

**CARACTERIZACIÓN TERMODINÁMICA SUPERFICIAL DE SISTEMAS
EMULSIFICADOS COSMÉTICOS PARA USO CAPILAR**

Daniela Romero Torres

Universidad Icesi

Facultad de Ciencias Naturales

Programa de Química Farmacéutica

Santiago de Cali

2018

CARACTERIZACIÓN TERMODINÁMICA SUPERFICIAL DE SISTEMAS
EMULSIFICADOS COSMÉTICOS PARA USO CAPILAR

Daniela Romero Torres

Trabajo de Grado para optar al título de pregrado en Química Farmacéutica

Tutor

Constain H. Salamanca Ph.D.

Departamento de Farmacia

Universidad Icesi

Co-Tutor

Pamela Agredo Sanín MSc

Facultad de Ciencias Naturales

Universidad Santiago de Cali

Universidad Icesi

Facultad de Ciencias Naturales

Programa de Química Farmacéutica

Santiago de Cali

2018

AVAL PARA LA ENTREGA DE PDG II

Firma del Asesor:

Constain H. Salamanca, Ph.D

Firma del Co-asesor:

Pamela Agredo Sanín, M.Sc.

Firma del evaluador:

Eduardo Enciso Peña

Firma del estudiante:

Daniela Romero Torres.

Daniela Romero Torres

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a Dios quien me ha permitido culminar esta etapa tan importante, a mi familia por apoyarme durante toda mi vida y en especial durante mi carrera. A mi tutor que dirigió este proyecto y siempre tuvo la buena disposición en ayudarme a dar el mejor resultado; a Belleza Express S.A. por brindarme las materias primas necesarias para este trabajo.

A mis amigos que de alguna u otra forma contribuyeron para que este proyecto pudiera realizarse, a Diana y a Kevin quienes aportaron sus conocimientos para la parte experimental de este trabajo.

TABLA DE CONTENIDO

Contenido de tablas.....	6
RESUMEN	8
ABSTRACT	9
1. INTRODUCCIÓN.....	10
2. OBJETIVOS	11
2.1.1. General.....	11
2.1.2. Específicos	11
3. METODOLOGÍA.....	11
3.1. Determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa utilizada en una formulación base de un acondicionador capilar	12
3.1.1. Preparación de las emulsiones.....	13
3.1.2. Estudio de estabilidad y determinación del Índice de Cremado	13
3.2. Evaluación del efecto de la concentración de los surfactantes Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio, Metosulfato de behentrimonio, Cloruro de Cetrimonio, Policuaturnio-70 y Lauril glucósido en medio acuoso.....	14
3.3. Evaluación del ángulo de contacto en la interface aceite-agua.....	14
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	15
4.1. Determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa utilizada en una formulación base de un acondicionador capilar	15
4.2. Evaluación del efecto de la concentración de los surfactantes Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio, Metosulfato de behentrimonio, Cloruro de Cetrimonio, Policuaturnio-70 y Lauril glucósido en medio acuoso.....	16
4.3. Evaluación del ángulo de contacto en la interface aceite-agua.....	17
5. CONCLUSIONES	18
6. REFERENCIAS	19

Contenido de tablas

Tabla 1. Información técnica surfactantes catiónicos	12
Tabla 2. Formulación de la emulsión sin viscosante	12
Tabla 3. Formulación de la emulsión con viscosante	13
Tabla 4. Concentraciones usadas para la determinación del efecto superficial de los surfactantes	14
Tabla 5. Proporciones de los surfactantes catiónicos en mezcla	15
Tabla 6. Índice de cremado de los sistemas evaluados	24
Tabla 7. Gravedad específica de las soluciones preparadas para la determinación de la tensión superficial de los surfactantes	24
Tabla 8. Resultados de la tensión superficial de los surfactantes evaluados	24
Tabla 9. Ángulo de contacto de la composición oleosa de la formulación respecto a los surfactantes usados en la misma.	26

Contenido de figuras

Figura 1. Estructuras químicas del Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio (A), Metosulfato de behentrimonio (B), Cloruro de cetrimonio (C) y Poliquaternio 70 (D).....	10
Figura 2. El HLB de mezcla asciende de izquierda a derecha de 6 a 14. A. Índice de cremado de sistemas emulsificados con viscosante. B. Índice de cremado de sistemas emulsificados sin viscosante. HEC: Hidroxietilcelulosa	16
Figura 3. Tensión superficial de los surfactantes evaluados.....	17
Figura 4. Ángulo de contacto de la composición oleosa respecto a los surfactantes.....	18
Figura 5. Ajuste de Young-Laplace a la gota pendiente.....	22
Figura 6. Configuración esquemática del método de caída sécil.....	23
Figura 7. Línea base y de contorno detectadas en la gota.....	23

RESUMEN

Los acondicionadores capilares son productos cosméticos que facilitan el peinado. Están formulados con surfactantes catiónicos y alcoholes grasos de cadena larga, favoreciendo su atracción con la carga superficial negativa de la cutícula del cabello. En este estudio se trabajó con una formulación de un acondicionador capilar, a la que se le determinó el HLB requerido de su mezcla oleosa, haciendo un estudio de estabilidad por shock térmico (60°C y 4°C) durante 15 días. Además, se evaluó el efecto superficial en medio acuoso con la metodología Gota Pendiente de los surfactantes monoméricos: Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio (HB), Metosulfato de behentrimonio (BM) y Cloruro de Cetrimonio (CC), del surfactante polimérico Policuaternio-70 (P70) y del surfactante neutro Lauril glucósido. También, se evaluó la disminución del ángulo de contacto con Gota Sésil de la composición oleosa respecto a mezclas binarias de los surfactantes mencionados, en proporciones 1:1, 3:1 y 1:3. Según los resultados obtenidos, se concluye que el HLB requerido de la mezcla oleosa está entre 12 y 13; el surfactante que disminuyó más la tensión superficial fue el Lauril glucósido; y la mezcla binaria de surfactantes BM y CC (1:3) obtuvo un menor ángulo de contacto, indicando gran humectabilidad en la superficie oleosa.

Palabras clave: Ángulo de contacto, emulsiones capilares, HLB requerido, surfactantes catiónicos, tensión superficial

ABSTRACT

Hair conditioners are cosmetic products that facilitate combing. They are formulated with cationic surfactants and long-chain fatty alcohols, favoring their attraction with the negative surface load of the hair cuticle. This study was done with a formulation of a capillary conditioner, to which the required HLB of its oily mixture was determined, by making a stability study by thermal shock (60°C and 4°C) for 15 days. In addition, the surface effect in aqueous medium was evaluated with the Pending Drop methodology of the monomeric surfactants Hydroxyethyl Chloride Behenamidopropyl Diammonium (HB), Behentrimonium Methosulphate (BM) and Cetrimonium Chloride (CC), of polymeric surfactant Polyquaternium-70 (P70) and of the neutral surfactant Lauryl glucoside. Also, the reduction of the contact angle with sessile drop of the oily composition with respect to binary mixtures of the mentioned surfactants was evaluated, in proportions 1:1, 3:1 and 1:3. According to the results obtained, it is concluded that the required HLB of the oil mixture is between 12 and 13; the surfactant that decreased the surface tension the most was Lauryl glucoside; the binary mixture of BM and CC surfactants (1:3) obtained a lower contact angle, indicating great wettability on the oil surface.

Key words: Capillary emulsions, contact angle, HLB required, cationic surfactants, surface tension

1. INTRODUCCIÓN

Los acondicionadores capilares hacen parte de los cosméticos más utilizados actualmente, ya que el cuero cabelludo es uno de los componentes más importante para la apariencia; su función es la de ayudar al desenredado del cabello, además de agregar brillo, prevenir el friz y proteger al cabello del daño (Robbins, 2012). Están formulados como crema de tipo O/W y se prefiere que contengan surfactantes catiónicos, ya sean monoméricos o poliméricos, pues la cutícula del cabello se encuentra cargada negativamente, y al ser catiónicos se favorece su interacción electrostática con las fibras. La cutícula se compone de ácidos grasos y de proteínas (Miteva, Martins, & Dias, 2019). Otras de las ventajas que ofrecen los surfactantes catiónicos es que generan una disminución drástica de la tensión superficial del sistema en que se encuentran, lo que genera la estabilización de la emulsión al posicionarse en la interfaz agua-oleosa. (Robbins, 2012)

En este proyecto se trabajó una formulación de acondicionadores capilares, la cual cuenta con los surfactantes catiónicos como el Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio (Figura 1A), Metosulfato de behentrimonio (Figura 1B), Cloruro de cetrimonio (Figura 1C) y el polímero Policuaternio-70 (Figura **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**1D). Como se puede observar en sus estructuras, la carga positiva proviene del átomo de nitrógeno con 4 enlaces covalentes a carbonos. El surfactante catiónico polimérico cuenta con ácidos carboxílicos, los cuales pueden tener carácter zwitteriónico a pH básico; por lo anterior, si se desea trabajar con emulsiones capilares, se debe mantener en un pH ácido. (Agredo, 2017)

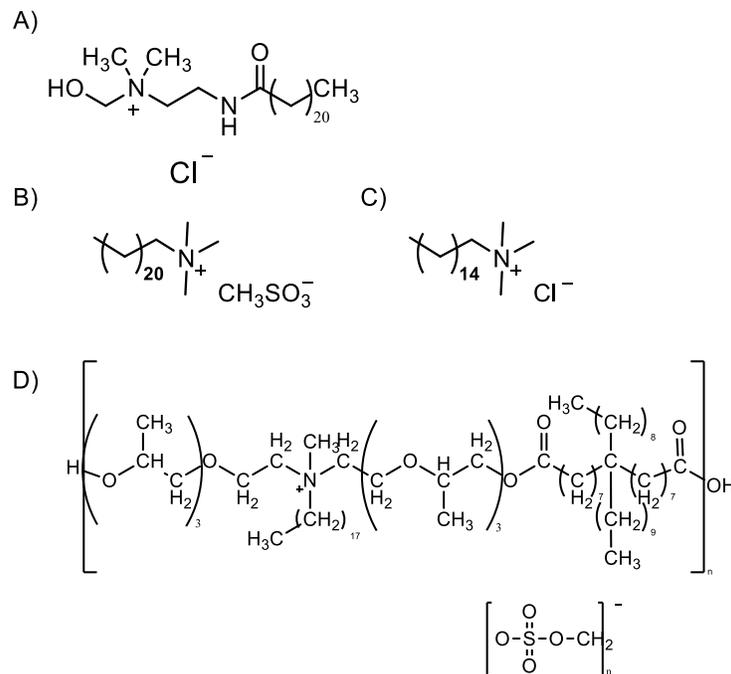


Figura 1. Estructuras químicas del Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio (A), Metosulfato de behentrimonio (B), Cloruro de cetrimonio (C) y Poliquaternio 70 (D). (Agredo, 2017)

En los últimos años, se ha visto una creciente en el estudio de las propiedades que los surfactantes catiónicos tienen sobre las formulaciones de acondicionadores capilares. Los surfactantes catiónicos de amonio cuaternario logran modificar las propiedades de la superficie del cabello, causando que el cuidado de éste sea más fácil; incluso, se han realizado estudios sobre la cinética de adsorción de dichas moléculas en la cutícula del cabello o diferentes superficies (Ran, Zhang, Song, Wang, & Cao, 2009), (Goussous, Casford, Johnson, & Davies, 2017).

Para el diseño de las formulaciones de productos emulsificados cosméticos, en Colombia, no es común trabajar con métodos estandarizados que permitan conocer el tipo y proporción de los surfactantes que deben ser utilizados, lo que genera pérdidas de tiempo y recursos, y muchas veces no se obtiene la máxima estabilidad para el sistema en el que se trabaja (PTP, 2016).

Es de destacar, que este estudio se evaluaron las características termodinámicas de la superficie de sistemas cosméticos para uso capilar, por medio del efecto superficial en medio acuoso con la metodología Gota Pendiente de los surfactantes ya mencionados. Sumado a ello, y siguiendo con la caracterización superficial, se evaluó la capacidad de disminución del ángulo de contacto con la metodología Gota Sésil de la composición oleosa de la formulación, respecto a unas mezclas binarias de los surfactantes ya mencionados; dichas mezclas se evaluaron en proporciones 1:1, 3:1 y 1:3. Por otro lado, se determinó el HLB requerido de máxima estabilidad de la mezcla oleosa de la formulación, mediante un estudio de estabilidad por shock térmico a condiciones de 60°C y 4°C, durante 15 días.

2. OBJETIVOS

2.1.1. General

Caracterizar termodinámicamente la superficie de sistemas emulsificados cosméticos para uso capilar

2.1.2. Específicos

1. Determinar el HLB requerido de la mezcla oleosa utilizada en una formulación base de un acondicionador capilar
2. Determinar el efecto superficial de los surfactantes Cloruro de Hidroxiethyl Behenamidopropil diamonio, Metosulfato de behentrimonio, Cloruro de Cetrimonio, Policuaternio-70 y Lauril glucósido en medio acuoso
3. Evaluar la capacidad de disminución del ángulo de contacto de la composición oleosa de la formulación respecto a los surfactantes usados en la misma.

3. METODOLOGÍA

Las materias primas utilizadas fueron donadas por la empresa Belleza Express S.A. bajo certificados de análisis y fueron utilizados sin tratamiento adicional. Los nombres comerciales y fabricantes de cada surfactante catiónico utilizado se especifica en la siguiente

Tabla 1. Información técnica surfactantes catiónicos

Surfactante	Nombre Comercial	Proveedor	Ciudad
Cloruro de Hidroxiethyl Behenamidopropil diamonio	INCROQUAT BEHENYL TMS	CRODA	Snaith, Reino Unido
Metosulfato de behentrimonio	INCROQUAT BEHENYL HE	CRODA	Snaith, Reino Unido
Cloruro de Cetrimonio	DEYQUART A	BASF	Ludwigshafen, Alemania
Policuaternio-70	LUSTREPLEX	CRODA	Snaith, Reino Unido

El tipo de agua II se obtuvo de un sistema de purificación (Millipore Elix essential, Merck KGaA, Darmstadt, Alemania). Además, se utilizó Tween 80 (Merck Millipore®) y Span 80 (Sigma-Aldrich®).

3.1. Determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa utilizada en una formulación base de un acondicionador capilar

Para determinar el HLB requerido de la mezcla oleosa se prepararon sistemas O/W con Tween 80 y Span 80 entre HLB de mezcla entre 6 y 14. Cada 48 horas se determinó el Índice de Cremado, cambiando en ese mismo tiempo de condiciones de 60°C a 4°C durante 15 días. De cada emulsión, se tomaron 13ml y se envasaron en tubos Falcon™. Se muestra a continuación las distintas formulaciones que se evaluaron.

Tabla 2. Formulación de la emulsión sin viscosante

HLB mezcla	%p/p de los componentes					
	Span 80	Tween 80	Alcohol cetearílico	Coco caprilato	Aceite de karité	Agua
6	1,01	0,19	4	0,5	0,3	c.s.p.
7	0,9	0,3	4	0,5	0,3	c.s.p.
8	0,79	0,41	4	0,5	0,3	c.s.p.
9	0,67	0,53	4	0,5	0,3	c.s.p.
10	0,56	0,64	4	0,5	0,3	c.s.p.
11	0,45	0,75	4	0,5	0,3	c.s.p.
12	0,34	0,86	4	0,5	0,3	c.s.p.
13	0,22	0,98	4	0,5	0,3	c.s.p.
14	0,11	1,09	4	0,5	0,3	c.s.p.

Tabla 3. Formulación de la emulsión con viscosante

HLB mezcla	%p/p de los componentes						
	Span 80	Tween 80	Alcohol cetearílico	Coco caprilato	Aceite de karité	Hidroxietil-celulosa	Agua
6	1,01	0,19	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
7	0,9	0,3	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
8	0,79	0,41	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
9	0,67	0,53	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
10	0,56	0,64	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
11	0,45	0,75	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
12	0,34	0,86	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
13	0,22	0,98	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.
14	0,11	1,09	4	0,5	0,3	0,5	c.s.p.

3.1.1. Preparación de las emulsiones

En cuanto a la fabricación de los sistemas, los ingredientes oleosos se calentaron hasta 75°C (mezcla 1), a los que posteriormente se le agregaron los dos surfactantes. Al mismo tiempo, la fase acuosa se calentó a 80°C. Si el sistema requería hidroxietilcelulosa, la cual corresponde al viscosante, se le agregaba a la fase acuosa (mezcla 2), homogenizando (Ultra Turrax® IKA® T-25) a 6000 RMP durante 10 minutos. Posteriormente, la fase oleosa (mezcla 1) se agregó sobre la acuosa (mezcla 2) con agitación constante de 9000 RPM por 10 minutos, hasta que se generara la emulsión con la consistencia requerida. Finalmente, fueron envasadas en tubos Falcon™ de 13mL.

3.1.2. Estudio de estabilidad y determinación del Índice de Cremado

Una vez preparadas las emulsiones, se procedió a realizar su estudio de estabilidad por shock térmico, el cual consistió en poner los sistemas en la Cámara de Estabilidad CAMS de Gae Ltda a condiciones de temperatura de 60°C ± 5°C y de humedad relativa de 75% ± 5 %; al cumplir dos días en esta cámara, se determinaba el índice de cremado. Posteriormente, los sistemas fueron puestos en una nevera a 4°C, en donde también permanecían 2 días, y al terminar dicho periodo se determinaba nuevamente el índice de cremado, y así sucesivamente. Este proceso duró 15 días, hasta no ver cambios significativos en la medida de dicho índice.

Para la determinación del índice de cremado se utilizó un pie de rey y se aplicó la siguiente ecuación:

$$\text{índice de cremado} = \frac{\text{grosor de la fase oleosa separada (cm)}}{\text{cantidad total de sistema en el tubo falcon (cm)}} \times 100 \quad (1)$$

3.2. Evaluación del efecto de la concentración de los surfactantes Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio, Metosulfato de behentrimonio, Cloruro de Cetrimonio, Policuaturnio-70 y Lauril glucósido en medio acuoso

Se prepararon soluciones de diferentes concentraciones con cada uno de los surfactantes evaluados: Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio (HB), Metosulfato de behentrimonio (MB), Cloruro de Cetrimonio (CC), Policuaturnio-70 (PQ-70) y Lauril glucósido. Para mejorar su solubilidad, las soluciones que contenían el surfactante MB fueron puestas en un ultrasonido de punta Qsonica, con un pulso de 50 y una amplitud de 55% por 5 minutos. En la Tabla 4 se detallan las concentraciones usadas:

Tabla 4. Concentraciones usadas para la determinación del efecto superficial de los surfactantes

Surfactante	C1 (%p/p)	C2 (%p/p)	C3 (%p/p)	C4 (%p/p)	C5 (%p/p)	C6 (%p/p)	C7 (%p/p)
HB	1,5	0,75	0,375	0,1875	0,09375	0,046875	0,0234375
CC	1,5	0,75	0,375	0,1875	0,09375	0,046875	0,0234375
PQ-70	1,5	0,75	0,375	0,1875	0,09375	0,046875	0,0234375
Lauril glucósido	0,8	0,4	0,2	0,1	0,05	0,025	0,0125
BM	0,8	0,4	0,2	0,1	0,05	0,025	0,0125

Luego de preparar las soluciones, se determinó la gravedad específica de cada mezcla. Posteriormente, se procedió a medir por triplicado la tensión superficial con ayuda del Medidor de Ángulo de Contacto (OCA15EC Dataphysics Instruments, Filderstadt, Germany), con la metodología de Gota Pendiente por medio de un controlador de software (SCA20 versión 4.5.14 Dataphysics Instruments, Filderstadt, Germany). La captura de datos fue grabada en una cámara de video IDS.

3.3. Evaluación del ángulo de contacto en la interface aceite-agua

Para la evaluación de la capacidad de disminución del ángulo de contacto de la composición oleosa respecto a los surfactantes usados, se prepararon soluciones binarias con los surfactantes a diferentes proporciones, las cuales se muestran en la Tabla 5. Por otro lado, se preparó fase oleosa en la misma proporción que describe la Tabla 2. Para la medición del ángulo de contacto, se utilizó el Medidor de Ángulo de Contacto (OCA15EC Dataphysics Instruments, Filderstadt, Germany), con la metodología Gota Sésil, por medio de un controlador de software (SCA20 versión 4.5.14 Dataphysics Instruments, Filderstadt, Germany). La captura de datos fue grabada en una cámara de video IDS. Dichas mediciones se hicieron por triplicado.

Tabla 5. Proporciones de los surfactantes catiónicos en mezcla

Sistema emulsificado	Mezcla de surfactante catiónico	Proporción
1	HB y BM	1:3
2	HB y BM	1:1
3	HB y BM	3:1
4	HB y CC	1:3
5	HBl y CC	1:1
6	HB y CC	3:1
7	HB y PQ-70	1:3
8	HB y PQ-70	1:1
9	HBl y PQ-70	3:1
10	BM y CC	1:3
11	BM y CC	1:1
12	BS y CC	3:1
13	BM y PQ-70	1:3
14	BM y PQ-70	1:1
15	BM y PQ-70	3:1
16	CC y PQ-70	1:3
17	CC y PQ70	1:1
18	CC y PQ-70	3:1

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa utilizada en una formulación base de un acondicionador capilar

Los resultados correspondientes a la determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa, utilizada en la formulación base del acondicionador capilar, se muestran en la Figura 2.

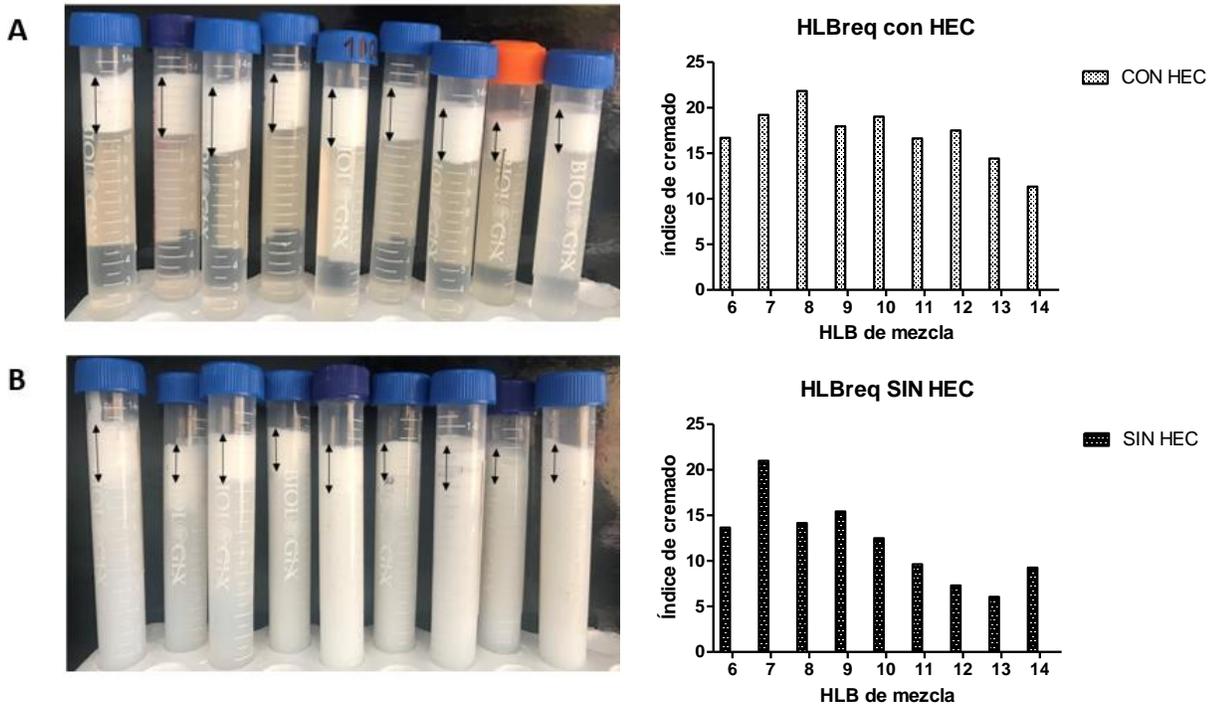


Figura 2. El HLB de mezcla asciende de izquierda a derecha de 6 a 14. **A.** Índice de cremado de sistemas emulsificados con viscosante. **B.** Índice de cremado de sistemas emulsificados sin viscosante. HEC: Hidroxietilcelulosa

Como se puede ver en la Figura 2B, los sistemas que obtuvieron el menor valor para el índice de cremado fueron los que tenían un valor de HLB requerido entre 12 y 13, en cuya formulación no se incluía la HEC, al ser sometidos al estudio de estabilidad en condiciones de estrés.

Teniendo en cuenta que el HLB requerido teórico para la fase oleosa de esta formulación es de 12,4 (ver anexos) se puede asegurar que los resultados experimentales coinciden con los de la fase oleosa de la formulación, la cual está compuesta de alcohol cetearílico, coco caprilato y manteca de karité. Estos componentes grasos se caracterizan por tener una cadena de alquilo que comprende entre 14 y 16 grupos metileno y grupos funcionales análogos al alcohol, lo que favorece la disminución de la hidrofobicidad. Según lo anterior, lo que se recomienda para una tener un sistema emulsificado estable, es formular una combinación de surfactantes que tengan un HLB igual o cercano al HLB requerido de esta fase oleosa. (Schmidts, Dobler, Guldan, Paulus, & Runkel, 2010)

4.2. Evaluación del efecto de la concentración de los surfactantes Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio, Metosulfato de behenrimonio, Cloruro de Cetrimonio, Policuaternio-70 y Lauril glucósido en medio acuoso

Los resultados correspondientes de la determinación del efecto superficial de los surfactantes con los que se trabajó se muestran la Figura 3. El ensayo para el surfactante BM fue indeterminado, ya que no se pudo lograr una solución homogénea del surfactante en agua.

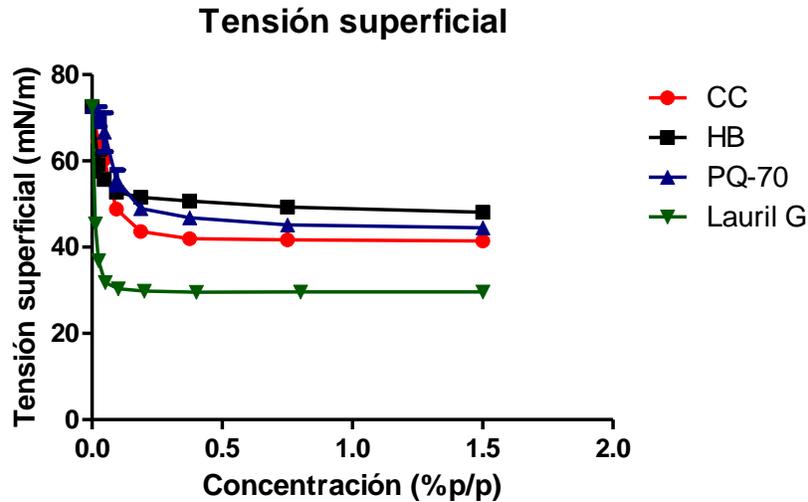


Figura 3. Tensión superficial de los surfactantes evaluados

Como se puede ver en la Figura 3, las concentraciones iniciales de todos los surfactantes evaluados en solución fueron más altas que los valores de la Concentración Micelar Crítica (CMC), la cual indica una disminución de la cohesividad de las moléculas de agua hasta un valor constante, pues el medio se satura de surfactante; al saturarse, el siguiente paso para la estabilización es la formación de micelas.

Además, en la Figura 3 también se puede observar que los surfactantes catiónicos tienen menor efecto en la disminución de la tensión superficial en comparación con el surfactante neutro lauril glucósido, quien tiene la mayor capacidad de disminución, es decir, que favorece la estabilización del sistema emulsionado evaluado. Dicho surfactante obtuvo un valor mínimo de 29,55mN/m.

4.3. Evaluación del ángulo de contacto en la interface aceite-agua

Los resultados correspondientes de la evaluación de la capacidad de disminución del ángulo de contacto de la composición oleosa respecto a los surfactantes, se muestran en la Figura 4.

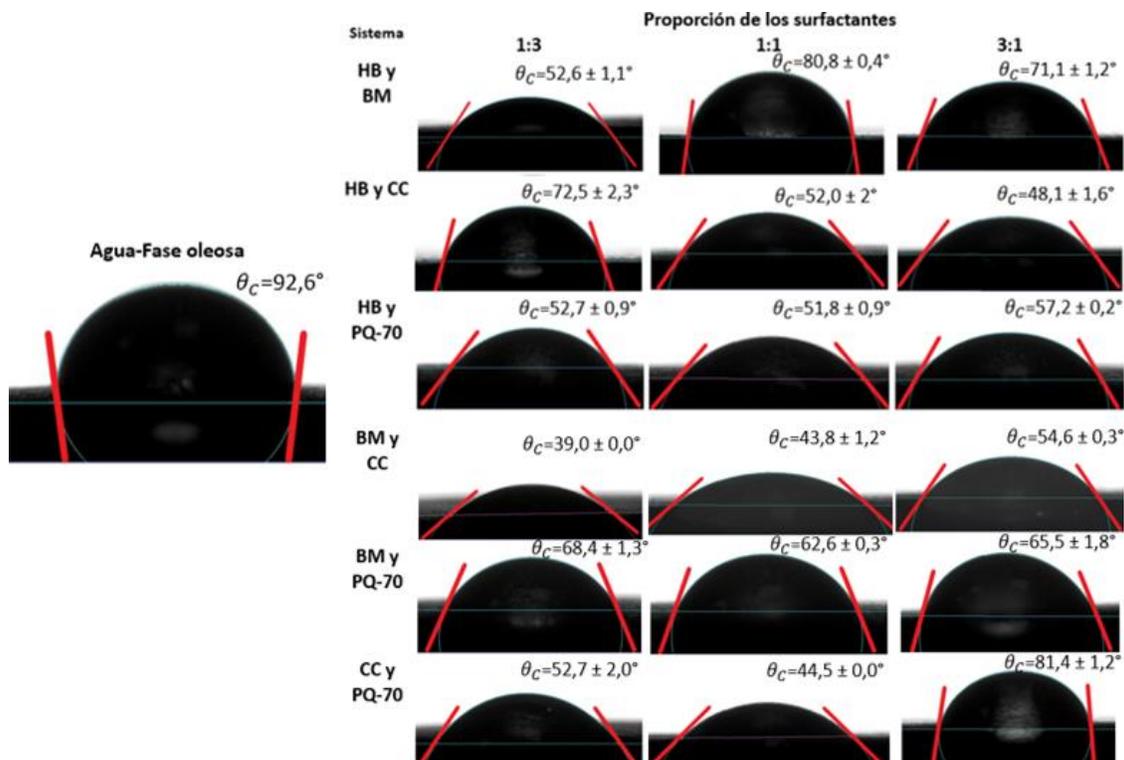


Figura 4. Ángulo de contacto de la composición oleosa respecto a los surfactantes

El ángulo de contacto corresponde a un parámetro termodinámico, ampliamente utilizado para las interacciones sólido-líquido, el cual permite evaluar el grado de humectabilidad del sistema (Zhao & Jiang, 2018). Como se observa en la Figura 4, dicho ángulo tiene un valor de $\theta_c = 92.6^\circ$, cuyo valor indica que es una superficie hidrófoba; pero al agregar los surfactantes catiónicos en combinación, se logra ver la disminución del ángulo de contacto, es decir, que logran humectar la superficie oleosa. El sistema que logró obtener un menor ángulo de contacto fue BM y CC (1:3), dando un valor de 39° , pero en general, las mayores disminuciones se obtuvieron en combinaciones que contenían el surfactante CC, que se caracteriza por tener una cadena alquílica de 14 átomos de carbono (ver Figura 1C). Lo anterior, demuestra la afinidad que tiene este surfactante por la fase oleosa de la formulación, pues en mayor proporción se encuentran el alcohol cetárico y caprílico de coco, cuya estructura incluye 14 y 16 átomos de carbono, respectivamente (Rowe, Sheskey, & Quinn, 2009).

5. CONCLUSIONES

Se logró caracterizar termodinámicamente la superficie de sistemas cosméticos para uso capilar.

La determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa está entre 12 y 13, indicando que los surfactantes estabilizan una emulsión hidrofílica, lo que coincide con el tipo de sistema emulsificado obtenido (O/W) correspondiente a un acondicionador capilar.

Los resultados del efecto superficial de los surfactantes catiónicos, monoméricos y poliméricos evaluados, arrojaron que el que logró una mayor disminución de la tensión superficial fue el lauril glucósido, con un valor mínimo de tensión superficial de 29,55mN/m.

Se consiguió evaluar la capacidad de disminución del ángulo de contacto de la composición oleosa de la formulación respecto a los surfactantes usados en la misma; la mezcla binaria de surfactantes con un menor ángulo de contacto fue BM y CC en una proporción de 1:3, cuyo valor fue de 39°. En general, se observó que los sistemas que contenían en surfactante CC obtuvieron un menor ángulo de contacto.

Por otro lado, se recomienda rediseñar la metodología para la determinación de la tensión superficial de los surfactantes que no son solubles en agua, pues en la industria este tipo de materias primas suelen ser preferidos por su cadena larga estructural, ya que confieren mayores atributos estéticos al cabello.

6. REFERENCIAS

- Agredo, P. (2017). Caracterización fisicoquímica de emulsiones tipo O/W estabilizadas mediante diferentes mezclas de surfactantes catiónicos monoméricos y poliméricos. Universidad Icesi.
- Gadhawe, A. (2014). Determination of Hydrophilic-Lipophilic Balance Value. *International Journal of Science and Research*, 3(4).
- Goussous, S. A., Casford, M. T. L., Johnson, S. A., & Davies, P. B. (2017). A structural and temporal study of the surfactants behenyltrimethylammonium methosulfate and behenyltrimethylammonium chloride adsorbed at air/water and air/glass interfaces using sum frequency generation spectroscopy. *Journal of Colloid and Interface Science*, 488, 365–372. <https://doi.org/10.1016/J.JCIS.2016.10.092>
- Miteva, M., Martins, G., & Dias, M. F. R. G. (2019). Hair Cosmeceuticals. *Alopecia*, 285–293. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-54825-0.00027-2>
- PTP. (2016). Evaluación y reformulación estratégica del Plan de Negocios del sector de Cosméticos y Aseo.
- Ran, G., Zhang, Y., Song, Q., Wang, Y., & Cao, D. (2009). The adsorption behavior of cationic surfactant onto human hair fibers. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 68(1), 106–110. <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFB.2008.09.024>
- Robbins, C. R. (2012). *Chemical and Physical Behaviour of Human Hair* (Cuarta edi). New York: Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-25611-0>
- Rowe, R. C., Sheskey, P. J., & Quinn, M. E. (2009). Handbook of Pharmaceutical Excipients. *Revue Des Nouvelles Technologies de l'Information*, 6, 150. [https://doi.org/10.1016/S0168-3659\(01\)00243-7](https://doi.org/10.1016/S0168-3659(01)00243-7)
- Schmidts, T., Dobler, D., Guldan, A., Paulus, N., & Runkel, F. (2010). Multiple W/O/W

ANEXOS

HLB requerido

Los surfactantes no iónicos cuentan con grupos hidrofílicos y lipofílicos, y el balance de estos grupos se expresa mediante el HLB (Balance Hidrofílico-Lipofílico). Este método fue desarrollado por Griffin en 1940, y se basa en asignar un valor de HLB empírico para los distintos tipos de surfactantes de una formulación y así clasificarlos según el tipo de sistemas en los que pueden lograr una mayor estabilización (Gadhavé, 2014); un valor de HLB menor a 9 indica que los surfactantes estabilizan emulsiones tipo w/o; un HLB mayor quiere decir que los surfactantes estabilizan emulsiones o/w (Hong, Kim, & Lee, 2018).

La mejor manera de formular una emulsión es usando una combinación de surfactantes cuyo valor HLB es cercano al valor HLB requerido (HLB_{req}) de la fase oleosa empleada. Un ejemplo de surfactantes utilizados para hallar el HLB_{req} son el Span 80 y Tween 80; éstos son estables en álcalis suaves, ácidos y electrolitos y no reaccionan con ingredientes iónicos o activos (Hong et al., 2018); además, ofrecen una mayor estabilidad y flexibilidad en la formulación. Es por lo anterior que se suelen usar en combinación para hallar el HLB_{req} de la fase oleosa.

A continuación se muestra el cálculo del HLB requerido teórico para la fase oleosa (Tabla 6), mediante la ecuación de Griffin (Ecuación 2).

$$HLB_{requerido} = \sum HLB_{requerido_i} * f_i$$

Donde f_i es la fracción de masa o peso del aceite i .

Tabla 6. HLB requerido de la fase oleosa

Ingrediente	% (p/p)	HLB requerido
Alcohol cetearílico	4.0	13.2 (Pasquali, Bregni, & Taurozzi, 2009)
Coco caprilato	0.5	9.3 (Schmidts, Schlupp, Gross, Dobler, & Runkel, 2012)

Manteca de karité	0.3	7.0 (Goncharova & Baranova, 2014)
-------------------	-----	-----------------------------------

$$HLB_{requerido} = \left(\frac{(13.2 * 4) + (9.3 * 0.5) + (7 * 0.3)}{4.8} \right) = \mathbf{12.4}$$

- Goncharova, A. A., & Baranova, I. I. (2014). The study of the influence of α -lipoic acid, urea and tea tree oil on the rheological properties of the emulsion cream vehicle for use in diabetic foot syndrome. *Available Online Www.Jocpr.Com Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(8), 429–435. Retrieved from www.jocpr.com
- Hong, I. K., Kim, S. I., & Lee, S. B. (2018). Effects of HLB value on oil-in-water emulsions: Droplet size, rheological behavior, zeta-potential, and creaming index. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. <https://doi.org/10.1016/J.JIEC.2018.06.022>
- Pasquali, R., Bregni, C., & Taurozzi, M. (2009). New Values of the Required Hydrophilic-Lipophilic Balance for Oil in Water Emulsions of Solid Fatty Acids and Alcohols Obtained from Solubility Parameter and Dielectric Constant Values. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 30(3), 328–331. <https://doi.org/10.1080/01932690802540517>
- Schmidts, T., Schlupp, P., Gross, A., Dobler, D., & Runkel, F. (2012). Required HLB Determination of Some Pharmaceutical Oils in Submicron Emulsions. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 33(6), 816–820. <https://doi.org/10.1080/01932691.2011.584800>

Caracterización superficial de surfactantes

Medición de la tensión superficial por la metodología Gota Pendiente

El trabajo de los surfactantes es disminuir la tensión interfacial de las emulsiones. (Zdziennicka, Szymczyk, Krawczyk, & Jańczuk, 2017). Dicha disminución puede ser medida mediante la metodología Gota Pendiente. Para este método se requiere de una aguja de donde queda suspendida la fase líquida o gaseosa del estudio. Lo que se evalúa es la forma que adopta la gota al caer, lo que relaciona la tensión superficial con la gravedad; para su análisis se usa la sombra de la imagen de la gota colgante por medio de un Análisis de Forma de Caída (Drop Shape Analysis, DSA). Esto se observa en la Figura 2. (DataPhysics Instruments, 2017)

A medida que la gota se agranda y se alista para caer, se produce una mayor presión dentro de la caída gracias a la tensión interfacial entre la fase interna y externa. La ecuación de Young-Laplace relaciona la diferencia de presión (Δp), el radio de curvatura de la superficie (r_1 y r_2) y la tensión interfacial (σ) se describe mediante la ecuación de Young-Laplace: (DataPhysics Instruments, 2017)

$$\Delta p = \sigma x \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (1)$$

Como la interacción de la gota que cae es netamente con la gravedad, la presión afecta a los radios de curvatura (r_1 y r_2) por el peso producido. (DataPhysics Instruments, 2017)

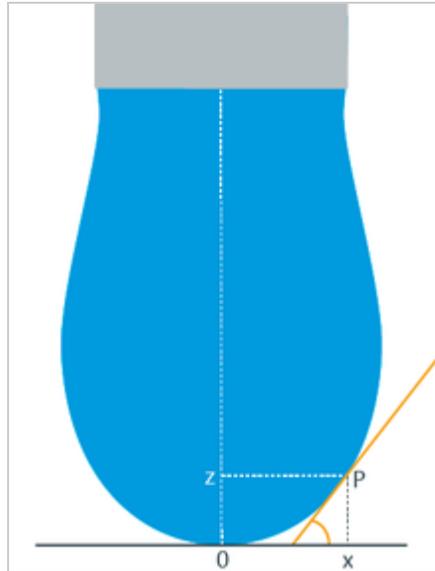


Figura 5. Ajuste de Young-Laplace a la gota pendiente. (DataPhysics Instruments, 2017)

DataPhysics Instruments. (2017). Sessile drop method. Retrieved October 6, 2018, from <https://www.dataphysics-instruments.com/knowledge/understanding-interfaces/sessile-drop-method/>

Zdziennicka, A., Szymczyk, K., Krawczyk, J., & Jańczuk, B. (2017). Components and parameters of solid/surfactant layer surface tension. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 522, 461–469. <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFA.2017.03.036>

Medición del ángulo de contacto por la metodología Gota Sésil

Otro de los temas involucrados en este proyecto es la medición del ángulo de contacto, la cual es utilizada para cuantificar la humectabilidad de superficies sólidas. Se deja caer una gota sobre dicha superficie, entonces se forma una capa líquida que se extiende a lo largo del sólido. Según la naturaleza de los materiales usados, éstos tendrán diferentes propiedades humectantes. Este parámetro se viene trabajando desde 1805, donde Thomas Young fue pionero en los temas de ángulo de contacto y humectabilidad. En general, las superficies sólidas con un ángulo de contacto $<90^\circ$ se consideran hidrófilas, mientras que las superficies con ángulo de contacto $>90^\circ$ son hidrófobas (Zhao & Jiang, 2018).

Para determinar el ángulo de contacto se debe contar con un montaje como el de la Figura 3, en donde se requiere una cámara para capturar una imagen de la gota de líquido que cae sobre una superficie; a esto se le llama caída sénil, y es analizada mediante un software. Éste lo que hace es evaluar los valores de la escala de grises de la imagen grabada, en donde se identifican dos líneas: una línea de base, la cual corresponde al contacto entre la gota y el sólido, y una línea del contorno de la gota. Lo anterior se observa en la Figura 4. Al tener establecidas ambas líneas, el paso siguiente es aplicar líneas tangentes en las intersecciones de éstas, lo cual se puede hacer de forma manual o automática. (Krüss, 2017)

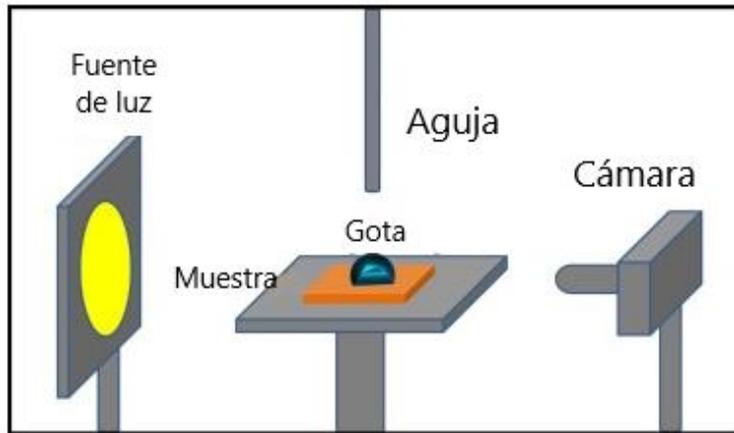


Figura 6. Configuración esquemática del método de caída sénil. (Zhao & Jiang, 2018)

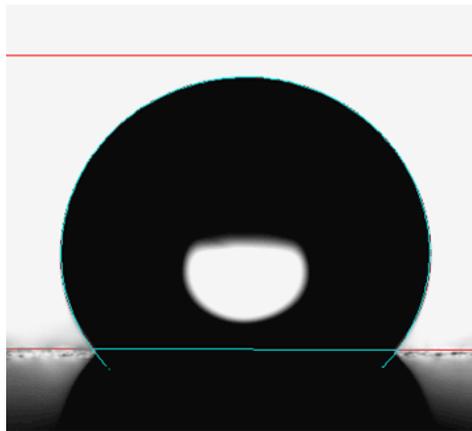


Figura 7. Línea base y de contorno detectadas en la gota. (Krüss, 2017)

Krüss. (2017). Gota colgante. Retrieved October 6, 2018, from <https://www.kruss-scientific.com/services/education-theory/glossary/pendant-drop/>

Zhao, T., & Jiang, L. (2018). Contact angle measurement of natural materials. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 161, 324–330. <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFB.2017.10.056>

Resultados de la Determinación del HLB requerido de la mezcla oleosa utilizada en una formulación base de un acondicionador capilar

Tabla 7. Índice de cremado de los sistemas evaluados

HLB mezcla	Índice de cremado	
	Vehículo	Sin vehículo
6	16,6898	13,6627
7	19,2196	20,9846
8	21,8541	14,1512
9	17,9609	15,4316
10	19,0255	12,4922
11	16,6421	9,6363
12	17,5199	7,2964
13	14,4355	6,0548
14	11,3453	9,2579

Resultados de la determinación del efecto superficial de los surfactantes Cloruro de Hidroxietil Behenamidopropil diamonio, Metosulfato de behentrimonio, Cloruro de Cetrimonio, Policuaternio-70 y Lauril glucósido en medio acuoso

Tabla 8. Gravedad específica de las soluciones preparadas para la determinación de la tensión superficial de los surfactantes

Surfactante	d1 (mg/mL)	d2 (mg/mL)	d3 (mg/mL)	d4 (mg/mL)	d5 (mg/mL)	d6 (mg/mL)	d7 (mg/mL)
HB	1,0003	1,0001	1,0010	0,9975	1,0025	0,9997	1,0016
CT	0,9980	0,9981	0,9987	0,9993	0,9950	0,9997	0,9981
PQ-70	0,9990	0,9973	1,0032	0,9980	0,9991	1,0021	0,9976
Lauril glucósido	0,9980	0,9989	0,9973	0,9990	0,9975	0,9976	0,9979
BM	0,9994	0,9974	0,9978	0,9974	0,9977	0,9937	0,9976

Tabla 9. Resultados de la tensión superficial de los surfactantes evaluados

Sistema	Concentración (%p/p)	Promedio tensión superficial (mN/m)	Desviación (mN/m)
---------	-------------------------	--	----------------------

Agua	-	72,66	0,2
BM	0,0125	72,34	0,6
BM	0,025	72,86	0,1
BM	0,05	72,90	0,1
BM	0,1	73,04	0,2
BM	0,2	72,49	0,0
BM	0,4	72,24	0,1
BM	0,8	34,30	0,6
CC	0,02335	64,58	0,7
CC	0,046875	60,35	0,1
CC	0,09375	48,83	0,1
CC	0,1875	43,62	0,3
CC	0,375	41,99	0,7
CC	0,75	41,73	0,3
CC	1,5	41,41	0,1
HB	0,02335	59,09	2,5
HB	0,046875	55,69	0,8
HB	0,09375	52,77	0,7
HB	0,1875	51,59	0,1
HB	0,375	50,71	0,2
HB	0,75	49,30	0,1
HB	1,5	48,11	0,2
Lauril G	0,0125	45,43	0,4
Lauril G	0,025	36,87	1,2
Lauril G	0,05	31,81	0,3
Lauril G	0,1	30,35	0,1
Lauril G	0,2	29,81	0,0
Lauril G	0,4	29,55	0,1
Lauril G	0,8	29,62	0,0
PQ-70	0,02335	70,27	2,3
PQ-70	0,046875	66,70	4,5
PQ-70	0,09375	55,62	2,3
PQ-70	0,1875	48,95	0,4
PQ-70	0,375	46,81	0,3
PQ-70	0,75	45,18	0,1
PQ-70	1,5	44,52	0,1

Resultados de la evaluación de la capacidad de disminución del ángulo de contacto de la composición oleosa de la formulación respecto a los surfactantes usados en la misma.

Tabla 10. Ángulo de contacto de la composición oleosa de la formulación respecto a los surfactantes usados en la misma.

Sistema	Ángulo promedio (°)	Desviación estándar promedio (°)
Agua-aceite	92,6	0,4
1.HB y BM 1a3	52,6	1,1
2.HB y BM 1a1	80,8	0,4
3. HB y BM 3a1	71,1	1,2
4. HB y CT 1 a3	72,5	2,3
5.HB y CT 1a1	52,0	2,0
6.HB y CT 3a1	48,1	1,6
7. HB y PQ-70 1a3	52,7	0,9
8.HB y PQ-70 1a1	51,8	0,9
9. HB y PQ-70 3a1	57,2	0,2
10. BM Y CT 1a3	39,0	0,0
11. BM y CT 1a1	43,8	1,2
12.BM y CT 3a1	54,6	0,3
13.BM y PQ-70 1a3	68,4	1,3
14.BM y PQ-70 1a1	62,6	0,3
15.BM Y PQ-70 3a1	65,5	1,8
16.CT-Cl y PQ-70 1a3	52,7	2,0
17. CT-Cl y PQ-70 1a1	44,5	0,0
18. CT-Cl y PQ-70 3a1	81,4	1,2