

Estudio de crema base para uso cosmético

Vianny Sadieth Gutiérrez Suárez

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de
Químico

Director:

José Carlos Gutiérrez Gallego

Ms. En química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ciencias Básicas

Escuela de química

2020

Dedicatoria

A Adalberto Gutiérrez y Gladys Suárez, mis padres por su constante amor, apoyo y paciencia.

Agradecimientos

Al profesor José Carlos Gutiérrez Gallego por permitirme trabajar bajo su dirección.

A las personas pertenecientes al Grupo de Investigación en Química Industrial y de Polímeros
por todo lo aprendido.

Al Laboratorio de Análisis Instrumental, por su aporte en la realización de este proyecto.

Contenido

	Pág.
Introducción	17
1. Objetivos	19
1.1. Objetivo general	19
1.2. Objetivos específicos	19
2. Fundamento teórico	20
2.1. Emulsiones	20
2.2. Formulación de emulsiones.....	21
2.2.1. Variables de formulación.....	21
2.2.2. Variables de composición.....	21
2.2.3. Protocolo de emulsificación	21
2.3. Tensoactivos.....	22
2.4. Variables en las propiedades de las emulsiones	24
2.4.1. Naturaleza de los ingredientes	24
2.4.2. Concentración de tensoactivo	25
2.4.3. Fuerzas y tiempo de emulsificación	25
2.5. Inestabilidad en las emulsiones	26
2.5.1. Creaming.	27

2.5.2. Coalescencia	28
2.5.3. Floculación.	30
2.6. Termoestabilidad.....	30
2.6.1. Autooxidación de aceites.....	32
2.6.1.1. <i>Iniciación.</i>	33
2.6.1.2. <i>Propagación.</i>	33
2.6.1.3. <i>Terminación.</i>	33
3. Estado del arte	33
4. Metodología	35
4.1. Diagrama de flujo.....	35
4.2. Selección de reactivos	36
4.3. Preparación de la crema base	38
4.4. Formulación de la crema base.....	40
4.4.1. Ajuste del pH en la emulsión.....	40
4.4.2. Optimización de concentración de aceite de coco.....	40
4.5. Selección de formulaciones de crema base	42
4.6. Medidas de pH en las emulsiones	44
4.6.1. Demulsificación.....	44
4.6.2. Medición de pH	45
4.7. Conductividad eléctrica.....	48

4.8. Estabilidad bajo estrés térmico.....	50
4.8.1. Análisis organolépticos.....	50
4.8.2. Tamaño de las micelas.....	53
4.8.3. Espectroscopia de infrarrojo	67
4.9. Viscosidad de las emulsiones	72
5. Conclusiones	75
6. Recomendaciones	76
Referencias Bibliográficas	77
Apéndices	90

Lista de figuras

	Pág.
<i>Figura 1.</i> Representación esquemática de un tensoactivo. Adaptado de (Milius & Pomrehn, 2013)	
.....	22
<i>Figura 2.</i> Representación de los micelas. Adaptado de (Ogawa et al., 2003).	23
<i>Figura 3.</i> Representación esquemática de diferentes estados de inestabilidad de las emulsiones. Adaptado de (Clausse et al., 2014)	27
<i>Figura 4.</i> Representación esquemática de diferentes estados de inestabilidad de las emulsiones. Adaptado de (J. Mc Clements, 2005).	29
<i>Figura 5.</i> Representación esquemática de la cristalización de la fase oleosa, antes que la acuosa y la fase acuosa antes, que la oleosa. Extraído de (Degner, Chung, Schlegel, Hutkins, & Mcclements, 2014)	32
<i>Figura 6.</i> Esquema de elaboración de crema cosmética base	35
<i>Figura 7.</i> Montaje de elaboración de emulsiones.	39
<i>Figura 8.</i> Emulsión de concentración de MG+ÁE 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p, respectivamente de izquierda a derecha con concentración de aceite de coco de 5,16 % pp	42
<i>Figura 9.</i> Emulsión separada mediante la demulsificación.	45
<i>Figura 10.</i> Distribución del diámetro de los micelas de la emulsión de con concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p en estado inicial.	56
<i>Figura 11.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, sometido a temperatura de 0 °C por diez días.	57

<i>Figura 12.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p Sometido a temperatura de 24 °C por diez días.	57
<i>Figura 13.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p Sometido a 40 °C por diez días.	57
<i>Figura 14.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p en estado inicial.	59
<i>Figura 15.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p a temperatura de 0 °C por diez días.	60
<i>Figura 16.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p A temperatura promedio de 24 °C por diez días.	60
<i>Figura 17.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p A temperatura de 40 °C por diez días.	61
<i>Figura 18.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 %p/p en estado inicial.....	63
<i>Figura 19.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 %p/p A temperatura de 0 °C por diez días.	63
<i>Figura 20.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 % p/p A temperatura promedio de 24 °C por diez días.	64
<i>Figura 21.</i> Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 % p/p A temperatura de 40°C por diez días.	64
<i>Figura 22.</i> Espectros FT-IR de la crema base con concentración de de MG+ÁE de 8,77 % p/p A 0 °C, 24 °C y 40 °C por diez días, y la formulación con un día de preparación a 24 °C.	69

<i>Figura 23.</i> Espectros FT-IR de la crema base con concentración de de MG+ÁE de 9,66 % p/p A 0 °C, 24 °C y 40 °C por diez días, y la formulación con un día de preparación a 24 °C.	70
<i>Figura 24.</i> Espectros FT-IR de la crema base con concentración de MG+ÁE 10,47 % p/p A 0 °C, 24 °C y 40 °C por diez días, y la formulación con un día de preparación a 24 °C.....	71
<i>Figura 25.</i> Montaje del viscosímetro de caída de bola.....	73
<i>Figura 26.</i> Mucilago de linaza deshidratado	90
<i>Figura 27.</i> Espectro FT-IR del mucilago de linaza deshidratada	91
<i>Figura 28.</i> Extracto alcohólico de canela, clavos, tomillo, orégano, limonaria, botón de oro, romero y menta.....	92
<i>Figura 29.</i> Espectro FT-IR del extracto de plantas.....	95
<i>Figura 30.</i> Espectro FT-IR del estearato de potasio	97
<i>Figura 31.</i> Espectro FT-IR del aceite de coco	98
<i>Figura 32.</i> Montaje de medición de la velocidad del taladro	100

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 1. <i>Formulacion original propuesta en Emulsions and Emulsion technology</i>	36
Tabla 2. <i>Reactivos utilizados para la elaboración de la crema base</i>	37
Tabla 3. <i>Resultados de las pruebas de estabilidad preliminar para las emulsiones con concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p, con porcentajes de aceite de coco de 5,16 % p/p Y 1,29 % p/p</i>	41
Tabla 4. <i>Composición de la crema base con concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p</i>	43
Tabla 5. <i>Composición de la crema base con concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p</i>	43
Tabla 6. <i>Composición de la crema base con concentración de MG+ÁE de 10,47 % p/p</i>	44
Tabla 7. <i>Datos de medidas de pH de emulsiones de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p</i>	46
Tabla 8. <i>Concentración de ácido ascórbico, hidróxido de potasio, ácido esteárico y estearato de potasio expresada en molaridad, junto con el porcentaje disociado de ácido esteárico</i>	48
Tabla 9. <i>Datos de la conductividad eléctrica de emulsiones de emulsiones de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p</i>	49
Tabla 10. <i>Efecto del envejecimiento por diez días de las formulaciones a diferentes temperaturas</i>	51
Tabla 11. <i>Resultados de diámetro de micela promedio e índice de dispersión de las formulaciones bajo diferentes condiciones</i>	66
Tabla 12. <i>Frecuencias de las bandas FT-IR para las cremas base bajo diferentes condiciones y a diferentes concentraciones de tensoactivos</i>	68

Tabla 13. <i>Datos de las viscosidades de las muestras</i>	73
Tabla 14. <i>Compuestos principales en la extracción alcohólica de canela, clavos, tomillo, orégano, limonaria, botón de oro, romero, menta</i>	93
Tabla 15. <i>Propiedades del estearato de potasio. Adaptado de: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Potassium-stearate#section=EPA-cpd- Classification</i>	96
Tabla 16. <i>Datos de la velocidad de agitación</i>	99

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Obtención de mucilago de linaza y el proceso de deshidratadación.....	90
Apéndice B. Obtención de extracto de plantas	92
Apéndice C. Propiedades del estearato de potasio	96
Apéndice D. Espectro FT-IR del aceite de coco	98
Apéndice E. Medición de la velocidad de agitación	99

Resumen

Título: estudio de crema base para uso cosmético*

Autora: Vianny Sadieth Gutiérrez Suárez**

Palabras clave: Emulsiones, estabilidad, ácido esteárico, monoestearato de glicerilo, sistema O/W

Descripción:

En esta investigación se elaboraron emulsiones base para uso cosmético, utilizando ingredientes de origen vegetal como el aceite de coco y el mucilago de linaza. Los tensoactivos utilizados fueron monoestearato de glicerilo y estearato de potasio preparado *in situ*. La concentración de monoestearato de glicerilo y ácido esteárico, y la concentración de aceite de coco se utilizaron como variables para evaluar la estabilidad inicial de las emulsiones. Entre las emulsiones con concentración de aceite de coco de 1,29 % *p/p* y 5,16 % *p/p*, solo la que contenían una concentración de aceite de coco de 1,29 % *p/p* mostraron una estabilidad inicial. El porcentaje de ácido esteárico disociado en las emulsiones fue calculado para las diferentes concentraciones de monoestearato de glicerilo y ácido esteárico encontrándose entre 4,72 % y 9,23 %. La conductividad eléctrica en las emulsiones demostró que se trataba de un sistema O/W. Adicionalmente, las emulsiones fueron sometidas a estrés térmico por diez días con el fin de determinar su estabilidad bajo diferentes temperaturas. Se encontraron señales de inestabilidad en todas las emulsiones que se encontraban a 0 °C, y las emulsiones con concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p* A 40 °C. Los mecanismos de esta inestabilidad fisicoquímica fueron determinados luego analizar los tamaños de micela por medio Dispersión Dinámica de Luz (DLS). Los análisis FT-IR no mostraron señales que indicaran enranciamiento del aceite de coco. Las pruebas de viscosidad en las emulsiones con concentración de MG+ÁE de 10,47 %, indicaron un exceso de tensoactivos, adicionalmente, un análisis similar fue obtenido en las pruebas realizadas en DLS.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Director: Ms. José Carlos Gutiérrez Gallego

Abstract

Title: Study of cream base for cosmetic use*

Author: Vianny Sadieth Gutiérrez Suárez**

Keywords: Emulsions, stability, stearic acid, glyceril monostearate, O/W system

Description:

In this research, base emulsions were produced for cosmetic use, using ingredients of plant origin such as coconut oil and mucilage from flaxseed. The surfactants used were glyceryl monostearate and potassium stearate prepared *in situ*. The concentration of glyceryl monostearate and stearic acid, and the concentration of coconut oil were used as variables to assess the initial stability of emulsions. Among the emulsions with coconut oil concentration of 1.29 % p/p and 5.16 % p/p, only those containing coconut oil concentration of 1.29 % p/p showed initial stability. The percentage of dissociated stearic acid in the emulsions was calculated for different concentrations of glyceryl monostearate and stearic acid in a range between 4.72% and 9.23%. The electrical conductivity in the emulsions showed that it was an O/W system. Additionally, the emulsions were subjected to thermal stress for ten days in order to determine their stability under different temperatures. Signs of instability were found in all emulsions that were at 0 ° C, and emulsions with a MG + ÁE concentration of 8.77 % p/p at 40 ° C. The mechanisms of this physicochemical instability were then determined to analyze droplets sizes by of Dynamic Light Dispersion (DLS). FT-IR analyzes indicated no signs of coconut oil rancidity. Viscosity test in emulsions with a concentration of MG + ÁE of 10.4 7% showed an excess of surfactant, additionally, a similar analysis was obtained in the tests carried out in DLS.

* Degree Project

** * Science Faculty, Chemistry School, Director: Ms. José Carlos Gutiérrez Gallego

Introducción

Muchos cosméticos se encuentran en forma de emulsiones debido a que contienen propiedades deseables. En la industria cosmética, se utilizan como cremas de fácil extensión con ingredientes activos en las fases de agua y aceite. Además, es una presentación que tiene una alta aceptación por parte del consumidor y mediante la modificación de diferentes variables permite el desarrollo de cosméticos con diversas características.(Semenzato, A, Aglio, Nicolini, & Better, 1994) La fabricación de una emulsión base con características funcionales específicas depende de la selección de los tipos y concentraciones más adecuados de materias primas y de las condiciones más adecuadas de procesamiento, almacenamiento, transporte y uso.(J. Mc Clements, 2005)

Las emulsiones cosméticas generalmente contienen una amplia variedad de ingredientes diferentes, incluidos aceites, emulsionantes, hidratantes, agentes espesantes, conservantes, antioxidantes, colorantes etc. Cada uno de estos ingredientes poseen propiedades moleculares, físicas y funcionales únicas. Al final, las propiedades fisicoquímicas y sensoriales dependen del tipo de ingredientes presentes, su ubicación física y sus interacciones entre sí. Por lo que la selección de los ingredientes más apropiados es una de las decisiones más importantes que debe tomar durante el diseño, la formulación y la producción de la emulsión base.(J. Mc Clements, 2005)

Una vez formulada la emulsión base es importante examinar su estabilidad, es decir, la conservación de sus propiedades fisicoquímicas y sensoriales a través del tiempo. Una emulsión puede volverse inestable debido a cambios físicos (cambios en la ubicación relativa de sus componentes) o cambios químicos (cambios en la estructura de sus componentes). El estudio de los mecanismos fisicoquímicos responsables de los cambios ayuda al desarrollo de una estrategia

efectiva para prevenir que estos cambios indeseables en las propiedades ocurran.(J. Mc Clements, 2005)

1. Objetivos

1.1. Objetivo general

Preparar una crema base estable con compuestos de origen vegetal.

1.2. Objetivos específicos

- Encontrar el protocolo adecuado para la elaboración de una crema base estable.
- Elaborar emulsiones variando la concentración de tensoactivos agregados.
- Estudiar la estabilidad de las emulsiones a través del tiempo y bajo diferentes temperaturas.

2. Fundamento teórico

2.1. Emulsiones

Una dispersión coloidal es un sistema que contiene pequeñas partículas, gotitas o burbujas de una fase, dispersadas en una segunda fase. Cualquiera o ambas fases pueden estar en estado de fase gaseosa, líquida, sólida o supercrítica. Las emulsiones son un tipo de dispersión coloidal con ambas fases líquidas e inmiscibles (Schramm, 2006). En estos sistemas heterogéneos una fase se encuentra dispersa como glóbulos en otra denominada fase continua (J. Mc Clements, 2005; Utada, 2012). Los tensoactivos al ser solubles en ambas fases forman una tercera llamada interfaz. Ubicándose entre la fase continua y dispersa recubriendo los glóbulos formando así micelas. En emulsiones cosméticas las micelas generalmente tienen un tamaño que va desde 0,1 μm a 100 μm . Las emulsiones pueden clasificarse de acuerdo con la distribución espacial relativa de una fase oleosa y una acuosa (Lu & Gao, 2010). Un sistema que consiste en glóbulos de aceite dispersados en una fase acuosa se llama emulsión de aceite en agua (O/W). Un sistema que consiste en glóbulos de agua dispersos en una fase de aceite se llama emulsión de agua en aceite (W/O) (J. Mc Clements, 2005).

En el proceso de formación de emulsiones se requiere contrarrestar las fuerzas de tensión superficial entre los dos fluidos inmiscibles, para así dispersar una fase en otra. Para superar estas fuerzas se necesitan dos sucesos complementarios: uno de ellos es adición de tensoactivo y el otro es ejercer una agitación suficiente para generar fuerzas disruptivas entre los fluidos (Kowalska, Ziomek, & Zbikowska, 2015).

Sin embargo, las emulsiones son generalmente termodinámicamente inestables y cinéticamente

metastables (J. Mc Clements, 2005; Kowalska et al., 2015). Por lo que, pueden experimentar una serie de diferentes procesos que evidencian inestabilidad, como el creaming, la floculación, la coalescencia y la inversión de fase. Los principales factores que afectan estos procesos son el tamaño promedio de los glóbulos y su distribución; además, también es importante el estado de agregación de los glóbulos, el pH, el aporte de energía de agitación durante la emulsificación, la viscosidad de la emulsión y la presencia de diversos aditivos (Kowalska et al., 2015).

2.2. Formulación de emulsiones

La preparación de una emulsión implica el manejo de una gran cantidad de variables en lo que respecta a la formulación y la emulsificación, ya que se debe establecer el tipo y la cantidad de ingredientes a utilizar y el procedimiento a seguir. Estos grados de libertad podrían clasificarse como variables, parámetros o propiedades susceptibles de influir en la emulsión final (Salager, Ma, Pen, & Rondo, 2000).

2.2.1. Variables de formulación. Dependen de las propiedades fisicoquímicas de los ingredientes como su hidrofobicidad, solubilidad de los tensoactivos, punto de fusión, etc. (Salager et al., 2000) .

2.2.2. Variables de composición. Describen cuantitativamente la composición de la emulsión en términos de peso o volumen (Salager et al., 2000).

2.2.3. Protocolo de emulsificación. Describen la forma en que se ha preparado la

emulsión, es decir, tiempo de agitación, velocidad de agitación, temperaturas de emulsificación, entre otras condiciones (Salager et al., 2000).

2.3. Tensioactivos

Los tensioactivos son compuestos anfifílicos que reducen la tensión superficial de un sistema, lo que facilita la formación de emulsiones entre líquidos de diferentes polaridades (Lourith & Kanlayavattanakul, 2009). Generalmente se representan como en la Fig.1 con una cabeza polar y una cola de hidrocarburo. Pueden ser compuestos catiónicos, aniónicos, anfóteros o neutros, dependiendo de la carga de la cabeza polar (Milius & Pomrehn, 2013).

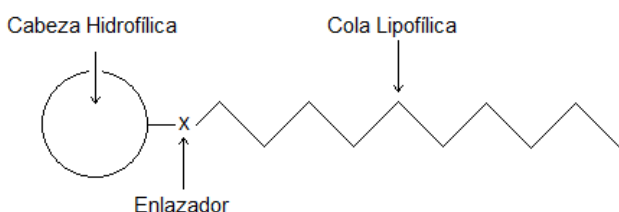


Figura 1. Representación esquemática de un tensioactivo. Adaptado de (Milius & Pomrehn, 2013) .

Un parámetro fisicoquímico importante de los tensioactivos es equilibrio hidrofílico-lipofílico (HLB). Se define evaluando el tamaño de la cabeza polar en comparación con el número y la longitud de la o las cadenas de hidrocarburo. Cuanto mayor sea el valor de HLB, más grande es el tamaño de la cabeza polar y, como consecuencia, mayor es la solubilidad en agua del tensioactivo (Milius & Pomrehn, 2013). Este valor varía de 0 a 20, en una escala creciente desde menos lipófilo

(0) a más hidrófilo (20). El número de HLB es un criterio que influye en la elección de tensoactivos para una fórmula prevista. Ya que, un tensoactivo más hidrofílico ($HLB > 10$) en una mayor proporción estabiliza mejor las emulsiones de aceite en agua, que uno lipofílico. Debido a esto el sistema HLB es una guía que ahorra tiempo en la selección de tensoactivos en la fabricación de cosméticos (Nollet, Boulghobra, Calligaro, & Rodier, 2019).

Debido a la presencia de una cabeza polar y una cola lipofílica, los tensoactivos inducen la formación de glóbulos más estables (Fig. 2) durante la homogeneización de las emulsiones (Milius & Pomrehn, 2013). El tensoactivo se adsorbe en la superficie de glóbulos de lípidos formados durante la homogeneización reduciendo su tensión interfacial, facilitando la reducción de tamaño de los glóbulos. Los tensoactivos también reducen la tendencia a que los glóbulos se agreguen formando micelas con membranas protectoras que generan fuerzas repulsivas entre estas (Ogawa, Decker, & McClements, 2003).

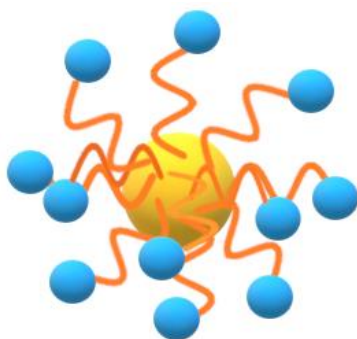


Figura 2. Representación de las micelas. Adaptado de (Ogawa et al., 2003).

El tipo y la cantidad de tensoactivos influyen tanto en la estabilización como en las propiedades reológicas de las emulsiones. El tensoactivo es responsable del tamaño de la micela en una emulsión y la viscosidad. Ya que, la concentración de tensoactivos afecta en gran medida de la

distribución de la fase interna. Por lo que ,Sherman diseñó una ecuación que relaciona la viscosidad con la concentración de tensoactivos para emulsiones a partir ecuación de viscosidad de Einstein.

El sugirió la siguiente relación (Dahms, 1991) :

$$\ln \frac{\eta}{\eta_0} = a\gamma c + b$$

$$\frac{\eta}{\eta_0} = e^{a\gamma c + b}$$

Donde

η = viscosidad de las emulsiones

η_0 = viscosidad de la fase continua

γ = tensión superficial

C = concentración de tensoactivo

A, b = constantes.

2.4. Variables en las propiedades de las emulsiones

Diversos factores afectan las propiedades fisicoquímicas de las emulsiones, las más importantes son las siguientes:

2.4.1. Naturaleza de los ingredientes. La viscosidad de la fase oleosa en un sistema O/W, afecta el tamaño de los glóbulos en la emulsión. Entre mayor sea la viscosidad del aceite a emulsionar, mayor es el tamaño de los glóbulos. Esto se debe a que, con una mayor viscosidad,

existe mayor dificultad para generar glóbulos más pequeños mediante agitación. Es un parámetro importante ya que, una emulsión con glóbulos de gran tamaño y con amplia distribución de tamaño se relaciona con una baja estabilidad (H. Nazir et al., 2014) .

Otra propiedad importante es el equilibrio hidrófilo-lipofílico del emulsionante. En un sistema O/W el valor HLB necesario para dispersar la fase oleosa se denomina HLB requerido y es un valor que posee cada ingrediente lipofílico (Weiner, n.d.). Las emulsiones más estables se formulan con emulsionantes o una combinación de emulsionantes que tienen valores HLB cercanos a los requeridos de la fase oleosa (Orafidiya & Oladimeji, 2002; Weiner, n.d.).

2.4.2. Concentración de tensoactivo. La cantidad de emulsionante que posee una formulación influye en el tamaño de las micelas. La concentración ideal de tensoactivo se reconoce por generar emulsiones con tamaños de micelas promedio menores junto con un índice de dispersión en su distribución de población más alto, que los observados con otras concentraciones de tensoactivos. Una concentración de tensoactivo menor a la ideal genera micelas de gran tamaño de poca estabilidad. Un exceso de tensoactivo no causa reducción significativa del tamaño de glóbulos, sin embargo conduce a un bajo índice de dispersión lo que no favorece la estabilidad (H. Nazir et al., 2014).

2.4.3. Fuerzas y tiempo de emulsificación. Las fuerzas y tiempo de agitación mecánica aplicada al momento de formar una emulsión, es un factor importante que influye en el tamaño de las micelas y la estabilidad. Ya que, para formar glóbulos se requiere unas fuerzas de agitación que supere la fuerza interfacial entre la fase dispersa y continua. Mayores fuerzas de agitación generan glóbulos más pequeños debido a que puede superar una mayor fuerza interfacial

ocasionada por el incremento del área de contacto entre la fase dispersa y continua (J. Mc Clements, 2005) .

La duración del proceso de agitación también afecta el tamaño de las micelas en una emulsión. A medida que aumenta el tiempo que pasan los glóbulos de una emulsión en agitación su tamaño disminuye, hasta alcanzar el tamaño determinado por las fuerzas de agitación. Esto se debe a que los glóbulos tardan un poco en adquirir una forma esférica, por lo que las fuerzas de agitación deben actuar durante un período de tiempo lo suficientemente largo para que todos los glóbulos tengan esta forma. El tiempo requerido es proporcional a la viscosidad de la fase dispersa, cuanto más viscosa es, más tiempo tomará adquirir el tamaño determinado (Karbstein & Schubert, 1995).

2.5. Inestabilidad en las emulsiones

La estabilidad de un sistema disperso se caracteriza por un comportamiento constante en el tiempo de la dispersión y la distribución uniforme de la fase dispersa en el medio dispersante. A pesar de su inestabilidad termodinámica, muchas emulsiones son estables cinéticamente y no cambian apreciablemente durante un período prolongado. Estos sistemas existen en el estado metaestable, es decir, la barrera potencial que impide la agregación de los glóbulos es suficientemente alta. Para comprender las razones de la estabilidad relativa de tales sistemas, es necesario conocer los diferentes estados de desestabilización de las emulsiones (Clausse et al., 2014).

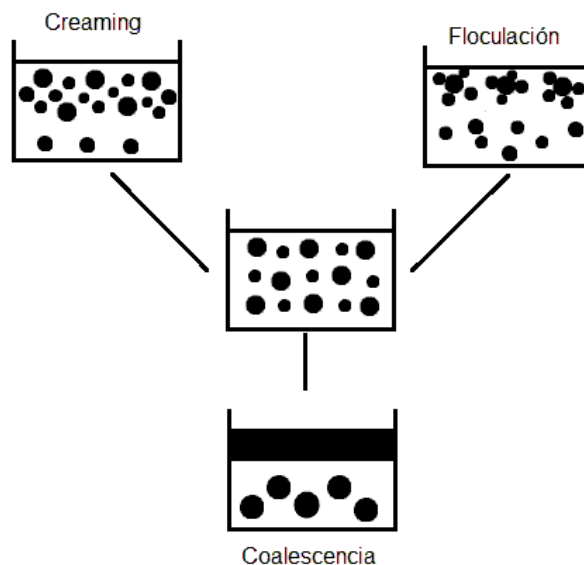


Figura 3. Representación esquemática de diferentes estados de inestabilidad de las emulsiones.

Adaptado de (Clausse et al., 2014)

2.5.1. Creaming. Ocurre cuando se separa la emulsión en dos capas, una de las cuales es más rica en la fase dispersa que la otra. Describe el movimiento hacia arriba de los glóbulos debido a que tienen una densidad más baja que la fase continua (J. Mc Clements, 2005). Este fenómeno natural tiene lugar en sistemas bifásicos y da una indicación de la inestabilidad física de la preparación. Sin embargo, su efecto en la inestabilidad del sistema no es mayor debido a su naturaleza reversible, ya que, es posible obtener una redispersión uniforme agitando la emulsión (Sheraz et al., 2014).

Para determinar los principales factores que afectan la velocidad de creaming, se puede utilizar un modelo ideal de una esfera rígida aislada en un líquido, para determinar el equilibrio de fuerzas que actúa sobre ellas. La ley de Stokes ofrece una aproximación de la velocidad de creaming a partir fuerza de fricción experimentada por una esfera rígida moviéndose en un fluido viscoso. La ecuación de ley para la velocidad de creaming de un glóbulo aislado en un líquido (J. Mc Clements,

2005):

$$v_{Stokes} = -\frac{2gr^2(\rho_2 - \rho_1)}{9\eta_1} \quad (1)$$

Donde:

V es la velocidad de creaming

G es la aceleración de la gravedad

ρ es la densidad, el número 1 se refiere a la fase continua y 2 a la fase dispersa

R es el radio del glóbulo

η es la viscosidad del sistema

Sin embargo, este modelo es meramente indicativo, debido a que por su simplicidad omite ciertas características de las emulsiones. Como que el glóbulo al ser líquido genera menor fuerza de fricción que se opone al movimiento del glóbulo, por lo tanto, aumenta la velocidad de creaming. Tampoco tiene en cuenta la polidispersidad en los tamaños de las micelas o el aumento de tamaño efectivo de las micelas al flocularse (Chanamai & McClements, 2000).

2.5.2. Coalescencia. Es el mecanismo por el cual glóbulos en contacto se combinan para formar glóbulos más grandes (Ibarra-bracamontes & Arauz-lara, 2003) . Este proceso comienza con el adelgazamiento de las películas en la fase continua entre los glóbulos de aceite a medida que se acercan, y termina con la ruptura de la película en un espesor crítico. El adelgazamiento de las películas es afectado por la naturaleza del tensoactivo adsorbido, incluida la solubilidad de las moléculas de tensoactivo en las fases dispersa y continua, ya que esto determina la concentración de tensoactivo en la película intermedia (Juurnul, 1985).

En ciertos sistemas, los glóbulos de una emulsión se deforman a medida que se acercan unas a otras aumentando su área de contacto; lo que tiene una pronunciada influencia sobre su estabilidad a la coalescencia. La deformación de los glóbulos empieza cuando la película que los separa se ha adelgazado hasta el punto en el cual es difícil con el tiempo mantener una forma esférica (Figura 4). Debido a que las fuerzas internas responsables de mantener los glóbulos en una forma esférica se ven superadas por las fuerzas externas que actúan sobre estos. La tendencia de las micelas a deformarse puede describirse mediante un número de Weber (J. Mc Clements, 2005):

$$We = \frac{\sigma_{EXT} r^2}{2\gamma h} \quad (2)$$

$We < 1$ los glóbulos tienden a permanecer esféricos

σ_{EXT} Es la fuerza externa ejercida sobre el glóbulo

R es el radio del glóbulo

γ es la tensión superficial

H distancia entre glóbulos

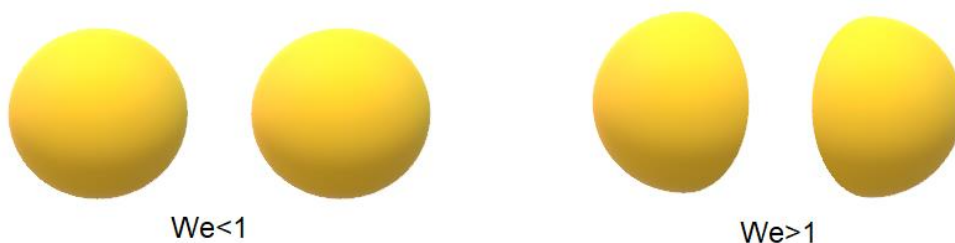


Figura 4. Representación esquemática de diferentes estados de inestabilidad de las emulsiones.

Adaptado de (J. Mc Clements, 2005).

2.5.3. Floculación. Ocurre cuando no hay suficiente repulsión entre las micelas y se sobrepone la atracción de Van der Waals, por lo que estos terminan agregándose, sin ocurrir la ruptura de la película interfacial (T. F. Tadros, 2008; T. F. Tadros, Lemmens, Leveck, & Booten, 2008). La floculación puede ser débil y reversible, o fuerte e irreversible, dependiendo de la magnitud de la energía atractiva (T. F. Tadros, 2008). Esto depende de la concentración de iones en la emulsión. A concentraciones relativamente bajas (<10 mm) de iones en la emulsión, los iones pueden unirse a la superficie de las micelas cargadas opuestamente, disminuyendo así la magnitud de su carga eléctrica (potencial zeta) y, por lo tanto, reduciendo la fuerza de repulsión electrostática entre estas. A concentraciones relativamente altas (> 500 mm), los solutos iónicos y las partículas dispersas promueven la floculación debido a un efecto de exclusión estérica. Los iones hidratados son significativamente más grandes que las moléculas de agua. Por lo tanto, hay una región que rodea la superficie del glóbulo donde las moléculas de agua pueden ingresar, pero los iones hidratados están excluidos. Esto genera un gradiente de concentración de soluto entre la región agotada de soluto y la solución acuosa, que es termodinámicamente desfavorable y genera una fuerza atractiva entre los glóbulos de emulsión. Cuando este proceso ocurre con las partículas dispersas se denomina floculación de agotamiento (Israelachvili, 2011).

2.6. Termoestabilidad

Una de las cualidades más importantes de un producto cosmético es la estabilidad de este a través del tiempo (Banerjee, Thiagarajan, & Thiagarajan, 2017). Además, es importante que este sea estable a los cambios de temperatura que pueden ocurrir durante el transporte y el almacenamiento (Kowalska et al., 2015). Ya que, la variación de la temperatura puede inducir alteraciones químicas y físicas rápidas en las formulaciones (Guaratini, Gianeti, & Campos, 2006).

Esto se debe a que la temperatura a menudo tiene efectos indirectos sobre la emulsión como resultado de la alteración de la tensión interfacial, la adsorción y la solubilidad del tensoactivo, y la viscosidad. Propiedades como la tensión interfacial, la adsorción del tensoactivo y la viscosidad disminuyen con el aumento de temperatura (Belhaj et al., 2019; Chen & Tao, 2005). Sin embargo, la relación de la temperatura con la solubilidad de los tensoactivos depende de si este es iónico o no iónico. La solubilidad en la fase acuosa de los tensoactivos iónicos aumenta con el aumento de temperatura, pero, en los tensoactivos no iónicos disminuye su solubilidad debido a la deshidratación progresiva de los grupos *OH* (J. Mc Clements, 2005; T. F. (2005) Tadros, 2011).

Las bajas temperaturas pueden cristalizar las fases oleosa y acuosa, esta transición de estado juega un papel importante en la determinación de las propiedades de los productos finales. Si la fase de oleosa se cristaliza antes de la fase acuosa, puede ocurrir un fenómeno conocido como coalescencia parcial que puede conducir a la desestabilización de la emulsión. En condiciones de baja temperatura en las que la fase oleosa cambia de estado de agregación y se cristaliza solo parcialmente, los glóbulos pueden colisionar entre sí y un cristal de un glóbulo puede penetrar en una región fluida de otro glóbulo (Figura 5). Si ocurre lo contrario, los glóbulos empiezan a agruparse en zonas sin cristales mientras estos se están formando. Por lo que los glóbulos entran en un contacto cercano que puede promover floculación y posteriormente coalescencia (Figura 5) (Degner, Chung, Schlegel, Hutkins, & McClements, 2014).

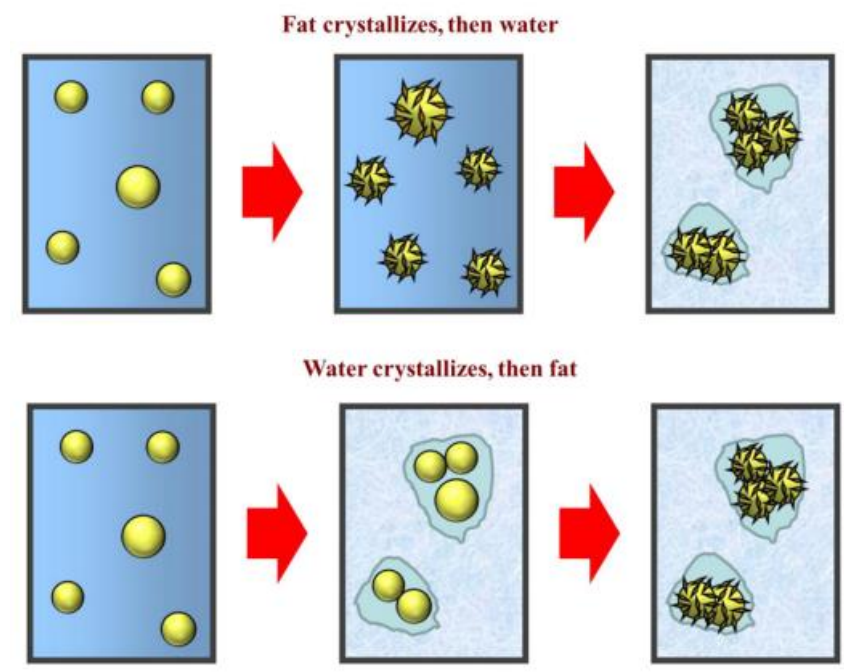
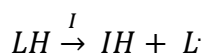


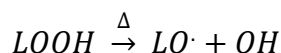
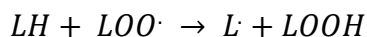
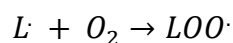
Figura 5. Representación esquemática de la cristalización de la fase oleosa, antes que la acuosa y la fase acuosa antes, que la oleosa. Extraído de (Degner, Chung, Schlegel, Hutkins, & McClements, 2014)

2.6.1. Autooxidación de aceites. La autooxidación es la reacción directa del oxígeno molecular con compuestos orgánicos en condiciones suaves. Se produce mediante un mecanismo de cadena de radicales libres en presencia del oxígeno. Debido a la naturaleza especial del oxígeno de comportarse como un birradical al tener dos electrones no apareados ($O - O\cdot$) en el estado fundamental. Este proceso es iniciado por el calor, la luz, otros radicales libres y peróxidos, y es inhibido por antioxidantes (Frankel, 2012d, 2012a). La serie de reacciones secuenciales mostradas a continuación siguen autooxidación de aceites insaturados hasta la formación de aldehídos, responsables del aroma indeseable asociado con lípidos rancios (Frankel, 2012a; Gunstone, 2013):

2.6.1.1. Iniciación. En presencia de iniciadores (I), los lípidos insaturados (LH) Pierden un radical hidrógeno ($H\cdot$) Para formar radicales libres de lípidos ($L\cdot$) (Frankel, 2012a).



2.6.1.2. Propagación. El radical alquilo de los lípidos insaturados ($L\cdot$) Que contiene un hidrógeno lábil reacciona muy rápidamente con el oxígeno molecular para formar radicales peróxilo. La siguiente reacción es la transferencia de hidrógeno de los lípidos insaturados a los radicales peróxilo para formar monohidroperóxidos (Frankel, 2012b, 2012a). La descomposición térmica de monohidroperóxidos produce radicales alcoxilo (Frankel, 2012c).



2.6.1.3. Terminación. Los radicales alcoxilo pueden, reaccionar con el lípido insaturado para formar alcoholes estables e inocuos, o sufrir fragmentación en aldehídos insaturados (Frankel, 2012a).



3. Estado del arte

Las propiedades de un producto cosmético dependen de diversos factores. En 2017 se llegó a la conclusión que las materias primas tenían una fuerte influencia en la textura de la formulación, así

como también en la estabilidad, la toxicidad, las propiedades físicas y su utilidad (Calixto & Maia Campos, 2017). En 2009, se realizó un estudio con aceites de origen brasileño con el fin de determinar sus propiedades lubricantes en el cabello. En el que se halló que los aceites compuestos por triglicéridos de cadena lineal, menor ramificación y mayor número de carbonos pueden aumentar la formación de una película capilar, por lo tanto aumentan la peinabilidad del cabello (Fregonesi et al., 2009). Ese mismo año, un estudio revelaba que el aceite de coco previene el daño capilar con más efectividad que el aceite mineral (Rele & Mohile, 2003) .

Sin embargo, las propiedades de los aceites de origen vegetal disminuyen cuando son sometidos a un aumento de temperatura debido a la oxidación de estos como se comprobó en un estudio en 2006 (Vlachos et al., 2006). Las temperaturas de congelación también presentan inconvenientes en la estabilidad de las emulsiones con aceites vegetales, un estudio realizado en 2002 encontró por medio de micrografías que emulsiones congeladas se desestabilizan debido a la interacción entre las gotas de aceite semisólido (Vanapalli, Palanuwech, & Coupland, 2002). Este fenómeno se explicó parcialmente en un estudio en 1991, donde se atribuyó a la presencia de cristales de grasa que formaban puntos de nucleación en la emulsión (Boode, Bisperink, & Walstra, 1991).

Un aspecto clave para lograr la estabilidad de una emulsión es ajustar el equilibrio hidrófilo/lipófilo del emulsionante. En 2013, se realizó un estudio en el que tres lociones corporales cuyas propiedades reológicas cambiaban notablemente, cuando variaba el contenido de tensoactivo (Moravkova & Filip, 2013).

4. Metodología

4.1. Diagrama de flujo

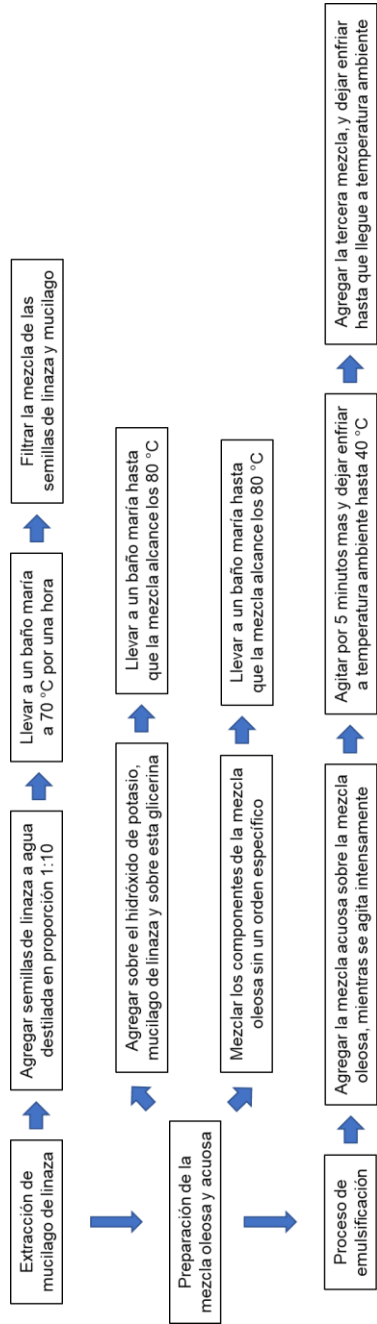


Figura 6. Esquema de elaboración de crema cosmética base

4.2. Selección de reactivos

En la elaboración de la crema base se utilizaron los reactivos listados en la Tabla 2. Los ingredientes de la emulsión fueron elegidos partiendo de la formulación propuesta en el libro *Emulsions and Emulsion technology* que se encuentran en la tabla 1 (Weiner, n.d.). En la formulación original se proponía la utilización de agua, este ingrediente fue remplazado por el mucilago de linaza por sus propiedades cosméticas como hidratante y lubricante. El aceite mineral fue reemplazado por el aceite de coco debido a sus propiedades superiores en el cuidado capilar y dérmico. El poly(etilene glicol) 600 monoestearate fue reemplazado por el monoestearato de glicerilo, por no encontrarse disponible en el mercado local. Debido a que en la formulación no existía recomendaciones de preservantes y fragancias, se recurrió a la literatura en búsqueda de ingredientes de origen vegetal con estas propiedades.

Tabla 1.

Formulacion original propuesta en Emulsions and Emulsion technology.

Ingredientes	Peso %
Ácido estearico	8,5
Poly(etilene glicol) 600 monoestearate	4,3
Aceite mineral	1,0
Hidróxido de potasio (85 %)	0,5
Glicerina	10,0
Agua	75,7

 Perfumes y preservantes

--

Tabla 2.

Reactivos utilizados para la elaboración de la crema base.

	Reactivo	Función
Mezcla acuosa	Mucilago de linaza	Lubricante e hidratante (Kaewmanee et al., 2014)
	Glicerina	Humectante (Wessman & Lode, 2001)
	Hidróxido de potasio	Precursor Tensoactivo 1 (Rieger, 1997)
Mezcla oleosa	Aceite de coco	Fase dispersa (Evangelista, Casintahan, & Villafuerte, 2014)
	Ácido esteárico	Precursor tensoactivo 1 y cotensoactivo (Rieger, 1997)
	Monoestearato de glicerilo	Tensoactivo 2 (Syahrani, 2011)
Tercera mezcla	Solución de ácido ascórbico	Ajustador de ph (Gallarate, Carlotti, Trotta, & Bovo, 1999)
	Ácido benzoico	Conservante 1 (Chipley, 2005)
	Extracto de plantas	Conservante 2 y Fragancia (Varvaresou et al., 2009)

Aceite esencial de lavanda	Conservante 3 y Fragancia (Varvaresou et al., 2009)
----------------------------	--

4.3. Preparación de la crema base

Inicialmente se realiza la extracción de mucilago de linaza, se agregaron semillas de linaza en agua destilada en relación 1:10 peso a peso a 70 °C en baño maría por una hora. Una vez realizada la extracción se separó las semillas de linaza del mucilago mediante filtración.

Seguidamente se mezcló la mezcla acuosa en el siguiente orden: primero se agregó el hidróxido de potasio sólido, luego el mucilago de linaza recién extraído y por último la glicerina. Esta mezcla se llevó a baño maría hasta alcanzar 80 °C. El orden de mezcla establecido se debe a que viscosidad del mucilago de linaza hacía difícil la mezcla con el hidróxido de potasio cuando este agregaba sobre el mucilago. Se probó mezclar el hidróxido de potasio con glicerina, pero requería agitación y formaba emulsiones inestables en menos de 12 horas.

La mezcla oleosa se mezcló sin un orden específico y se calentó en un baño maría hasta los 80 °C, a diferencia de los 70 °C recomendados por el libro *Emulsions and Emulsion technology* (Weiner, n.d.). Este cambio se debió a que cuando se calentaba solo hasta 70 °C el ácido esteárico se solidificaba antes de estar completamente incorporado en la emulsión. Ocurría porque el punto de fusión del ácido esteárico, 69,3 °C se alcanzaba rápidamente debido a que era muy cercano a esta temperatura de emulsificación (Singleton, Ward, & Dollear, 1950).

Cuando ambas mezclas alcanzaron los 80 °C, se agregó la mezcla acuosa sobre la oleosa lentamente, mientras se mezclaba con agitación constante de 2734 rpm; una vez agregada completamente la mezcla acuosa se agitó por cinco minutos más. La emulsión que se formó

durante la agitación se dejó enfriar al ambiente hasta llegar a los 40 °C, para evitar la oxidación del ácido ascórbico. Luego se agregó la tercera mezcla listada en la tabla 2 y se agitó a 2734 rpm por cinco minutos. Se esperó hasta que la emulsión alcanzara la temperatura ambiente para su posterior almacenamiento.



Figura 7. Montaje de elaboración de emulsiones

4.4. Formulación de la crema base

4.4.1. Ajuste del pH en la emulsión. La emulsión debía tener un pH ligeramente ácido, que posee la piel humana con el fin de evitar resequedades (Schmid-Wendtner & Korting, 2006). Sin embargo, el pH de la emulsión que se midió con papel tornasol fue básico. Por lo que se decidió añadir solución de ácido ascórbico al 15 % *p/p* a las emulsiones hasta que el papel tornasol azul virara a rojo y de esta manera llegara a un pH ligeramente ácido.

4.4.2. Optimización de concentración de aceite de coco. Se ha demostrado que la cantidad de aceite disperso en la emulsión afecta la estabilidad del sistema, cuando las demás variables experimentales se mantienen constantes (tipos de tensoactivos, concentración de tensoactivos, temperatura y velocidad de agitación) (J. Mc Clements, 2005). Por lo que, se decidió realizar pruebas de estabilidad preliminar, que consistieron en almacenar las emulsiones por dos días a temperatura ambiente promedio de 24 °C y observar cambios en la apariencia de estas. Se utilizaron las abreviaturas MG y ÁE para el monoestearato de glicerilo y de ácido esteárico respectivamente.

Tabla 3.

Resultados de las pruebas de estabilidad preliminar para las emulsiones con concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p, con porcentajes de aceite de coco de 5,16 % p/p Y 1,29 % p/p.

Concentración de MG+ÁE [% p/p]	Concentración de aceite de coco [% p/p]	Separación de fases
8,77	5,16	Sí
	1,29	No
9,66	5,16	Sí
	1,29	No
10,47	5,16	Sí
	1,29	No

Como se observa en la figura 8 todas las emulsiones que contenían una concentración de aceite de coco 5,16 [% p/p] no fueron estables luego de dos días. Se observó una capa de de aceite sobre los espacios vacíos que quedaron luego de empacar la emulsión, lo que evidencia coalescencia en estos sistemas. Esta capa no se observó en las emulsiones que contenían una concentración de aceite de coco de 1,29 [% p/p]. Esto se debe a que el aumento en la relación de la fase acuosa: aceite de coco reduce la distancia promedio entre los glóbulos, y como se observa en la ecuación del número de Weber (2), una menor distancia entre glóbulos produce una deformación de su forma esférica haciéndolos más susceptibles a la coalescencia. Otra razón se debe que el aumento

del área interfacial entre el aceite y la fase continua sin cambiar la concentración de tensioactivos tiene como consecuencia una disminución de la concentración de los tensioactivos en la interfaz (Eow, Ghadiri, Sharif, & Williams, 2001). Si la concentración de tensioactivo en la interfaz es lo suficientemente baja, los tensioactivos tienen la capacidad de cubrir completamente las interfaces fase oleosa-fase acuosa presentes, lo que disminuye su capacidad para mantener una forma esférica (J. Mc Clements, 2005).

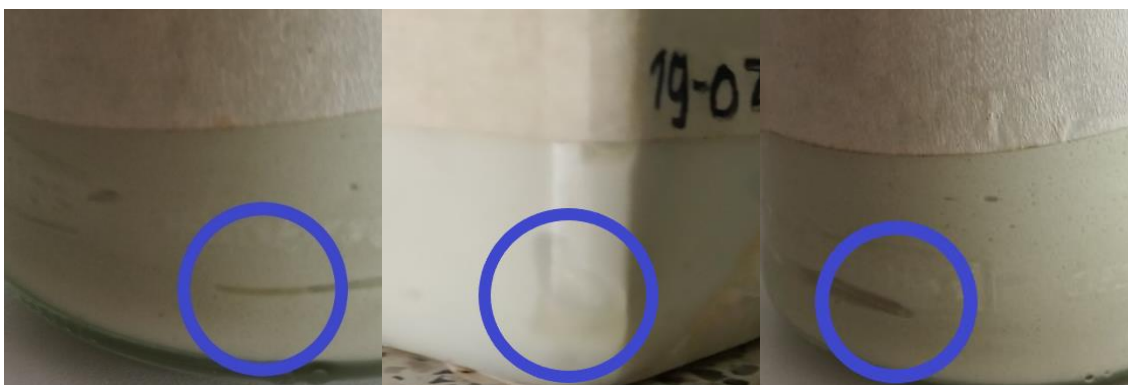


Figura 8. Emulsión de concentración de MG+ÁE 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p*, respectivamente de izquierda a derecha con concentración de aceite de coco de 5,16 % *p/p*.

4.5. Selección de formulaciones de crema base

En base a los resultados obtenidos en la proporción de tensioactivos y la optimización de la fase dispersa se seleccionaron las formulaciones que contenían una concentración de aceite de coco de 1,29 % *p/p*, para realizar las pruebas posteriores. Las cantidades de los componentes utilizados en las formulaciones se encuentran en las tablas 4, 5, y 6.

Tabla 4.

Composición de la crema base con concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p.

Ingredientes	Composición [% p/p]
Mucilago de linaza	75,86
Glicerina	10,67
Hidróxido de potasio	0,45
Aceite de coco	1,29
Monoestearato de glicerilo	1,48
Ácido esteárico	7,29
Ácido benzoico	0,28
Extracto de plantas	0,23
Solución de ácido ascórbico 15 [% p/p]	2,45

Tabla 5.

Composición de la crema base con concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p.

Ingredientes	Composición [% p/p]
Mucilago de linaza	74,96
Glicerina	10,54
Hidróxido de potasio	0,56
Aceite de coco	1,29
Monoestearato de glicerilo	1,83

Ácido esteárico	7,83
Ácido benzoico	0,28
Extracto de plantas	0,23
Solución de ácido ascórbico 15 [% <i>p/p</i>]	2,45

Tabla 6.

*Composición de la crema base con concentración de MG+ÁE de 10,47 % *p/p*.*

Ingredientes	Composición [% <i>p/p</i>]
Mucilago de linaza	74,18
Glicerina	10,43
Hidróxido de potasio	0,66
Aceite de coco	1,29
Monoestearato de glicerilo	2,15
Ácido esteárico	8,32
Ácido benzoico	0,28
Extracto de plantas	0,24
Solución de ácido ascórbico 15 [% <i>p/p</i>]	2,45

4.6. Medidas de pH en las emulsiones

4.6.1. Demulsificación. El electrodo utilizado fue el HI 1131B, el cual no está diseñado para medir pH en emulsiones. Por lo que fue necesario realizar una demulsificación a la crema

base, para separar la fase acuosa de la fase oleosa; y posteriormente medir el pH de la fase acuosa (Al-Sabagh, Kandile, & El-Din, 2011).

Para llevar a cabo este proceso cada emulsión de concentración de MG+ÁE 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p*, se llevó a baño maría por 10 minutos a 100 °C. Una vez separadas las fases se recogió la fase acuosa con una jeringa y se almacenó.



Figura 9. Emulsión separada mediante la demulsificación.

4.6.2. Medición de pH. El medidor de pH utilizado fue HI 3220 con electrodo HI 1131B. Las medidas de pH de la fase acuosa de cada emulsión de concentración de MG+ÁE 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p*, de ambos tensoactivos obtenidas se encuentran en la tabla 7:

Tabla 7.

Datos de medidas de pH de emulsiones de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p /p, 9,66 % p /p, y 10,47 % p/p.

Concentración de MG+ÁE [% p/p]	pH	Temperatura [°C]
8,77	6,23	27,1
9,66	6,46	27,3
10,47	6,69	26,8

La formación de estearato de potasio depende de gran medida por el pH. Esto es importante debido a las diferentes funciones que tienen el ácido esteárico y el estearato de potasio en la emulsión. Siendo el ácido esteárico un cotensoactivo cuya función aumentar la viscosidad de la emulsión, mientras el estearato de potasio disminuye la tensión superficial del sistema y forma micelas. Ambos se encuentran en equilibrio en la emulsión y la proporción de estos depende del pH. Porque, con la disminución del pH el estearato de potasio pierde su carga en función de su constante de disociación ($pK_a = 8,2$) del ácido esteárico (Burmeister, O'sullivan, & Johnson, 1971; Choi et al., 2011; Joos, 1971). Cuando el pH es menor al pK_a en el sistema ácido esteárico-hidróxido de potasio, hay presencia principalmente de ácido esteárico y en menor medida estearato de potasio. Un pH más alto que el pK_a en el sistema desprotona una mayor cantidad de ácido esteárico por una mayor presencia de hidróxido de potasio, formando así más estearato de potasio (Kundu & Langevin, 2008). La proporción estos compuestos en la emulsión influye fuertemente

en la viscosidad, debido a que el estearato de potasio es un tensoactivo con mayor capacidad de afectar la tensión superficial por su mayor solubilidad en la mezcla acuosa que la del ácido esteárico (El-Jaby, Cunningham, & McKenna, 2010; Weiner, n.d.) .

El grado de ionización del ácido esteárico, y la proporción ácido esteárico-estearato de potasio en la emulsión se calculó con los datos de la concentración del ácido esteárico, ácido ascórbico, hidróxido de potasio de las tablas 4 al 6, los datos del pH de la tabla 8 y el pK_a del ácido esteárico, el pK_a del ácido ascórbico y la densidad de la solución de ácido ascórbico.

Debido a que el pK_a del ácido ascórbico es menor al del ácido esteárico, el ácido ascórbico se neutraliza antes que el ácido esteárico. Además, dada la baja concentración del ácido ascórbico con respecto al hidróxido de potasio su neutralización es completa. Por lo que, los iones K^+ disponibles para disociar el ácido esteárico serán aquellos libres una vez neutralizado el ácido ascórbico. El porcentaje de ácido esteárico disociado por cada mol de hidróxido de potasio se calculó primero hallando el estearato de potasio en la emulsión mediante la ecuación de Henderson-Hasselbalch. Una vez, conocida la concentración de estearato de potasio se conoció la molaridad ácido esteárico que reaccionó con el hidróxido de potasio, y con estos datos se halló el porcentaje disociado.

Tabla 8.

Concentración de ácido ascórbico, hidróxido de potasio, ácido esteárico y estearato de potasio expresada en molaridad, junto con el porcentaje disociado de ácido esteárico.

Concentración de MG+ÁE [% <i>p/p</i>]	Concentración de ácido ascórbico [M]	Concentración de hidróxido de potasio [M]	Concentración de ácido esteárico [M]	Concentración de estearato de potasio [M]	Porcentaje disociado [%]
8,77	0,0291	0,103	0,326	$3,49 \times 10^{-3}$	4,72
9,66	0,0293	0,129	0,350	$6,36 \times 10^{-3}$	6,38
10,47	0,0296	0,154	0,371	0,0115	9,23

El porcentaje de disociación del ácido esteárico en presencia de iones monovalentes ha sido estudiado anteriormente por otros autores. Mediante la regresión de los datos encontrados por estos autores, encontraron que los porcentajes de disociación de ácido esteárico en presencia de iones monovalentes entre pH 6 y 7 se encuentran entre el 4,2 % y el 9,4% (Kundu & Langevin, 2008) . Estos valores coinciden con los porcentajes de ionización hallados en las cremas base.

4.7. Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica (σ) de las emulsiones de concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p* se midió con un conductímetro Oakton CON 700 a temperatura ambiente promedio 26,5 °C. Los datos de la conductividad eléctrica se encuentran en la tabla 9.

Tabla 9.

Datos de la conductividad eléctrica de emulsiones de emulsiones de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p.

Concentración de MG+ÁE [% p/p]	Conductividad eléctrica [$\mu S/cm$]	Temperatura [$^{\circ}C$]
8,77	994	26,6
9,66	1032	26,5
10,47	1069	26,4

La prueba de conductividad eléctrica se realizó para determinar si la crema base tiene un sistema de dispersión O / W o W / O. Ya que, los sistemas de dispersión que las emulsiones O / W muestran diferentes conductividades de las del tipo W / O con la misma fracción de volumen del aceite. En las que los sistemas W / O presentan conductividades cercanas a cero, debido a que los aceites vegetales son moléculas no polares y con enlaces covalentes no dissociables por lo que no existe conducción eléctrica (Allouche, Tyrode, Sadtler, Choplin, & Salager, 2004; J. Mc Clements, 2005). Esto indica que la fase continua de la emulsión es la mezcla acuosa. La conductividad eléctrica posee una relación lineal con la concentración de electrolitos en la fase acuosa, como se observa en la ecuación (Sastry & Kamonpatana, n.d.):

$$\sigma \cong \Lambda \cdot C$$

Donde Λ es la conductividad molar y C es la concentración de electrolitos. Como se observa en la tabla 9 la conductividad eléctrica aumenta a medida que aumenta la concentración de tensoactivos. Esto se debe en parte a que con el aumento de la concentración de tensoactivos

disminuía el contenido de fase acuosa, mientras cantidad de electrolitos de la tercera mezcla que se formaron al entrar en contacto con la fase acuosa (ion benzoato, ion ascorbato) fue la misma ver tablas 4,5 y 6. Por lo que, hubo una mayor concentración de estos electrolitos en formulaciones que contenían mayor concentración de tensoactivos. Otro factor que afectó la concentración de electrolitos fue la concentración de hidróxido de potasio en la emulsión. La concentración de los iones K^+ y OH^- fue mayor cuando la concentración de tensoactivos aumentó ver tablas 4,5 y 6, los que a su vez resultó en un aumento de pH en las emulsiones ver tabla 7. Lo que resulta en una mayor disociación que los ácidos débiles presentes en la emulsión y por lo tanto una mayor conductividad eléctrica (Sastry & Kamonpatana, n.d.).

4.8. Estabilidad bajo estrés térmico

Las emulsiones de concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p* se sometieron a un estrés térmico de 0 °C, 40 °C y temperatura ambiente promedio de 24 °C, con el fin de encontrar su estabilidad bajo estas condiciones. Se utilizó un baño de aceite para calentar las emulsiones temperatura constante de 40 °C por diez días. Para las pruebas a 0 °C se utilizó una nevera para mantener las emulsiones a temperatura constante por diez días. Las emulsiones de temperatura ambiente promedio de 24 °C fueron almacenadas en un estante alejado de la luz solar por diez días para reducir los efectos de radiación UV.

4.8.1. Análisis organolépticos. Mediante esta prueba se buscó cambios en la apariencia y olor de las emulsiones, cuando están son sometidas a tres diferentes temperaturas (0 °C o 24 °C promedio o 40 °C) por diez días. Los resultados obtenidos en esta prueba se encuentran en la Tabla

10.

Tabla 10.

Efecto del envejecimiento por diez días de las formulaciones a diferentes temperaturas.

Concentración de MG+ÁE [% <i>p/p</i>]	Temperatura de envejecimiento [°C]	Estado de la emulsión	Olor
8,77	0	Creaming	No cambió
	24	Sin separación de fase evidente	No cambió
	40	Coalescencia	No cambió
9,66	0	Creaming	No cambió
	24	Sin separación de fase evidente	No cambió
	40	Sin separación de fase evidente	No cambió
10,47	0	Creaming	No cambió
	24	Sin separación de fase evidente	No cambió
	40	Sin separación de fase evidente	No cambió

Cuando se sometió a una temperatura de 40 °C la emulsión con concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*, se observó una película de aceite en la superficie de la emulsión, lo que es un indicativo de coalescencia en el sistema. La coalescencia se ve favorecida en esta emulsión bajo estas condiciones debido a varios factores. Uno de ellos es aumento de energía cinética, que a su vez aumenta la frecuencia de colisiones debido al movimiento Browniano. Y como se observa en el número de Weber (2) el acortamiento de distancias entre glóbulos promueve la coalescencia (J. Mc Clements, 2005). Otro factor es la pérdida de agua de hidratación del monoestearato de glicerilo, debida a el aumento de temperatura (Israelachvili, 2011). El agua de hidratación en el monoestearato de glicerilo impide la unión de interfaces glóbulos, ya que, al situarse sobre los grupos hidrófilos protege de colisiones directas. La deshidratación de estos grupos aumenta con el incremento en la temperatura (Rutland & Christenson, 1990). Debido a que, con el aumento de temperatura disminuye la fuerza de los puentes de hidrógeno, reduciendo la cantidad de moléculas de hidratación en la zona hidrofílica de este tensoactivo, haciendo más probable las colisiones directas entre estos (Barry & Eini, 1976; Sterpone, Pierleoni, Briganti, & Marchi, 2004). La pérdida del agua de hidratación también reduce la solubilidad del monoestearato de glicerilo, en la mezcla acuosa. Sin embargo, con el aumento de temperatura la solubilidad del estearato de potasio en la mezcla acuosa aumenta (J. Mc Clements, 2005). Otro parámetro afectado por el aumento de temperatura es la tensión superficial. Ya que, esta disminuye con el aumento de temperatura. Esto hace los glóbulos más susceptibles a deformarse lo que afecta el número de Weber.

Sin embargo, la coalescencia solo se observó en la concentración más baja de tensoactivos. Esto se debe a que, en la emulsión, hubo una cantidad insuficiente de monoestearato de glicerilo, por lo

que, hubo menos atracción de agua de hidratación. Otro motivo pudo ser una insuficiente cantidad de ambos tensoactivos en las interfaces de fase acuosa-oleosa presentes, por lo que habrá espacios en las capas interfaciales que rodean los glóbulos, haciéndolos más susceptibles a la coalescencia luego de una colisión (J. Mc Clements, 2005).

Las emulsiones con concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p*, que fueron almacenadas a 0 °C presentaban una capa de fase más acuosa en la zona inferior de las emulsiones, evidencia de creaming en la emulsión. Según la ley de Stokes, los factores que aumentan la velocidad de creaming son la gravedad, el tamaño de glóbulo, la diferencia entre la densidad de la fase acuosa y oleosa, y la viscosidad. De estos factores solo el tamaño de glóbulo se ve afectado por la disminución de la temperatura hasta el punto de fusión de una de las fases, de manera que aumente la velocidad de creaming. Esto ocurre porque el aceite de coco forma cristales con estructuras irregulares a temperaturas inferiores de los 15 °C. Estos cristales, al colisionar pueden penetrar en otro glóbulo generando un fenómeno conocido como coalescencia parcial (Gordon & Rahman, 1991; Mursalin, Hariyadi, Purnomo, Andarwulan, & Fardiaz, 2016). Este proceso incrementa el tamaño de los glóbulos lo que aumenta la velocidad de creaming (Fredrick, Walstra, & Dewettinck, 2010). La formación de cristales a 0 °C en la fase acuosa fue descartado debido a que los solutos presentes en la emulsión generan un descenso crioscópico en el agua por el cual su punto de fusión sería inferior (Lerici, Piva, & Rosa, 1983).

4.8.2. Tamaño de las micelas. Las medidas de tamaño de micela e índice de dispersión se realizaron en el Zetasizer Nano Series MAN0317. Las emulsiones se debieron diluir previamente, ya que, si la muestra está demasiado concentrada, la luz dispersada por una partícula se dispersará por otra (esto se conoce como dispersión múltiple), lo que conduciría a mediciones

erróneas. El manual del equipo recomienda una concentración glóbulos mínima de 0,1 g/l y una máxima de 1 % en masa. Debido a que las emulsiones poseen concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, 9,66 % p/p, y 10,47 % p/p, y una concentración de aceite de coco de 15,29 g/l, 15,47 g/l Y 15,64 g/l respectivamente, fue necesario preparar diluciones. El solvente utilizado fue agua destilada, debido a que la emulsión es O/W. Inicialmente se prepararon diluciones hasta llegar a concentración de aceite de coco en todas las emulsiones de 1 g/l. De igual manera, se realizó un blanco sin aceite de coco y se diluyó en las mismas proporciones utilizadas en la emulsión MG+ÁE 9,66 % p/p. Sin embargo, esta concentración no presentó resultados reproducibles en el DLS, por lo que se decidió diluir aún más las emulsiones hasta llegar a una concentración de aceite de coco en todas las emulsiones de 0,5 g/l.

Una vez realizadas las emulsiones se filtraron con papel filtro franja negra, para eliminar el exceso de ácido esteárico, que causa turbidez en las diluciones afectando las mediciones. La reducción de ácido esteárico aumenta el pH del sistema, sin embargo, esta disminución no fue significativa debido a su pK_a y el bajo porcentaje de disociación (Kundu & Langevin, 2008).

Para realizar las medidas de tamaño de micela por medio de dispersión dinámica de luz (DLS) fue necesario conocer el índice de refracción y la absorbancia de las emulsiones. Por lo que, se midió el índice de refracción de las diluciones en un refractómetro ABBE-REF 1 a 26,1 °C. Todas las medidas realizadas a las diluciones arrojaron un índice de refracción fue de 1,333. Después, se llevaron estas diluciones, junto con un blanco al espectrofotómetro UV-2401 PC en el cual se midió su absorbancia. La longitud de onda utilizada fue la que presentaba mayor absorbancia en las diluciones, ubicada en 521 nm. La absorción medida fue 0,0002. Las medidas de tamaño de las micelas fueron realizadas mediante DLS. Los resultados obtenidos de la distribución del diámetro de las micelas para cada emulsión se encuentran en las figuras 10 a la 21 y los datos referentes al

diámetro promedio e índice de dispersión se encuentran en la tabla 11.

Los principales factores que influyen en el tamaño de micela son el tipo de tensoactivo, su concentración, la velocidad de homogeneización, la viscosidad de los ingredientes y la temperatura (J. Mc Clements, 2005). En estas pruebas las variables que fueron analizadas son la concentración de tensoactivos y la temperatura.

Como se observa en las figuras 10, 14 y 18, las emulsiones presentan una distribución bimodal de diámetro de micela en estado inicial que corresponde a un día de almacenamiento a temperatura ambiente de 24 °C promedio. Como esta distribución en el diámetro de micela se presentó independiente de la concentración de tensoactivos, sin aplicar estrés térmico y con solo un día de almacenamiento, lo más probable es que se deba a los otros factores anteriormente mencionados que influyen en la formación de las micelas. Temperaturas de emulsificación mayores a 50 °C facilitan la formación de glóbulos de menor tamaño en la agitación debido a que la caída de viscosidad de los componentes reduce la fricción entre estos y permite al agitador formar glóbulos de aceite de coco de menor tamaño. Sin embargo, temperaturas altas una vez terminado el proceso de emulsificación puede conducir a coalescencia debido a la disminución de tensión superficial en los tensoactivos lo que reduce la forma esférica de los glóbulos. El tiempo de agitación también pudo haber influido en esta distribución, si hubo agitación adicional una vez las micelas se encontraban totalmente formadas (Sánchez, Berjano, Guerrero, Brito, & Gallegos, 1998). Ya que, este tiempo adicional solo aumentaría las colisiones entre micelas ya formadas, lo que haría más probable la coalescencia (J. Mc Clements, 2005). Aunque, quizás la razón principal de esta distribución fue la adición de ácido ascórbico una vez finalizado el proceso de emulsificación. El ácido ascórbico redujo el pH de la emulsión lo que a su vez afectó el equilibrio ácido esteárico-estearato de potasio, reduciendo la concentración de estearato de potasio (Kundu & Langevin,

2008). Para redistribuir el tensoactivo se aplicó agitación, sin embargo, esta distribución pudo no ser uniforme.

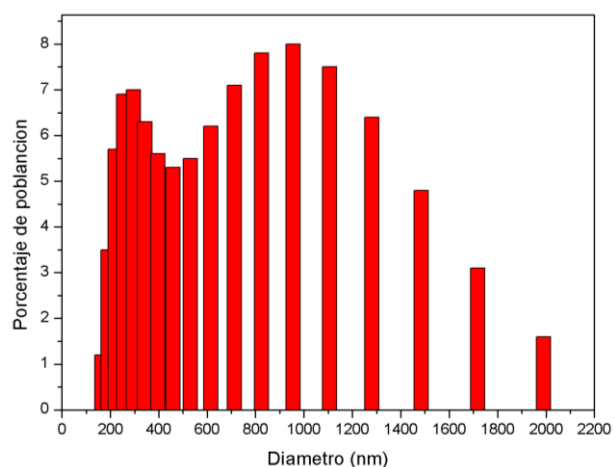


Figura 10. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de con concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p en estado inicial.

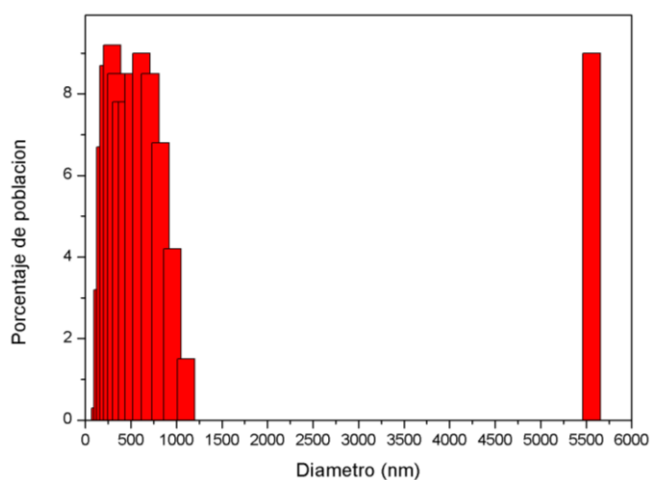


Figura 11. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p, sometido a temperatura de 0 °C por diez días.

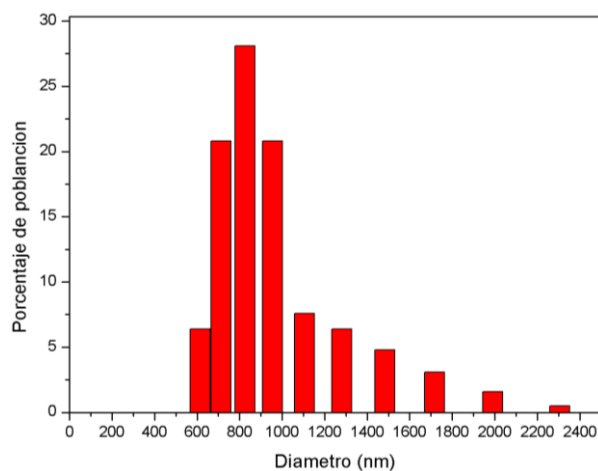


Figura 12. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p sometido a temperatura de 24 °C por diez días.

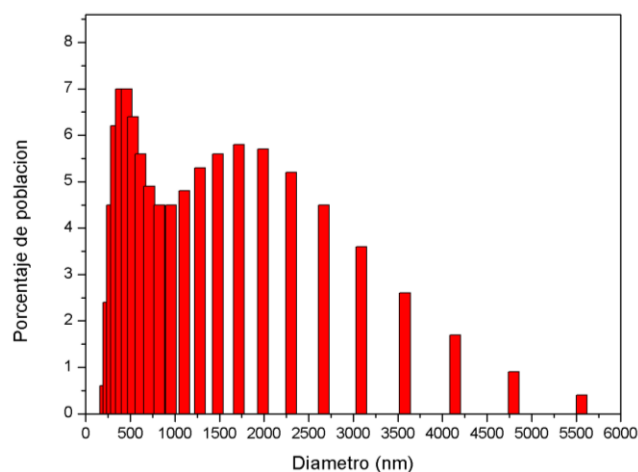


Figura 13. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % p/p sometido a 40 °C por diez días.

La emulsión inicial de 8,77 % *p/p* muestra en la figura 10 la formación de dos poblaciones mayoritarias de micelas de diámetro aproximado de 350 nm y otra de 950 nm. Cuando esta emulsión fue sometida a 0 °C se observa en la figura 11, la formación de una tercera población de diámetro aproximado de 5500 nm junto con la ausencia de micelas de diámetro entre 1400 nm y 2000 nm observados en el estado inicial, además de una disminución en porcentaje de la población de micelas en los diámetros de 1200 nm y 175 nm. Por lo que se puede afirmar que la formación de micelas de diámetro 5500 nm se debió mayormente a la coalescencia parcial los glóbulos de diámetro entre 1400 nm y 2000 nm, y en menor medida a la coalescencia parcial de glóbulos de menor tamaño. Los micelas al ser los de mayor tamaño en el estado inicial son los más susceptibles a la coalescencia parcial debido a que la zona de contacto es mayor lo que aumenta la probabilidad de que un cristal de un glóbulo penetre en otro (Degner, Chung, Schlegel, Hutkins, & McClements, 2014).

En la emulsión que se encontraba a temperatura de 24 °C observada en la figura 12 solo hay una población mayoritaria de diámetro aproximado de 952 nm con un buen índice de dispersión estadística. Esto se debe a que la población inicial de diámetro de 350 nm no poseía la cantidad suficiente de tensoactivos para cubrir completamente la superficie de estos glóbulos y, por lo tanto, hubo coalescencia con sus vecinos, hasta alcanzar diámetros más estables (J. Mc Clements, 2005).

La emulsión que se encontraba a 40 °C figura 13 presentó una pequeña capa de aceite de coco en su superficie, por lo que el tamaño de las micelas registrado de la parte inferior de la emulsión. En esta se encontraron dos poblaciones mayoritarias de diámetro aproximado de 400 nm y otra con mayor dispersión a 1750 nm lo que indicaría una mayor coalescencia entre las micelas de mayor tamaño. Ya que, al haber mayor zona de contacto entre micelas estos tienden a perder su

forma esférica como indica el número de Weber, lo que los hace más susceptibles a la coalescencia (Fredrick et al., 2010). Las micelas de diámetro de 350 nm existentes en la emulsión inicial solo aumentaron en diámetro 50 nm. Este diámetro de micelas permaneció estable, ya que, gracias a la pérdida de aceite de coco causado por la inestabilidad en la emulsión hubo tensoactivo suficiente cubrir su superficie.

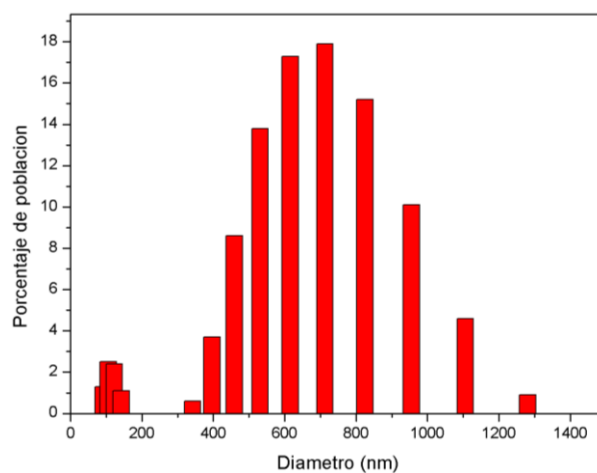


Figura 14. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p en estado inicial.

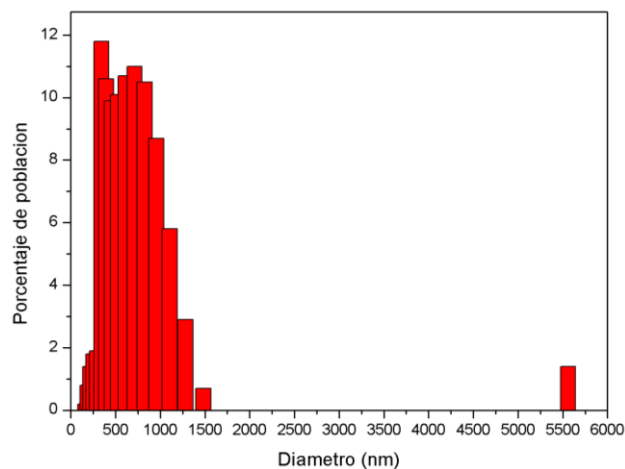


Figura 15. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p a temperatura de 0 °C por diez días.

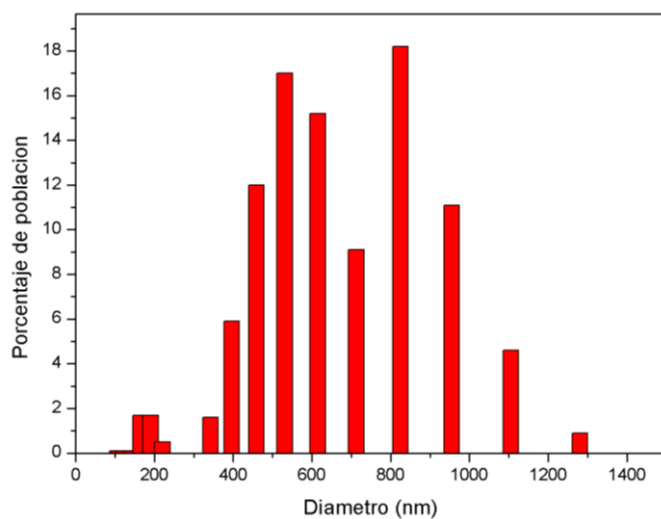


Figura 16. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p a temperatura promedio de 24 °C por diez días.

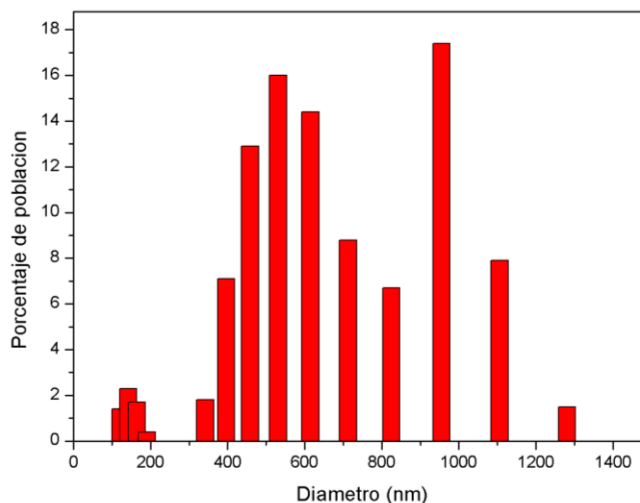


Figura 17. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 9,66 % p/p a temperatura de 40 °C por diez días.

La emulsión inicial de 9,66 % *p/p* que se muestra en la figura 14, se observan la formación de dos poblaciones mayoritarias de micelas de diámetro aproximado de 125 nm y otra de 725 nm. A diferencia de las emulsiones con concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p* En estado inicial esta no posee micelas de diámetro mayor a 1300 nm, lo que reduce su posibilidad de sufrir creaming, coalescencia y coalescencia parcial (Kowalska et al., 2015).

Cuando esta emulsión fue sometida 0 °C se observa en la figura 15 hay una formación de una tercera población de diámetro aproximado de 5500 nm. Debido a la ausencia de micelas de un diámetro mayor de 1300 nm en la emulsión inicial, el porcentaje de población de las micelas de diámetro aproximado de 5500 nm fue menor en comparación con la emulsión de concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*. Lo que confirma que los micelas de mayor tamaño son los más susceptibles a sufrir coalescencia parcial por cristalización (Fredrick et al., 2010).

La emulsión que se encontraba a temperatura de 24 °C observada en la figura 16 hay tres poblaciones mayoritarias de diámetro aproximado de 175 nm, 575 nm y 825 nm. La formación de

la tercera población de 825 nm evidencia coalescencia en la formulación. La población de 175 nm se mantiene estable a diferencia de la emulsión con de 8,77 % *p/p* de MG+ÁE, por lo que se confirma que suficiente emulsionante estabiliza este diámetro de micelas. También, se observa una el fenómeno de maduración de Ostwald, proceso en el cual hay migración de fase dispersa de micelas pequeños a micelas más grandes y estables. Por lo que, hay una disminución en población de los micelas donadores, y una mayor población de micelas de mayor y menor tamaño (Glasner, Otto, Rump, & Slepčev, 2009). En esta emulsión se observa que la población de 700 nm disminuye en comparación con la emulsión inicial a favor de la formación de micelas de tamaño de 800 nm.

La emulsión que se encontraba a 40 °C en la figura 17 hay tres poblaciones mayoritarias de diámetro aproximado de 175 nm, 575 nm y 825 nm. También, se observa el fenómeno de maduración de Ostwald, proceso en el cual hay migración de fase dispersa de micelas pequeños a micelas más grandes y estables. Por lo que, hay una disminución en población de los micelas donadores, y una mayor población de micelas de mayor y menor tamaño (Glasner et al., 2009). En esta emulsión se observa que la población de 700 nm disminuye en comparación con la emulsión inicial a favor de la formación de micelas de tamaño de 800 nm.

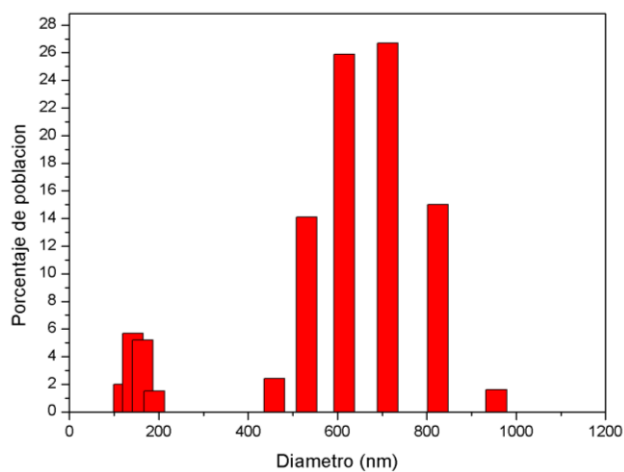


Figura 18. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 %p/p en estado inicial.

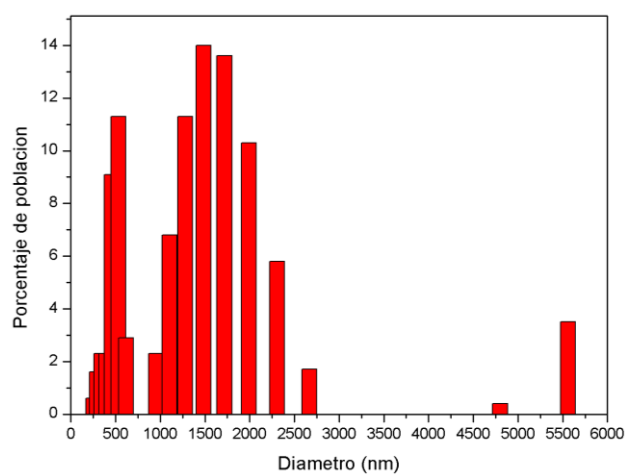


Figura 19. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 %p/p a temperatura de 0 °C por diez días.

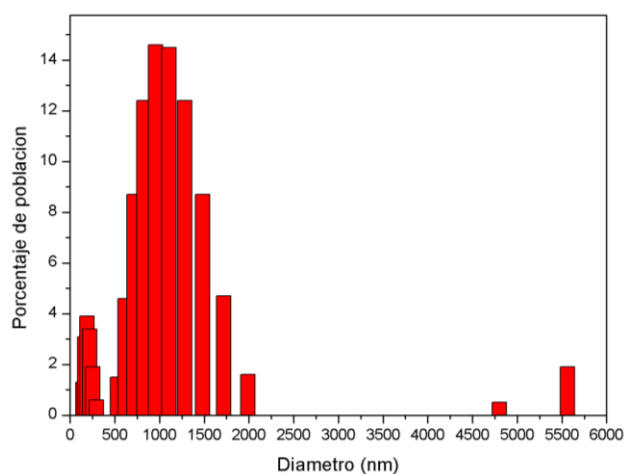


Figura 20. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 % p/p a temperatura promedio de 24 °C por diez días.

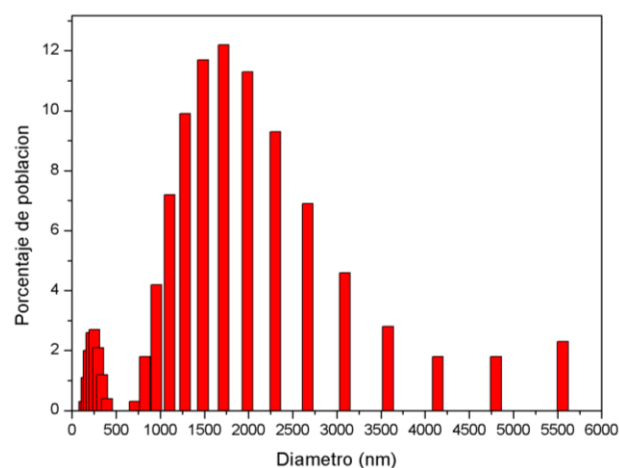


Figura 21. Distribución del diámetro de las micelas de la emulsión de concentración de MG+ÁE de 10,47 % p/p a temperatura de 40°C por diez días.

La emulsión inicial de concentración de MG+ÁE de 10,47 % p/p se muestra en la figura 18 la formación de dos poblaciones mayoritarias de micelas de diámetro aproximado de 150 nm y otra

de 725 nm. El aumento rápido en la viscosidad de esta emulsión (ver tabla 13) indica un exceso de tensioactivos, que junto con un menor diámetro de glóbulo que las emulsiones con menor concentración de tensioactivos, y un bajo índice de dispersión, indican que el diámetro mínimo de glóbulo dependiente de la concentración de tensioactivos fue alcanzado. Ya que, una vez el tensioactivo se encuentra en exceso el diámetro de glóbulo, pasa a depender del tamaño de glóbulos de aceite de coco formado durante la agitación (Tcholakova, Denkov, Ivanov, & Campbell, 2006).

Cuando esta emulsión fue sometida 0 °C se observa en la figura 19 una nueva población de glóbulos de diámetro de 1000 nm hasta 2700 nm, junto con glóbulos de diámetro de 4800 nm y 5700 nm. La formación de poblaciones de diámetro de 1000 nm hasta 2700 nm, no observada en las emulsiones con concentración de tensioactivos 8,77 % *p/p* y 9,66 % *p/p* bajo las mismas condiciones, evidencian una vez más el exceso de tensioactivos. Debido a que los tensioactivos no adsorbidos por los micelas provocan floculación por agotamiento (Dickinson & Ritzoulis, 2000). Esto ocurre porque, la ubicación y movimiento de estos tensioactivos libres entre dos micelas no es favorable. Ya que, la distancia entre micelas sería la suma de la zona de exclusión de las micelas generado por la carga de estos, junto con el espacio ocupado por los tensioactivos. Por esta razón los tensioactivos tienden a evitar ubicarse entre las micelas, lo que significa que habrá menor concentración de tensioactivo libre entre las micelas. Por lo que, habrá presión osmótica que hará que la fase continua se desplace fuera de entre las micelas. Lo que hace que los micelas se acerquen provocando floculación, que a su vez hace que más probable que ocurra coalescencia (Koh, Gillies, Gore, & Saunders, 2000). Las micelas de diámetro de 4800 nm y 5700 nm observados en emulsiones con concentración de tensioactivos 8,77 % *p/p* Y 9,66 % *p/p* bajo las mismas condiciones fueron formadas principalmente debido a coalescencia parcial por cristalización.

En la emulsión que se encontraba a temperatura de 24 °C observada en la figura 20, hay tres poblaciones mayoritarias de diámetro promedio de 175 nm, 950 nm y 5625 nm. La formación de micelas de diámetro entre 1325 nm y 2625 nm evidencia un factor adicional que promueve la coalescencia en la formulación, no existente en la emulsión con concentración de tensoactivos de 9,66 % *p/p* . Debido al exceso de tensoactivos, este factor es la floculación por agotamiento. Que al acercar los micelas los hace más probable la coalescencia de estos (Koh et al., 2000).

La emulsión que se encontraba a temperatura de 40 °C observada en la figura 21, hay tres poblaciones mayoritarias de diámetro aproximado de 250 nm, 1750 nm y 5500 nm. Se observa un mayor diámetro de micela promedio que en la emulsión con la misma concentración de tensoactivos a 24 °C junto con una mayor dispersión, y que en la emulsión bajo las mismas condiciones con concentración de tensoactivos de 9,66 % *p/p* . Esto se debe a la coalescencia facilitada por la floculación por agotamiento, presente en emulsiones con tensoactivo en exceso (Koh et al., 2000).

Tabla 11.

Resultados de diámetro de micela promedio e índice de dispersión de las formulaciones bajo diferentes condiciones.

Concentración de MG+ÁE [% <i>p/p</i>]	Días	Temperatura	Índice de dispersión	Diámetro de promedio micela [<i>nm</i>]
8,77	1	24 °C	0,709	719,0

	10	0 °C	0,440	940,7
	10	24 °C	0,680	952,0
	10	40 °C	0,320	1283
	1	24 °C	0,905	656,0
9,66	10	0 °C	0,536	697,9
	10	24 °C	0,830	657,9
	10	40°C	0,575	667,5
	1	24 °C	0,934	596,4
10,47	10	0 °C	0,266	1242,7
	10	24 °C	0,523	1056,2
	10	40°C	0,472	1829,6

4.8.3. Espectroscopia de infrarrojo. Los resultados de espectroscopia de infrarrojo de las emulsiones bajo diferentes condiciones y concentraciones de tensoactivos se encuentran en la figura 22, 23 y 24, y la tabla 12. Los espectros FT-IR de las cremas base mostraron un amplio estiramiento de $O - H$ a 3280 cm^{-1} . La presencia de esta banda es debida los grupos hidroxilo de la glicerina, el monoestearato de glicerol, los alcoholes extraídos del extracto de plantas, los polisacáridos presentes en el mucilago de linaza, el grupo $O - H$ del agua y del exceso de ácido esteárico en la formula. Las bandas $2955, 2915, 2850\text{ cm}^{-1}$ son señales asignadas al modo de estiramiento $C - H$ de los grupos metileno y metilo principalmente del ácido esteárico, estearato

de potasio y aceite de coco. Sin embargo, estos grupos se encuentran también en la glicerina, el monoestearato de glicerol, los alcoholes extraídos del extracto de plantas y los polisacáridos. A 1635 cm^{-1} se encuentra el modo de estiramiento del carbonilo, $C = O$. La banda se atribuye a los carbonilos del ácido esteárico, el estearato de potasio, ácidos grasos del aceite de coco, ácido galacturónico presente en el mucilago de linaza y diferentes ácidos carboxílicos del extracto de plantas (Lagouri, Manti, & Gimisis, 2017; Mazza & Biliaderis, 1989; Oomah, Kenaschuk, Cui, & Mazza, 1995).

Tabla 12.

Frecuencias de las bandas FT-IR para las cremas base bajo diferentes condiciones y a diferentes concentraciones de tensoactivos.

Número de onda [cm^{-1}]	Enlace	Nota
3280	$O - H$	Estiramiento de $O - H - O$
2955, 2915, 2850	$C - H$	Estiramiento de $C - H$
1635	$C = O$	Estiramiento de $C = O$

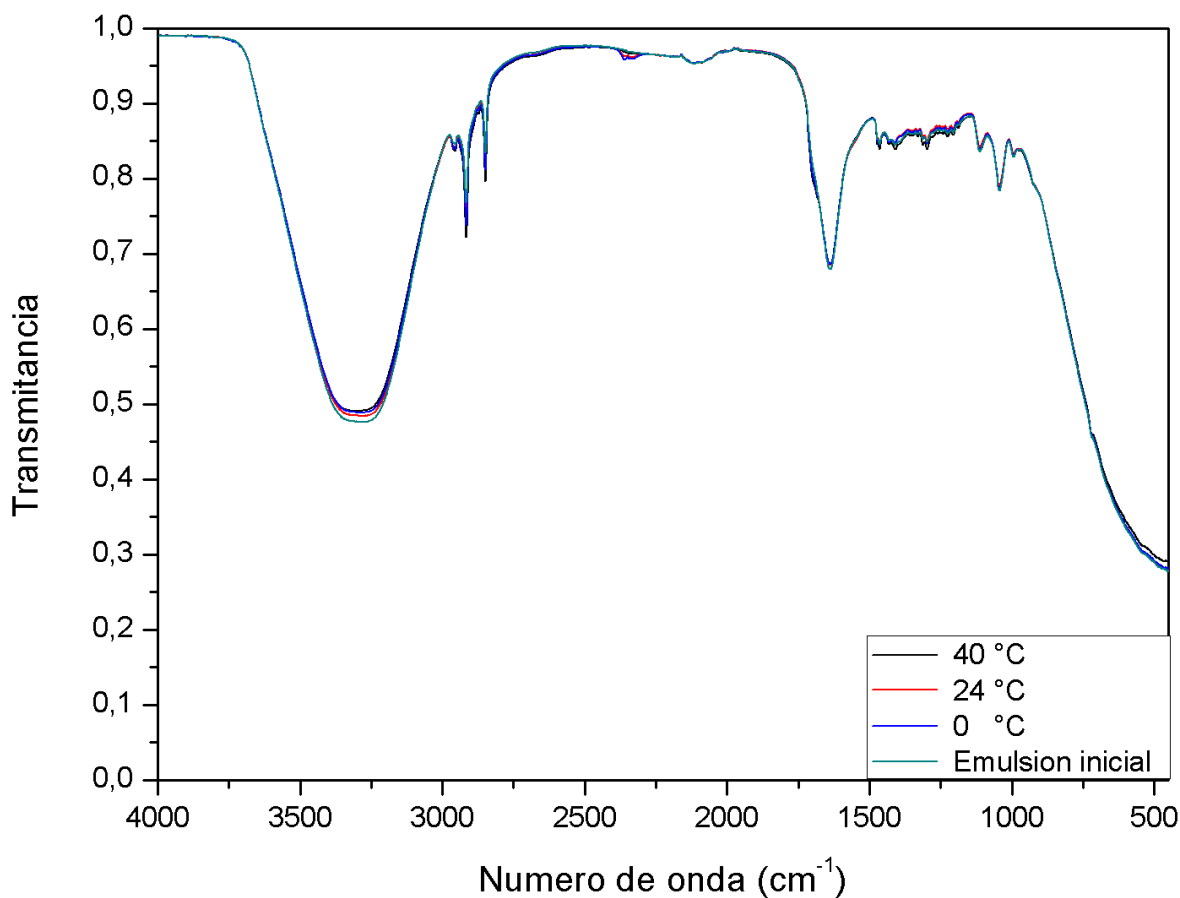


Figura 22. Espectros FT-IR de la crema base con concentración de de MG+ÁE de 8,77 % p/p A 0 °C, 24 °C y 40 °C por diez días, y la formulación con un día de preparación a 24 °C.

En la figura 22 la emulsión con concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p* bajo todas las condiciones de temperatura no se aprecia una formación de aldehídos mediante espectroscopia infrarroja. Debido a la ausencia de una banda relacionada con el enlace *C – H* de un carbono carbonílico ubicado entre 2,735–2,674 cm⁻¹ (Tudorachi & Mustata, 2015). Además, se observa una pequeña reducción de la banda asignada al enlace *O – H* de transmitancia 0,4763 a 0,4844, luego de transcurridos los diez días bajo 0 °C, 24 °C y 40 °C.

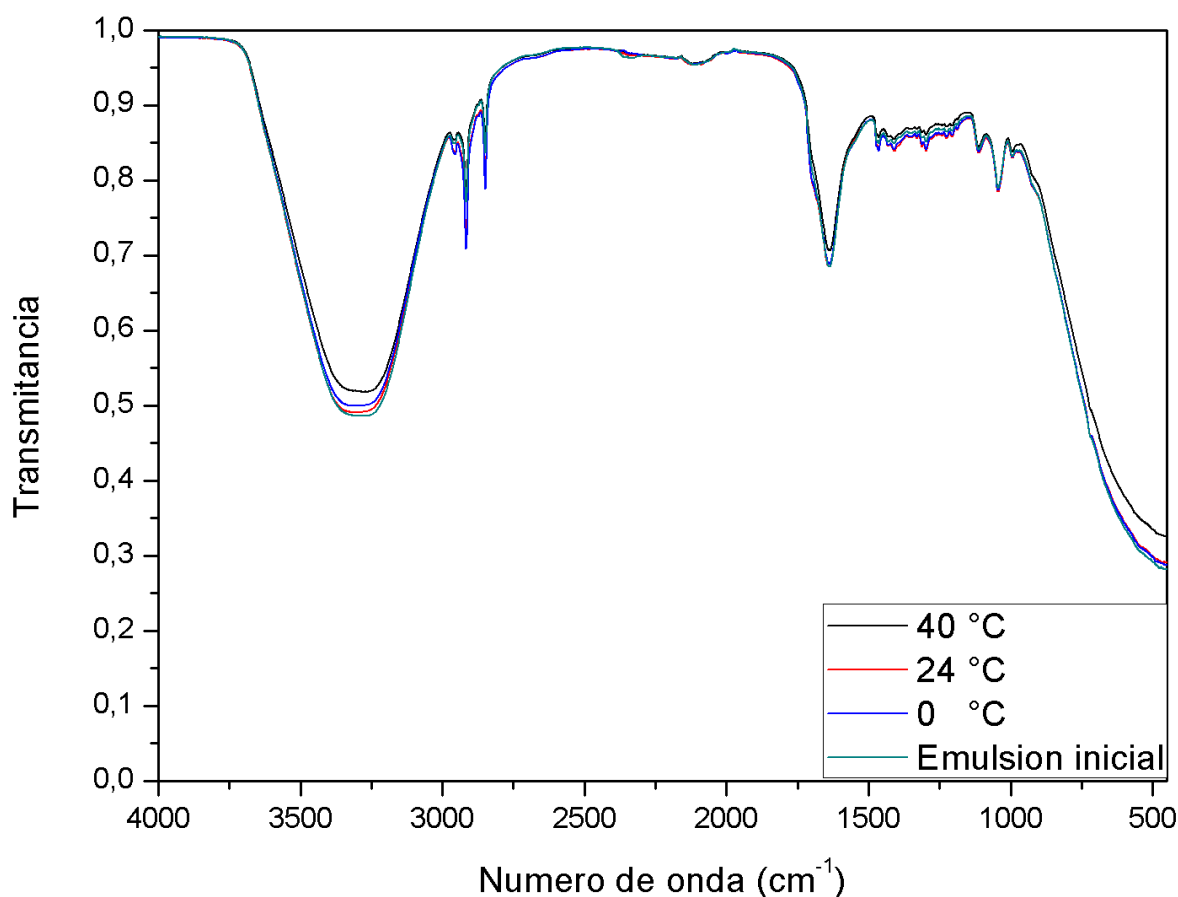


Figura 23. Espectros FT-IR de la crema base con concentración de de MG+ÁE de 9,66 % p/p A 0 °C, 24 °C y 40 °C por diez días, y la formulación con un día de preparación a 24 °C.

En la figura 23 la emulsión con concentración de MG+ÁE de 9,66 % *p/p* bajo todas las condiciones de temperatura no se aprecia una formación de aldehídos mediante espectroscopia infrarroja. Se observa diferentes reducciones de la banda asignada al enlace *O – H* de transmitancia 0,4857 hasta 0,5175 luego de transcurridos los diez días bajo 0 °C, 24 °C y 40 °C.

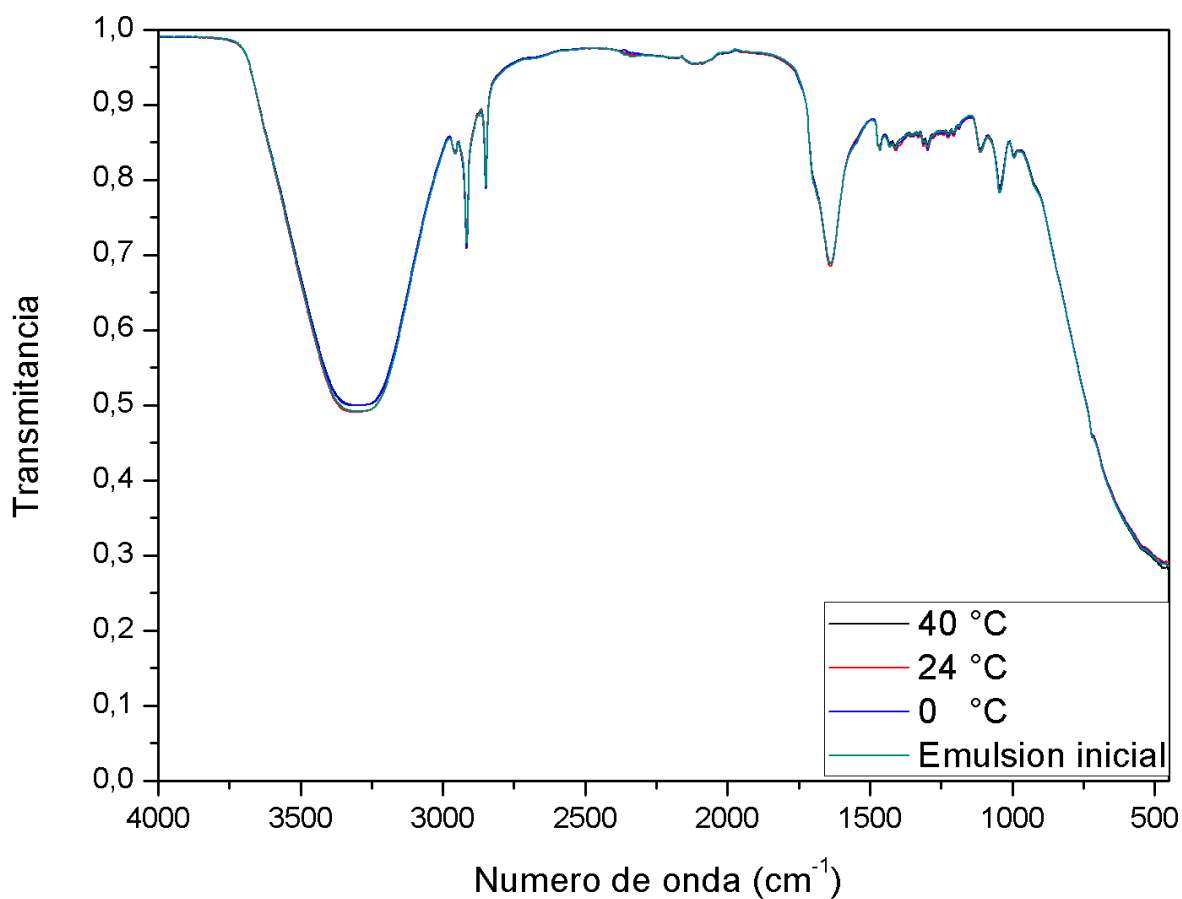


Figura 24. Espectros FT-IR de la crema base con concentración de MG+ÁE 10,47 % p/p A 0 °C, 24 °C y 40 °C por diez días, y la formulación con un día de preparación a 24 °C.

En la figura 24 la emulsión con concentración de MG+ÁE de 10,47 % *p/p* bajo todas las condiciones de temperatura no se aprecia una formación de aldehídos mediante espectroscopia infrarroja. Se observa una reducción de la banda asignada al enlace *O – H* de transmitancia 0,4902 en la emulsión inicial y a 24 °C a 0,5000 a 0 °C y 40 °C.

Los espectros FI-IR no muestran señales que indiquen la oxidación del aceite de coco en las cremas base. Resultados similares han sido observados por otros autores, en los que solo se

observaron ligeros cambios en la transmitancia luego del calentamiento repetido del aceite de coco (Raj, Soumya, Swapna, & Sankararaman, 2018). La resistencia a la oxidación del aceite de coco se debe a que aceite de coco posee un 90 % de ácidos grasos saturados y solo un 1 % de ácidos grasos poliinsaturados (Bhatnagar, Prasanth Kumar, Hemavathy, & Gopala Krishna, 2009). Siendo los ácidos grasos poliinsaturados los más susceptibles a la oxidación (Henna Lu & Tan, 2009). Esto ocurre porque los ácidos grasos poliinsaturados que posee enlaces π que consiste en un par de electrones que ocupan una posición arriba y abajo del plano. Estos electrones, son más reactivos por estar más expuestos que los electrones en los enlaces sigma σ . Por consiguiente, los electrones π son los responsables de la mayor reactividad de los compuestos insaturados (Frankel, 2012d).

Los espectros FI-IR de las cremas base no muestran cambio químico en las emulsiones luego de haber sido sometidas a 0 °C, 27 °C promedio, y 40 °C, por diez días. Esto indica que el estrés térmico por diez días en el que se encontraban las emulsiones no tiene un efecto profundo en la composición química de la muestra.

4.9. Viscosidad de las emulsiones

Se desarrollaron mediciones de viscosidad de la mezcla acuosa y las cremas base con concentración de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p*, almacenadas por un día a temperatura ambiente promedio de 24 °C. Las mediciones se realizaron con un viscosímetro de caída de bola BROOKFIELD KF40 a una temperatura de 51 °C para las cremas base, con una esfera de níquel-hierro figura 25. Los resultados se encuentran en la tabla 14.

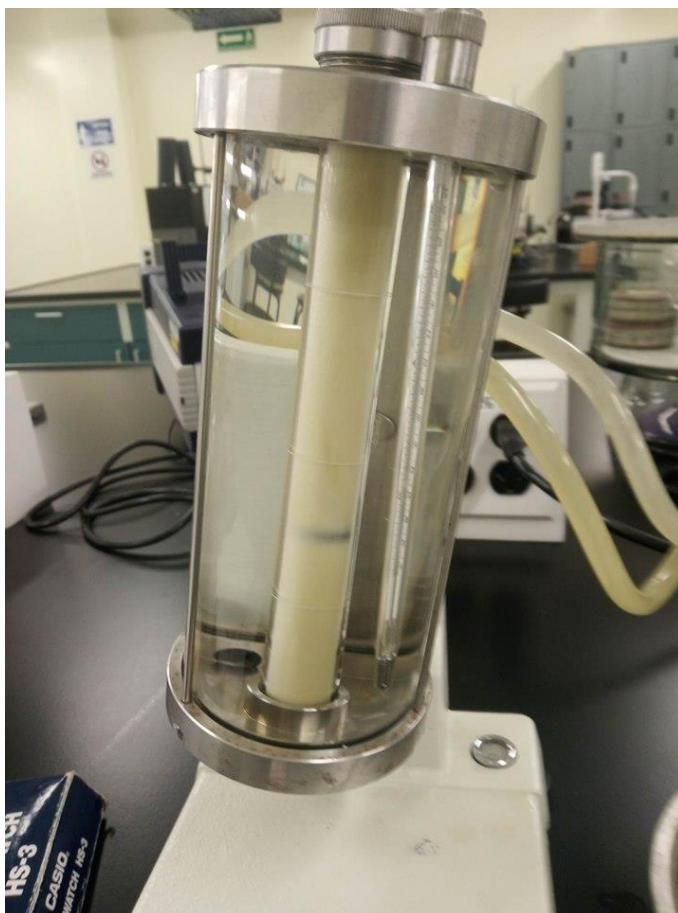


Figura 25. Montaje del viscosímetro de caída de bola

Tabla 13.

Datos de las viscosidades de las muestras

Concentración de MG+ÁE [% <i>p/p</i>]	Tiempo de caída [$\bar{s}$]	Viscosidad dinámica [<i>m Pa · s</i>]
Mezcla acuosa	4	3,50
8,77	6,52	36,9
9,66	6,71	38,6

10,47

79,74

457,5

Como se observa en la tabla 9 hay una pequeña diferencia de viscosidad de la emulsión de concentración de ambos tensoactivos 9,66 [% *p/p*] con respecto a 8,77 [% *p/p*]. Este comportamiento en la viscosidad se debe a que con el aumento de concentración de tensoactivos hay formación de micelas de un menor tamaño (Holmberg, Jönsson, Kronberg, & Lindman, 2003; Moulik, 1996). Donde el diámetro de micela promedio de la emulsión almacenada por un día a temperatura ambiente promedio de 24 °C con concentración de MG+ÁE de 8,77 [% *p/p*] es de 719,0 nm y concentración de MG+ÁE de 9,66 [% *p/p*] es de 656,0 nm como se observa en la tabla 11; lo que indica una diferencia de diámetro de 63 nm. Teniendo en cuenta que los tamaños de glóbulos disminuyeron mientras el volumen fase dispersa fijo, se puede afirmar que hubo un aumento en la cantidad de glóbulos. Una mayor concentración de glóbulos aumenta la interacción hidrodinámica entre estos. Esto porque la distancia media de superficie a superficie (a_m) entre glóbulos se reduce, lo que genera una mayor fricción entre la superficie de los micelas y la fase continua, aumentando consecuentemente la viscosidad del sistema (J. Mc Clements, 2005). La relación entre el diámetro de micela y la distancia entre estos se encuentra a continuación (Pal, 2000):

$$a_m = \frac{6R(1 - \phi)}{2\phi}$$

Siendo (a_m) la distancia media entre micelas, (ϕ) el volumen de la fase dispersa, y (R) el radio de la micela.

La diferencia de viscosidad de la emulsión con concentración de MG+ÁE de 9,66 [% *p/p*] y 10,47 [% *p/p*] es mucho mayor que la encontrada entre 9,66 [% *p/p*] y 8,66 [% *p/p*]. Sin embargo, la diferencia de diámetro promedio de las micelas entre la emulsión almacenada por un

día a temperatura ambiente promedio de 24 °C con concentración de tensoactivos 10,47 [% *p/p*] Y 9,66 [% *p/p*] es de 59,6 nm. Una diferencia insuficiente para explicar el aumento drástico en la viscosidad, teniendo en cuenta que la diferencia de diámetro de micelas entre la emulsión con concentración de tensoactivos 9,66 [% *p/p*] Y 8,77 [% *p/p*] es de 63 nm. Un factor que afectaría la viscosidad de la emulsión con concentración de tensoactivos de 10,47 [% *p/p*] es el exceso de tensoactivos. Ya que, hay un cambio brusco en las propiedades fisicoquímicas de una emulsión cuando hay un exceso de tensoactivo. Esto ocurre porque una vez alcanzado el tamaño mínimo de glóbulo, el exceso de tensoactivos queda libre en la emulsión. Los tensoactivos al ser compuestos anfifílicos, tienen una alta actividad superficial cuando están libres en la emulsión, mientras que cuando hace parte de los glóbulos tienen poca actividad superficial porque solo se encuentran expuestos sus grupos hidrófilos (Gravelle, Marangoni, & Davidovich-Pinhas, 2018; Maréchal, 2007; Moulik, 1996). Esta alta actividad superficial, reduce la tensión superficial que a su vez está relacionada con el aumento en la viscosidad (Merta & Stenius, 1999).

5. Conclusiones

Se elaboró un protocolo de emulsificación con componentes en su mayoría de origen vegetal, con concentraciones de MG+ÁE de 8,77 % *p/p*, 9,66 % *p/p*, y 10,47 % *p/p*, sin presentar fenómenos de inestabilidad en las primeras 24 horas.

Se demostró que existe una relación entre el diámetro de micela y la concentración de tensoactivos, en las primeras 24 horas después de elaborada una emulsión. Entre mayor fue la concentración de tensoactivos, menor fue el diámetro de micela promedio. Donde el diámetro de

micela promedio disminuyó de 719,0 nm con concentración de MG+ÁE de 8,77 [% *p/p*] a 596,4 nm con concentración de MG+ÁE de 10,47 [% *p/p*].

La emulsión que presentó menor cambio en el diámetro promedio y los mayores índices de dispersión luego de ser sometidos a 0 °C, 24 °C y 40°C por de diez días, fue la que poseía una concentración de MG+ÁE de 9,66 [% *p/p*].

No sé observó por medio de espectroscopia infrarroja la formación de aldehídos en las emulsiones, incluso en aquellas que fueron sometidas a 40 °C por diez días.

6. Recomendaciones

Estudiar la formación de la población de micelas de diámetro menor de 250 nm, observada en todas las emulsiones iniciales.

Realizar un estudio con emulsiones con concentración de MG+ÁE entre 9,66 [% *p/p*] y 12,47 [% *p/p*]. Esto con el fin de encontrar una concentración de tensoactivos que posea un diámetro de micela promedio menor al encontrado en la emulsión con concentración de MG+ÁE de 9,66 [% *p/p*], sin presentar la floculación por agotamiento observada en la emulsión con concentración de MG+ÁE de 12,47 [% *p/p*].

Evaluar el posible efecto antioxidante del extracto de plantas sobre la emulsión.

Referencias Bibliográficas

- Al-Sabagh, A. M., Kandile, N. G., & El-Din, M. R. N. (2011). Functions of Demulsifiers in the Petroleum Industry. *Separation Science and Technology*, 46(7), 1144–1163. <https://doi.org/10.1080/01496395.2010.550595>
- Allouche, J., Tyrode, E., Sadtler, V., Choplin, L., & Salager, J.-L. (2004). Simultaneous Conductivity and Viscosity Measurements as a Technique To Track Emulsion Inversion by the Phase-Inversion-Temperature Method. *Langmuir*, 20(6), 2134–2140. <https://doi.org/10.1021/la035334r>
- Banerjee, K., Thiagarajan, N., & Thiagarajan, P. (2017). Formulation Optimization, Rheological Characterization and Suitability Studies of Polyglucoside-based Azadirachta indica A. Juss Emollient Cream as a Dermal Base for Sun Protection Application. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 79(6), 914–922. <https://doi.org/10.4172/pharmaceutical-sciences.1000308>
- Barry, B. W., & Eini, D. I. D. (1976). Surface properties and micelle formation of long-chain polyoxyethylene nonionic surfactants. *Journal of Colloid and Interface Science*, 54(3), 339–347. [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(76\)90313-1](https://doi.org/10.1016/0021-9797(76)90313-1)
- Belhaj, A. F., Elraies, K. A., Mahmood, S. M., Zulkifli, N. N., Akbari, S., & Hussien, O. S. (2019). The effect of surfactant concentration, salinity, temperature, and pH on surfactant adsorption for chemical enhanced oil recovery: a review. *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*. <https://doi.org/10.1007/s13202-019-0685-y>
- Bhatnagar, A. S., Prasanth Kumar, P. K., Hemavathy, J., & Gopala Krishna, A. G. (2009). Fatty Acid Composition, Oxidative Stability, and Radical Scavenging Activity of Vegetable Oil

- Blends with Coconut Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86(10), 991–999.
<https://doi.org/10.1007/s11746-009-1435-y>
- Boode, K., Bisperink, C., & Walstra, P. (1991). Destabilization of O/W emulsions containing fat crystals by temperature cycling. *Colloids and Surfaces*, 61, 55–74.
[https://doi.org/10.1016/0166-6622\(91\)80299-4](https://doi.org/10.1016/0166-6622(91)80299-4)
- Burmeister, J. L., O'sullivan, T. P., & Johnson, K. A. (1971). The Effects of the Nature of the Counteranion on the Structure of 1,1,7,7-Tetraethyldiethylenetriamine- and Diethylenetriaminecobalt(II), -nickel(II), and -copper(II) Pseudohalide Complexes. *Inorganic Chemistry*, 10(8), 1803–1808. <https://doi.org/10.1021/ic50102a054>
- Calixto, L. S., & Maia Campos, P. M. B. G. (2017). Physical–Mechanical characterization of cosmetic formulations and correlation between instrumental measurements and sensorial properties. *International Journal of Cosmetic Science*, 39(5), 527–534.
<https://doi.org/10.1111/ics.12406>
- Chanamai, R., & McClements, D. J. (2000). Creaming Stability of Flocculated Monodisperse Oil-in-Water Emulsions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 225(1), 214–218.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1006/jcis.2000.6766>
- Cheel, J., Theoduloz, C., Rodríguez, J., & Schmeda-Hirschmann, G. (2005). Free Radical Scavengers and Antioxidants from Lemongrass (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(7), 2511–2517. <https://doi.org/10.1021/jf0479766>
- Chen, G., & Tao, D. (2005). An experimental study of stability of oil – water emulsion. *Fuel Processing Technology*, 86, 499–508. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2004.03.010>
- Chipley, J. R. (2005). *Antimicrobials in Food* (1 rt; C. Press, ed.).
- Choi, S. J., Decker, E. A., Henson, L., Popplewell, L. M., Xiao, H., & McClements, D. J. (2011).

- Formulation and properties of model beverage emulsions stabilized by sucrose monopalmitate: Influence of pH and lyso-lecithin addition. *Food Research International*, 44(9), 3006–3012. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.07.007>
- Chun, S.-S., Vatter, D. A., Lin, Y.-T., & Shetty, K. (2005). Phenolic antioxidants from clonal oregano (*Origanum vulgare*) with antimicrobial activity against *Helicobacter pylori*. *Process Biochemistry*, 40(2), 809–816. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.procbio.2004.02.018>
- Clausse, D., Daniel-David, D., Gomez, F., Komunjer, L., Pezron, I., Dalmazzone, C., & Noik, C. (2014). Emulsion Stability and Interfacial Properties – Application to Complex Emulsions of Industrial Interest. In *Colloid Stability* (pp. 119–149). <https://doi.org/10.1002/9783527631193.ch31>
- Dahms, G. (1991). Viscosity regulation by surfactants. *International Journal of Cosmetic Science*, 13(1), 43–50. <https://doi.org/10.1111/j.1467-2494.1991.tb00546.x>
- Degner, B. M., Chung, C., Schlegel, V., Hutkins, R., & McClements, D. J. (2014). Factors influencing the freeze-thaw stability of emulsion-based foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 13(2), 98–113. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12050>
- Degner, B. M., Chung, C., Schlegel, V., Hutkins, R., & McClements, D. J. (2014). Factors Influencing the Freeze-Thaw Stability of Emulsion-Based Foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 13(2), 98–113. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12050>
- Dickinson, E., & Ritzoulis, C. (2000). Creaming and Rheology of Oil-in-Water Emulsions Containing Sodium Dodecyl Sulfate and Sodium Caseinate. *Journal of Colloid and Interface Science*, 224(1), 148–154. <https://doi.org/https://doi.org/10.1006/jcis.1999.6682>
- El-Jaby, U., Cunningham, M., & McKenna, T. F. L. (2010). Miniemulsions via in situ Surfactant Generation. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 211(12), 1377–1386.

<https://doi.org/10.1002/macp.200900660>

- Eow, J. S., Ghadiri, M., Sharif, A. O., & Williams, T. J. (2001). Electrostatic enhancement of coalescence of water droplets in oil: a review of the current understanding. *Chemical Engineering Journal*, 84(3), 173–192. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1385-8947\(00\)00386-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1385-8947(00)00386-7)
- Evangelista, M., Casintahan, F., & Villafuerte, L. (2014). The effect of topical virgin coconut oil on scorad, transepidermal water loss and skin capacitance in mild to moderate pediatric atopic dermatitis: A randomized, double-blind clinical trial. *International Journal of Dermatology*, 53(4), 100–108. <https://doi.org/10.1111/ijd.12339>
- Frankel, E. N. (2012a). Chapter 1 - Free radical oxidation. In E. N. Frankel (Ed.), *Lipid Oxidation (Second Edition)* (Second Edi, pp. 15–24). <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857097927.15>
- Frankel, E. N. (2012b). Chapter 12 - Frying fats. In E. N. Frankel (Ed.), *Lipid Oxidation (Second Edition)* (Second Edi, pp. 355–389). <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857097927.355>
- Frankel, E. N. (2012c). Chapter 4 - Hydroperoxide decomposition. In E. N. Frankel (Ed.), *Lipid Oxidation (Second Edition)* (Second Edi, pp. 67–98). <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857097927.67>
- Frankel, E. N. (2012d). Introduction. In E. N. Frankel (Ed.), *Lipid Oxidation (Second Edition)* (Second Edi, pp. 1–14). <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857097927.1>
- Fredrick, E., Walstra, P., & Dewettinck, K. (2010). Factors governing partial coalescence in oil-in-water emulsions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 153(1–2), 30–42. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2009.10.003>

- Fregonesi, A., Scanavez, C., Santos, L., De Oliveira, A., Roesler, R., Escudeiro, C., ... Gesztesi, J. L. (2009). Brazilian oils and butters: The effect of different fatty acid chain composition on human hair physiochemical properties. *Journal of Cosmetic Science*, 60(2), 273–280. https://doi.org/10.1111/j.1468-2494.2010.00534_16.x
- Gallarate, M., Carlotti, M. E., Trotta, M., & Bovo, S. (1999). On the stability of ascorbic acid in emulsified systems for topical and cosmetic use. *International Journal of Pharmaceutics*, 188(2), 233–241. [https://doi.org/10.1016/S0378-5173\(99\)00228-8](https://doi.org/10.1016/S0378-5173(99)00228-8)
- Glasner, K., Otto, F., Rump, T., & Slepčev, D. (2009). Ostwald ripening of droplets: The role of migration. *European Journal of Applied Mathematics*, 20(1), 1–67. <https://doi.org/10.1017/S0956792508007559>
- Gordon, M. H., & Rahman, I. A. (1991). Effects of minor components on the crystallization of coconut oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 68(8), 577–579. <https://doi.org/10.1007/BF02660154>
- Gravelle, A. J., Marangoni, A. G., & Davidovich-Pinhas, M. (2018). Chapter 14 - Ethylcellulose Oleogels. In A. G. Marangoni & N. Garti (Eds.), *Edible Oleogels (Second Edition)* (Second Edi, pp. 331–362). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814270-7.00014-9>
- Guaratini, T., Gianeti, M. D., & Campos, P. M. B. G. M. (2006). Stability of cosmetic formulations containing esters of Vitamins E and A: Chemical and physical aspects. *International Journal of Pharmaceutics*, 327(1), 12–16. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2006.07.015>
- Gunstone, F. D. (2013). Composition and Properties of Edible Oils. In *Edible Oil Processing* (pp. 1–39). <https://doi.org/10.1002/9781118535202.ch1>
- Henna Lu, F. S., & Tan, P. P. (2009). A comparative study of storage stability in virgin coconut

- oil and extra virgin olive oil upon thermal treatment. *International Food Research Journal*, 16(3), 343–354.
- Holmberg, K., Jönsson, B., Kronberg, B., & Lindman, B. (2003). Phase Behaviour of Concentrated Surfactant Systems. In *Surfactants and Polymers in Aqueous Solution* (pp. 67–96). <https://doi.org/10.1002/0470856424.ch3>
- Ibarra-bracamontes, L., & Arauz-lara, L. (2003). Two-Stage Coalescence in Double Emulsions. *Langmuir*, (17), 7837–7840. <https://doi.org/10.1021/la0349323>
- Israelachvili, J. N. (2011). 15 - Solvation, Structural, and Hydration Forces. In J. N. Israelachvili (Ed.), *Intermolecular and Surface Forces (Third Edition)* (Third Edit, pp. 341–380). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-12-375182-9.10015-6>
- J. Mc Clements, D. (2005). Food Emulsions : principles, practices and techniques. In *Food Emulsions: Principles, Practices, and Techniques, Second Edition*.
- Joos, P. (1971). Effect of the pH on the Collapse Pressure of Fatty Acid Monolayers Evaluation of the Surface Dissociation Constant. *Bulletin Des Sociétés Chimiques Belges*, 80(3-4), 277–281. <https://doi.org/10.1002/bscb.19710800308>
- Juurnul, I. (1985). Application of emulsion theory to complex and real systems. *International Journal of Cosmetic Science*, 212, 195–212. <https://doi.org/10.1111/j.1467-2494.1985.tb00414.x>
- K., B., T., B., D., M., A., R., & A., S. (2010). Antibacterial activities of the crude ethanol extracts of medicinal plants against *Listeria monocytogenes* and some other pathogenic strains. *African Journal of Biotechnology*, 9(27), 4251–4258. Retrieved from [http://www.embase.com/search/results?subaction=viewrecord&from=export&id=L359229951%5Cnhttp://www.academicjournals.org/AJB/PDF/pdf2010/5Jul/Bayoub et al.pdf](http://www.embase.com/search/results?subaction=viewrecord&from=export&id=L359229951%5Cnhttp://www.academicjournals.org/AJB/PDF/pdf2010/5Jul/Bayoub%20et%20al.pdf)

- Kaewmanee, T., Bagnasco, L., Benjakul, S., Lanteri, S., Morelli, C. F., Speranza, G., & Cosulich, M. E. (2014). Characterisation of mucilages extracted from seven Italian cultivars of flax. *Food Chemistry*, 148, 60–69. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.10.022>
- Karbstein, H., & Schubert, H. (1995). Developments in the continuous mechanical production of oil-in-water macro-emulsions. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 34(3), 205–211. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0255-2701\(94\)04005-2](https://doi.org/10.1016/0255-2701(94)04005-2)
- Koh, A., Gillies, G., Gore, J., & Saunders, B. R. (2000). Flocculation and Coalescence of Oil-in-Water Poly(dimethylsiloxane) Emulsions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 227(2), 390–397. [https://doi.org/https://doi.org/10.1006/jcis.2000.6909](https://doi.org/10.1006/jcis.2000.6909)
- Kowalska, M., Ziomek, M., & Zbikowska, A. (2015). Stability of cosmetic emulsion containing different amount of hemp oil. *International Journal of Cosmetic Science*, 37(4), 408–416. <https://doi.org/10.1111/ics.12211>
- Kundu, S., & Langevin, D. (2008). Fatty acid monolayer dissociation and collapse: Effect of pH and cations. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 325(1), 81–85. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.04.037](https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.04.037)
- Lagouri, V., Manti, V., & Gimisis, T. (2017). Optical Nondestructive UV-Vis-NIR-MIR Spectroscopic Tools and Chemometrics in the Monitoring of Olive Oil Functional Compounds. In *Olives and Olive Oil as Functional Foods* (pp. 221–247). <https://doi.org/10.1002/9781119135340.ch11>
- Lerici, C. R., Piva, M., & Rosa, M. D. (1983). Water Activity and Freezing Point Depression of Aqueous Solutions and Liquid Foods. *Journal of Food Science*, 48(6), 1667–1669. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1983.tb05056.x>

- Lourith, N., & Kanlayavattanakul, M. (2009). Natural surfactants used in cosmetics: Glycolipids. *International Journal of Cosmetic Science*, 31(4), 255–261. <https://doi.org/10.1111/j.1468-2494.2009.00493.x>
- Lu, G. W., & Gao, P. (2010). CHAPTER 3 - Emulsions and Microemulsions for Topical and Transdermal Drug Delivery. In V. S. Kulkarni (Ed.), *Handbook of Non-Invasive Drug Delivery Systems* (pp. 59–94). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-8155-2025-2.10003-4>
- Maréchal, Y. (2007). 9 - The H₂O Molecule in Liquid Water. In Y. Maréchal (Ed.), *The Hydrogen Bond and the Water Molecule* (pp. 215–248). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-044451957-3.50010-X>
- Mazza, G., & Biliaderis, C. G. (1989). Functional Properties of Flax Seed Mucilage. *Journal of Food Science*, 54(5), 1302–1305. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1989.tb05978.x>
- Merta, J., & Stenius, P. (1999). Interactions between cationic starch and mixed anionic surfactants. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 149(1), 367–377. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(98\)00418-X](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0927-7757(98)00418-X)
- Milius, A., & Pomrehn, F. (2013). Life cycle assessment of surfactants: the case of an alkyl polyglucoside used as a self emulsifier in cosmetics. *Green Chemistry*. <https://doi.org/10.1039/c3gc41338a>
- Moravkova, T., & Filip, P. (2013). *The Influence of Emulsifier on Rheological and Sensory Properties of Cosmetic Lotions. 2013*.
- Moulik, S. P. (1996). Micelles: Self-organized surfactant assemblies. *Current Science*, 71(5), 368–376. Retrieved from <http://www.jstor.org/stable/24099613>
- Mursalin, Hariyadi, P., Purnomo, E. H., Andarwulan, N., & Fardiaz, D. (2016). Crystallization

- kinetics of coconut oil based on Avrami model. *International Food Research Journal*, 23(4), 1355–1360.
- Nazir, H., Zhang, W., Liu, Y., Chen, X., Wang, L., Naseer, M. M., & Ma, G. (2014). Silicone oil emulsions: Strategies to improve their stability and applications in hair care products. *International Journal of Cosmetic Science*, 36(2), 124–133. <https://doi.org/10.1111/ics.12104>
- Nazir, S., Li, B., Tahir, K., Khan, A., Ul, Z., & Khan, H. (2013). Antimicrobial activity of five constituents isolated from *Ranunculus muricatus*. *Journal of Medicinal Plants Research*, 7(47), 3438–3443. <https://doi.org/10.5897/JMPR2013.5313>
- Nollet, M., Boulghobra, H., Calligaro, E., & Rodier, J. D. (2019). An efficient method to determine the Hydrophile-Lipophile Balance of surfactants using the phase inversion temperature deviation of C i E j /n-octane/water emulsions. *International Journal of Cosmetic Science*, 0–2. <https://doi.org/10.1111/ics.12516>
- Ogawa, S., Decker, E. A., & McClements, D. J. (2003). Production and characterization of O/W emulsions containing cationic droplets stabilized by lecithin - Chitosan membranes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(9), 2806–2812. <https://doi.org/10.1021/jf020590f>
- Oomah, B. D., Kenaschuk, E. O., Cui, W., & Mazza, G. (1995). Variation in the composition of water-soluble polysaccharides in flaxseed. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 43(6), 1484–1488. <https://doi.org/10.1021/jf00054a013>
- Orafidiya, L. O., & Oladimeji, F. A. (2002). Determination of the required HLB values of some essential oils. *International Journal of Pharmaceutics*, 237(1–2), 241–249. [https://doi.org/10.1016/S0378-5173\(02\)00051-0](https://doi.org/10.1016/S0378-5173(02)00051-0)
- Pal, R. (2000). Shear Viscosity Behavior of Emulsions of Two Immiscible Liquids. *Journal of Colloid and Interface Science*, 225(2), 359–366.

<https://doi.org/https://doi.org/10.1006/jcis.2000.6776>

- Raj, V., Soumya, S., Swapna, M. S., & Sankararaman, S. (2018). Nondestructive evaluation of heat trap mechanism in coconut oil—a thermal lens study. *Materials Research Express*, 5(11), 115504. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aadcea>
- Rele, A. S., & Mohile, R. B. (2003). Effect of mineral oil, sunflower oil, and coconut oil on prevention of hair damage. *Journal of Cosmetic Science*, 54(2), 175–192.
- Rieger, M. (1997). *Surfactants in Cosmetics*.
- Rutland, M. W., & Christenson, H. K. (1990). The effect of nonionic surfactant on ion adsorption and hydration forces. *Langmuir*, 6(6), 1083–1087. <https://doi.org/10.1021/la00096a010>
- Salager, J., Ma, L., Pen, A. A., & Rondo, M. (2000). *Current Phenomenological Know-How and Modeling of Emulsion Inversion*. 2665–2676.
- Sánchez, M. C., Berjano, M., Guerrero, A., Brito, E., & Gallegos, C. (1998). Evolution of the microstructure and rheology of O/W emulsions during the emulsification process. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 76(3), 479–485. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450760318>
- Sastry, S. K., & Kamonpatana, P. (n.d.). Electrical Conductivity of Foods. In *Engineering Properties of Foods* (pp. 527–570).
- Schmid-Wendtner, M.-H., & Korting, H. C. (2006). The pH of the Skin Surface and Its Impact on the Barrier Function. *Skin Pharmacology and Physiology*, 19(6), 296–302. <https://doi.org/10.1159/000094670>
- Schramm, L. L. (2006). Introduction. In *Emulsions, Foams, and Suspensions* (pp. 1–12). <https://doi.org/10.1002/3527606750.ch1>
- Semenzato, A., A. A. B., Aglio, C. D., Nicolini, M., & Better, A. (1994). Stability of vitamin A

- palmitate in cosmetic emulsions : influence of physical parameters. *International Journal of Cosmetic Science*, 147, 139–147. <https://doi.org/10.1111/j.1467-2494.1994.tb00092.x>
- Sheraz, M. A., Khan, M. F., Ahmed, S., Kazi, S. H., Khattak, S. R., & Ahmad, I. (2014). Factors affecting formulation characteristics and stability of ascorbic acid in water-in-oil creams. *International Journal of Cosmetic Science*, 36(5), 494–504. <https://doi.org/10.1111/ics.12152>
- Singleton, W. S., Ward, T. L., & Dollear, F. G. (1950). Physical properties of fatty acids. I. Some dilatometric and thermal properties of stearic acid in two polymorphic forms. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 27(4), 143–146. <https://doi.org/10.1007/BF02634385>
- Sterpone, F., Pierleoni, C., Briganti, G., & Marchi, M. (2004). Molecular Dynamics Study of Temperature Dehydration of a C12E6 Spherical Micelle. *Langmuir*, 20(11), 4311–4314. <https://doi.org/10.1021/la035964t>
- Syahrani, A. (2011). Nanogold Synthesis Using Matrix Mono Glyceryl Stearate as Antiaging Compounds in Modern Cosmetics. *Journal of Materials Science and Engineering*, 1, 857–864. <https://doi.org/10.1002/1934-8959>
- Tadros, T. F. (2008). *Colloid Aspects of Cosmetic Formulations with Particular Reference to Polymeric Surfactants* (Vol. 4).
- Tadros, T. F. (2005). (2011). Physical Chemistry of Surfactant Solutions. In *Colloids in Agrochemicals* (pp. 19–40). <https://doi.org/10.1002/9783527631155.ch3>
- Tadros, T. F., Lemmens, M., Levecke, B., & Booten, K. (2008). Integrating Polymeric Surfactants in Cosmetic Formulations for the Enhancement of Their Performance and Stability. In *Colloids in Cosmetics and Personal Care* (Vol. 4, pp. 51–60).
- Tcholakova, S., Denkov, N. D., Ivanov, I. B., & Campbell, B. (2006). Coalescence stability of

- emulsions containing globular milk proteins. *Advances in Colloid and Interface Science*, 123–126, 259–293. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cis.2006.05.021>
- Tudorachi, N., & Mustata, F. (2015). Thermal degradation and evolved gas analysis of some vegetable oils using TG/FT-IR/MS technique. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 119(3), 1703–1711. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4320-3>
- Utada, A. S. (2012). *Device Monodisperse Double Emulsions Generated from a Microcapillary Device*. 537(2005). <https://doi.org/10.1126/science.1109164>
- Vanapalli, S. A., Palanuwech, J., & Coupland, J. N. (2002). Stability of emulsions to dispersed phase crystallization: Effect of oil type, dispersed phase volume fraction, and cooling rate. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 204(1–3), 227–237. [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(01\)01135-9](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(01)01135-9)
- Varvaresou, A., Papageorgiou, S., Tsirivas, E., Protopapa, E., Kintziou, H., Kefala, V., & Demetzos, C. (2009). Self-preserving cosmetics. *International Journal of Cosmetic Science*, 31(3), 163–175. <https://doi.org/10.1111/j.1468-2494.2009.00492.x>
- Vlachos, N., Skopelitis, Y., Psaroudaki, M., Konstantinidou, V., Chatzilazarou, A., & Tegou, E. (2006). Applications of Fourier transform-infrared spectroscopy to edible oils. *Analytica Chimica Acta*, 573–574, 459–465. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2006.05.034>
- Weiner, N. D. (n.d.). Emulsions and emulsion technology, part I (volume 6 in surfactant science series). Edited by Kenneth J. Lissant. Marcel Dekker, 305 E. 45th St., New York, NY 10017, 1974. 440 pp. 15.5 × 23 cm. Price \$39.50. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 64(8), 1434. <https://doi.org/10.1002/jps.2600640846>
- Wessman, C., & Lode, M. (2001). The influence of a cream containing 20 % glycerin and its vehicle on skin barrier properties. *International Journal of Cosmetic Science*, 23, 115–119.

<https://doi.org/10.1046/j.1467-2494.2001.00060.x>

Apéndices

Apéndice A. Obtención de mucilago de linaza y el proceso de deshidratadación

Inicialmente se realizó la extracción de mucilago de linaza agregando 11,1 g semillas en 222,0 g agua. Esta mezcla se sumergió por una hora a 70 °C en un baño maría. Luego se coló la mezcla separando las semillas del mucilago.

Para realizar el espectro FT-IR se deshidrató el mucilago. Para esto se llevó el mucilago extraído a un horno a 40 °C por 48 horas. Se obtuvo 1,5 g de una película de mucilago deshidratado, figura 23.



Figura 26. Mucilago de linaza deshidratado

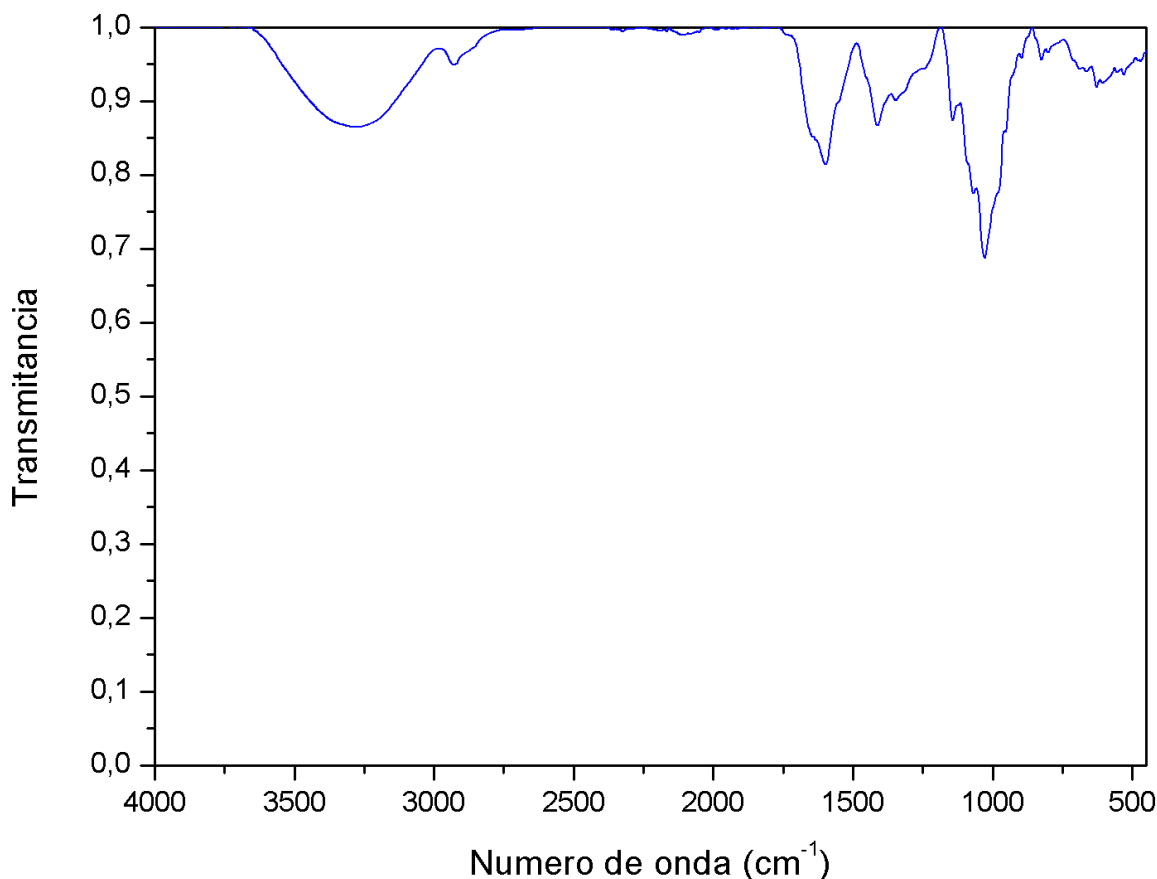


Figura 27. Espectro FT-IR del mucilago de linaza deshidratada

El espectro de infrarrojo del mucilago de linaza muestra un estiramiento de $O-H$ a 3280 cm^{-1} ¹. La presencia de esta banda es debida los grupos hidroxilo de los polisacáridos y al grupo ácido del ácido galacturónico (Mazza & Biliaderis, 1989; Oomah et al., 1995). La banda 2915 cm^{-1} es una señal asignada al modo de estiramiento $C-H$ del enlace $-CH$ y del grupo metil presente en la ramnosa.(Mazza & Biliaderis, 1989; Oomah et al., 1995) A 1600 cm^{-1} se encuentra el modo de estiramiento del carbonilo, $C=O$ presente en el ácido galacturónico (Mazza & Biliaderis, 1989; Oomah et al., 1995). Las bandas 1410 y 1350 cm^{-1} corresponden al movimiento de tijera del enlace $C-H$ del grupo metilo. A 1030 cm^{-1} se encuentra la vibración de estiramiento del $C-OH$,

enlace presente en los polisacáridos del mucilago de linaza.

Apéndice B. Obtención de extracto de plantas

El extracto de plantas fue obtenido mediante la maceración de canela (*Cinnamomum verum*), clavos (*Syzygium aromaticum*), tomillo (*Thymus*), orégano (*Origanum vulgare*), limonaria (*Cymbopogon citratus*), botón de oro (*Ranunculus*), romero (*Rosmarinus officinalis*), menta (*Mentha piperita*) en solución alcohólica. Las plantas se secaron al aire libre por dos semanas. La extracción se inició agregando 12 g de cada planta en tres litros de etanol, por dos semanas a temperatura ambiente. Luego se separó la solución alcohólica de las plantas mediante la filtración de la mezcla. Se destiló la solución alcohólica a 97 °C, la fracción no destilada se almacenó y se almaceno como el extracto de plantas.



Figura 28. Extracto alcohólico de canela, clavos, tomillo, orégano, limonaria, botón de oro, romero y menta.

La elección de las plantas se realizó en base a su efecto antibacterial individual y sinérgico (Varvaresou et al., 2009). La identificación de algunos compuestos de la extracción alcohólica de estas plantas de manera se ha desarrollado anteriormente por diversos autores y se encuentra listado en la tabla 8. El espectro FT-IR del extracto de plantas se encuentra en la figura 26.

Tabla 14.

Compuestos principales en la extracción alcohólica de canela, clavos, tomillo, orégano, limonaria, botón de oro, romero, menta.

Planta	Compuestos	Porcentaje [%]
Canela	Cinamaldehído.(K., T., D., A., & A., 2010)	12,85
	Germacreno. (K. et al., 2010)	11,87
Clavos	Eugenol. (K. et al., 2010)	76,91
Tomillo	Thujene. (K. et al., 2010)	10,91
	Carvacol. (K. et al., 2010)	10,79
	Timol. (K. et al., 2010)	8,91
Orégano	Ácido rosmarínico. (Chun, Vatter, Lin, & Shetty, 2005)	68,44
	Quercetina. (Chun et al., 2005)	11,83
	Ácido cumárico. (Chun et al., 2005)	11,10

Limonaria	Derivados de isoorientina.(Cheel,	
	Theoduloz, Rodríguez, & Schmeda-	29,13
	Hirschmann, 2005)	
	Ácido clorogénico. (Cheel et al.,	27,56
	2005)	
	Swertiajaponin. (Cheel et al., 2005)	22,83
Botón de oro	Tricin7-Oβ-D-Glucopiranosida. (S.	35,23
	Nazir et al., 2013)	
	Aldehído protocatechuico. (S. Nazir	28,44
	et al., 2013)	
	Isoscopoletina. (S. Nazir et al., 2013)	9,60
Romero	Derivados de ftalazina. (K. et al.,	30,80
	2010)	
	Verbenona. (K. et al., 2010)	5,70
Menta	Derivados de la piperidina. (K. et al.,	40,20
	2010)	
	Óxido de piperitenona. (K. et al.,	38,90
	2010)	

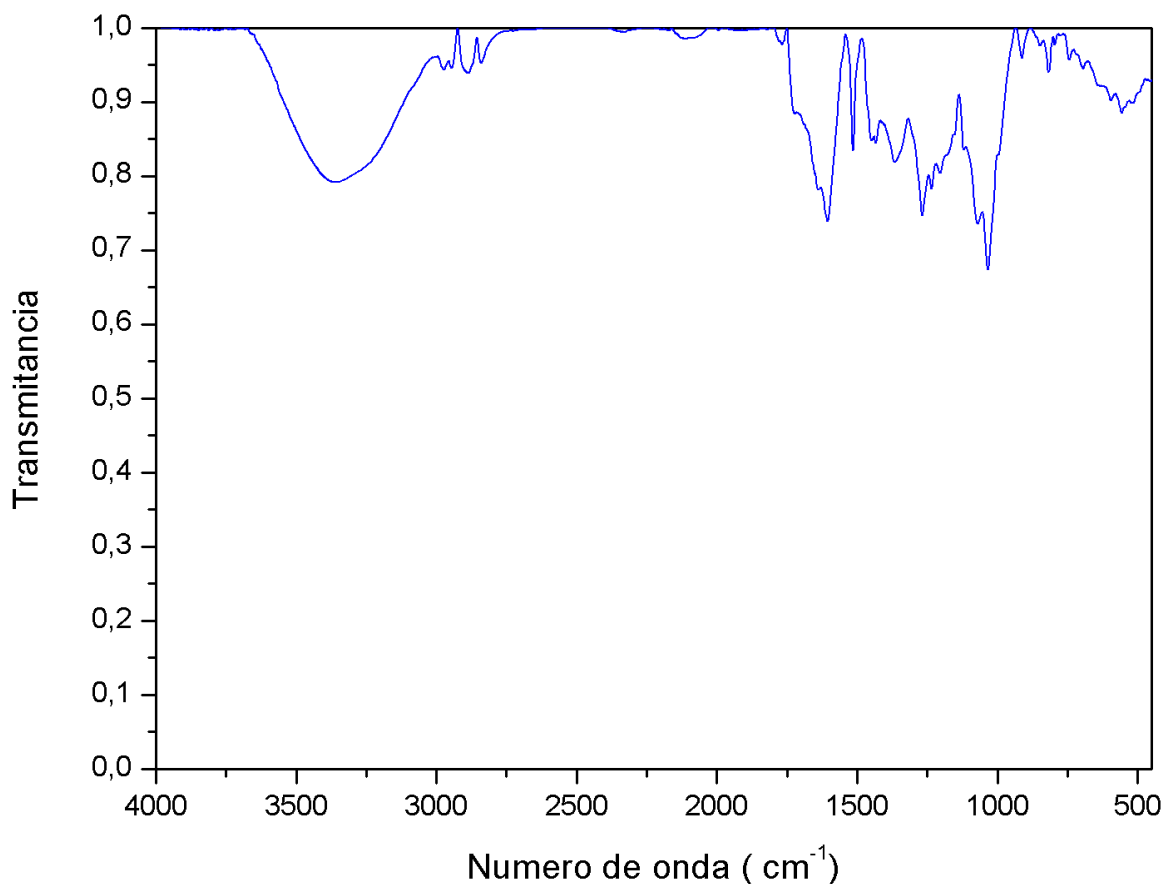


Figura 29.

Espectro FT-IR del extracto de plantas

El espectro de infrarrojo del mucilago de linaza muestra un estiramiento de $O - H$ a 3360 cm^{-1} . La presencia de esta banda es debida a los ácidos carboxílicos, fenoles y alcoholes. Las bandas $2970, 2945, 2885$ y 2840 cm^{-1} son señales asignadas al modo de estiramiento $C - H$ de los enlaces $-CH_3$ Y $-CH_2$. A 1765 cm^{-1} se encuentra una pequeña banda relacionada sobretono de las flexiones fuera del plano del enlace $C - H$, relacionado con compuestos aromáticos. Las bandas ubicadas en 1725 y 1640 cm^{-1} son debidas a el modo de estiramiento del carbonilo, $C = O$ de los ácidos carboxílicos, esterres y cetonas presentes en el extracto. Las bandas a 1605 y 1515 cm^{-1} son

correspondientes al estiramiento $C = C$ de los aromáticos. Las bandas 1435 y 1367 cm^{-1} corresponden al movimiento de tijera del enlace $C - H$ del grupo metilo. A 1030 cm^{-1} se encuentra la vibración de estiramiento del $C - OH$, enlace presente en los alcoholes.

Apéndice C. Propiedades del estearato de potasio

Tabla 15.

Propiedades del estearato de potasio. Adaptado de:
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Potassium-stearate#section=EPA-cpdat-Classification>.

Propiedad	Valor de la propiedad
Peso molecular	$322,6\text{ g/mol}$
Formula molecular	$C_{18}H_{35}KO_2$
Estado	Sólido
Pk_a	8,2
Uso funcional químico más seguro según la EPA	Tensoactivo
Seguridad química según la EPA	Círculo verde: se ha verificado que el químico es poco preocupante

El estearato de potasio se sintetizó a partir de ácido esteárico e hidróxido de potasio. Primero se preparó una solución de hidróxido de potasio, agregando $17,9\text{ g}$ hidróxido de potasio a 500 ml

de agua. A esta solución se agregó 88,2 g de ácido esteárico, que corresponde a una equivalencia molar 1:1 con el hidróxido. Se agitó esta mezcla por media hora en baño maría a 70 °C. Luego se secó la solución por 48 horas en el horno a 50 °C. El espectro infrarrojo del producto obtenido se encuentra en la figura 30.

El espectro muestra un estiramiento de $C-H$ de los enlaces $-CH_3$ A 2955, 2915 y 2850 cm^{-1} . A 1645 y 1555 cm^{-1} son debidas a el modo de estiramiento del carbonilo, $C=O$ de los ácidos carboxílicos, del ácido esteárico sin reaccionar y del estearato de potasio. Las bandas 1470 y 1405 cm^{-1} corresponden al movimiento de tijera del enlace $C-H$ del grupo metilo.

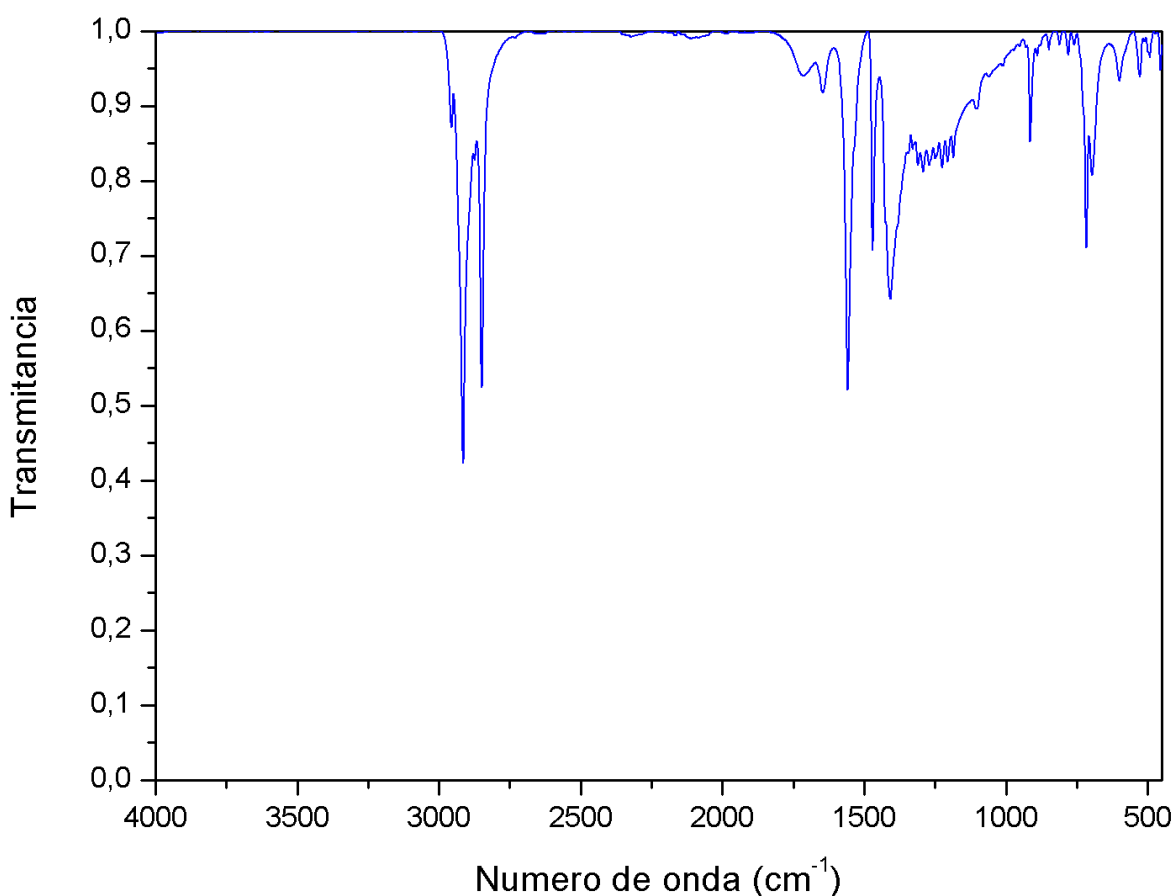


Figura 30. Espectro FT-IR del estearato de potasio

Apéndice D. Espectro FT-IR del aceite de coco

El aceite de coco de Laboratorios León se realizó un espectro FI-IR mostrado en la figura 28, para verificar la ausencia de aldehídos. El espectro muestra un estiramiento de $C-H$ de los enlaces $-CH_3$ A 2955 , 2920 y 2850 cm^{-1} . A 1745 cm^{-1} son debidas a el modo de estiramiento del carbonilo, $C=O$ de los ácidos grasos. Las bandas 1455 y 1375 cm^{-1} corresponden al movimiento de tijera del enlace $C-H$ del grupo metilo. La ausencia de bandas en la región alrededor de 2700 cm^{-1} confirman la ausencia de aldehídos (Vlachos et al., 2006).

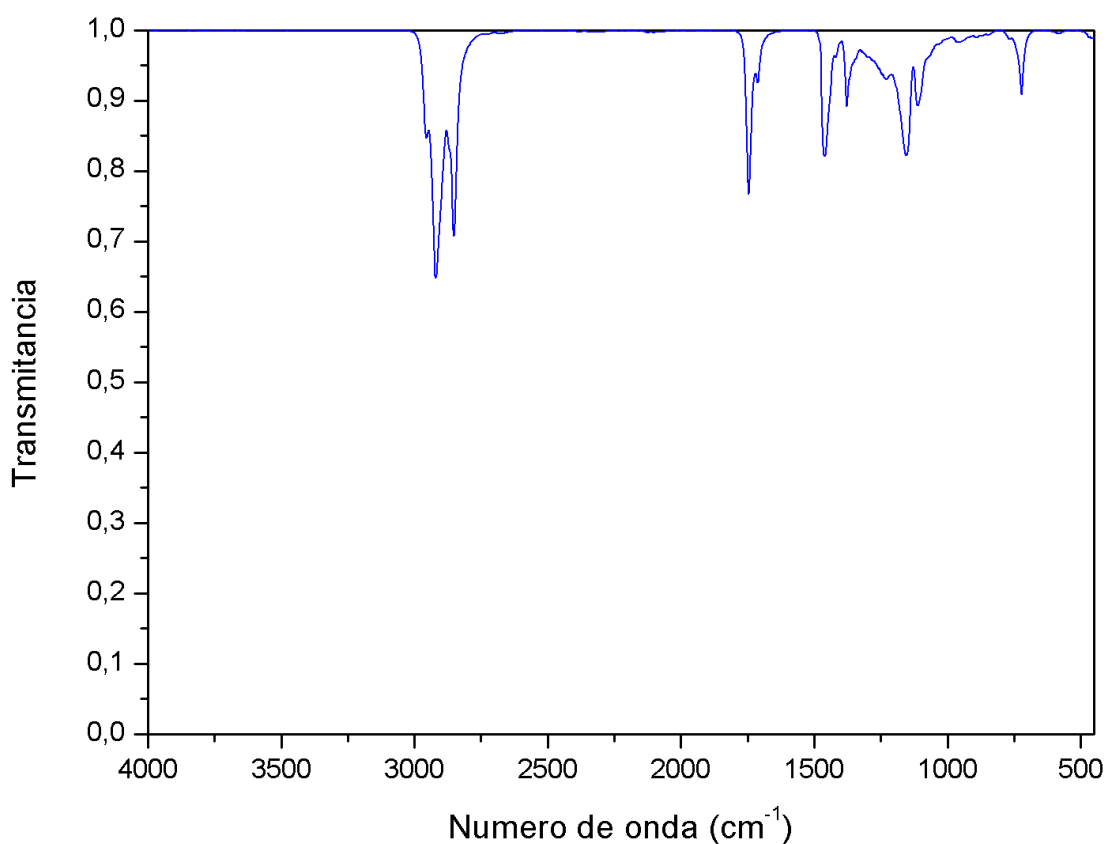


Figura 31. Espectro FT-IR del aceite de coco

Apéndice E. Medición de la velocidad de agitación

La medición de la velocidad de agitación que ofrece el taladro fue medida con un tacómetro mecánico y el tiempo se midió con un cronometro. La velocidad original del taladro fue disminuida con un regulador de velocidad, hasta una velocidad fija utilizada durante todas las emulsiones elaboradas. El montaje utilizado se encuentra en la figura 32.

Tabla 16.

Datos de la velocidad de agitación.

Revoluciones	Tiempo [s]	Velocidad [r/min]
509	11''19	2729,22
538	11''80	2735,59
507	11''12	2735,61



Figura 32. Montaje de medición de la velocidad del taladro

La velocidad promedio del taladro fue de $2733,47 \text{ r/min}$ Con una desviación estándar de 3,68.