

UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA
TESIS DE GRADO

TITULO

**“ESTUDIO EXPERIMENTAL PARA LA OBTENCION
DEL 12 HIDROXI – ESTEARATO DE ETILO A
PARTIR DE LA CERA DE CASTOR Y DEL ALCOHOL
ETILICO Y SU UTILIZACION EN LA FORMULACION
DE CREMAS COSMETICAS”**

AUTOR

MARIA ISABEL BOLAÑOS LUCAS

DIRECTOR DE TESIS

ING. JOSE BAJAÑA

SUMARIO

I. INTRODUCCION

II. RESUMEN

CAPITULO # 1: ESTUDIO SOBRE LA MATERIA PRIMA

1.1. GENERALIDADES

1.2. CARACTERISTICAS FISICAS Y PROPIEDADES QUIMICAS

1.3. FUENTE DE OBTENCION

1.4. UTILIZACION INDUSTRIAL DE LA CERA DE CASTOR

1.5. ANALISIS QUIMICO DE LA MATERIA PRIMA (CERA)

1.5.1. PUNTO DE FUSION

1.5.2. INDICE DE SAPONIFICACION

1.5.3. INDICE DE YODO

1.5.4. ACIDOS GRASOS LIBRES

1.6. ANALISIS DE LOS REACTIVOS

CAPITULO # 2: CARACTERISTICAS DE LAS CREMAS COSMETICAS

2.1. GENERALIDADES

2.2. DEFINICION

2.3. METODOS Y FORMULAS PARA LA ELABORACION DE
CREMAS.

2.3.1. FABRICACION DE CREMAS

CAPITULO # 3: INGENIERIA DEL PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE 12-HIDROXIESTEARATO DE ETILO

- 3.1. SELECCIÓN DEL PROCESO.
- 3.2. DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO
- 3.3. DESCRIPCION DE LAS ETAPAS DEL PROCESO
- 3.4. ETAPA DE OBTENCION DEL 12-HIDROXI-ESTEARATO DE ETILO
 - 3.4.1. DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES DEL PROCESO DE ESTERIFICACION
 - 3.4.2. DESARROLLO DE LOS PASOS SEGUIDOS PARA OBTENER 12-HIDROXIESTEARATO DE ETILO
 - 3.4.3. ANALISIS DEL PRODUCTO 12 HIDROXIESTEARATO DE ETILO
- 3.5. BALANCE GLOBAL DE MATERIA

CAPITULO #4: RESULTADOS DE LA INGENIERIA DEL PROCESO PARA PRODUCIR HIDROXIESTEARATO DE ETILO Y LA EVALUACION DE LOS MISMOS.

- 4.1. ETAPA DE OBTENCION DEL PRODUCTO
- 4.2. DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES : ACIDO 12 HIDROXI ESTEARICO – ALCOHOL ETILICO
- 4.3. DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES DEL CATALIZADOR

4.4. DETERMINACION DE LA TEMPERATURA DE TRABAJO

4.5. DETERMINACION DEL TIEMPO DE REACCION

4.6. ETAPA DE PURIFICACION DEL PRODUCTO FORMADO

4.7. ETAPA DEL SECADO DEL PRODUCTO.

4.8. ANALISIS DEL 12- HIDROXIESTEARATO DE ETILO FORMADO

4.9. OBTENCION DE LOS RENDIMIENTOS

CAPITULO #5: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA PRODUCIR CREMAS COSMETICAS

5.1. SELECCIÓN DE FORMULA Y DESCRIPCION DE INGREDIENTES
DE
FABRICACION DE CREMAS COSMETICAS

5.2. APLICACION DEL PRODUCTO 12-HIDROXIESTEARATO DE
ETILO EN LA ELABORACION DE CREMAS COSMETICAS

5.3. TEST DE APLICACIÓN DE LOS PRODUCTOS TERMINADOS POR
PANNEL (ENCUESTAS)

5.4. EVALUACION DE LA OBTENCION EXPERIMENTAL DE LOS
PRODUCTOS Y DE LOS TEST DE APLICACION

CAPITULO # 6: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1. CONCLUSIONES

6.2. RECOMENDACIONES

APENDICE:

- BIBLIOGRAFIA
- ENSAYOS
- FOTOGRAFIAS

I INTRODUCCION

El presente trabajo de Investigación tiene como objetivo producir 12-Hidroxi- estereato de etilo a partir de la cera de castor (Aceite hidrogenado de ricino). El producto formado tiene una amplia gama de usos entre los que destaca como componente para la preparación de cremas cosméticas.

En nuestro país se producen las materias primas que intervienen en el proceso: el alcohol etílico se producen en la destilerías locales de alcohol que lo provienen de las cañas, y la cera de Castor (producto resultante de la hidrogenación del aceite de higuierilla).

El aceite hidrogenado de higuierilla o cera castor, se produce en el Ecuador y es exportado a otros países más Industrializados (como los EEUU) donde elaboran muchos productos terminados (cremas, lápiz labial, pomadas, etc.) a costo muy superiores a los que se comercializan la materia prima inicial que el país produce.

Por este motivo me pareció importante desarrollar una investigación experimental que además de ser de gran interés científico, provea del procedimiento experimental para obtener producto de gran uso en el área de los cosméticos.

En este trabajo investigativo se estudia en detalle el procedimiento incluyendo el estudio de las variables que rigen el proceso para que el producto a elaborar 12 Hidroxi- Estearato de Etilo, así como el producto terminado tenga la calidad propia para esta clase de productos.

II**RESUMEN**

El trabajo de Investigación ha sido dividido en seis capítulos y a continuación se expone un resumen de los mismos:

En el capítulo # 1 se presenta información respecto a la materia prima principal: cera de Castor. Se exponen las propiedades físicas y químicas de las mismas, así como su forma de producción y los usos industriales que poseen. Se Detallan las metodologías de análisis utilizadas. Las características propias de las cremas faciales se presentan en el Capítulo # 2.

La Ingeniería del proceso para obtener el 12 Hidroxi- Estearato de Etilo a partir de la cera de Castor se expone en el capítulo # 3. En este Capítulo se detalla el Proceso propiamente dicho; con los análisis del producto final, las diversas variables y las etapas del proceso que son descritas de manera clara y concisa.

En el Capítulo # 4 se reportan todas las etapas de obtención del producto, la determinación de las proporciones del ácido 12 hidroxí esteárico y el alcohol, las proporciones del catalizador utilizado, la temperaturas, tiempo de reacción purificación y secado del producto.

El Procedimiento para obtener las cremas cosméticas y la aplicación de producto 12-hidroxiestearato de etilo. Así también se presentan pruebas de aplicación con encuestas prácticas y la respectiva evaluación de las mismas. Mismas que son detalladas en el capítulo # 5. Tanto las

conclusiones del trabajo investigativo como las recomendaciones pertinentes al proyecto se reportan en el capítulo # 6

**LA RESPONSABLE DEL PRESENTE
TRABAJO PERTENECE A LA AUTORA**

AGRADECIMIENTO

Mi sincero agradecimiento a las personas e instituciones que de una u otra forma colaboraron para el desarrollo de este trabajo.

Al Ing. Jose Bajaña , Director de tesis por su valiosa colaboración y orientación en el presente trabajo

Así mismo a las siguientes personas:

Ing. Jorge Andrade (Empresa Castor)

Ing. Elizabeth Marcillo (Empresa La Fabril S.A)

Ing. Freddy Toro (Empresa La Fabril S.A)

II

DEDICATORIA

A MI MADRE

Y

A LA MEMORIA DE MI PADRE



DEDICATORIA

A MI ESPOSO E HIJOS

CONTENIDO

AGRADECIMIENTO	I
DEDICATORIA	II
DEDICATORIA	III
INTRODUCCION	1
RESUMEN	2

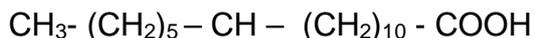
CAPITULO # 1

ESTUDIO SOBRE LA MATERIA PRIMA: CERA DE CASTOR

1.1. GENERALIDADES.

La cera de Castor (aceite hidrogenado de higuera) es el producto resultante de la reacción entre el aceite de higuera y el hidrógeno, con lo que resulta una saturación de la doble ligadura existente en la moléculas del ácido ricinoléico.

OH



El aceite de higuera conocido en español también como aceite de ricino (*CASTOR*, en Inglés, *RICIN* en Francés, *ARAND* en Indú, *MAMONA* en Portugués), es un aceite vegetal obtenido de las semillas del *Ricinus communis*, (planta de higuera) y de otras variedades similares por medio de presión (prensado), de extracción con solventes o una combinación de ambos métodos.

El aceite de higuera de mejor calidad se produce por presión hidráulica de las semillas a temperatura ambiente y se lo clasifica como grado No.1 (prensado en frío). El aceite extraído con solventes contiene una toxalbumina (encontrada en las semillas), sustancias colorantes y enzimas hidrolizantes, es de menor calidad y se clasifica como grado No. 3.

El contenido de aceite (35 a 55%) de las semillas de la Planta y la composición de su aceite depende de factores característicos que regulan la composición química de todos los productos de origen vegetal: biotipo de las especies, sistema de cultivo, clima, etc.

Un análisis típico de los ácidos grasos presentes en el aceite de higuera es el siguiente:

	%
ACIDO RICINOLEICO	89.5
ACIDO LINOLEICO	4.5
ACIDO OLEICO	3.0
ACIDO ESTEARICO	1.0
ACIDO PALMITICO	1.0
ACIDO DIHIDROXIEST.	0.7
ACIDO LICOSANOICO	0.3
ACIDO LINOLENICO	0.3

FUENTE: Aceite de higuera (BRASIL)

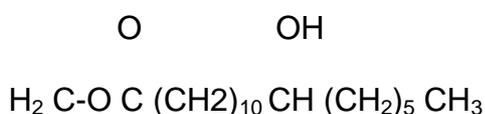
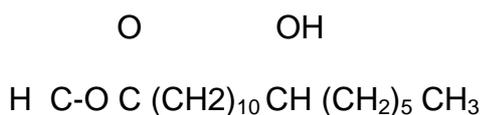
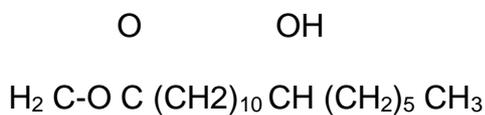
Se conoce que la relación entre los pesos moleculares de los ácidos grasos a la glicerina es alta, por tanto el contenido de glicerina en el aceite de higuera permanece entre 4.6 % a 5 %

El mayor exportador de aceite de higuera en el mundo es Brasil que satisface las demandas de los Estados Unidos y de la comunidad económica Europea.

La producción de Brasil es de 40.000 Toneladas anuales, de las cuales cerca del

50% se destina para la fabricación de derivados, especialmente la cera de castor.

La cera de castor es un triglicérido en el que predomina el 12 Hidroxi-esteárico del que se obtendrá el 12 hidroxí - estearato de etilo, siendo este uno de los ingredientes para la formulación de cremas cosméticas.



(cera de castor)

1.2. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y PROPIEDADES QUÍMICAS.

La cera de castor presenta consistencia de una pasta a un sólido con elevado punto de fusión, insoluble en la mayoría de los solventes comunes a la temperatura ambiente.

La cera de castor (gliceril -1 - tris-12- hidroxistearato) conocida también bajo el nombre de cera opal, insoluble en solventes orgánicos a temperaturas atmosféricas pero altamente compatible con muchas resinas y ceras. Se usa en composiciones donde se desean resistencia a la grasas y a los solventes, dureza o altos puntos de ebullición. Esta cera se caracteriza por su punto de fusión preciso y por su mínimo desgarramiento.

El proceso de hidrogenación puede realizarse en tres niveles: Hidrogenación leve, mediana, elevada, dependiendo de las características que se desean obtener del producto.

Las características básicas de la cera de castor son:

ANALISIS	%
Acidez	3.70
Humedad & Volátiles	0,26
Color (Lovibond 5.1/4")	50Y 6.8R
I. Peróxido (meq O ₂ /K)	0.39
I. Yodo (cg/g.)	6,68
P. Fusión °C	79.0 °C
I. Saponificación	192.93

Fuente: CERAS INDUSTRIALES -H.BENNETT.

La cera de Castor es extremadamente dura en comparación con otras ceras. Su valor de penetración es 0.2 mm, siendo 0.1 mm para la cera carnauba y 0.17 para la cera de abejas.

La cera es compatible con todas las ceras naturales de insectos y vegetales. Es solo moderadamente compatible con parafinas y cerasinas; además es altamente miscible con la rosina, alcohol, abietílico, alcoholes hidroabietélicos, etil celulosa, acetato de celulosa y metacrilatos, poli-isobutílicos.

Es atacado por ácido nítrico concentrado y los álcalis fuertes saponifican la cera de castor liberando glicerina.

Emulsiones aniónicas estables y suaves pueden ser preparadas con la cera de castor y el estearato de trietanolamina conjuntamente con un emulsionante no iónico.

1.3. FUENTE DE OBTENCION.

De la composición en ácidos grasos del aceite de higuera se puede notar la presencia del ácido ricinoléico, poco frecuente en los aceites naturales que le proporciona al aceite su valor comercial en virtud de las posibilidades que presenta como material de partida para la obtención de un número grande de derivados químicos que tienen una utilización extraordinariamente diversificada.

La cera de castor se produce a partir del aceite de higuera (aceite insaturado) utilizando el proceso denominado hidrogenación, que es la reacción química de

las sustancias con el hidrógeno molecular en presencia de un catalizador de níquel. La hidrogenación catalítica es usada extensivamente en procesos industriales, como ejemplo tenemos: la síntesis de metanol, combustibles líquidos, hidrogenación de aceites vegetales, alcoholes grasos de los correspondientes ácidos carboxílicos, alcoholes a partir de aldehídos, etc.

El endurecimiento de las grasas animales y de aceites vegetales es llevada a cabo a gran escala para manufacturar productos de una consistencia deseada y

para remover ciertas impurezas. Químicamente, el proceso involucra la conversión de glicéridos de ácidos grasos insaturados (por ejemplo el oléico y el linoléico) a los respectivos ácidos grasos saturados en presencia de un catalizador

de níquel. La hidrogenación del aceite de higuera constituye la etapa preliminar

para la obtención del ácido 12 hidroxil - esteárico. El aceite de higuera y el catalizador de níquel son bombeados hacia los reactores de hidrogenación donde

son agitados y calentados gradualmente hasta alcanzar la temperatura de 120 a 200 °C.

El hidrógeno gaseoso que es introducido al inicio de la operación, para eliminar el aire contenido de los reactores se mantiene a presión de 2 a 5 atmósferas.

El porcentaje del catalizador varía entre el 0.1% y 1%.

Con la Hidrogenación del aceite de higuera se verifica la saturación completa de

los dobles enlaces del ácido ricinoleico y se obtiene una grasa dura (cera de castor) con punto de fusión alrededor de los 70 a 80°C.

1.4. UTILIZACION INDUSTRIAL DE LA CERA DE CASTOR.

La cera de castor se utiliza principalmente en las áreas siguientes:

- Fabricación de impermeabilizantes
- Fabricación de impregnantes.
- Aditivos y sustitutos de ceras naturales
- Lubricantes de moldes y estampados para cauchos y plásticos
- Compuestos para estrusado de metales
- Tintas para impresión.
- Jabones especiales

- Fabricación de crayón
- Fabricación de velas
- Composición de brea
- Composición en goma laca
- Composición en caucho natural y caucho sintético
- Fabricación de ácido hidroxisteárico e hidroxistearato de etilo
- Composición en polietileno y polimetacrilato
- Composición en etil celulosa
- Composición en acetato butirato de celulosa

1.5 ANALISIS QUIMICO DE LA MATERIA PRIMA (CERA)

La materia prima para este proceso experimental es el 12-hidroxi estearato de glicerilo ó cera de castor proveniente de la hidrogenación del aceite de higuera y que se obtiene para este proceso de la Empresa CASTOR ECUATORIANA de la ciudad de Manta, la cual comercializa este producto al exterior.

Los análisis a efectuar a la materia prima son: Índice de Iodo, % Ácidos Grasos Libres (FFA), Índice de Saponificación, y Punto de Fusión, se utiliza métodos de análisis internacionales AOCS

1.5.1. PUNTO DE FUSION (TUBOS CAPILARES) .

El punto de fusión es la temperatura a la cual la muestra (grasa animal ó vegetal) llega a estar completamente clara y líquida.

Preparación de la muestra

Funda la muestra y filtra a través de papel filtro para remover cualquier impureza y las últimas trazas de humedad. Es esencial que la muestra esté absolutamente seca.

Procedimiento de ensayo

1. Sumergir al menos 3 tubos capilares limpios en la muestra completamente líquida hasta que la muestra alcance alrededor de 10 mm de alto en los tubos.
2. Colocar los tubos capilares en refrigeración a 4°C – 10°C por 15 minutos si se trata de puntos de fusión mayores a 30°C y 30 minutos si se trata de puntos de fusión menores a 30°C.
3. Sacar los tubos del refrigerador y amarre con una banda de caucho (liga) al termómetro en tanto que la parte terminal de los capilares coincida con el final del bulbo del termómetro de mercurio.
4. Suspenda el termómetro dentro del vaso de precipitación de 600 cm³ el cual debe estar lleno hasta la mitad con agua destilada, sumerja el termómetro con los capilares hasta la marca de inmersión.
5. La temperatura del baño debe estar entre 8°C a 10°C debajo del punto de fusión de la muestra al inicio de la prueba. Agite el agua del baño con una pequeña corriente de aire u otro método y aplicar lentamente el calor para incrementar la temperatura del baño en 0.5 °C por minuto utilizando para el efecto una plancha de calentamiento
6. Las grasas normalmente pasan por un estado opalescente antes de fundirse completamente, el calentamiento es continuo hasta que los tubos estén completamente claros. Observe la temperatura en la cual cada uno de los tubos adquieren la transparencia y calcule el promedio de todos los tubos.
7. Los resultados no deben variar más de 0.5 °C. Se reporta el valor promedio como PUNTO DE FUSION

1.5.2. INDICE DE SAPONIFICACION.

El índice de saponificación es la cantidad necesaria para saponificar una cantidad definida de la muestra. Se expresa como el número de miligramos de KOH requeridos para saponificar un gramo de muestra.

Preparación de la muestra

Funda la muestra y filtrar a través de papel filtro para remover cualquier impureza y las últimas trazas de humedad. Es esencial que la muestra esté absolutamente seca.

Procedimiento de Ensayo

1. Pesar una muestra de tal tamaño que la titulación sea del 45% a 55% del blanco. Por lo general se requieren muestras de 4 a 5 gramos. Adicionar 50 cm³ de la solución alcohólica de KOH con una pipeta y deje drenar la pipeta por el período de tiempo definido.
2. Prepare y determine el blanco simultáneamente con la muestra y similar en todos los aspectos excepto la grasa o el aceite.
3. Conectar el condensador de aire y someter a ebullición hasta que la muestra esté completamente saponificada. Usualmente se requiere cerca de una hora para muestras normales (en muestras difíciles de saponificar se puede requerir más de una hora determinado por titulación). Asegurarse que el anillo de vapor en el condensador no se eleve al tope superior del mismo y que no existan pérdidas.
4. Luego de que el equipo y condensado se han enfriado, no tanto como para solidificar, lave el interior del condensador con una pequeña cantidad de agua destilada.
5. Desconecte el condensador, añada cerca de 1 cm³ de indicador de fenolftaleína y titular con ácido clorhídrico 0.5N hasta que la coloración rosa justo desaparezca.

6. Registrar el volumen de HCl 0.5N requerido para la titulación.

Cálculos :

$$\text{INDICE DE SAPONIFICACION} = \frac{(V_b - V_m) (N) (56.1)}{W}$$

Donde:

V_b = ml 0.5 N HCl utilizados en la titulación del blanco

V_m = ml 0.5 N HCl utilizados en la titulación con la muestra

N = Normalidad HCl estandarizado

W = peso de la muestra analizada en gramos.

El Hidróxido de Potasio, como todo álcali, puede afectar la piel, ojos, tracto respiratorio. Usar guantes de caucho y protector de rostro para álcalis concentrados. Use adecuadamente la sorbona y máscara de protección respiratoria. Siempre añada lentejas al agua y no viceversa. Tome precauciones con soluciones cáusticas en los recipientes a preparar debido al calor que se genera.

El alcohol etílico es inflamable, use sorbona al calentar y evaporar el solvente.

1.5.3. INDICE DE YODO.

El índice de Iodo es una medida de la insaturación de grasas y aceites, expresada como el número de centigramos de Yodo absorbidos por gramo de muestra (cg/g).

Preparación de la muestra

Funda la muestra y filtrar a través de papel filtro para remover cualquier impureza y las últimas trazas de humedad. Es esencial que la muestra esté absolutamente seca.

Procedimiento de ensayo

1. Se pesa la cantidad adecuada de la muestra exenta de humedad (anhidra) según el producto, aproximadamente de 0.20 a 0.22 g de muestra. Si la muestra es sólida fundir a una temperatura que no exceda los 10 – 15°C sobre el punto de fusión de la muestra, enfriar y filtrar.
2. Adicionar 20 cm³ de Cl₄C , 25 cm³ de solución de Wijs, agitar y homogeneizar. Dejar en oscuridad por una hora a temperatura ambiente (25 ± 5°C).
3. Si requerimos del ensayo rápido se utiliza acetato de mercurio preparado al momento del análisis (0.25 g. Por cada 10 cm³ de ácido acético), dejar reaccionar por 3 minutos.
4. Luego adicionar 20 cm³ de IK al 15% (3g. De IK en 20 cm³ de agua destilada, en cada muestra) y 100 cm³ de agua destilada.
5. Titular con tiosulfato de sodio hasta que el color amarillo haya desaparecido, luego añadir de 1 a 2 cm³ de solución de almidón al 1% como indicador. Continuar la titulación hasta que el color azul haya desaparecido completamente.
6. Para cada determinación, realizar un ensayo en blanco.
7. Como sugerencia al momento de la titulación pasado los 30 cm³ de consumo, agitar más despacio, seguir titulando y se vuelve agitar hasta cambio total.

Todos los reactivos empleados en la determinación son sensibles a la temperatura, humedad y sobre todo a la luz, almacenar en lugar fresco, seco y obscuro.

Cálculos:

$$\text{INDICE DE YODO} = \frac{(12.69) \times (V_b - V_m) \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Peso de Muestra}}$$

Donde:

V_b = volumen en cm^3 de tiosulfato de sodio empleado en la titulación en blanco

V_m = volumen en cm^3 de tiosulfato de sodio empleado en la titulación con la muestra

12.69 = Factor

N = Normalidad $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ standarizado

W = peso de la muestra analizada en gramos.

1.5.4 ACIDOS GRASOS LIBRES

Este método determina los ácidos grasos libres existentes en una muestra.

Preparación de la muestra

Las muestras deben estar bien mezcladas y totalmente líquidas antes de ser pesadas, sin embargo, no debe calentarse la muestra a más de 10 grados por encima de su punto de fusión.

Procedimiento de ensayo

1. Usar la tabla 1 para determinar el peso de la muestra para los
2. diferentes rangos de ácidos grasos. Pesar el tamaño de la muestra designado en un erlenmeyer.
3. Agregar la cantidad especificada de muestra caliente, más 75 ml de alcohol neutro y 2 cm³ de indicador de fenolftaleína y calentar
4. Titular con el estándar de Hidróxido de sodio de normalidad indicada en la tabla, agitando vigorosamente hasta que aparezca la primera indicación de color rosa permanente de la misma intensidad que la del alcohol neutro antes de añadir la muestra. El color debe persistir durante 30 segundos.

TABLA # 1

Rango de ácidos grasos libres, volumen de alcohol y fuerza de álcali.

% Acidéz (rango)	Muestra (g)	Alcohol (cc)	Alcali Normalidad
0.0 – 0.20	56.4 \pm 0.20	50	0.10 N
0.20 – 1.00	28.2 \pm 0.20	50	0.10N
1.00 – 30.00	7.05 \pm 0.05	75	0.25 N
30.00 –50.00	7.05 \pm 0.05	100	0.25 ó 1.0N
50.00– 100.0	3.53 \pm 0.05	100	1.0 N

CALCULOS:

El porcentaje de ácidos grasos libres en la mayoría de los tipos de grasas se calcula como ácido oléico, aunque en aceites de coco y de grano de palma se expresa frecuentemente como ácido láurico y para el aceite de palma se expresa como ácido palmítico.

(a) Ácidos Grasos libres, expresados como Ac. Oléico.

(%) = $(\text{cm}^3 \text{ de álcali} \times N \times 28.2) / (\text{Peso de Muestra})$

(b) Ácidos Grasos libres, expresados como Ac. Palmítico.

(%) = $(\text{cm}^3 \text{ de álcali} \times N \times 25.6) / (\text{Peso de Muestra})$

(c) Ácidos Grasos libres, expresado como Ac. Láurico

(%) = $(\text{cm}^3 \text{ de álcali} \times N \times 20.0) / (\text{Peso de Muestra})$

Los ácidos grasos libres frecuentemente se expresan en términos de valor de ácido en vez de porcentajes de ácidos grasos libres. El valor del ácido se define como el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar 1 gramo de muestra. Para convertir el porcentaje de ácidos grasos libres (Oleico, Palmítico y Láurico) a valor de ácido debe multiplicarse el porcentaje por 1.99, 2.19 y 2.81 respectivamente.

1.6 ANALISIS DE LOS REACTIVOS

Los productos químicos empleados son:

El hidróxido de sodio utilizado en la saponificación, se utiliza en concentración al 32%

El HCl utilizado en la acidificación se usa en concentración al 37%

El ácido sulfúrico, que actúa como catalizador se suministra en presentación líquida con concentración de 96% de pureza.

El alcohol etílico ó potable es el reactante, se presenta en forma líquida con un grado alcohólico de 96% .

El bicarbonato de sodio es polvo blanco utilizado para neutralizar la acidéz provocada por el catalizador

CAPITULO # 2

CARACTERISTICAS DE LAS CREMAS COSMETICAS

2.1.1 GENERALIDADES

La aportación de la Química a la cosmética ha sido muy valiosa. Mediante la introducción de métodos científicos, medidas exactas, procedimientos uniformes, especificaciones para materias primas, y pruebas de los productos terminados, la preparación de los cosméticos ha salido de la clase de artes empíricas y se ha afirmado como una de las numerosas ramas de la tecnología química.

En la fabricación de productos cosméticos se emplean materiales orgánicos e inorgánicos; los primeros han ido pasando gradualmente de la índole de sustancias vegetales y animales a la de compuestos orgánicos sintéticos pasando por los compuestos metálicos.

Puesto que solo ciertas sustancias de una clase pueden tener las propiedades deseadas para un producto cosmético determinado, el número de ingredientes posibles suele ser limitado.

Entre los tipos de sustancias orgánicas usadas en los cosméticos figuran: aceites, grasas, y ceras, naturales o sintéticas; hidrocarburos líquidos, semisólidos y sólidos jabones y agentes tensoactivos sintéticos; almidones, gomas y resinas; colorantes y pigmentos; ácidos, alcoholes, y éteres; alquiladizas y alcanolaminas, y otras muchas más. Entre las sustancias inorgánicas están el agua y el peróxido de hidrógeno; las sales

y los óxidos metálicos; ácidos, amoníaco, y álcalis fijos, y muchas otras.

2.2. DEFINICIONES.

Cosmético: Cualquier sustancia, preparado o tratamiento aplicado a la persona: a) Para limpiar; b) para alterar el aspecto; c) para aumentar el atractivo de la persona.

Por consiguiente, el término incluye las cremas, los polvos, las lociones, y los agentes colorantes aplicados a la cara, el cuero cabelludo, el cabello y las manos, y muchos productos afines, como desodorantes, depilatorios y preparados para la boca, y para imitar en la piel el tostado del sol.

Cosmetología: Rama de la ciencia aplicada que trata del embellecimiento externo de la persona mediante el uso de productos y tratamientos cosméticos.

Cremas: es una emulsión de sustancias oleosas y acuosas en forma sólida o líquida que se extiende fácilmente sobre la piel.

Colores certificados para cosméticos.- Los colores que pueden usarse en los cosméticos están sometidos a regulaciones estrictas. Hasta la introducción de los tintes de “aspecto natural” en el maquillaje, la coloración de los productos no destinados al uso en el teatro era relativamente sencilla. Los tonos de rojo y rosa se obtenían empleando el carmín (de cochinilla) y cartamina (derivada del Cártamo o alazor).

El primer color orgánico sintético usado para éstos afines fue la aloxana. Los colores del segundo grupo figuran en la lista oficial de administración de Alimentos y Medicamentos; ésta lista puede obtenerse pidiéndola a la Administración. No se permite el uso de ninguno de ellos sí el lote no ha sido certificado por ese organismo. Según las clases de productos para los cuales son especificados, los colores certificados se designan como FD&C (alimentos, medicamentos y cosméticos); D&C (medicamentos y cosméticos); Ext. D&C (medicamentos y cosméticos para uso externo solamente).

Los colores para los productos cosméticos deben elegirse basándose en su tono, en su estabilidad, a los cambios físicos y químicos y en la naturaleza del medio. Este ayudará a decidirse si se necesita un colorante ácido ó básico, soluble en aceite o soluble en agua.

2.3. METODOS Y FORMULAS PARA LA ELABORACION DE CREMAS.

Las cremas forman la clase más importante de preparados cosméticos usados sobre la piel. Aunque la variedad pueda quizá parecer muy grande, toda verdadera crema se compone fundamentalmente de una emulsión de sustancias oleosas y acuosas en forma sólida ó líquida. Según su función, las cremas forman tres grupos principales; limpiadoras, emolientes, y de acabado. Casi todas las cremas de limpieza y todas las emolientes son emulsiones de agua en aceite; casi todas las cremas de acabado son emulsiones de aceite en agua. La Asociación de Artículos para el Tocador ha publicado normas para casi todas las materias primas

usadas en la preparación de cremas cosméticas.

Una crema de limpieza satisfactoria es una emulsión de agua en aceite que se funde a la temperatura del cuerpo y se extiende fácilmente sobre la piel. Los ingredientes oleosos deben ser bastantes ligeros para penetrar un poco y limpiar la piel de impurezas, y desaparecer después corriéndose. No deben contener cantidades apreciables de sustancias que pudieran ser retenidas por la piel. El producto no debe ser pegajoso; después de quitado, la piel debe sentirse suave y lisa; limpia, pero no grasienta, y descansada para cualquier cosa que pueda seguir.

El producto conocido con el nombre de crema fría (cold-cream) es satisfactorio para la piel normal y también para la piel que tiende a la sequedad. Los materiales grasos y céreos incorporados en cremas están: cera de carnauba, aceite de ricino, creerían, manteca de cacao, aceite de oliva, ácido oleico, hidroxí estearato de etilo aceite de cacahuete, aceite de sésamo, ácido estático, y ciertas grasas y ceras sintéticas.

Entre muchos agentes emulsificadores nuevos pueden citarse los siguientes: aminoglicol, alcanolaminas y éteres de alcoholes polihídricos.

Tal como se preparaban originalmente, no eran en realidad cremas, esto es emulsiones, sino simples mezclas de hidrocarburos líquidos y sólidos, fundidos juntos y perfumados. El fin principal de éstos productos es fundirse y extenderse rápidamente, pero no son igualmente eficaces para eliminar toda clase de suciedad. Puesto que el uso prolongado de los

hidrocarburos de petróleo tiende a secar la piel, las cremas de limpieza de este tipo son más satisfactorias para las pieles que tienen cierta tendencia a ser aceitosas. Para salvar este inconveniente, se han modificado algunas composiciones de modo que contengan grasas y ceras animales y vegetales e incluso para producirlas como emulsiones.

2.3.1. FABRICACION DE CREMAS.

Para la fabricación de todas las cremas en forma de emulsión deben fundirse los ingredientes grasos y los ingredientes solubles en agua adicionarse lentamente a la temperatura de fusión de las grasas.

La agitación tiene que ser constante y regular para asegurar el contacto más íntimo de las dos fases de la emulsión. Si hay que añadir algún perfume, se deja primero enfriar la mezcla hasta aproximadamente 50°C, y se continúa la agitación durante el enfriamiento adicional.

Las cremas se ponen en sus recipientes mientras están todavía lo bastante calientes para ser líquidas, o bien después que se enfrían. Casi todas las cremas frías, las cremas de limpieza y las emolientes se envasan en caliente; las cremas evanescentes, las pastas y las pomadas suelen envasarse en frío. Se emplean aparatos accionados por la gravedad y por el vacío. Las precauciones que deben adoptarse se encaminan a evitar las bolsas de aire en los tubos o los tarros, a obtener una superficie lisa y pulcra sobre la crema y a enfriar por completo los envases antes de cerrarlos.

En cualquier fábrica moderna y bien equipada se realiza fabricación de manera eficiente por medio de operaciones continuas y sucesivas, desde las calderas mezcladoras hasta el envasado, el etiquetado y el empaquetado en cajas de madera o de cartón, tal vez con inclusión de prospectos, envoltura exterior y cierre final. En la actualidad se dispone de maquinaria, o puede construirse, que satisfaga las necesidades del problema de empaquetamiento más exigente.

La fabricación de cremas líquidas es más complicada por la posibilidad de que se destruya la emulsión. Como se ha dicho antes, el método de fabricación puede variar bastante según la naturaleza del emulsificador, por las proporciones y la pureza de los ingredientes, la manera de efectuar la mezcla y la rapidez con que se haga y otros factores, son muy importantes. Todas las cremas deben hacerse perfectamente en lotes pequeños antes de intentar hacerlas en gran escala.

Las cremas líquidas pueden envasarse por gravedad desde grandes depósitos, llenando a mano los envases con múltiples boquillas, o bien llenar los envases de manera completamente automática por medio de aparatos de vacío.

El procedimiento de cerrar los frascos varían según que se emplee un tapón de corcho con remate decorativo, tapón de vidrio o tapa roscada de metal o de plástico, etc. Los tarros, frascos y cierres tienen que estar perfectamente limpios antes del llenado y evitarse la contaminación de los mismos durante todo el proceso de fabricación.

CAPITULO # 3

INGENIERIA DEL PROCESO PARA LA PRODUCCION DE 12-HIDROXIESTEARATO DE ETILO

4.1. SELECCION DEL PROCESO

El proceso para obtener 12-Hidroxi estearato de etilo sigue los lineamientos propios de obtención de ésteres (reacción entre un alcohol y un ácido). El procedimiento general consiste en fundir el .acido 12-Hidroxiesteárico. para a continuación hacerlo reaccionar con alcohol etílico (96% Volumen de pureza) y ácido sulfúrico que actúa como catalizador. El producto de la reacción es lavado con soluciones alcalinas de bicarbonato de sodio para eliminar el exceso de ácido producido por la adición del catalizador ácido. El producto final luego de lavado es secado para eliminar trazas de agua de lavado con lo que queda listo para los análisis respectivos y para su aplicación en la elaboración de cremas cosméticas.

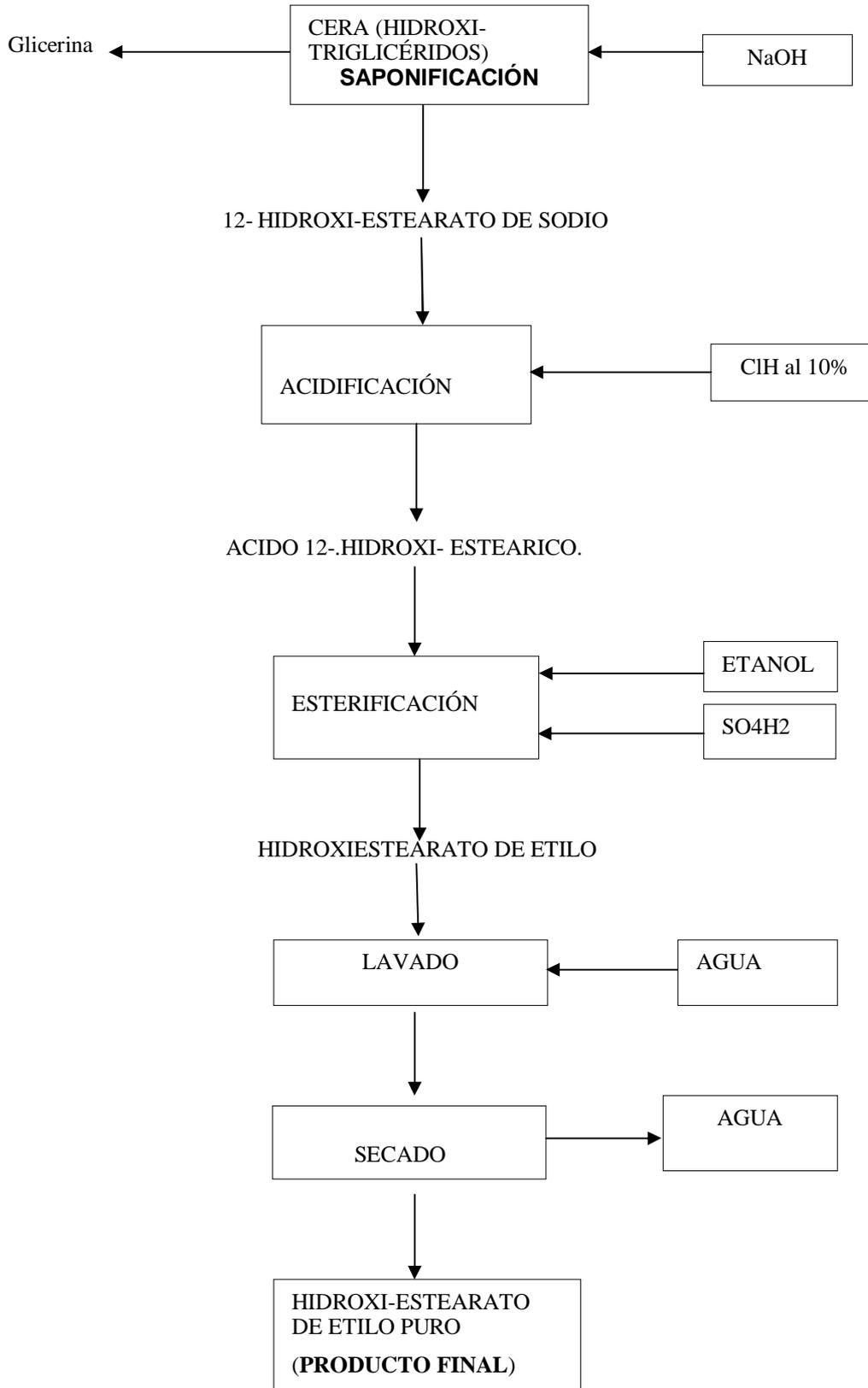
Como parámetros de control se miden la cantidad de alcohol adicionada en la reacción, el tiempo de reacción y la proporción de catalizador utilizado. La temperatura se mantiene constante en 80°C que logra mantener la materia prima en estado líquido y permitir la reacción con el alcohol.

La esterificación catalizada por ácido de los ácidos carboxílicos es una de las reacciones fundamentales de la química orgánica, y esta parte comienza con el exámen del mecanismo por el cual transcurre la esterificación descrito en el mecanismo de la reacción.

En la reacción es necesario las pruebas preliminares donde se determina la necesidad de aplicar un catalizador ácido para que la reacción se verifique en menor tiempo y utilizando un exceso de alcohol.

Se emplean volúmenes de alcohol mayores a los estipulados estequiométricamente para garantizar la producción efectiva del éster y aumentar el rendimiento. Más adelante se presentan los cálculos estequiométricos, las cantidades empleadas de reactantes y catalizador, y tiempos de proceso utilizados.

3.2. DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO



3.3. DESCRIPCION DE LAS ETAPAS DEL PROCESO

La etapas del Proceso son: Saponificación, Acidificación, Esterificación.

Saponificacion

La Saponificación es una reacción química entre un ácido graso y una base o álcali, en la que se obtiene como principal producto la sal de dicho ácido y la base.

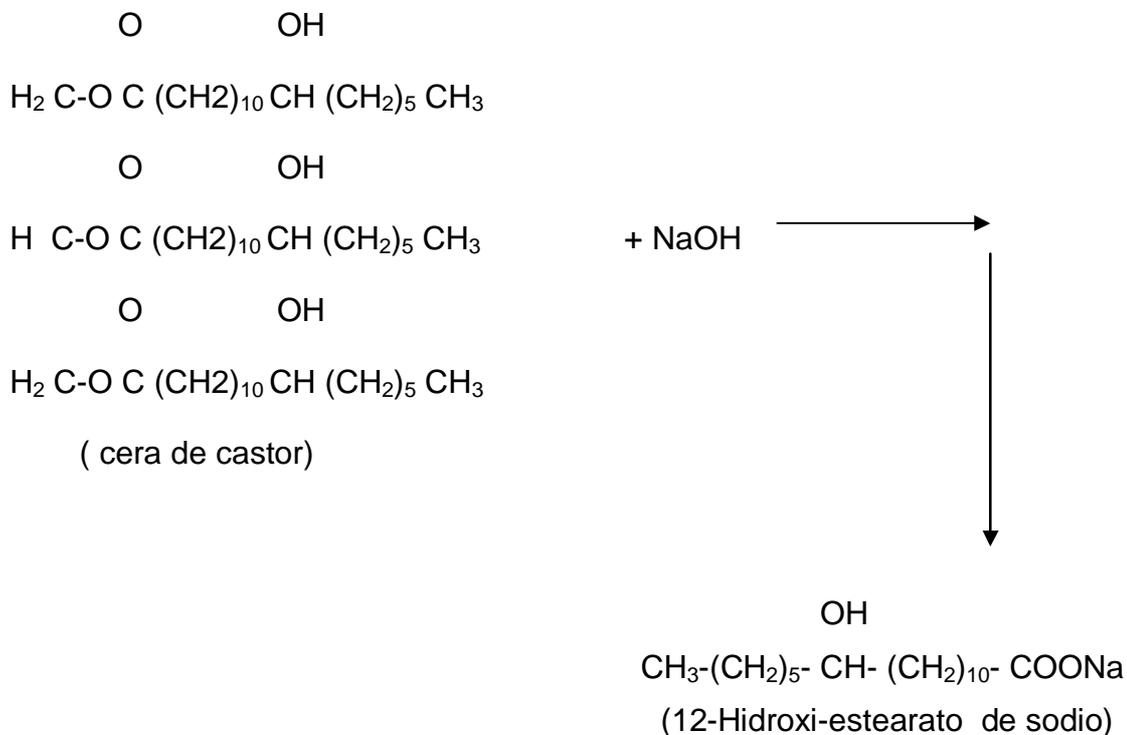
El método de saponificación industrial consiste en hervir la grasa en grandes calderas, añadiendo lentamente sosa cáustica, (NaOH), agitándose continuamente la mezcla hasta que comienza a ponerse pastosa formándose el 12- hidroxistearato de sodio.

La reacción que tiene lugar es la saponificación y los productos son el jabón y la lejía residual que contiene glicerina:

Grasa + soda = Jabón + glicerina

El estearato de sodio tiene un grupo carboxilato polar en uno de los extremos de una larga cadena de hidrocarburo. El grupo carboxilato es hidrófilo (amante del agua) y confiere solubilidad en agua a la molécula. La cadena de hidrocarburo es lipófila (amante de la grasa) y tiende a asociarse con otras cadenas de hidrocarburos. El compromiso que lleva el hidroxistearato de sodio cuando se coloca en agua es formar una dispersión coloidal de agregados esféricos llamado miscelas. Cada miscela se compone de 50 a 100 moléculas individuales.

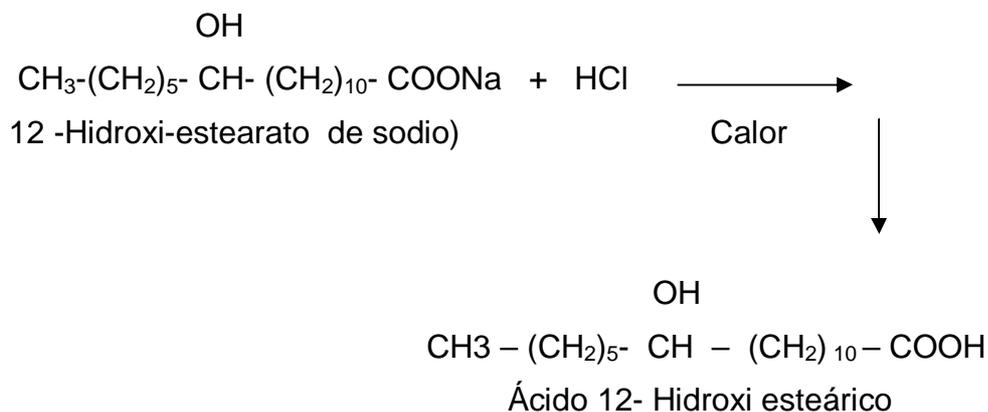
La reacción de la saponificación es la siguiente:



Acidificación

La acidificación es la conversión del 12-hidroxi-estearato de sodio en el ácido 12-Hidroxi-esteárico, mediante la adición de ácido clorhídrico diluído al 10% hasta neutralización.

La reacción es la siguiente:



Esterificación

Se denomina Esterificación al proceso por el cual se sintetiza un éster. Un éster es un compuesto derivado formalmente de la reacción química entre un ácido orgánico y un alcohol.

Dada la importancia de los ésteres se han desarrollado muchos procesos para obtener ésteres. El más común es el tratamiento de un ácido carboxílico, el alcohol y el ácido sulfúrico que actúa como catalizador.

La Esterificación directa tiene la ventaja de ser una síntesis de un solo paso. Si el ácido o el alcohol son baratos y de fácil adquisición se utilizan un exceso para desplazar el equilibrio hacia la formación de los productos y aumentar así el rendimiento del éster. Por ejemplo conviene emplear 8 moles del económico alcohol etílico para convertir un mol del muy valioso ácido hidroxiesteárico.

La reacción de un ácido carboxílico con un alcohol en presencia de un catalizador ácido es uno de los métodos habituales de preparación de ésteres. La reacción conocida como esterificación de Fischer es una ruta simple hacia los ésteres si los productos de partida son fácilmente asequibles.

Comúnmente cuando se habla de ésteres se hace alusión a los ésteres de ácidos carboxílicos, sustancias cuya estructura es $R-COOR'$, donde R y R' son grupos alquilo.

Mecanismo de la reacción de la Esterificación catalizada por ácido.

Un mecanismo de reacción es una descripción detallada de cómo ocurre una reacción.

Para que las moléculas reaccionen, primero deben chocar unas con otras. La mayoría de las colisiones entre las moléculas no conducen a una reacción; las moléculas simplemente rebotan. Para que tenga lugar la reacción, al hacer contacto, las moléculas deben contener suficiente energía potencial para que la reacción se desarrolle.

Una pregunta importante acerca del mecanismo de la esterificación catalizada por ácido se refiere al origen del oxígeno del alcoxilo. Por ejemplo el oxígeno del grupo etóxido (hidroxi-estearato de etilo) . Procede del alcohol o deriva del ácido 12-hidroxi esteárico.



La respuesta a esta pregunta es crítica para la comprensión del mecanismo, porque no nos dice si es el enlace de carbono- oxígeno del alcohol, o el enlace del carbono- oxígeno del ácido carboxílico, el que se rompe durante la esterificación.

Cuando una muestra de alcohol enriquecido en el isótopo de masa 18 del oxígeno se esterifica con un ácido, el ester formado contiene todo el oxígeno 18 procedente originalmente del alcohol.

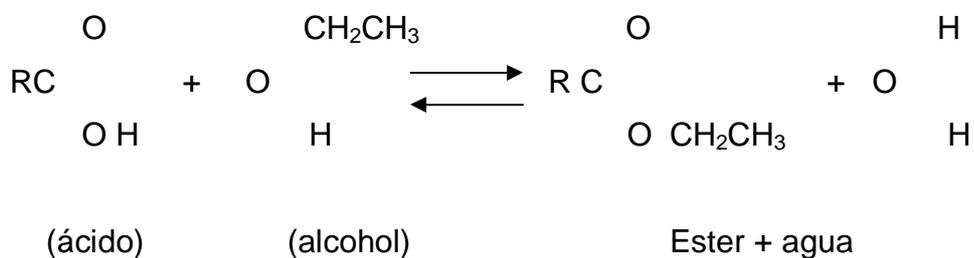
El resultado nos dice que el enlace carbón – oxígeno del alcohol se conserva durante la esterificación. El oxígeno que se pierde como una molécula de agua debe provenir del ácido carboxílico. Cualquier mecanismo propuesto para que esta reacción debe estar de acuerdo con estas observaciones.

Elementos presentes en el mecanismo

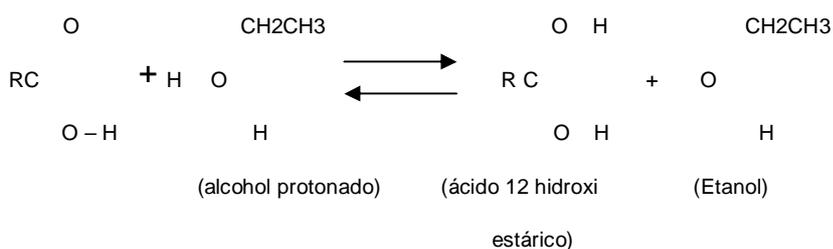
Los elementos presentes en el mecanismo son 3

- 1.- La activación del grupo carbonilo por protonación del oxígeno carbonílico.
- 2.- Adición nucleofílica al carbonilo protonado para formar el intermediario tetraédrico.
- 3.- Eliminación a partir del intermedio tetraédrico para restaurar el grupo carbonilo.

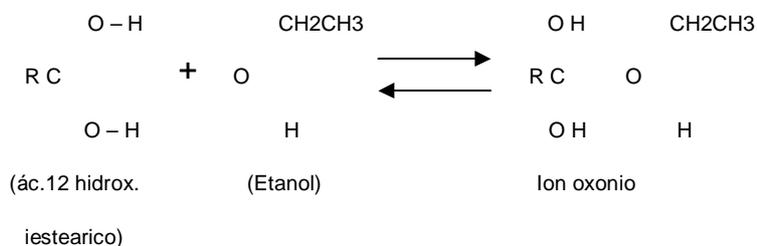
Reacción Global



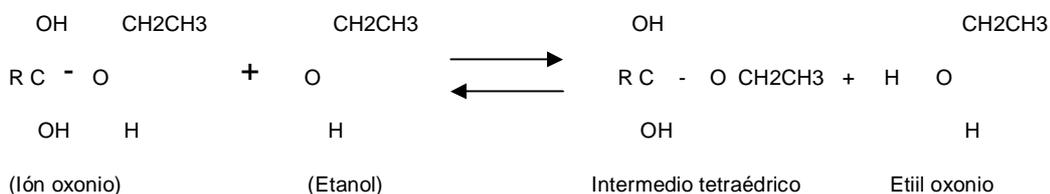
Etapa 1: El ácido carboxílico se protona en su oxígeno carbonílico. El donador de protones que se muestra en esta etapa es un ión alquiloxonio formado por transferencia protónica del catalizador ácido al alcohol.



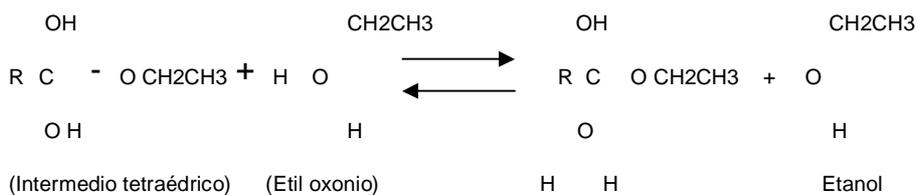
Etapa 2: La protonación del ácido carboxílico aumenta el carácter positivo de su grupo carbonilo. Una molécula de alcohol actúa como nucleófilo y ataca al carbono carbonílico.



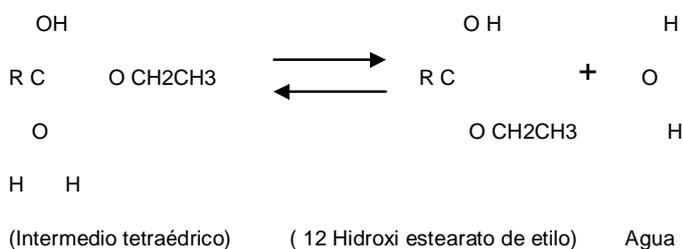
Etapa 3: El ión oxonio formado en la etapa 2 pierde un protón para dar el intermedio tetraédrico en su forma neutra. Esta etapa concluye el primer paso del mecanismo.



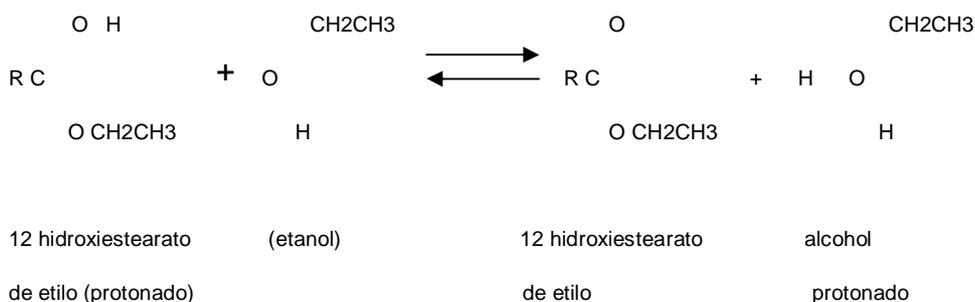
Etapa 4: El segundo paso comienza con la protonación del intermedio tetraédrico en uno de sus oxígenos hidroxílicos.



Etapas 5: Este intermedio pierde una molécula de agua para dar la forma protonada del éster.



Etapas 6: Este intermedio pierde una molécula de agua para dar la forma protonada del éster.

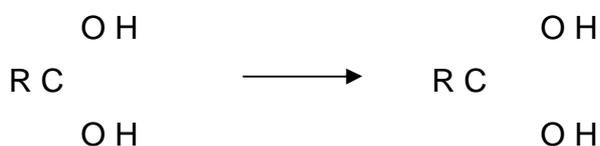


Las 6 etapas se ven mejor como la combinación de dos pasos distintos. La formación del intermedio tetraédrico caracteriza el primer paso (etapa 1 a 3), y la disociación de este intermedio tetraédrico caracteriza el segundo paso (etapa 4 a 6),

La especie que conecta a los dos pasos se llama Intermedio tetraédrico porque la hibridación en el carbono ha cambiado desde SP_2 en el ácido carboxílico a SP_3 en el intermedio antes de retornar a SP_2 en el éster producido. En el intermedio tetraédrico se forma por adición nucleofílica de un alcohol al ácido carboxílico y es análogo al hemiacetal formado por adición nucleofílica de un alcohol a un aldehído o a una acetona. Las 3 etapas que conducen al intermedio tetraédrico en el primer paso de la esterificación son análogas a los de mecanismos de adición nucleofílica catalizadas por ácidos de un alcohol, a un aldehído o a una acetona. El intermedio tetraédrico no puede aislarse. Es inestable en la condición de

su formación y sufre una deshidratación catalizada por ácido para formar el éster. Observe que el oxígeno del alcohol queda incorporado al éster de acuerdo con el mecanismo indicado.

Observe también que es el oxígeno carbonílico del ácido carboxílico el que se protona en la primera etapa y no al oxígeno del hidroxilo. La especie formada por protonación del oxígeno carbonílico es más estable porque se estabiliza por deslocalización de electrones. La carga positiva se comparte por igual por ambos oxígenos.



OH

Donde R = CH₃ – (CH₂)₅ – CH – (CH₂)₁₀ –

La etapa de transición consiste en un proceso concertado en lo que comienza a formarse el enlace nucleófilo con el carbono del alcohol protonado y a su vez el debilitamiento del enlace de carbono hidroxilo protonado formando el éster.

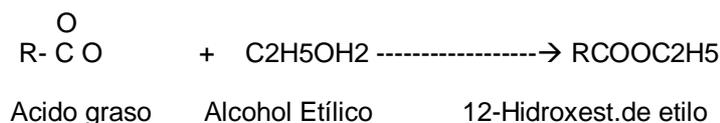
3.4. ETAPA DE OBTENCION DEL ACIDO 12-HIDROXI-ESTEARATO DE ETILO.

Las etapas de obtención del ácido Hidroxi –estearato de etilo se detallan en cada uno de los siguientes ítems

3.4.1. DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES DEL PROCESO DE ESTERIFICACION

Como se ha mencionado, el éster 12-Hidroxi-estearato de etilo se forma por reacción entre el ácido 12-hidroxi esteárico (ácido graso) y el alcohol etílico empleando ácido sulfúrico como catalizador.

La reacción involucrada es la siguiente:



Donde R = (CH₃)-(CH₂)₅-CH(OH)-CH₂-CH₂-CH₂-(CH₂)₇-

Los pesos moleculares de los reactantes y productos formados son:

CERA DE CASTOR	938
ALCOHOL ETILICO	46
NAOH	40
GLICERINA	92
ACIDO 12 HIDROXIESTEARICO	300
12 HIDROX-ESTEAR.DE ETILO	328

La base usada para la reacción es 20 gramos de ácido graso con lo que los cálculos estequiométricos quedan de la siguiente forma:

Base: 20 gramos de ácido graso

$$20 \times \frac{46}{300} = 3,06 \text{ g. de ALCOHOL requeridos}$$

$$20 \times \frac{328}{300} = 21.86 \text{ g de 12-HIDROXIESTEARATO DE ETILO form}$$

Para la reacción se emplean excesos de las cantidades estequiométricas obtenidas por cálculo, pero para determinar si éstas cantidades producen los rendimientos adecuados.

En la reacción, el reactivo limitante es el ácido 12- hidroxisteárico y el reactivo en exceso es el alcohol etílico. Se utilizaron excesos de alcohol de: 89%, 91,5 y 93% , porcentajes que corresponden a la relación de 1- 1,5; de 1 – 2% y de 1 – 2,5% respectivamente.

El 12-hidroxiestearato de etilo, es una pasta color crema clara de aspecto semi-blanda.

3.4.2. DESARROLLO DE LOS PASOS SEGUIDOS PARA OBTENER 12-HIDROXI ESTEARATO DE ETILO

1. Pesar 20 gramos del ácido 12- hidroxisteárico
2. Calentar el ácido graso hasta fundirla en baño de maría a temperatura de 90°C.
3. Mezclar poco a poco el alcohol con el catalizador, agitando constantemente.
4. Agregar lentamente el catalizador mezclado con el alcohol hasta homogenizar la mezcla.
5. Lavar el producto con agua donde se ha disuelto bicarbonato de sodio para neutralizar la acidéz debido al catalizador.
6. Se coloca el sólido lavado en una estufa a la temperatura de 60°C para secar el producto formado.

7. Una vez seco el producto final, se procede a pesarlo y anotar el valor resultante.

3.4.3 ANALISIS DEL PRODUCTO 12 HIDROXIESTEARATO DE ETILO

El producto formado 12- Hidroxi-estearato de etilo (ester) es analizado de la misma manera que la materia prima empleada en los siguientes parámetros: Punto de Fusión, Índice de Iodo, % Acidos Grasos Libres (FFA), é Índice de Saponificación.

La metodología empleada para estos análisis es similar a lo descrito en el punto 1.5. donde se detallan los análisis realizados a la cera de castor, que están basados en métodos de análisis selectos AOCS.

CAPITULO # 4

RESULTADOS DE LA INGENIERIA DEL PROCESO PARA PRODUCIR HIDROXIESTEARATO DE ETILO Y LA EVALUACION DE LOS MISMOS.

4.1. ETAPA DE OBTENCION DEL PRODUCTO

En este capítulo se declaran cada una de las etapas y el proceso desarrollado para la obtención del producto final.

4.2. DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES : ACIDO 12 HIDROXI ESTEARICO – ALCOHOL ETILICO

Tratandose de un éster de punto de fusión elevado, se debe recurrir a un exceso de alcohol para lograr obtener un mejor rendimiento.

Las proporciones peso/volumen entre ácido graso y alcohol utilizadas son: 1 a 1.5; 1 a 2; y 1 a 2.5; es decir, una parte en peso de ácido graso para una 1.5 parte en volumen de alcohol; una parte en peso de ácido graso y 2.0 partes en volumen de alcohol, y una parte en peso de ácido graso y 2.5 partes en volumen de alcohol.

4.3. DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES DEL CATALIZADOR

Atendiendo el mecanismo de la reacción, la cantidad de catalizador se evalúa en función de un porcentaje comparado con la cantidad de materia prima usada, esto es: 0.5%, 1.0% y 1,5% de catalizador que corresponde a 0.1 ml, 0.2 ml y 0.3 ml de ácido sulfúrico para los 20 gramos de ácido 12 hidroxí esteárico que se aplica en cada prueba.

4.4. DETERMINACION DE LA TEMPERATURA DE TRABAJO

El calentamiento del ácido 12-Hidroxi- esteárico se emplea para que la misma se vuelva fluida y pueda fácilmente ser mezclada con el alcohol para producirse la reacción esperada.

El punto de fusión del ácido 12 hidroxí- esteárico es de 52 °C, por tanto, se debe emplear una temperatura algo mayor a ésta y se selecciona la temperatura de 60 °C, que nos asegura que el producto se encuentra en estado líquido, esta temperatura se mantiene constante durante todas las pruebas desarrolladas.

4.5. DETERMINACION DEL TIEMPO DE REACCION

El tiempo de reacción establecido fue de 2 horas, lapso suficiente para que se verifique la esterificación, ya que de acuerdo a pruebas preliminares dieron buenos rendimientos con este tiempo de trabajo.

4.6. ETAPA DE PURIFICACION DEL PRODUCTO FORMADO

En la etapa de Purificación del Hidroxí- estearato de etilo (éster) se realizan lavados con agua desmineralizada y bicarbonato de sodio con la finalidad de eliminar el exceso de acidéz provocada por el catalizador y el desarrollo de la reacción.

4.7. ETAPA DEL SECADO DEL PRODUCTO.

El secado del producto se realiza mediante el uso de una estufa a una temperatura de 60 °C por un lapso de tiempo de 1 hora y media hasta peso constante, para eliminar la humedad producida por el lavado con agua.

4.8. ANALISIS DEL HIDROXIESTEARATO DE ETILO FORMADO.

El producto final obtenido Hidroxi-estearato de etilo es sometido a los siguientes parámetros detallados como Punto de Fusión, Índice de Iodo, % Ácidos Grasos Libres (FFA), e Índice de Saponificación.

La metodología empleada para estos análisis están basados en métodos de análisis selectos AOCS, la cual fueron descritos cada uno de los procedimientos en el capítulo 1.5

4.9. OBTENCION DE LOS RENDIMIENTOS

Como la reacción describe la cantidad de producto que debe formarse, éste valor se toma como base para determinar el rendimiento de producción. Según el cálculo estequiométrico, se debe obtener 21,86 gramos de Hidroxiestearato de etilo. Por lo tanto, para determinar el rendimiento, se aplica la siguiente fórmula:

$$\% \text{ RENDIMIENTO} = \frac{\text{PESO OBTENIDO (g)}}{\text{PESO ESTEQUIOMETRICO (g)}} \times 100$$

El peso obtenido es el que se produce luego de cada prueba experimental desarrollada con las variantes propuestas. El peso estequiométrico es el calculado de manera matemática y éste valor se produce en condiciones ideales. La multiplicación por 100 es para expresarlo en forma de porcentaje.

CAPITULO # 5

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA PRODUCIR CREMAS COSMETICAS

5.1. SELECCIÓN DE FORMULA Y DESCRIPCION DE INGREDIENTES FABRICACION DE CREMAS COSMETICAS

Para la elaboración de cremas cosméticas se utilizan variedades de fórmulas, la cual depende del uso que esta vaya a tener. Existen muchas alternativas de cremas y dependerá del uso que esta vaya a tener para la obtención de fórmula a aplicar. del uso a darse.

Existen cremas de limpieza, hidratantes de día y de noche, cremas protectora de la Hidratación, cremas para masajes, para limpieza de la piel, crema de manos y cutis, como cremas naturales para todo uso.

La función principal de las cremas es suavizar la piel y darle flexibilidad. Ello se consigue agregando humedad a la piel e impidiendo la pérdida de humedad que contiene. La aplicación del agua seguida de vaselina o de un aceite refinado, servirá adecuadamente el propósito sin peligro y a bajo costo, Sin embargo tal régimen sería poco atractivo estéticamente Por este motivo se han desarrollado emulsiones en las cuales se puede combinar una variedad de materias primas más o menos compatibles para formar un producto homogéneo que sea funcional y a la vez aceptable como cosmético.

Los ingredientes grasos y solubles en grasas se funden juntos en la caldera; los ingredientes solubles en agua se disuelven en agua desmineralizada, y cuando la temperatura de las dos mezclas ha quedado en unos 70- 80 °C, se añade la porción grasa lentamente a la porción acuosa, manteniendo siempre una agitación constante, de tal manera que asegurer el contacto de las dos fases de la emulsión.

Las cremas evanescentes no deben agitarse después que se han enfriado, al hacerlo, puede destruirse la estructura cristalina del ácido esteárico y reducirse el brillo perláceo de la crema.

La forma, tamaño y caracteres de los aparatos depende de la naturaleza de los ingredientes y del tipo de emulsificante. Por ejemplo para hacer pequeños lotes de crema, sirven algunos aparatos caseros, como un hervidor doble, un batidor de huevos, una picadora de carne y muchos de los aparatos mecánicos modernos empleados para mezclar y emulsificar.

Puesto que casi todas las cremas cosméticas tienen que tratarse en condiciones especificadas, debe buscarse información detallada sobre los procedimientos de fabricación en obras de consulta pertinente.

Todas las cremas deben hacerse perfectamente en lotes pequeños antes de intentar hacerlas en gran escala.

Los usos e importancia de los ingredientes seleccionados para la elaboración de cremas tenemos que cada uno aporta una función principal.

HIDROXIESTEARATO DE ETILO (ESTER), es un emulsificante obtenido de mi trabajo experimental cuya función principal es ligar una grasa con el agua. Al tomar una emulsión, se unen dos líquidos inmiscibles y aplicando suficiente fuerza se logra dispersar finamente uno en el otro. Uno de estos líquidos es acuoso mientras que el otro es un aceite.

GRASAS, son los elementos afines con la piel, que forma parte del ingrediente de las cremas con el agua y emulsificante.

ALCOHOL CETILICO, también emulsificantes importante como componente de la formulación.

5.2. APLICACIÓN DEL PRODUCTO 12 HIDROXIESTEARATO DE ETILO EN LA FABRICACION DE CREMAS COSMETICAS.

El producto obtenido es el 12 hidroxí estearato de etilo, que es un ester no iónico cuya principal actividad es ligar la grasa con el agua.

Con las fórmulas y procedimiento que componen la colección que aquí se describe se obtienen diferentes tipos de cremas de belleza para uso en el tocador, de características y propiedades diferentes, que se indican al principio de cada fórmula, desde luego, cada una de ellas representa una verdadera especialidad de tan buenos resultados en la practica como lo de otras de uso análogo, conocidas en el mundo bajo famosas marcas acreditadas

INSTALACION NECESARIA

Para la fabricación del producto se necesita un baño de maría de 30 litros de capacidad como mínimo. Convendría dotarlo de un agitador mecánico a fin de conseguir una mezcla perfecta de todos los productos. Para pequeñas pruebas puede hacerse la mezcla a mano, mediante una pala de madera.

La vasija interior conviene que sea de material inoxidable, y aún mejor algún buen tipo de baño de maría al agua, fabricado exclusivamente para esta clase de preparaciones.

A nivel industrial existen muchas facilidades de equipo, para cada etapa del proceso, ya que este requiere de un mayor volumen para la obtención del producto final.

CREMA LIMPIADORA DE CUTIS

Una de las especialidades de belleza que adquirieron mayor renombre universal fue la famosa crema limpiadora Pond´ s. No hay duda de que se trata de un producto de excelentes cualidades cuya fama, faltándole estas , hubiera ido disminuyendo en la misma progresión que aumenta en casi todas parte del mundo. Al hacer un estudio de la fórmula que voy a exponer ,no he tratado de imitar la de la anterior marca, sino obtener un producto que, también por sus extraordinarias cualidades, dé a sus usuarias los máximos buenos resultados que desea conseguir quien la aplique desde luego, a quien la use ha de serle bastante difícil distinguir la anterior de la que se obtiene con el procedimiento que voy a exponer.

Preparado No. 1

Ingredientes

Aceite de vaselina	80g
12-hidr.estearato de etilo	50g
Alcohol cetílico	80g

Preparado No. 2

Ingredientes

Agua destilada	80g
Borato sódico	6,0g

Preparado No. 3

Esencia de rosa muy pura	4
--------------------------	---

PREPARACION

En una vasija de acero inoxidable, de unos 3 litros de capacidad, se ponen todos los productos que forman el preparado # 1.

En otra vasija de iguales características se ponen los constituidos por el preparado # 2 , agitando un poco a fin de que se disuelva el borato sódico, para la cual se calienta lentamente.

La vasija # 1 se pone al fuego, donde se irá calentando su contenido lo más lentamente posible, con una paleta de madera se moverá algo, a fin de facilitar la fusión de las sustancias sólida, se procurará no elevar demasiado la temperatura . Lo mejor sería trabajar en baño de maría, aunque no es necesario si se conduce el calor con precaución.

Al quedar en estado líquido todo el contenido de la vasija primera, se separa esta del fuego. Entonces se le incorpora, en hilo muy delgado y poco apoco, la disolución de borato sódico, agitando, a su vez, el conjunto lo más energéticamente posible con una pala de madera hasta conseguir que se transforme en una masa cremosa, de aspecto homogéneo .Conseguido esto, se incorpora la esencia de rosa a 50°C, mediante una enérgica agitación , mientras se va vertiendo sobre ella gota agota se continuará el agitado hasta que la crema enfríe totalmente.

5.3. TEST DE APLICACIÓN DE LOS PRODUCTOS TERMINADOS POR PANNEL (ENCUESTAS)

Se realizó una Encuesta a nivel de señoritas y señoras en edades de 18 – 45 años, para la evaluación de la crema realizada utilizando como ingrediente el hidroxí estearato de etilo.

La finalidad de esta encuesta es la evaluación del producto obtenido, utilizando como herramienta un formato muy sencillo, de fácil manejo para las encuestadas.

EVALUACION DEL PRODUCTO**ENCUESTA****SRAS Y SEÑORITAS**

Nombre:

Fecha :

*Sírvase por favor evaluar la muestra, marcando con una X en el casillero correspondiente***MUESTRA****COLOR**

Muy Oscuro
Oscuro
Medio
Claro
Muy Claro

Producto

Muy buena
Buena
Normal
Mala
Muy mala

APARIENCIA

Producto

OLOR

Muy buena
Buena
Normal
Mala
Muy mala

Producto

TEXTURA

Muy buena
Buena
Normal
Mala
Muy mala

Producto

Observaciones:

.....

5.4. EVALUACION DE LA OBTENCION EXPERIMENTAL DE LOS PRODUCTOS Y DE LOS TEST DE APLICACIÓN.

La calificación de la encuesta fue muy satisfactoria, porque los comentarios de las encuestadas dieron como resultado aprobación de la crema, ya que presenta buena apariencia, textura adecuada manejable, color y olor agradable.

En el siguiente cuadro se describen la calificación de la encuesta.

EVALUACION DEL PRODUCTO

ENCUESTA

SRAS Y SEÑORITAS

Nombre:

Fecha :

Sírvase por favor evaluar la muestra, marcando con una X en el casillero correspondiente

MUESTRA

COLOR

	Producto
Muy Obscuro	
Obscuro	
Medio	
Claro	x
Muy Claro	

APARIENCIA

	Producto
Muy buena	x
Buena	
Normal	
Mala	
Muy mala	

OLOR

	Producto
Muy buena	
Buena	x
Normal	
Mala	
Muy mala	

TEXTURA

	Product o
Muy buena	x
Buena	
Normal	
Mala	
Muy mala	

Observaciones:

De buen color, las damas prefieren la crema color claro
El olor lo declaran bueno, buen aroma.

CAPITULO # 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1. CONCLUSIONES

El objetivo experimental de esta investigación es convertir la cera de castor que tiene un punto de fusión elevado, siendo esta grasa muy dura y no funcional para ser utilizada en las formulaciones para cremas cosméticas.

Obtener el ácido graso para reaccionar con el alcohol y formar un ester no iónico.

El hidroxí- estearato de etilo formado (ester), es un emulsionante, ingrediente muy utilizado para la obtención de cremas cosméticas, por lo que el trabajo experimental resultó muy interesante al concluir con las pruebas.

Se obtuvo las características normales de producto garantizando se use e forma normal en la preparación de cremas. El criterio final sobre cualquier cosmético, en este caso la elaboración de cremas cosméticas radica en el uso real por parte del consumidor, utilizando el producto bajo condiciones normales durante un período adecuado.

Existen pruebas de laboratorio que son de gran utilidad para predecir el comportamiento de un producto, para este efecto inicia su evaluación con un test sensorial de aplicación para de esta manera predecir la sensación cremosa o seca, y la apariencia y textura que esta tenga.

También se pueden realizar en laboratorio pruebas de envejecimiento acelerado para predecir cuanto tiempo permanecerá el producto en condiciones aceptables para el mercado, es decir predecir su tiempo de vida útil. Esto se realiza exponiendo el producto junto con su envase, a temperaturas de 42 °C a 44°C, bajo luz solar simulada, lámparas fluorescente, en un ambiente de conservación no adecuado como existen en los mostradores de las tiendas, o a temperaturas muy bajas y haciendo pruebas de transporte.

La prueba final es naturalmente la prueba de uso por parte del consumidor, en condiciones normales y durante períodos largos.

6.2. RECOMENDACIONES

Las etapas aplicadas para la obtención del producto deseado fueron importantes en cada paso, y por la experiencia obtenida durante el desarrollo experimental se tiene recomendaciones para cada proceso.

En la Saponificación se debe controlar la adición necesaria de la soda para no utilizar mayor cantidad de ácido en la siguiente etapa. Un exceso

Dado que las cremas son utilizadas por damas de diferentes edades, de soda provoca un ph más alcalino por la cual para neutralizarlo se debe tener exceso de ácido clorhídrico.

En la acidificación se debe controlar la cantidad requerida de HCL para liberar el ácido hidroxisteárico.

La esterificación es el proceso más importante para obtener el no iónico que es el éster.

Es recomendable el exceso de alcohol para obtener mejor rendimiento del éster, comparando el bajo costo del alcohol es conveniente utilizarlo porque no hace costoso el producto.

Un exceso del catalizador provoca una emnegrecimiento por carbonización del ácido 12- hidroxisteárico.

Se debe mantener el producto en condiciones normales de almacenamiento evitando exceso de temperatura y humedad.

Esto permite que las características logradas del hidroxí-estearato de etilo no tengan alteraciones en sus características y pueda utilizarse en la elaboración de cremas en condiciones aceptables para su uso.

La incorporación del producto obtenido y su compatibilidad con otros

componentes e ingredientes de la formulación de cremas es esencial en el desarrollo de las cremas.

es importante el buen uso de la fórmula para la obtención de resultados favorables en el producto final.

BIOGRAFIA

Fuente: Ceras Industriales -.H.Bennett.

Experimentos de Química Orgánica
(Louis F. Fieser)

Manual de Procesos Químicos en la Industria.
(George T. Austin)

Manual de Perri

Formosa

Química Orgánica MORISON y BOYD (5ta edición)

Química Orgánica Francis A. Carey

Manual de métodos selectos AOCS, Edición 2003

Revistas Cosméticas.

Cosméticos & Toiletries- Edición 1997.

Cosmética - Ecuador- Edición 2008.

Internet

FOTOGRAFIAS



Fig.1 Materia Prima: Cera de Castor

ANALISIS DE MATERIA PRIMA Y PRODUCTO FINAL



Fig. 2 Anàlisis de acidèz %FFA , método AOCS Ca-5^a-40



Fig. 3 %FFA , final de la titulación



Fig. 4 % Humedad , AOCS Método Hot Plate Ca-2b-38



Fig.5 Punto de Fusión AOCS Ca-11-53



Fig-6 Índice de saponificación AOCS Cd-03-25



Fig. 7 Determinación I.Iodo (Wijs) AOCS Cd-01-25



Fig. 8 Determinación I.Iodo (Wijs) AOCS Cd-01-25



Fig. 9 Determinación I.Iodo (Wijs) AOCS Cd-01-25



Fig. 10 Índice de saponificación. AOCS Cd-3-25

DESARROLLO EXPERIMENTAL : OBTENCION 12 - HIDROXIESTEARATO DE ETILO



Fig. 11 Reflujo del producto



Fig.12 Retirada de reflujo



Fig- 13 12 Hidroxiestearato de etilo, proceso de lavado



Fig- 14 Lavado



Fig- 15 Purificación del Producto



Fig- 16 Ph del producto obtenido



Fig- 17 Ph



Fig. 18 Hidroxiestearato de etilo, secado en estufa



Fig. 19 Desecador

TEST DE APLICACIÓN: ENCUESTAS



Fig. 20 Evaluación



Fig. 21 Evaluación



Fig. 22 Evaluación



Fig. 23 Evaluación



Fig. 24 Evaluación



Fig. 25 Evaluación



Fig. 26

Evaluación

