

DISEÑO, DESARROLLO Y FORMULACIÓN DE JABÓN LÍQUIDO BIODEGRADABLE PARA EL LAVADO DE VAJILLAS

María Ximena Mendoza Zapata¹ | Julianna Salazar Orozco¹ | Anuar Duván Borja Machado¹ | Richard Hernando Leguizamo Mesa^{1 2}

¹Programa química farmacéutica, facultad de ciencias y biotecnología, Universidad CES, Medellín, Colombia.

²Centro de la ciencia y la investigación farmacéutica -CECIF-.

Correspondencia

María Ximena Mendoza Zapata, Programa química farmacéutica, facultad de ciencias y biotecnología, Universidad CES, Medellín, Colombia.

Email: mendozaz.maria@uces.edu.co

Richard Hernando Leguizamo Mesa, Centro de la ciencia y la investigación farmacéutica -CECIF-, Medellín, Colombia.

Email: dproductoscecif@ces.edu.co

Resumen

Con el objetivo de contribuir a la disminución de la contaminación, se desarrolla una iniciativa empresarial centrada en la reformulación de un jabón líquido lavavajillas. Esto se logra mediante el uso del método científico y la incorporación de materias primas naturales y/o biodegradables, en donde la creación y diseño de estrategias estén orientadas a la conservación del entorno. La contaminación causada por los detergentes lavavajillas se origina principalmente por los diversos tipos de tensoactivos presentes en las formulaciones. Su acumulación en las fuentes hídricas ha aumentado, convirtiéndose en una fuente significativa de contaminación ambiental. Por medio de diseños experimentales, se determinó la mejor formulación, teniendo en cuenta diversos parámetros de calidad evaluados, como la inspección visual, prueba de viscosidad, centrifugación, pre-estabilidad acelerada, entre otras pruebas; tras el escalamiento piloto, se determinó la formulación ideal del producto. La formulación AOS se destacó al presentar un menor porcentaje de degradación de viscosidad, color y apariencia. Además, demostró una buena capacidad de lavado en comparación con la referencia y generó menos espuma.

Palabras Clave

Biodegradable, reformulación, lavavajillas, estabilidad, método científico, diseño experimental.

INTRODUCCIÓN

Una de las principales fuentes de contaminación química es la producción y el consumo de detergentes (Mousavi & Khodadoost, 2019; Nhat Do et al., 2019). Los cuales son utilizados mundialmente tanto a nivel industrial como doméstico (Abd-Allah & Srorr, 2012), y que, están compuestos por diferentes agentes químicos necesarios para llevar a cabo el proceso de detergencia, los cuales a medida que se descartan generan contaminación a los ecosistemas.

Algunos de los diferentes efectos que traen consigo los detergentes sobre los ecosistemas naturales es la eutrofización, que es el crecimiento excesivo de las algas producto de la presencia de altas concentraciones de fosfato, así como la disminución de la transmisión de oxígeno y luz en el agua, debido a que los detergentes por su constitución química disminuyen la tensión superficial de esta, restándole su capacidad de oxigenación, y asimismo, alterando la calidad del agua dulce, el pH, la salinidad de los cuerpos receptores y afecta consigo la flora y la fauna del suelo y de los organismos acuáticos (Mousavi & Khodadoost, 2019; Pérez & P, 2010).

Uno de los detergentes que participa en la contaminación ambiental son los jabones lavavajillas, los cuales en la mayoría de los casos no son biodegradables y, contienen en su formulación diferentes materias primas que generan un impacto ambiental negativo (Mousavi & Khodadoost, 2019).

La contaminación causada por los detergentes lavavajillas se origina principalmente por los diferentes tipos de tensoactivos que pueden estar presentes en las formulaciones ya que son el agente químico utilizado en mayor concentración al ser los encargados de llevar a cabo el proceso de limpieza de superficies (Cain, 1994). Los primeros y principales agentes tensoactivos fueron aniónicos, de los cuales estuvieron presentes en los detergentes el alquilbenceno sulfonato y el alquil aril sulfonato, también conocidos como ABS que hicieron su primera aparición en la década de 1950. Estas sustancias activas de superficie tuvieron múltiples problemas en los Estados Unidos y en Europa debido a su difícil degradación por su acción biológica (Pérez & P, 2010).

Según la literatura, la estabilidad a largo plazo de las sustancias no biodegradables en la composición de los detergentes crea espuma en el medio ambiente que se expande en los recursos hídricos y eólicos (Jovanić et al., 2021). Debido a esto, en 1965 los fabricantes americanos disminuyeron la producción de ABS atribuyéndole los problemas causados a su estructura molecular, evitando consigo el uso de detergentes sintéticos con cadena ramificada y comenzaron la fabricación del alquil benceno sulfonato de cadena lineal también conocido por sus siglas en inglés LAS como una abreviatura de "linear alkylate sulfonates", el cual se utilizó como una alternativa al ABS (Pérez & P, 2010).

El alquil benceno sulfonato de cadena lineal (LAS) es entonces un tensoactivo aniónico biodegradable que posee una degradabilidad del 97% al 99% y a su vez, su mecanismo de separación implica la degradación directa de los grupos alquilo, sulfonato y, por último, el anillo de benceno. Sin embargo, aun cuando el LAS es más biodegradable que el ABS, presenta cuatro veces una mayor toxicidad, la cual

aumenta con la longitud de la cadena lineal en la interacción de ciertos isómeros. Razón por la cual, algunos investigadores están produciendo una tercera generación de detergentes llamados Alfa olefín sulfonatos (AOS) los cuales se degradan rápida y completamente teniendo buenas propiedades de detergencia, solubilidad y estabilidad para las aguas claras, ácidas y alcalinas; además no son higroscópicas (Mousavi & Khodadoost, 2019; Pérez & P, 2010).

Es debido a la necesidad de ayudar a mitigar y a reducir el impacto que generan a nivel ambiental estos productos de limpieza que surgió el objetivo de esta investigación, el cual estuvo basado en el desarrollo de una idea empresarial, en la cual se dio el diseño, desarrollo y reformulación de un detergente líquido biodegradable para el lavado de vajillas que aseguró estándares de alta calidad en el producto final, evaluando cambios en los procesos y operaciones unitarias que pudieron llegar a estar involucrados en el transcurso de fabricación. Todo sustentado por medio de pruebas de estabilidad, pH, viscosidad, colorimetría, y capacidad de lavado; las cuales aseguren que la formulación está a la altura del producto inicial.

MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales

En este estudio se utilizaron componentes secundarios en la formulación del jabón líquido lavavajillas biodegradable como solubilizantes, protectores de piel, humectantes, secuestrantes, conservantes, antioxidantes, aceites esenciales hidrosolubles, colorantes y componentes primarios los cuales son tensoactivo aniónico No.1, tensoactivo aniónico No.2, tensoactivo no iónico No.1, gelificante, etanol y agua desionizada siendo estos los materiales con mayor uso dentro de los diseños experimentales ejecutados en la planta piloto del CECIF.

Diseños experimentales

En esta investigación se utilizó el método científico, además de la formulación, análisis y modificación de las hipótesis en el producto (Castán, 2014). Por consiguiente, se implementaron diseños factoriales, los cuales se enfocan en la modificación tanto de factores como de niveles en la formulación (Melo et al., 2020). Estos se evaluaron en conjunto con parámetros de calidad, la estabilidad y la calidad del producto.

PRIMERA ETAPA. Diseño factorial 2³

Este diseño se realizó con una matriz que fue diseñada en el software ofimático Excel 2019 que contenía ocho experimentos, donde se seleccionaron dos niveles, además de cinco factores obtenidos al ejecutar una lluvia de ideas basada en formulaciones anteriores; donde se seleccionaban y evaluaban los factores que influían directamente en la formulación, de estos cinco factores se eligieron los tres más propicios para ser ejecutados en los procedimientos y en el diseño factorial. Estos factores son los tensoactivos y el gelificante que se agregaron después a una fórmula base diseñada con el método científico.

Se muestra a continuación una tabla que ejemplifica las formulaciones realizadas en la planta piloto del CECIF, en esta se detallan los diferentes materiales y concentraciones utilizadas.

Tabla 1. *Fórmula modelo de Diseños factoriales ejecutados en el laboratorio.*

Materias primas	Concentraciones
Tensoactivo aniónico No. 1	15%
Tensoactivo aniónico No. 2	12%
Gelificante	1,5%
Solubilizante	2,5%
Secuestrante	0,5%
Conservante	1%
Aceites esenciales	0,7%
Protector de piel	5%
Colorante	0,05%
Agua desionizada	A volumen

Parámetros de calidad evaluados en el Diseño factorial 2³

Se evaluaron algunos parámetros en la fórmula para los compuestos, en donde se ejecutaba una prueba de inspección visual, viscosidad, centrifugación y pre-estabilidad acelerada. De igual manera se realizó pruebas de solubilidad sobre las materias primas en donde un surfactante de alto interés fue sometido a diferentes pruebas de disolución con etanol, agua, agua a 60°C y con otros tensoactivos.

SEGUNDA ETAPA. Diseño factorial fraccionado 3⁵(5-2)

Se escogieron las mejores formulaciones y compuestos del diseño factorial, a partir de esto se implementó una matriz, este diseño presento tres niveles y cinco factores los cuales se utilizaron para hacer 27 ensayos, que posteriormente fueron llevados a pruebas de pre-estabilidad acelerada. Las matrices de este diseño fueron diseñadas

en el software ofimático Excel 2019, donde se determinaron cinco factores los cuales fueron, concentración del gelificante, secuencia de adicción del gelificante, forma de preparación/ adicción del gelificante, surfactante y esencias, ver tabla 4.

Con respecto a los cinco factores del Diseño factorial fraccionado:

En la concentración del gelificante después de comparar las muestras con una muestra comercial, se decidió incrementar la viscosidad del producto con el fin de general un mayor atractivo visual que no se viera afectado con respecto al tiempo; por esto se eligieron tres concentraciones diferentes del gelificante hidroxietilcelulosa (HEC), con el que se evaluaron los tres niveles a partir de nueve ensayos cada uno.

Para evaluar la secuencia de adicción se ejecutó una matriz de optimización usando el software Excel 2019 donde con el gelificante se buscó evidenciar la mejor secuencia de adicción, donde se tenía un nivel (+) después del solubilizante, (0) después del conservante y, (-) después de esencias. Se evaluó la forma de preparación o adicción del gelificante a partir de, (+) adicción directa, (0) forma preparada y separada (gelificante + agua) y, (-) forma preparada y separada (gelificante + agua 50% y alcohol 50%); en el nivel (+) se agregó el gelificante directamente al ensayo, en el nivel (0) se agregó el gelificante a un recipiente con agua previamente caliente a 60°C y, en el nivel (-) se agregó el gelificante a un recipiente con 50% de agua y 50% de alcohol previamente caliente a 60°C.

Se eligieron tres niveles de tensoactivos para la matriz, los cuales fueron (+) Tensoactivo A - Tensoactivo B, (0) Tensoactivo A y, (-) Tensoactivo B; a cada tensoactivo se evaluó su desempeño con respecto a la interacción con las demás materias primas del procedimiento, esta evaluación se realizó a través de inspección visual.

Se eligieron tres niveles de esencias para la matriz, los cuales fueron (+) Coco - Menta, (0) Coco – Limón y, (-) Coco – Hierbabuena; se evaluó la fragancia a partir de cambios en las concentraciones de las esencias, para encontrar la más agradable en el diseño.

Parámetros de calidad evaluados en el Diseño factorial $3^{(5-2)}$

Se evaluaron algunos parámetros de calidad en la fórmula en donde se realizó una prueba de inspección visual, viscosidad, centrifugación y pre-estabilidad acelerada.

TERCERA ETAPA. Diseño factorial 2³.

Se elaboró un nuevo diseño factorial, en donde la primera fórmula contenía tensoactivo aniónico No. 1 y la segunda fórmula tensoactivo aniónico No. 2, junto con sus respectivos componentes secundarios.

Parámetros de calidad

En los parámetros de calidad se realizaron estudios de pre-estabilidad acelerada que aseguraron estándares óptimos para la producción del producto, a partir de los cuales se estimó si los componentes del jabón lavavajillas conservaban sus parámetros de calidad siendo sometidos a elevados porcentajes de humedad y altas temperaturas que oscilan alrededor de 60°C. Asimismo se tuvo en cuenta una serie de criterios necesarios para la evaluación de los parámetros de calidad del jabón lavavajillas tales como el pH, viscosidad, estabilidad de la solución, precipitación en la solución, solubilidad, entre otros.

Evaluación de la efectividad de la concentración de gelificante

Se evaluó la viscosidad de las muestras a partir del equipo viscosímetro rotatorio; se determinó el parámetro aceptado de 1600 cP aproximadamente; después de ser llevadas las muestras a la incubadora por 60°C, se realizaron mediciones de viscosidad en las muestras a tiempo 0 (0 días), tiempo 1 (8 días) y tiempo 2 (15 días), en donde se verificaba que estas se encontraran dentro de los rangos establecidos.

Inspección visual de las muestras

En la apariencia de la muestra se realizó inspección visual donde se evaluó en cada una de las muestras el grado de translucidez, a partir de inspeccionar la presencia de turbidez, precipitación, separación y presencia de grumos en los ensayos. Se realizó una evaluación cuantitativa con la ayuda del Software ofimático Excel 2019, en donde se evaluó de 0 a 2 la presencia de estos defectos en la muestra como:

0 - precipitación y turbidez.

1 - no hay precipitación, pero hay turbidez.

2 - sin precipitación ni turbidez.

Prueba de centrifugación

En la prueba de centrifugación se evaluó la precipitación y separación de las muestras, se ingresaron las muestras en tubos de centrifuga en donde posteriormente fueron dispuestos en la centrifuga, la cual se programó un tiempo de 20 min a una velocidad de 2000 RPM.

DISEÑO PILOTO

Con las fórmulas ya determinadas, se procedió a la realización de dos lotes pilotos de laboratorio para cada una de las fórmulas, en donde la primera fórmula contenía Alfa Olefín Sulfonato de Sodio, mientras la segunda fórmula contenía Amisoft cs 22, y como componentes secundarios, presentaban los mismos a iguales concentraciones.

Parámetros de calidad

A cada lote de la producción se le realizaron sus correspondientes pruebas de calidad como pH, viscosidad, prueba colorimétrica, prueba de lavado, prueba de espuma y estudio de estabilidad acelerada siendo sometidos a una temperatura de 40 °C; con la finalidad de evaluar la degradación y estabilidad del producto con respecto al tiempo.

Producción de lotes piloto

En la etapa final se comenzó con la producción de lotes piloto, en donde en 4 lotes se estableció tiempos desde 0 hasta 8 semanas para realizar pruebas de calidad cada 15 días (tabla 8). En el tiempo 0 se utilizó 6 frascos para realizar pruebas de inspección visual, viscosidad, pH, colorimétrica, lavado y de espuma; mientras que en el tiempo 1, 2 y 3 se evaluó viscosidad, pH y color de los cuatro lotes; en el tiempo 4 se ejecutaron pruebas iguales a las del tiempo 0, con un total de 24 frascos para cada lote.

Prueba de inspección visual

Esta prueba se realizó a partir de una evaluación organoléptica a partir de una interpretación visual en la que se evaluó la ausencia de opacidad, turbidez o evidencia de separación de fases.

Prueba de viscosidad

Se evaluó la viscosidad de las muestras a partir del equipo viscosímetro rotatorio.

Prueba de pH

En esta prueba se utilizó el instrumento pHmetro, donde se ejecutó la calibración al instrumento con tres soluciones de referencia de pH a 4, 7 y 10; seguido se registró el pH de los lotes con sus respectivas temperaturas (22,38 °C en promedio).

Prueba colorimétrica

En esta prueba se utilizó el instrumento colorímetro, el cual establece los valores de color y a partir del cual se pudo determinar la diferencia total del color de los ensayos o el delta de E (ΔE) (Konica Minolta, s. f.; Palacios-Ochoa et al., 2021).

Prueba de espuma

Se preparó una solución jabón lavavajillas - agua desionizada (10:100) de cada una de las formulaciones, es decir para la formulación del tensoactivo No. 1, del tensoactivo No. 2 y para la del jabón de referencia. Se agregó 20 ml a tres probetas, se agitó manualmente de forma vigorosa durante 30 segundos y se evaluó la formación de espuma por parte de cada lote.

Prueba de lavado

A partir del uso de filtros de tela, aceite de oliva virgen, agua desionizada y etanol - éter se calculó el porcentaje de extracción de aceite, con lo que se determinó la capacidad de lavado de cada lote (Altmajer Vaz, 2004).

Estudios de estabilidad

Se ejecutaron estudios de estabilidad acelerada que determinaron en conjunto con los parámetros de calidad la conservación de los estándares de alta calidad en la formulación final del producto.

Este estudio se realizó en la incubadora, donde se dispuso de todas las muestras procedentes de la producción de los lotes piloto. Estas muestras se dispusieron para la elaboración de las pruebas de los parámetros de calidad con el fin de evaluar la degradación y vida útil del producto con respecto al tiempo a partir del método Q10; las muestras se dejaron en la incubadora por 2 meses es decir por 5 tiempos, que iban desde el tiempo 0 al 4, en donde se realizaron evaluaciones de los parámetros cada 15 días (Paternina-Sierra et al., 2018).

Análisis estadístico

El cálculo de vida útil del producto se realizó a partir del software Excel 2019 y el programa estadístico STATgraphics 19, donde se efectuó este cálculo a partir del método Q10 que, estimó un Q4, dándonos resultados aproximados a la fecha de degradabilidad del producto y arrojándonos una gráfica de esta vida útil.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las diferentes formulaciones que se llevaron a cabo durante las experimentaciones tuvieron como finalidad determinar la mejor formulación junto con el procedimiento idóneo que permitiese generar un jabón líquido lavavajillas biodegradable hecho a base de materias primas naturales y/o biodegradables.

PRIMERA ETAPA. Diseño factorial 2³

La matriz resultante para la elaboración de experimentos en el diseño factorial de la primera etapa se evidencia en la tabla 2 que, trabajo de la mano con la fórmula base establecida para esta etapa (tabla 3).

Tabla 2. Matriz para diseño de factores y niveles en diseño factorial 2³.

FACTOR	NIVELES	
	+	-
SURFACTANTE 1	Tensoactivo D	Tensoactivo A
SURFACTANTE 2	Tensoactivo C	Tensoactivo B
GELIFICANTE	Gelificante A	Gelificante B (HEC)

Tabla 3. Fórmula base del diseño factorial 2³.

FUNCIÓN DE LA MATERIA PRIMA	CONCENTRACIÓN (%)
Solubilizante	2,5
Secuestrante	0,5
Conservante	1,0
Esencia	0,7
Protector de piel	5,0
Color	0,05

A partir de las interacciones obtenidas entre las materias primas en esta etapa y con base a la tabla 3, se obtuvo una base definitiva con la cual trabajar y en la que, en los siguientes diseños sólo se realizaron cambios netamente importantes y cruciales con respecto a la obtención del producto final sin precipitados ni separación de fases.

SEGUNDA ETAPA. Diseño factorial fraccionado 3⁵⁻²

La segunda etapa de los diseños de experimentos se denominó como “screening factorial fraccionado 3⁵⁻²”, dado que a partir de este diseño pudimos obtener una visión más amplia de las diferentes interacciones que se presentaron al interior de la formulación y entre las diferentes materias primas, lo cual con posterioridad nos permitió establecer un diseño final (tercera etapa).

En este diseño “screening” se evaluaron diferentes niveles a los que se podrían someter algunas materias primas, ver tabla 4, así como algunos de los pasos a seguir para la preparación del producto final y con el que los experimentos, variables y resultados fueron más extensos. La nueva matriz brindó nueva información con respecto a niveles superiores, intermedios e inferiores, los cuales no se tuvieron en cuenta antes y lo que posteriormente ayudó con la obtención de resultados de mayor precisión y exactitud.

Tabla 4. Matriz para el diseño factorial fraccionado 3⁵⁻².

	+	0	-
[] GELIFICANTE HEC	0,90 %	0,70 %	0,50 %
SECUENCIA DE ADICIÓN HEC	Después del solubilizante	Después del conservante	Después de las esencias
FORMA DE PREPARACIÓN / ADICIÓN GELIFICANTE	Juntos (Directo)	Separado (Agua)	Separado (Agua – Alcohol)
SURFACTANTE	Tensoactivo A – Tensoactivo B	Tensoactivo A	Tensoactivo B
ESENCIAS (¿CUÁL)	Coco - Menta	Coco - Limón	Coco - Hierbabuena

En base a la tabla 4 y los parámetros de calidad establecidos se obtuvieron datos tanto cualitativos, prueba de apariencia, ver tabla 5; como cuantitativos, prueba de viscosidad, ver figura 1; que, con la nueva matriz nos brindó el resultado de 27 experimentos que, finalmente dejaron ver las formulaciones que se encontraban dentro de los parámetros establecidos.

Tabla 5. Evaluación de apariencia.

Ensayo	0	1	2
1	X		
2		X	
3	X		
4	X		
5	X		
6		X	
7	X		
8	X		
9	X		
10	X		
11	X		
12		X	
13			X
14	X		

Ensayo	0	1	2
15		X	
16	X		
17	X		
18		X	
19	X		
20	X		
21	X		
22		X	
23	X		
24	X		
25			X
26			X
27			X

Con respecto a los cinco factores del Diseño factorial fraccionado, en la concentración del gelificante después de comparar las muestras con una muestra comercial en la cual la viscosidad obtuvo un valor de 900 centipoises (cps), se fijó un valor de 1600 cps aproximadamente, con la finalidad de incrementar la viscosidad del producto y, obtener un valor no inferior al de la muestra comercial con respecto al paso del tiempo y la degradación del producto.

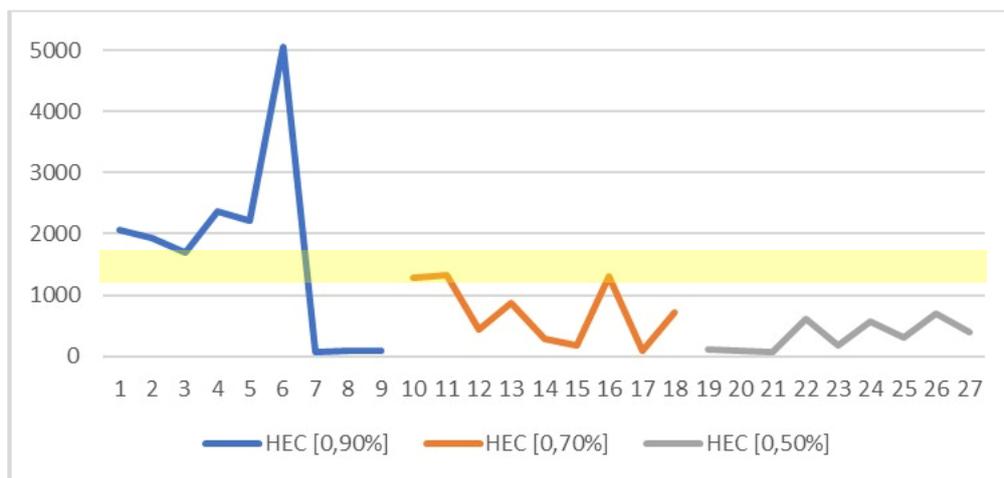


Figura 1. Gráfico ilustrativo de la viscosidad de los 27 experimentos a concentraciones (en porcentaje) de 0.90, 0.70 y 0.50 de HEC cada 9 experimentos.

TERCERA ETAPA. Diseño factorial 2³.

La tercera etapa dio origen a un último diseño factorial que nos permitió establecer una fórmula final estándar que dio paso a la producción de los lotes piloto, pero para que eso resultase primero se trabajó con la matriz para el diseño factorial 2³ como se observa en la tabla 6.

Tabla 6. Matriz para el diseño factorial 2³.

FACTOR	NIVELES	
	+	-
Concentración HEC	1 %	0,85 %
Tensoactivo	AOS	Amisoft
Esencias	Coco – Limón - Eucalipto	Coco – Limón

Esta matriz nos permitió determinar que:

El nivel inferior con respecto al factor de “concentración HEC”, era la concentración a la que debía estar el gelificante para que la viscosidad fuese aproximada a 1600 cps y que, no presentase resultados inferiores a 900 cps con respecto a la degradación del producto en el tiempo.

El nivel superior en el caso de las “esencias” era el indicado, dado que a partir de un análisis organoléptico se determinó que la combinación Coco – Limón – Eucalipto era la más agradable para el producto terminado.

Con respecto al factor “tensoactivo”, se evidenció que ambos presentaban un gran desempeño en la formulación, sin presentar opacidad o separación de fases en el tiempo que se evaluó, resultando que ambos tenían un desempeño idóneo.

DISEÑO PILOTO

En base a los resultados obtenidos en la tercera etapa del diseño experimental, se optó por la realización de 2 formulaciones en la producción de los lotes piloto, cada una por duplicado para así evaluarlas de forma individual; ambas formulaciones presentaron una fórmula base igual, ver tabla 7, en donde la única diferencia que tenían entre sí era el tensoactivo dado que la primera formulación se realizó con Amisoft mientras que la segunda con AOS, lo cual se decidió por los resultados del producto e idoneidad de ambos tensoactivos al momento de la elaboración del diseño factorial 2³.

Tabla 7. *Fórmula base de los lotes piloto.*

MATERIA PRIMA	CONCENTRACIÓN (%)
Tensoactivo	18,00
HEC	0,85
Solubilizante	2,50
Secuestrante	0,10
Conservante	0,60
Protector de piel	7,00
Esencias	0,50
Colorante	0,01

Parámetros de calidad evaluados

En el diseño piloto los parámetros de calidad (tabla 8) se volvieron más robustos y extensos, obteniendo:

Tabla 8. *Parámetros de calidad evaluados en el diseño piloto.*

Tiempo	Prueba
0	Inspección visual, viscosidad, pH, colorimétrica, lavado y de espuma.
1	Viscosidad, pH y color.
2	Viscosidad, pH y color.
3	Viscosidad, pH y color.
4	Inspección visual, viscosidad, pH, colorimétrica, lavado y de espuma.

En la realización de las pruebas establecidas, en algunas de estas se tuvo en cuenta el valor obtenido del producto referente, es decir de la marca comercial para así realizar un análisis comparativo en algunas pruebas, sin embargo, cabe resaltar que la marca comercial no pasó por la cabina de estabilidad acelerada, concluyendo que, con respecto a la marca comercial no se analizó su tiempo de vida útil ni degradación con respecto al tiempo.

Prueba de inspección visual

Se determinó que la formulación 1, es decir la formulación con el tensoactivo Amisoft presentó punto de nube en la superficie del producto trascurridos 15 días en la estabilidad y, en algunos casos hasta separación de fases; mientras que la formulación 2 correspondiente al tensoactivo de AOS se mantuvo translúcida, homogénea y sin separación de fases con respecto al tiempo.

Prueba de viscosidad

Se fijó un valor de 1600 cps aproximadamente, con la finalidad de incrementar la viscosidad del producto y, obtener un valor no inferior al de la muestra comercial con respecto al paso del tiempo y la degradación del producto.

En la figura 2 se evidencia que la viscosidad del producto referente es de 900 cps, mientras que la viscosidad inicial de los 4 lotes piloto se encuentra alrededor de 1600 – 1400 cps, y que va disminuyendo con el paso del tiempo, hasta llegar, con respecto a la formulación 1, a una viscosidad inferior al referente, mientras que en la formulación 2 el resultado es satisfactorio estando en el tiempo 4, que corresponde al final sobre la viscosidad del referente.

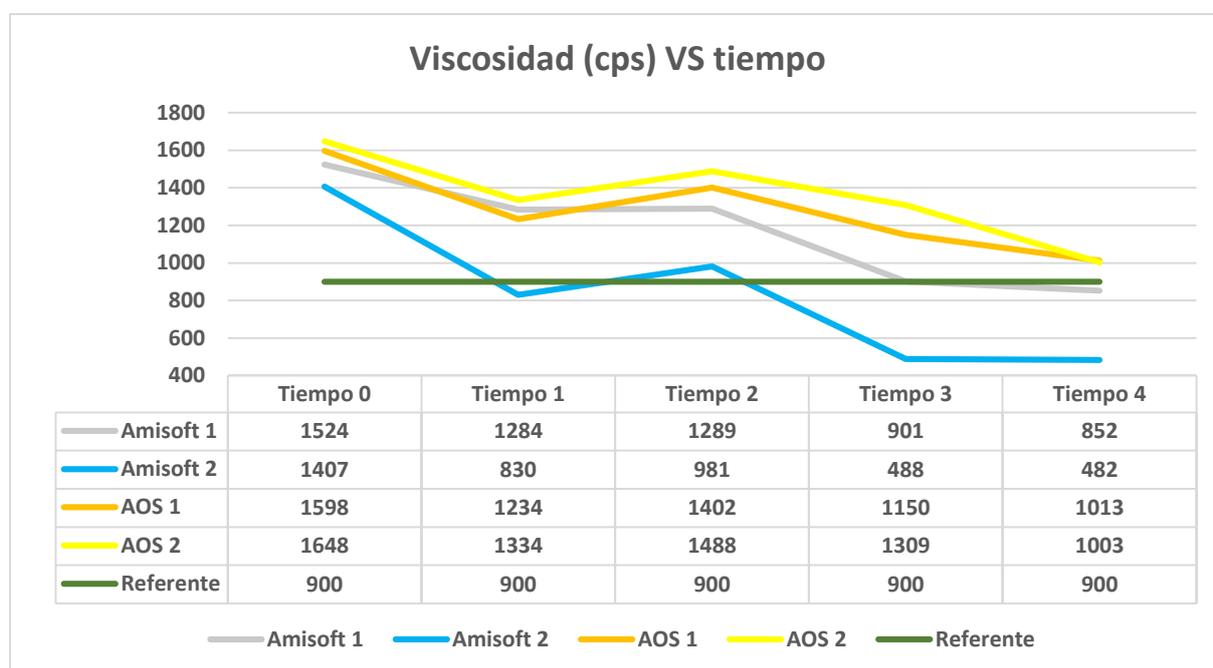


Figura 2. Resultados de la viscosidad VS tiempo del diseño piloto.

Prueba de pH

En la figura 3 se observa el registró del pH de los 4 lotes, junto con el del producto referente que dio un valor de 9,47.

En los resultados de la formulación de Amisoft, se obtuvo que ambos lotes mantuvieron un pH alrededor de 7 en el transcurso del tiempo; mientras que en los lotes de la formulación de AOS se evidencia que inicialmente tuvieron un pH similar al del referente, pero el cual no se sostuvo con el tiempo.

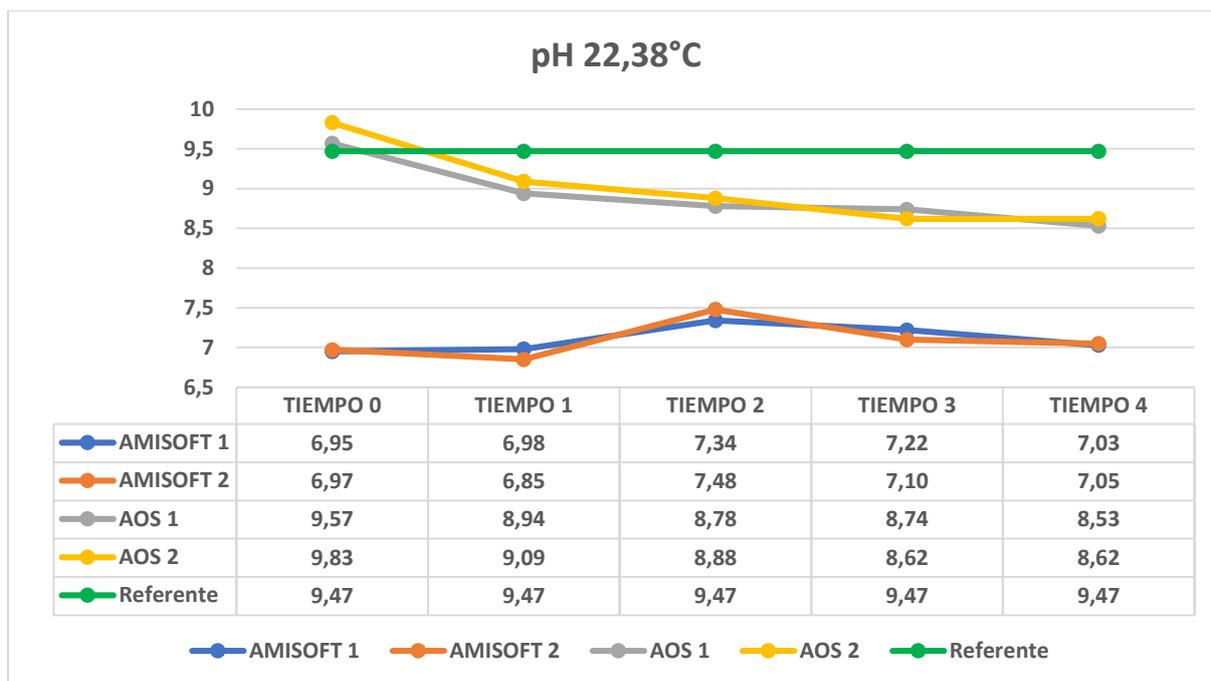


Figura 3. Resultados del pH VS tiempo del diseño piloto.

Prueba colorimétrica

En esta prueba se comparó la degradación del color de cada lote con respecto al tiempo a partir de la determinación del delta de E (ΔE), plasmando los resultados en la tabla 9, además de concluir que la variación del color obtenida en los 4 lotes es perceptible de un vistazo, lo cual se pudo establecer gracias a la tabla 10.

Tabla 9. Resultados del color VS tiempo del diseño piloto.

PRUEBA COLORIMÉTRICA	CIEL *ab 76
TIEMPO 0 - 1	ΔE
LOTE AMISOFT 1	3,6
LOTE AMISOFT 2	4,2
LOTE AOS 1	4,0
LOTE AOS 2	3,0
TIEMPO 0 - 2	ΔE
LOTE AMISOFT 1	4,9
LOTE AMISOFT 2	3,0
LOTE AOS 1	5,4
LOTE AOS 2	3,4
TIEMPO 0 - 3	ΔE
LOTE AMISOFT 1	3,4
LOTE AMISOFT 2	1,0
LOTE AOS 1	7,2

LOTE AOS 2	4,7
TIEMPO 0 - 4	ΔE
LOTE AMISOFT 1	8,0
LOTE AMISOFT 2	5,1
LOTE AOS 1	7,5
LOTE AOS 2	5,2

Tabla 10. Descripción del delta de E.

ΔE	Descripción
0,0 – 1,0	No es perceptible por el ojo humano.
1,1 – 2,0	Es perceptible bajo atenta observación.
2,1 – 10	Es perceptible de un vistazo.
11 – 49	Los colores so más opuestos que parecidos.
100	Los colores son totalmente opuestos.

Prueba de espuma

En la figura 4 se evidencian los resultados obtenidos de la generación de espuma de las 2 formulaciones que se realizaron en comparación con la marca comercial. Se evidencio que la muestra comercial tuvo una espuma de hasta 70 mL, mientras que la generación de espuma tanto de la formulación de Amisoft, que llego hasta 32 mL, como la de AOS que tuvo un máximo de 48 mL, fueron inferiores tanto en el tiempo 0 como en el 4, con lo que se concluyó que las formulaciones generaron menor espuma con respecto a la comercial y cumplieron con lo esperado.

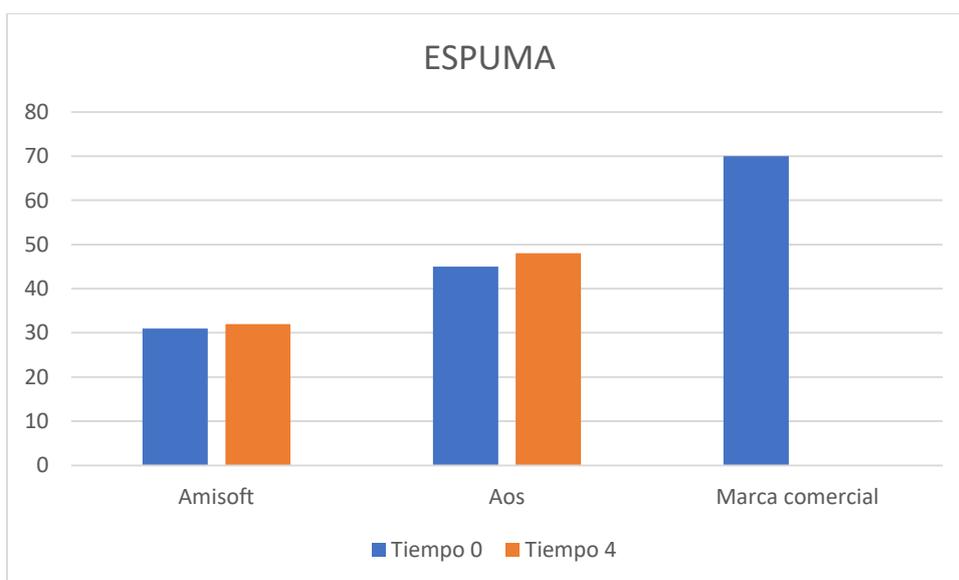


Figura 4. Resultados de la generación de espuma VS tiempo del diseño piloto.

Prueba de lavado

En la tabla 11 se evidencia el registró de la capacidad de lavado de los 4 lotes y el promedio de esta capacidad para cada formulación en el tiempo 0 y 4, junto con la capacidad que tenía el producto referente que dio un valor de 78,2 %.

En esta prueba los resultados obtenidos en promedio de la formulación de Amisoft fue de 72,3 % con respecto a la capacidad de lavado en el tiempo 0, lo cual se encuentra por debajo del valor de referencia, sin embargo, la formulación de AOS en promedio presentó un valor de 81,2 % con respecto a la capacidad de lavado en el tiempo 0, lo cual se encontró por encima de la referencia.

No obstante, en el tiempo 4 ninguna de las formulaciones se encontró por encima del valor de referencia, aunque la formulación de AOS solo estuvo un 2,6% por debajo del valor de referencia y, teniendo en cuenta que la referencia no se sometió a estabilidad acelerada, se determinó que la formulación de AOS es la ideal con respecto a la capacidad de lavado.

Tabla 11. Resultados de la prueba de capacidad de lavado VS tiempo del diseño piloto.

PRUEBA DE LAVADO EN %				
	Tiempo 0		Tiempo 4	
		Promedio		Promedio
LOTE AMISOFT 1	67,9	72,3	66,1	66,3
LOTE AMISOFT 2	76,6		66,5	
LOTE AOS 1	81,5	81,2	72,9	75,6
LOTE AOS 2	80,8		78,2	
REFERENCIA	78,2	78,2	78,2	78,2

ELECCIÓN DE LA FORMULACIÓN

En base a los resultados arrojados por los parámetros de calidad que se evaluaron (tabla 8), se determinó que la mejor formulación en este proceso de reformulación de jabón líquido lavavajillas a biodegradable fue la formulación de AOS dado que esencialmente, presentó un menor porcentaje de degradación de apariencia viscosidad y color; presentó una generación de espuma menor a la referencia y tuvo una buena capacidad de lavado en relación con la referencia.

Determinación del tiempo de vida útil

Finalmente, tras establecer la formulación ideal, se procedió a determinar el tiempo de vida útil de la misma a partir de los resultados arrojados por la prueba de pH dado que, al ser una de las pruebas que en la formulación de AOS presentó una mayor degradación, permitió que los resultados se tomaron desde un factor limitante de la vida del producto.

Los resultados suministrados por el lote 1 de la formulación de AOS en donde se tomó un pH inicial de 9,57, arrojó como se muestra en la figura 5, un pH al 80 % de 7,656, un tiempo previsto de 252,91 y un límite de confianza inferior de 169,4 (tabla 12); mientras que en el lote 2 de la formulación de AOS en donde se tomó un pH inicial de 9,83 se obtuvo, como se muestra en la figura 6, un pH al 80 % de 7,867, un tiempo previsto de 157,46 y un límite de confianza inferior de 132,2 (tabla 13).

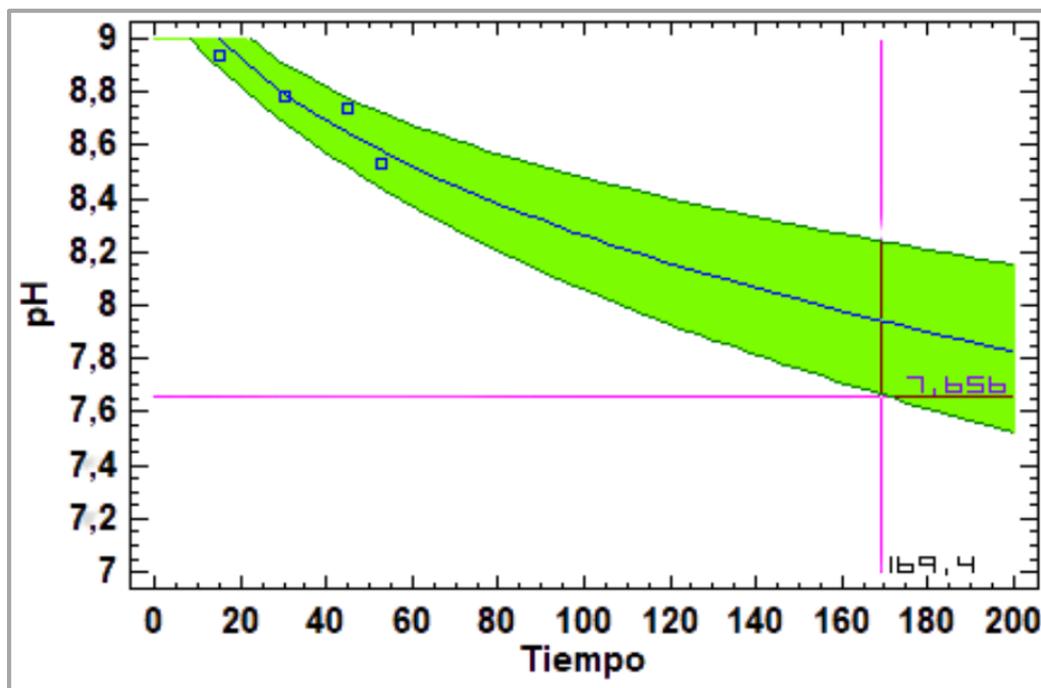


Figura 5. Resultados del STATgraphics 19 del lote 1 de la formulación de AOS.

Tabla 11. Resultados del STATgraphics 19 del lote 1 de la formulación de AOS.

Gráfica	Correlación	R ²	Tiempo	
			Previsto	Límite confianza inferior
Y inversa X cuadrada	0,9851	97,05 %	252,91	169,4

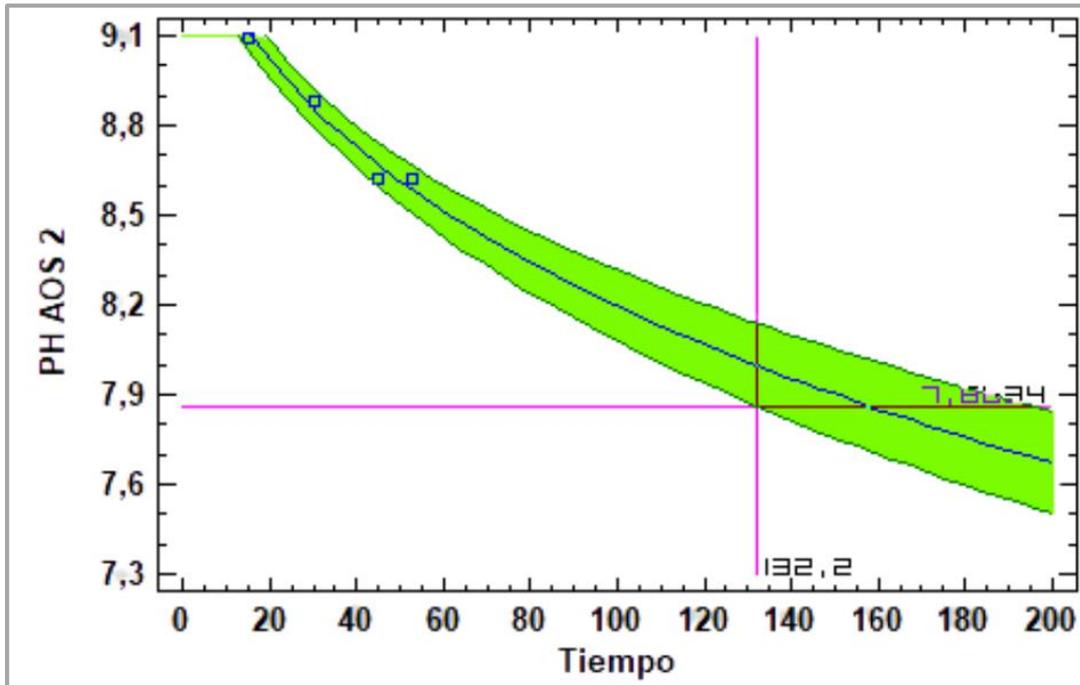


Figura 6. Resultados del STATgraphics 19 del lote 2 de la formulación de AOS.

Tabla 12. Resultados del STATgraphics 19 del lote 2 de la formulación de AOS.

Gráfica	Correlación	R^2	Tiempo	
			Previsto	Límite confianza inferior
Y inversa raíz cuadrada X	0,9968	99,36 %	157,46	132,2

Con los resultados que se obtuvieron a partir de STATgraphics 19 de los lotes 1 y 2 de la formulación de AOS y el uso de la ecuación de Q10 de Arrhenius (ecuación 1) se estableció el tiempo de vida útil de la formulación, siendo este de 1,5 años.

Aunque se determinó el tiempo de vida útil de cada lote (tabla 13), se optó por no realizar un promedio entre estos de los días y años arrojados, sino hacer uso del menor tiempo dado que así se garantizaría que el producto mantuviese sus parámetros de calidad con respecto al tiempo.

$$R_2 = R_1 * Q_{10}^{\frac{T_2 - T_1}{10}} \quad \text{Ecuación 1.}$$

Tabla 13. Determinación del tiempo de vida útil de la formulación de AOS.

TIEMPO DE VIDA ÚTIL Q4		
	pH 80 %	
	Días	Años
LOTE AOS 1	677	1,9
LOTE AOS 2	528	1,5

CONCLUSIONES

- Para llegar a la formulación deseada se realizaron una serie de diseños de experimentos en donde se destaca la importancia del diseño screening, que corresponde al diseño factorial $3^{(5-2)}$, para garantizar una mayor cobertura en la experimentación y obtener finalmente una fórmula para estandarizar.
- Se determinó que la mejor reformulación del jabón líquido lavavajillas a biodegradable fue la que contenía como tensoactivo el Alfa Olefín Sulfonato de Sodio (AOS), presentando una menor variabilidad con respecto a la apariencia y la mayoría de las pruebas de calidad.
- La formulación de AOS presento un mejor desempeño que la de Amisoft con respecto a la capacidad de lavado y viscosidad.
- Se determino un tiempo de vida útil para la formulación de AOS de 1,5 años, es decir de 18 meses para el producto final terminado de jabón líquido lavavajillas biodegradable.
- La proclama de “biodegradable” se mantiene bajo la sustentación del origen, certificados de análisis y pruebas realizadas previamente a cada una de las materias primas en donde se garantiza su biodegradabilidad.

BIBLIOGRAFÍA

- Abd-Allah, A. M. A., & Srorr, T. (1998). Biodegradation of anionic surfactants in the presence of organic contaminants. *Water Research*, 32(3), 944-947. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(97\)00223-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(97)00223-6)
- Altmajer Vaz, D. (2004). *Formulaciones detergentes biodegradables: Ensayos de lavado*. Editorial de la Universidad de Granada.
- Cain, R. B. (1994). Biodegradation of detergents. *Current Opinion in Biotechnology*, 5(3), 266-274. [https://doi.org/10.1016/0958-1669\(94\)90028-0](https://doi.org/10.1016/0958-1669(94)90028-0)
- Castán, Y. (2014). *INTRODUCCIÓN AL MÉTODO CIENTÍFICO Y SUS ETAPAS*. 6.

- Chaturvedi, A. D., & Tiwari, K. L. (2013). Effect of Household detergents (Surfactants) Degraded through aquatic fungi. *Science and Technology*, 5(5), 12-16.
- Jovanić, B., Srdjan, B., Panic, B., Radenković, B., & Despotović, M. (2021). *The effect of detergent as polluting agent on the photosynthetic activity and chlorophyll content in bean leaves*. 2, 395-399.
- Konica Minolta. (s. f.). Entendiendo El Espacio de Color CIE L*A*B*. *Konica Minolta Sensing*. Recuperado 17 de septiembre de 2022, de <https://sensing.konicaminolta.us/mx/blog/entendiendo-el-espacio-de-color-cie-lab/>
- MARIO ALBERTO VELÁSQUEZ VILLADA. (2016). *COMPARACIÓN TEORICA DEL USO DE UN CUMPUUESTO ACTIVO EN UN DETERGENTE LÍQUIDO LAVAVAJILLAS DE ALTA BIODEGRADABILIDAD Y BAJA TOXICIDAD A PARTIR DE TENSIOACTIVOS ANIÓNICOS Y NO IÓNICOS [UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA]*. <https://core.ac.uk/download/pdf/84108353.pdf>
- Melo, O. O., López, L. A., & Melo, S. E. (2020). *Diseño de Experimentos Métodos y Aplicaciones* (2.^a ed.). Universidad Nacional de Colombia Facultad de Ciencias. <https://doi.org/10.36385/FCBOG-4-0>
- Mousavi, S. A., & Khodadoost, F. (2019). Effects of detergents on natural ecosystems and wastewater treatment processes: A review. *Environmental Science and Pollution Research*, 26(26), 26439-26448. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-05802-x>
- Nhat Do, D., Tai Dang, T., Tuan Le, Q., Duc Lam, T., Giang Bach, L., Chinh Nguyen, D., & Quoc Toan, T. (2019). Extraction of saponin from gleditsia peel and applications on natural dishwashing liquid detergent. *Materials Today: Proceedings*, 18, 5219-5230. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.522>
- Palacios-Ochoa, C., Guillén Serrano, M. E., Siddons, D. C., Palacios-Ochoa, C., Guillén Serrano, M. E., & Siddons, D. C. (2021). Evaluación de la solidez del color en tejidos de lana y alpaca tinturados con biocolorantes extraídos de plantas y animales. *Siembra*, 8(2). <https://doi.org/10.29166/siembra.v8i2.2917>
- Paternina-Sierra, K., Acevedo-Correa, D., & Montero-Castillo, P. M. (2018). Evaluación de la Vida Útil de una Pasta de Ajonjolí Azucarada mediante Pruebas Aceleradas. *Información tecnológica*, 29(4), 3-12. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642018000400003>
- Pérez, G., & P, G. R. (1978). Niveles de contaminación por detergentes y su influencia en las comunidades bénticas del río Rionegro. *Actualidades Biológicas*, 7(24), 27-36.