

# CUADERNO FIRP S011-A

MODULO DE ENSEÑANZA EN FENOMENOS INTERFACIALES  
*en español*

PLAN PILOTO en ESPECIALIDADES QUIMICAS

## FORMULACION

# Presentación general

\*\*\*\*\*

*Jean-Marie AUBRY y Gilbert SCHORSCH*

*traducido por María Patricia Rodriguez y Gabriela Alvarez*

documento original en francés publicado en *Techniques de l'Ingénieur*, Doc. J2-110 (1999)

**UNIVERSIDAD DE LOS ANDES**

FACULTAD DE INGENIERIA

ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA

Lab. Formulacion, Interfaces, Reología y Procesos



**FIRP**



MINISTERIO DE  
CIENCIA Y TECNOLOGIA  
PPGEA-FONACIT

Mérida-Venezuela (2004)

# FORMULACION

## Presentación General

Por **Jean-Marie AUBRY**

Ingeniero de la Escuela Superior de Física y Química Industriales de París (ESPCI). Profesor en la Escuela Nacional Superior de Química de Lille (Francia)

y **Gilbert SCHORSCH**

Ingeniero de la Escuela Nacional Superior de Química de Estrasburgo (ENSCS) Francia. Consejero Científico de la Cámara Sindical de Ile-de-France de la Unión de Industrias Químicas.

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1. Generalidades</b>                                  | <b>3</b>  |
| 1.1. Definición de la formulación                        | 3         |
| 1.2. Surgimiento de la formulación                       | 3         |
| 1.3. Del Arte a la Ciencia                               | 5         |
| <b>2. Clasificación de las Industrias de Formulación</b> | <b>6</b>  |
| 2.1. Matriz de Kline                                     | 6         |
| 2.2. Especialidades Químicas                             | 9         |
| 2.3. Farmacia y Paraquímica                              | 11        |
| 2.4. Otras Industrias de Formulación                     | 12        |
| <b>3. Especificidades de la Formulación</b>              | <b>13</b> |
| 3.1. Ejemplo de una fórmula de polvo para lavar ropa     | 13        |
| 3.2. Materias primas para la formulación                 | 13        |
| 3.2.1. Materias Activas                                  | 13        |
| 3.2.2.- Auxiliares de Formulación                        | 15        |
| 3.3. Conceptos generalizadores                           | 17        |
| 3.3.1. Físico-Química de la Formulación                  | 17        |
| 3.3.2 Ingeniería de la Formulación                       | 18        |
| 3.3.3 Pruebas de Aplicación                              | 19        |
| 3.3.4 Herramientas Metodológicas                         | 22        |
| <b>4. Estrategias de Formulación</b>                     | <b>26</b> |
| 4.1. El Formulador, un hombre de diálogo y de compromiso | 26        |
| 4.2. Especificaciones                                    | 28        |
| 4.3 Acercamiento global                                  | 30        |
| 4.4. Acercamiento analítico                              | 33        |
| 4.5 Estrategias de innovación                            | 34        |
| 4.5.1 Vigilancia tecnológica                             | 34        |
| 4.5.2 Deformulación                                      | 38        |
| 4.5.3 Fertilización cruzada                              | 38        |
| <b>5. Conclusión</b>                                     | <b>39</b> |

La **formulación** abarca el saber-hacer necesario para el desarrollo y fabricación de un producto comercial caracterizado por su **valor de uso** y en respuesta a una **lista de especificaciones** preestablecidas.

Un producto formulado se obtiene por asociación y mezcla de diversas materias primas de origen sintético o natural, entre las cuales se distinguen por lo general a las **materias activas** que cumplen la función principal y los **auxiliares de formulación** que aseguran las funciones secundarias, facilitando la preparación o puesta a punto de un producto comercial, o prolongan su duración.

La formulación toca, por lo tanto, a todas las industrias de transformación de la materia, desde la producción de las materias primas aguas arriba hasta el producto final aguas abajo, que están en contacto directo con el consumidor final (industrial o público), fabricando formulaciones listas para su empleo.

Las industrias químicas están relacionadas con la formulación ya que ellas fabrican las materias activas y auxiliares de formulación. Estos compuestos, se conocen comúnmente como **especialidades químicas**, que son comercializadas más por las propiedades funcionales que le confieren a la mezcla final (color, espesor, capacidad de formar películas, filtro UV, hidratación de la piel, etc...) que por criterios químicos (estructura molecular, pureza, etc..).

Las industrias aguas abajo fabrican, para el consumidor final, formulaciones cuyo grado de complejidad aumenta aún más. En ellas se asocian diversas materias primas para obtener **especialidades listas para emplear** que poseen las propiedades de uso (curar una enfermedad, lavar el cabello, proteger y decorar una superficie, etc..) que integran simultáneamente la facilidad de manejo y los resultados buscados por el consumidor final. La Nomenclatura de Actividad Francesa (NAF) ubica a las industrias de formulación más típicas en el sector farmacéutico (medicamentos) y en la paraquímica (fitosanitarios, cosméticos, perfumes, productos de higiene, jabones y detergentes, productos de mantenimiento, productos para la fotografía, soporte de datos, pinturas y barnices, tintas, pegamentos y adhesivos, lubricantes, explosivos). Pero las otras industrias de transformación de la materia que no pertenecen a estos sectores de actividad (productos agroalimentarios, carburantes, pulpa y papel, textiles, plásticos, cauchos, cementos, hormigones, vidrios, cerámicas) son igualmente inducidas a formular los productos que le venden a sus clientes.

En definitiva, la formulación concierne a todas las aplicaciones de productos químicos, naturales o sintéticos. Tiene como objetivo obtener **el mejor compromiso posible entre resultados, facilidades de uso y seguridad** a un costo mínimo. Este compromiso evoluciona constantemente con los modos y niveles de vida de la población y constituye el campo de competición entre las empresas.

# 1. Generalidades.

## 1.1. Definición de Formulación.

La noción de formulación es muy amplia ya que concierne a todas las industrias que elaboran intermediarios o productos finales mezclando múltiples materias primas. Con mayor precisión, la formulación puede ser definida como el conjunto de conocimientos y operaciones empleados cuando se mezclan, asocian o condicionan ingredientes de origen natural o sintético, a menudo incompatibles entre sí, para obtener un producto comercial caracterizado por su función de uso (lavar ropa blanca, curar una enfermedad, maquillar la piel, etc....) y su aptitud para satisfacer las especificaciones preestablecidas. Entre los constituyentes de una fórmula, se distinguen a las **materias activas** que cumplen con la función principal buscada y a los **auxiliares de formulación** que juegan papeles secundarios pero indispensables en muchos casos.

El término mezcla abarca de hecho una gran diversidad de situaciones. En casos poco comunes la repartición de los constituyentes es estocástica a nivel molecular y la competencia se ejerce esencialmente en la selección de los ingredientes y en la evaluación de que la mezcla es conforme a las expectativas del consumidor (ejemplo de la elaboración de un perfume). Mientras que, por lo general, el producto formulado está constituido por una dispersión fina de muchas fases no miscibles que tiene apariencia homogénea a nivel macroscópico y heterogénea a escala microscópica (pinturas, cremas cosméticas, mayonesa, etc...); a las exigencias anteriores se le añaden entonces las de preparación y estabilidad de la mezcla.

Las industrias de formulación muy rara vez emplean la química en el sentido reaccional del término. De hecho, es esencial que los constituyentes de una fórmula no reaccionen entre sí, al menos durante las fases de preparación y almacenaje del producto. En cambio, durante la fase de utilización de ciertos productos formulados (pinturas, adhesivos, explosivos, detergentes, soportes fotográficos, cementos, etc...), algunos ingredientes sufren transformaciones físicas y químicas importantes desencadenadas por la modificación de condiciones ambientales (pH, tasa de humedad, evaporación de solventes, temperatura, presencia de oxígeno, agitación, etc..). Así el principio de funcionamiento de los productos formulados está a menudo basado en una **reactividad retardada** de una parte de los constituyentes.

## 1.2. Surgimiento de la formulación

Desde el principio de su historia, el hombre a utilizado los recursos disponibles para satisfacer sus necesidades primarias tales como alimentarse, vestirse, alojarse o protegerse. Tomó rápidamente conciencia del hecho que asociando correctamente diversas materias primas, podía obtener una composición más satisfactoria que cada uno de los ingredientes aislados. La formulación es entonces sin duda igual de antigua que la humanidad. Progresivamente, la diversificación de necesidades, el aumento del número de materias primas y de técnicas disponibles, y una mejor comprensión de los fenómenos implicados le han permitido a la formulación pasar de un estatus de arte al de ciencia. Se pueden distinguir tres grandes períodos en esta evolución histórica:

## EVOLUCION HISTORICA DE LA FORMULACION

### El período del todo natural

Este período, que se extiende desde la prehistoria hasta mediados del siglo XIX, está caracterizado por formulas obtenidas por tanteo y basadas exclusivamente en la asociación de materias naturales complejas provenientes del reino animal, vegetal o mineral. Durante este período, la obtención de formulas era lenta y delicada ya que ningún formalismo teórico guiaba al formulador que debía emplear el método de ensayo y error para mejorar los resultados de su producto. Este procedimiento, por muy empírico que sea, resultó fructuoso y se pueden citar realizaciones importantes en todos los campos de actividad. Así, mucho antes de la era cristiana, los Chinos dominaban la técnica del moldeo de bronce y sabían fabricar cerámicas, tinta china y la pólvora de cañón; los Egipcios tenían, por su parte, perfeccionaron formulas para conservar frutas con miel, embalsamar a las momias y teñir telas. Más recientemente, los Romanos dominaban la preparación del vidrio y del jabón. Estas "recetas" obtenidas con dificultad han sido guardadas celosamente en secreto y transmitidas de maestro a discípulo ya que ellas aseguran la prosperidad de quienes las poseen.

### La edad de oro de la química de síntesis

La edad de oro de la química de síntesis comienza a mediados del siglo XIX cuando la química orgánica naciente pone a disposición de la industria textil, en plena expansión, colorantes más económicos y variados que los colorantes naturales y cuando a ciertas moléculas de síntesis se le atribuyeron propiedades terapéuticas. El fenómeno aumentó con el progreso de la química y el desarrollo de la carbo- y petroquímica que permitieron preparar, a gran escala, compuestos de sustitución, tales como los textiles sintéticos, a menudo mejores y más económicos que los productos de origen natural.

Bajo la influencia de la explosión demográfica, la elevación del nivel de vida y del aumento del costo de la mano de obra, se desarrollaron nuevas industrias (farmacéutica, cosmética, fitosanitaria, detergencia, pintura, etc..) que provocaron una fuerte demanda del mercado en productos químicos. Durante este período, **las formulas progresaban sobretodo gracias a la disponibilidad de materias primas sintéticas** originales y baratas, aunque la mayoría de estas todavía eran de concepción artesanal. Los ingredientes eran mezclados de cierta forma para beneficiar las propiedades de cada constituyentes, pero se preocupaban poco en comprender los fenómenos físico-químicos que intervenían en el transcurso de la preparación, almacenaje y aplicación del producto.

La escasez de ciertos productos provocada por las dos guerras mundiales desencadenó el desarrollo de polímeros artificiales utilizados a nivel de dos tipos de aplicación. Por una parte los polímeros en calidad de materiales y fibras sintéticas demostraron ser capaces de reemplazar una parte de los materiales y fibras naturales en su condición de ser previamente formulados para modificar su aspecto, adaptar sus propiedades mecánicas y aumentar su longevidad. Por otra parte, los polímeros reactivos y los polímeros funcionales revolucionaron las industrias de la pintura y adhesivos multiplicando el número de compuestos capaces de formar películas y ofreciendo a los formuladores de otros sectores de la formulación una gama variada de nuevos aditivos capaces de modificar la reología de las formulas.

### La edad de la razón de la formulación

El inicio de la era de la razón se sitúa en 1975, después de la primera crisis petrolera, bajo la influencia de diversos factores concomitantes. La economía empezó su proceso de globalización y ciertos mercados de productos químicos comienzan a saturarse. La competencia entre las empresas se hizo mayor para satisfacer clientes cada vez más exigentes. La situación descrita anteriormente que era caracterizada por una fuerte demanda en productos químicos, fue sustituida por una situación de oferta de servicios que hizo que los productores de materias primas se preocuparan más por las necesidades precisas de sus clientes por ofrecerles un soporte técnico especializado. Cuando la amplitud de los mercados lo justifica, las asociaciones proveedores/clientes se idean para concebir nuevos compuestos "a la medida" o mezclas preformuladas.

Por otra parte, la ocurrencia de ciertos excesos y una toma de conciencia del impacto de las actividades humanas sobre el ambiente de nuestro planeta y sobre la salud del hombre, hicieron que los poderes públicos promulguen reglamentos con el fin de prohibir o limitar el uso de familias enteras de productos químicos (solventes fluorados y clorados, pigmentos y aditivos a base de “metales pesados”, tensoactivos no biodegradables, etc.). Una nueva problemática apareció entonces; las formulas no deben ser solamente eficaces sino que deben además respetar al hombre y su medio ambiente. Esto impone nuevas limitaciones al formulador y lo obliga a adoptar métodos menos empíricos.

A la vez que el abánico de materias primas que puede emplear se reduce, se le pide al formulador concebir productos cada vez más competitivos en términos de resultados y costos. Las especialidades químicas y las formulaciones finales de concepción artesanal tienen entonces que ceder poco a poco el paso a las **formulas elaboradas mas científicamente**. La formulación y el desarrollo de especialidades se han convertido en el campo de competencia privilegiado de las industrias de transformación de la materia.

### 1.3. Del Arte a la Ciencia

La evolución natural de las ciencias las llevó a comenzar por el estudio de los sistemas más simples para abordar progresivamente a sistemas cada vez más complejos. Por ejemplo, la química comenzó por dominar los conocimientos relacionados a los materiales más simples en los cuales la cohesión es asegurada por enlaces fuertes, luego se interesó sucesivamente en los compuestos químicos más complejos y diversificados, asociados entre ellos por enlaces químicos cada vez más débiles. Así, la metalurgia (enlace metálico) nació mucho antes de la era industrial, la química mineral (enlaces iónicos y covalentes) se desarrolló desde el siglo XVIII, la química orgánica (enlaces covalentes con el carbono) tomó impulso a mediados del siglo XIX cuando la química macromolecular (enlaces covalentes y enlaces débiles) no se impuso como disciplina autónoma hasta mediados del siglo XX. Esta tendencia continua actualmente y las fronteras de las ciencias de la materia se sitúan ahora dentro de nuevos sectores de investigación tales como la bioquímica, la química supramolecular o la fisicoquímica de los “objetos frágiles”, término propuesto por Pierre Gilles De Gennes (Premio Nobel), que tienen en común la particularidad de estudiar los edificios polimoleculares en los cuales la cohesión se asegura por enlaces débiles (Van der Waals y puente hidrógeno).

La formulación se aprovecha de las investigaciones que se desarrollan actualmente en este dominio ya que la mayor parte de los fenómenos físico-químicos que intervienen durante la preparación, almacenaje y utilización de los productos formulados resultan de interacciones débiles entre los diversos constituyentes. Sin embargo, el estudio de la físico-química de los productos formulados es particularmente delicado ya que estos sistemas son por lo general **muy complejos, concentrados y están fuera del equilibrio**. Además, el método científico tradicional que consiste en descomponer fenómenos complejos en una sucesión de fenómenos más simples, en el caso de los productos formulados es insuficiente ya que ciertas propiedades no aparecen sino en presencia de todo el conjunto de constituyentes. En este contexto, la situación de la formulación se asemeja mucho a la de las ciencias del ambiente: **interdisciplinariedad, complejidad de los sistemas estudiados, necesidad de conjugar aproximación global y aproximación analítica** para comprender el funcionamiento de estos sistemas (ver § 4.3 et 4.4).

Los industriales concientes de la creciente importancia de la físico-química de la formulación en el desarrollo de productos innovadores han manifestado la necesidad de disponer de jóvenes ingenieros y universitarios mejor preparados que antes para abordar científicamente los problemas encontrados en la formulación. Esta expectativa se ha traducido en el reconocimiento de la formulación **como nueva disciplina científica** caracterizada por un cierto número de materias principales (especialidades químicas de la tabla 1), conceptos (tabla 3) y procesos/procedimientos específicos (figura 3). Paralelamente, algunos establecimientos de educación superior han organizado desde finales de los años 80, formaciones que preparan para los oficios de la formulación. Tales formaciones existían desde hace mucho tiempo pero abordaban al vasto dominio de la formulación producto por producto según un alcance que podemos calificar de **monotemático** (ejemplo de la galénica en las facultades de farmacia). Hoy en día presenciamos el advenimiento de un tratamiento **panorámico** de la formulación. La originalidad de estas nuevas formaciones reside en el hecho de que se enfocan en **los conceptos y técnicas comunes a la mayor parte de los productos formulados** más que en localizarlos sobre cada tipo de producto.

## 2. Clasificación de las Industrias de Formulación

Todas las industrias productoras de materias primas o de productos terminados destinados a otras industrias o al consumidor final son llevadas, tarde o temprano, a formular sus productos para adaptarlos a las necesidades reales de sus clientes.

Incluso una **industria pesada** como la de los **fertilizantes** debe recurrir a la formulación por dos razones. En primer lugar, debe mezclar muchos compuestos químicos para aumentar el poder fertilizante de su producto final y facilitar su aplicación. Por otra parte, la superficie de los gránulos debe ser tratada para evitar su apelmazamiento durante la fase de almacenaje.

En el otro extremo, una **industria fina** de **biotecnología** que produce enzimas por fermentación es, también, llevada a practicar la formulación. De hecho, la fragilidad de las enzimas y su poder alérgico obligan a los productores a acondicionarlas bajo la forma de soluciones estabilizadas o bajo la forma de granulados formulados que evitan la formación de polvos que se suspendan en la atmósfera en el momento de su uso.

Estas dos industrias no son consideradas industrias de formulación ya que el valor agregado del producto final proviene principalmente de operaciones previas (síntesis del fertilizante y biotecnología) y no de la formulación. En cambio, en las industrias fitosanitarias, la formulación le confiere al producto una parte notable de su valor de uso. En ese caso, es un servicio global y optimizado el que se le propone al agricultor.

### 2.1. Matriz de Kline

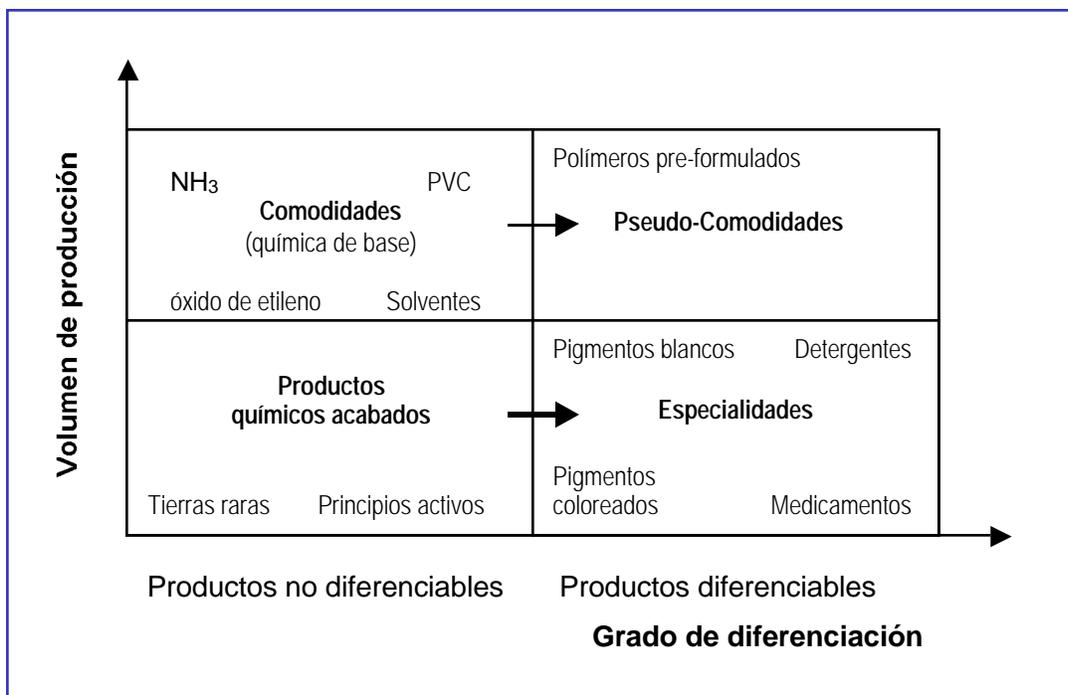
Para señalar con mayor facilidad a las industrias de formulación, nos hemos servido de la tipología de Kline basada en criterios económicos e ilustrada en la figura 1. Ella permite determinar las relaciones entre las industrias encargadas de producir las materias primas y las

encargadas de asociarlas. Inicialmente hecha para clasificar las industrias químicas, puede sin dificultad ser extendida a otras industrias relacionadas con la formulación. En ella se clasifican los productos según dos criterios: en la abscisa, su grado de diferenciación y, en la ordenada, el volumen de producción.

Examinamos primero los dos casos superiores que incluyen los productos preparados a gran escala en instalaciones automatizadas y que funcionan en continuo.

En la izquierda se encuentran las **comodidades** (*comodities*) fabricadas por la química básica que incluyen a todos los grandes intermediarios (óxido de etileno, caprolactamo, etc...), solventes comunes (tolueno, ciclohexano, acetona, etc...), la gran química mineral (ácido sulfúrico, soda, cloro, carbonato de sodio, etc...) y los monómeros provenientes de la petroquímica (etileno, propileno, estireno, cloruro de vinilo, etc...). Estos productos están bien definidos a nivel químico y no pueden ser diferenciados de un productor a otro.

- La casilla vecina de **pseudo-comodidades** reúne a las sustancias producidas en grandes cantidades pero diferenciables. Al principio los polímeros provenientes de los monómeros precedentes (polietileno, polipropileno, poliestireno, PVC) estaban situados en esta casilla. En la actualidad, los consideramos como comodidades y colocamos a la derecha las **mezclas pre-formuladas** llamadas "*compounds*" que se venden bajo la forma de gránulos a las industrias del plástico.
- La casilla de abajo a la izquierda contiene los **productos terminados** que abarcan a un gran número de compuestos **definidos por especificaciones químicas** rigurosas (estructura molecular y cristalina, pureza). Contrariamente a las comodidades, son por lo general fabricados de forma discontinua en talleres polivalentes. El ejemplo más común de producto terminado es el de las moléculas orgánicas que tienen una actividad terapéutica. Los químicos que las preparan deben dominar a la perfección la síntesis orgánica y las técnicas de purificación y caracterización para obtener una molécula exenta de impurezas (isómeros de la molécula buscada, productos secundarios, trazas de solventes) y en un estado cristalino adaptado a su uso ulterior.
- Por último, los productos ubicados en la casilla de abajo a la derecha de la matriz de Kline corresponden a los productos fácilmente diferenciables porque son mezclas complejas llamadas **especialidades**. Existe a menudo una estrecha relación entre productos terminados y especialidades por un lado y comodidades y pseudo-comodidades por otro, las primeros constituyen las materias primas de las segundas. Así, el principio activo no se convierte en medicamento sino una vez formulado bajo una presentación galénica precisa destinada a facilitar su administración, maximizar su actividad y minimizar sus efectos secundarios. Hay que señalar que ciertas especialidades como los detergentes o los pigmentos blancos a base de óxido de titanio son fabricados a gran escala y que deberían ser considerados como pseudo-comodidades. Es por esto que es preferible adoptar, para las especialidades, una definición que no se base solo en la cantidad producida.



**Figura 1.-** Tipología de los productos químicos según Kline

***Un producto dado se considera una especialidad cuando es vendido para desempeñar una función de uso y no por sus especificaciones químicas.***

Una de las consecuencias importantes de esta situación es la necesidad de definir una **marca** para cada una de las especialidades, que permita a los clientes distinguirlas. Cuando el cliente es un industrial, la elección de esta marca es relativamente secundaria ya que sus criterios de selección son principalmente del orden técnico y financiero. Por el contrario, para las especialidades destinadas al público en general, el nombre de un producto y todas las señales distintivas (visuales, sonoras, olfativas) tienen una importancia considerable ya que los consumidores hacen sus compras en función de la notoriedad del producto y de todos sus valores técnicos (eficacia comprobada, confort de uso), morales (respeto al medio ambiente, ausencia de materias primas de origen animal, que no se hallan efectuado pruebas en animales) o hedónicas (seducción, voluptuosidad, belleza, salud, juventud, dinamismo) que la marca se esfuerza en representar.

Si regresamos a la matriz de Kline, encontramos en las dos casillas de la derecha las industrias en las que la formulación desempeña un papel importante. ¿Cuáles son específicamente? La clasificación de empresas adoptada por la Nomenclatura de Actividad Francesa (NAF) permite identificar los dos campos más importantes, la **farmacia** y la **paraquímica**, a las cuales hay que agregar una parte de la actividad de la química fina (las especialidades químicas), de la agroalimentaria, de las industrias carburantes, textil y papel así como de las industrias productoras de materiales (plásticos, cauchos, cementos, vidrios y cerámicas).

La tabla 1 reúne esquemáticamente a las principales industrias de formulación clasificadas en dos categorías:

- ✓ Las especialidades químicas que sirven de materias primas a las formulaciones.
- ✓ Las industrias situadas aguas abajo que fabrican las formulaciones listas para usar y destinadas a otros sectores industriales (plásticos, construcción, automovilismo, etc...) o al consumidor final.

## 2.2. Especialidades Químicas

La industria química tiene dos funciones; la primera consiste en preparar compuestos lo más puros posible (campos de las comodidades y la química fina), la otra consiste en elaborar especialidades químicas que son utilizadas como materias primas o auxiliares por las industrias de formulación ubicadas aguas abajo. Mientras que el primer tipo de compuestos es comercializado basándose solamente en sus especificaciones químicas (estructura molecular, pureza, estado cristalográfico), las **especialidades químicas son vendidas por las propiedades funcionales que le confieren a la fórmula**. En consecuencia, no son clasificadas según criterios químicos sino de acuerdo a su función de uso, ocultando, por razones de confidencialidad, las condiciones de preparación y las características físico-químicas del producto. No existe una clasificación sistemática de las especialidades químicas porque son demasiado numerosos los papeles que se desean que desempeñen, pero sin embargo hemos reunido en la tabla 1 a las principales familias.

Estas especialidades son acondicionadas cada vez con mayor frecuencia (superficie específica, estado cristalino, reparto granulométrico), pre-tratadas superficialmente o pre-formuladas para facilitar su incorporación en la fórmula final o para mejorar sus desempeño, si se trata de sólidos. De hecho, la síntesis de un producto puro y su conversión en especialidad química constituyen a menudo fases sucesivas de un mismo proceso industrial como lo muestra, a manera de ejemplo, la preparación industrial de pigmentos blancos a base de óxido de titanio esquematizada en la figura 2.

La primera etapa del proceso consiste en transformar el mineral de titanio (ilmenita), en una solución acuosa concentrada de sulfato de titanilo. Esta solución se hidroliza inmediatamente, en presencia de núcleo de cristalización, para provocar la precipitación del dióxido de titanio más o menos hidratado que mas adelante se seca y se cristaliza en un horno continuo. El compuesto obtenido no es todavía un pigmento. Para convertir este compuesto químico puro en una especialidad utilizable como agente de opacidad en las pinturas, los plásticos o el papel, hay que comprender el origen del poder opacificante del óxido de titanio. Este resulta de la difusión de la luz visible por las partículas de pigmento dispersas en la matriz a opacificar. En efecto un pigmento blanco debe poseer tres propiedades para tener un poder opacificante elevado:

- (1) Un índice de refracción mucho mayor (o mucho más débil) que el de la matriz;
- (2) Un diámetro de partícula cercano a la mitad de la longitud de onda de la luz visible (400 a 750 nm);
- (3) Muy poca absorción en la zona visible del espectro luminoso.

| Tabla 1- Principales Campos industriales concernientes a la formulación                  |  |  |  |   |  |  |
|--|--|--|--|---|--|--|
| Las Especialidades Químicas  |  |  |  |   |  |  |
| <b>Materias formando películas</b><br>cera<br>aceite secante<br>látex<br>resina reactiva | <b>Pigmentos colorantes</b><br>blanco<br>negro<br>coloreado<br>nacarado<br>fosforescente               | <b>Aditivos sensoriales</b><br>perfone<br>aroma<br>edulcorante                                       | <b>Agentes de interfase</b><br>emulsificantes<br>dispersantes<br>humectantes<br>suavizadores<br>antiespumantes | <b>Agentes reológicos</b><br>espesantes<br>fluidificantes<br>agentes tixotrópicos<br>gelificantes<br>de textura | <b>Cargas y rellenos</b><br>mineral<br>polisacárido<br>solvente<br>diluyente | <b>Estabilizantes</b><br>antioxidantes<br>anti-UV<br>biocida<br>hydrofobante<br>ignifugo |
| Las Industrias de Formulación  |  |  |  |   |  |  |
| <b>Productos agroalimentarios</b><br>productos frescos<br>bebidas                        | <b>Farmacia</b><br>comprimido<br>gelula<br>solución<br>inyectable<br>transdermico                      | <b>Agroquímica</b><br>Polvo<br>humectante<br>granulado<br>microemulsión<br>recubrimiento de semillas | <b>Cosméticos Perfumes</b><br>cremas<br>maquillaje<br>productos capilares                                      | <b>Productos de higiene</b><br>champú<br>jabón<br>pasta dental<br>desodorante                                   | <b>Detergentes</b><br>Polvo para lavar<br>jabón líquido<br>lavaplatos        | <b>Productos de mantenimiento</b><br>limpiador<br>cera<br>betún<br>gel/baño              |
| <b>Lubricantes</b><br>aceite de caja<br>aceite de motor                                  | <b>Fotografía Soporte de datos</b><br>película<br>papel<br>fotográfico<br>microfilm<br>banda magnética | <b>Pinturas Barnices</b><br>construcción<br>industria<br>aeronáutica<br>automovilística              | <b>Tintas</b><br>tinta a chorro<br>impresión<br>toner  | <b>Adhesivos Pegamentos</b><br>hot melt<br>pegamento de almidón<br>epóxico                                      | <b>Bitúmenes</b><br>en emulsión  | <b>Explosivos</b><br>dinamita<br>TNT<br>polvo negro<br>polvo sin humo                    |
| <b>Polímeros técnicos</b><br>PVC<br>poliéster<br>compuesto                               | <b>Cauchos</b><br>neumáticos<br>empaques   | <b>Vidrios Cerámicas</b><br>vidrio plano<br>óptico<br>de cocina<br>sanitario                         | <b>Materiales de construcción</b><br>cemento<br>betún<br>teja y ladrillo                                       | <b>Carburantes Combustibles</b><br>coque<br>gasolina<br>gasoleo   | <b>Textiles</b><br>tinte<br>apresto  | <b>Papeles</b><br>papel de baño<br>de periódico<br>cartón                                |

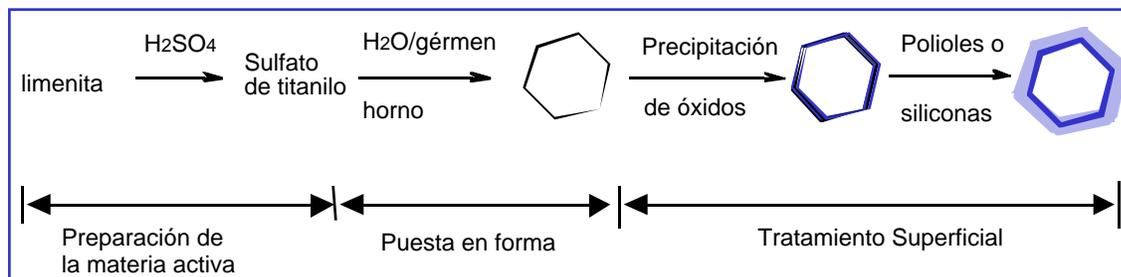


Figura 2.- Principales etapas de la preparación de pigmentos blancos a base de óxido de titanio.

Estas exigencias llevan al productor de pigmentos a hacer una serie de partículas de óxido de titanio que poseen un diámetro cercano a 300 nm y que están bajo la forma cristalográfica de  $\text{TiO}_2$  rutilo. Sin embargo, los cristales obtenidos así son pigmentos sin valor ya que son muy difíciles de dispersar en ciertos medios hidrófobos y las propiedades fotocatalíticas del  $\text{TiO}_2$  causan una degradación rápida de matrices orgánicas sometidas a radiación solar. Debe entonces someterse este polvo de rutilo a dos tratamientos superficiales antes de obtener las propiedades deseables para un pigmento opacificante. El primero es una precipitación en la superficie de cada monocristal de una capa fina de diversos óxidos metálicos ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) destinados a impedir el fenómeno de fotocatalísis, y el segundo es una micronisation en presencia de varios compuestos orgánicos (polioles, siliconas) encargados de individualizar las partículas de pigmento y de favorecer su dispersión en la matriz a opacificar.

Este ejemplo ilustra bien el proceso general que precede a la elaboración de una especialidad química:

(1) **Síntesis de un compuesto funcional;**

(2) **Puesta en forma adecuada** (acondicionamiento) **y asociación con coadyuvantes** encargados de mejorar su desempeño, facilitar su empleo por el cliente y asegurar el mantenimiento de sus propiedades en el tiempo;

(3) **Elección de una presentación** (líquido, polvo, granular, sólido, etc...) adaptada a las necesidades del cliente.

Este ejemplo no es único, la preparación, cristalización y tratamiento de la superficie de numerosas materias activas farmacéuticas o fitosanitarias proceden de la misma forma (por ejemplo: ácido acetilsalicílico, materia activa de la aspirina).

### 2.3. Farmacia y Paraquímica

Los campos de la farmacia y la paraquímica reúnen lo esencial de las industrias de formulación comprendido en el sentido del producto final destinado a otras industrias o al consumidor final.

- En el plano económico, la industria **farmacéutica** es la industria de formulación más importante. Ella debe dominar a la perfección dos oficios: primero debe ser capaz de descubrir nuevos **principios activos** que tengan una actividad terapéutica original; luego debe saber formularlos para transformarlos en especialidades químicas llamadas comúnmente “medicamentos”. Estos deben ser aceptables para el paciente y deben tener una relación beneficio terapéutico/toxicidad máxima. La operación de formulación tiene tal importancia que ha sido instituida como una disciplina universitaria autónoma, la **farmacia galénica**.
- El campo de la **paraquímica** es más heteróclito ya que comprende especialidades muy diversas que se destinan ya sea a otras industrias o al público en general. En algunas de ellas, como las fitosanitarias, los productos para la fotografía, los explosivos y, en menor medida, algunos cosméticos, encontramos que la noción de materia activa está asociada a los **auxiliares de formulación** encargados de facilitar la preparación del producto final, de

asegurar su estabilidad al almacenarlo en condiciones especificadas y permitir su utilización por el consumidor final. Para las otras especialidades tales como los detergentes, pinturas, barnices, tintas, pigmentos, lubricantes, perfumes y productos de higiene, la noción de materia activa es más difícil de separar de auxiliares, ya que muchos componentes de la fórmula juegan un papel importante en el desempeño del producto final.

## 2.4. Otras Industrias de Formulación

De hecho, un número de industrias de formulación no pertenecen al campo de la farmacia y de la paraquímica según la NAF. Como las precedentes, son llevadas a asociar un gran número de ingredientes para obtener un producto final utilizable, pero cada una de ellas tiene un cierto número de especificaciones.

- Así, la **industria agroalimentaria** tiene la particularidad de utilizar casi exclusivamente ingredientes de origen natural. Además, el hecho de que los productos alimenticios sean ingeridos cotidianamente por los consumidores ha llevado a los legisladores a imponer reglamentaciones particularmente severas en lo que concierne al número y naturaleza de los coadyuvantes sintéticos autorizados (colorantes, edulcorantes, agentes texturizantes, antioxidantes). En esto se parece a los campos de la farmacia y de la cosmética. Otra particularidad del campo alimenticio es la sofisticación de los procedimientos de preparación de la fórmula que permiten obtener una gran variedad de productos a pesar del número relativamente pequeño de materias primas. Las operaciones de transformación de los ingredientes y aditivos en un producto alimenticio consumible y su embalaje constituyen la ingeniería de procesos alimenticios.
- El otro gran campo en el que la formulación desempeña un papel importante es el de los **materiales** (plásticos, cauchos, vidrios, cementos) que están constituidos por una mezcla de componentes principales, responsables de la cohesión del material, además de numerosos coadyuvantes destinados a reforzar sus propiedades mecánicas (cargas, fibras), modificar su aspecto (pigmentos), facilitar su uso (modificadores reológicos) y aumentar su longevidad (antioxidantes, anti-UV).
- En fin, todas las industrias encargadas de poner en el mercado un producto final están obligadas a llevar a cabo una o más etapas de formulación para aumentar el rendimiento de sus productos, permitir su conservación o facilitar su uso. Así, las fibras textiles y los cueros son sometidos a tratamientos superficiales con el fin de modificar su apariencia y mejorar sus propiedades de uso (textura agradable, propiedades antimanchas, no-inflamables, anti-arrugas, etc...).

### 3. Especificidades de la Formulación

La característica más resaltante de los productos formulados es su extrema variedad en todos los niveles: composición, presentación o uso. Sin embargo, podemos encontrar entre ellos un cierto número de puntos comunes que los unen y que justifican que se les vean en conjunto.

#### 3.1. Ejemplo de una fórmula de polvo para lavar ropa

Para ilustrar las diferentes nociones desarrolladas en este artículo, hemos decidido apoyarnos en el ejemplo de un polvo para lavar ropa en lavadora cuya fórmula aparece en la tabla 2.

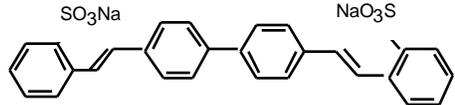
#### 3.2. Materias primas para la formulación

Entre los constituyentes de una fórmula, hay que distinguir a las **materias activas** (llamadas principios activos en farmacia) que cumplen las funciones de uso principales y los **auxiliares de formulación** (o aditivos, coadyuvantes, excipientes) que desempeñan diferentes papeles: asegurar las funciones de uso secundarias que figuran en las especificaciones, exaltar la eficacia de las materias activas, facilitar la preparación y aplicación del producto, mejorar su presentación y su conservación.

##### 3.2.1. Materias Activas

Por definición, las **materias activas** son los ingredientes más importantes de una fórmula ya que **cumplen con la función principal buscada**. El ejemplo más representativo de materia activa es el principio activo contenido en cada uno de los medicamentos. Cuando una materia activa predomina, nos referiremos a menudo a ella cuando evoquemos al producto formulado. Así, hablaremos de una pintura gliceroftálica, de un comprimido de aspirina o de TNT (2,4,6-trinitrotolueno) olvidándonos de los otros componentes de la fórmula que sin embargo tienen un rol esencial en el valor de uso del producto.

Ciertos tipos de especialidades (medicamentos, productos fitosanitarios, explosivos) no contienen sino una o dos materias activas claramente identificadas mientras que, para otras, las funciones de uso son múltiples y las materias activas también. En conclusión, ciertos compuestos (tensoactivos, perfumes, pigmentos, solventes, etc...) juegan el papel ya sea de activos, sea de coadyuvantes, dependiendo del tipo de especialidad a las que sean incorporados. Así, los solventes orgánicos son generalmente usados como auxiliares de formulación ya que sirven de vehículo bajo la forma líquida de compuestos orgánicos o de polímeros que serían sólidos o muy viscosos en su ausencia (tintas, pinturas, adhesivos). Su acción es temporal ya que se evaporan después de aplicar el producto. En cambio, adquieren el estatus de “activos” cuando se encuentran como removedores de pintura/sucio o desengrasantes y, en este caso, hay que por el contrario impedir o, al menos, detener su evaporación para darle tiempo al producto de actuar.

| Tabla 2.- Ejemplo de la composición de un jabón en polvo para lavar ropa  |  |       |   |
|---|--|-------|---|
| Ingredientes  | Estructuras Químicas   | Tenor | Papel   |
| <b>Materias Activas</b>   |  |       |   |
| Tensoactivos  | $C_9H_{19}$ —  — $SO_3Na$ | 8.5   | * Disminuyen la tensión superficial del agua y facilitan la mojabilidad de las fibras.<br>* Despegan y mantienen en dispersión los sucios grasosos y partículas |
|   | $C_{12}H_{25}$ — $SO_4Na$  | 4.0   |   |
|   | $C_{14}H_{25}(O-CH_2-CH_2)_7-OH$   | 2.0   |   |
| Perborato de Sodio  | $NaBO_3, H_2O$   | 10.0  | * Decolora por oxidación manchas de color.  |
| Enzimas   | Proteasa, amilasa, lipasa, celulasa  | 1.2   | * Degradan los sucios de origen natural y las fibrillas de algodón.   |
| Abrillantador óptico  |                           | 0.2   | * dan un color blanco brillante compensando el amarillo del textil  |
| <b>Auxiliares de Formulación</b>  |  |       |   |
| Jabón   | $C_{12}H_{25}-CO_2Na$  | 1.0   | *Antiespumantes   |
| Sílice hidrofobado  | Silicona adsorbida sobre sílice  | 0.6   |   |
| Zeolita   | $Na_{12}(AlO_2)_{12}(SiO_2)_x \cdot 27H_2O$  | 27.0  | * Anticalcáreo  |
| Copolímero maléico y acrílico   | $-[CH(COOR)-CH(COOR')-]_n-[CH_2(CH)-CH(COOH)-]_m$  | 4.0   | *Refuerza la acción anticalcárea  |
| Disilicato de Sodio   | $Na_2Si_2O_5$  | 7.0   | *Alcalinizante, anticalcáreo anticorrosivo  |
| Carbonato de Sodio  | $Na_2CO_3$   | 12.0  | *Alcalinizante anticalcáreo   |
| Carboximetilcelulosa de sodio   |  | 0.5   | *Agente de antiredeposición y anti-incrustación   |
| Tetraacetilédiamina (TAED)  |  | 3.0   | *Activador del perborato de sodio   |
| Arcilla   |  | 12.0  | *Suavizante y lubricante de las fibras de algodón   |
| Perfumes  | Compuestos orgánicos volátiles   | 0.6   | *da olor agradable después del lavado   |
| Agua y Sulfato de sodio   | $Na_2SO_4$   |       | Carga, cohesión de granulados   |
| (1) el número de carbonos indicado en la fórmula de los tensoactivos está dado a manera indicativa ya que en realidad se trata de mezclas de compuestos homólogos |  |       |   |

**Ejemplo:** el caso de la fórmula del polvo para lavar ropa presentado en la tabla 2 ilustra bien las dificultades que podemos encontrar en la clasificación de ingredientes en las categorías de materias activas o aditivos. En detergencia, la función principal “lavar ropa” implica la intervención de muchos fenómenos físico-químicos, químicos y enzimáticos para eliminar todos los tipos de sucios y devolverle a la ropa su suavidad y brillo inicial (ver Fig. 9).

Los **tensoactivos** disminuyen la tensión superficial del agua y facilitan la mojabilidad de las fibras, como la de las fibras artificiales menos hidrofílicas que el algodón. Su acción físico-química, reforzada por la agitación mecánica, permite despegar manchas grasosas y particulares de la tela y mantenerlas en solución micelar o en dispersión en el agua de lavado.

El **perborato de sodio** decolora, oxidándolas, las manchas de color (té, tinta) poco sensibles a la acción de los tensoactivos. Las enzimas degradan, de forma selectiva, ciertas moléculas naturales tales como los lípidos (lipasas), las proteínas (proteasas), los almidones (amilasas) y la celulosa (celulasas).

Los **abrillantadores ópticos** se adsorben sobre la tela de manera de darle un aspecto blanco brillante. Funcionan absorbiendo la parte UV del espectro solar que se reemiten bajo la forma de una fluorescencia azul que compensa la absorción en esta zona espectral, asociada con el amarilleamiento de las telas.

### 3.2.2.- Auxiliares de Formulación

De manera general, un producto constituido exclusivamente de materias activas no será útil. Hay entonces que asociarles un número a veces muy importante de auxiliares de formulación para permitirle cumplir su o sus funciones de uso. Existe un número importante de coadyuvantes que ayudan a mejorar el desempeño del producto en todas las etapas de su vida. Pueden ser clasificados en grandes familias según el que cumplan (ver Tabla 2).

❖ **Los activadores y los moderadores** son introducidos en la fórmula para **exaltar el efecto de los activos** (secantes, catalizadores) o, por el contrario, **para controlar su liberación** según una cinética predeterminada (microcápsulas, películas barrera) o **impedir una reacción** que no debe producirse en el momento de la aplicación. Estos conceptos se desarrollan particularmente en los campos farmacéuticos y agro-químicos en los cuales nos esforzamos en mejorar la relación efecto benéfico/efectos secundarios del principio activo. Es así como a veces los principios activos son encapsulados en vesículas que los vehiculan a sus blancos biológicos evitando su degradación prematura. Los otros campos de la formulación recurren igualmente a aditivos cuya única función es la de aumentar la eficacia de la materia activa.

**Ejemplo:** en el caso del polvo para lavar ropa, la **tetraacetiletilendiamina** (TAED) aumenta el poder blanqueador del perborato de sodio transformándolo en ácido paracético que decolora las manchas a temperaturas más bajas (50°C) que el perborato sólo (80°C). Los **aditivos alcalinizantes** (carbonato y silicato de sodio) y los **anticalcáreos** pertenecen igualmente a esta categoría ya que la detergencia se hace más efectiva en un agua suave y básica.

❖ **Los aditivos sensoriales** le dan al producto un olor, un sabor o una sensación táctil particular. Pueden entonces ser considerados como materias activas (campo agro-alimentario y de la perfumería) o aditivos (campo de la farmacia y de los productos de mantenimiento) según la importancia que tengan estas propiedades en el valor de uso del producto. Encontramos en esta familia los aromas, los edulcorantes, los perfumes y las siliconas que les confieren a las cremas cosméticas un tacto particular.

**Ejemplo:** en la fórmula de la lejía para ropa, la **arcilla** y la **celulasa** disminuyen la aspereza de la tela lavada suprimiendo las fibrillas de algodón y la calcárea incrustada y lubricando a las fibras de algodón.

- ❖ **Los modificadores del aspecto** se parecen a los aditivos anteriores ya que actúan sobre otro sentido, la vista. Incluyen diferentes compuestos capaces de interactuar con la luz tales como los pigmentos blancos opacantes, los pigmentos negros y coloreados, nacarados, los compuestos fluorescentes o fosforescentes y los agentes que producen un aspecto mate.
- ❖ **Los aditivos de procesos** reúnen a una gran gama de compuestos ya que incluyen a todos los auxiliares de formulación que facilitan las operaciones de preparación del producto y su aplicación.
- **Los diluyentes y las cargas (o relleno)** pueden ubicarse en esta categoría aunque no desempeñen ningún rol en la eficacia de la fórmula. En efecto, son a menudo introducidos en la fórmula para bajar su costo y aumentar su volumen o su peso. En realidad, son importantes ya que son ellos los que sirven de matriz a los compuestos activos y que facilitan así su manipulación asegurando la cohesión de los polvos y disminuyendo la viscosidad de las fórmulas líquidas. Se distinguen de otros coadyuvantes por dos características: son baratos y son incorporados en la fórmula en proporciones elevadas.

**Ejemplo:** en el polvo de lavar, el **sulfato de sodio** sirve de carga y de ligante de las partículas de polvo.

- Otra familia de aditivos de procesos, los **agentes de interfase** o **agentes compati-bilizantes**, actúan en el momento de mezclar los ingredientes que son en mayoría inmiscibles. Por ejemplo, en el caso de fórmulas en base acuosa en las cuales hay que dispersar partículas más o menos hidrofóbicas, añadimos humectantes que permiten la **mojabilidad de los polvos por el agua** y otros tensoactivos o polímeros hidrofílicos que facilitan la **dispersión de las partículas** en el medio. En el otro extremo de la cadena de vida del producto, es a menudo necesario añadir aditivos que permitan su aplicación.

**Ejemplo:** el caso del polvo para lavar es instructivo con respecto a esto. Si el polvo se usa para lavar a mano, es esencial que se forme una espuma abundante ya que es una señal visual asociada, erróneamente, a la eficacia del detergente. En cambio, para un detergente usado en una lavadora, la formación de espuma debe limitarse para evitar su desbordamiento. En este caso, un agente antiespumante tal como un **jabón** o una **sílica hidrófoba** debe ser incorporado.

- Una categoría muy importante de aditivos de proceso es la de los **agentes reológicos** que tienen por función la de actuar sobre el comportamiento fluidomecánico de compuestos líquidos o polvos. Según que facilita o inhibe el desplazamiento y según el campo de aplicación, se hablará de espesantes, gelificantes, agentes viscosantes o de textura o por el contrario de fluidificantes.
- Los **estabilizantes** incluyen una gran variedad de reactivos que evitan una degradación de la calidad del producto en el transcurso del tiempo bajo la influencia de fenómenos físico-químicos (sedimentación, floculación, demixión), químicos (oxidación, fotodegradación) o biológicos (ataque microbiano).

### 3.3. Conceptos generalizadores

Los conocimientos, las técnicas y los fenómenos físico-químicos puestos en juego durante la preparación, evaluación y aplicación de los productos formulados son innumerables. Sin embargo, sólo un pequeño número de ellos se encuentran sistemáticamente implicados cualquiera que sea el campo concerniente. Para resaltar estos conceptos generalizadores, hemos reportado, en la tabla 3, los principales puntos comunes que unen a los productos formulados y, frente a cada uno de ellos, las herramientas físico-químicas o metodológicas correspondientes.

#### 3.3.1. Físico-Química de la Formulación

- La primera característica de los productos formulados es su **microheterogeneidad** que resulta de la incompatibilidad de ciertos constituyentes aunque los mismos parezcan a menudo homogéneos a nivel macroscópico. Estos son entonces los sistemas dispersos que requieren de la presencia de agentes tensoactivos para asegurar la estabilidad del sistema. Por otra parte, muchos de ellos actúan bajo la forma de **películas delgadas** aplicadas sobre superficies variadas tales como metales (lubricantes), la madera o los materiales de construcción (pinturas), las fibras textiles (detergentes), las hojas (fitosanitarios), la piel o el cabello (cosméticos y productos de higiene). La físico-química de **interfases** (mojabilidad, adhesión, tensión interfacial, efecto de curvatura, capilaridad, etc...), de **tensoactivos** (adsorción en las interfases, balance hidrofílico/hidrofóbico, teoría de apilamiento, micelización, diagramas de fases, etc...), de **polímeros solubles** (parámetros de solubilidad, viscosidad, adsorción en las interfases, repulsión estérica, etc...) y de **sistemas dispersos** (emulsiones, microemulsiones, suspensiones, espumas, aerosoles, superficies cargadas eléctrica-mente, difusión de la luz, sedimentación, etc...) constituyen entonces la base de la físico-química de la formulación, sobre la cual el formulador debe apoyarse para concebir sus formulas. Sin embargo, la mayor parte de las leyes físicas no son verificadas cuantitativamente sino para los sistemas modelos simples que no contienen sino un pequeño número de componentes poco concentrados. La complejidad de las formulas reales y su concentración elevada limitan la validez de estas leyes y, en el mejor de los casos, no suministran sino un cuadro conceptual y guías cualitativas para el formulador.
- El **comportamiento reológico** de los productos formulados (newtonianos, reofluidizantes, reoespesantes, tixotrópicos, en el umbral de derramamiento) es otra propiedad primordial que el formulador debe dominar. En efecto, a lo largo de su vida, un producto es sometido a gradientes de cizallamiento muy diversos frente a los cuales se debe comportar de forma diferente.

**Ejemplo:** en el caso de una pintura, esta es sometida a un cizallamiento intenso en el momento de la dispersión del pigmento en la mezcla resina/solvente y del bombeo del producto final. En el transcurso de esta fase, la viscosidad debe disminuir (fluido reofluidizante) para evitar gastar una energía mecánica muy grande, el calentamiento excesivo de la mezcla o el deterioro de la bomba. En cambio, en el momento del almacenaje de la pintura, hay que mantener los pigmentos en suspensión; la adición de un aditivo capaz de conferirle a la fórmula un esfuerzo umbral constituye un excelente medio para tener éxito. Por último la viscosidad debe ser baja cuando el pintor aplique la pintura para disminuir los esfuerzos físicos pero debe aumentar después de su aplicación sobre un muro o techo para eliminar los problemas de derrames.

| <b>Tabla 3.- Principales puntos comunes de los productos formulados y herramientas conceptuales asociadas</b>   |   |
|---|---|
| <b>Puntos comunes</b>   | <b>Conceptos asociados</b>  |
| <b>Físico-Química de la Formulación</b>   |   |
| Productos microheterogéneos que actúan a nivel superficial o interfacial  | Físico-química de interfases, tensioactivos, polímeros solubles y sistemas dispersos                    |
| Presentados en forma de polvos o líquidos viscosos, pastas, tixotrópicos  | Reología de fluidos complejos y de polvos   |
| <b>Ingeniería de la Formulación</b>   |   |
| Sistemas termodinámicos inestables cuyas propiedades dependen del proceso de fabricación  | Ingeniería de Mezclas   |
|   | Procesos de puesta en forma   |
|   | Procesos de aplicación  |
| <b>Pruebas de Rendimiento</b>   |   |
| Productos evaluados según su rendimiento al aplicarlos y con la ayuda de los cinco sentidos:<br>- la vista (color, opacidad, brillantez);<br>- el olor, textura, gusto, oído. | Pruebas de aplicación   |
|   | Colorimetría, teoría de Mie   |
|   | Análisis Sensoriales  |
| <b>Herramientas Metodológicas</b>   |   |
| Mezclas complejas formadas por un gran número de constituyentes y que dependen de muchas variables  | Formulaciones asistidas por las herramientas quimiométricas (planos de experiencias, análisis de datos) |
|   | Estrategia de deformulación   |
|   | Bibliografías especializadas  |

Vemos entonces en este ejemplo que la viscosidad debe variar enormemente en función del gradiente de cizallamiento impuesto y en función del tiempo. La mayor parte de los productos formulados fluidos deben respetar limitaciones del mismo tipo; son los fluidos no-newtonianos que deben tener un perfil reológico preciso para satisfacer las especificaciones. La **reología de fluidos complejos** constituye entonces una de las disciplinas fundamentales de la formulación.

Los polvos y gránulos representan una parte importante de las especialidades químicas y de los productos formulados. Su fluidomecánica debe estar igualmente perfectamente dominado; en particular, hay que evitar el fenómeno de apelmazamiento durante el almacenaje y asegurarse que al momento de verter el polvo no habrán ni polvaredas, ni segregaciones de constituyentes de la fórmula. La reología de polvos interviene también en las diferentes operaciones de puesta en forma por compresión, en particular en la formación de pastillas para diferentes usos (farmacéutico, detergente).

### 3.3.2 Ingeniería de la Formulación

Todo el trabajo del formulador consiste en colocar las materias activas bajo una forma que se adapte a las condiciones de aplicación de la persona que lo va a utilizar. Para un tipo de producto dado, esas condiciones pueden ser extremadamente diversas.

**Ejemplo:** Si se considera el caso de las pinturas, los métodos de utilización corrientes comprenden : la aplicación de una pintura líquida con brocha o con rodillo, el remojo en un baño cataforésico seguido de una migración de la resina y de los pigmentos bajo el efecto de un campo eléctrico, y la proyección de gotas o de polvo sobre una superficie cargada o no.

Está claro que cada uno de estos procedimientos de aplicación exigirá un perfil reológico y propiedades fisicoquímicas precisas para la pintura utilizada. El tríptico Composición de la Fórmula / Procedimiento de Preparación / Tecnologías de la Aplicación constituye entonces un conjunto indisociable que el formulador debe dominar. El conjunto de los procedimientos llevados a cabo a lo largo de la preparación y de la aplicación de los productos formulados y los conocimientos que se derivan de allí, constituyen lo que nos proponemos llamar **ingeniería de la formulación**.

■ En el centro de esto, como punto importante, se ubica la **ingeniería del mezclado** que sustenta todas las operaciones de mezclado de los constituyentes de la fórmula. Estas operaciones son particularmente delicadas en cuanto a las especificaciones de los productos formulados, como son: un gran número de constituyentes a menudo inmiscibles, sistemas metaestables desde el punto de vista termodinámico, o comportamientos reológicos complejos. Partiendo de una fórmula idéntica, una modificación aun mínima de las características mecánicas del mezclador puede conducir a una modificación radical de la estructura y por lo tanto del desenvolvimiento del producto obtenido.

Para clasificar las principales técnicas llevadas a cabo para preparar estas mezclas microheterogéneas, hemos utilizado un triángulo en cuyos vértices se encuentran las tres morfologías en las que pueden presentarse las materias primas: gaseosa, líquida o pastosa y sólida pulverizada. Las flechas que las unen corresponden a una dispersión de la fase de partida dentro de la fase de llegada. Las flechas curvas que parten de las puntas significan que se trata de mezclar dos fases de la misma morfología pero inmiscibles entre ellas (Figura 3).

### 3.3.3 Pruebas de Aplicación

El interés de una especialidad reside en su valor de uso: esta afirmación impone a los fabricantes de estos productos efectuar dos tipos de medidas para verificar su conformidad con las especificaciones, comparar sus desempeños con respecto a los productos competidores y verificar su efectividad en cuanto a las expectativas de sus clientes (ver sección 4.2).

Las medidas del primer tipo no son específicas de los productos formulados; ellas engloban las especificaciones físicas (granulometría, viscosidad, propiedades ópticas), químicas (conformidad de la pureza y de las proporciones de los ingredientes) y biológicas (cantidad de microorganismos) que deben ser controlados durante la fase de fabricación. Las del segundo tipo reúnen el conjunto de las pruebas de desempeño encargadas de evaluar el comportamiento de producto durante las fases de vida ulteriores: almacenamiento, utilización y eliminación después de su uso.

Las principales medidas efectuadas sobre los productos formulados están representadas en la figura 4 según un eje cronológico que distingue aquellas que conciernen al productor y aquellas que interesan más particularmente al cliente (almacenamiento y utilización y, a veces, su futuro en el ambiente).

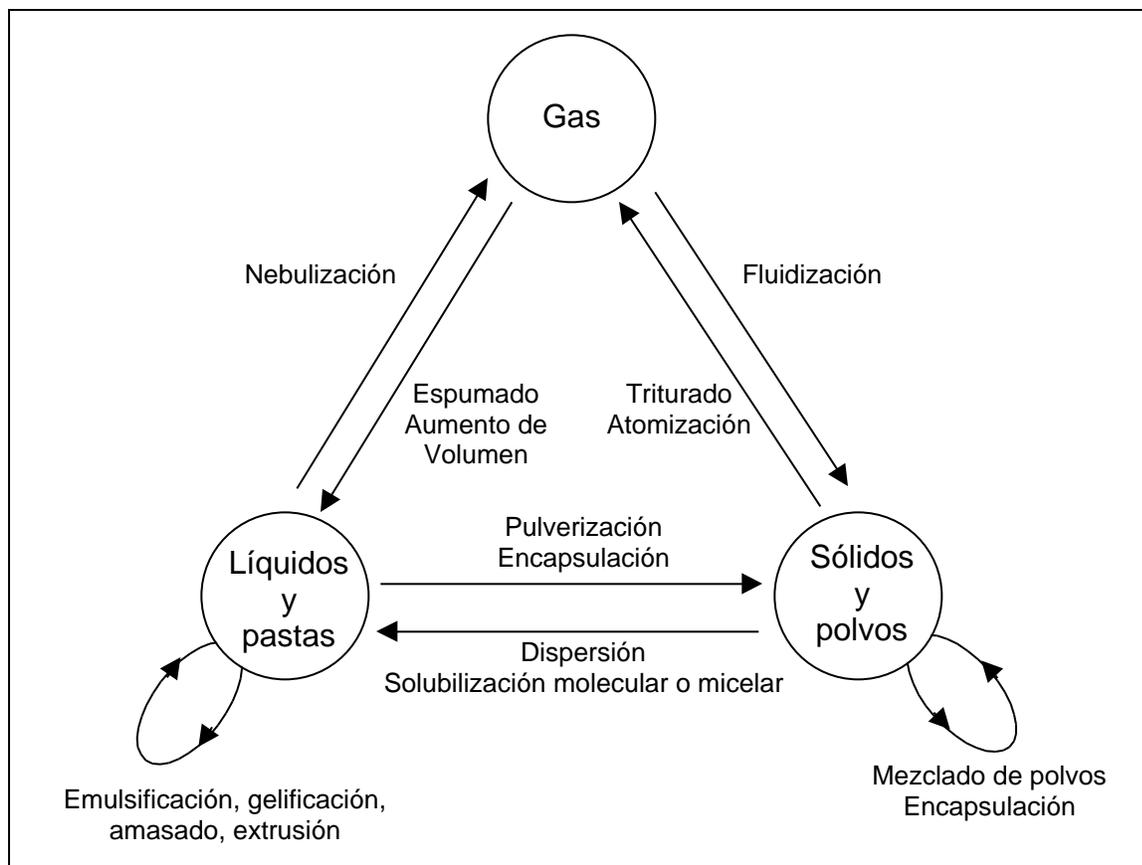


Figura 3. Principales operaciones de la ingeniería de mezclado

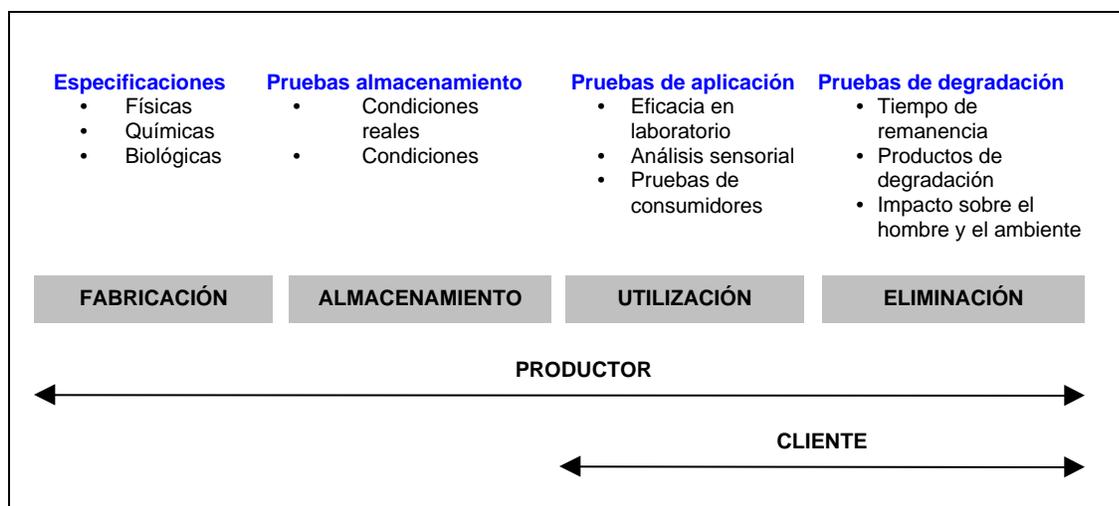


Figura 4. Principales medidas efectuadas a todo lo largo de la vida de una especialidad

■ La aptitud de un producto para soportar un **almacenamiento** durante varios meses sin disminución significativa de sus propiedades es una condición necesaria al emplearse. Esto puede ser verificado al almacenar prolongadamente en repisas para reproducir las condiciones reales estándares, sin embargo estas medidas son completadas generalmente sometiendo al producto a una serie de ciclos de congelación (- 5 °C) / y descongelación (50 °C) con el fin de asegurar que él permanecerá utilizable aun en caso de almacenamiento en condiciones extremas (conservación en invierno en un almacén sin calefacción o exposición en una vitrina en pleno verano).

■ Otra serie de medidas que se vuelven cada vez más inevitables a medida que los problemas ambientales son tomados en cuenta por los poderes públicos y por los consumidores, son las **pruebas de degradación** que examinan el futuro de los productos después de utilizarlos. El problema es menos agudo cuando las especialidades son destinadas a otras industrias que pueden efectuar operaciones de reciclaje o tratamiento de desechos. En cambio, se vuelve primordial cuando las especialidades se comercializan a gran escala entre el público o los agricultores, ya que aun cuando comienza a organizarse una recolección selectiva (plásticos, vidrios, etc), la mayor parte de los productos utilizados terminan en la atmósfera (aerosoles, solventes), en las aguas negras (detergentes, productos de higiene), o en el suelo (plásticos, fitosanitarios). Los productores de especialidades deben entonces integrar este parámetro al momento de la concepción de la fórmula con el fin de comercializar productos que se esfuercen en estar satisfaciendo estas condiciones “de principio a fin”.

■ Las **pruebas de aplicación** tienen como propósito evaluar el desempeño de un producto, al replicar en forma simplificada y reproducible, sus condiciones reales de utilización.

Para ellas se aplican las **pruebas normalizadas por la profesión** de forma de permitir la comparación de los resultados obtenidos por los diferentes productores, sus clientes (industrias, distribuidores) y los organismos más o menos oficiales (poderes públicos, institutos de consumo).

**Ejemplo:** así los productores de detergentes utilizan los TERGOTOMETROS en todo lo que lavan, con una cantidad dada de detergente, tratando las piezas de tela manchadas artificialmente con las manchas representativas más comunes (té, vino, grama, sangre, pintura de labios, etc.)

• Una vez que el producto está listo para ser comercializado, se efectúa una serie de ensayos frente a un **panel de clientes** representativo de los compradores potenciales. La escogencia de los miembros del panel es una operación delicada porque cada cliente tiene sus propias costumbres y su propio ambiente que influye notablemente sobre el desempeño obtenido. Este fenómeno es tanto más importante cuando la clientela es amplia y no profesional.

**Ejemplo:** el caso del detergente en polvo es demostrativo en este sentido, ya que el desempeño de un detergente dado varía en función de numerosos factores sobre los cuales el formulador no tiene influencia, tales como la naturaleza de la mancha, el tipo de textil, la dureza del agua, una tendencia a la sobre o subdosificación del detergente y la periodicidad de los lavados.

Es por esto, que para los productos para el “público en general”, las pruebas de consumidores son indispensables.

- Otra particularidad de los productos destinados al “público en general” proviene de los criterios sensoriales que son aplicados para evaluar la calidad de los productos. Para todos los desempeños que conciernen a la apariencia visual (brillo, color, opacidad), existen aparatos ópticos (brillómetro, espectrocolorímetro) capaces de superar el ojo humano. Las medidas colorimétricas de superficies opacas pueden entonces efectuarse de forma precisa y reproducible. Ellas permiten al formulador, resolver, a través de una manera racional, los problemas corrientes como el contra-tipeo de los colores o el reemplazo de un pigmento por otro. En cambio, para los otros tres sentidos que contribuyen frecuentemente en la formulación, el tacto (la textura, la suavidad, la flexibilidad), el gusto (sabores amargo, ácido, dulce y salado) y el olfato, no se disponen de aparatos de medida capaces de reemplazar al hombre. Sin embargo debe resaltarse que, en ciertos casos, las medidas mecánicas y reológicas pueden estar correlacionadas con impresiones táctiles. En todas las situaciones donde los órganos sensoriales se vuelven irremplazables, es necesario llevar a cabo un método de análisis sensorial para evaluar el desempeño de un producto. Esto se apoya sobre una metodología rigurosa para tener en cuenta la variabilidad intrínseca de los jurados humanos (preferencia personal, sexo, edad, referencias culturales, fatigabilidad, etc.) y sobre los tratamientos estadísticos adecuados para llegar a conclusiones indiscutibles.

#### 3.3.4 Herramientas Metodológicas

Los productos formulados son constituidos por un gran número de materias primas las cuales (materias primas naturales, surfactantes noiónicos, cortes petroleros, compuestos macromoleculares) son por sí mismas mezclas de componentes puros. Ellas son a menudo microheterogéneas y están en un estado metaestable a razón de la inmiscibilidad de ciertos ingredientes. Para una misma composición de partida, se puede entonces obtener mezclas finales de estructuras diferentes variando el protocolo de fabricación utilizado . Del mismo modo, una modificación menor de la proporción de un ingrediente o de su origen puede modificar notablemente la estabilidad de la fórmula. Los productos formulados son por tanto sistemas complejos cuyo desempeño en la aplicación depende de un gran número de parámetros de constitución o formulación (naturaleza de los ingredientes), de proporción (porcentajes relativos de la materia prima) y de procesos (parámetros relativo al método de preparación).

Enfrentándose a esta multitud de variables, el formulador debe esforzarse en encontrar rápidamente una fórmula que presente el mejor compromiso valor de uso — precio de costo, tratando de satisfacer todos los criterios de desempeño establecidos en las especificaciones. Existen diversas metodologías para alcanzar este objetivo.

■ La **manera tradicional** consiste, a partir de una fórmula y de un protocolo estándares, en **modificar uno después del otro cada uno de los parámetros** del cual depende el sistema, esperando conseguir, poco a poco, el óptimo. Este presenta varios inconvenientes.

- 1) Sólo se evalúan las condiciones operacionales cercanas a las condiciones estándares.
- 2) La influencia cruzada de varios parámetros no se toma en cuenta.
- 3) La influencia de cada parámetro no es estimada más que por 2 ó 3 experiencias, por lo que la precisión es a menudo mediocre.

■ Otra vía, llevando a cabo los **planes de experiencias**, permite abordar más eficazmente ciertos problemas encontrados en formulación. Ellos son concebidos de forma que pueda establecerse una relación entre los factores (naturaleza y proporción de los ingredientes, variables de proceso) y las respuestas (medidas fisicoquímicas o resultados de pruebas de aplicación) que permitan calificar el producto obtenido. El análisis matemático de este problema muestra que es preferible hacer variar simultáneamente todos los factores si se quiere obtener la información deseada (influencia de cada factor y de sus interacciones) con la mejor precisión posible.

Estas herramientas metodológicas son particularmente útiles para el formulador en razón de las especificidades de los problemas a los que debe enfrentarse.

- En una primera etapa, el formulador debe escoger entre diversos ingredientes y varios tipos de procedimientos, cada uno de ellos dependiente de un gran número de parámetros. Estas preguntas realzan el problema general del **cribado de un gran número de factores** que puede ser tratado eficazmente, y con un gran ahorro de medios, por los planes de experiencias clásicas tales como las matrices ponderadas o las matrices factoriales fraccionarias o con las matrices de experiencia “a la medida” construidas gracias a algoritmos de permutación que permiten estudiarlos problemas en los cuales cada factor puede tomar un número cualquiera de valores.

- El segundo gran tipo de problema encontrado sobreviene en una fase posterior del estudio. Se trata de determinar las **proporciones ideales** de cada constituyente o las **condiciones óptimas** de las variables cuantitativas del proceso. Para alcanzar este objetivo, se debe ser capaz de predecir el valor de las respuestas en el interior del dominio experimental delimitado por los valores extremos de los diferentes factores. Esta predicción puede realizarse si se dispone de un modelo matemático, para cada una de las respuestas, que sea capaz de representar convenientemente las respuestas al interior del dominio experimental. El objetivo de esta metodología de superficies de respuesta es obtener un modelo que se presente bajo la forma de una ecuación donde se visualice gráficamente las variaciones bajo la forma de curvas de nivel (figura 5).

El interés de estas superficies de respuesta reside en su capacidad de predecir de forma confiable el valor de las respuestas para todo punto situado al interior del dominio experimental y entonces de localizar el punto de funcionamiento óptimo. Otro interés de estas superficies de respuesta se sitúa a nivel del mantenimiento de la calidad del producto. El estudio de las variaciones de superficies de respuesta alrededor del punto de funcionamiento permite saber si el protocolo de fabricación es **robusto**, es decir si puede tolerar fluctuaciones de los factores sin que ocurra una disminución notable de la calidad del producto.

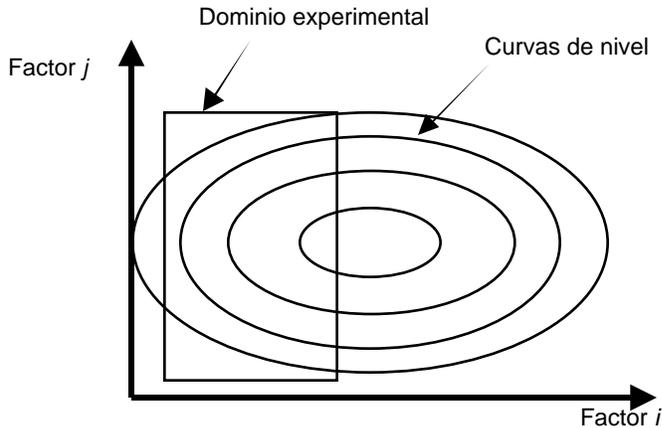


Figura 5. Curvas de nivel representando las variaciones de la respuesta en función de los valores de los factores  $i$  y  $j$

- Al momento de escoger el plan de experiencias, se deben distinguir dos tipos de factores. Los primeros reúnen los parámetros que pueden ser modificados independientemente unos de otros. Su influencia puede ser estudiada por planes de experiencias tales como las **matrices compuestas** o las **redes de Doehlert**. El segundo tipo de factores corresponde a la proporción de los ingredientes presentes en una cantidad notable (>5%). Es imposible hacer variar la proporción de uno de estos constituyentes sin hacer variar las de los otros porque la suma de ellos debe ser siempre igual a 100%. Los planes de experiencias de mezclas tales como las **matrices de Scheffé** se han desarrollado para estudiar este tipo de problema.

- Otra característica importante de los problemas estudiados en formulación es el gran número de respuestas que deben ser optimizadas simultáneamente. La búsqueda del **mejor compromiso posible entre el valor de uso — precio de costo** es particularmente delicado debido al número de esas respuestas que varían en sentidos opuestos. Un producto que parece excelente según un criterio resulta frecuentemente inaceptable para con otro. La noción de **función de deseabilidad** permite resolver elegantemente el caso de problemas con respuestas múltiples.

El principio del método consiste en definir, para cada una de las respuestas  $Y_i$ , una función de deseabilidad parcial  $d_i$ . Esta varía entre 0 y 1 siguiendo la variación entre el valor de la respuesta y el valor deseado. Este valor es entonces nulo cuando la respuesta es inaceptable, y es igual a 1 una vez que la respuesta es satisfactoria con respecto a las especificaciones, y se encuentra entre 0 y 1 si el valor es más o menos aceptable (Figura 6).

Todas las deseabilidades parciales están entonces combinadas juntas en una función de deseabilidad global  $D$  que se expresa generalmente como la media geométrica de  $n$  funciones  $d_i$  :

$$D = \sqrt[n]{d_1 d_2 \dots d_n}$$

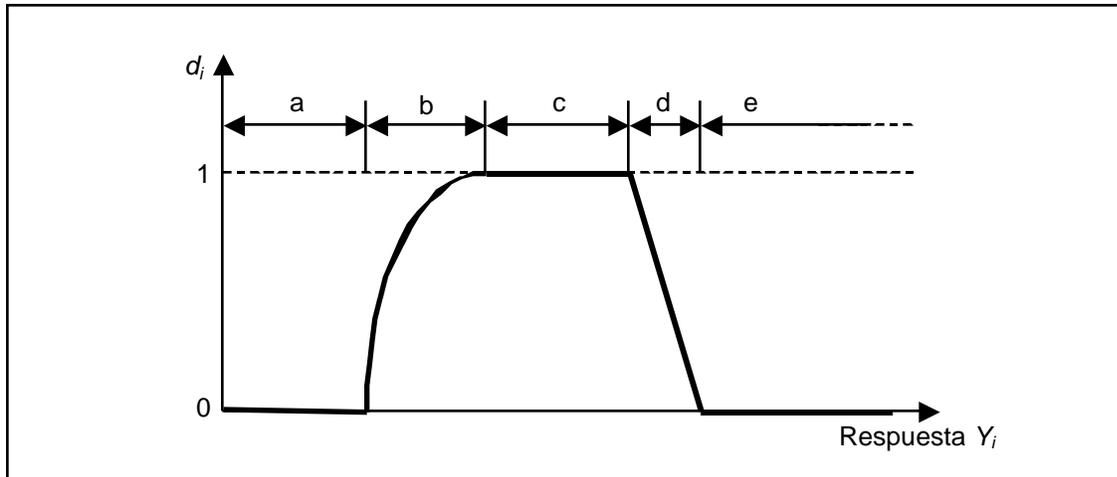


Figura 6. Ejemplo de perfil de función de deseabilidad parcial, mostrando las zonas inaceptables (a, e), aceptables (b, d) y satisfactoria (c)

La función  $D$  es entonces nula cuando una sola de las respuestas es inaceptable y el valor máximo de  $D$  corresponde al mejor compromiso posible.

Por principio de construcción, un método de planes de experiencias debe ser programada a priori, es decir antes de la fase de experimentación y ella debe necesariamente conseguir resultados de buena calidad para una explotación estadística ulterior.

■ El **análisis de datos** es un método complementario del precedente en el sentido que él interviene a posteriori, una vez que las experiencias se realizan. Las dos herramientas pueden ser empleadas sucesivamente o independientemente una de la otra. A menudo pasa que el formulador dispone de tablas matriciales muy extensas en las cuales figuran las respuestas cifradas o literales en función de diversos factores. Este puede ser, por ejemplo el caso de datos recabados a nivel de un taller de producción. La pregunta formulada es para saber si la tabla contiene una información explotable. Para responderla, varias técnicas, conocidas bajo el término genérico de **análisis factoriales**, están disponibles. El principio de estos análisis consiste en examinar el conjunto de resultados para buscar las representaciones gráficas más informativas. La formulación no presenta especificidades en este tipo de problema, por lo tanto no se detallarán las técnicas utilizables pero se aconseja a los lectores interesados consultar obras especializadas al respecto.

La metodología de los planes de experiencias, muy eficaz cuando se trata de seleccionar la materia prima o de optimizar una fórmula, no pretende suministrar una interpretación científica de los resultados obtenidos. Si lo que se quiere es sacar de cada serie de experiencias algunas leyes que puedan aplicarse a los problemas futuros, es preferible hacer antes y después de cada plan de experiencias, un análisis fisicoquímico de los fenómenos que intervienen en el momento de la preparación, la conservación y la caracterización del producto formulado.

## 4. Estrategias de Formulación

Los ingenieros a los que atañe la formulación tienen objetivos diversos según si pertenecen a una sociedad productora de especialidades químicas o a una sociedad encargada de colocar en el mercado un producto terminado como un producto farmacéutico o paraquímico. En el primer caso ellos buscan desarrollar nuevos productos apoyándose sobre **relaciones estructura molecular — función técnica** (colorear, espesar, perfumar, inactivar microorganismos, etc.), mientras que los segundos, mas en aguas abajo, razonan mayormente en términos de **relaciones función técnica de los ingredientes — desempeño del producto terminado** (proteger y decorar una pared, limpiar los dientes, formar una imagen, etc.)

Más allá de esta diversidad, ellos presentan muchos puntos comunes que resultan de su posición de enlace en la empresa. En efecto, estando encargado de transformar un concepto original o un nuevo material activo en un producto directamente utilizable por un cliente respetando las especificaciones preestablecidas, los lleva a dialogar con numerosos interlocutores internos o externos a la empresa.

### 4.1. El Formulador, un hombre de diálogo y de compromiso

El formulador constituye un eslabón importante en el proceso de elaboración de un producto terminado, pues es a él a quien se le confía la misión de transformar uno o varios materiales activos en un producto, que posea el desempeño requerido y un costo aceptable, práctico en su utilización, respetuoso de la legislación en vigor y sin peligro para el consumidor y el ambiente.

Su función en la empresa lo lleva entonces a mantener un dialogo permanente con numerosos socios dentro o fuera de la empresa (figura 7) en particular con:

- ❖ El servicio de mercadeo que define el objetivo a alcanzar y las especificaciones a respetar.
- ❖ El servicio de empaçado o envasado que concibe la presentación mas conveniente para el producto terminado y el modo de distribución mas práctico para el cliente.
- ❖ Los organismos oficiales que fijan el marco reglamentario de los ingredientes autorizados en cada sector de aplicación y para cada país.
- ❖ El área de investigación y desarrollo que suministra la materia activa original a formular o los nuevos conceptos fisicoquímicos a aplicar.
- ❖ Los proveedores de especialidades químicas que proponen las materias activas convencionales y los auxiliares de formulación.
- ❖ El laboratorio de toxicología que selecciona las materias primas aceptables según las reglamentaciones en vigor y según los criterios propios de la empresa. Evalúa igualmente la ecotoxicidad del producto final.
- ❖ Los laboratorios de aplicación, a menudo integrados con el servicio de formulación, que evalúan el desempeño en aplicación de las fórmulas en curso de desarrollo;
- ❖ Los servicios de desarrollo y producción que precisan las técnicas puestas a punto disponibles (o considerables) en la empresa.

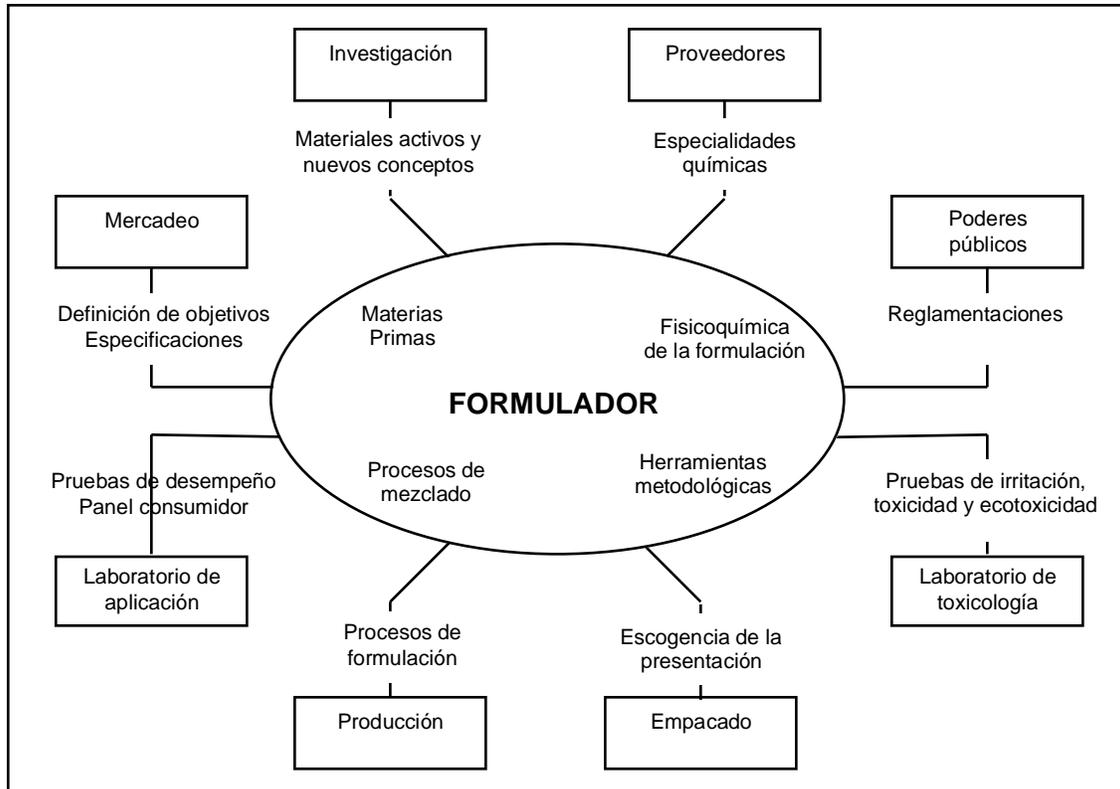


Figura 7. Socios con los cuales el formulador sostiene un diálogo permanente

El formulador debe entonces aprovechar todas estas ayudas y tener en cuenta sus restricciones al momento de elaborar su fórmula. Para lograr sus objetivos el formulador debe antes dominar cuatro tipos de **conocimientos** (cf 3.3):

- Las materias activas y los auxiliares de formulación autorizados en su propio dominio de actividades. Esto incluye el conocimiento de las propiedades fisico-químicas y de las estructuras químicas de cada ingrediente. Pero es sobre todo la función técnica (espesar, colorear, opacar, etc.) que va a cumplir cada constituyente a nivel de la fórmula final la que debe ser perfectamente conocida.
- La fisico-química de la formulación que da al formulador un marco conceptual que le permite adoptar un método racional en el momento de la elaboración de sus fórmulas y de explicar las **sinergías** (desempeño de la fórmula mas elevado del esperado sobre la base de los ingredientes separados) o de los **antagonismos** (desempeño menos eficientes que los esperados).
- La ingeniería de la formulación que comprende la ingeniería de las mezclas, los procesos de puesta en forma y de aplicación de las fórmulas (pulverización, aplicación con brocha, recubrimiento inducido, etc.), porque son a menudo éstas últimas que imponen la forma (sólida, pulverizada, pastosa o líquida) y el perfil reológico del producto final.

- En fin, el formulador debe poseer un cierto número de herramientas metodológicas (propiedad y estrategia industrial, planes de experiencias, análisis de datos, deformulación) que le permitan adquirir rápidamente el estado del arte en un dominio nuevo para él y conseguir más rápidamente un producto satisfactorio.

## 4.2. Especificaciones

Desde el momento que una sociedad decide elaborar una especialidad química o un producto formulado para responder a una necesidad explícita o supuesta del mercado, ella comienza por realizar un **estudio de mercado** para:

- (1) Identificar las necesidades de los clientes potenciales.
- (2) Recontar los modos de aplicación utilizados.
- (3) Localizar los productos competidores y, en particular, el producto “líder” que servirá de referencia en términos de precio y de desempeño.

Una vez reunida toda esta información, el responsable del proyecto procede a un análisis funcional del producto y establece, en concertación con el laboratorio de aplicación, unas especificaciones fijando el marco técnico, reglamentario y económico que quien concibe el producto debe respetar (tabla 4).

| <b>Tabla 4 – Especificaciones de un detergente para lavar la ropa</b> |  |
|---|--|
| <b>CRITERIOS TÉCNICOS</b>   |  |
| <b>Funciones de uso:</b>  |  |
| • principales:  | limpieza de la ropa  |
| • secundarias:  | conservación o restauración de la suavidad de la ropa<br>prevención de la transferencia de colores de un artículo a otro |
| • terciarias:   | aporte de un olor a limpio a la ropa lavada y secada   |
| <b>Procedimientos de preparación y aplicación:</b>                    |  |
| ❖ preparación:  | Homogeneidad del polvo<br>Cohesión del polvo   |
| ❖ utilización:  | Ausencia de espuma al momento del lavado a máquina<br>Fluidez del polvo<br>Rápida dispersión en el agua                  |
| <b>RESTRICCIONES REGLAMENTARIAS</b>                                   |  |
| Protección del consumidor<br>Respeto del ambiente                     |  |
| <b>RESTRICCIONES ECONÓMICAS</b>                                       |  |

■ Existen dos tipos de **criterios técnicos**, aquellos que están relacionados a las funciones de uso y aquellos que señalan las restricciones debidas a los procesos.

- Las **funciones de uso** reúnen todos los resultados buscados por el cliente; ellas pueden clasificarse en tres clases según su importancia para el que utiliza el producto y el grado de sofisticación del mismo.

Las **funciones de uso principales** corresponden a las necesidades mínimas del cliente; ellas las cumplen los materiales activos de la fórmula.

**Ejemplo:** en el caso del detergente para lavar, la función principal corresponde a la limpieza de la ropa, es decir la eliminación de todos los tipos de manchas y sucios depositados en la ropa.

Las **funciones secundarias** corresponden al desempeño técnico menos estrictas que los anteriores, pero que el consumidor esperará de un producto evolucionado y sobre los cuales fundamentará sus preferencias.

**Ejemplo:** en detergencia, este podrá ser la suavidad de la ropa, el reavivamiento de los colores o la prevención de la transferencia de colores de un artículo a otro.

Las **funciones terciarias** son de naturaleza hedónica; ellas son asociadas al placer que el consumidor pueda sentir al momento o después de la utilización del producto (olor a limpio que se mantenga en la ropa después del lavado). Ellos pueden igualmente hacer referencia a otros componentes emocionales del cliente tales como la satisfacción de contribuir con respecto al ambiente comprando un producto formulado a partir de ingredientes completamente biodegradables y elaborados a partir de recursos vegetales renovables.

- Las **restricciones de proceso** incluyen los criterios de **factibilidad industrial** y los **criterios de aplicabilidad**.

Los primeros son destinados a asegurarse que será posible fabricar, transportar y almacenar el producto en condiciones de calidad, higiene y seguridad satisfactorias. Las segundas conciernen al consumidor que desea una utilización simple, rápida y sin peligro del producto terminado.

**Ejemplo:** en el caso del detergente para lavar, el formulador debe escoger un proceso de mezclado de los ingredientes y de puesta a punto del polvo para lavar de forma que:

(1) cada gránulo posea una composición idéntica;

(2) los constituyentes incompatibles (perborato, TAED, enzimas) no reaccionen entre ellos durante el almacenamiento;

(3) la morfología, las propiedades mecánicas y las propiedades superficiales del polvo permitan una buena fluidez y una dispersión rápida en el agua de lavado evitando su pulverización o compactación durante su almacenamiento o manipulación.

En cuanto a lo que concierne al desempeño del detergente, el formulador debe saber si el producto está destinado al lavado a mano o en lavadora americana que funciona por agitación intermitente, o al contrario, al mercado de lavadoras europeas de tambor, en cuyo caso debe incorporarse un sistema antiespumante a la fórmula.

■ Las **restricciones de tipo reglamentario** limitan cada día más la gama de ingredientes utilizables por el formulador. El sector sometido a la reglamentación mas estricta es el dominio agroalimentario para el cual los únicos aditivos autorizados figuran en las llamadas **listas positivas** mientras que los otros sectores deben simplemente evitar recurrir a los ingredientes registrados en las **listas negativas**. Teniendo cada país su legislación propia, deberá estar particularmente atento a los ingredientes utilizados en los productos destinados a los mercados globales (cosméticos, detergentes).

De una manera general, un gran número de formulaciones terminan en el ecosistema después de su uso. La **biodegradabilidad** es entonces un criterio esencial de selección de los ingredientes empleados.

### 4.3 Acercamiento global

Teniendo que concebir una fórmula respetando unas especificaciones dadas, el formulador deberá recorrer el ciclo de elaboración de la figura 8 que debe llegar al establecimiento de una **fórmula** (lista y proporciones de los constituyentes), de un **protocolo** preciso de fabricación (orden de incorporación de los ingredientes, temperatura, tiempo de contacto, velocidad de mezclado, propiedades fisicoquímicas a controlar durante el proceso, etc.) y una descripción de los **procesos** llevados a cabo.

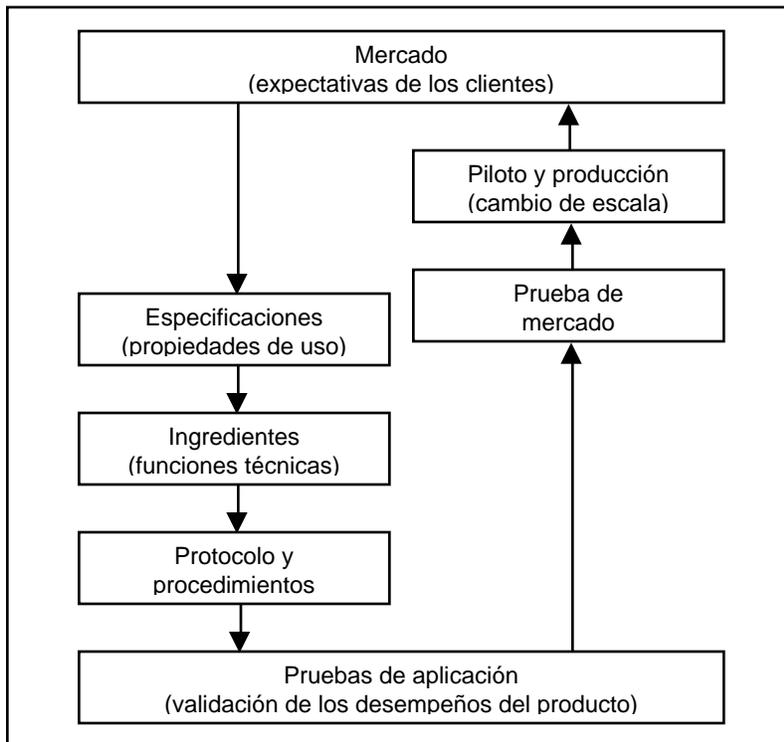


Figura 8. Ciclo de elaboración de un producto formulado

La primera etapa consiste en traducir la **descripción funcional** del producto que figura en las especificaciones (tabla 4) en una **descripción estructural**. Esta se efectúa en dos etapas; primeramente, se asocia, a cada función de uso, una o varias familias de compuestos (espesantes, emulsificantes, pigmentos, solventes, etc.) susceptibles de cumplir, total o parcialmente, la función requerida; después se precisa su escogencia seleccionando un compuesto particular teniendo en cuenta su precio, las reglamentaciones en vigor y sus interacciones con los otros ingredientes.

La segunda etapa corresponde a la **asociación de materias primas**. La puesta a punto del protocolo de preparación y la escogencia del proceso debe tener en cuenta la morfología y de la estabilidad química y térmica de los ingredientes y de la forma de presentación (líquida, pastosa, pulverizada, sólida, etc.) buscada para el producto final.

Esta fase de preparación debe estar seguida de una fase de **validación** de los productos en curso de desarrollo. Ella se efectúa sometiendo el producto candidato a pruebas de desempeño y comparando los resultados obtenidos con aquellos exigidos por las especificaciones.

En fin, una vez que la fórmula es validada por el laboratorio, es transmitida al servicio de desarrollo que traspassa, a la escala piloto, el protocolo puesto a punto en escala de laboratorio. El producto es ahora evaluado nuevamente en las condiciones más cercanas a las condiciones reales de uso (evaluación de medicamentos a doble ciego en pacientes voluntarios, ensayos en el campo para los productos agroquímicos, lavado de la ropa del personal de la fábrica para un nuevo detergente, pruebas de productos capilares a media cabeza en voluntarios, etc.)

En la práctica, el formulador se encuentra enfrentado a problemas de amplitud y dificultad variada.

a) En ciertos casos, se le pide simplemente **ajustar una fórmula existente** para responder a las nuevas demandas o para adaptarse a nuevas restricciones. La lista no exhaustiva presentada a continuación recuenta algunas de las razones por las cuales una fórmula es llevada a sufrir este tipo de ajuste:

- ❖ reemplazo de una materia prima por otra por razones de precio, de cambio de proveedor o por tener en cuenta una reglamentación más restrictiva;
- ❖ modificación de una propiedad de uso ya presente para adaptarse a las evoluciones del mercado o para invertir en uno nuevo;
- ❖ ajuste de una propiedad adicional destinada a facilitar la fabricación (agente de desmolde), el almacenamiento (antiapelmazantes, biocidas) o la aplicación (agente humectante) del producto o para conferirle una nueva propiedad de uso (olor, color, brillo).

b) En otros casos más complejos, las modificaciones consideradas son tales que la **arquitectura misma de la fórmula debe cambiarse totalmente** :

- ❖ nueva forma de presentación del producto (paso de un detergente en polvo a un detergente líquido);
- ❖ elaboración de una fórmula basada en un material activo original;

- ❖ aplicación de un nuevo concepto fisico-químico (líquidos detergentes estructurados basados en el principio de los liposomas, emulsiones múltiples) o de un nuevo proceso de elaboración (miniemulsiones obtenidas por muy alta presión);
- ❖ concepción de productos “dos en uno” como los shampoos acondicionadores.

Para resolver el primer tipo de problemas, el formulador adopta generalmente un **acercamiento global**, es decir que a partir de la fórmula de la que él dispone, opera cambios por toques sucesivos modificando la naturaleza y las proporciones de uno o varios ingredientes hasta lograr una nueva fórmula que posea las propiedades de uso buscadas. En el segundo tipo de problemas, el acercamiento global puede igualmente conducir a un resultado aceptable. En este caso, el formulador se inspira en fórmulas aparentes referidas en el formulario de su sociedad o de fórmulas simplificadas llamadas “de orientación” suministradas por los distribuidores de materia prima, o aún de fórmulas competidoras ya comercializadas en las cuales el conoce la composición por deformulación (ver sección 4.5.2) o gracias a un análisis de patentes.

El principio del método global consiste en intentar correlacionar directamente las modificaciones aportadas a la fórmula de partida (naturaleza y proporción de los constituyentes, protocolo y procedimiento de preparación) con los desempeños medidos. Esta operación puede ser realizada por tanteo y error probando uno a uno los ingredientes potenciales y ajustando poco a poco sus proporciones. Con mucha suerte o con una gran experiencia, este método empírico puede conducir a un producto conveniente. Se ha visto en el párrafo 3.3.4 que las herramientas metodológicas (planes de experiencias y análisis de datos) pueden rendir ciertos frutos mucho más eficaces facilitando la selección de los ingredientes y la optimización de las proporciones. No obstante, puede pasar que el formulador tenga que escoger entre un número considerable de materias primas potenciales, en el caso que ni el método del “estante\*”, ni los planes de experiencias clásicas pueden venir a ayudarlo. Así, una vez que se busca reemplazar un surfactante o un solvente por otro, se encontrará frente a varias centenas de compuestos candidatos.

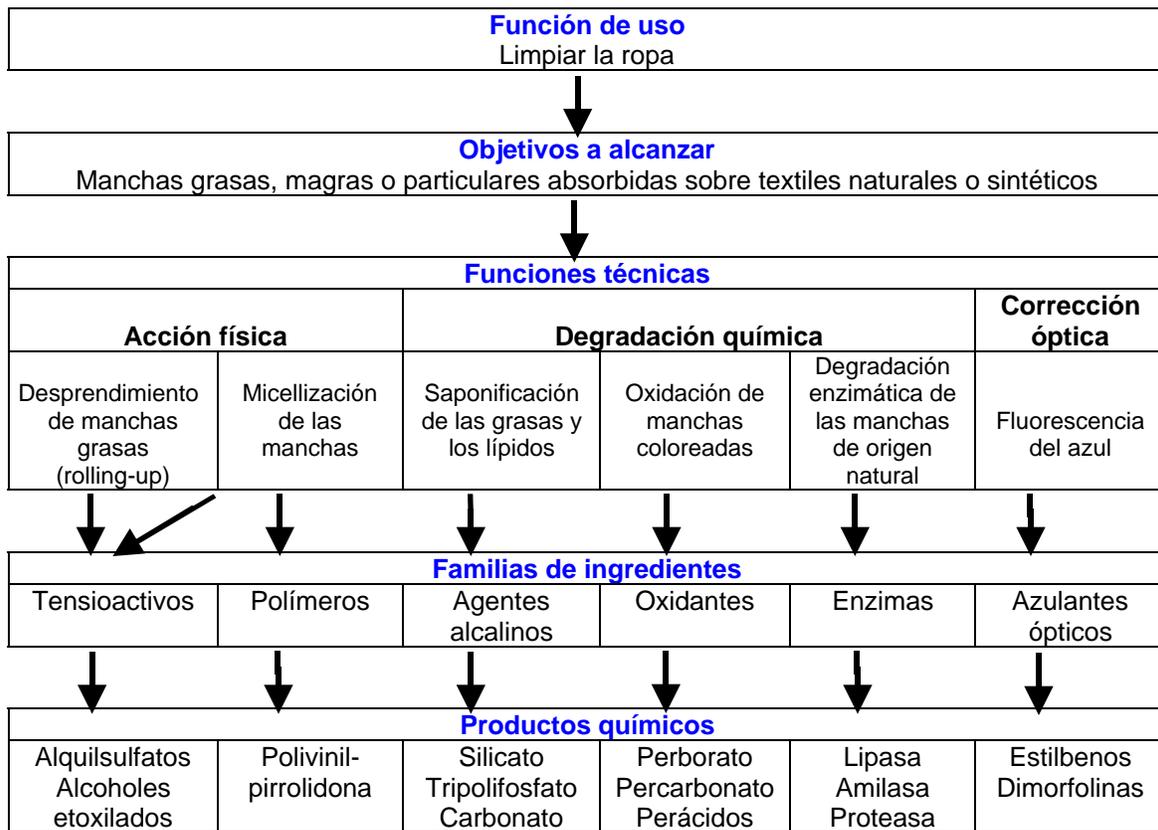
*\*el método del estante consiste en probar uno tras otro todos los ingredientes disponibles.*

En esta situación la utilización de **descriptores** puede permitir limitar mucho el número de ingredientes a probar. Se denomina descriptor a toda expresión literal, fórmula química o valor de parámetro que es representativo de una propiedad fisico-química, sensorial (olor) o industrial (precio, etiquetado) del compuesto considerado. A partir de estos datos, el formulador puede seleccionar los parámetros susceptibles de jugar un papel dentro de la aplicación considerada. Se puede proceder a continuación, por análisis de datos, a una clasificación automática de los compuestos candidatos que conducirá a reunir, en un mismo grupo, el conjunto de compuestos que poseen valores de parámetros fisicoquímicos cercanos y que deberán entonces comportarse de manera similar en aplicación. Estas listas de compuestos son ahora cruzadas con criterios importantes en una perspectiva industrial (olor, inflamabilidad, toxicidad, precio), de forma de hacer emerger uno o dos compuestos por familia. Será suficiente probar estos compuestos representativos de cada familia en vez que el conjunto completo de productos.

#### 4.4. Acercamiento analítico

La estrategia de formulación precedente que procede, por iteración, a modificaciones menores de una fórmula existente, es relativamente rápida pero poco innovadora y poco informativa. Además, en el caso donde se desea conferirle a un producto propiedades adicionales, este método conduce ineluctablemente a añadir nuevos aditivos a la fórmula sin nunca retirarlos. Se llega así a fórmulas inútilmente complejas en las cuales nadie conoce exactamente el rol jugado por cada uno de los ingredientes, que se vuelven los llamados "ingredientes fósiles".

El **acercamiento analítico** se parece al método científico tradicional que, frente a un sistema complejo, se esfuerza en examinarlo al máximo para volverlo comprensible. Aplicado a la formulación, este método consiste en una descomposición progresiva de cada una de las funciones de uso que figuran en las especificaciones en bloques funcionales cada vez más simples pero cada vez más numerosas (Figura 9).



*Este árbol muestra el paso de una función de uso general a las funciones técnicas, luego a las familias de materias primas y finalmente a los productos químicos bien identificados*

Figura 9. Arbol de descripción funcional de un producto formulado.

**Ejemplo:** el polvo para lavar ilustra bien el pasaje de una **función de uso** tal como “limpiar la ropa” a una serie de **funciones técnicas** analizables independientemente unas de otras. Para identificarlas, se debe comenzar por examinar eso que el consumidor considera como “la ropa sucia”. Esta noción engloba las percepciones sensoriales objetivas tales como la observación de manchas o la detección de olores desagradables y costumbres más personales y culturales que exigen que una prenda que haya estado puesta por un tiempo determinado sea lavada.

Se hace ahora la pregunta de conocer el origen (corporal, ambiental, alimenticio, de oficio) y la naturaleza de las manchas que ensucian la ropa. Ellas son muy diversas y el formulador debe ser capaz de clasificarlas en categorías homogéneas en vista del mecanismo de detergencia conveniente para eliminarlas. Se distinguen habitualmente las manchas grasas (sebo, grasas, huevo, cosméticos), las manchas magras (té, vino, grama, frutas, sudor, tinta) y particulares (tierra, polvo, hollín).

La siguiente etapa consiste en establecer la lista de todas las armas químicas (saponificación, oxidación), fisicoquímicas (*rolling-up*, micelización), físicas (fluorescencia) o bioquímicas (degradación enzimática) de las cuales dispone el formulador para eliminar cada familia de manchas.

En fin, el formulador asocia, a cada una de las funciones técnicas identificadas, una **familia de ingredientes candidatos**. La aptitud de los compuestos de una misma familia para cumplir la función técnica es ahora evaluada frente a sus objetivos respectivos sobre los modelos simplificados. Los ingredientes más eficientes siendo así seleccionados, reconstituyen el rompecabezas subiendo en el árbol de descripción funcional del producto para verificar que todos los mecanismos de detergencia lleguen a actuar concertadamente al momento del lavado por el conjunto de los constituyentes.

Este acercamiento analítico, sistemático aunque tedioso en llevar a cabo, concierne esencialmente a los productos sometidos a una competencia internacional exacerbada (detergencia, cosméticos) o en los cuales los riesgos para la salud del hombre (farmacia, explosivos) y su ambiente (agroquímica) imponen un conocimiento profundido del comportamiento del producto durante todas las fases de su vida (cf. Figura 4). Además del interés que presenta al momento del desarrollo de un producto, permite también una comparación precisa con los productos competidores y entonces detecta los puntos débiles de la fórmula sobre los cuales debe concentrarse el formulador.

Este método es igualmente y particularmente bien adaptado para la puesta a punto de especialidades químicas cuyo rol es precisamente aportar a un producto formulado una propiedad de uso claramente identificada. En este caso, el árbol de descripción funcional se enriquece con un nivel suplementario correspondiente a la **descripción molecular de los ingredientes** (Figura 9). Esta etapa realza el saber-hacer de los químicos de síntesis (orgánica, inorgánica o macromolecular) y de los bioquímicos (preparación de enzimas) que crean los nuevos compuestos en concertación con el ingeniero del laboratorio de aplicación.

## 4.5 Estrategias de innovación

### 4.5.1 Vigilancia tecnológica

Confrontados con posturas económicas considerables, las sociedades productoras de especialidades libran una competencia feroz a una escala continental o mundial para ganar partes del mercado. La innovación constituye una de las mayores herramientas estratégicas para seducir al consumidor (industrial o todo público) y mejorar la rentabilidad de la empresa. Por otra parte, los fenómenos de moda a los cuales están sometidos ciertos productos así como la aparición de

reglamentaciones cada vez mas rigurosas refuerzan aún mas esta necesidad de innovación y conducen a un ritmo de evolución rápida de las especialidades tanto a nivel de sus constituyentes como a nivel de los procesos utilizados para su fabricación.

Conectados con este mundo en perpetua efervescencia en el que la confidencialidad es la regla, los servicios en cargo de la vigilancia tecnológica deben esforzarse de seguir el estado del mercado y de avistar las innovaciones.

■ Una de las técnicas empleadas consiste en **recolectar todos los productos competidores** presentes en el mercado y señalar aquellos que reivindiquen los desempeños originales. Los esfuerzos se concentran en los mercados “faros” (Japón, Estados Unidos, Europa) donde aparecen generalmente los productos mas innovadores. No obstante, el avistamiento de una innovación mayor por medio de estas recolecciones constituye un testimonio de impotencia ya que eso significa que la competencia ha logrado un avance tecnológico importante, protegido probablemente por las patentes y que él esta posicionado como “líder” del mercado. Ubicado en esta situación defensiva, el “seguidor” deberá deformular el producto (ver sección 4.5.2) comprendiendo el mecanismo de funcionamiento del nuevo producto, luego decidir si debe, y si puede, emprender el desarrollo de un producto equivalente evitando las patentes existentes. En el mejor de los casos, el producto llegará al mercado uno o dos años después que el original y le será difícil retomar ese mercado.

■ Una estrategia preventiva complementaria a la precedente consiste en **analizar la literatura especializada**. Contrariamente a la química tradicional que dispone de bases de datos exhaustivas (Chemical Abstracts, Belstein, Derwent) del conjunto de productos químicos, el dominio de la formulación se apoya sobre una literatura menos estructurada, fragmentada y más difícilmente accesible.

Una búsqueda bibliográfica en formulación comienza generalmente por la consulta de grandes enciclopedias técnicas (Técnicas del Ingeniero, Enciclopedia Kirk-Othmer de Tecnología Química, etc.) que permiten tener una visión general del tema.

Para encontrar ahora documentos mas detallados, se pueden consultar las bases de datos de patentes (Derwent) o las raras bases especializadas en formulación. Los Chemical Abstracts pueden suministrar igualmente documentos pertinentes pero se debe saber que la mayoría de los artículos concernientes a la formulación no tienen referencias.

Es al momento de recuperar los documentos primarios cuando se presentan la mayoría de los problemas. En efecto, la mayoría de las revistas especializadas en formulación no están disponibles en las bibliotecas universitarias; además existe toda una literatura “gris” (Memorias de congresos, reportes de estudios financiados por la CEE o el gobierno americano) difícilmente recuperable.

Felizmente, el formulador posee aliados en su búsqueda de información pertinente. Se trata de distribuidores y productores de materia prima que difunden las “noticias de proveedores” entre sus clientes potenciales. Ellas describen las propiedades y las funciones de uso de las especialidades químicas y dan algunas fórmulas de orientación simples sobre las cuales el formulador podrá apoyarse para elaborar una fórmula mas completa.

#### 4.5.2 Deformulación

La colección de productos competidores es parte de una estrategia de vigilancia tecnológica en formulación. Todo producto innovador descubierto crea la pregunta de conocer su composición y, si es posible, su mecanismo de funcionamiento. La “**deformulación**” así practicada se distingue de un simple análisis químico en dos aspectos:

- la complejidad de la constitución de productos formulados es tal que, es muy difícil para un especialista del análisis químico, identificar y cuantificar los diferentes ingredientes sin estar guiado por un formulador experimentado que le indicará el tipo de compuestos (orgánicos, minerales, anfífilos, polímeros, biomoléculas) susceptibles de encontrarse. Esta observación es aún mas justificada cuando se trata de un aditivo presente en pequeña proporción (enzimas, polímero funcional soluble, catalizador, tratamiento de superficie de un pigmento) que es el responsable del comportamiento original del producto formulado;
- la estructuración o la autoorganización (emulsiones, suspensiones, dispersiones sólido/sólido, micelas, liposomas, microcápsulas, cristales líquidos, etc.) de la mayoría de productos formulados es a menudo el origen de ciertas de sus propiedades de uso (aparición de un umbral de flujo, estabilidad de la fórmula durante su almacenamiento, poder colorante opacificante, preservación de ingredientes frágiles, etc.). El solo conocimiento de la composición química es entonces insuficiente para dar cuenta del comportamiento, en aplicación, de un producto formulado.

No obstante la deformulación de los productos competidores no representa más que una pequeña parte de la actividad del deformulador. En efecto, otras misiones más importantes y mas frecuentes le incumben igualmente:

- ❖ examinar los reclamos de clientes y de productos no conformes en producción. Los ejemplos de este tipo de problema abundan en todos los dominios de la formulación. Pueden tener consecuencias financieras considerables y afectan a veces gravemente la imagen corporativa o marca de la empresa. Así se podrá pedir al deformulador explicar porque un puente metálico recientemente repintado se desconcha después de algunos meses, o porque la ropa lavada con un nuevo detergente desprende un olor desagradable al momento que es guardada varias semanas en un armario, o aún porque tal pieza en base de caucho cede después de algunas semanas de uso aunque ella satisfaga las pruebas mecánicas definidas en las especificaciones. La respuesta a estas preguntas debe ser aportada rápidamente y precisamente para que la producción pueda ser detenida en espera de una solución y de un eventual proce-dimiento judicial;
- ❖ estimación de precio de la “materia prima” de los productos competidores. Fuera de las innovaciones mayores que aparecen de vez en cuando en cada dominio de la formulación, las fórmulas estándares soportan regularmente las modificaciones de menor importancia. Así, la naturaleza y las proporciones de ciertos ingredientes pueden ser cambiadas para abaratar los costos de las fórmulas sin que el desempeño sea sensiblemente afectado;
- ❖ degradación del producto después de su uso. Los diversos grupos de presión (medios, asociaciones de consumidores, ecologistas) y los poderes públicos exigen cada vez mas a menudo a los productores de productos terminados estudiar el futuro de su producto en el ambiente después de su uso.

Estas observaciones explican por qué una deformulación no puede reducirse a un simple análisis químico y que, si lo que se quiere es darse cuenta del comportamiento en aplicación de una fórmula dada, es necesario abordarla a diferentes niveles (figura 10).

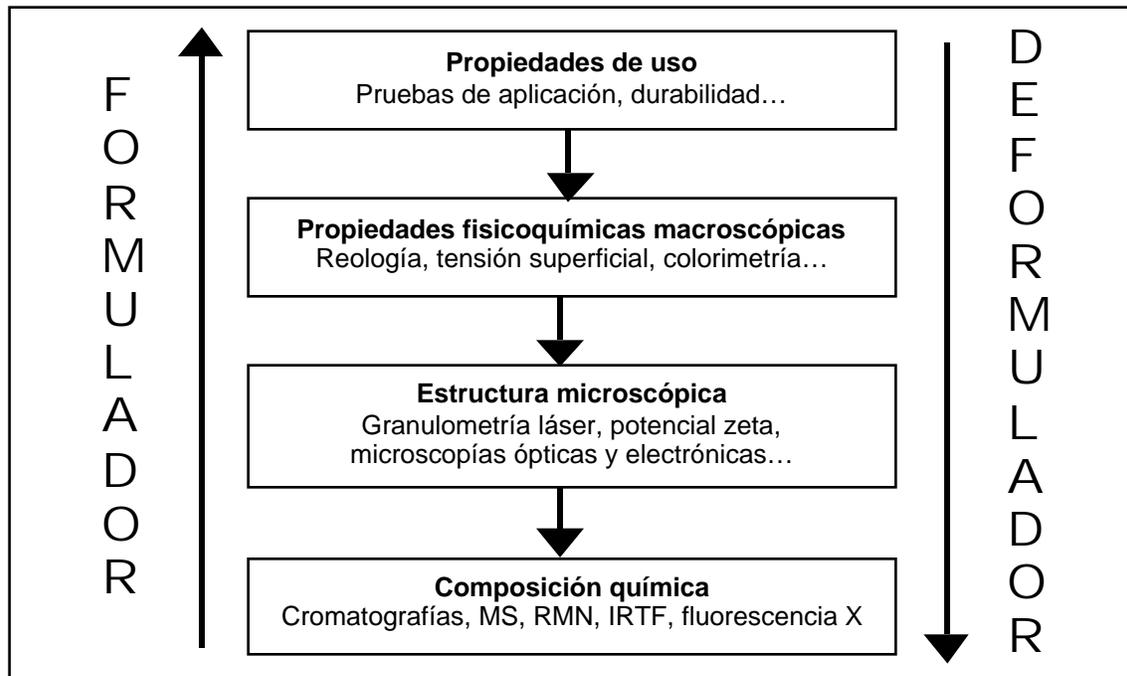


Figura 10. Cuatro escalas de observación de los productos formulados

El primer nivel de observación corresponde al **comportamiento en aplicación** de la formulación. Se obtiene por las pruebas de aplicación que califican al producto comercial según los criterios que figuran en las especificaciones. Estas pruebas reproducen fielmente las condiciones reales de utilización del producto. Ellos tienen un débil valor explicativo porque los fenómenos fisicoquímicos o sensoriales puestos en juego son muy complejos.

El segundo nivel consiste en evaluar sus **propiedades fisicoquímicas macroscópicas** (reología, tensión superficial, ángulo de contacto, colorimetría, etc.) que presentan la ventaja de ser medibles con precisión e interpretables. Las correlaciones que pueden así establecerse entre estos tipos de medidas y el desempeño en aplicación constituyen el comienzo de la explicación sobre el origen del comportamiento de un producto.

La comprensión del modo de acción de un producto necesita la elucidación de su **estructura microscópica** (microscopios ópticos con o sin polarizadores, microscopía electrónica, potencial zeta, granulometría, etc.). En efecto, la mayoría de productos formulados son microdispersos y el estado de dispersión de las diferentes fases o la carga aportada por las partículas explican ciertas propiedades fisicoquímicas (reología, resistencia mecánica) y sus desempeños en aplicación (estabilidad en almacenamiento).

La última etapa en el conocimiento de la arquitectura del producto se sitúa a nivel de la **identificación molecular** precisa de sus componentes. Esta es determinada por la asociación de métodos separadores (cromatografías) y de métodos de análisis químicos (análisis elemental, fluorescencia) o estructurales (Espectroscopia de Masa *MS*, Espectroscopia Infrarroja por Transformadas de Fourier *FTIR*, Resonancia Magnética Nuclear *NMR*, etc). Con los métodos de análisis modernos, la determinación de la naturaleza y de la proporción de los principales constituyentes de una fórmula es relativamente fácil y rápida una vez que se aplica una buena estrategia de deformulación. Así, el tiempo necesario para analizar el 95% de los constituyentes de un detergente ha pasado de 15 días hace 15 años a 48 horas en la actualidad.

Por otro lado, la obligación de indicar, en la etiqueta, la composición de ciertas fórmulas (por ejemplo de los cosméticos en los Estados Unidos) indicando los compuestos por importancia ponderal decreciente facilita aún más el trabajo del químico. Los desafíos analíticos actuales no se sitúan más a nivel de los constituyentes principales sino a nivel de los aditivos minoritarios complejos (polímeros solubles, enzimas) y de tratamientos superficiales de partículas sólidas que pueden modificar considerablemente el desempeño de una fórmula. Otra tendencia fuerte en análisis es el reemplazo de los métodos que hacen intervenir dosis manuales de un solo componente a la vez, por métodos instrumentales y automatizados que permiten la adición simultánea de varias especies que operan sobre el producto completo (RMN de fósforo o flúor) o sobre una fracción obtenida por una preparación simple de muestras (cartuchos filtrantes selectivos, etc.)

#### 4.5.3 Fertilización cruzada

La rapidez de los progresos científicos y técnicos, las exigencias crecientes de los consumidores y el vigor de la competencia contribuyen a acelerar la obsolescencia de las especialidades y obligan a las empresas a innovar sin cesar so pena de retroceder o decaer.

Un producto innovador no está siempre asociado a una innovación tecnológica; así el éxito de las papeletas adhesivas “post-it ®” se debe más a la identificación de un nuevo mercado que a la creación de un adhesivo realmente nuevo. En el dominio de la formulación, la mayoría de los productos innovadores aparecen en los mercados existentes donde el nuevo producto deberá reivindicarse y demostrar sus diferencias con respecto a los productos ya existentes. La originalidad puede ubicarse en varios niveles:

- 1) a nivel del **concepto fisicoquímico** sobre el cual está basada la fórmula (liposomas, emulsiones múltiples, microemulsiones, nanopartículas, etc.);
- 2) a nivel de una **nueva materia prima** (ceramidas, latex fluorados, catalizador al manganeso activador del perborato, tensioactivos de base vegetal, etc.);
- 3) a nivel de los **procesos de producción, de acondicionamiento** (nano-emulsificación hiperbárica, microencapsulación en fluido supercrítico, etc.) o **del método de aplicación** del producto (sachet unidosis biodegradable, medicamento transdérmico, etc).

La nueva idea puede provenir de una investigación completamente interna de la empresa (empresa farmacéutica) o, más frecuentemente, de socios exteriores tales como los proveedores de materia prima y de aparataje o los laboratorios universitarios. A estas fuentes naturales de innovación se debe agregar aquellas que resultan de una “transferencia tecnológica” o, más generalmente, de un proceso de “**fertilización cruzada**” que consiste en aplicar en su propio dominio un concepto, una materia prima, o un procedimiento ya utilizado en otra área de la formulación. Este enfoque puede revelarse particularmente fructífero en las industrias de formulación porque los diferentes sectores que las componen (cf. Tabla 1) son a la vez muy aislados (voluntariamente) unos de otros en cuanto a los mercados, las reglamentaciones, las fuentes de información (publicaciones periódicas, congresos, formaciones), pero muy cercanos en lo que concierne a los conceptos y los fenómenos fisicoquímicos puestos en juego.

Una vez que un problema le ha sido planteado al formulador, este debe entonces echar un vistazo panorámico sobre todo el conjunto de sectores implicando una formulación similar para averiguar si un problema del mismo tipo no ha sido ya resuelto anteriormente.

Así, el concepto de *microencapsulación*, que permite preservar un compuesto de su entorno hasta el momento de su uso, fue introducido por primera vez en un dominio relativamente restringido de la formulación, como es el de las tintas. Después, ese concepto ha sido aplicado a todos los otros dominios de la formulación tales como la cosmetología (protección de vitaminas oxidables en las cremas), la perfumería (papeletas perfumadas – *fragrance-burst* – incorporados en las revistas que contienen muestras de perfumes), las pinturas (pinturas moteadas por estallidos de cápsulas) o la detergencia (estabilidad de enzimas en almacenamiento asegurada por microencapsulación).

## 5. Conclusión

Entre la competencia internacional, que crece incansablemente hacia lanzamiento de “novedades” y la necesidad de seguridad, que al contrario frena el desarrollo de nuevos productos, la formulación constituye ciertamente una de las vías privilegiadas para conciliar las exigencias de los industriales con las aspiraciones de los consumidores.

Pero el rastro de la formulación no está aun perfectamente despejado. Su práctica exige aun concertación y esfuerzo. Esta presentación general ilustra la diversidad y la complejidad de los criterios técnicos a tomar en cuenta para lograr la comercialización de una composición que responde a una necesidad duradera del mercado.

Los escollos actuales de un acercamiento razonado a la formulación son numerosos, pero están perfectamente identificados:

### ■ Exigencias de los consumidores a veces difíciles de cumplir

El cliente, sea industrial o particular, no compra simplemente productos. El exige de su proveedor una oferta de servicio individualizada, quiere decir “a la medida” pero con el precio de un producto “listo para usar”, y con garantías crecientes de seguridad y durabilidad difíciles de conciliar. El análisis de esta demanda supone en consecuencia un saber-hacer de mercadeo y de competencias técnicas para traducir sus exigencias en especialidades comerciales.

## ■ Bases científicas y tecnológicas aun muy empíricas

Para responder a esta necesidad, el formulador debe simultáneamente:

- escoger las materias activas y las auxiliares, así como las relaciones estructura/función, es decir el modo de acción de los productos empleados, así como las interacciones de los productos que no están siempre claramente establecidas;
- recordar los conceptos fisicoquímicos y tecnológicos que no siempre son perfectamente dominados y que son desarrollados de manera muy independiente;
- utilizar métodos de evaluación para anticipar las propiedades de uso según las pruebas de oficio reproducibles que demuestran tanto ventajas descriptivas como explicativas de la propiedad buscada.

## ■ Dialogo entre socios concertados aun insuficientes

La insuficiencia de intercambios es patente a todos los niveles:

- ✓ ella no concierne solamente a la fisura que existe tradicionalmente entre industria e investigación pública: las restricciones respectivas en materia de publicación y de propiedad industrial, los sistemas estudiados (complejos, concentrados y fuera del equilibrio para unos, simplificados o reducidos a un número limitado de compuestos diluidos y al equilibrio para los otros), así como las técnicas utilizadas (las “pruebas de oficio” opuestas a las técnicas experimentales sofisticadas) discrepan aun demasiado para que se logre una concertación fructífera y coherente;
- ✓ los especialistas de ingeniería de procesos comienzan solo y con dificultad, a dialogar con los fisicoquímicos: hasta hoy, cada uno pensaba encontrar en su propia disciplina, la solución del problema a tratar;
- ✓ incluso en la industria, los intercambios entre los investigadores que trabajan en los laboratorios y los responsables del desarrollo de mercado no son aún suficientemente técnicos para ser verdaderamente eficaces. Por otra parte, las discusiones entre socios industriales permanecen muy ambiguas, y existe demasiada competición para que puedan ser constructivas.

En este contexto, se necesita una mejor organización y una sistematización de la divulgación de los conocimientos disponibles para favorecer el acercamiento pluridisciplinario que requiere el desarrollo razonado de las actividades de formulación.

Ese parece ser el objetivo asignado para la serie de artículos que seguirán el presente en las Técnicas del Ingeniero sobre la formulación.

Se ha pedido a los autores contratados adoptar, cada vez que sea posible, un **método pragmático**, esforzándose en partir de problemas prácticos de proponer una metodología de acercamiento de preguntas formuladas. Se les ha pedido, simultáneamente, **limitar el desarrollo de formalismos conceptuales y matemáticos** a las solas nociones y ecuaciones que sean necesarias para la resolución de problemas dados o a la aplicación de la metodología expuesta.

En consecuencia, tres tipos de artículos serán publicados sucesivamente:

- ❖ en una primera serie se presentarán los **problemas prácticos transversales** que se presentan al formulador (ejemplo: solubilización de materiales activos, emulsificación de un aceite, dispersión de un polvo, formación de una espuma, o al contrario, su eliminación...). La metodología de escogencia de los productos y de las técnicas deberá ser claramente presentada. Las relaciones producto químico / función, así como la integración de los aspectos fisicoquímicos y tecnológicos de las operaciones deberán ser tomadas en cuenta;
- ❖ las **metodologías** utilizadas por el formulador para el desarrollo, la optimización y la comercialización de los productos serán expuestas en una segunda serie de artículos. Ellas toman en cuenta aspectos tan diferentes como los planes de experiencias, análisis de datos y análisis sensorial ...
- ❖ en una última serie se hará un recuento de los dominios de aplicación que no han sido desarrollados hasta el presente (ejemplo: formulación de productos cosméticos y de productos de mantenimiento), aquellos que necesitan una actualización (ejemplo: detergencia). En estas presentaciones, el análisis de las propiedades de uso y la manera de satisfacerlas serán privilegiadas.

Los objetivos de esta serie son ambiciosos y se arriesgan a ser contrarios a las prácticas competitivas actuales. Pero esto no es más que el precio de un acercamiento pluridisciplinario de la formulación que podrá ser propuesto y utilizado con ganancia por el conjunto de industrias que basan su desarrollo en las oportunidades de la formulación.

=====

*Bibliografía y documentación disponible en el documento original en francés publicado en Techniques de l'Ingénieur, Traité de Génie des Procédés, Doc. J2-110 (1999)*