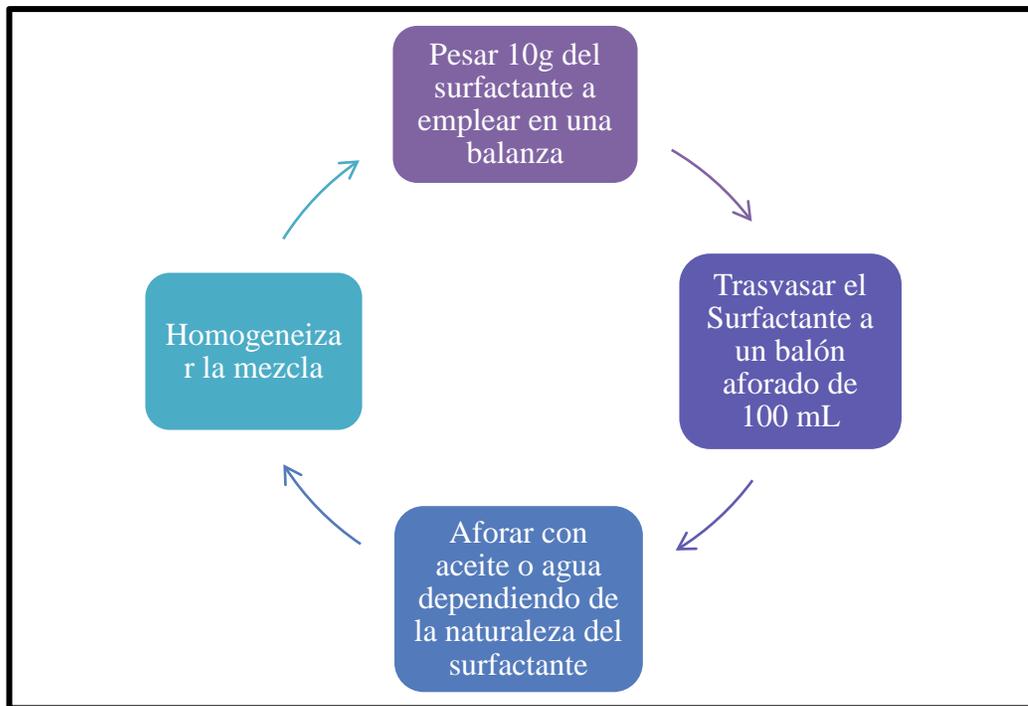


Figura 3.1. Metodología para la preparación de la solución madre al 10% p/v

✚ Empleando como solvente aceite Vassa A-120

Se pesó en un balón aforado de 100 mL ($10,0000 \pm 0,0001$) g de nonil fenol etoxilado (NFE-6) añadiendo aceite vassa A-120 (aceite suministrado por la empresa VENOCO) hasta llegar al aforo; finalmente se homogenizó la mezcla aprovechando la misma para



montar 12 sistemas nombrados de (A- L) y se usó $(10,0000 \pm 0,0001)$ g de nonil fenol etoxilado (NFE-4) empleando el mismo procedimiento anterior para otros 12 sistemas nombrados de (A´ - L´).

✚ Utilizando aditivos lipofílicos e hidrofílicos sobre el proceso de emulsión espontánea

Para la preparación de los diversos sistemas surfactante/agua/aceite, se emplearon las soluciones madre de surfactante nonil fenol etoxilado (NFE-6) y (NFE-4) al 10% p/v.

Teniendo la densidad y el volumen $(0,16 \pm 0,01)$ mL del surfactante hidrofílico se determina la masa que se requiere del mismo, esta es pesada en un tubo de ensayo de rosca, seguidamente se adicionó $(4,00 \pm 0,01)$ mL de la solución madre preparada con anterioridad y finalmente se agregó 80% v/v de alcohol.

Estos componentes fueron mezclados por completo en el tubo de ensayo con rosca siguiendo el orden descrito. Este procedimiento se usó tanto para el (NFE-6) como para el (NFE-4), teniendo en total 24 sistemas de fase aceite sin presencia de agua. Para posteriormente poner en contacto cada sistema con agua empleando el método de la gota y de esta manera producir la emulsión espontánea. Los alcoholes empleados en la formulación de cada sistema, fueron: el 1 propanol, el 2 propanol, el 1 butanol y pentanol.

Se puede apreciar mediante la figura 3.2, imágenes de las soluciones madres preparadas tanto para NFE-6 como NFE-4 y demás aditivos que son necesarios para la preparación de los sistemas.

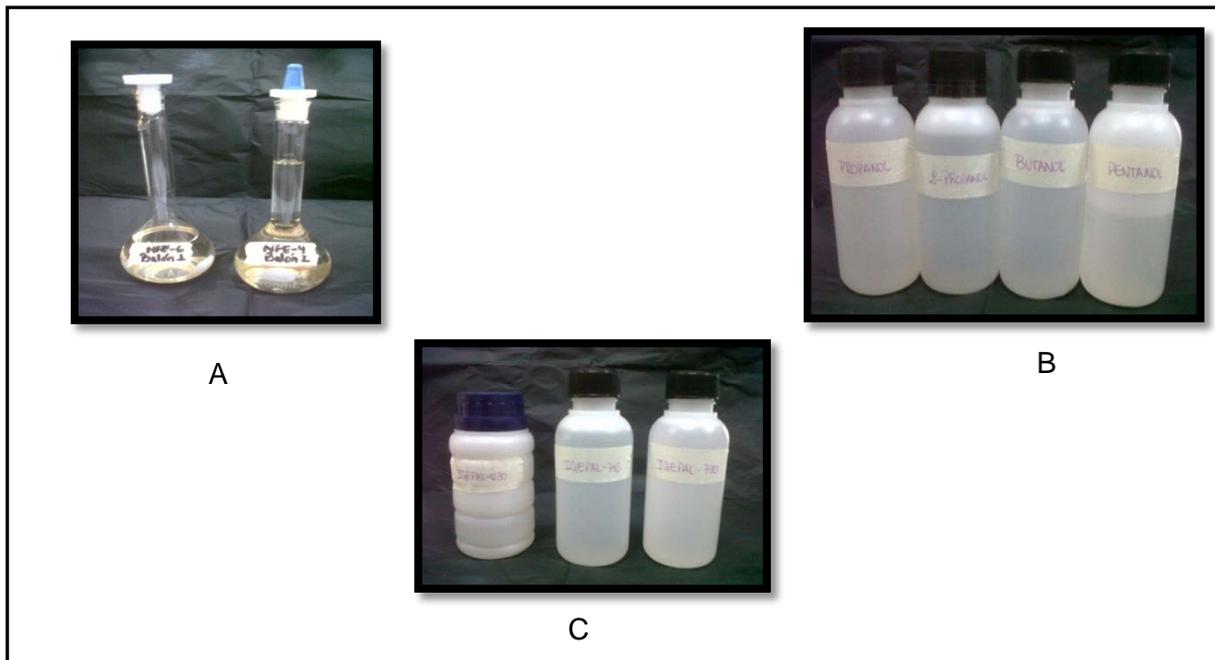


Figura 3.2. Soluciones necesarias para la preparación de los sistemas. (A: Soluciones madres de (NFE-6) y (NFE-4), B: Alcoholes, C: Surfactantes hidrofílicos empleados.

3.4.3 Análisis de la emulsión y su comportamiento mediante un microscopio óptico convencional

En principio para realizar el ensayo, se hizo un montaje experimental aplicando el método de la gota utilizando cada una de las soluciones que fueron preparadas con anterioridad.

Se persigue estudiar las formulaciones haciendo que una gota de aceite se ponga en contacto con una gota de agua, este es un método llamado: método de la gota, propuesto por el profesor Juan Carlos López de la Universidad de los Andes. Existen otros métodos como el industrial pero el mismo requiere más cantidad de materia prima y muchas veces se necesita de agitación por lo que los costos de producción son elevados, mientras que el método de la gota emplea menos reactivos y la emulsión se da de una manera más rápida sin necesidad de la agitación, por lo que será el aplicado en esta investigación. Para llevar a cabo el montaje requirió de los

siguientes implementos o materiales: varios goteros, lámina de vidrio usado como porta objeto, papel de seda negro. Se procedió entonces a emplear uno de los goteros el cual contenía una gota del sistema formulado (aceite/alcohol/surfactante); sobre la lámina de vidrio colocando debajo de este último el papel de seda, para así obtener una mejor visión de lo que se formaría, consecutivamente al lado de la gota (fase oleica) se agregó mediante uso de otro gotero, una gota de agua destilada. (ver figura 3.3).

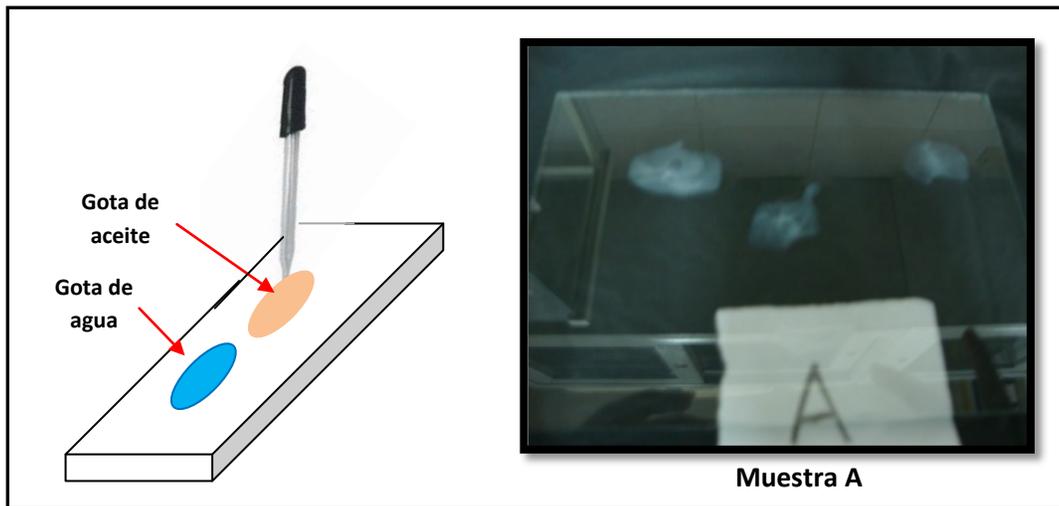


Figura 3.3. Montaje experimental aplicando método de la gota para observar la emulsión espontánea.

3.4.3.1 Cuantificación del ensayo aplicando método de la gota

Durante la aplicación del método, se logró observar el comportamiento del sistema cuando ambas gotas (fase aceite y agua destilada) entraban en contacto. Donde se apreció mediante observación el movimiento de una fase líquida dispersa en otra.

Para seleccionar de manera cualitativa los sistemas, se estableció un criterio de selección, tomando en cuenta las características de tonalidades presentadas en sistemas estudiados en el trabajo especial de grado de las tesis García y Ceballos (2010), mostrando cuatro que clasificaron desde muy buenos hasta muy malos, el trabajo realizado por ellas fue llevado a cabo gracias a conocimientos previos de investigaciones antes estudiadas.

A continuación en la tabla 3.1, se logran apreciar sistemas ya estudiados, dándole ponderaciones a cada uno para así tener patrones a la hora de calificar de manera cualitativa los estudiados en esta investigación. Se tomarán criterios de selección según sus tonalidades, se les dará una ponderación o criterio propio del 10% al 90% (90% muy bueno, 70% bueno, 50% regular, 30% malo y 10% muy malo).

Tabla 3.1. Sistemas patrones de comparación para la clasificación cualitativa de los preparados en la investigación

SISTEMAS	CRITERIOS
 <p data-bbox="331 951 467 982">Sistema A</p>	Sistema calificado como muy bueno, según su tonalidad (90%)
 <p data-bbox="331 1205 467 1236">Sistema B</p>	Sistema calificado como bueno, según la tonalidad que presenta (70%)
 <p data-bbox="331 1507 467 1539">Sistema C</p>	Sistema calificado como regular, dándole una ponderación del (50%)
 <p data-bbox="347 1835 483 1866">Sistema E</p>	Sistema calificado como malo, dándole un valor comprendido a un (50%) según la tonalidad que presenta.



Tabla 3.1. Sistemas patrones de comparación para la clasificación cualitativa de los preparados en la investigación (Continuación)

SISTEMAS	CRITERIOS
 <p data-bbox="451 674 613 705">Sistema F</p>	Sistema calificado como muy malo, debido a la tonalidad que posee, aportándole una ponderación del (10%)

Gracias a estos sistemas que se pueden llamar como patrones, ayudara a poder comparar a simple vista las diversas tonalidades que se presentaran a la hora de estudiar las formulaciones de todos los sistemas mediante el método de la gota, en esta investigación.

3.4.3.2 Estimación del tamaño de las gotas mediante el microscopio óptico convencional

Una vez seleccionados los sistemas, las cuales fueron diez (cinco para el NFE-6 y cinco para el NFE-4), se procedió a hacer uso del microscopio óptico, marca Axiostar plus. El mismo posee dos sistemas de lentes, el objetivo y el ocular, montados en extremos opuestos de un tubo cerrado. El objetivo está compuesto de varias lentes que crean una imagen real aumentada del objeto examinado. Las lentes de los microscopios están dispuestas de forma que el objetivo se encuentre en el punto focal del ocular. Cuando se mira a través del ocular se ve una imagen virtual aumentada de la imagen real. El aumento total del microscopio depende de las longitudes focales de los dos sistemas de lentes. (ver figura 3.4).

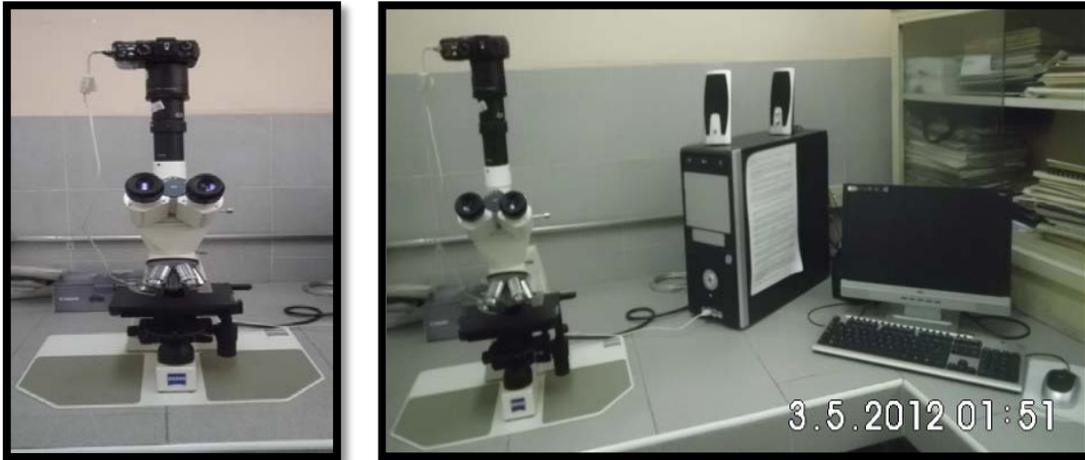


Figura 3.4. Microscopio óptico Axiostar plus, ubicado en el Laboratorio del CIMBUC en la Universidad de Carabobo

Este microscopio posee una cámara ubicada en la parte superior marca Canon power shot G9, 12.1 megapixel, el cual permite realizar video de los mecanismos y tomar fotos de las emulsiones.

Se colocó sobre un vidrio (ya usado con anterioridad) una gota de la fase oleosa que posee el surfactante y el alcohol con una gota de agua destilada (método de la gota) y se captó a través del objeto el momento en que ambas fases se unen. Se empleó un objetivo de 10x.

Cabe destacar que para tomar imágenes de microscopía en formato digital es necesario disponer de un microscopio, una cámara digital, un computador y el software necesario para capturar y analizar las imágenes, en nuestro caso se hizo uso de un programa llamado AxioVision; es un paquete de software para la documentación de microscopía. Para el tamaño de las gotas se aplicó el método en estudio (surfactantes/alcohol/agua) colocando una gota de la fase oleica y una gota de agua en una lámina de vidrio, usando un enfoque con objetivos 10x se tomaron las correspondientes fotos y se guardaron en un CD portátil.



Figura 3.5. Pantalla de inicio del software AxioVision

Posteriormente, se requirió de un programa que permitió tener las dimensiones de las imágenes guardadas llamado ImageJ. La clave para poder tomar medidas es tener al menos 2 imágenes tomadas con la misma magnificación y la misma resolución. ImageJ nos permite medir cualquier cosa en una imagen utilizando un instrumento de calibración también contenido en una imagen tomada a la misma distancia utilizando los mismos principios, el mismo tiene la capacidad de calcular el área y las estadísticas de valor de pixel de selecciones definidas por el usuario, usando como patrón una imagen cuyas dimensiones sean conocidas y mediante esta se logran saber las dimensiones de las gotas formadas en los sistemas anteriores. Para ello es necesario:

1. Utilizar siempre el mismo equipo de medida y análisis.
2. Fijar y anotar las condiciones de iluminación del microscopio.
3. Fijar y anotar las condiciones ópticas del microscopio (objetivos, filtros, condensadores, etc).
4. Fijar y anotar la configuración de la cámara (ganancia, desplazamiento, apertura, etc).
5. Fijar y anotar la configuración del software de captura.
6. Utilizar idénticas condiciones en sucesivas sesiones de captura de imágenes.
7. Comprobar que para una misma preparación el nivel de gris obtenido es idéntico en sesiones de captura distintas.

A continuación se muestra una imagen del programa ImageJ:

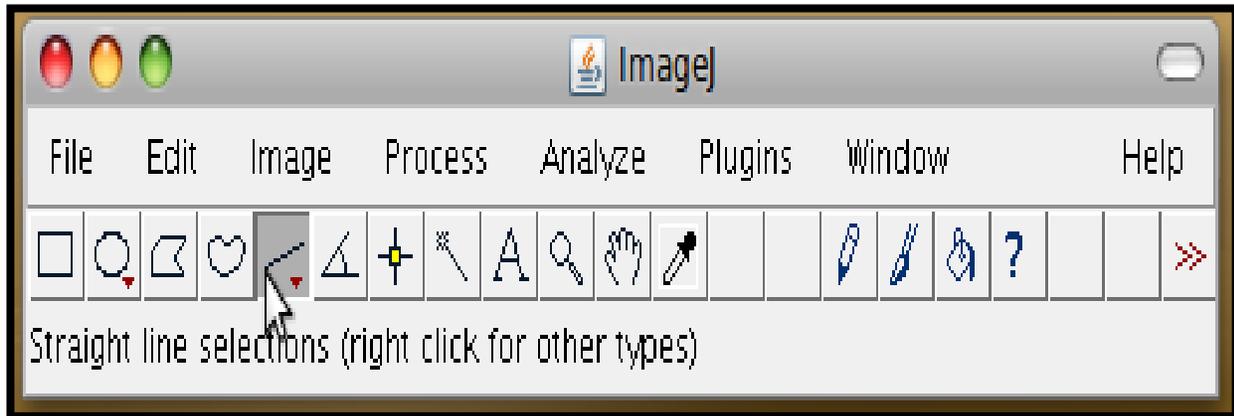


Figura 3.6. Ventana principal del programa ImageJ vista en la pc.

3.4.4 Diseño del montaje experimental para el estudio de cristales formados en el proceso de emulsión espontánea.

Los experimentos con cámara de video pueden considerarse ya una herramienta clásica de enseñanza debido a su utilidad. Debido a ellos, esta herramienta se emplea con respecto a la investigación de las emulsiones.

En el proceso de diseño para evaluar tanto cristales líquidos como la interacción de una gota de aceite de los sistemas desarrollados con NFE-6 y NFE-4 en cierto volumen de agua se tomaron ciertos criterios.

3.4.4.1 Selección del microscopio óptico

Para obtener un microscopio adecuado y que cumpla con los requerimientos de estudiar cristales líquidos, es necesario que se ajuste a las condiciones necesarias como:

1. Adaptación de una cámara de video digital
2. Incorporación de filtros polarizadores



3.4.4.2 Selección de filtros polarizadores

Con respecto, a obtener filtros polarizadores estos deben cumplir cierto criterio ya que no es fácil conseguir filtros polarizadores que absorban energía. Es por ellos, que deben tener un ángulo de incidencia adecuada en la muestra.

3.4.4.3 Selección de portaobjetos

Para la observación de las muestras mediante este montaje experimental es necesario que los portaobjetos seleccionados no sean excavados, es decir, que no posean cavidades.

Una vez cumplido con estos criterios se obtuvieron los siguientes equipos y materiales:

Microscopio óptico del Centro de Investigaciones Médicas y Biotecnológicas de la Universidad de Carabobo (CIMBUC), filtros polarizadores profesionales y portaobjetos de vidrio lisos.

3.4.5 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos y el proceso de emulsión espontánea.

Se hace la construcción de dos montajes experimentales para observar el proceso de emulsión espontánea.

3.4.5.1 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos.

Para llevar a cabo la visualización de cristales líquidos se utilizó el microscopio óptico, marca Axiostar descrito anteriormente (ver sección 3.4.3.2). Se adicionó al microscopio dos filtros polarizadores profesionales; uno de ellos se colocó entre la muestra y el

objetivo, el otro se colocó entre la muestra y la luz empleada para iluminar la misma (ver figura 3.7).

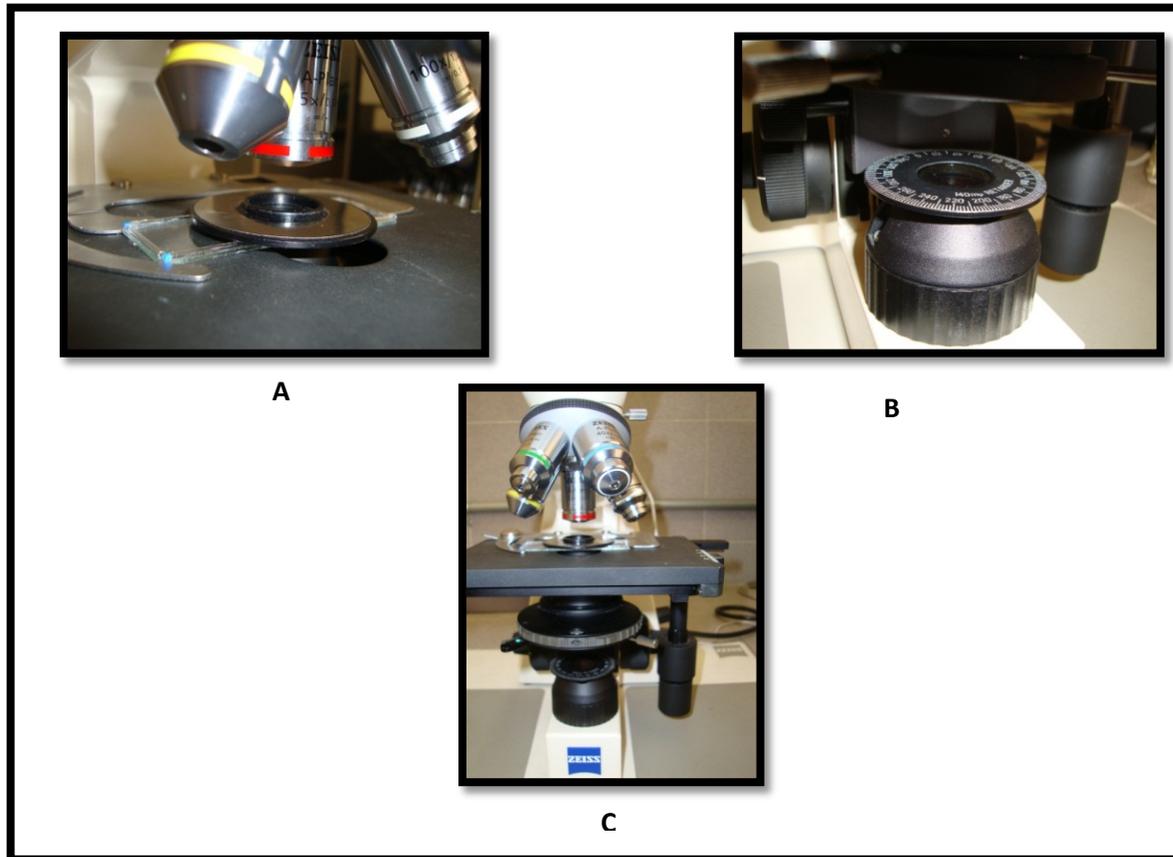


Figura 3.7. Montaje experimental para observar cristales líquidos (A: Polarizador entre el objetivo y la muestra, B: Polarizador entre la muestra y la luz blanca para iluminar la muestra; C: Montaje de los dos polarizadores).

En la ejecución de las observaciones y la toma de videos (videometría), las muestras se colocaron en láminas portaobjetos de la marca SERI'S (76,2 x 25,4 mm), a ellas fueron adicionadas capilares circulares de la marca DOLES de medidas (75 x 1,60 mm) abiertos por ambos lados. Los capilares se sellaron a los portaobjetos empleando silicón líquido transparente de la marca Bambarly (ver figura 3.8).

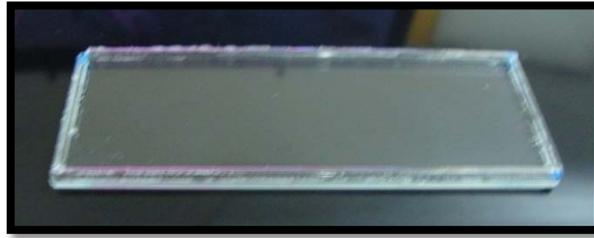


Figura 3.8. Lámina portaobjeto con adición de capilares

Los videos fueron tomados con una cámara digital marca SONY modelo Cyber-shot, 12.1 mega pixel, 4X optical zoom mostrada en la figura 3.9,a una temperatura aproximada de 25°C.



Figura 3.9. Cámara digital usada para la toma de fotos y videos

Los videos mediante microscopía óptica presentados fueron tomados al observar las muestras con un objetivo de 10X.

3.4.5.2 Construcción del montaje experimental para observar la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.

Para el montaje de este experimento, se empleo la construcción de una celda. Para dicha elaboración se emplearon láminas portaobjetos con una dimensión de (76,2 x 25,4 x 27,4 mm), para la adherencia de cada una de las láminas se empleó silicón líquido de la marca Bambarly y en su posterior corte se utilizó un cortador de vidrio de la marca BestValue mostrada en la figura 3.10. Una vez realizada la celda se procedió en aplicar el montaje experimental, este constó de un microscopio digital USB, que contiene una ampliación de tasa de 5X a 800X y una frecuencia de parpadeo de 50Hz/60Hz.

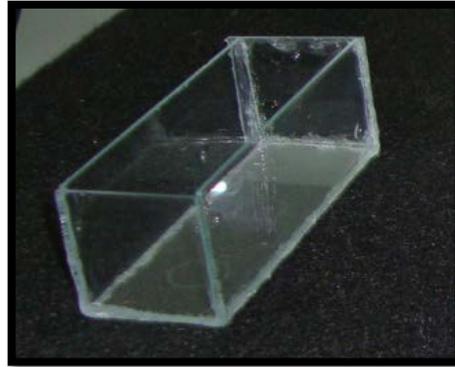


Figura 3.10. Celda para la observación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua

Para la visualización de la muestra es necesario conectar dicho microscopio a una computadora ya que no cuenta con un ocular, una vez conectado el microscopio se hizo empleo de un software llamado AxioVision en el cual se observó una imagen virtual de la imagen real (ver figura 3.11).



Figura 3.11. Montaje para la observación de una gota de aceite en un volumen de agua



3.4.6. Evaluación del montaje experimental empleando la técnica de videometría para observar la dinámica del proceso.

Se procedió en la evaluación del montaje experimental para observar cristales líquidos y del montaje para la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.

3.4.6.1. Evaluación del montaje experimental empleando la técnica de videometría para observar cristales líquidos.

En la evaluación de cristales líquidos se requieren del desarrollo de dos sistemas como lo es un sistema patrón y un sistema sin contenido de alcohol.

3.4.6.1.1 Selección del sistema patrón (surfactante/agua/aceite) para la observación de cristales líquidos.

Para la selección del sistema patrón surfactante/agua/aceite, se tomó una investigación realizada previamente por Ana M. Forgiarini de Guédez; profesora de la escuela de ingeniería básica y de escuelas de postgrado de ingeniería química en ingeniería de mantenimiento de la universidad de los Andes, la cual se basó en la *“Formación de nano-emulsiones de baja energía y métodos de emulsificación a temperatura constante”* realizado en el departamento tecnológico de tensoactivo del instituto de investigaciones ambientales y químicas de Barcelona-España y en conjunto con el departamento de ingeniería química y metalúrgica de la universidad de la misma universidad. Se tomó dodecilsulfato de sodio como surfactante patrón empleando la técnica de la investigación antes mencionada.



3.4.6.1.2 Preparación del sistema patrón (surfactante/agua/aceite) para la observación de cristales líquidos

En la preparación de la solución patrón se tomó un balón aforado de 10 mL, en primer lugar se pesó con la ayuda de una balanza analítica ($3,0021 \pm 0,0001$) g de dodecilsulfato de sodio (SDS) de 99% en pureza, diluyendo posteriormente con 3 mL de agua (H_2O), seguidamente se le adicionó ($0,1022 \pm 0,0001$) g de cloruro de sodio (NaCl) al 100% de pureza y por último para formar el sistema se agregó aproximadamente 0,01 g de Vassa A-120, empleando un gotero para luego aforar con agua y obtener la solución patrón.

Para obtener una homogeneidad en la preparación de la solución patrón se siguió el procedimiento antes detallado conjuntamente con agitación para la dilución de todos los componentes adicionados empleando un beaker y luego ser trasvasado a un balón aforado.

3.4.6.1.3 Preparación del sistema A sin la adición de alcohol para la observación de cristales líquidos

Para preparar el sistema surfactante/aceite, se empleó la solución madre de surfactante nonil fenol etoxilado (NFE-6) en aceite Vassa A-120 al 10% p/v. En primer lugar a un tubo de ensayo con rosca, se le añadió una masa ($0,1703 \pm 0,0001$) g de igepal CO-730 con la ayuda de una balanza analítica y posteriormente se adicionó un volumen de ($4,00 \pm 0,01$) mL de la solución madre al 10 % p/v empleando una pipeta volumétrica.

Los componentes de esta solución se mezclaron uniformemente en el tubo de ensayo con rosca se acuerdo al procedimiento detallado.



3.4.6.2 Observación Visual

El análisis de las muestras se llevó a cabo en primera instancia por medio de observación visual, la cual es un análisis a ojo de las muestras preparadas en busca de gotas, además de observación a través de polarizadores cruzados en busca de birrefringencia. Al realizar esto se permite conocer la existencia de cristales líquidos dentro de la muestra.

3.4.6.3 Evaluación de cristales líquidos mediante microscopía óptica con luz polarizada

Se realiza la evaluación de los sistemas antes desarrollados así como de los sistemas constituidos por las soluciones madre NFE-6 y NFE-4

3.4.6.3.1 Cuantificación del ensayo de microscopía óptica polarizada

Durante el desarrollo experimental, se observó el comportamiento de los sistemas surfactante/agua/aceite, en él que se apreció la formación de gotas y su movimiento entre ellas en la fase aceite de los sistemas previamente realizados. Posteriormente, después de dicha observación se procedió a analizar el sistema patrón, en el cual se observó la interacción de la muestra, para finalmente apreciar el sistema surfactante/aceite con el fin de la observación de cristales líquidos en las mismas.

3.4.6.4 Microscopía óptica para la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua

Una vez armado el montaje, se empieza a obtener el video mediante el software descargado a la computadora, este montaje consistió en la adición a la celda de un 70% de agua del total de su volumen, seguidamente se sumergió una inyectora de la marca Gaesca de 5mL de capacidad, conteniendo aceite de cada uno de los sistemas

preparados con anterioridad, una vez sumergida la inyectora en el volumen de agua se liberó una gota de aceite para su respectivo análisis.

3.4.6.5 Cuantificación del ensayo de microscopía óptica de la interacción de una gota de los sistemas preparados con NFE-6 y NFE-4

Mediante la experiencia, se observó mediante un microscopio óptico portátil la interacción y movimiento de la gota de aceite de cada uno de los sistemas previamente seleccionados en el volumen de agua contenido en la celda, tanto vista desde un lateral de la celda, como vista desde arriba con la ayuda de un soporte universal, tal como se aprecia en la figura 3.12.



Figura 3.12 Montaje de la microscopía óptica para la visualización desde arriba de la muestra.





CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se presentan los resultados experimentales obtenidos, durante la ejecución de cada una de las fases metodológicas de esta investigación, para alcanzar el objetivo general planteado.

4.1. Selección de los sistemas de agua/aceite más adecuados para el estudio de la emulsión espontánea

Para la selección de estos sistemas es necesario tener conocimientos básicos en cuanto a las composiciones y efectos de cada reactivo realizando una investigación exhaustiva de cada uno, para luego realizar la selección previa de lo que se usará para llevar a cabo los objetivos planteados en este trabajo especial de grado.

4.1.1 Información recaudada para validar los criterios de selección

Para la selección de los surfactantes y alcoholes se realizó una investigación preliminar con la cual se recaudó información que sirvió de base para implementar un método heurístico para la selección de los componentes más convenientes. En primera instancia se tomó en cuenta la materia prima disponible en el laboratorio de PHD, el impacto ambiental y luego se procedió en la investigación de los componentes necesarios para la formación de la emulsión espontánea.

Lista de algunos componentes encontrados:

- Vassa A-120
- Igepal CO-630/ Igepal CO-730/ Igepal CO-710
- Diferentes tipos de alcoholes como: 2- propanol, 1-propanol, Butanol y Pentanol



- NFE-6/ NFE-4
- Kerosene
- gasoil

Se investigaron las características entre: Vassa A-120/ Kerosene/gasoil. Los aceites Vassa son aceites minerales que contienen una cantidad reducida de aromáticos en comparación al gasoil y al kerosén, por ende, causan menos daño al ambiente. (Mota, 2009).

Los aceites Vassa A-120 son aceites hidrogenados, mediante procesos catalíticos, a altas condiciones de presión y temperatura, por lo que en su composición sólo entran hidrocarburos saturados de mediano y alto peso molecular que poseen la particularidad de ser no polares, incapaces de formar enlaces de hidrógeno. Son incoloros e insípidos y poseen un tenue olor, característico de los hidrocarburos saturados. En vista de la pureza que poseen estos aceites, se les ha clasificado como "Aceites Ambientalmente Amigables". Dichos líquidos, generalmente se disuelven en disolventes de baja polaridad.

El nonil fenol etoxilado (NFE) es un surfactante transparente de color amarillo pálido con características no iónicas, cuya parte hidrófoba de la molécula proviene del nonil fenol y la parte hidrofílica resulta de la cadena de óxido de etileno. Posee una cadena de polióxido de etileno, globalmente hidrofílica, aunque cada eslabón tiene un átomo de oxígeno (hidrofílico) en una función éter, con dos grupos metileno ($-\text{CH}_2-$) los que son lipofílicos. La cadena polióxido de etileno ($-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$) tiene un carácter hidrofílico dominante; sin embargo, tiene también un cierto carácter lipofílico. Un aumento del número de óxido de etileno (NFE) provoca entonces un aumento de hidrofiliidad (dominante), acompañado por un aumento de lipofiliidad. Para un número de moles etoxilados mayor o igual a nueve (9) el surfactante se considera hidrofílico (carácter dominante) y menor a esto se considera lipofílico. (Rondón, 1990).

Los Igepales CO (630, 730, 710) son surfactantes no iónicos, con un número de moles etoxilados iguales a 9, 15 y 10,5 respectivamente, como se hizo mención anteriormente para un número de moles etoxilados mayor o igual a nueve (9), dicho comportamiento es el carácter dominante del surfactante. Esto es debido a que al aumentar la cadena de polióxido de etileno (-CH₂-CH₂-O-), aumenta la polaridad de la molécula [presencia de grupos funcionales polares (O)], la cual prevalece ante el mismo aumento de los dos grupos metileno (-CH₂-) (grupo lipofílico); por tanto, ahora la molécula posee mayor vinculación con el hidrógeno, dándose la formación de enlaces de hidrógeno con el disolvente, permitiéndole disolverse más fácil en agua que en aceite u otro solvente hidrofóbico. En la figura 4.1, se muestra la estructura molecular del Igepal CO-630.

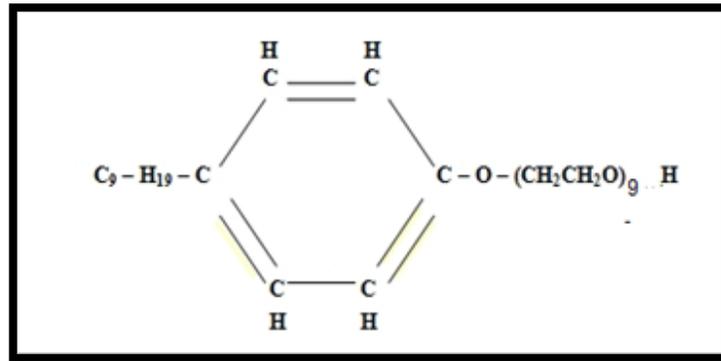


Figura 4.1. Estructura molecular del Igepal CO-630. (Rondón, 1990)

Cabe destacar, que la estructura molecular del Igepal es la de surfactantes no iónicos, con diferentes números de óxido de etileno. Eso es lo que cambia el Igepal CO-630, del Igepal CO-710 y el Igepal CO- 730, con moles de oxido de etileno de (9, 15 y 10.5) respectivamente.

En el Laboratorio se encontraron con varios tipos de alcoholes como: 2- propanol, Butanol, 1-propanol, Butanol y Pentanol, los mismos tienen efectos sobre la emulsión como ayudar a la transferencia de masa de la fase oleica y acuosa, ayudar al ordenamiento de estructuras en la fase oleica y a altas concentraciones puede diluir cristales líquidos presentes. Aquellos alcoholes con cadenas carbonadas muy cortas



son hidrofílicos por lo cual serán más solubles en la fase acuosa y serán hidrófobos los que posean cadena más larga siendo más solubles en la fase oleosa (Forgiarini, 2009).

La presencia de alcohol aparta las moléculas surfactantes adsorbidas y por tanto tiende a reducir la densidad interfacial y los efectos repulsivos asociados. (Salager, 1999).

Los alcoholes ayudan a la transferencia de masa entre ambas fases (oleica y agua), debido a que el mismo se agrega al aceite y cuando se pone en contacto con el agua su parte hidrofílica se mezcla con ella arrastrando componentes del aceite, además a concentraciones muy elevadas puede diluir cristales líquidos presentes en la fase oleica.

Debido a las explicaciones antes mencionadas se detectó que dichos componentes son adecuados para formar emulsiones, por lo que se procedió en la preparación de los sistemas.

Lista de componentes a usar:

- Aceita Vassa A-120.
- Surfactantes lipofílicos como: (NFE-6) y (NFE-4).
- Surfactantes hidrofílicos como: Igepal CO-630 (NFE-9)/ Igepal CO-730 (NFE-15)/ Igepal CO-710 (NFE-10.5).
- Diferentes tipos de alcoholes como: 2- propanol, 1-propanol, Butanol y Pentanol.

Cabe destacar que esta investigación es de suma importancia ya que se puede extender a toda la industria química, dependiendo de la aplicación que se quiera obtener se puede cambiar el tipo de aceite a emplear, ejemplo: para la preparación de mayonesa en vez de aceite Vassa A-120 se emplea aceite de oliva.



4.2. Preparación de la emulsión espontánea seleccionada bajo sus condiciones establecidas

Para la preparación de los diversos sistemas surfactante/Agua/Aceite, fue necesario preparar soluciones madres de surfactantes (NFE-6) y (NFE-4) en cada aceite utilizando (vassa A-120), inicialmente se prepararon 24 sistemas (12 para el NFE-4 y 12 para el NFE- 6). A continuación se muestran en las tablas (4.1 y 4.2) los 24 sistemas formulados:

Tabla 4.1. Combinación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa a-120 y (NFE-6), surfactante: Igepal co-730, Igepal CO- 630, Igepal CO-710

SISTEMAS	SOLUCIÓN MADRE ($V_{SM} \pm 1$) mL	SURFACTANTE PURO ($V_{SP} \pm 0,01$) mL	ALCOHOLES ($V_{ALC} \pm 0,01$) mL
A	SM	Igepal CO-730	2- propanol
B			Pentanol
C			Butanol
D			1-propanol
E	SM	Igepal CO-630	2-propanol
F			Pentanol
G			Butanol
H			1-propanol
I	SM	Igepal CO-710	2-propanol
J			Pentanol
K			Butanol
L			1-propanol

** Volumen estimado de los alcoholes y Surfactantes, realizándose con una pipeta Pasteur.



Tabla 4.2. Combinación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa a-120 y (NFE-4), surfactante: Igepal co-730, Igepal CO- 630, Igepal CO-710

SISTEMAS	SOLUCIÓN MADRE ($V_{SM} \pm 1$) mL	SURFACTANTE PURO ($V_{SP} \pm 0,01$) mL	ALCOHOLES ($V_{ALC} \pm 0,01$) mL
A´	SM	Igepal CO-730	2- propanol
B´			Pentanol
C´			Butanol
D´			1-propanol
E´	SM	Igepal CO-630	2-propanol
F´			Pentanol
G´			Butanol
H´			1-propanol
I´	SM	Igepal CO-710	2-propanol
J´			Pentanol
K´			Butanol
L´			1-propanol

** Volumen estimado de los alcoholes y Surfactantes, realizándose con una pipeta Pasteur.

Tanto para la tabla 4.1 y 4.2, se usaron volúmenes estimados de (4 ± 1) mL de solución madre (V_{SM}), ($0,16 \pm 0,01$) mL de surfactante puro (V_{SP}) y ($0,80 \pm 0,01$) mL de alcohol (V_{ALC}).

Una vez preparados estos sistemas se aplicó el método de la gota en cada uno que consiste en tomar en un gotero una gota del sistema aceite y una de agua procediendo en colocar las mismas muy cercanas hasta que se toquen entre sí, siendo observadas a simple vista y por videometría, se logró apreciar lo que sucedía como; turbulencia una vez que se unían las gotas de aceite y de agua, un aspecto lechoso de color blanquecino en la interfaz. En algunas no se formó dicha tonalidad, se sabe que una buena emulsión tiene la característica de tener homogeneidad en la coloración. Mediante las imágenes usadas como patrón (ver tabla 3.1) se logró clasificar de manera cualitativa los sistemas en estudio de acuerdo a las tonalidades que presentan cada uno seleccionando así cinco sistemas para solución patrón preparada con NFE-6 y cinco para NFE-4.

A continuación, se muestran las tablas 4.3 y 4.4, que reflejan los sistemas seleccionados con sus respectivas observaciones:

Tabla 4.3. Imágenes de los sistemas preparados usando NFE-4 con sus respectivas observaciones

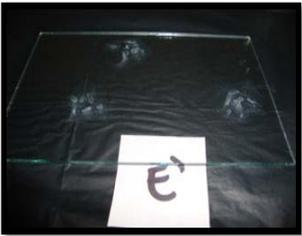
SISTEMA	OBSERVACIONES
	<u>Observaciones:</u> apenas se unieron las gotas, se fue esparciendo un color blanquecino casi homogéneo en la toda la muestra tal como se aprecia en la imagen H'.
	<u>Observaciones:</u> en este sistema se formó bastante turbulencia al unirse el agua con la fase aceite. Se observó que apenas estuvieron en contacto se formó rápidamente y con pronunciación un color blanco lechoso. Pero ese color no fue tan homogéneo en toda la emulsión.
	<u>Observaciones:</u> cuando la gota de agua se unió con la fase aceite se formó una pequeña turbulencia y la interfaz adquirió un color blanquecino pero no muy pronunciado. Una parte de la emulsión obtuvo un color blanco y otra parte transparente donde no hubo homogeneidad.

Tabla 4.3. Imágenes de los sistemas preparados usando NFE-4 con sus respectivas observaciones (continuación)

SISTEMA	OBSERVACIONES
	<p><u>Observaciones:</u> La unión de las gotas fue lenta y al unirse se formó turbulencia. Se notó al cabo de unos segundos una pequeña coloración blanquecina. Pero no duró mucho porque la misma se adsorbió y en la lámina de vidrio ya casi no se apreciaba la presencia de la emulsión.</p>
	<p><u>Observaciones:</u> una vez que las gotas se unieron se formó turbulencia y la emulsión no adquirió color blanquecino. Se notaba una capa grasosa y pareciera que las fases quedaron separadas, no se observó homogeneidad en la emulsión.</p>

Tabla 4.4. Imágenes de los sistemas preparados usando NFE-6 con sus respectivas observaciones

SISTEMA	OBSERVACIONES
	<p><u>Observaciones:</u> en el momento en que las gotas hacen contacto una con la otra se nota una coloración blanca en toda la interfaz a medida que el tiempo transcurre. Esta se evapora por lo que su tamaño disminuye pero la coloración persiste.</p>
	<p><u>Observaciones:</u> en la unión de las gotas tanto de aceite como de agua se observó la formación de la emulsión por lo que se aprecia la coloración blanca. Ésta no se da por completo sino que se nota una zona sin esta apariencia.</p>

Tabla 4.4. Imágenes de los sistemas preparados usando NFE-6 con sus respectivas observaciones (Continuación)

SISTEMA	OBSERVACIONES
	<p><u>Observaciones:</u> la formación de este sistema fue de manera rápida. Las gotas se unieron formando una coloración blanca, pero al transcurrir el tiempo no se aprecia una homogeneidad en toda la interfaz sino una separación entre las fases.</p>
	<p><u>Observaciones:</u> en este sistema se nota la formación de la emulsión con la presencia de una coloración blanca, pero no uniforme en toda su superficie. Presentando ésta una separación en donde se aprecia la coloración blanca de la emulsión.</p>
	<p><u>Observaciones:</u> La emulsión formada posee una transparencia uniforme en toda su interfaz a medida que transcurre el tiempo. Se observa que la emulsión es muy inestable debido a que no se forma un aspecto blanquecino típico de las emulsiones estables.</p>

Los sistemas se evaluaron de manera cualitativa y de acuerdo con criterios previamente establecidos, que permitieron catalogar las emulsiones formadas y por tanto el proceso de emulsión espontánea como muy bueno, bueno, regular, malo o muy malo, esto debido a que claramente se observó al contacto de la fase aceite con el agua y a diferentes tonalidades, lo que indicaba formación de la emulsión



espontánea. Sin dejar mencionar que esta selección fue llevada a cabo mediante los criterios ya descritos (ver tabla 3.1).

4.3. Análisis de la emulsión y su comportamiento mediante un microscopio óptico convencional

La microscopía óptica es muy útil para observar emulsiones, ayuda a tener una mejor perspectiva y con propiedad de lo que esta ocurriendo.

Los sistemas escogidos fueron estudiados en un microscopio Axiostar marca Zeiss. El cual, tiene instalada una cámara digital y un puerto USB que permite mandar señal a un computador observando desde el monitor todo lo que ocurre. Esto con la finalidad de lograr tener el tamaño de las gotas formadas en las emulsiones ya que la mejor descripción de una emulsión es a través de su distribución de tamaño de la gota. Proporcionando un inventario estadístico de la fragmentación de la fase dispersa. Esta información es extremadamente valiosa en la práctica porque la estabilidad depende de la distribución del tamaño de gota.

Para ello, se empleo el método de la gota, una vez que se captaron las imágenes se precedió en usar el programa ImageJ, el cual permite mediante una muestra patrón cuyas dimensiones sean conocidas medir el tamaño o el área de las gotas formadas en los diversos sistemas. Se usa una pequeña perla de vidrio midiendo mediante un micrómetro el diámetro de la misma resultando ser de $2320 \mu\text{m}$, posteriormente, se toma una foto con la cámara instalada en el microscopio empleando un enfoque de 10x, luego se procede mediante el programa a medir las dimensiones en pixeles de esta imagen, teniendo esta medida y la real se logra al fin calibrar para así a obtener las dimensiones de los diversos sistemas. Cabe destacar, que dicho estudio fue realizado en las instalaciones del CIMBUC (Centro de Investigación Médica Biotecnológica de la Universidad de Carabobo).



Inicialmente, se hizo un análisis para los sistemas donde se uso NFE-6. Como ya se había mencionado con anterioridad se encuentran los sistemas (A, C, D, K, J) empezando con el sistema A (ver tabla 4.1) tal como se aprecia en la figura 4.2. La micrografía de la emulsión visto mediante microscopía revela la existencia de gotas con un tamaño aproximado entre 17,5 μm y 97,1 μm ; en este sistema ocurre una transferencia de masa entre ambas fases al entrar en contacto. Debido a la presencia de surfactante el cual ayuda a que la tensión interfacial disminuya, permite observar la elongación del fluido hacia una de las fases. Luego de esta elongación producida por la disminución de la tensión, se observa la formación de diversas gotas en las regiones de saturación producidas por difusión, pudiendo esta ser la responsable de la emulsión. Este rompimiento de las gotas de la interfaz también es propuesto como un mecanismo de emulsión espontánea, conocido como mecanismo de difusión y sobresaturación. Cuando este mecanismo se activa, la ocurrencia simultánea de flujo aumenta la tasa de emulsificación por las crecientes tasas de transporte de masa cerca de la interfase, que produce la sobresaturación (Hyde, 2001). Cuanto menor es el tamaño de la gota, mayor será su viscosidad y cuanto más amplia es la distribución de tamaño de la gota, menor es la viscosidad (Salager, 1999). Una emulsión es por definición un sistema termodinámicamente inestable y tarde o temprano debe separarse en dos fases. Es relativamente fácil decir que una emulsión se ha roto, pero es difícil definir experimentalmente un valor de su estabilidad. La única medida realmente absoluta de la estabilidad de una emulsión es la variación del número de gotas en función del tiempo. Tal información no se puede obtener experimentalmente, sino mediante la variación de la distribución del tamaño de gota con el tiempo. (Salager, 1999).

La distribución del tamaño de gotas del sistema A (Vassa A-120/NFE-6/Igepal CO-730/ 2-Propanol) el cual presenta un surfactante y un alcohol que se mezclan sin ningún problema, debido a que mientras menos cadenas carbonadas posea el alcohol este será mas soluble en el surfactante hidrofílico, este sistema arrojó un tamaño promedio para el diámetro de las gotas de 23,89 μm . En la figura 4.3, se puede apreciar los diferentes diámetros de ellas que se forman en la emulsión de dicho sistema en función

de la frecuencia de gotas que presentan dimensiones similares entre ellas. Además, se aprecia que el sistema contiene mayor cantidad de gotas con diámetros pequeños, la cual al transcurrir un tiempo dan paso a la formación de nuevas con dimensiones diferentes. Cabe destacar, que en este proceso los resultados predicen que pudo estar presente el mecanismo de difusión molecular en el cual la presión interna de los glóbulos más pequeños hace que otros glóbulos aumenten su dimensión. (Lui, s.f.).

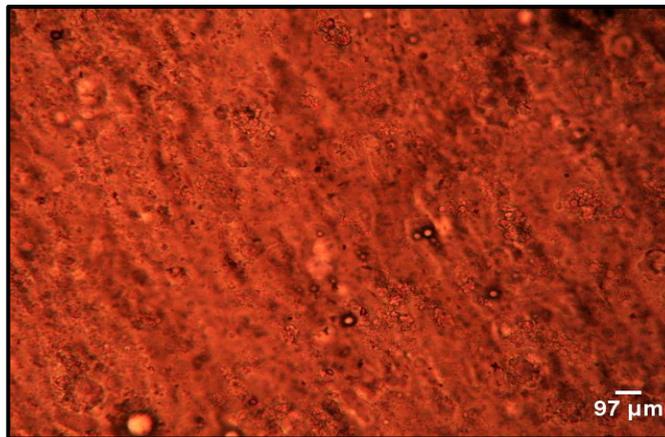


Figura 4.2. Sistema A (Vassa A-120/NFE-6/Igepal CO- 730/ 2-Propanol), analizado mediante microscopía óptica

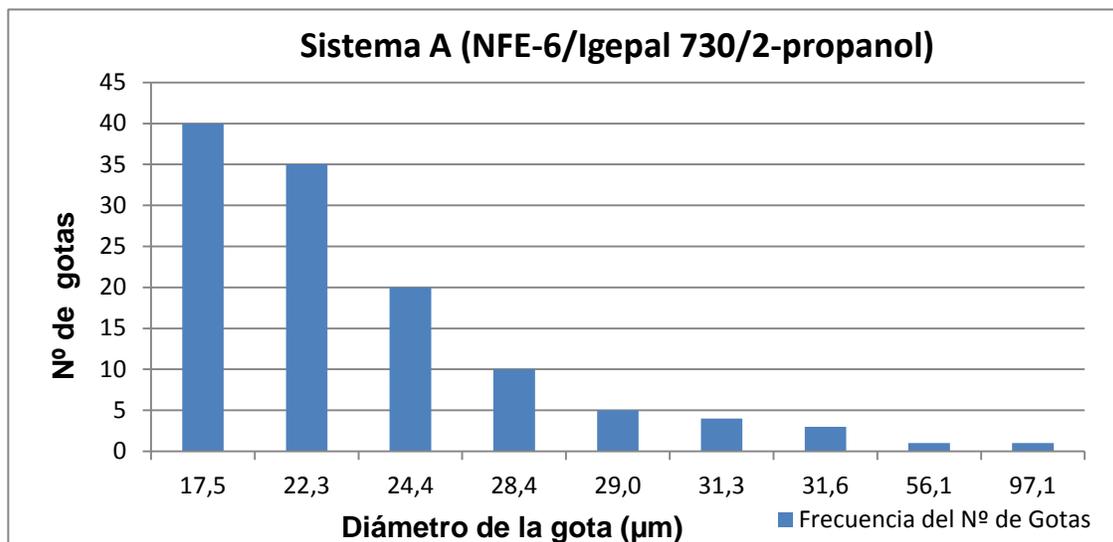


Figura 4.3. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema A (Vassa A-120/NFE-6/Igepal CO- 730/2-Propanol)

Seguidamente, se tiene el sistema C que se formula igual que el sistema A pero usando como alcohol butanol, este alcohol presenta mayor cantidad de cadenas carbonadas comparadas con el usado en el sistema A, por lo que se favorece mezclarse mejor en surfactantes poco polares, por lo que se presentaría más inestabilidad con respecto a su formulación, (ver tabla 4.1), él se observó mediante microscopía óptica y se analizó el tamaño de las gotas mediante el programa ImageJ. Tal como se aprecia en la figura 4.4, se revela la existencia de gotas con un tamaño aproximado comprendido entre el rango (26,6 – 294,5) μm . En este sistema también se apreció la transferencia de masa entre ambas fases al entrar en contacto. El comportamiento del mismo es muy similar al del sistema A. Por tanto, se observa igualmente la elongación del fluido hacia una de las fases, formando diversas gotas producto de la difusión.

Se obtuvo el promedio de los diferentes diámetros de las gotas en estudio y este es igual a 67,58 μm (ver figura 4.5). Igual que en el sistema anterior se presentan tamaños de gotas más grandes que otras explicándose que existe un mecanismo de difusión molecular que al transcurrir el tiempo se va formando el proceso de emulsión espontánea. Sin embargo, a través de la promedio se logra aseverar que este sistema es menos estable que el A y tomando en cuenta los criterios seleccionados este sistema se encuentra dentro del rango de aquellos clasificados como buenos.

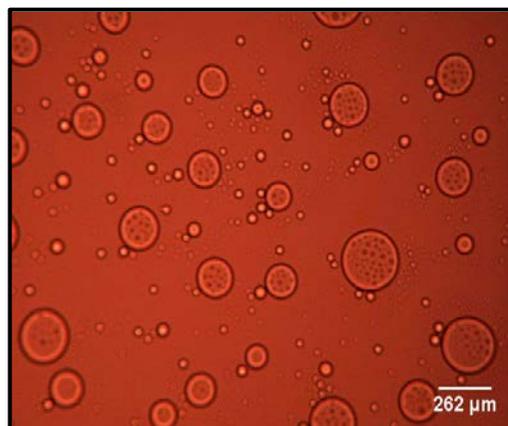


Figura 4.4. Sistema C (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ Butanol), analizado mediante microscopía óptica.

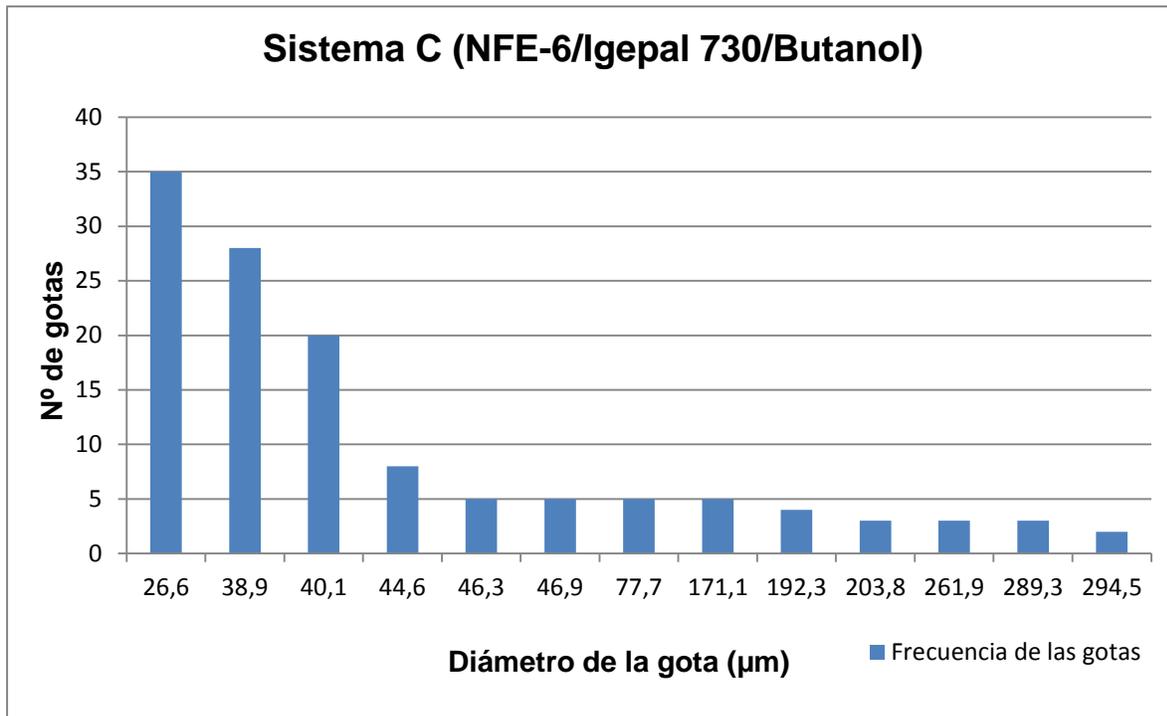


Figura 4.5. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema C (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ Butanol)

Posteriormente, se tiene el sistema D formulado igual que los sistemas anteriores pero en este caso se usa 1-propanol como alcohol, (ver tabla 4.1). Los tamaños de gotas analizados arrojaron valores comprendidos entre el rango (15,2 – 494,7) µm, se logra apreciar la transferencia de masa que ocurre, como una fase se incorpora en la otra. Obteniéndose un promedio de los diferentes tamaños de las gotas presentes y es igual a 106,00 µm. Al igual que los sistemas anteriores se aprecia mediante la figura 4.7, los diámetros de diversas gotas, las más grandes están dadas debido a que el aceite remanente en el sistema, ayudado por el surfactante y el agua, busca volver a emulsionar ocasionando mayores tamaños de gotas. Mediante el promedio y la distribución de las gotas presentes se hace una comparación con los demás sistemas y se establece que en este la emulsión es más inestable. En la figura 4.6 se muestra la micrografía donde se puede observar la formación de diversas gotas en el sistema

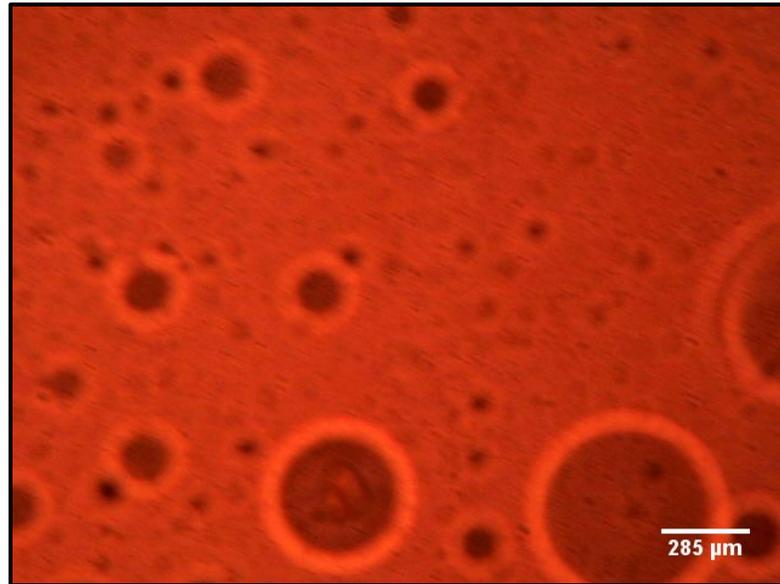


Figura 4.6. Sistema D (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ 1-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.

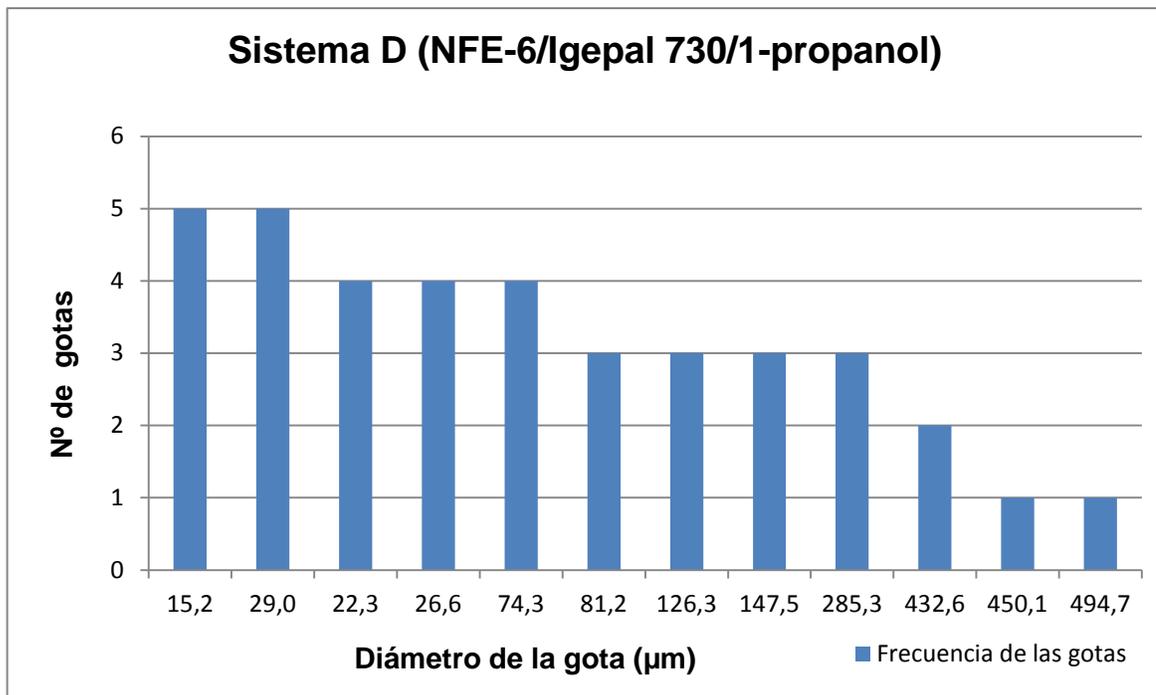


Figura 4.7. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema D (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 730/ 1-Propanol)

Luego se realiza el estudio de la microscopía óptica empleando el programa ImageJ para el sistema K, usando en este surfactante Igepal CO-710 y butanol (ver tabla 4.1), la diferencia de estos reactivos es que el surfactante posee más cantidad de moles de óxido de etileno que en los anteriores permitiendo que tenga mayor solubilidad en soluciones acuosas, y el alcohol por poseer una cadena carbonada con mayor número de átomos no será tan compatible con este surfactante, por lo que no favorece la formación de un buen sistema. El programa arrojó valores de los diferentes tamaños de las gotas teniendo un rango aproximado de ellos (15,2 – 865,3) μm apreciándose en la figura 4.8. En este sistema ocurre la transferencia de masa entre la fase oleosa y el agua, sin embargo, mientras ellas se unen se produce una inestabilidad producto de un proceso llamado coalescencia, que permite que varias gotas se unan para dar la formación de una nueva con dimensiones mas grandes, o incluso llegar hasta la separación de fases en muchos casos.

El tamaño de gota para este sistema arrojó un promedio de 106,65 μm . Se aprecia mediante la figura 4.9, los diferentes tamaños de las gotas formadas en la emulsión, existen gotas muy grandes lo que implica que hay inestabilidad en la emulsión y dispersión entre la fase oleica y el agua.

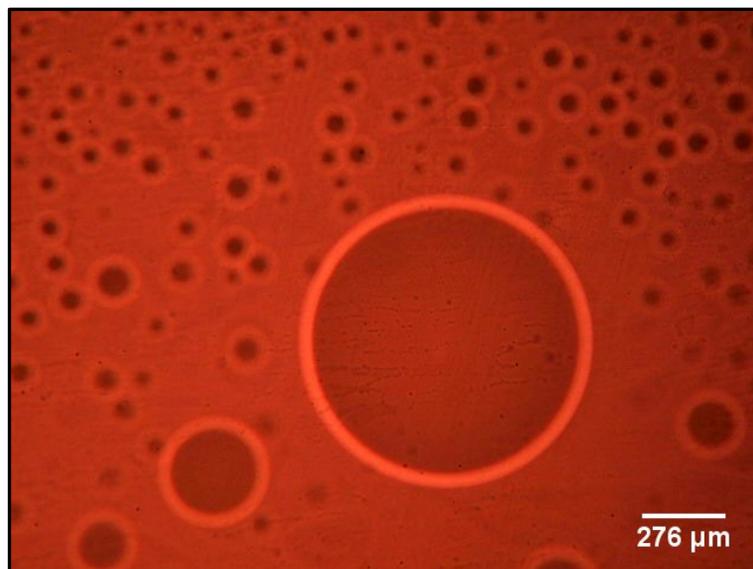


Figura 4.8. Sistema K (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Butanol), analizado mediante microscopía óptica.

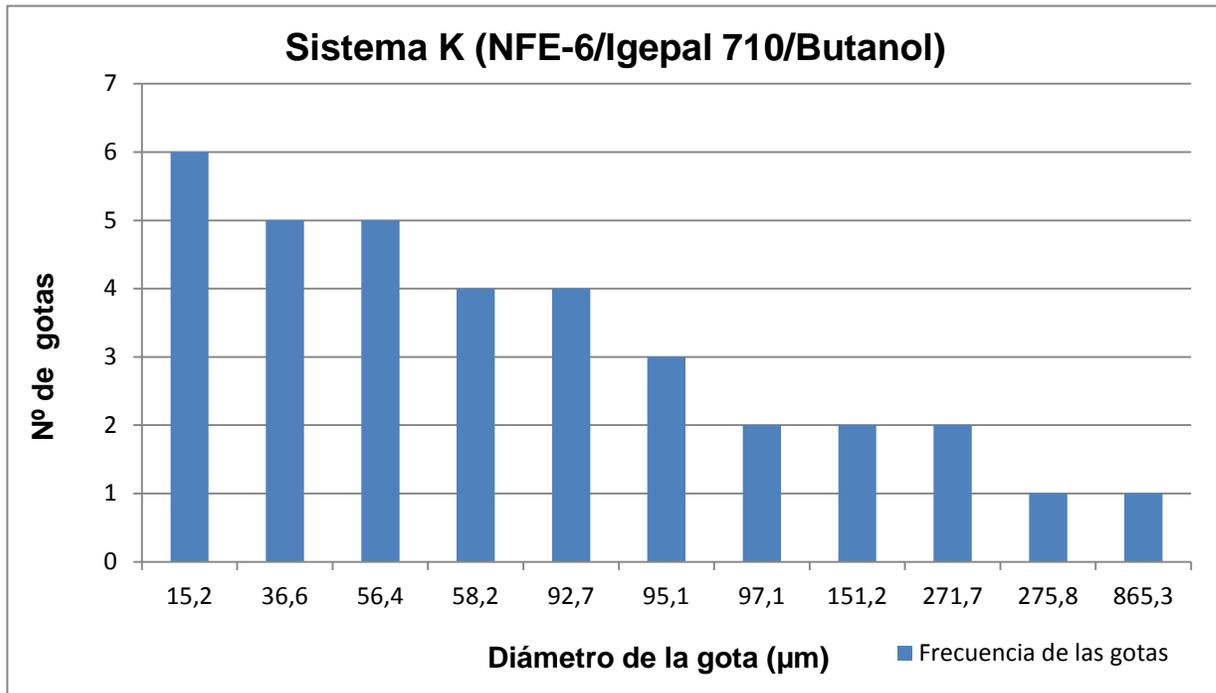


Figura 4.9. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema K (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Butanol)

Finalmente, se analizó la emulsión espontánea del sistema J formulado con el mismo surfactante usado con anterioridad (Igepal CO-710), pero en este caso con pentanol, este alcohol posee cadenas carbonadas más largas que el butanol y por tanto es menos favorable cuando se mezcla con este tipo de surfactante, (ver tabla 4.1), obteniéndose el tamaño de las gotas formadas tal como se estudiaron los sistemas anteriores, observándose la transferencia de masa entre ambas fases al entrar en contacto. Los resultados dan a demostrar que en la formación de estas gotas pudo estar presente el mecanismo de difusión molecular, el programa usado ImageJ arrojó valores de tamaño de las gotas que están comprendidos en el rango (15,2 – 950,6) µm, ver figura 4.10.

Igual que en los sistemas anteriores se procedió en determinar el promedio que resulto ser igual a 116,48 µm. En la figura 4.11, se observan los diferentes diámetros de las gotas formadas, en el mismo se asocia el mecanismo de difusión descrito

anteriormente. Además, se puede sugerir el proceso de coalescencia permitiendo que se formen tamaños de gotas más grandes. Debido a que el promedio del tamaño de las gotas resulta ser mayor en comparación con los demás, entonces se considera que este es un sistema muy inestable.

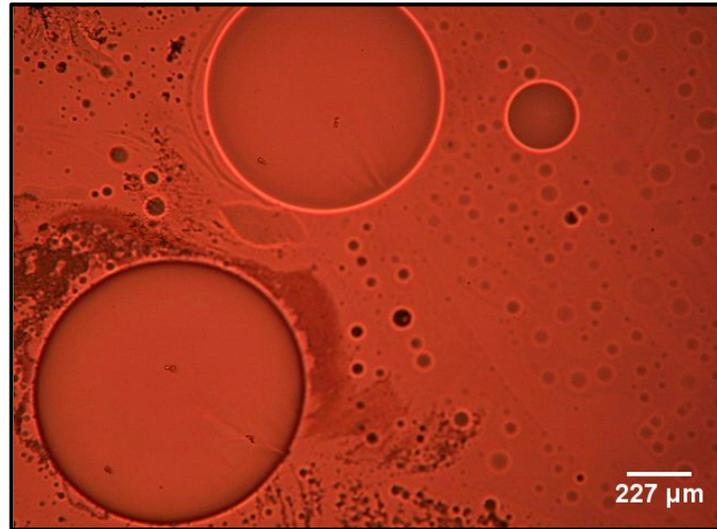


Figura 4.10. Sistema J (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Pentanol), analizado mediante microscopía óptica.

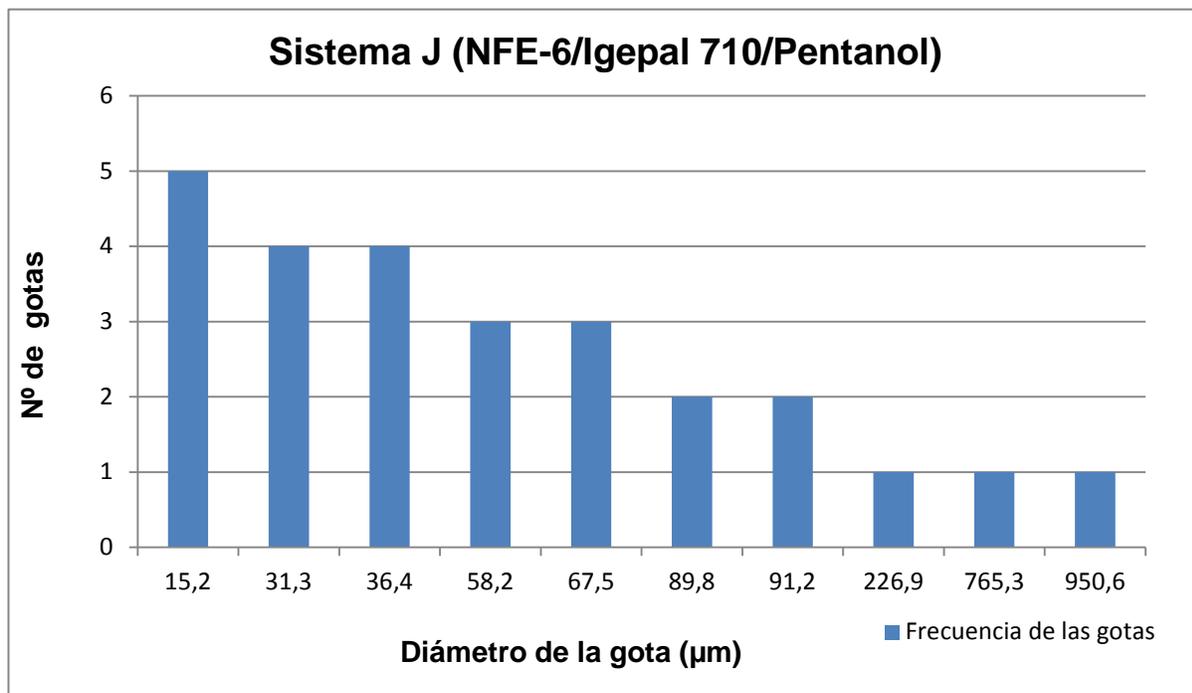


Figura 4.11. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema J (Vassa A-120/NFE-6/Igepal 710/Pentanol)



Se establecen criterios de selección para así clasificar los sistemas desde muy buenas hasta muy malos, consistiendo en que el promedio de diámetro de las gotas se encuentra dentro del rango que se establece entonces se seleccionara que tipo de clasificación tendrá cada sistema.

En la siguiente tabla se muestran los criterios de selección:

Tabla 4.5. Criterio de selección para la comparación de los sistemas estudiados

CRITERIO DE SELECCIÓN	CLASIFICACIÓN
< 50 μm	MUY BUENO
>50 μm < 80 μm	BUENO
>80 μm <110 μm	REGULAR
>110 μm <140 μm	MALO
> 140 μm	MUY MALO

Explicando y tomando como ejemplo el sistema A, en el mismo se obtuvo un promedio de diámetro de gotas de 23,89 μm si se revisa la tabla 4.5, se puede apreciar que el promedio de este sistema se encuentra en la clasificación de sistemas muy buenos debido a ser menor a < 50 μm . de la misma manera se hizo para los cuatro sistemas restantes.

A partir de las explicaciones descritas se puede considerar que sistemas son buenos y cuales son los malos, se aprecia en la siguiente tabla:



Tabla 4.6. Sistemas seleccionados con el NFE-6

SISTEMAS	CLASIFICACIÓN
A	MUY BUENA
C	BUENA
D	REGULAR
K	REGULAR
J	MALA

Así como inicialmente se analizaron los sistemas donde se uso NFE-6, también se analizaran los sistemas donde se uso NFE-4 y como ya se hizo mención en estos están (H', E', A', K', B). En primer lugar, con el sistema H' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 630/1-Propanol) (ver tabla 4.2), esta formulación presenta un surfactante y un alcohol que se mezclan sin ningún problema debido a que mientras menos moles de oxido de etileno es soluble en alcoholes con cadenas carbonadas largas, este será mas soluble en el surfactante hidrofílico. Para la micrografía de la emulsión revela en la figura 4.12 la existencia de gotas con un tamaño aproximado entre 4,4 μm y 383,6 μm , en este sistema ocurre una transferencia de masa entre la fase oleica y la acuosa una vez que entran en contacto, gracias a la presencia del surfactante la tensión interfaseal disminuye.

En este sistema esta presente el mecanismo de difusión molecular por el cual se forman las gotas, se sacó un promedio de los diferentes diámetros de las gotas encontradas en el proceso de emulsión siendo igual a 47,45 μm (ver figura 4.13) con tamaños pequeños lo que se refleja que la emulsión es estable, la cual se cataloga como buena de acuerdo a los criterios de selección antes descritos.

Además, en la micrografía se observan elongaciones de gotas, esto es debido a las bajas tensiones interfaciales que pudieran estar presentes en el mecanismo de emulsión espontánea.

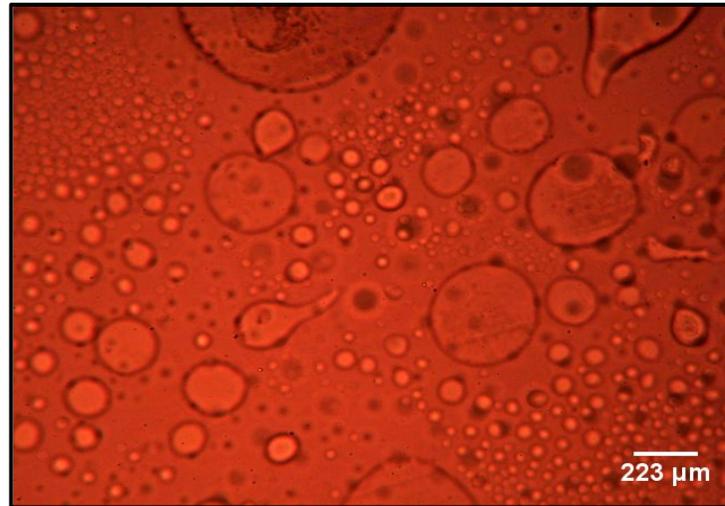


Figura 4.12. Sistema H' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 630/1-Propanol), analizado mediante microscopía óptica

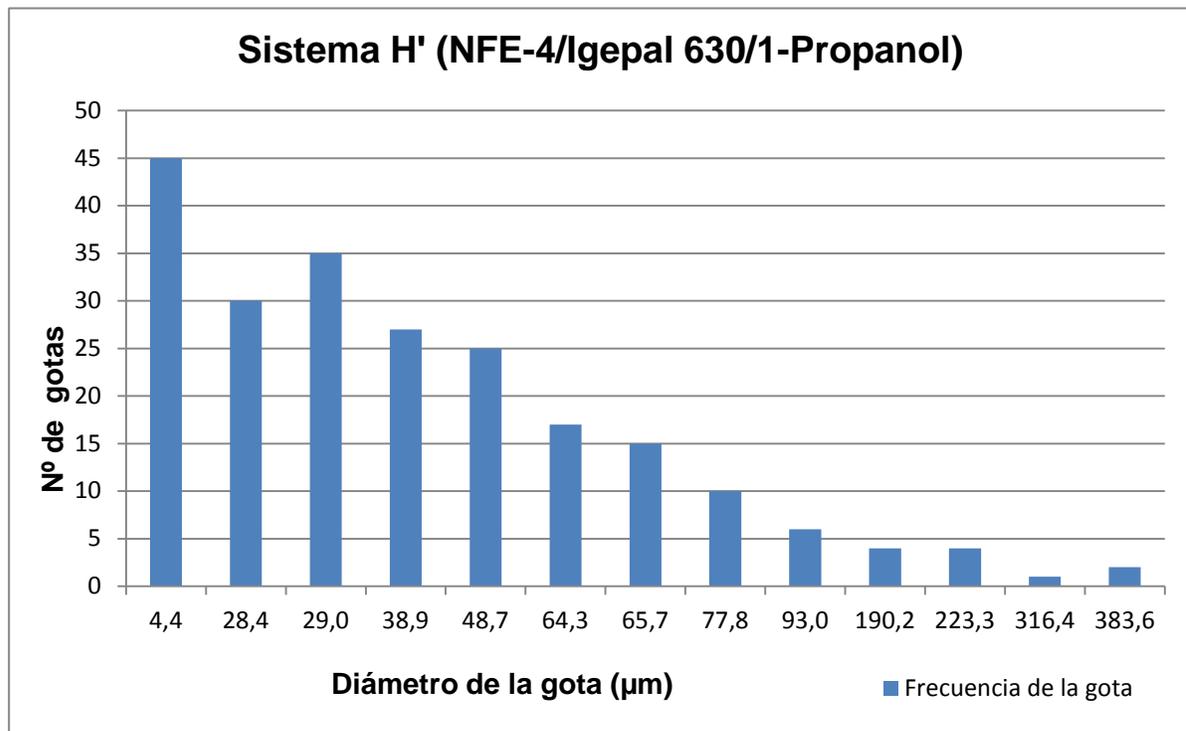


Figura 4.13. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema H' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal CO-630/1-Propanol)

Seguidamente, se analizan los tamaños de gotas del sistema E' (Vassa A-120/NFE-4/ Igepal 630/2-Propanol); este sistema esta formulado con el mismo surfactante que el sistema anterior pero a diferencia se utiliza como alcohol el 2-propanol, ambos poseen la misma cantidad de cadenas carbonadas. Mediante microscopía y empleando el programa ImageJ, se aprecia la transferencia de masa de las fases presentes una vez que las mismas se ponen en contacto, el tamaño de las gotas que se van originando debido al mecanismo de difusión molecular estos tamaños están comprendidos entre el rango (35,8 –245,2) μm dando origen al proceso de emulsión espontanea, además se presenta el proceso de floculación en algunas gotas apreciándose en la figura 4.14. Así mismo se procedió en calcular el promedio de esta distribución de gotas y la misma resultó igual a 73,89 μm mostrada en la figura 4.15. Comparando el promedio de este sistema con el anterior se logra inferir que el primero es menos estable debido a que si la distribución del tamaño de gotas es mayor la emulsión será más inestable. Además, cuando las fases entran en contacto no se aprecia tanta homogeneidad en la coloración blanco lechoso como en el sistema H'.

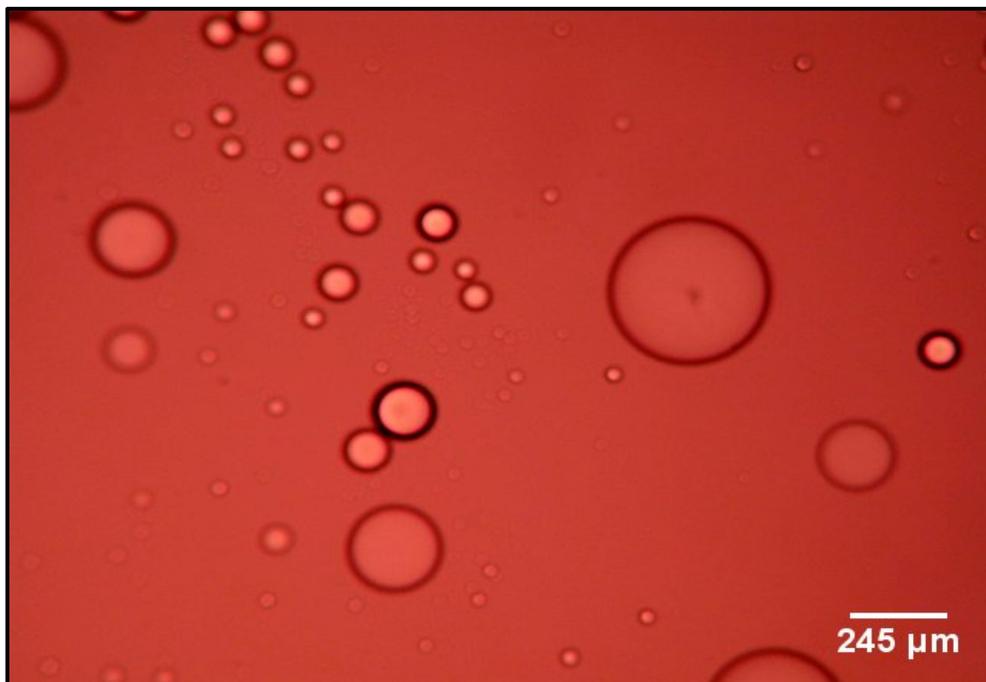


Figura 4.14. Sistema E' (Vassa A-120/NFE-4/ Igepal 630/2-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.

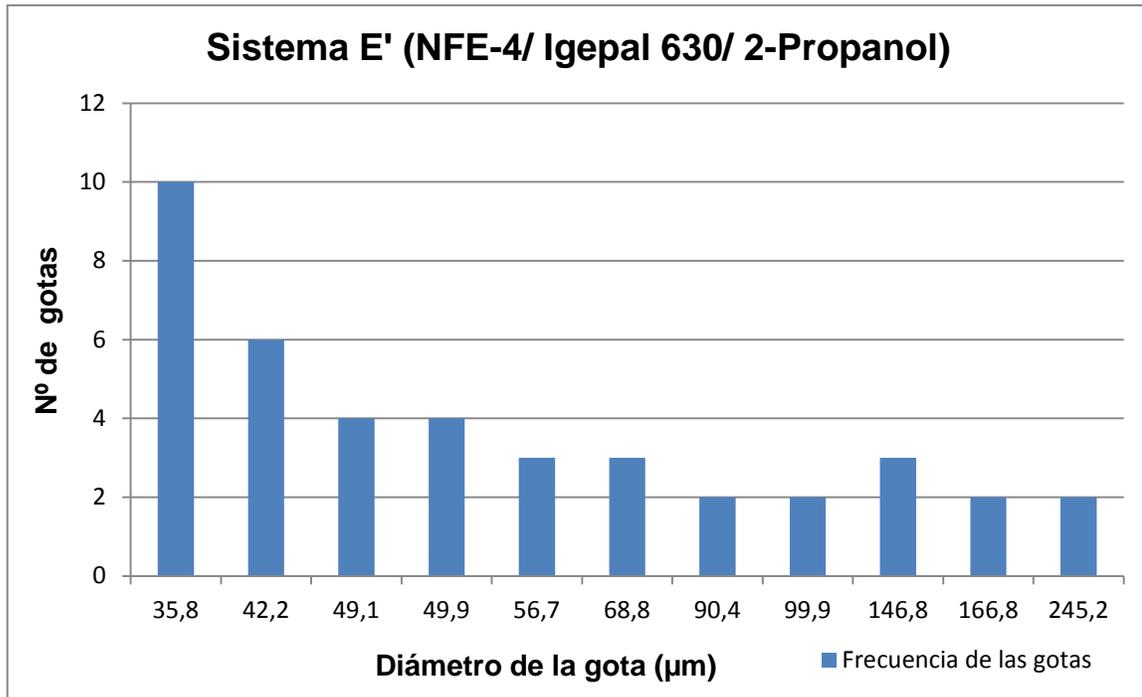


Figura 4.15. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema E' (Vassa A-120/NFE-4/ Igepal 630/2-Propanol)

Posteriormente, se hizo el estudio de la distribución de las gotas del sistema A' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ 2-Propanol) el surfactante posee más cantidad de moles de óxido de etilo que en los anteriores sistemas permitiendo de esta manera que posea mayor solubilidad en soluciones acuosas y el alcohol no será tan compatible con este surfactante, por lo que no favorece a la formación de un buen sistema. Mediante micrografía se obtuvieron valores que están comprendidos entre $33,9 \mu\text{m}$ y $568,2 \mu\text{m}$ mostrado en la figura 4.16. En este proceso prevalece el mecanismo de difusión, donde ambas fases se incorporan una de la otra y así sucesivamente, observándose la transferencia de masa, este comportamiento trae como resultado un promedio que es igual a $80,57 \mu\text{m}$. Si se compara este resultado de mediana con los sistemas anteriores se infiere que este sistema es menos estable, el cual se puede clasificar como regular. Al entrar en contacto la fase oleica y la acuosa no se observa homogeneidad de la coloración de una buena emulsión (ver figura 4.17).

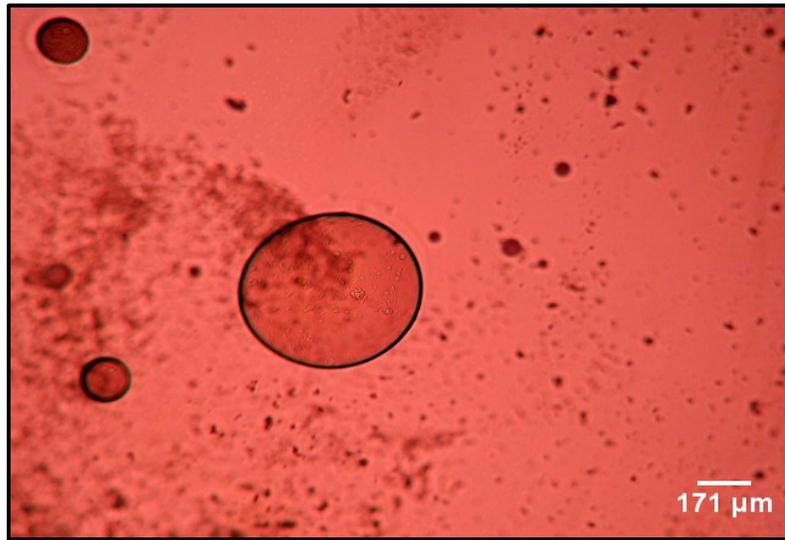


Figura 4.16. Sistema A' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ 2-Propanol), analizado mediante microscopía óptica.

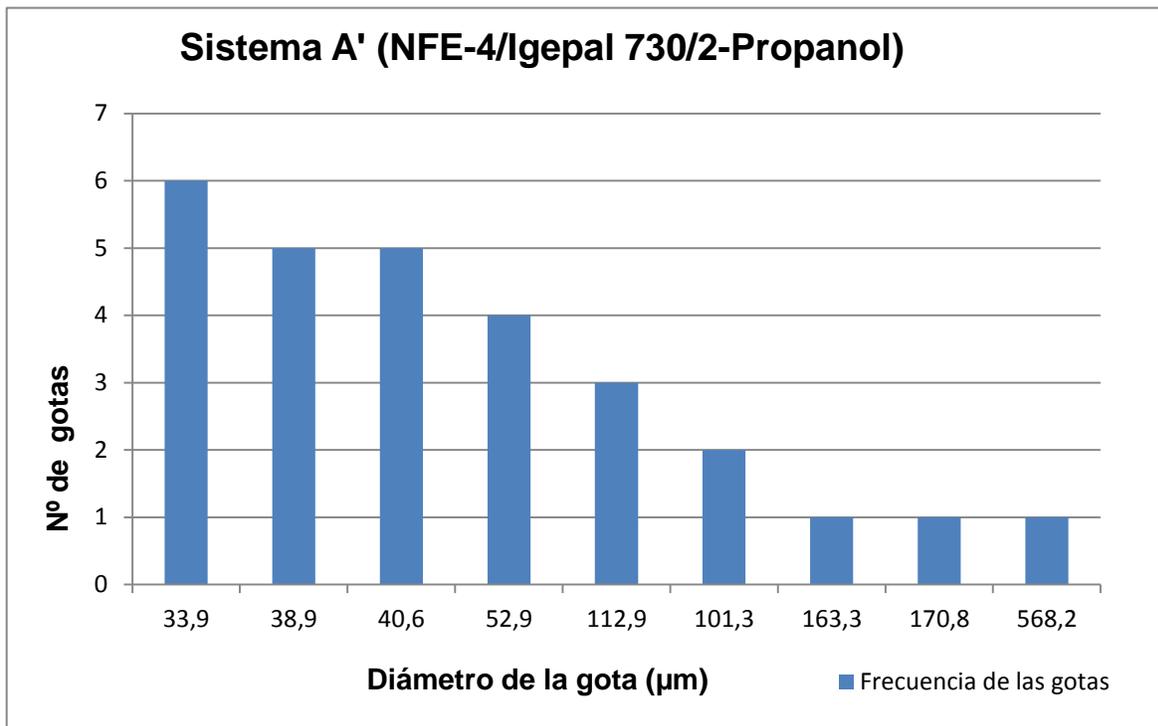


Figura 4.17. Distribución del Nº de gotas en función del diámetro de gotas del sistema A' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ 2-Propanol)

Consecutivamente, se estudia sistema K' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 710/Butanol), que presenta un surfactante con moles de óxido de etileno menor que en el sistema anterior pero aún sigue siendo más soluble en soluciones acuosas, en el caso del alcohol posee mayor cantidad de cadenas carbonadas por lo que no es tan soluble generando un sistema no muy estable. Empleando microscopía para observar el proceso de emulsión y usando el programa ImageJ para así obtener el tamaño de las diversas gotas que se producen a medida que las fases entran en contacto y ocurre el proceso de coalescencia, de la micrografía realizada para este sistema se encontraron valores de diámetros que están comprendidas dentro del siguiente rango (21,4 – 1507,1) μm (figura 4.18).

Luego que se determinaron estas dimensiones, se logró obtener un promedio igual a 139,41 μm . Esta distribución se puede apreciar en la figura 4.19, donde se muestran las veces en que las gotas repiten las mismas dimensiones de otras. Cabe destacar que el promedio de este sistema es superior a los anteriores por lo que se sabe que la emulsión es menos estable, además la misma presentó una característica de color cristalino y las fases se encontraban dispersas.

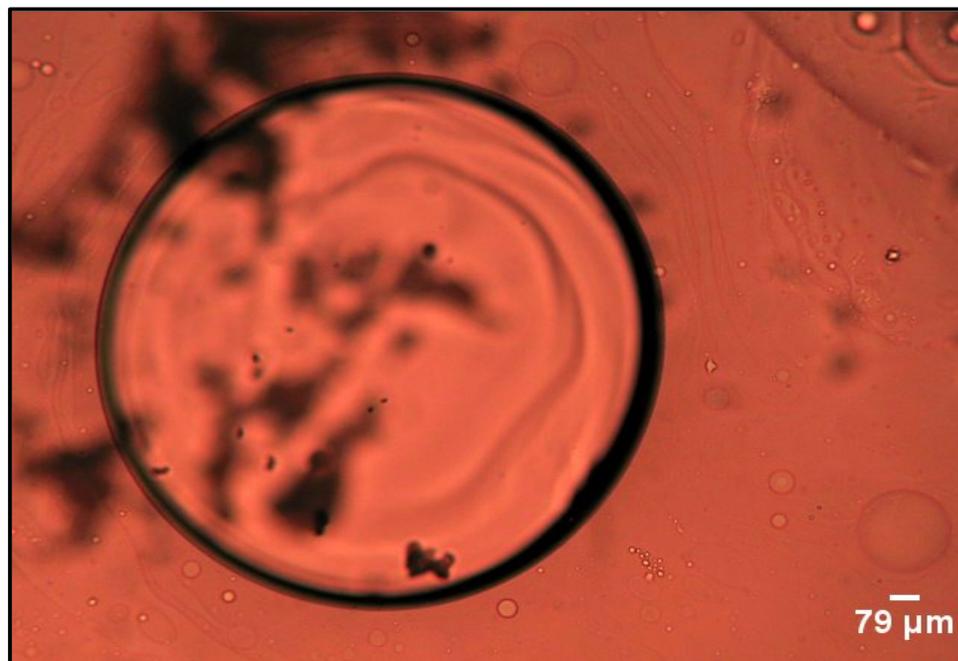


Figura 4.18. Sistema K' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 710/Butanol), analizado mediante microscopía óptica.

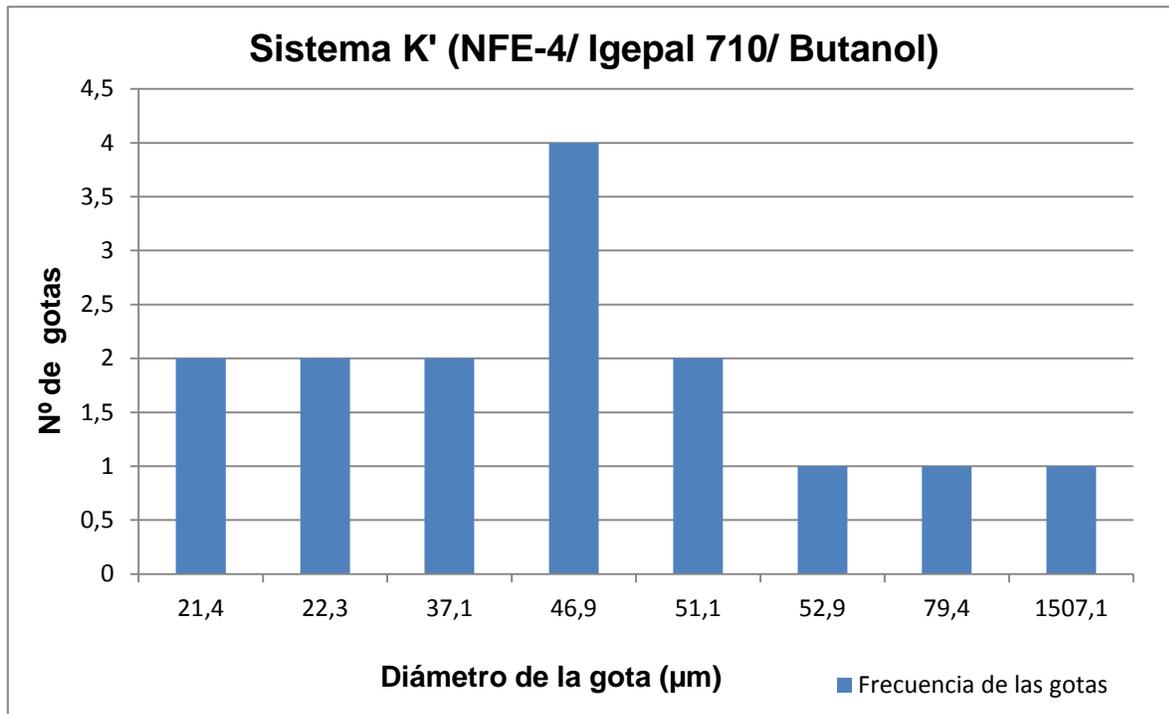


Figura 4.19. Distribución del Nº de gotas en función del diámetro de gotas del sistema K' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 710/Butanol)

Cabe destacar que la zona oscura que se nota en la figura 4.18, resultó ya que el objetivo tenía partículas de sucio y esto es ocasionado debido a que se manejaba el sistema en un ambiente externo donde era inevitable que cualquier material usado no se ensuciara.

Por último, se tiene el sistema B' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ Pentanol), el surfactante de esta formulación presenta una cantidad de óxido de etileno mayor que el sistema anterior puesto que lo hace más soluble en soluciones acuosas, pero el alcohol empleado está compuesto de una mayor cantidad de cadenas carbonadas siendo un sistema menos soluble logrando una inestabilidad mayor. Tanto para las fases acuosa como oleica al entrar en contacto, se aprecia la transferencia de masa que en esta ocurre, cuando una fase se dispersa en la otra. En la figura 4.20 se aprecian imágenes de los diferentes tamaños de gotas formadas, las mismas ocuparon áreas que están comprendidas en el rango (39,2 – 2100,3) µm. Mediante esta distribución se logró obtener un promedio igual a 212,03 µm. Una vez que se hizo la comparación respectiva

con los demás sistemas se dedujo entonces que este sistema es muy inestable, por lo que no se formó una emulsión espontanea buena (ver figura 4.21).



Figura 4.20. Sistema B' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ Pentanol), analizado mediante microscopía óptica.

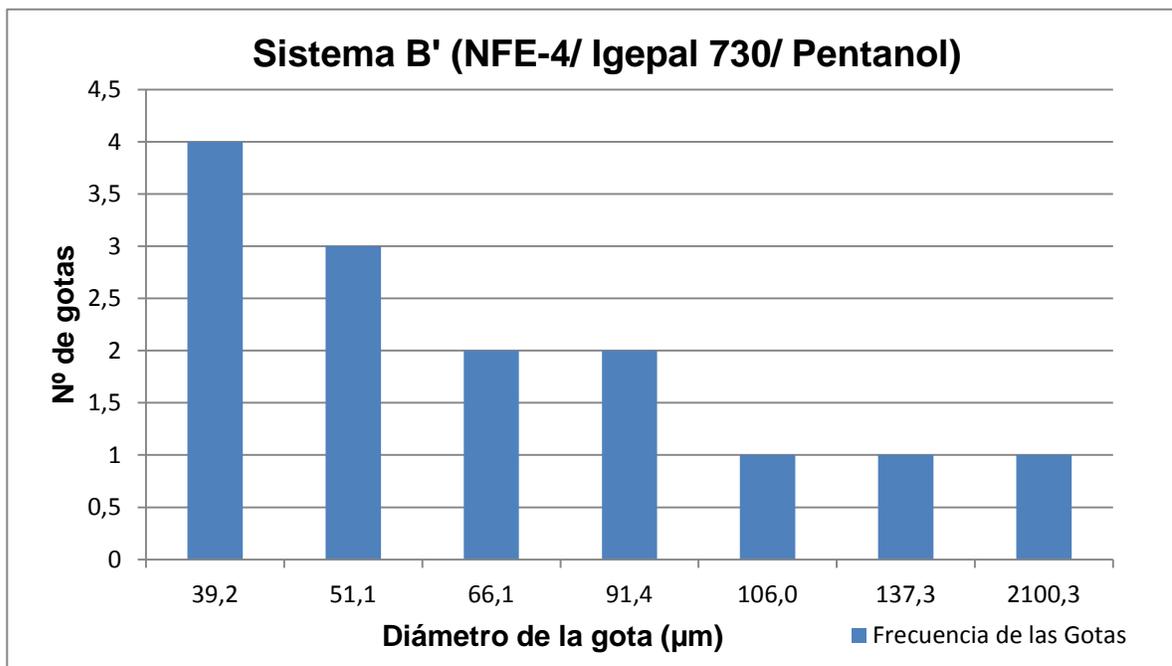


Figura 4.21. Distribución del N° de gotas en función del diámetro de gotas del sistema B' (Vassa A-120/NFE-4/Igepal 730/ Pentanol)



Tomando en cuenta los criterios establecidos en la tabla 4.5 se pueden clasificar los sistemas que contienen NFE-4, se aprecia en la siguiente tabla 4.7:

Tabla 4.7. Sistemas seleccionados con el NFE-4

SISTEMAS	CLASIFICACIÓN
H'	MUY BUENA
E'	BUENA
A'	REGULAR
K'	MALA
B'	MUY MALA

Se puede comprobar que los resultados concuerdan con la teoría, dando una explicación con el sistema H' que esta formulado con surfactante hidrofílico Igepal CO-630/ 1-propanol/ NFE-4 aforado con aceite Vassa A-120. Según la teoría mientras menos cadena carbonada posea el alcohol este será más soluble en compuestos hidrofílicos por lo que se mezcla sin problemas con el Igepal, se pretende conseguir esto para así favorecer una buena formulación de la fase oleica y lograr transferencia de masa cuando esta formulación se ponga en contacto con agua ayudando a obtener emulsiones estables.

4.4 Diseño del montaje experimental para el estudio de cristales formados en el proceso de emulsión espontánea.

Al momento del diseño del montaje experimental se hizo la selección del microscopio Axiostar, marca Zeiss ya que posee una cámara digital, determinando de este modo el fácil acceso para obtener una visualización de cristales líquidos. Posteriormente, se estudio la posibilidad de la integración de filtros polarizadores ya que contiene espacio suficiente entre la luz blanca-muestra y entre el ocular-muestra.

Con respecto a la difícil obtención de filtros polarizadores se consiguieron gracias al laboratorio de Instrumentación, Materiales, Caracterización y Óptica del Departamento de la Facultad Experimental de Ciencias y Tecnologías (FACYT) de la Universidad de Carabobo filtros polarizadores profesionales Pasco ya que cumplen con la técnica correcta, no obstante por ser complicada su adquisición se pueden obtener filtros polarizadores en equipos como celulares y calculadoras, debido a que sus pantallas poseen este tipo de película que es apta para la polarización de luz al azar.

Los escogidos en este experimento fueron tanto los filtros polarizadores Pasco (ver figura 4.22), como el filtro polarizado de la calculadora CASIO, puesto que los filtros provenientes de los celulares poseían una coloración la cual no eran conveniente ya que la luz no traspasaba en la muestra y la técnica de microscopía óptica polarizada no aplicaba. Cumpliendo con los requerimientos de igual manera se seleccionaron láminas portaobjetos de vidrio liso, cabe destacar que estas láminas portaobjeto son de fácil limpieza por las que pueden volver a ser usadas.



Figura 4.22. Polarizador utilizado en el montaje experimental para observar cristales líquidos.



4.5 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos y el proceso de emulsión espontánea.

Una vez que se realizó la selección y obtenidos los materiales y equipos de acuerdo a los criterios mencionados (ver sección 3.4.4) se procedió a la construcción de dos montajes experimentales para observar el proceso de emulsión espontánea.

4.5.1 Construcción del montaje experimental para observar cristales líquidos

Gracias a la selección adecuada del equipo y de los materiales se hizo la construcción del montaje experimental para la observación de cristales líquidos, luego que se adaptaron los polarizadores en el microscopio, se notó que el espacio entre la base para colocar la muestra y el ocular a 10X que es el objetivo empleado fue de 1 cm aproximadamente. Por esta razón, se construyó una lámina portaobjeto con la adición de capilares con la ayuda de silicón líquido.

Seguidamente, que se obtuvieron estos materiales la fabricación de la lámina portaobjetos con la adición de capilares se tuvo que realizar de una manera cuidadosa, ya que el pegamento deja grumos logrando afectar la muestra al momento de realizar la evaluación. Ya obtenida esta lámina portaobjeto se añadió la muestra en ella y en su parte superior con los capilares hacia arriba se colocó uno de los polarizadores. La función de los capilares es que no exista una incidencia del polarizador con la solución ya que perturbaría al momento de su evaluación.

4.5.2 Construcción del montaje experimental para observar la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.

Consecutivamente, se procedió a la construcción del montaje experimental, ya obtenida la celda que es fundamental para la posterior evaluación, fabricada con sumo cuidado, debido a que el pegamento no debe interferir en la visualización del proceso de



emulsión espontánea. Luego que se coloca la celda y en su parte inferior se incorpora una tela negra la cual ayuda a una mejor observación mediante el uso del microscopio portátil.

4.5.3 Costos de los equipos empleados en la construcción del montaje experimental para el estudio de cristales líquidos.

Es importante tener en cuenta un estimado del precio para así cuantificar la rentabilidad de equipos y materiales sencillos a emplear que permitan el estudio de cristales líquidos sin la necesidad de usar dispositivos muy complejos. A continuación se presenta la tabla 4.8, donde se observan los costos totales de estos implementos.

Tabla 4.8 Costo total de equipos y materiales del montaje para la evaluación de cristales líquidos

Costo de los equipos y materiales	Unidades	Precio (\$/unidad)	Costo (\$)	Costo (BsF.)
Lámina portaobjeto	144	0,24	35,07	1,05
Filtros polarizadores (profesionales)	1	53,48	53,48	230,00
Tubo capilar	500	0,09	46,51	200,00
Silicón líquido	1	1,16	1.16	5,00
Microscopio	1	2.024,18	2.024,18	8.704,00
Cámara digital	1	581,39	581,39	2.500,00
Computador	1	1.395,34	1.395,34	6.000,00
Software AxioVision	1	-	-	-
Total (BsF.)				17.640,05

Fuente: mercado libre (2012)/ conversión monetaria 1\$ = 4.3 BsF.



En la tabla 4.8 se presenta un estimado del costo total de aquellos equipos y materiales que fueron usados para la observación de cristales, concluyendo que además de la importancia de este estudio, se puede hacer debido a que los costos no son tan elevados en comparación al ámbito industrial que usan implementos más complejos y que se pueden obtener los mismos resultados con una mejor rentabilidad.

4.5.4 Costos de los equipos empleados en la construcción del montaje experimental para la evaluación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.

De igual manera, se determinaron los costos por equipo y materiales necesarios en la construcción de este montaje experimental que requiere de la evaluación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua. Presentándose en la tabla 4.9.

Tabla 4.9 Costo total de equipos y materiales para la evaluación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua.

Costo de los equipos y materiales	Unidades	Precio (\$/unidad)	Costo (\$)	Costo (BsF.)
Lámina portaobjeto	144	0,24	35,07	1,05
Microscopio portátil	1	325,58	325,58	1.400,00
Laptop Hp	1	1.627,91	1.627,91	7.000,00
Silicón líquido	1	1.16	1.16	5,00
Cortador de vidrio	1	5,11	5,11	22,00
Soporte universal	1	179,00	179,00	769,70
Total (BsF.)				9.197,75

Fuente: mercado libre (2012)/ conversión monetaria 1\$ = 4.3 BsF.



Para la fabricación del montaje experimental para la evaluación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua fue de 9.197,75 BsF.

4.6 Evaluar el montaje experimental empleando la técnica de videometría con la finalidad de observar la dinámica del proceso.

Se realiza la evaluación de los montajes anteriormente construidos para observar la dinámica del proceso.

4.6.1 Selección del sistema patrón (surfactante/agua/aceite) para la observación de cristales líquidos

Como se había descrito, se tomó la investigación por la Profesora de la Escuela de Ingeniería Básica y de la Escuela de Postgrado de Ingeniería Química e Ingeniería de Mantenimiento de la Universidad de los Andes, Ana M. Forgiarini de Guédez; cuya investigación de la “Formación de nano-emulsiones de baja energía y métodos de emulsión a temperatura constante” quien demostró que las nano-emulsiones se producen en composiciones que muestran equilibrio de fases, que consisten en tres: W_n (OW micro-emulsión), L_α (líquido cristalina lamelar), y O (aceite). (ver figura 4.23)

La presencia de fases de cristal líquido lamelar es una condición necesaria para la obtención de nano-emulsiones, ya que éstas se obtienen por el método de transición de fases por adición de agua a un sistema que contiene una dispersión de aceite/surfactante no-iónico.

De esta manera de acuerdo con la referida investigación realizada se procedió a tomar una solución con las características similares para obtener la fase cristal líquido lamelar basándonos de acuerdo al sistema ternario presentado en esta investigación.

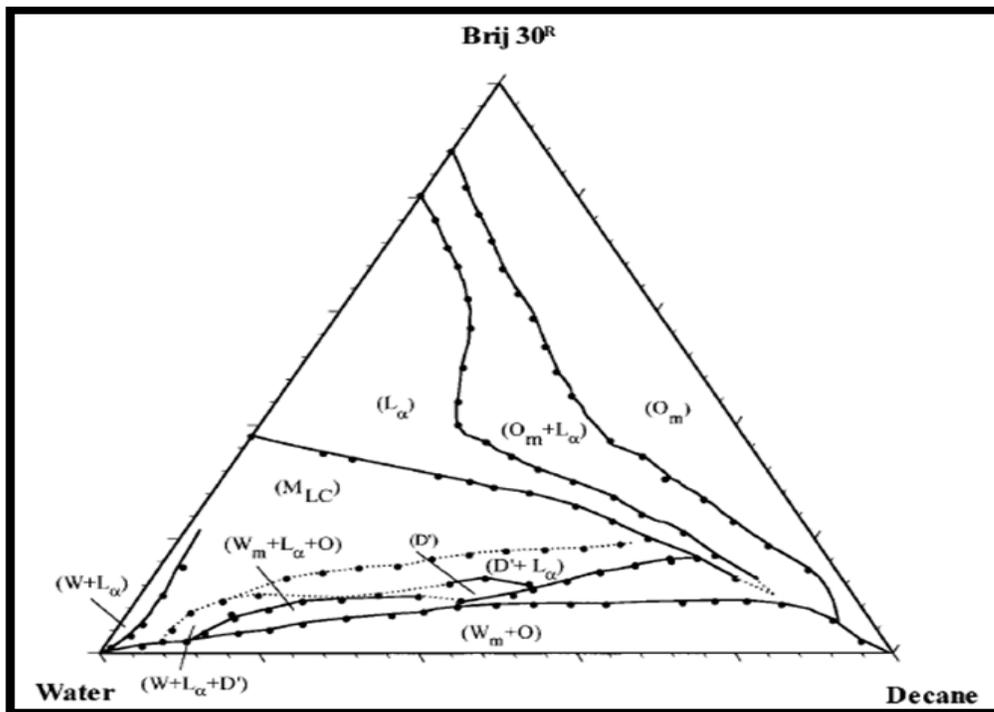


Figura 4.23. Comportamiento de la fase de sistema agua/Brij 30/decano a 25°C (Forgiarini, 2001).

Por lo tanto, el dodecilsulfato de sodio se tomó como referencia ya que muestra los cristales líquidos bien caracterizados, demostrados por el proyecto de investigación titulado “Investigación de la micro-emulsión fase intermedia de transición de cristal líquido en sistemas tensioactivos aniónicos a bajo contenido de alcohol” realizado por (Lawrence, 1987).

4.6.2 Desarrollo de las soluciones para la observación de cristales líquidos

Para evaluar la presencia de cristales líquidos se requirieron de los siguientes sistemas:

4.6.2.2 Sistema patrón

El surfactante dodecilsulfato de sodio es un compuesto iónico, cuando forma el cristal sus estructuras poseen cabezas de tipo negativas entre ellas originando una repulsión, es decir, que se mantienen lejanas unas de las otras creando una estructura no



ordenada. Al adicionar cloruro de sodio este compuesto realiza un efecto de apantallamiento debido a que los iones sodio (Na^+) buscan esa carga negativa, minimizando la repulsión que existen entre los cristales ayudando a una mejor estructuración. Una vez preparada la solución patrón; se observó que su dilución no era rápida a pesar de que es un surfactante hidrofílico, se tuvo que realizar movimientos para su homogenización y de este modo obtener una solución patrón transparente.

4.6.2.3 Sistema A (NFE-6/Igepal 730) sin la adición de alcohol

Para la preparación de esta solución fue necesario el uso de las soluciones madres previamente preparadas al 10 %p/v, se tomó la solución madre con el surfactante nonil fenol etoxilado 6 (NFE-6) por ser una más estable.

Posteriormente, la otra solución con la cual se trabajó es el surfactante Igepal CO-630, una vez obtenidos estos reactivos se procedió al desarrollo del sistema sin alcohol. En el momento de la adición del surfactante Igepal CO-630 a la solución madre se observó un contacto entre las dos fases, donde se notaron movimientos de ambas fases apreciándose una coloración amarillenta.

Una vez preparadas las soluciones anteriores se procede a la evaluación mediante microscopía óptica polarizada.

4.6.3 Evaluación del ensayo de microscopía óptica polarizada

En el análisis de las soluciones preparadas con anterioridad son evaluadas en el montaje del microscopio con luz polarizada. Este tipo de microscopio se usa para poder identificar mejor sustancias cristalinas o fibrosas. Al momento de la evaluación de la solución patrón para la visualización de cristales líquidos se obtuvo que cuando la muestra fue aplicada a la lámina portaobjeto y su posterior análisis con los filtros polarizadores se notó la presencia de la formación de cristales líquidos, esto se debe a que la velocidad de propagación de la luz no es la misma en todas las direcciones,

entonces el rayo original se divide en dos componentes diferentes y se produce birrefringencia.

Las formas observadas en la muestra patrón se forman cuando se presentan estructuras de fase lamelar, donde una región de una fase líquida cristalina por poseer un solo director forma un cristal uniáxico con el eje óptico perpendicular a las capas. Algunas de las texturas de la fase lamelar se originan de su tendencia a disponerse paralelamente a la superficie como las gotas o burbujitas contenidas en el sistema.

Si las bicapas se disponen paralelamente a la lámina portaobjeto, el eje óptico queda de este modo paralelo al del microscopio. Este tipo de alineamiento es el homeotrópico esto quiere decir que la muestra aparece como isotrópica, ya que no se va a observar birrefringencia cuando se ilumina con un haz de rayos paralelos entre si y perpendiculares a la superficie.

Entre la formación de las texturas vistas en la fase lamelar de esta muestra patrón son las texturas cónicas focales, que corresponden a las estructuras uniáxicas negativas, observar figura 4.24 (Pascuali, 2006).

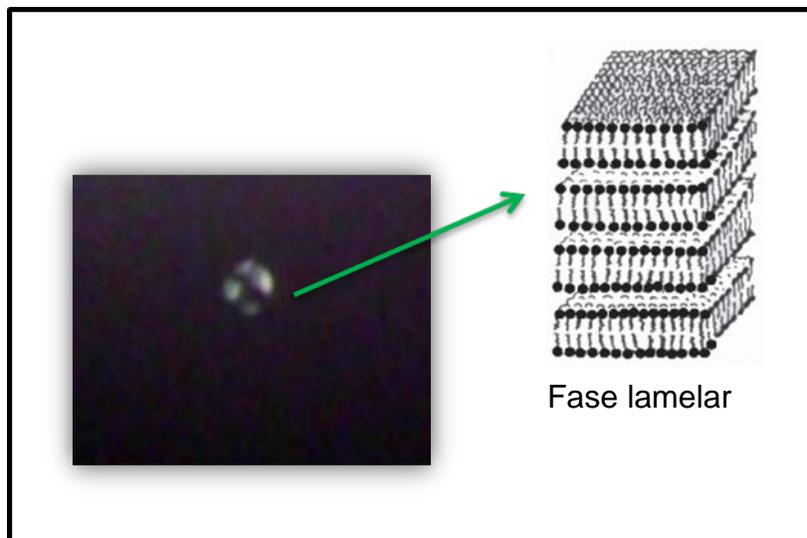


Figura 4.24 Muestra cristal líquido

Por otra parte, en la adición de la muestra que no contenía alcohol a la lámina portaobjeto, se observó que la formación de las burbujitas o gotitas fue de inmediato en el momento de agregarla a la lámina. Luego, se procedió a realizar la microscopía óptica polarizada, al enfocar adecuadamente se notó la formación de luminosidades no muy definidas, presentando el fenómeno de birrefringencia. Por lo visto, se determinó la formación de cristales líquidos, debido a que la muestra no se le agregó un volumen determinado de alcohol (aditivo hidrofílico o lipofílico). Estos surfactantes se mantuvieron puros, es decir, que la formación de cristales líquidos es óptima, y por consiguiente a la adición de alcohol estos cristales tendrían a disolverse en la muestra (ver figura 4.25).



Figura 4.25. Microscopio óptica polarizada del sistema A (NFE-6/Igepal CO-730)

Siguiendo el orden de ideas, el foco fundamental en esta parte de la investigación experimental es el análisis para la visualización de cristales líquidos en las fases aceite de los sistemas surfactante/agua/aceite (A-K'). Entonces, el análisis de observación para cada una de las muestras se determina a continuación:

4.6.3.1 Sistemas con NFE-6 y NFE-4

En el sistema A; para la evaluación a simple vista esta presentó una coloración transparente. Del mismo modo al ser observada mediante los polarizadores, no se notó el fenómeno de birrefringencia. La luminosidad observada fueron objetivos presentes debido al polvo en el ambiente de trabajo, de este modo el tipo de alcohol

adicionado a la muestra jugó un papel muy importante, ya que pudo haber diluido los posibles cristales líquidos presentes, originando de este modo que los surfactantes no se encuentren puros (ver figura 4.26).



Figura 4.26. Sistema A (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización

El tipo y cantidad de alcohol rige su concentración en la membrana interfacial, alcoholes muy hidrofílicos (de cadena corta) se solubilizan preferiblemente en la fase acuosa mientras que alcoholes más lipofílicos (de cadena más larga) se solubilizan en la fase oleosa (Forgiarini, 2009). Como los alcoholes empleados en esta investigación son de cadena corta, es decir, de bajo peso molecular (propanol, butanol y pentanol) destruyen la formación de mesofases desapareciendo de esta manera la fase de cristal líquido.

Como para todos los sistemas tanto de NFE-6 como para NFE-4, se aplicó de igual manera la técnica de microscopía óptica polarizada y debido que los alcoholes son de cadena corta mencionados anteriormente, el fenómeno de birrefringencia no fue observado. Las imágenes de cada uno de los sistemas son reflejadas en el Apéndice C.

En el análisis de microscopía óptica polarizada se procedieron a tomar videos (método de videometría) de cada una de la muestras realizadas anteriormente (ver capítulo III), usando un enfoque de 10X. Cada uno de los videos filmados se encuentra en un CD portátil conjuntamente con el trabajo especial de grado.

4.6.4 Evaluación del ensayo de microscopía óptica de la interacción de una gota de los sistemas preparados con NFE-6 y NFE-4

Para la evaluación de la interacción de una gota de los sistemas con NFE-6 y NFE-4 en un volumen de agua contenido en una celda elaborada para este análisis. se empleo para su posterior visualización un microscopio portátil en el cual la imagen de aumento de la imagen real se observa mediante un software contenido por el microscopio portátil.

Al realizar este montaje experimental por cada uno de los sistemas ya mencionados y preparados, se observó que para cada experimento originado la gota generada mediante la inyectora en el volumen de agua contenida en la celda generaba en su alrededor el proceso de emulsión espontánea. En donde la gota posteriormente llegaba a la superficie del contenido del agua en la celda consecutivamente de su esparcimiento. Cabe destacar que cada emulsión formada siguió el mismo comportamiento físico de coloración mostrado con el método de la gota realizado previamente. En cada sistema observado la gota liberada por la inyectora emigró hacia la superficie muy rápidamente debido a la diferencia de densidades, de igual manera pudo deberse al diámetro de salida de la aguja de la inyectora empleada ya que por su tamaño relativamente grande, no permaneció un tiempo considerable para su estancia dentro del volumen de agua contenido en la celda. (ver figura 4.26 y 4.27).

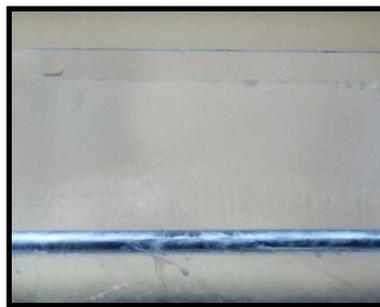


Figura 4.26. Vista lateral de la celda del Sistema A (NFE-6/Igepal CO-730/2-propanol); formación de la emulsión en la superficie.



Figura 4.27. Vista superior de la celda del Sistema A (NFE-6/Igepal CO-730/2-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

En la evaluación de microscopía óptica del montaje de la celda se procedieron a tomar videos (método de videometría) de cada uno de los sistemas de emulsión espontánea realizadas anteriormente. Las imágenes son presentadas en el Apéndice C y posteriormente cada uno de los videos filmados se encuentra en un CD portátil conjuntamente con el trabajo especial de grado.



5. CONCLUSIONES

En esta sección se exponen las conclusiones más importantes que surgieron de la evaluación y análisis de resultados obtenidos en la investigación.

5.1 Conclusiones finales

1. El Surfactante igepal CO-630 resultó ser mejor que los otros Igepales empleados tanto para sistemas con NFE-6 y NFE-4.
2. El sistema mejor favorecido para el proceso de emulsión espontánea empleando NFE-6 con Vassa-A 120 al (10%p/v), 2-Propanol al (20% v/v) e igepal CO-630 al (4%v/v), fue el sistema A.
3. El sistema mejor favorecido para el proceso de emulsión espontánea empleando NFE-4 con Vassa- A 120 al (10%p/v), igepal CO-630 como surfactante puro al (4%) y 1-Propanol al (20% v/v), fue el sistema H'.
4. El sistema menos favorecido para la formación de emulsión espontánea usando NFE-4 con vassa-A 120 al (10%p/v), igepal CO-730 al (4% v/v) y n- Pentanol al (20% v/v), fue el sistema B'.
5. El sistema menos favorecido para la formación de emulsión espontánea usando NFE-6 con vassa-A 120 al (10%p/v), igepal CO-710 al (4% v/v) y 1- Propanol al (20% v/v), fue el sistema J.
6. A menor tamaño del promedio de las diferentes áreas de las gotas formadas en la emulsión contribuye a que la misma es más estable.
7. Mediante el diseño experimental para observar cristales líquidos se obtuvo un diseño apropiado por medio de los materiales y equipos seleccionados para la evaluación de los mismos.
8. En la evaluación de la emulsión espontánea, el diseño propuesto fue eficaz puesto que la dinámica del proceso fue observado.
9. Es necesario de filtros polarizadores profesionales Pasco, de láminas de vidrio liso y el empleo de dos microscopios ópticos como lo son el microscopio óptico



convencional y posteriormente, de un microscopio óptico portátil para llevar a cabo la construcción de los diseños experimentales propuestos.

10. El sistema patrón constituido por dodecilsulfato/agua/Vassa A-120 forma una fase de cristal líquido lamelar.
11. La fase aceite/surfactante/alcohol formados tanto para NFE-6 como para NFE-4 no presentaron cristales líquidos mediante el fenómeno de birrefringencia.
12. El sistema A sin adición de alcohol presento luminosidades de cristales sin forma definida, mediante microscopia óptica polarizada.
13. La coloración de la emulsión espontánea de una gota en un volumen de agua y mediante el método de la gota fue la misma.
14. Se requiere de un diámetro de jeringa de la inyectora más pequeña para evitar que la gota suba rápidamente a la superficie.



6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Becher P. (1977), Emulsions: theory and practice. Reprint 2º Ed. New York Unites State.
2. Begoña B. (2002), Desarrollo y caracterización farmacotécnica y farmacológica de nuevas formulaciones parenterales de anfotericina B. Universidad Complutense, Madrid, España.
3. B. P. Binks (2010), Influence of nanoparticle addition to Winsor surfactant microemulsion systems. Journal. University of Hull. Hull HU67RX. UK.
4. Córdoba M. y Molsalve C. (1998), Tipo de Investigación: Predictiva, proyectiva, interactiva, confirmatoria y evaluativa. Venezuela.
5. Debold B. Van Dalen y William J. Meyer (2007); Manual de técnica de la investigación.
6. Kralova, Iva y Sjöblom, Johan (2009), Surfactans used in food industry. Journal of Dispersion Science and Technology, 30:1363-1383. Norwegian University of Science and Technology. Trondheim, Norway.
7. Márquez R. (2005), Obtención de emulsiones parentales mediante el método de transición de fases. Proyecto de grado. Universidad de los Andes, Mérida, Venezuela.
8. Salager J., Fernández A., (2004), Surfactantes. Cuadernos Firp S301. Univerdidad de los Andes, Mérida-Venezuela.



9. Ortiz M. J. Gil, Suárez W. Santos, Cabrales M. A., Bárzaga R. (2007), Comparación del efecto de dos surfactantes sobre la remoción de sólidos insolubles y polisacáridos en el proceso de clarificación en probeta de jugos de caña. Tecnología química Vol. XXXVII, N° 2. Centro Universitario de las Tunas, Universidad de Oriente y Central Batolomé Masó. Provincia Granma, Cuba.
10. Salager J. L, Forgiarini A., et al (2009), Microemulsiones para la recuperación mejorada de crudo y la limpieza de pozos. Artículo de investigación. Revista Ciencia e Ingeniería Vol. 30, N° 1. Universidad de los Andes, Mérida, Venezuela.
11. Salager S. (1997), Influencia de la posición del agitador y de la agitación sobre la formación y evolución incipiente de una emulsión. Tesis de grado. Informe técnico FIRP N° 9710. Universidad de los Andes, Mérida, Venezuela.
12. Sau M. Lai, Mai Y. Yuen, et al (2007), Experimental determination of solid-liquid-liquid equilibrium phase diagrams. AIChE Journal Vol. 53, N° 6. The Hong Kong University of Science and Technology. Hong Kong, People's Republic of China.
13. Pasquali R., Bregni C. (2006), Características e identificación de los cristales líquidos liotrópico. Revista Mexicana de ciencias farmacéuticas, abril-junio, vol. 37, número 002. Asociación Farmacéutica Mexicana, A. C. Distrito Federal, México. Pág. 38-53.
14. Cardenas A, Salager J. (2011), Emulsiones múltiples. Laboratorio de formulación, interfaces reología y procesos (FIRP) S277-C. Versión N° 3. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, Escuela de ingeniería química. Mérida-Venezuela.
15. Pascuali R. (2009), Seminario sobre emulsiones. Cátedra de Farmacotecnia I. facultad de Farmacia y Bioquímica. Universidad de Buenos Aires.



16. Pérez A., Bullon J. (2010), Emulsión de membranas. Laboratorio de mezclado, separación y síntesis industrial (LMSSI), Laboratorio de formulación, interfaces reología y procesos (FIRP) S464-A. Versión N°1. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, Escuela de ingeniería química. Mérida-Venezuela.
17. Salager J. (2002), Fenómenos Interfaciales en dispersiones polifásicas y en medios porosos. Laboratorio de formulación, interfaces reología y procesos (FIRP) S122-N. Versión N° 5. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, Escuela de ingeniería química. Mérida-Venezuela.
18. Salager J-L. (2002), Surfactantes tipos y usos. Laboratorio de formulación, interfaces reología y procesos (FIRP) S300-A. Versión N° 2. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, Escuela de ingeniería química. Mérida-Venezuela.
19. Peña A. (2004). Inversión de emulsiones: Modelización y mapeo experimental. Tesis de pregrado. Universidad de los Andes. Venezuela.
20. Galaz M (s.f.). Efecto de dimetil sulfóxido (DMSO) en la fase lamelar del tensioactivo óxido de tetradecil-dimetilamina (C14DMAO) N° tesis: 12984.
21. Salager J-L. (1992). Mundo de los Surfactantes. Laboratorio de formulación, interfaces reología y procesos (FIRP) S311-A. Versión N° 1. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, Escuela de ingeniería química. Mérida-Venezuela.
22. Forgiarini A. y Pietrangeli G. (2009). Influencia del tipo de alcohol sobre la formación de nanoemulsiones de aceite de soja-en-agua. Laboratorio de Formulación, Interfases, Reología y Procesos (FIRP), Laboratorio de Polímeros



- de Coloides (POLYCOL). Revista Ciencia e Ingeniería. Vol. 30. Facultad de Ingeniería. Universidad de Los Andes, Mérida 5101, Venezuela.
- 23.** Forgiarini A. (2001). Formación de nano-emulsiones de baja energía métodos de emulsificación a temperatura constante. Departamento Tecnológico de Tensoactivo del Instituto de Investigaciones Ambientales y Químicas de Barcelona-España y en conjunto con el Departamento de Ingeniería Química y Metalúrgica de la Universidad de Barcelona-España.
- 24.** Lui D, (s.f.). Emulsiones. Departamento Académico de Farmacotecnia y Administración Farmacéutica (DAFAF), Farmacia y Bioquímica U.N.M.S.M.
- 25.** Hackett J. (1987). Investigación de transición media y micro-emulsión con fase de cristal líquido en sistemas tensoactivo aniónico a bajo contenido de alcohol. University Microfilms International, Houston, Texas.
- 26.** Garcia A. y Ceballos S. (2010). Evaluación de sistemas surfactante/agua/aceite en la formación espontánea de emulsiones. Facultad de Ingeniería. Universidad de Carabobo, Venezuela.
- 27.** Perry R. y Chilton C. (2001). Manual del Ingeniero Químico, Sexta Edición (Tercera edición en español). Editorial Mc Graw – Hill Latinoamericana. México.



Referencias Bibliográficas





Apéndices



APÉNDICE A CÁLCULOS TÍPICOS

A.1. Cálculo de la concentración de la solución al 10% p/v, de surfactante empleado

La concentración de las soluciones madre, se midió mediante el porcentaje p/v según la ecuación III.

$$\% \text{ p/v} = \frac{m_{\text{sto}}}{V_{\text{sol}}} \cdot 100 \quad (\text{III})$$

(Perry, 2001)

Donde:

m_{sto} : Masa pesada, (g)

V_{sol} : Volumen de solución, (100 mL)

%p/v: Porcentaje peso sobre volumen, (adim)

Se pesaron 10,0145 g, de nonil fenol etoxilado (EON=6) y se adicionó en un balón aforado de 100 mL añadiendo Vassa A-120, hasta llegar al aforo (solución madre). Sustituyendo los valores correspondientes se obtiene:

$$\% \frac{P}{V} = \frac{(10,0145)\text{g}}{(100)\text{mL}} \cdot 100$$
$$\% \frac{P}{V} = 10,0145\%$$

De igual forma se preparó la solución madre para el NFE-4, dando una concentración del 10%P/V.



A.2. Cálculo de la concentración de alcohol, empleado en la formulación

La concentración de las soluciones de alcohol presente en la formulación, se midió mediante el porcentaje v/v según la ecuación IV.

$$\%V/V = \frac{V_{sto}}{V_{sol}} \cdot 100 \quad (IV)$$

(Perry, 2001)

Donde:

m_{sto} : volumen de la solución, (mL)

V_{sol} : Volumen de solución, (1mL)

%p/v: Porcentaje peso sobre volumen, (adim)

Se tomó una alícuota de alcohol de 0,20 mL. Tomando en cuenta que el volumen de la solución es 1 mL:

$$\%V/V = \frac{0,20 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \cdot 100$$
$$\%V/V = 20\%$$

Tomando una alícuota de 0,04 mL del surfactante hidrofílico y empleando la misma forma anterior se determine el porcentaje, sustituyendo los valores correspondientes se tiene:

$$\%V/V = \frac{0,04 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \cdot 100$$
$$\%V/V = 4 \%$$

De la misma forma se hizo para el cálculo de las concentraciones de alcohol y surfactante hidrofílico para los sistemas formados con el NFE-4, obteniendo los mismos resultados de concentración.



APÉNDICE B

DATOS EXPERIMENTALES

En la sección se manifiestan aquellos datos experimentales obtenidos mediante instrumentos de recolección de datos para el cumplimiento de los objetivos establecidos.

Tabla B.1 Datos empleados para la preparación de la solución madre de aceite y NFE-6

Solución Madre	Masa de NFE-6 ($M_{\text{NFE-6}} \pm 0,0001$) g
Aceite con NFE-6	10,0145

Masa del balón aforado: $(54,8355 \pm 0,0001)$ g

Volumen del balón aforado: 100 mL

Tabla B.2 Datos empleados para la preparación de la solución madre de aceite y NFE-4

Solución Madre	Masa de NFE-4 ($M_{\text{NFE-4}} \pm 0,0001$) g
Aceite con NFE-4	10,0044

Masa del balón aforado: $(54,9404 \pm 0,0001)$ g

Volumen del balón aforado: 100 mL



Tabla B.3. Datos recolectados para la preparación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa A-120 y (NFE-6), surfactante: Igepal CO-730

Sistema	Aceite con NFE-6 (Solución madre) (V ± 1) mL	Surfactante Igepal CO-730 (m ± 0,0001) g	Alcohol empleado (V ± 0,1) mL
A	4	0,1808	0,8
B	4	0,1819	0,8
C	4	0,1742	0,8
D	4	0,1730	0,8

Masa del beaker: (111,7230 ± 0,0001) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: (128,7164 ± 0,0001) g

Tabla B.4. Datos recolectados para la preparación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa A-120 y (NFE-6), surfactante: Igepal CO-630

Sistema	Aceite con NFE-6 (Solución madre) (V ± 1) mL	Surfactante Igepal CO-630 (m ± 0,0001) g	Alcohol empleado (V ± 0,1) mL
E	4	0,1720	0,8
F	4	0,1650	0,8
G	4	0,1792	0,8
H	4	0,1787	0,8

Masa del beaker: (111,7000 ± 0,0001) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: (128,9612 ± 0,0001) g



Tabla B.5. Datos recolectados para la preparación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa A-120 y (NFE-6), surfactante: Igepal CO-710

Sistema	Aceite con NFE-6 (Solución madre) (V ± 1) mL	Surfactante Igepal CO-710 (m ± 0,0001) g	Alcohol empleado (V ± 0,1) mL
I	4	0,1730	0,8
J	4	0,1618	0,8
K	4	0,1710	0,8
L	4	0,1644	0,8

Masa del beaker: (111,7210 ± 0,0001) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: (128,8420 ± 0,0001) g

Tabla B.6. Datos recolectados para la preparación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa A-120 y (NFE-4), surfactante: Igepal CO-730

Sistema	Aceite con NFE-4 (Solución madre) (V ± 1) mL	Surfactante Igepal CO-730 (m ± 0,0001) g	Alcohol empleado (V ± 0,1) mL
A'	4	0,1694	0,8
B'	4	0,1690	0,8
C'	4	0,1699	0,8
D'	4	0,1660	0,8

Masa del beaker: (111,7480 ± 0,0001) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: (128,9738 ± 0,0001) g



Tabla B.7. Datos recolectados para la preparación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa A-120 y (NFE-4), surfactante: Igepal CO-630

Sistema	Aceite con NFE-4 (Solución madre) (V ± 1) mL	Surfactante Igepal CO-630 (m ± 0,0001) g	Alcohol empleado (V ± 0,1) mL
E'	4	0,1657	0,8
F'	4	0,1743	0,8
G'	4	0,1781	0,8
H'	4	0,1781	0,8

Masa del beaker: (111,7481 ± 0,0001) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: (128.1359 ± 0,0001) g

Tabla B.8. Datos recolectados para la preparación de los sistemas en fase aceite empleando como solución madre (SM): Vassa A-120 y (NFE-4), surfactante: Igepal CO-710

Sistema	Aceite con NFE-4 (Solución madre) (V ± 1) mL	Surfactante Igepal CO-710 (m ± 0,0001) g	Alcohol empleado (V ± 0,1) mL
I'	4	0,1741	0,8
J'	4	0,1715	0,8
K'	4	0,1680	0,8
L'	4	0,1672	0,8

Masa del beaker: (111,7497 ± 0,0001) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: (128,8173 ± 0,0001) g



Tabla B.9. Datos recolectados para la preparación del sistema del sistema patrón con DSD

Muestra	Masa del Dodecilsulfato de sodio DSD ($m_{DSD} \pm 0,0001$) g	Masa del cloruro de sodio NaCl ($m_{NaCl} \pm 0,0001$) g	Masa Vassa A-120 ($m_{Vassa\ A-120} \pm 0,0001$) g	Volumen de Agua H₂O ($V_{H_2O} \pm 0,1$) mL
Sistema Patrón	3,0021	0,1022	0,01	3,0

Volumen del balón aforado: 10 mL

Tabla B.10. Datos recolectados para la preparación del sistema del sistema a (NFE-6/Igepal CO-730) sin la adición de alcohol

Muestra	Aceite con NFE-6 (Solución madre) ($V \pm 1$) mL	Surfactante Igepal CO-730 ($m \pm 0,0001$) g
Sistema A	4,0	0,1703

Masa del beaker: ($49,4826 \pm 0,0001$) g

Masa del beaker con el tubo de ensayo con rosca: ($66,5318 \pm 0,0001$) g

APÉNDICE C

IMAGENES CAPTURADAS EN LA EVALUACIÓN DE CRISTALES LÍQUIDOS

En esta sección se muestran cada una de las imágenes capturadas mediante la instrumentación de recolección de datos para el cumplimiento de los objetivos establecidos.

C.1. Imágenes capturadas mediante microscopía óptica polarizada para la observación de cristales líquidos.

- **Sistemas con NFE-6**



Figura C.1.1 Sistema C (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización



Figura C.1.2. Sistema D (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización

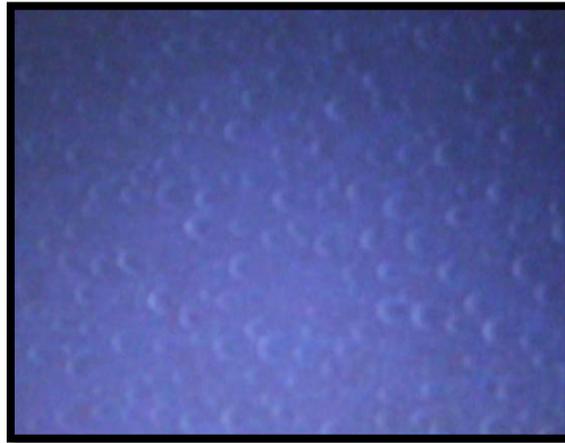


Figura C.1.3. Sistema K (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-710) con polarización



Figura C.1.4. Sistema J (NFE-6/Vassa A-120/Igepal CO-710) con polarización

- **Sistemas con NFE-4**



Figura C.1.5. Sistema H' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-630) con polarización

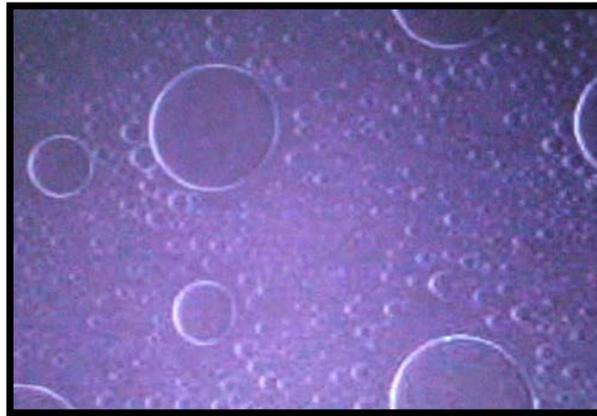


Figura C.1.6. Sistema E' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-630) con polarización

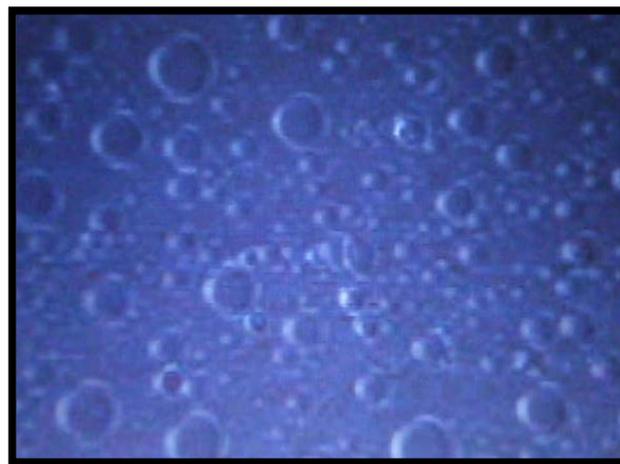


Figura C.1.7. Sistema A' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización



Figura C.1.8. Sistema K' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-710) con polarización

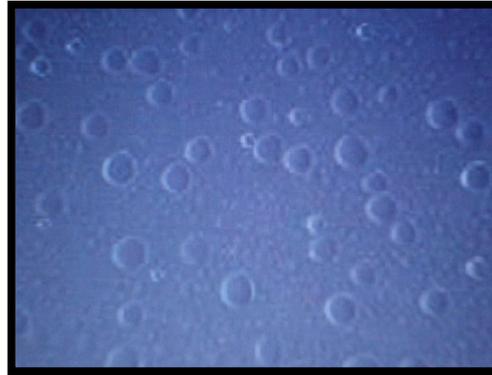


Figura C.1.9. Sistema B' (NFE-4/Vassa A-120/Igepal CO-730) con polarización

C.2. Imágenes capturadas mediante microscopía óptica en la observación de la interacción de una gota de aceite en un volumen de agua contenido en una celda.

- Sistemas con NFE-6

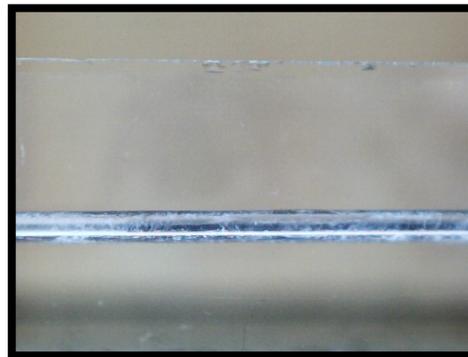


Figura C.2.1. Vista lateral de la celda del Sistema C (NFE-6/Igepal 730/2-propanol/Butanol); formación de la emulsión en la superficie.

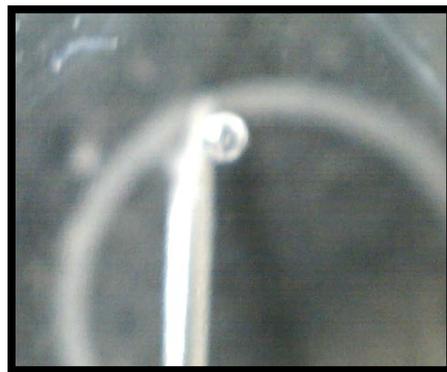


Figura C.2.2 Vista superior de la celda del Sistema C (NFE-6/Igepal 730/2-propanol/Butanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.



Figura C.2.3. Vista lateral de la celda del Sistema D (NFE-6/Igepal 730/1-propanol); formación de la emulsión en la superficie.



Figura C.2.4. Vista superior de la celda del Sistema D (NFE-6/Igepal 730/2-propanol/1-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

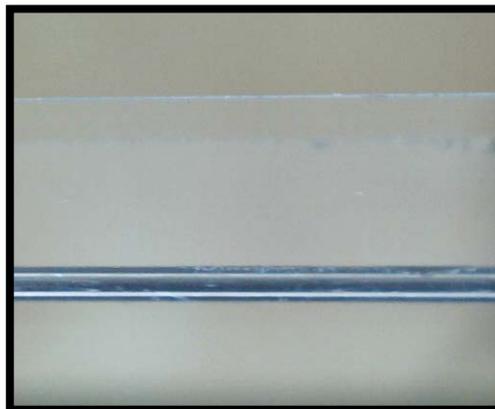


Figura C.2.5. Vista lateral de la celda del Sistema K (NFE-6/Igepal 710/Butanol); formación de la emulsión en la superficie.

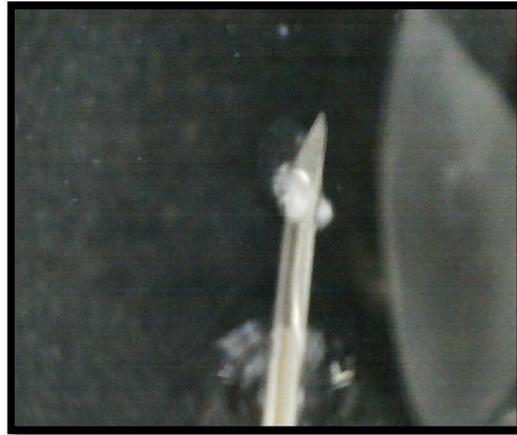


Figura C.2.6. Vista superior de la celda del Sistema K (NFE-6/Igepal 710/Butanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

- **Sistemas con NFE-4**

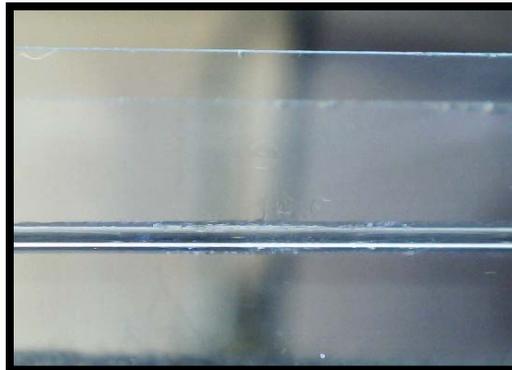


Figura C.2.7. Vista lateral de la celda del Sistema H' (NFE-4/Igepal 630/1-propanol); formación de la emulsión en la superficie.



Figura C.2.8. Vista superior de la celda del Sistema H' (NFE-4/Igepal 630/1-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

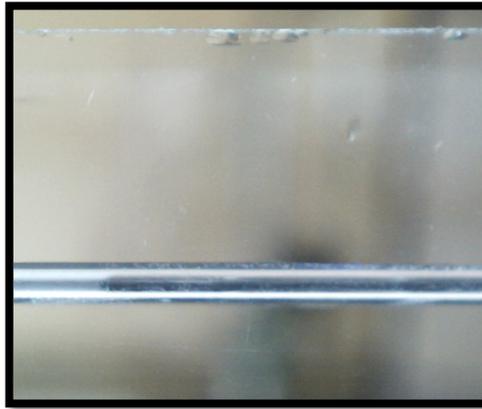


Figura C.2.9. Vista lateral de la celda del Sistema E' (NFE-4/Igepal 630/2-propanol); formación de la emulsión en la superficie.



Figura C.2.10. Vista superior de la celda del Sistema E' (NFE-4/Igepal 630/2-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

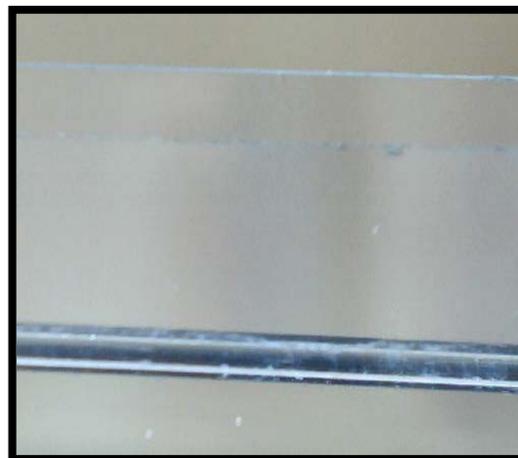


Figura C.2.11. Vista lateral de la celda del Sistema A' (NFE-4/Igepal 730/2-propanol); formación de la emulsión en la superficie.

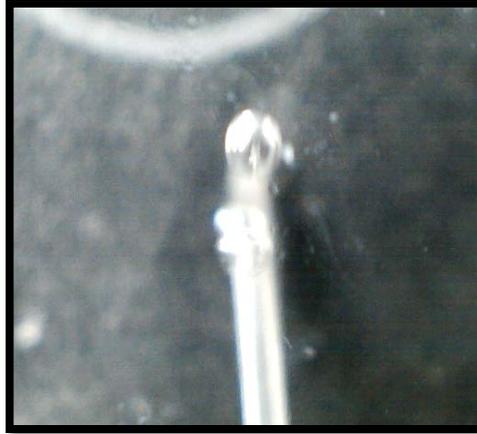


Figura C.2.12. Vista superior de la celda del Sistema A' (NFE-4/Igepal 730/2-propanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

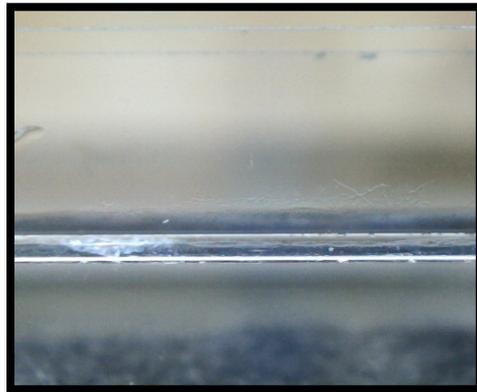


Figura C.2.13. Vista lateral de la celda del Sistema K' (NFE-4/Igepal 710/Butanol); formación de la emulsión en la superficie.



Figura C.2.14. Vista superior de la celda del Sistema K' (NFE-4/Igepal 710/Butanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.

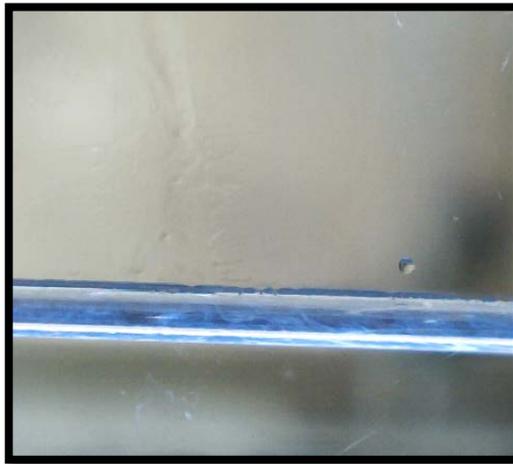


Figura C.2.15. Vista lateral de la celda del Sistema B' (NFE-4/Igepal 730/Pentanol); formación de la emulsión en la superficie.



Figura C.2.16. Vista superior de la celda Sistema B' (NFE-4/Igepal 730/Pentanol); gota de la fase oleica que sale de la jeringa en el contenido volumétrico de agua.