



52

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
"ZARAGOZA"**

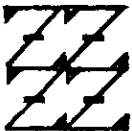
**PREFORMULACIÓN Y FORMULACIÓN
DE UN GEL LAVATRASTES.**

298445

T É S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
QUÍMICO FARMACÉUTICO BIÓLOGO
P R E S E N T A:
ANABEL PLUMA MORALES

**U N A M
F E S
Z A R A G O Z A**



**LO HUMANO ESTÁ
EN NUESTRA COOPERACIÓN**

ASESOR DE TESIS: Q.F.B. FRANCISCA ROBLES LÓPEZ

MÉXICO D.F.

2001.



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES "ZARAGOZA"**

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE: Q.F.B. DOMITILA BURGOS JARA
VOCAL: Q.F.B. FRANCISCA ROBLES LÓPEZ
SECRETARIO: Q.F.B. MAURO ARRIETA SÁNCHEZ
SUPLENTE: Q.F.B. MA. DE LOURDES CERVANTES MARTÍNEZ
SUPLENTE: Q.F.B. IDALIA LETICIA FLORES GÓMEZ

SITIO DONDE SE REALIZÓ EL TEMA:

**INDUSTRIAS INVET S.A. DE C.V.
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA**

ASESOR DEL TEMA: Q.F.B. FRANCISCA ROBLES LÓPEZ

SUSTENTANTE: Q.F.B. ANABEL PLUMA MORALES

DEDICATORIAS:

Este trabajo se lo dedico a quien me ha acompañado durante cada instante de mi vida, tanto en aquellos momentos difíciles como en los felices, por haberme dado la vida, a tiDIOS.

A mi esposo "ARTURO" que me a apoyado y alentado para seguir adelante y superarme día con día, por haber compartido conmigo gran parte de su vida y haberme enseñado a luchar por lo que quiero sin importar los obstáculos que se me presenten.

A mis padres, que me brindaron la mejor herencia que puede un hijo ambicionar, mis estudios.

INTRODUCCIÓN

La industria del lavado, mejor conocida como industria del jabón, tiene más de 2000 años de antigüedad, ya que se han encontrado los restos de una fábrica de jabón en las excavaciones de Pompeya. Sin embargo, entre todas las industrias de procesos químicos, ninguna ha tenido un cambio tan radical en la materia prima de origen químico como las industrias del lavado. La escasez de materia prima durante la Primera Guerra Mundial condujo a los alemanes al desarrollo de "jabones sintéticos" o detergentes. (1)

Los detergentes difieren principalmente de los jabones por su modo de actuar con aguas duras. Los jabones forman compuestos insolubles con los iones de magnesio y de calcio presentes en el agua dura; estos compuestos insolubles se precipitan y reducen las acciones espumante y limpiadora. Los detergentes pueden reaccionar con los iones de agua dura, pero los productos resultantes son solubles o permanecen dispersos en forma coloidal en el agua. (2)

Los detergentes concentrados (y sin fosfatos) son tan o más respetuosos del ambiente que aquellos denominados ecológicos. De acuerdo con los especialistas encargados del análisis la ventaja de los detergentes concentrados es que eliminan los productos de relleno, normalmente contaminantes, sin perjudicar el resultado del lavado.

En Alemania algunas marcas ya han dejado de fabricar detergentes convencionales y sólo mantienen la gama de concentrados, en México aún no parece que estemos preparados para este salto, ya que el uso de detergentes sin concentrar está muy arraigado.

1. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

Los detergentes se pueden formular de modo que se obtenga un producto de las características deseadas para que tenga un poder limpiador óptimo, limpieza máxima por unidad de costo, así como máxima biodegradabilidad. Por lo común los productos comerciales tienen ventajas y desventajas en cuanto a las propiedades deseadas. Para seleccionar la forma y presentación definitiva del producto que se requiere conseguir, se basa en los resultados de preformulación, el análisis de la capacidad tecnológica e infraestructura de la empresa, así como la función y mercadotecnia del producto.

1.1 Preformulación

Es el proceso de caracterización de un principio activo a través de la determinación de sus propiedades fisicoquímicas consideradas importantes en la formulación de una forma farmacéutica estable y efectiva.

1.2 Formulación

Son los estudios que involucran el diseño de una forma farmacéutica definida (en nuestro caso un "gel"), basada esta etapa en las pruebas de compatibilidad fármaco excipiente, y la adaptación de producción.

1.3 CARACTERÍSTICAS DE GEL

1.3.1. Definiciones

Los geles son sistemas semisólidos de suspensiones preparadas con pequeñas partículas inorgánicas o con grandes moléculas orgánicas interpenetradas por un líquido y poseen un diámetro de partículas de 1 a 100 nm. (7)

Algunos polímeros son utilizados para disponer la red estructural que es la base de un sistema en gel, largas moléculas orgánicas dirigidas existen en solución y se entrelazan al azar por cambios flexibles. Estos polímeros pueden ser polímeros sintéticos o naturales. Cada sistema actúa como una fase indivisible en un macro sentido -las moléculas orgánicas se disuelven en una fase continua-. Sin embargo un comportamiento singular de moléculas grandes en solución es que existe una alta viscosidad y hay formación de gel, esto hace posible considerar cada sistema como dos fases en un micronivel, la molécula de polímeros coloidales y el disolvente. (8)

La interacción entre las unidades de la fase coloidal, orgánicas o inorgánicas, que colocan la "estructura viscosa" inmovilizan el líquido de la fase continua. Esto es lo que da a los geles características de líquido y sólido. (8, 9)

1.3.2. Usos

El uso de geles y agentes gelificantes es muy extenso, en cuanto al campo cosmético los geles son empleados en una gran variedad de productos incluyendo shampoos, productos de fragancias, dentífricos y preparaciones para la piel y el cabello. En la industria química los geles son utilizados como desinfectantes y refrigerantes, entre otros.

1.3.3. Clasificación

La clasificación de los geles es determinada y considerada por varias características que existen entre las dos fases. En primer lugar, los geles son divididos en geles orgánicos e inorgánicos fundamentadas en la naturaleza de la fase coloidal. Típicamente los geles orgánicos contienen polímeros que forman un gel. Otra subdivisión más lejana acorde a la naturaleza química es con la dispersión de moléculas orgánicas (10). Polipéptidos (gelatinas) y bloques de copolímeros sintéticos. (11, 12)

De igual manera la naturaleza del disolvente determina en todo caso al gel: es un hidrogel (base agua) o en organogel (con un disolvente no acuoso).

Los geles sólidos con una baja concentración de disolvente son conocidos como xerogeles. Estos se producen después de la evaporación de los disolventes, los residuos que quedan forman el armazón del gel. Este puede ser regresado al estado gel por introducción de un agente, que en absorción aumenta la matriz del gel. Ejemplos de xerogeles incluyen gelatinas secas, tiras de tragacanto y acacia, celulosa seca y poliestireno. (13)

1.3.4. Estabilidad Física, Química y Microbiológica

Idealmente, los agentes gelantes utilizados en la industria farmacéutica y cosmética deben ser inertes, seguros y no reaccionar con otros componentes de la formulación (14). Un potencial de incompatibilidad se ilustra por la combinación de fármacos catiónicos, conservadores, o con agentes gelificantes aniónicos.

Es posible la inactivación o precipitación de sustancias catiónicas. Los poliéteres pueden interactuar con fenoles y ácidos carboxílicos, principalmente disminuyendo su potencial. El polímero gelificante es normalmente utilizado en concentraciones menores del 10% y generalmente en el orden de 0.5 a 2 %. Aunque muchos de estos funcionan en medios acuosos, diversos polímeros pueden gelificar en líquidos no polares.

Los geles pueden presentar una pequeña variación en la viscosidad modificando la temperatura normal. Los métodos para determinar la viscosidad, están basados en la medición de la resistencia que ofrece un fluido, cuando se le aplica una fuerza interna que lo induce al movimiento, bajo condiciones establecidas. Se recomienda utilizar un viscosímetro que mida la resistencia que ofrece un fluido al movimiento rotatorio. (15)

En algunos casos los geles son susceptibles a sufrir una degradación bacteriana, esto puede evitarse, incorporando a la formulación conservadores que prevengan la contaminación y subsecuentemente perdiendo las características de gel debido al ataque microbiano.

Otra característica de los geles es que puede aumentar su volumen debido a la absorción de líquido, esto puede observarse en la fase inicial de disolución donde los disolventes penetran en la matriz del gel. Existe una interacción gel-gel remplazada por interacciones gel-disolvente. Una limitante del aumento del volumen es usualmente el resultado de varias degradaciones de los componentes de la matriz del gel que previene una disolución total. Cada gel aumenta su volumen considerablemente cuando la mezcla de disolventes posee parámetros de solubilidad comparables a los del agente gelante.

Existen diferentes factores que inciden sobre la estabilidad de un producto detergente, como es la actividad de los componentes, la interacción potencial que existe entre los componentes activos e inactivos, el proceso de elaboración, la forma de uso, el sistema de recipiente, revestimiento y cierre, condiciones ambientales durante el transporte, almacenamiento y manipulación, y el tiempo transcurrido desde la elaboración hasta el uso del producto. Por lo tanto, la pérdida de estabilidad en éstos productos puede ser atribuida a tres diferentes mecanismos de degradación: química, física y microbiológica. (12,13)

La integridad química del producto y de sus componentes debe ser evaluada en función del tiempo para establecer la vida de anaquel del producto. Esto se refiere al período de tiempo en el cual el producto es efectivo, seguro y confiable.

Los sistemas de geles pueden experimentar problemas de inestabilidad, tales como una separación de fases ya sea en el líquido (como una sinéresis) o en el sólido (como una sedimentación particulada), también pueden sufrir una disminución de viscosidad o consistencia cambiando de semisólidos a líquidos viscosos. (11)

Está no está limitada a los hidrogeles orgánicos, pero puede verse en organogeles e hidrogeles inorgánicos El mecanismo de contracción puede ser descrito por la relajación de la tensión elástica sufrida durante la fase de gel. Como éste esfuerzo es relevante, el espacio intersticial que existe, es reducido por el disolvente, forzando la manifestación del fluido.

Un gran número de pruebas que son utilizadas para examinar productos semisólidos, se ocupan para geles. Estas pruebas exponen al producto a condiciones drásticas para determinar el rango de condiciones bajo las cuales el producto puede permanecer estable. Los ciclos térmicos pueden ser usados para detectar si puede ocurrir sinéresis. El almacenaje de las muestras a diferentes temperaturas da información acerca de los requerimientos de almacenaje para un gel. Las temperaturas no deben ser muy altas, probablemente no más de 45 - 50°C. Los resultados de almacenaje a elevadas temperaturas pueden no tener correlación con los resultados de almacenaje a temperatura ambiente por largo tiempo debido a la posibilidad de que ocurran cambios de fase a elevadas temperaturas, las cuales no se permiten a temperatura ambiente. (1)

1.3.5. *Gelificantes*

Los agentes gelificantes para uso farmacéutico y cosmético deben ser inertes, seguros y no reaccionar con otros componentes de la formulación. Además de que deben proporcionar al producto una naturaleza semisólida y se clasifican de la siguiente manera. (11)

a) **Gomas Naturales.** Están formadas por cadenas de polisacáridos y son utilizadas ampliamente en productos alimenticios y farmacéuticos. Ejemplos de ellos son: goma acacia, goma karaya y goma xantana.

Las gomas empleadas como formadoras de gel pueden producir el efecto deseado como una simple dispersión en agua (por ejemplo, tragacanto) o a través de una interacción química (por ejemplo, alginato de sodio y calcio).

b) Carbómeros. El más utilizado es conocido bajo el nombre comercial de Carbopol 934 P, que es usado como agente espesante en una gran variedad de productos farmacéuticos y cosméticos.

El carbómero forma geles a una concentración tan baja como 0.5%. En medio acuoso, el polímero, el cual contiene ácidos libres forma el gel por neutralización con una base apropiada.

En un sistema acuoso, una base inorgánica simple, por ejemplo, el hidróxido de amonio y el hidróxido de sodio, o bien, sales básicas como el carbonato de sodio, pueden ser empleados.

El pH debe ajustarse a un valor neutro, ya que la formación del gel está afectada por la neutralización y el pH. La definición de pH se conoce convencionalmente como el logaritmo negativo de la actividad del ión hidrógeno.

La escala de pH es una serie de números que expresan el grado de acidez (o alcalinidad) de una solución, en comparación con la cantidad total de ácido o base de algún material previamente determinado, por medio de una titulación acidimétrica o alcalimétrica. (15)

c) Derivados de celulosa. Son utilizados como agentes viscosantes y soluciones gelificantes. Estos incluyen metilcelulosa, carboximetilcelulosa de sodio, hidroxietilcelulosa e hidroxipropilcelulosa.

d) Polietilenos. Varias formas de polietileno y sus copolímeros son utilizados para elaborar geles en líquidos hidrofóbicos.

Para formar geles, es necesario dispersar el polímero a elevadas temperaturas (aproximadamente a 80°C) y después enfriar rápidamente para precipitar finos cristales, los cuales van a construir la matriz.

e) Tensoactivos. Geles claros pueden ser producidos por combinación de aceite mineral, agua y altas concentraciones de tensoactivos no iónicos (aproximadamente 20 a 40%).

f) Otros Gelificantes. Varias ceras son empleadas como gelificantes en medios no polares. Ejemplo de ellas son la cera de abeja, la cera carnauba y la cera de ésteres cetilicos.

1.3.6. Reología.

Los geles se caracterizan por un grado relativamente alto de elasticidad. Sufren deformación elástica bastante grande a una presión de deslizamiento inferior al valor de rendimiento, y recuperan su forma cuando la presión se remueve. Las deformaciones recuperables de 10–30% no son raras, especialmente para geles de polímeros.

Los geles acuosos de polímeros orgánicos como la gelatina en agua y/o glicerina forman geles al enfriarse y se derriten por calentamiento. La temperatura de gelación y el punto de fusión para un gel dado están próximos entre sí; la gelación es un proceso reversible.

La fuerza y rigidez de un gel son máximos en el punto isoeléctrico, donde las ligaduras cruzadas por puentes salinos entre grupos amino o guanidino y grupos carboxilo son más abundantes.

La gran viscosidad de las soluciones de polímeros se debe en gran medida al entretrejado de las largas moléculas filiformes, el valor de viscosidad varía notablemente de acuerdo a la naturaleza de gel. Las cadenas de polímeros están rodeadas por una capa de hidratación, que es una vaina de moléculas de agua atraídas por los grupos polares de las macromoléculas por uniones de valencia secundarias. Esta contención en una vaina de solvatación impide en gran parte que una cadena de polímero forme uniones con cadenas vecinas en los puntos en que éstas se mezclan por medio de uniones de valencia secundaria. Cuando se hace fluir la solución las cadenas se deslizan libremente unas sobre otras y tienden a separarse. Si la acción solvente disminuye, la vaina de hidratación que rodea a las macromoléculas disueltas se hace más delgada.

Por consiguiente, algunas cadenas de polímeros entretrejidas se ponen en contacto directo en los puntos de cruce, donde forman uniones por ligaduras de valencia secundaria. Estas ligaduras cruzadas débiles y temporarias entre segmentos de cadenas adyacentes de polímero ofrecen cierta resistencia al deslizamiento de las cadenas de polímero unas sobre otras cuando se aplica fuerza de rozamiento. Cuando se forma una cantidad de estas uniones entre cadenas, suficiente para establecer una red tridimensional en toda una solución, ésta forma un gel.

Los geles de polímeros son fuertes y elásticos, mostrando un flujo pseudoplástico, aquí la viscosidad disminuye cuando el material se somete a agitación. Cuando se sujetan a presión de deslizamiento mucho mayores que sus valores de rendimiento, tienden a romperse o desintegrarse en lugar de fluir. Sólo los geles que son débiles por estar cerca de su temperatura de gelación, o por tener bajo contenido de sólidos, se licuan formando soles y fluyen bajo el efecto de altas presiones de deslizamiento.

El término semisólido implica un carácter reológico definido. Macroscópicamente tales sistemas retienen su forma hasta que actúa sobre ellos una fuerza externa, con la cual ellos pueden ser deformados fácil y permanentemente. (25)

La viscosidad es una medida de la resistencia a fluir para cambiar de forma debido a la fricción interna, por consiguiente la viscosidad no debe de cambiar apreciablemente con el tiempo. La unidad de viscosidad es el "poise", que se define como la fuerza necesaria para producir una velocidad de 1 cm² de área y separados por una distancia de 1 cm. En la práctica se emplea el "centipoise" que es la centésima parte del poise.

Existen diferentes tipos de flujos para la determinación de la reología de un producto:

Flujo Newtoniano es característico para sustancias puras de bajo peso molecular y soluciones, en las que la velocidad de flujo es directamente proporcional a la fuerza de corte.

Flujo plástico, es encontrado en cuerpos que se caracterizan por presentar una cierta resistencia inicial a fluir o deformarse. Es decir, no fluyen bajo la influencia de una pequeña fuerza, sino que se necesita sobrepasar un cierto valor para que comience a fluir.

Flujo pseudoplástico , es característico de los sistemas coloidales, soluciones de agentes viscosantes, tales como gelatina, carboximetil celulosa y otros mucilagos. En este tipo de flujo, la viscosidad disminuye cuando el material se somete a agitación.

Flujo dilatante es un fenómeno inverso al flujo pseudoplástico, los cuerpos que lo presentan aumentan su viscosidad cuando se agitan, retornando a un estado de mayor fluidez cuando se dejan en reposo. Suspensiones con un elevado contenido de sólido algunas veces muestran fluido dilatante.

Tixotropía es un fenómeno que presentan algunos cuerpos no Newtonianos (plástico, pseudoplástico y dilatante) que al ser agitados experimentan una ruptura en su estructura, la que recuperan al ser dejados nuevamente en reposo.

1.4 DETERGENTES

La limpieza es en nuestra Civilización, además de una exigencia higiénica, una necesidad social y de salud. Las personas debemos presentarnos pulcros y aseados y lo mismo cabe decir de nuestras casas y enseres, y para conseguirlo empleamos buena parte de nuestro tiempo y de nuestro dinero, con este fin. La industria de los detergentes invierte en la mayoría de sus proyectos a crear continuamente productos que faciliten nuestra tarea.

El principal mercado de la formulación de detergentes es el uso doméstico como lavado de ropa, trastos, pisos y otros sustratos domésticos.

Un detergente debe formularse para realizar dos funciones. Debe desprender la suciedad del sustrato que se limpie (vajilla, sartén, etc.) y debe suspenderla o dispersarla para que no se redeposite sobre éste. Por supuesto las cosas no son tan simples. Un buen detergente debe trabajar a temperaturas moderadas y en un tiempo razonable. No debe dañar el sustrato ni debe ser tóxico o causar dermatitis o condiciones similares en el usuario. Por supuesto la biodegradabilidad es importante además de la estabilidad de éste.

(24)

Un detergente es un producto resultante de una formulación especial que promueve el desarrollo de detergencia, comprende constituyentes esenciales (agentes tensoactivos) y auxiliares que mejoran su función (humectantes, conservadores, fragancia).

Científicamente hablando, el término detergente comprende tanto jabones como detergentes sintéticos o "syndets" (synthetic detergents), pero se utiliza ampliamente para diferenciar entre compuestos de limpieza sintéticos y jabón.

Cuando los tensoactivos se utilizan en agentes de limpieza, normalmente se mezclan con diversos aditivos para mejorar su función y tales formulaciones se conocen como detergentes. Todos los agentes tensoactivos tienen una estructura molecular común que consiste en una larga cadena no polar, casi siempre una cadena de hidrocarburo, que es soluble en aceite pero insoluble en agua (la parte hidrofóbica). Los otros grupos son insolubles en aceite pero solubles en agua (la parte hidrofílica).

El extremo hidrofílico es suficientemente afín al agua para conferir solubilidad en agua a todo el compuesto. Estas propiedades se toman en cuenta para la eliminación de las manchas. (3)

La eliminación de mugre se logra por medio de su humectación, emulsificación, dispersión o solubilización por el agente limpiador. Las moléculas de detergentes se pueden agregar en agua en racimos esféricos en el interior de la micela y el grupo polar en el exterior. Los compuestos solubles en aceite pero insolubles en agua, como colorantes, con frecuencia se disuelven en el centro de la micela atraídos por los grupos de hidrocarburos. Este proceso se conoce como solubilización.

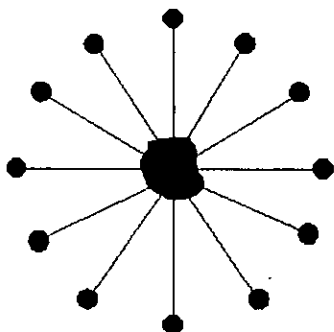


Figura No. 1. Una micela, mostrando en el exterior los extremos solubles en agua de la molécula detergente, y dirigiéndose hacia el interior los extremos solubles en solventes orgánicos, que se encuentra estabilizando una gran partícula orgánica en el centro.

Las micelas son lo bastante grandes para dispersar la luz y la solución puede hacerse opalescente. Si ahora la solución de tensoactivos encuentra una molécula de grasa, los grupos hidrofóbicos se alinean fuera de ésta y la constituyen el centro de una estructura tipo micela que efectivamente es puesta en solución.

Las gotas de la fase discontinua son mucho más grandes que las micelas. Este efecto solubilizante de los tensoactivos es la base de su actividad.

1.4.1. Clasificación de Tensoactivos

Los tensoactivos se han dividido en cuatro grupos principales: catiónicos, aniónicos, no iónicos y anfóteros.

a) Tensoactivos catiónicos

Es el catión en que tiene la cadena alquilica hidrofóbica larga. Prácticamente todos los catiónicos de importancia industrial son compuestos grasos nitrogenados y muchos son compuestos con nitrógeno cuaternario, como el cloruro de trietilamonio de ácidos grasos de sebo.

Los tensoactivos catiónicos son de poca utilidad en limpieza porque la mayoría de las superficies tienen una carga negativa y los cationes se adsorben sobre ellas en lugar de solubilizar la suciedad adherida. Los catiónicos son antisépticos y bactericidas y se utilizan por ejemplo, en las pastillas para la garganta.

b) Tensoactivos aniónicos

En los agentes aniónicos, la porción lipofílica está cargada negativamente, incluyen varios jabones monovalentes, polivalentes y orgánicos tales como el oleato de trietanolamina y sulfonatos como el lauril sulfato de sodio, en la actualidad el detergente sintético aniónico de más importancia es el dodecibencen sulfonato de sodio lineal (DDBS).

Muchos tensoactivos aniónicos comerciales y algunos no iónicos se hacen a base de alcoholes primarios de cadena lineal, α -olefinas y alcoholes secundarios.

c) Tensoactivos no iónicos

En los tensoactivos no iónicos no muestran ionización, la parte hidrofílica de la molécula no es un ión sino una cadena de polioxietileno $-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$. La solubilidad en agua se debe a la capacidad de los átomos de oxígeno y del grupo oxhidrilo de formar enlaces de hidrógeno con el agua.

Los tensoactivos no iónicos son excelentes agentes humectantes, compatibles tanto como aniónicos como con catiónicos, y no son afectados por los iones calcio-magnesio del agua dura.

d) Tensoactivos Anfotéricos

Los tensoactivos anfotéricos son un grupo de productos especializados que tienen tanto una carga positiva como una carga negativa en la misma molécula, o sea, existen como zwitteriones. Como tienen centros aniónicos y catiónicos pueden comportarse como aniónicos o catiónicos, dependiendo del pH de la solución en la que se utilicen. Las estructuras moleculares típicas son las de las betaínas, que son catiónicas en solución ácida y zwitteriónicas en solución básica, y los aminoácidos que son catiónicos en solución ácida y aniónicos en solución básica.

Algunos anfotéricos producen alto volumen de espuma estable y se utilizan en shampoos. A pH cercanos a 7 son menos irritantes que los detergentes catiónicos o aniónicos y se utilizan en shampoos "suaves". Por otra parte, su formulación es complicada por la posible precipitación del compuesto a un pH cercano a su punto isoeléctrico.

Una de las materias primas utilizadas en la fabricación de detergentes son los *surfactantes*, comprenden "cualquier compuesto que afecta (generalmente reduce) la tensión superficial al disolverse en agua o en soluciones acuosas, o que de modo similar afecta la tensión interfacial entre dos líquidos. (4, 24)

1.4.2. La Suciedad

Nos encontramos con diferentes categorías de suciedad:

- *Suciedad no grasa*: es aquella que se adhiere a los objetos y superficies por las condiciones ambientales en las que se encuentra el lugar a limpiar y como resultado de las actividades que se realizan.
Tratamiento: Generalmente no contiene componentes grasos y es fácilmente eliminable con agua o bien con un detergente neutro.

- *Suciedad grasa:* es aquella provocada por aceites y/o grasas. Esta suciedad es característica ya que no puede eliminarse con agua, o con detergentes neutros.

Tratamiento: Para conseguir eliminarla, son necesarios detergentes disolventes, detergentes alcalinos y utilizando maquinaria.

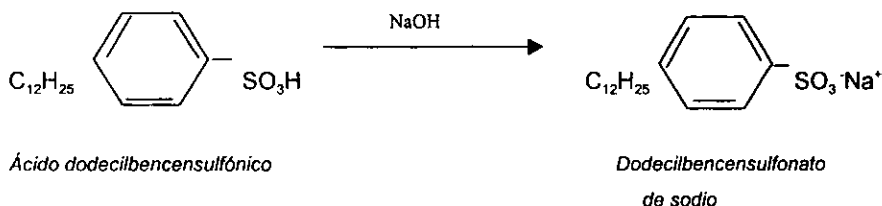
- *Suciedad especial:* no pertenece a ninguno de los dos tipos mencionados anteriormente, siendo aquella suciedad que para su eliminación, necesita productos especiales. Ejemplos de ella serían las manchas de óxido que se pueden encontrar en ciertos lugares con humedad, los roces con los suelos de gomas y pinturas, así como las manchas que se suelen encontrar al acabarse una obra o unas reformas en un local (yeso, cemento, pintura, etc.).

Tratamiento: productos químicos específicos. (3)

1.5. DODECILBENCENSULFONATO DE SODIO

El ácido dodecilbencensulfónico es un agente químico intermedio para la fabricación de tensoactivos aniónicos, útil en la formulación de productos de limpieza, detergentes, humectantes y emulsificantes.

El ácido dodecilbencensulfónico lineal, encuentra aplicaciones como base para la neutralización y formación de agentes detergentes, emulgeles y humectantes para la fabricación de detergentes líquidos, en pasta o en polvo. A través de la neutralización utilizando hidróxido de sodio se obtiene el *dodecilbencensulfonato de sodio*.



El dodecilbencensulfonato de sodio a base del tetrámero de propileno (conocido como DDBS) es un buen tensoactivo con excelentes propiedades de formación de espuma. Puede obtenerse de materias primas baratas y fue la base de los polvos limpiadores domésticos para trabajo pesado en el mundo desarrollado de la década de los cincuenta y principios de los sesenta.

Posee excelentes características como detergente, emulsificante, dispersante, humectante y espumante. Es muy estable en agua dura, así como en medios ligeramente ácidos o alcalinos y puede combinarse en formulaciones con tensoactivos de tipo aniónico o no iónico.

Este tensoactivo encuentra sus principales aplicaciones en el campo de limpiadores multiusos, para pisos, vidrios, lavatrastes, detergentes en polvo, desengrasantes industriales y detergentes para fibras o textiles, entre otros. También puede ser usado como humectante de polvos en el área agroquímica. (5)

Nombre químico: dodecibencen sulfonato de sodio

Sinónimos: ácido dodecibencensulfónico sal sódica

Fórmula: $C_{18}H_{29}NaO_3S$

Peso molecular: 348.49 g/mol

Dosis Letal LD₅₀: oral en ratas 2 g/Kg; 105 mg/Kg i.v. (6)

1.6 FRAGANCIAS

La primera vez que una fragancia fue adicionada a un detergente fue en 1950, con el fin de brindar un agradable olor al momento de utilizar dicho producto. Las fragancias son utilizadas en estos productos en concentraciones muy bajas (< 1%).

La fragancia es una mezcla compleja e aceites esenciales naturales, gomas, resinas, productos químicos y especialidades. El perfumista es un artista que cultiva y educa el sentido del olfato que le permite combinar cientos de notas aromáticas individuales para crear una fragancia, para cada una de las materia primas de las fragancias, un perfumista interpreta una percepción no verbal en su mente, el sabe como combinar estos materiales para obtener el resultado que se busca.

No existe una descripción de un aroma universal para cada materia prima de una fragancia tanto al describir un producto químico individual como un aceite esencial complejo, la terminología queda abierta a variaciones e interpretaciones, cuando se trata de describir una fragancia original recientemente creada. (26, 27)

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En la industria de los detergentes *nacionales* existe una gran variedad de formas de los productos, dichos estudios se han concentrado especialmente en las formas de aplicación de los productos ya existentes como líquidos, polvos, cremas, etc.; descuidando el desarrollo de nuevos, tales como los geles.

El lavatrastes en gel es un producto innovador, biodegradable y de gran rendimiento, que recientemente fue elaborado por empresas extranjeras las cuales tienen el control del mercado de la industria de los detergentes, por lo tanto, el presente estudio va encaminado a la *preformulación y formulación de un lavatrastes en gel*, teniendo como detergente el dodecilsulfonato de sodio, evaluando su efectividad contra un estándar (marca líder del mercado).

3. OBJETIVOS

General:

Realizar la preformulación y formulación de un gel lavatrastes utilizando el ácido dodecibencensulfónico como detergente.

Específicos:

Preformulación:

1. Evaluar física y químicamente las materias primas a utilizar.
2. Llevar a cabo estudios de compatibilidad del dodecibencensulfonato de sodio con los diferentes excipientes.

Formulación:

3. En base a los resultados de la compatibilidad realizar diferentes formulaciones para la elaboración de un lavatrastes en gel a diferentes concentraciones combinando las materias primas utilizadas, para así encontrar la concentración ideal de cada una de ellas.
4. Implementar las técnicas espectrofotométricas y de titulación (ácido-base, Epton, etc.), así como la determinación de propiedades físicas y químicas, tanto de materias primas como del producto terminado.
5. Evaluar la efectividad del lavatrastes en gel formulado contra el gel de marca líder (salvo gel).

4. HIPÓTESIS

Si un gel lavatrastes es un producto que contiene agentes surfactantes, detergentes, y demás excipientes, entonces si se utilizan éstos ingredientes en concentraciones y forma adecuada, se podrá desarrollar la formulación de un gel lavatrastes biodegradable con una buena estabilidad física, fundamentada en la invariabilidad de los parámetros como: apariencia, pH, viscosidad, olor y eficiencia en el lavado, además de poseer ventajas de rendimiento con respecto a productos detergentes líquidos o en polvo, favoreciendo la no contaminación del ambiente y ser ecológicamente más aceptado, así como benéfico a la salud.



5. MATERIALES

a) Material para el análisis físico-químico de las materias primas.

- Cristalería

- Matraz Erlenmeyer de 125 y 250 ml
- Matraz aforados de 100 y 1000 ml
- Matraz de yodo con tapón esmerilado de 250 ml
- Probeta graduada de 50 y 100 ml
- Vaso de precipitado de 50, 100, 250 y 1000 ml
- Pipeta graduadas de 1, 5, 10, ml
- Pipeta volumétrica de 1, 5, 10, y 25 ml
- Tubos Nessler de 50 ml
- Agitadores de vidrio
- Cajas de petri
- Bureta de 25 y 50 ml.

- Material

- Agitadores magnéticos
- Desecador
- pinzas para bureta
- pinzas para crisol
- Soporte universal
- Espátulas de acero inoxidable.



- Reactivos

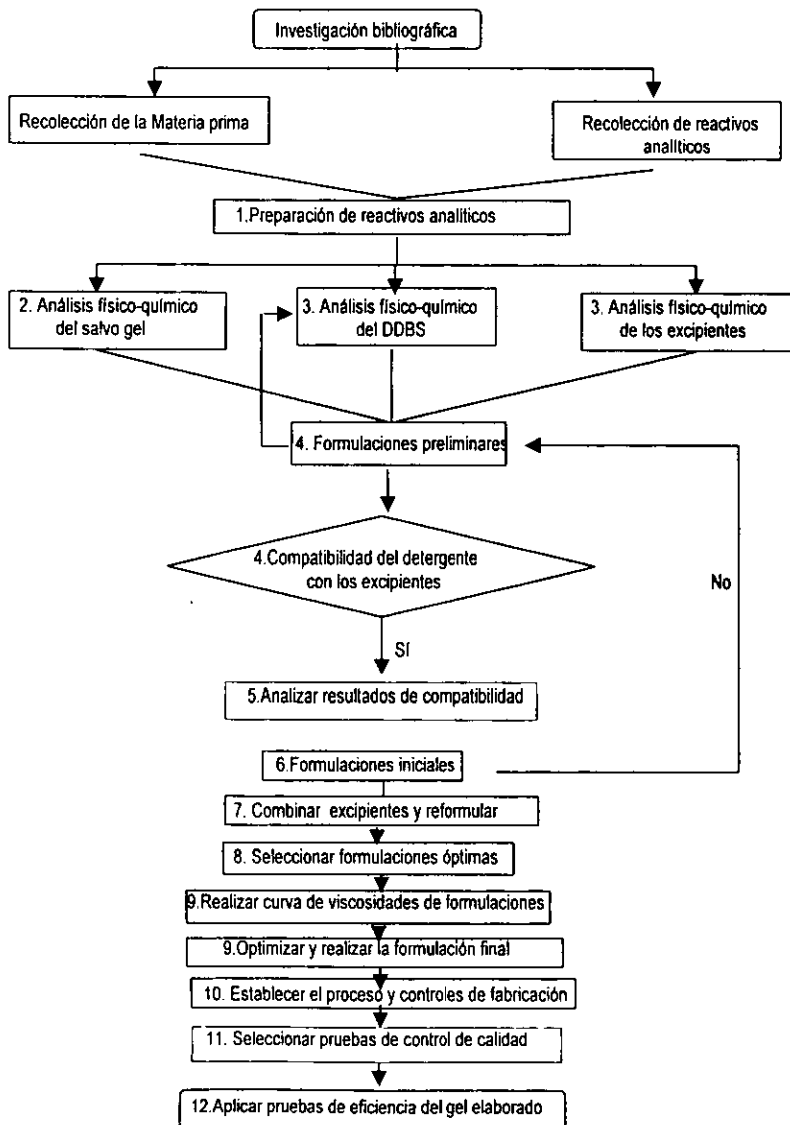
- Ácido sulfúrico (Sigma)
- Hidróxido de sodio (Sigma)
- Zephirol 0.1 N ó cloruro de benzalconio o cloruro de bencildimetilalquilamonio (Merck)
- Cloroformo (Baker)
- Azul de metileno (Sigma)
- Fenolftaleína (Backer)
- Anaranjado de metilo (Sigma)
- Azul de bromofenol (Sigma)
- Agua destilada .

- Equipo.

- Balanza analítica (Ohaus, Explorer)
- Balanza granataria (Ohaus 700)
- Estufa de secado 10 – 200°C (Riossa)
- Karl-Fisher (Mettler DL35)
- Parrilla de agitación y calentamiento (Lindberg)
- Potenciómetro (Presto Tek)
- Refractómetro (Abbe)
- Viscosímetro Brookfield, modelo "LV"

6. METODOLOGÍA

(Diagrama de flujo)





METODOLOGÍA

1. Preparar soluciones de reactivos analíticos
2. Analizar físico y químicamente el gel lavatrastes marca líder del mercado (salvo-gel).
3. Analizar físico y químicamente la siguiente Materia Prima (grado industrial):¹
 - Ácido dodecilbencensulfónico (ADBS)
 - Agua uso industrial
 - Color Verde
 - Dodecilbencensulfonato de sodio (DDBS)
 - Fragancia A (lima-limón)
 - Fragancia B (citrus)
 - Fragancia C (limón)
 - Hidróxido de sodio
 - Hidróxido de potasio
 - Hipoclorito de sodio
 - Agente gelificante 1 (hidroximetilcelulosa)
 - Agente gelificante 2 (urea)

Ver tabla III-B del concentrado de los métodos de análisis utilizados, además del anexo I de la página donde describe cada método de análisis.

Producto	MI 01	MI 02	MI 03	MI 04	MI 05	MI 06	MI 07	MI 08	MI 09	MGA 0041	MGA 0161	MGA 0251	MGA 0451	MGA 0701	MGA 0741	MGA 0751	MGA 0861	MGA 0951
Ácido dodecibencensulfónico																		
Agua																		
Color Verde																		
Color Verde No. 02																		
Dodecibencensulfonato de sodio																		
Fragancia A																		
Fragancia B																		
Fragancia C																		
Hidróxido de potasio																		
Hidróxido de sodio																		
Hipoclorito de sodio																		
Agente gelificante 1																		
Agente gelificante 2																		
Salvo-gel																		

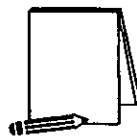
Tabla III-B. Concentrado de los Métodos de Análisis utilizados.

4. De acuerdo a información relacionada con productos lavatraztes ya existentes, llevar a cabo un estudio de compatibilidad del activo (DDBS, ADBS + KOH, ADBS + NaOH) y los posibles excipientes (neutralizante, gelificantes, color, fragancia y clarificante) de acuerdo a la tabla I, en condiciones de humedad ambiente y temperatura de $40 \pm 2^\circ\text{C}$ y $25 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 30, 60 y 90 días.

Función	Excipiente	Proporción	Activo
Neutralizante	-NaOH	1 : 3.9	ADBS
	-KOH	1 : 2.5	
Gelificante	-Agente gelificante 1	1.0 %	-DDBS -ADBS + Sosa -ADBS + potasa
	-agente gelificante 2	15.0 %	
Color	-Verde -Azul 904 + verde 02 -Verde 02	0.004%	-DDBS -ADBS + Sosa -ADBS + potasa
Fragancia	-B -A -C	0.3%	-ADBS + Sosa -ADBS + potasa -DDBS
Clarificante	-Peróxido de hidrógeno -Hipoclorito de sodio	0.003%	-ADBS + Sosa -ADBS + potasa

Tabla I. Compatibilidad activo-excipiente

5. Analizar los resultados de la compatibilidad de acuerdo al análisis físico y químico del activo para obtener las formulaciones iniciales
6. Realizar las formulaciones iniciales y colocarlas en condiciones de humedad ambiente y temperatura de $40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ y $25 \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 30 días. Tabla II de la página 42, para posteriormente evaluar fisicoquímicamente las formulaciones.
7. Realizar modificaciones si es necesario, a las formulaciones que tuvieron mejores resultados. Tabla VII página 44.
8. Seleccionar las formulaciones óptimas y colocarlas a 30 días en una estufa de calentamiento a 25 y 40°C a la par con el gel lavatrastes de marca líder, para así, obtener la formulación final y evaluarla contra la marca líder (salvo gel).
9. Hacer una curva de viscosidad de las formulaciones hechas.
10. Establecer el proceso para la fabricación del gel así como sus controles.
11. Seleccionar las pruebas de control de calidad que serán aplicadas al producto final.
12. Realizar pruebas de eficiencia en el lavado manual de trastes utilizando el producto elaborado.



7. RESULTADOS

1, 2. Se prepararon reactivos analíticos y analizó el lavatrastes en gel líder del mercado, el salvo gel.

Especificaciones	Resultados
Apariencia a 25°C	Gel verde fluorescente translúcido
pH (sol'n al 1%)	7.96
% Activo	21 %
%sólidos	25%

Cuadro 1. Resultados del análisis fisico-químico del salvo-gel.

3. A continuación se muestran los resultados del análisis fisico-químico de la materia prima.

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Líquido viscoso café claro translúcido	Cumple
pH (sol'n al 5% en agua)	3 ± 1	3
% Humedad (Karl Fisher)	2.0 máximo	1.95
% Activo	$46.0 \pm 1.0\%$	46.8
Índice de acidez mg KOH/g	170- 190	180
Gravedad específica a 25°C	1.06 aprox.	1.01

Cuadro 2. Resultados del análisis fisico-químico del Ácido dodecil bencen sulfónico. (18, 19)

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Líquido incoloro, translúcido e inodoro	Cumple
pH	6.0 ± 1.4	6.75
Sulfatos	No mayor a 250 ppm	Cumple
Cloruros	No mayor a 250 ppm	Cumple
Calcio	No mayor 250 ppm	Cumple
% Sólidos Totales	No mayor al 0.008%	Cumple

Cuadro 3. Resultados del análisis físico-químico del agua uso industrial.

Color	Apariencia: 25°C		Apariencia sol'n (0.1% agua)		pH sol'n (0.1% agua)	
	Parámetros	Resultado	Parámetros	Resultado	Parámetros	Resultado
Verde	Polvo fino color amarillo canario	cumple	Líquido verde fluorescente	cumple	6.0 - 1.5	7.1
Verde No. 02	Polvo fino color café	cumple	Líquido verde esmeralda	cumple	7.0 ± 1.0	7.6

Cuadro 4. Resultados del análisis físico y químico del Color Verde y Verde 02.

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Pasta suave de blanca a crema	Cumple
Material activo	56.0 – 60.0 %	58.0%
pH (sol'n al 1% en agua)	8.0 ± 2.0	8.0
% Sólidos totales	75 ± 5%	74.90%

Cuadro 5. Resultados del análisis físico-químico del Dodecilsulfonato de sodio (5)

Fragancia	Apariencia		Índice de Refracción		Densidad a 25°C	
	Parámetros	Resultado	Parámetros	Resultado	Parámetros	Resultado
B	Líquido amarillo translúcido	cumple	1.5 ± 0.1	1.512	1.1 ± 0.05	1.106
A	Líquido lig. Amarillo translúcido	cumple	1.4 ± 0.1	1.481	0.95 ± 0.05	0.940
C	Líquido lig. Amarillo translúcido	cumple	1.4 ± 0.1	1.467	0.84 ± 0.05	0.847

Cuadro 6. Resultados del análisis físico de fragancias utilizadas.

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Líquido incoloro translúcido	Cumple
%KOH	46.5 – 47.5%	47.02%
% K ₂ CO ₃	0.2 % máx.	0.14%
Cloruros (Cl)	0.05 ppm máx.	cumple
Hierro (Fe)	2.0 % máx.	cumple
Sulfatos (SO ₄)	30.0 ppm máx.	cumple
Densidad relativa a 30°C	1.465 – 1.477 g/ml	1.467

Cuadro 7. Resultados del análisis físico y químico del Hidróxido de potasio. (20, 21)

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Líquido ligeramente gris translúcido	Cumple
% NaOH	98 ± 1.5%	98.91%
%Na ₂ CO ₃	0.3% máx.	0.196%
pH (sol'n al 1% en agua)	12 ± 1.5	13.0

Cuadro 8. Resultados del análisis físico-químico del Hidróxido de sodio. (20)

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Líquido amarillo translúcido	Cumple
Cloro valorable	120.0 g/l mín.	141.29 g/l
Hidróxido de sodio	0.9 – 1.2 g/l mín.	5.42 g/l
Carbonato de sodio	1.5 g/l máx.	0.54 g/l
Fierro	5.0 ppm máx.	cumple
Densidad aparente	1.2 ± 3.5 g/ml	1.19 g/ml

Cuadro 9. Resultados del análisis físico y químico del Hipoclorito de sodio

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Polvo fino blanco	Cumple
pH (1.0%)	5.5 – 8.5	8.3
Índice de refracción (2%)	1.336 ± 0.5	1.30
Viscosidad 0.5%	1000 ± 20 cps	989cps

Cuadro 10. Análisis físico-químico del Agente gelificante 1.

Especificaciones		Resultados
Apariencia a 25°C	Microesferas de color blanco	Cumple
Humedad	0.40 % máx	0.18%
Alcalinidad total	0.015%	0.01%
Residuo de ignición	0.005% máx	0.005%
Densidad aparente	780 ± 20g/ml	800

Cuadro 11. Resultados del análisis físico y químico de Agente gelificante 2.

4. En base a los datos del empaque del salvo gel y la información relacionada a productos lavatrastes se obtuvieron los siguientes resultados en la compatibilidad de activo y excipientes, analizando físico-químicamente el activo a los 30, 60 y 90 días.

Estudio de Compatibilidad

Materia Prima	40 F240	425
ADBS + NaOH	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Agente gelificante 1	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Agente gelificante 2	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Color Verde	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Color Verde 02	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Fragancia A	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Fragancia B	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Fragancia C	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Peróxido de hidrógeno	Compatible	Compatible
(ADBS + NaOH) + Hipoclorito de sodio	Compatible	Compatible

Tabla IV-A. Resultados del estudio de compatibilidad del ácido dodecibencensulfónico con sosa

Materia Prima	40 ± 2°C	25 ± 2°C
ADBS + KOH	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Agente gelificante 1	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Agente gelificante 2	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Color Verde	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Color Verde 02	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Fragancia A	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Fragancia B	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Fragancia C	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Peróxido de hidrógeno	Compatible	Compatible
(ADBS + KOH) + Hipoclorito de sodio	Compatible	Compatible

Tabla IV-B. Resultados del estudio de compatibilidad del ácido dodecibencensulfónico con potasa

Materia Prima	40 ± 2 °C	25 ± 2 °C
DDBS + Agente gelificante 1	Compatible	Compatible
DDBS + Agente gelificante 2	Compatible	Compatible
DDBS + Color Verde	Compatible	Compatible
DDBS + Color Verde	Compatible	Compatible
DDBS + Fragancia A	Compatible	Compatible
DDBS + Fragancia B	Compatible	Compatible
DDBS + Fragancia C	Compatible	Compatible

Tabla IV-C. Resultados del estudio de compatibilidad del dodecibencensulfonato de sodio.

5. Los resultados obtenidos en la compatibilidad de los excipientes con el activo, no presentaron degradación o modificación de las propiedades fisico-químicas del activo, por lo que se realizaron algunas formulaciones iniciales como se muestra en la siguiente tabla:

MATERIA PRIMA	1	2	3	4	5	6
	%	%	%	%	%	%
ADBS	17.7	17.7	27.65	27.65		
NaOH			7.0	7.0		
KOH	7.0	7.0				
DDBS					34.65	35
Agente gelificante 1		1.5	1.5			20.0
Agente gelificante 2	18.0			18.0	15.0	
Verde		0.004		0.003	0.003	
Verde No. 02	0.003		0.004			0.004
Frag. A	0.30			0.30	0.30	
Frag. B		0.30	0.30			
Frag. C						0.30
Agua c.b.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g

Tabla II. Formulaciones iniciales elaboradas del gel lavatrastes.

FORMULACIÓN	FINALIDAD
1, 2	Neutralizar el ADBS con KOH, además de utilizar los agentes gelificantes.
3, 4	Neutralizar el ADBS con NaOH y gelificar.
5, 6	Utilizar el activo tal como se adquiere del proveedor y gelificar.

Tabla V. Finalidad de las formulaciones iniciales.

FORMULACIÓN	RESULTADO
1, 2	Se neutralizó el activo pero la consistencia del producto es una pasta suave
3	Hay neutralización pero no se formó el gel ya que el agente viscosante no funcionó
4	El activo se neutralizó formándose un gel ligeramente oscuro
5, 6	No se formó el gel

Tabla VI. Resultado de las formulaciones iniciales.

6. La formulación número 4 fue la única que se colocó a las temperaturas especificadas con anterioridad.

7. Al realizar las formulaciones iniciales se derivan las siguientes formulaciones: se formó un gel ligeramente obscuro por lo que en algunas formulaciones se adicionó hipoclorito de sodio y peróxido de hidrógeno para clarificar el color del gel.

MATERIA PRIMA	5	6	7	8	9
	%	%	%	%	%
ADBS	17.7	14.2	27.65	27.65	27.65
NaOH			7.0	7.0	7.0
KOH	7.0	7.0			
Agente gelificante 1		2.5			
Agente gelificante 2	16.0		13.0	15.0	15.0
Hipoclorito de sodio	0.002		0.002		
Peróxido de hidrógeno		0.002		0.002	
Verde	0.004			0.003	0.003
Verde No. 02		0.003	0.004		
Frag. A		0.30			
Frag. B			0.30		
Frag. C	0.30			0.30	0.30
Agua c.b.p.	100g	100g	100g	100g	100g

Tabla VII. Formulaciones realizadas.

FORMULACIÓN	FINALIDAD
1, 2	Neutralizar el ADBS con KOH, además de utilizar los agentes gelificantes.
7, 8, 9	Neutralizar el ADBS con NaOH y gelificar.
9	Utilizar el activo clarificado del proveedor y gelificar.

Tabla VIII. Finalidad de las formulaciones realizadas.

FORMULACIÓN	RESULTADO
5, 6	Se neutralizó el activo pero la consistencia del producto es una pasta suave
6	Hay neutralización pero no se formó el gel ya que el agente viscosante no funcionó
7, 8	El activo se neutralizó formándose un gel más claro y de mejor consistencia que la formulación 6.
9	Producto gelificado de aspecto verde translúcido, utilizando ADBS clarificado por el proveedor

Tabla IX. Resultado de las formulaciones realizadas

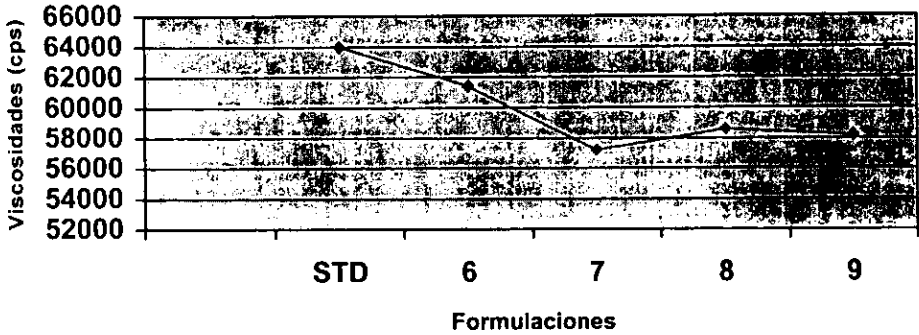
8. En base a los datos anteriores se colocaron las formulaciones 7, 8, 9 en la estufa de calentamiento a 25 y 60°C por 30 días a la par con el gel de marca líder obteniendo los siguientes resultados:

	Marca líder	7	8	9
Apariencia a 25°C	Gel verde fluorescente translúcido	Gel más viscoso con lig. separación de líquido	Gel verde fluorescente translúcido	Gel verde fluorescente translúcido
Olor a 25°C	Agradable con muy lig, aroma a amoniaco	Agradable con muy lig, aroma a amoniaco	Agradable con muy lig, aroma a amoniaco	Agradable con muy lig, aroma a amoniaco
pH (sol'n al 1%)	8.3	8.1	8.5	8.3
% Activo	20.6	20.7	22.1	22.5
Viscosidad cps	64000	57200	58600	58200
%sólidos	26.6	27.4	28.1	28.1

Tabla X. Resultado del análisis físico y químico de las formulaciones seleccionadas.

9. Con el fin de obtener un valor aproximado de viscosidades para el gel lavatrastes, ya que no existe dicho valor, se realizó la siguiente curva.

CURVA DE VISCOSIDADES DE LAS FORMULACIONES REALIZADAS

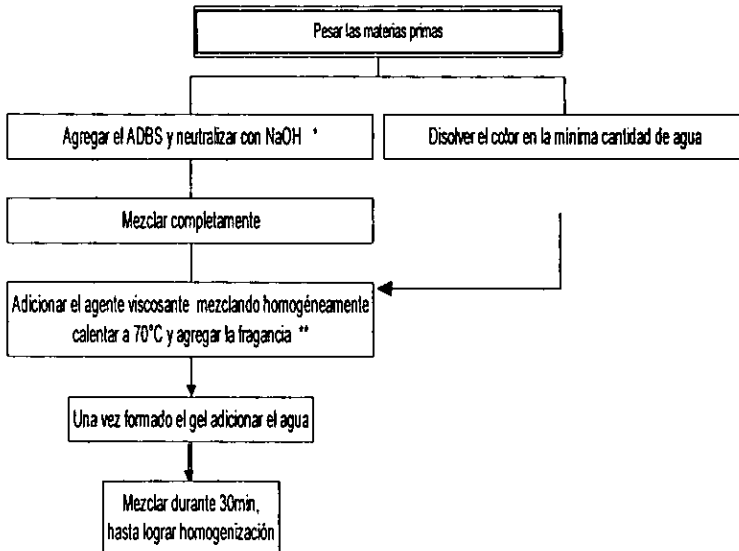


La formulación final del Gel Lavatrastes que presentó los mejores resultados es la siguiente:

<i>Materia Prima</i>	<i>%</i>
Ácido dodecilbencensulfónico	27.65
Hidróxido de sodio	7.00
Agente gelificante	15.00
Color Verde	0.003
Fragancia C	0.30
Agua cbp	100.00

10. A continuación se describe el proceso para la fabricación del gel lavatrastes, además de los puntos críticos que se deben de tomar en cuenta.

DIAGRAMA DE FLUJO Procedimiento de elaboración del Gel lavatrastes



PUNTOS CRÍTICOS:

* verificar que el pH del gel se encuentre en un rango de 6.0 - 7.7

** no calentar a más de 80° C.

Como se muestra en el diagrama anterior, una parte del proceso se lleva a cabo a una temperatura de 70°C; debido a la sensibilidad de las fragancias a mostrar degradación a temperaturas elevadas se sometieron las fragancias a éstas temperaturas.

Las fragancias A y B sufrieron descomposición al someterlas a temperatura de 70°C, no así, la fragancia C que no perdió aroma al colocarla a ésta temperatura, por lo que fue integrada ésta en la formulación final.

Fragancia	Apariencia		Índice de Refracción		Densidad a 25°C	
	Parámetros	Resultado	Parámetros	Resultado	Parámetros	Resultado
B	Líquido amarillo translúcido	cumple	1.5 ± 0.1	1.32	1.1 ± 0.05	0.980
A	Líquido lig. Amarillo translúcido	cumple	1.4 ± 0.1	1.2	0.95 ± 0.05	0.837
C	Líquido lig. Amarillo translúcido	cumple	1.4 ± 0.1	1.40	0.84 ± 0.05	0.85

Tabla XI. Resultado del análisis de las fragancias utilizadas.

11. Las pruebas de control de calidad que serán aplicadas al gel lavatrastes son:

- Apariencia a 25°C
- Olor
- Color
- PH en solución al 1%
- % Activo
- Viscosidad al 100%
- % Sólidos

8. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Al analizar la materias prima se encontraron resultados dentro de los parámetros establecidos. Confiando en algunos de los análisis reportados en los certificados de calidad de los proveedores, que no fueron llevados a cabo por falta de equipo y reactivos.

Existe en el mercado un gel lavatrastes "salvo gel" elaborado por la empresa Colgate Palmolive, el cual sirvió como estándar para seleccionar el posible activo así como los excipientes requeridos para el presente estudio.

Los excipientes seleccionados son compatibles entre sí de acuerdo a los datos obtenidos, pero la consistencia del producto lavatrastes no fue la esperada en alguna de las formulaciones, ya que el gel formado poseía una viscosidad demasiado baja, además de presentar aroma a amoníaco después de colocarlo a temperaturas superiores de la ambiente por 30 días.

Con el fin de clarificar el gel lavatrastes, ya que éste presentaba un color oscuro debido al color característico del ADBS, se utilizó peróxido de hidrógeno e hipoclorito de sodio, afectando éste último al pH final en la formulación y desarrollándose un aroma a amoníaco. Debido a esto se comentó al proveedor de la materia prima, la posible solución por parte del productor del ADBS, en respuesta se presentó un ADBS de aspecto café muy claro por lo que en la formulación final se sustituyó el utilizado.

9. CONCLUSIONES

Con base en los resultados obtenidos durante el presente estudio se puede concluir lo siguiente:

1. El activo ácido dodecilbencensulfónico neutralizado con hidróxido de sodio cumple con las especificaciones necesarias para elaborar un gel lavatrastes.
2. Los excipientes utilizados en la formulación son compatibles en las condiciones establecidas con anterioridad.
3. La formulación final del producto elaborado cumple con los requisitos para ser utilizado como lavatrastes en gel, en comparación con el producto líder del mercado.

10. SUGERENCIAS

1. Realizar el estudio de estabilidad para la formulación elaborada del gel lavatrastes y así poder escalar la producción en grandes cantidades.
2. Realizar un procedimiento sin calentamiento para la elaboración del producto, con el fin de evitar la descomposición de la agente gelificante y formación de aroma amoniacal.
3. Llevar a cabo el estudio de biodegradabilidad y de mercado del gel lavatrastes.

ANEXO I

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA MATERIA PRIMA Y PRODUCTO TERMINADO
UTILIZADOS EN LA ELABORACIÓN DEL GEL LAVATRASSES.

Clave	Método de Análisis
*MI 01	Apariencia
MI 02	% Activo (Detergentes)
MI 03	% Sólidos
MI 04	Alcalinidad total
MI 05	Densidad aparente
MI 06	% KOH
MI 07	Color
MI 08	% Cloro libre
MI 09	Alcalinidad total de cloro
**MGA 0001	Índice de acidez
MGA 0041	Agua por Karl-Fisher
MGA 0161	Cloruros
MGA 0251	Densidad relativa
MGA 0451	Fierro
MGA 0701	pH
MGA 0741	Índice de refracción
MGA 0751	Residuo de la ignición
MGA 0861	Sulfatos
MGA 0951	Viscosidad

Tabla III-A. Clave de los métodos de análisis utilizados

*Método interno

** (15)

Apariencia (MI 01)

- Colocar 50 ml de muestra en un vaso de precipitado de 100 ml
- Observar la muestra a través de un fondo blanco y otro negro.

% Activo (MI 02)

- Disolver en 25ml de agua destilada 500 mg de muestra en un matraz de yodo, calentar si es necesario (pequeñas cantidades de una mezcla acetona-agua 1:10 pueden usarse para eliminar la espuma)
- Agregar 25 ml de solución de azul de metileno y 15 ml de cloroformo, tapan el matraz y agitar vigorosamente
- Estandarizar con Zephirol 0.1N SV^1 , cada vez que se agregue éste reactivo agitar vigorosamente y dejar reposar la muestra por 30 segundos
- El punto final de la titulación es cuando las dos capas de solución presentan la misma intensidad (azul pergasol). (5)

% Sólidos Totales (MI 03)

- Pesar 5g de muestra en una tapa o base de una caja de petri de 50ml previamente tarada con las condiciones de trabajo.
- Evaporar a sequedad la muestra en una estufa de secado a 105°C durante dos horas
- Pesar en una balanza analítica antes y después de la evaporación.

¹ SV: solución valorada

Alcalinidad total (MI 04)

- En un matraz erlenmeyer de 125 ml agregar 25 ml de agua destilada con dos gotas de fenolftaleína
- Añadir 5 ml de muestra con una pipeta volumétrica y mezclar
- Estandarizar con HCl 0.1 N sv¹.

Densidad Aparente (MI 05)

- En una probeta de 50 ml agregar 25g de muestra y medir el volumen que ocupa
- Introducir la probeta en un arillo de metal forrado con tela acolchonada y atornillado a una altura de 15cm de la base de un soporte universal, agitar la probeta con movimientos ascendentes y descendentes golpeando la base de ésta con el arillo forrado por 5 minutos
- Leer el volumen final que ocupa la muestra dentro de la probeta.

% KOH (MI 06)

- En un matraz erlenmeyer de 125 ml agregar 25 ml de etanol con dos gotas de fenolftaleína
- Añadir 5 ml de muestra medidos con una pipeta volumétrica y mezclar
- Estandarizar con HCl 0.1 N sv

Color (MI 07)

- Preparar la muestra a la concentración requerida, utilizando material volumétrico
- Preparar a la par un estándar a la misma concentración de la muestra
- Transferir la muestra y el estándar a un tubo Nessler de 50 ml respectivamente
- Observar utilizando un fondo oscuro y otro blanco.

% Cloro libre (MI 08)

- Agregar 1 ml de muestra en un matraz erlenmeyer de 250 ml y agregar 50 ml de agua destilada
- Adicionar 5 ml de ácido sulfúrico al 10% y 5 ml de yoduro de potasio al 20%
- Agitar y titular con tiosulfato de sodio al 0.1 N sv.

Alcalinidad Total de Cloro (MI 09)

- Agregar 5 ml de muestra en un matraz erlenmeyer de 250 ml y agregar 50 ml de agua destilada
- Adicionar 3 – 5 ml de peróxido de hidrógeno al 20% hasta que no produzca burbujas al agitar
- Colocar 2 gotas de fenolftaleína y valorar con HCl 0.1 N sv
- Agitar y titular con tiosulfato de sodio al 0.1 N sv.

Índice de Acidez. (MGA 0001)

- Disolver 5g de muestra en un matraz de tapón esmerilado de 250ml, en 25 ml de una mezcla de volúmenes iguales de etanol-éter neutralizada a la fenoltaleína
- Agregar 1 ml de solución indicadora de fenoltaleína y valorar con solución 0.1N de hidróxido de potasio SV hasta que después de la adición, la solución permanezca ligeramente rosa durante 30 segundos de agitación.

Agua por Karl- Fisher (MGA 0041)

- Colocar en el vaso de titulación 25 ml de metanol y suficiente reactivo de Karl-Fisher para neutralizar el agua que pudiera contener el metanol, adicionar rápidamente alrededor de 150mg de tartrato de sodio deshidratado pesado exactamente y valorar hasta el punto final
- Rápidamente agregar al mismo vaso una porción de la muestra exactamente pesada o medida que contenga entre 10 a 100mg de agua, agitar vigorosamente y titular con el reactivo de Karl-Fisher. Realizar los cálculos pertinentes. Realizar esto por triplicado.

Cloruros (MGA 0161)

- Preparar una solución de control que contiene la cantidad específica de cloruros
- Hacer una solución con la muestra a la concentración requerida
- Trasvasar las soluciones en tubos Nessler de 50 ml y agregar 5 gotas de ácido nítrico y 1 ml de nitrato de plata SR respectivamente, llevar al aforo con agua destilada y mezclar
- Dejar reposar durante cinco minutos, protegidos de la luz. Observar y comparar. La turbidez producida por la sustancia por ensayar no será mayor que la del control de referencia.

**ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA**

Densidad Relativa (MGA0251)

Calibración del picnómetro:

- Ensamblar y pesar el picnómetro vacío y seco en una balanza analítica, registrando el peso en gramos, hasta la cuarta cifra decimal. Retirar la tapa del tubo capilar y el tapón esmerilado con el termómetro
- Llenar el picnómetro con agua destilada recientemente hervida y enfriar a 20°C. Colocar el tapón esmerilado con el termómetro adaptado cuidadosamente y dejar que el exceso de agua salga por el tubo capilar
- Verificar que no haya burbujas en el interior del cuerpo y capilar, colocar el picnómetro lleno y ensamblado, pero sin tapa, en un baño a 25°C. El nivel del agua del baño, quedará arriba de la marca de graduación del picnómetro
- Al llevar a la temperatura exacta de 25°C, ajustar el volumen del tubo capilar, de tal manera que le menisco del líquido quede tangente al aforo. Secar muy bien el exterior y boca del capilar. Colocar la tapa ajustándola bien
- Sacar el picnómetro y secarlo escrupulosamente por todo el exterior con papel absorbente, hasta que no queden gotas ni rastro de humedad, tener especial cuidado con la base del ramal u en la comisura de la junta del tapón esmerilado con el cuello del cuerpo
- Registrar el peso hasta la cuarta cifra decimal.

Procedimiento:

- Proceder como se indica en la calibración, sustituyendo el agua por la muestra y calcular el peso de la muestra.

Fierro (MGA 0451)

Método A

- Usar la solución preparada como se indica en la prueba para fierro en la monografía individual, o disolver y diluir con agua hasta 45 ml en un tubo Nessler, la cantidad en g, de la muestra en análisis, calculada con la fórmula $1.0/(1000 L)$, en donde L es el límite de fierro en por ciento para la muestra en análisis, agregar 2 ml de ácido clorhídrico y mezclar.
- Agregar a cada uno de los tubos de muestra y de referencia 50 mg de cristales de persulfato de amonio, 3 ml de solución de tiocianato de amonio y mezclar: el color desarrollado en la solución de la muestra no es más intenso que el desarrollado en la solución de referencia.

pH (MGA 0701)

- Ajustar la muestra a la temperatura especificada en un baño María y calibrar y ajustar el aparato, lavar los electrodos y recipientes varias veces con agua destilada, dejando que los electrodos escurran y secar estos con papel absorbente
- Ajustar la temperatura con el control, a la que tiñe la solución de prueba. Enjuagar los electrodos y el recipiente con la solución prueba
- Llenar la celda con esta solución y efectuar la determinación de pH. Repetir el procedimiento con una segunda muestra. La diferencia no deberá ser mayor a 0.05 .

Índice de Refracción (MGA 0741)

- Ajustar la temperatura del aparato y de la muestra según se requiera, depositar una gota de la muestra concentrada sobre la superficie del prisma de medición, evitar que se formen burbujas cerrar y obtener un mínimo de 3 lecturas por muestra, calcular el promedio.

Residuo de Ignición (MGA 0751)

- Pesar exactamente de 1 a 2 gramos de muestra del producto en prueba, o la cantidad que se indique en la monografía específica correspondiente. Transferir a un crisol previamente llevando a peso constante en la mufla. Con mechero de gas calentar el crisol, al principio suavemente y luego cada vez con mayor intensidad, hasta lograr la combustión total de la muestra, esta operación debe efectuarse en campana para gases.
- Enfriar, y a menos que se indica otra cosa en la monografía específica del producto, humedecer el residuo con 1 ml de ácido sulfúrico concentrado. Calentar suavemente hasta lograr el desprendimiento de vapores blancos y luego con más intensidad, cuidando que no haya proyecciones del material al exterior del crisol, una vez que cese el desprendimiento de vapores blancos, calentar 5 minutos más.
- Trasladar el crisol a la mufla y calcinar a 800°C 25. Enfriar en un desecador, pesar y calcular el porcentaje de residuo. Si la cantidad de residuo así obtenido, excede del límite especificado en la monografía respectiva, volver a humedecer el residuo con 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, calentar con precaución e incinerar a 800 25° C. Repetir esta operación hasta peso constante.

BIBLIOGRAFÍA

1. Austin G. T., **Procesos Químicos en la Industria**, Ed. Mc. Graw Hill, 5ª edición; México; 1995.
2. D. L. Pavia, G. M. Lampman. **Introduction to organic Laboratory Techniques**, Ed. W. B. Saunders Company. U.S.A. 1976, pág. 113 –118.
3. McCoy Michael; Soaps & Detergents, **Chemical & Engineering News**, 78(2000)4, pág. 37-52.
4. Markers Plan New Detergent Formulas, **Chemical & Engineering News**, 48 (1970)18, pág. 18.
5. Henkel Mexicana, Métodos de análisis, Control de Calidad.
6. The Merck Index, 10ª edición, Ed. Rahway, New Jersey, Merck Co. Inc., 1983.
7. Llieberman, A., Rieger, M. And Banker, G., **“Pharmaceutical dosage forms. Disperse Systems”**, Vol. 2, Marcel Dekker, Inc., p. 298, 320,335, 353, 367, 495-508, 668-670, New York, 1989.
8. Morawetz, H., ed., **“Macromolecules in Solution”**, 2ª Ed., Willey, p. 78, New York, 1975.
9. Mannheim, P., **Soap, Perfum. Cosmet.**, 37:442 (1964).

10. Fox, C., **Cosmet. Toilet.**, 99(11):19 (1984).
11. Meer, G., **Cosmet. Toilet.**, 99(6): 61(1984).
12. Nutimer, M. N., Riffkin, C., et all, **J. Am. Parm. Assoc., Sci. Ed.**, 45:212 (1956).
13. Marcus, A. D., Wetstein, E., and Ruderman, M., **J. Am. Pharm. Assoc., Pract. Pharm. Ed.**, 17: 453 1956.
14. Christopher, T. And Banker, G., **Modern Pharmaceutics, Drug and the Pharmaceutical Sciences**, Vol. 40, 2ª. Ed., Marcel Dekker, Inc., p. 229, 269, 299, 302, 319-321, 332-335, 349-350, 748-749, U. S. A. 1990.
15. **Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos**, 7ª Ed., México 1998.
16. Morrison, J. C. And Stepphens, J. S., **Am. Perfum. Cosmet.**, 82(11): 53(1967).
17. Korbar-Smid, J. And Bozic, M., **Cosmet. Toilet.**, 93(6): 33(1978).
18. Proveedor 1, Certificado de Análisis, Laboratorio de Control de Calidad.
19. Proveedor 2, Certificado de Análisis, Laboratorio de Control de Calidad.
20. Proveedor 3, Certificado de Análisis, Laboratorio de Control de Calidad.
21. American Society for testing and Materials. Annual book of standards 1994. **ASTM Standard**, Método D1125-91.
22. American Society for testing and Materials. Annual book of standards 1994. **ASTM Standard**, Método D891.
23. American Society for testing and Materials. Annual book of standards 1994. **ASTM Standard**, Método E301.

24. Harold A. Wittcoff and Bryan G. R., *Productos Químicos Orgánicos Industriales*, Vol 2, Editorial Limusa, México, 1995. pág. 207-236.
25. Remington, *Farmacología*, tomo 1, 17ª edición, editorial Panamericana, Argentina, 1990. pág. 410-421, 469-474.
26. Müller P.M. and Lamparsky D., *Perfumes, Art, Science and Technology*, Editorial Elsevier Science Publisher LTD, U. S. A. 1991. pág. 201-205.
27. Günter Jakobi and Alberecht Löhr; *Detergents and Textile Washing*, Editorial VCH Publishers, Germany, 1987. pág. 100-119, 161-165.