

**ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD Y PROPIEDADES FÍSICO QUÍMICAS
PRESENTES EN EMULSIONES COSMÉTICAS DE CHAMPÚ CON VITAMINA E
Y GEL FIJADOR**

**MARTHA JANETH ARDILA BARAJAS
JAVIER MAURICIO PABÓN MORA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS, ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA
2008**

**DE LA ESTABILIDAD Y PROPIEDADES FÍSICO QUÍMICAS PRESENTES EN
EMULSIONES COSMÉTICAS DE CHAMPÚ CON VITAMINA E Y GEL FIJADOR**

**MARTHA JANETH ARDILA BARAJAS
JAVIER MAURICIO PABÓN MORA**

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

**Director
JOSÉ CARLOS GUTIÉRREZ GALLEGO
Químico., M. Sc.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS, ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA
2008**

DEDICATORIA

A Dios y la santísima Virgen María, por iluminar cada instante de mi vida
A mis padres José y Carmen Elisa por su amor incondicional, apoyo y confianza
A mis hermanos Miguel Ángel y José Manuel por todo el cariño y apoyo
incondicional
A mi sobrinita Mariana, por ser la Luz en mi vida y motivación constante
A Mauricio por su amistad y colaboración
MARTHA JANETH ARDILA BARAJAS

A Dios y la Virgen María, por acompañarme siempre
A mi familia, hermanos y hermanas, especialmente a mis Padres y mi hermana
Martha Lucero por su amor y apoyo brindado.
A Martha Janeth por su excelente amistad e inolvidable personalidad
JAVIER MAURICIO PABÓN MORA

AGRADECIMIENTOS

Expresamos nuestros agradecimientos a:

La UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER por facilitarnos las herramientas necesarias para llevar a cabo nuestro proyecto.

Al profesor JOSÉ CARLOS GUTIÉRREZ que junto con sus aportes, experiencia y conocimiento hizo posible la realización de este proyecto.

A los profesores ANGELA MARCELA MONTAÑO A. y ROSA CLAUDIA LÓPEZ Q. por sus recomendaciones y evaluación del proyecto.

A los profesores ALIRIO PALMA por facilitarnos el uso del equipo de infrarrojo en la etapa final del proyecto, ENRIQUE MEJIA por sus aportes y recomendaciones y al profesor RODRIGO TORRES en su apoyo incondicional.

A la escuela de Química y la escuela de Ingeniería Química por facilitar los equipos necesarios para realizar los respectivos análisis y a los auxiliares de laboratorio Jorge, Adolfo, Ramiro, Alejandro, Jesús y Guillermo Aceros en su colaboración para el desarrollo experimental del proyecto.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN _____	22
1. EMULSIÓN _____	24
1.1 EMULSIONES COSMÉTICAS _____	24
1.2 FACTORES INVOLUCRADOS EN UNA EMULSIÓN _____	25
1.2.1 Variables de formulación _____	25
1.2.2 Variables de composición _____	25
1.2.3 Protocolos de emulsificación _____	25
1.3 COALESCENCIA _____	25
1.4 EMULSIFICANTE _____	26
1.5 SELECCIÓN DE EMULSIFICANTES EN LAS PREPARACIONES COSMÉTICAS _____	27
2. APLICACIONES COSMÉTICAS _____	28
2.1 CONSIDERACIONES EN LA PREPARACIÓN DE UNA FORMULACIÓN COSMÉTICA _____	28
3. CHAMPÚ _____	29
3.1 ANTECEDENTE HISTÓRICO _____	29
3.2 DEFINICIÓN _____	29
3.3 INGREDIENTES BÁSICOS EN EL CHAMPÚ _____	30
3.3.1 Vehículo _____	30
3.3.2 Tensoactivo _____	30
3.3.3 Agentes de control de viscosidad _____	32
3.3.4 Ajustadores de pH _____	33
3.3.5 Aditivos _____	33
3.3.6 Agentes quelantes _____	33
4. GEL FIJADOR PARA EL CABELLO _____	34
4.1 INGREDIENTES BÁSICOS EN EL GEL FIJADOR _____	34

4.2	POLÍMERO DEL ÁCIDO ACRÍLICO _____	35
4.3	CARACTERÍSTICAS DEL POLIMÉRO POLI(ÁCIDO ACRÍLICO) ____	37
4.4	INTERACCIÓN ENTRE SURFACTANTE Y POLÍMERO DEL ÁCIDO ACRÍLICO _____	37
4.5	PROBLEMAS PARA LA FORMULACIÓN DE GELES _____	38
5.	PRUEBAS DE ESTABILIDAD _____	40
5.1	IMPORTANCIA DE LA ESTABILIDAD _____	40
5.2	ASPECTOS CONSIDERADOS EN LA ESTABILIDAD _____	41
5.3	FACTORES QUE INFLUENCIAN LA ESTABILIDAD _____	41
5.3.1	Factores extrínsecos _____	42
5.3.2	Factores intrínsecos _____	43
5.4	DISEÑO DE LA PRUEBA DE ESTABILIDAD _____	44
5.5	TIPOS DE PRUEBA DE ESTABILIDAD _____	45
5.5.1	Estabilidad preliminar _____	45
5.5.2	Estabilidad acelerada _____	45
5.5.3	Prueba de anaquel _____	46
5.5.4	Prueba de compatibilidad entre formulación y material de acondicionamiento _____	46
5.6	EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DEL PRODUCTO ____	47
5.6.1	Evaluación organoléptica _____	47
5.6.2	Evaluación físico-química _____	47
5.6.3	Evaluación microbiológica _____	47
5.7	CUÁNDO REALIZAR LAS PRUEBAS DE ESTABILIDAD _____	48
5.8	PRUEBAS ESPECIALIZADAS _____	48
5.8.1	Ultravioleta/Visible (UV/Vis) _____	48
5.8.2	Infrarrojo _____	49
5.8.3	Cromatografía _____	49
6.	ANÁLISIS INSTRUMENTAL _____	50
6.1	ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA _____	50
6.2	REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (ATR) _____	50
7.	INVIMA _____	52

8.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	53
8.1	REACTIVOS	53
8.1.1	Especificaciones técnicas de reactivos	53
8.1.2	Selección de reactivos	53
8.2	ACLARACIÓN	54
8.3	GENERALIDADES PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICO QUÍMICAS EN LAS MUESTRAS DE CHAMPÚ Y GEL A DIFERENTES TEMPERATURAS	55
8.4	ELABORACIÓN DE MUESTRAS DE CHAMPÚ VARIANDO EL COSURFACTANTE	58
8.4.1	Preparación de la base de champú	60
8.4.2	Preparación de las muestras de champú	60
8.5	ELABORACIÓN DE MUESTRAS DE GEL FIJADOR VARIANDO EL SURFACTANTE	61
8.5.1	Preparación de las muestras del gel	62
9.	ANÁLISIS Y RESULTADOS	63
9.1	ACLARACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO	63
9.2	EFEECTO DE LA LUZ ULTRAVIOLETA EN ENVASES DE CHAMPÚ Y GEL FIJADOR	63
9.3	CAMBIO DEL COLOR EN MUESTRAS DE CHAMPÚ Y GEL	65
9.4	PROPIEDADES ORGANÓLEPTICAS DEL CHAMPÚ	65
9.5	COMPORTAMIENTO DE LA DENSIDAD EN MUESTRAS DE CHAMPÚ	67
9.6	COMPORTAMIENTO DE LA VISCOSIDAD EN LAS MUESTRAS DE CHAMPÚ	69
9.7	COMPORTAMIENTO DE LA CONDUCTIVIDAD EN LAS MUESTRAS DE CHAMPÚ	72
9.8	COMPORTAMIENTO DEL pH EN MUESTRAS DE CHAMPÚ	74
9.9	ANÁLISIS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA EN MUESTRAS DE CHAMPÚ	75

9.1	PROPIEDADES ORGANÓLEPTICAS DEL GEL _____	81
9.11	COMPORTAMIENTO DE LA DENSIDAD EN MUESTRAS DE GEL ____	83
9.12	COMPORTAMIENTO DE LA VISCOSIDAD EN MUESTRAS DE GEL _____	85
9.13	COMPORTAMIENTO DE LA CONDUCTIVIDAD EN MUESTRAS DE GEL _____	87
9.14	COMPORTAMIENTO DEL pH EN MUESTRAS DE GEL _____	89
9.15	ANÁLISIS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA EN MUESTRAS DE GEL _____	89
10.	CONCLUSIONES _____	94
11.	RECOMENDACIONES _____	96
12.	BIBLIOGRAFÍA _____	98
	ANEXOS _____	102

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Monómero del polímero del ácido acrílico _____	35
Figura 2. Enrollamiento del polímero del ácido acrílico en forma de polvo ____	36
Figura 3. Desenrollamiento total del polímero del ácido acrílico _____	36
Figura 4. Espesamiento del polímero por la formación de puentes de hidrógeno _____	37
Figura 5. Cámaras de ensayo térmico _____	56
Figura 6. Cámara de emisión de luz ultravioleta _____	56
Figura 7. Montaje para la determinación de la conductividad _____	57
Figura 8. Viscosímetro rotacional Brookfield Rheometer DV-III+ _____	57
Figura 9. Efecto ocasionado en los envases expuestos a la luz ultravioleta ____	64
Figura 10. Mecanismo de la deshidrocloración del PVC _____	64
Figura 11. Comparación de muestras de champú a 54 °C _____	66
Figura 12. Comportamiento de la densidad en la muestra comercial de champú _____	67
Figura 13. Comportamiento de la densidad en la muestra de champú con el cosurfactante 1 _____	68
Figura 14. Comportamiento de la densidad en la muestra de champú con el cosurfactante 2 _____	68
Figura 15. Comportamiento de la densidad en la muestra de champú con el cosurfactante 3 _____	68
Figura 16. Comportamiento de la viscosidad en la muestra comercial de champú _____	70
Figura 17. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de champú con el cosurfactante 1 _____	71
Figura 18. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de champú con el cosurfactante 2 _____	71

Figura 19. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de champú con el cosurfactante 3 _____	71
Figura 20. Comportamiento de la conductividad en la muestra comercial de champú _____	73
Figura 21. Comportamiento de la conductividad en la muestra de champú con el cosurfactante 1 _____	73
Figura 22. Comportamiento de la conductividad en la muestra de champú con el cosurfactante 2 _____	74
Figura 23. Comportamiento de la conductividad en la muestra de champú con el cosurfactante 3 _____	74
Figura 24. Propuesta del mecanismo de oxidación del alcohol a aldehído en el cosurfactante 2 y 3 _____	77
Figura 25. Espectro en el infrarrojo del champú comercial a temperatura ambiente a 0 días _____	78
Figura 26. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú comercial a temperatura ambiente y 54 °C _____	78
Figura 27. Comparación de espectros en el infrarrojo a 103 días del champú comercial _____	79
Figura 28. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú con el cosurfactante 1 _____	79
Figura 29. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú con el cosurfactante 2 _____	80
Figura 30. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú con el cosurfactante 3 _____	80
Figura 31. Correlación de áreas de la absorción de los grupos sulfatos y carbonilos en el infrarrojo en la muestra del champú comercial _____	81
Figura 32. Efecto de la luz ultravioleta en las muestras de gel _____	82
Figura 33. Comportamiento de la densidad en la muestra comercial de gel _____	84
Figura 34. Comportamiento de la densidad en la muestra de gel con el surfactante 1 _____	84

Figura 35. Comportamiento de la densidad en la muestra de gel con el surfactante 2 _____	84
Figura 36. Comportamiento de la viscosidad en la muestra comercial de gel _____	85
Figura 37. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de gel con el surfactante 1 _____	86
Figura 38. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de gel con el cosurfactante 2 _____	86
Figura 39. Comportamiento de la conductividad en la muestra comercial de gel _____	87
Figura 40. Comportamiento de la conductividad en la muestra de gel con el surfactante 1 _____	88
Figura 41. Comportamiento de la conductividad en la muestra de gel con el surfactante 2 _____	88
Figura 42. Comparación de espectros en el infrarrojo a temperatura ambiente y 54 °C de la muestra comercial de gel _____	90
Figura 43. Comparación de los espectros en el infrarrojo a 37 °C y UV de la muestra comercial de gel _____	91
Figura 44. Comparación de los espectros en el infrarrojo del gel con el surfactante 1 _____	91
Figura 45. Comparación de los espectros en el infrarrojo del gel con el surfactante 2 _____	92
Figura 46. Correlación de áreas de la absorción de los grupos C=O y OH en el infrarrojo en la muestra de gel comercial _____	92

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Reactivos utilizados para la elaboración de las muestras _____	54
Tabla 2. Composición del champú con el cosurfactante 1 _____	58
Tabla 3. Composición del champú con el cosurfactante 2 _____	59
Tabla 4. Composición del champú con el cosurfactante 3 _____	59
Tabla 5. Composición del champú para su comercialización _____	60
Tabla 6. Composición del gel con el surfactante 1 _____	61
Tabla 7. Composición del gel con el surfactante 2 _____	62
Tabla 8. Composición del gel para su comercialización _____	62
Tabla 9. Propiedades organolépticas en el champú comercial durante el tiempo de almacenamiento _____	66
Tabla 10. Propiedades organolépticas en las muestras de champú que contienen los cosurfactantes 1, 2 y 3 individualmente durante el tiempo de almacenamiento _____	67
Tabla 11. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en muestra comercial de champú usando el método de la viscosidad _____	70
Tabla 12. Equivalencia del tiempo de envejecimiento natural respecto al acelerado en muestra comercial de champú usando el método de la conductividad _____	73
Tabla 13. pH de las muestras de champú durante el tiempo de almacenamiento _____	75
Tabla 14. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en muestra comercial de champú usando la espectroscopia infrarroja _____	81
Tabla 15. Propiedades organolépticas en el gel comercial durante el tiempo de almacenamiento _____	82

Tabla 16. Recopilación de las propiedades organolépticas en las muestras de gel que contienen los surfactantes 1 y 2 individualmente durante el tiempo de almacenamiento	83
Tabla 17. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en muestra comercial de gel usando el método de la viscosidad	86
Tabla 18. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en la muestra comercial de gel usando el método de la conductividad	88
Tabla 19. pH de las muestras de gel durante el tiempo de almacenamiento	89
Tabla 20. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en la muestra comercial de gel usando la espectroscopia infrarroja	93

LISTA DE ANEXOS

Pág.

Anexo 1. Especificaciones técnicas de reactivos. _____ 102

ABREVIATURAS

ATR-FTIR	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada
CAS	Chemical Abstracts Service
CCD	Cromatografía en capa delgada
CG	Cromatografía gaseosa
CLAE	Cromatografía líquida de alta eficiencia
INCI	Nomenclatura internacional de ingredientes cosméticos
INVIMA	Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos
IR	Infrarrojo
PVC	Policloruro de vinilo
RMN	Resonancia magnética nuclear
RPM	Revoluciones por minuto
UV/Vis	Ultravioleta/Visible

RESUMEN

TÍTULO: ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD Y PROPIEDADES FÍSICO QUÍMICAS PRESENTES EN EMULSIONES COSMÉTICAS DE CHAMPÚ CON VITAMINA E Y GEL FIJADOR*

AUTORES: ARDILA BARAJAS, MARTHA JANETH
PABÓN MORA, JAVIER MAURICIO **

PALABRAS CLAVE: envejecimiento, emulsión, champú, gel, estabilidad, FTIR, ultravioleta; temperatura.

El propósito de este proyecto fue elaborar una fórmula para el champú con vitamina E y gel fijador para el cabello con ingredientes permitidos por el INVIMA, estudiar en condiciones naturales (temperatura ambiente) y aceleradas (4°C, 37°C, 54°C y exposición a la luz ultravioleta) las propiedades organolépticas y físico químicas (densidad, conductividad, pH y viscosidad), utilizando sus resultados junto con la espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR) como herramienta para monitorear y controlar lotes de fabricación para evaluar y predecir la estabilidad de los productos.

Durante el almacenamiento, los valores de pH se mantuvieron constantes, indicando que no ocurrieron reacciones relevantes que cambiaran la acidez de los productos. Un incremento en la conductividad y decrecimiento en la viscosidad son señales de envejecimiento en las emulsiones, convirtiendo estas técnicas en dos métodos para medir el envejecimiento de los cosméticos. La ATR-FTIR se utilizó de dos maneras, para observar las modificaciones químicas durante el tiempo de almacenamiento y como otro método para estudiar el envejecimiento basándose en el cambio de la intensidad y ensanchamiento en la banda de tensión de los grupos carbonilos (C=O) en las emulsiones. Los estudios realizados a las emulsiones determinaron un tiempo de vida útil de 2 años para el champú y 3 años y 10 meses para el gel fijador.

*Proyecto de grado

**Facultad de ciencias. Escuela de química. Director José Carlos Gutiérrez

ABSTRACT

TITLE: STUDY OF STABILITY AND PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES IN COSMETIC EMULSIONS BY SHAMPOO WITH VITAMIN E AND HAIR GEL*

AUTHORS: ARDILA BARAJAS, MARTHA JANETH
PABÓN MORA, JAVIER MAURICIO **

KEYWORDS: aging, emulsion, shampoo, gel, stability, FTIR, ultraviolet, temperature.

The purpose of this project is to draw up a formula for shampoo with vitamin E and hair gel with ingredients authorized by the INVIMA, study under natural (room temperature) and accelerated conditions (4 ° C, 37 ° C, 54 ° C and exposure to ultraviolet light) the organoleptic and physical chemical properties (density, conductivity, pH and viscosity), using their results along with infrared spectroscopy Fourier Transform by attenuated total reflectance (ATR-FTIR) like a tool to monitor and control manufacturing batches to evaluate and predict the stability of the products.

During storage, values of pH were constant without significant reactions that could change the acidity of the products. An conductivity increase and viscosity decrease are signals of aging in emulsions, making these techniques on two methods to measure the aging of cosmetics. The ATR-FTIR was used in two ways, to observe the chemical changes during storage time and as another method to measure the aging based on the intensity change and broadening of the carbonyl band (C=O) on the emulsions. Studies in the emulsions showed a shelf life of 2 years for the shampoo and 3 years and 10 months for the hair gel.

*Project degree

**Faculty of science. School of chemistry. Director José Carlos Gutiérrez

INTRODUCCIÓN

Muchas compañías tienen procedimientos de estabilidad estandarizados para el almacenamiento de las muestras, incluyendo suficientes muestras para ser estadísticamente significativas a una variedad de condiciones. Usualmente, el almacenamiento de estas muestras se lleva a temperaturas elevadas, congelamiento y descongelamiento y exposición a diferentes tipos de luz, logrando que el diseño de una emulsión cosmética y su equilibrio físico químico alcancen un determinado grado de complejidad para obtener un producto estable, eficaz, seguro y rentable, aspectos a tener en cuenta en la selección del tipo de ingredientes y el procedimiento a seguir en la formulación.

A pesar que las pruebas de estabilidad proporcionan información útil, no es una ciencia exacta y no garantiza un producto libre de problemas, pero da una idea de los riesgos implicados y provee un fundamento científico sólido para la evaluación de problemas futuros, ya que ningún producto se mantiene al cien por ciento (100%) sin cambio a medida que este envejece. Es de interés del químico anticipar los cambios que se puedan presentar y asegurarse que esos cambios se mantengan dentro de los límites y que no sean perceptibles por los consumidores.

No hacer las investigaciones previas a un producto cosmético antes de sacarlo a la venta e ir arreglando los daños o desperfectos que este tenga a medida que se vende, ocasiona una apreciable disminución en las ganancias por el presupuesto utilizado en el reproceso y el rechazo definitivo o parcial del número de consumidores de dicho producto.

Las anteriores son situaciones a las que se expone el fabricante con el deseo de aumentar sus ganancias y no prever a futuro.

El interés por evitar las pérdidas económicas, conocer el tiempo de vida útil del producto fabricado, incrementar la producción y comercializar productos cosméticos con calidad motiva a estudiar las propiedades físicas y químicas que caracterizan a las emulsiones, las cuales son vitales en la elaboración de un cosmético para alcanzar un nivel de competitividad con empresas nacionales.

El interés de este trabajo es partir de la formulación del champú con vitamina E y gel fijador para el cabello proveniente de la literatura, adecuarla para proyectarla tanto al mercado local como nacional, al determinar la estabilidad, la conductividad, el pH, la viscosidad, la densidad, y espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR) en un periodo de almacenamiento y que estos resultados sirvan como una herramienta de trabajo para las personas interesadas en este campo de aplicación en busca de la mejora de la calidad de los productos cosméticos.

1. EMULSIÓN

Es una clase de sistema disperso que consiste de dos líquidos inmiscibles, uno es la fase dispersa y la otra es la fase continua. Las emulsiones usualmente contienen un agente emulsificante o emulsionante, el cual tiene dos funciones principales: disminuir la tensión interfacial entre las dos fases líquidas (usualmente aceite y agua) activando la formación de la emulsión, y estabilizar la fase dispersa contra la coalescencia una vez se forme. [24]

Las propiedades físico químicas de una emulsión son influenciadas por la naturaleza del emulsificante, su concentración, sus interacciones en la interfase de aceite-agua, la temperatura e interacciones del ingrediente. Las emulsiones deben su estabilidad a una combinación de fuerzas estéricas y fuerzas repulsivas electrostáticas, la última es particularmente sensible al pH y la fuerza iónica. [7]

Desafortunadamente, las emulsiones son termodinámicamente sistemas inestables debido al contacto desfavorable entre las fases de agua y aceite, y a las diferentes densidades que presentan estas fases, por lo tanto, siempre se romperán a través del tiempo. La desestabilización de la emulsión puede ocurrir a través de diferentes procesos fisicoquímicos, incluyendo la separación gravitacional, la floculación y la coalescencia. Para un producto basado en una emulsión, la importancia de estos procesos depende del tipo de ingredientes que lo contiene, la manera como fue producido, las condiciones ambientales, su experiencia durante su fabricación, almacenamiento y utilización. [14, 23]

1.1 EMULSIONES COSMÉTICAS

Las emulsiones cosméticas, son sistemas complejos intrínsecamente inestables, (termodinámicamente), multi-componentes que, invariablemente, no pueden ser diluidos sin lograr su tamaño de partícula y por lo tanto la estabilidad. [10]

Desafortunadamente, la instrumentación actual es limitada en su aplicación para las emulsiones cosméticas debido al requerimiento de diluir el sistema para su investigación. [10]

1.2 FACTORES INVOLUCRADOS EN UNA EMULSIÓN

La emulsión final de un producto cosmético es influenciada por tres tipos de factores o variables:

1.2.1 Variables de formulación. Dependen de la naturaleza de los componentes. [27]

1.2.2 Variables de composición. Describen cuantitativamente la composición del sistema en términos de fracción en peso o volumen. [27]

1.2.3 Protocolos de emulsificación. Describen la forma en que la emulsión ha sido preparada, donde se tiene en cuenta la agitación y las condiciones de preparación. [27]

1.3 COALESCENCIA

La coalescencia consiste en la ruptura de la delgada película del líquido entre dos gotas adyacentes a través de la nucleación de un canal pequeño, donde la ruptura de la película es muy rápida. Este primer paso de nucleación es seguido por una forma de relajación llevada por la tensión superficial, el cual causa que dos gotas se fusionen dentro de una más sencilla. Cuando no hay obstáculo de energía para la coalescencia, las gotas coalescen tan pronto como ellas choquen. [9, 25]

1.4 EMULSIFICANTE

Uno de los métodos más importantes y extensamente usados para mejorar la estabilidad de las emulsiones aceite/agua son los emulsificantes. Los emulsificantes son los ingredientes activos superficiales que adsorben en la superficie de las gotas de aceite formadas recientemente durante la homogeneización. Los emulsificantes también reducen la tendencia del agregado de las gotas formando membranas protectoras y/o generando fuerzas repulsivas entre las mismas. Un buen emulsificante debe adsorber rápidamente a la superficie de las gotas de aceite formadas durante la homogeneización, disminuyendo la tensión interfacial en una cantidad significativa, y proteger las gotas contra la agregación durante el proceso de la emulsión, almacenaje, y utilización. Los emulsificantes varían considerablemente en su capacidad de formar y de estabilizar emulsiones, así como la facilidad de uso, la compatibilidad del ingrediente, y la sensibilidad ambiental. Por lo tanto, no hay un solo emulsificante que sea ideal para el uso en cada producto cosmético. Así, el desarrollo de cada producto cosmético nuevo depende de la selección racional del emulsificante más apropiado para ese sistema particular. Esta selección depende de la composición y estructura de la matriz del cosmético, así como los cambios de las condiciones ambientales (temperatura y presión) que el emulsificante experimenta durante el proceso de almacenamiento y de utilización. [23]

Cada tipo de emulsificante tiene sus propias ventajas y desventajas particulares, por ejemplo, algunos emulsificantes son altamente eficaces en la generación de gotas pequeñas de la emulsión durante la homogeneización debido a su rápida adsorción, pero son pobres en el abastecimiento de estabilidad a largo plazo contra la agregación de la gota porque no proporcionan interacciones repulsivas bastante fuertes entre gota-gota, Por otra parte, algunos emulsificantes son altamente eficaces en impartir estabilidad a largo plazo a las emulsiones, pero son ineficaces en crear emulsiones con los tamaños pequeños durante la homogeneización. [23]

1.5 SELECCIÓN DE EMULSIFICANTES EN LAS PREPARACIONES COSMÉTICAS

En la mayoría de emulsiones farmacéuticas y cosméticas se utilizan emulsificantes de bajo peso molecular haciendo que estos sean absorbidos por el cuerpo debido a su tamaño más pequeño que el poro de un cabello en el cuerpo humano, en el caso contrario, el uso de emulsificantes poliméricos no penetran la piel evitando el acumulamiento en el organismo por sus moléculas grandes, favoreciendo el consumo de estos productos. [29]

2. APLICACIONES COSMÉTICAS

Aunque los cosméticos para propósitos de embellecimiento, limpieza, perfumes o rituales han existido desde los orígenes de la civilización, solamente en el siglo veinte han logrado la diversificación de los productos y funciones, tanto en la seguridad como la protección del consumidor. [1]

La estabilidad de los ingredientes activos y de los excipientes en la formulación de un cosmético es crítica, al igual que, su apariencia física y la sensación del producto. En aplicaciones cosméticas cuantificar la cantidad total del ingrediente activo varía en muchos factores incluyendo el tamaño del área de aplicación, la frecuencia, el vigor de la aplicación y la viscosidad o el espesamiento del vehículo aplicado. [20]

2.1 CONSIDERACIONES EN LA PREPARACIÓN DE UNA FORMULACIÓN COSMÉTICA

Al diseñar la formulación para la preparación de un cosmético se debe tener en cuenta las siguientes variables:

Estabilidad del ingrediente activo.

Apariencia visual.

Color.

Olor (fragancias penetrantes o pérdida de la fragancia).

Viscosidad.

Pérdida de agua y de otros componentes como vehículos volátiles.

Distribución de tamaño de la partícula de las fases dispersas (distribución de fase).

pH.

Textura, sensación al aplicarlo.

Contaminación de la partícula.

Contaminación microbial.

3. CHAMPÚ

3.1 ANTECEDENTE HISTÓRICO

La palabra champú viene de la palabra hindú “champo” que significa “dar masaje” o “sobar”. El champú nació por la necesidad de aliviar problemas de salud, pues las sustancias antes empleadas para limpiar el cabello irritaban la piel o producían alergias. Tal como lo conocemos, el champú surgió en Estados Unidos a finales del decenio 1920-1930, cuando se le integraron ciertos ingredientes usados hasta entonces con fines industriales, denominados espumógenos. El primer champú exitoso de venta fue desarrollado por John Breck en los años treinta. Él fue el primer fabricante en presentar al público una línea de champú para el cabello seco y aceitoso. Fue hasta los años 1970 que el pH fue balanceado. [12]

Durante comienzos de este siglo, científicos alemanes inventaron los primeros detergentes sintéticos, detergentes de cadenas cortas de sulfato de alquilnaftaleno resultado de la reacción de butil o propil alcohol con naftaleno seguido de su respectiva sulfonación. Los productos ofrecieron una gran mejora en las funciones del champú. El siguiente cambio en el champú fue el uso de detergentes menos irritantes como las alcanolamidas que se forman al reaccionar un ácido graso con una amina primaria (MEA, monoetanolamina) o secundaria (DEA, dietanolamina). La aplicación de surfactantes secundarios como las betaínas, anfoacetatos, mono y diglicéridos etoxilados y sulfocinatos mejoraron las propiedades de los surfactantes primarios en la formulación final reduciendo la irritación en el cuero cabelludo. [28]

3.2 DEFINICIÓN

Los champús son emulsiones formadas por agua, agentes detergentes, espesantes, conservantes que impiden el desarrollo de bacterias, mohos y

levaduras, fragancia, agentes colorantes y reguladores de pH. En el mercado se encuentran en: líquido, gel o en aerosol. [12]

El objetivo principal del champú es limpiar el cabello y el cuero cabelludo de los aceites hidrofóbicos y de partículas extrañas. El producto debe no ser tóxico y no irritante a la piel y a los ojos. Al final, la composición de la base contiene además de los surfactantes, materiales tales como espumantes y estabilizadores, agentes de control de viscosidad, agentes opalescentes, vitaminas, extractos botánicos, agentes acondicionadores tales como surfactantes catiónicos, y polímeros (comúnmente se usan las siliconas). [4]

3.3 INGREDIENTES BÁSICOS EN EL CHAMPÚ

Para la elaboración de un champú se deben tener en cuenta los siguientes componentes:

3.3.1 Vehículo. Es uno de los componentes en mayor proporción del producto final. En la elaboración del champú, el agua es el vehículo comúnmente usado y presenta una composición mayor al 50%.

3.3.2 Tensoactivo. Los surfactantes constituyen el esqueleto de cualquier formulación de champú, actúan para emulsionar los aceites acumulados en la superficie, facilitando su eliminación durante el proceso de enjuague. [13]

El propósito principal de incluir surfactantes en productos de champú es como agente limpiador, sin embargo, también pueden ser utilizados como agentes emulsificantes, espesantes y solubilizadores. Los surfactantes podrían ser aniónicos, no iónicos, catiónicos, o anfotéricos dependiendo del tipo de polaridad en sus componentes específicos. [4, 5]

El hecho que se produzca espuma no es necesario para que el agente tensoactivo realice su trabajo de retirar el sebo y otras partículas del cabello. La formación de espuma es debido a la disminución de la tensión superficial entre el líquido (champú) y el aire, mientras la remoción del sebo y otras partículas está ocurriendo en la interfase del cabello y el agua. Sin embargo la formación de espuma es necesaria para un champú por dos razones: indica al consumidor que el champú esta trabajando y permite que una cantidad pequeña del champú sea difundido sobre un área grande del cabello. [13]

- **Surfactantes aniónicos.** Son utilizados como agentes de limpieza primarios en sistemas de champú, y a excepción del agua son el mayor componente en el producto. Su acción detergente puede ser áspera en otros sistemas, es decir, despojan completamente del cabello sus lípidos y aceites naturales, manteniendo el cabello opaco y quebradizo, [4]. Los surfactantes aniónicos tienen características cosméticas relativamente pobres, que se pueden compensar con aditivos suavizantes, [5]. Debido a sus propiedades detergentes pueden ser fácilmente alterados por la adición de surfactantes secundarios, y debido a su bajo costo los alquil sulfatos y los alquil éter sulfatos son comúnmente usados como surfactantes aniónicos empleados en productos del champú. Los surfactantes aniónicos son generalmente adicionados a la formulación en un rango de 10-25%. [4]
- **Surfactantes no iónicos.** Son utilizados generalmente como surfactantes secundarios o cosurfactantes en el champú [4]. Los surfactantes no iónicos tienen una cabeza no polar y no poseen carga eléctrica, haciendo que sean compatibles con el resto de categorías de surfactantes. Su alta tolerancia en la piel ha tenido aplicación en el desarrollo de champús suaves. [5]

Los niveles de surfactantes no iónicos en una composición de champú son un cuarto del nivel de surfactante aniónico contenido en la composición. [4]

- **Surfactantes anfotéricos.** Poseen grupos cargados positivamente o negativamente, o neutros, dependiendo del pH de la solución. Ellos exhiben propiedades entre aniónicos y catiónicos. Cuando un surfactante anfotérico está en el rango del zwitterion posee tanto carga positiva como negativa, en este rango de pH, el compuesto no tiene ninguna propiedad de surfactante y puede interferir con la formación de espuma. Un surfactante anfotérico puede, sin embargo, ser usado para ayudar a estabilizar la espuma bajo condiciones apropiadas, y estos materiales son frecuentemente empleados como agentes incrementadores de viscosidad por su habilidad de formar micelas con los surfactantes primarios, manejando la transición de estructura esférica a cilíndrica. Ellos pueden incorporarse en las formulaciones de champú en niveles que van de 2%-20% dependiendo de los otros surfactantes empleados en la formulación. [4]
- **Surfactantes catiónicos.** No son usados en los champúes como parte del sistema limpiador. Ellos no son detergentes particularmente eficaces y son incompatibles con los surfactantes aniónicos primarios. [4]
- **Los surfactantes naturales.** No proporcionan una limpieza eficaz ni las calidades ofrecidas por los surfactantes sintéticos. Por otra parte, se asocian a menudo a problemas de tolerancia cuando están utilizados en dosificaciones apropiadas para dar propiedades de limpieza aceptables; sin embargo, los surfactantes derivados de fuentes naturales (cadenas grasas, aminoácidos, proteínas, y azúcares) son ampliamente usados en champúes. Los ingredientes naturales son encontrados en aditivos. [32]

3.3.3 Agentes de control de viscosidad. Pueden ser adicionados a la formulación incrementando o disminuyendo la viscosidad. El ejemplo mas simple de este fenómeno se observa con la adición de sal (cloruros de sodio, amonio o magnesio) incrementando la viscosidad cuando la forma micelar cambia de esférica a cilíndrica. La viscosidad disminuye rápida e irreversiblemente al pasar el

punto límite de máxima viscosidad (varia para diferentes formulaciones). Este proceso es conocido como efecto “sobresalado, salting out”. [4]

3.3.4 Ajustadores de pH. Se adicionan agentes amortiguadores o ajustadores de pH a las formulaciones de champú para mantener un pH constante en el producto durante el almacenamiento y uso. [4]

3.3.5 Aditivos. Los aditivos especiales como los colores, las fragancias, las proteínas, los aminoácidos, las vitaminas, y los extractos botánicos, se adicionan típicamente a la formulación aproximadamente a temperatura ambiente. [4]

- **Vitamina E.** La vitamina E agrupa diferentes compuestos, dentro de los cuales se incluyen los tocoferoles y los tocotrienoles. El más importante en la especie humana es el RRR- α -tocoferol. La vitamina E consta de dos partes principales: un anillo complejo cromano y una larga cadena lateral. La cadena del hidrocarburo es necesaria para la orientación apropiada del tocoferol en su sitio de actividad, mientras que el complejo cromano proporciona las características antioxidantes. [11]

La vitamina E se conoce por sus propiedades antioxidantes, previene la destrucción de membranas biológicas por reacciones de radicales libres de la vitamina A y ácidos grasos insaturados reduciendo los efectos de envejecimiento. [8]

3.3.6 Agentes quelantes. Son indicados para atrapar trazas de sales metálicas y prevenir la formación de complejos o sales insolubles así como la degradación catalítica de la fragancia o de los colorantes. Las sales de EDTA son las más usadas. [5]

4. GEL FIJADOR PARA EL CABELLO

Un gel es un sólido elástico que envuelve y atrapa el agua en una red tridimensional. Están compuestos, principalmente por agua, a la que se añaden sustancias gelificantes y concentradoras (aumentan la viscosidad), humectantes (retienen el agua e hidratan las capas externas del pelo), emolientes, conservantes (impiden el desarrollo de bacterias, mohos y levaduras), aromas, acondicionadores (aportan brillo, suavidad y flexibilidad) y colorantes que mejoran la apariencia del producto, y otros agentes activos específicos con virtudes reparadoras y nutritivas, pero el ingrediente más importante es el que se encarga de la fijación: la resina. [6]

Una precaución al usar estos productos es evitar que entre en contacto con los ojos, por eso los fabricantes cuidan que el pH de los geles sea lo más neutro posible para los ojos. Para valorar el pH de los geles se ha tomado como referencia el pH del lacrimal del ojo (7,5; esto es, neutro) y no el del cuero cabelludo. [6]

4.1 INGREDIENTES BÁSICOS EN EL GEL FIJADOR

Los principales ingredientes que componen un gel fijador para el cabello son los siguientes:

Vehículo (agua), gelificantes (polímeros del ácido acrílico conocidos como carbomeros o carbopoles), fijador (polivinilpirrolidona, PVP o copolímero PVP/VA vinil acetato), ajustador de pH (trietanolamina).

4.2 POLÍMERO DEL ÁCIDO ACRÍLICO

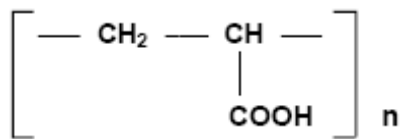


Figura 1. Monómero del polímero del ácido acrílico.

Los polímeros del ácido acrílico como se observa en la figura 1 son centros de ácidos acrílicos que conforman redes poliméricas y pequeñas cantidades de agentes entrelazantes de polialqueni poliéter.

Son moléculas solubles al agua que poseen la capacidad de incrementar la viscosidad del líquido en el cual se disuelve, aún, cuando esté presente en pequeñas cantidades. Esto se debe al carácter voluminoso de hinchar el gel.

Los factores que afectan la viscosidad de un polímero y que influyen en la conformación molecular del ácido acrílico son el pH, el tipo de electrolito, y la fuerza iónica. [18]

Una molécula del polímero del ácido acrílico en estado de polvo seco presenta un enrollamiento fuerte como se observa en la figura 2, por lo tanto limita su capacidad para espesar con el agua. Cuando se dispersa en el agua, la molécula comienza a hidratarse y a presentar un desenrollamiento, generando un incremento en la viscosidad, sin embargo, alcanza su máximo rendimiento en el polímero cuando la molécula esta completamente desenrollada. [21]

Hay dos mecanismos por el cual la molécula se desenrolla completamente proporcionando el máximo espesamiento: por la neutralización del polímero y por la adición de un donador hidroxilo, OH. [21]

La neutralización ioniza el polímero, generando cargas negativas a lo largo de los centros del polímero, las repulsiones de estas cargas negativas causan en la molécula el completo desenrollamiento dentro de la estructura extendida como se observa en la figura 3, esta reacción es rápida y da espesamiento instantáneo formando la emulsión o la bioadhesión. [21]

El segundo mecanismo implica el uso de un donador hidroxilo adicionándolo al polímero. La combinación de un donador carboxilo y uno o mas grupos donadores hidroxilo resultará en el espesamiento debido a las interacciones moleculares de tipo puentes de hidrógeno como se observa en la figura 4. Este mecanismo es dependiente del tiempo y puede tardar de cinco minutos a varias horas para obtener el máximo espesamiento, el pH de este sistema tiende a ser ácido. [17].

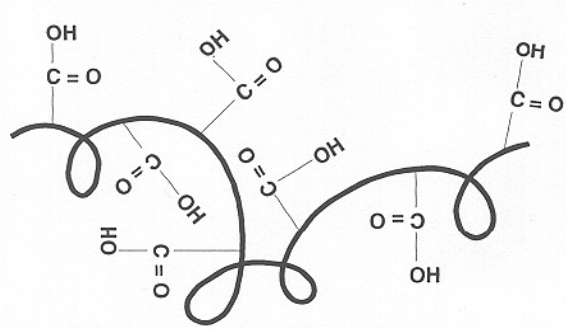


Figura 2. Enrollamiento del polímero del ácido acrílico en forma de polvo. [21]

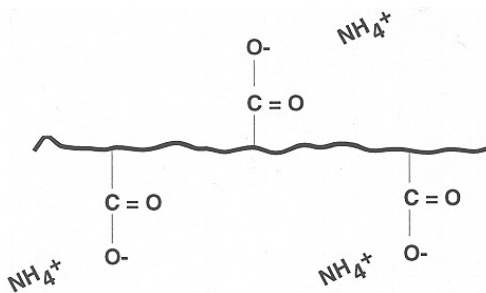


Figura 3. Desenrollamiento total del polímero del ácido acrílico. [21]

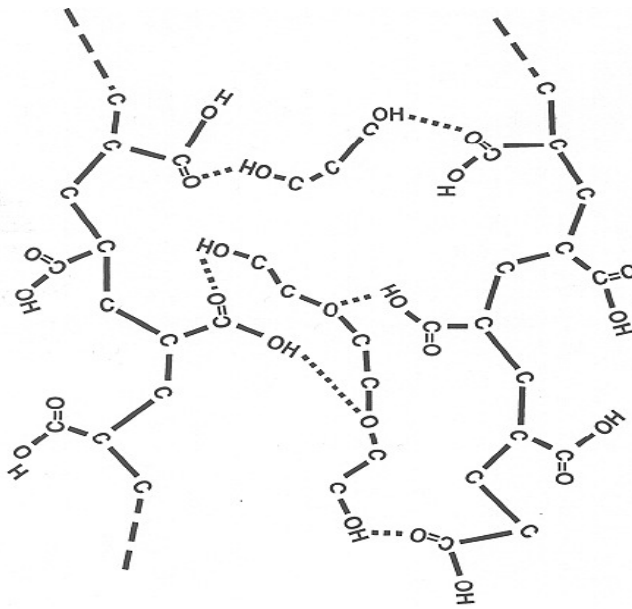


Figura 4. Espesamiento del polímero por la formación de puentes de hidrógeno.

4.3 CARACTERÍSTICAS DEL POLÍMERO DEL ÁCIDO ACRÍLICO

Los polímeros del ácido acrílico son uno de los excipientes ampliamente usados para el espesamiento de lociones tópicas, cremas y geles. Este tipo de polímeros son también utilizados para modificar la reología de sistemas basados en agua y para estabilizar sistemas multifases tales como emulsiones y suspensiones. [19]

4.4 INTERACCIÓN ENTRE SURFACTANTE Y POLÍMERO DEL ÁCIDO ACRÍLICO

Las interacciones entre polímeros sin carga y surfactantes no iónicos son usualmente débiles o no existentes, excepto por la asociación entre poliácidos y surfactantes no iónicos etoxilados, [26], estas interacciones provenientes entre los surfactantes de tipo no iónico con el poli(acido acrílico) se ven reflejados en las bandas del espectro infrarrojo (IR), estas interacciones modifican considerablemente las propiedades reológicas de la emulsión y los coeficientes de difusión. Un incremento de la concentración del surfactante de tipo no iónico decrece gradualmente la viscosidad, elasticidad, transmitancia y conductividad,

por el aumento de moléculas que rodean cada partícula del monómero generando una interacción en los enlaces de hidrógeno entre los grupos oxietilenos y carboxílicos, formando micelas intrapoliméricas y rompiendo las conexiones interpoliméricas. [2, 3]

4.5 PROBLEMAS PARA LA FORMULACIÓN DE GELES

Algunos problemas que se presentan en la formulación de geles son:

- Técnicas de dispersión, los polímeros del ácido acrílico tienen una fuerte afinidad por el agua, suministrado como polvos, ellos son fuertemente higroscópicos, estos polímeros tienden a amontonarse o mojarse parcialmente cuando se introducen inapropiadamente al agua u otros solventes polares. Los polímeros del ácido acrílico amontonados son insolubles debido a la formación de un gel impermeable al agua el cual previene la humectación del interior del grumo. [20]
- Un rango óptimo de pH para un polímero del ácido acrílico está entre 4,0 a 10,0, un pH por encima o por debajo del rango puede resultar en la variación de la viscosidad en la formulación. [20]
- Altos cortes de mezclado o bombeo, pueden romper la estructura resultando en la pérdida de la viscosidad. [20]
- Sales o cationes solubles, los polímeros del ácido acrílico son sensibles a las sales y a los cationes, y el uso de productos con un porcentaje más alto del 0.1% con sales fuertemente ionizables reducirá la viscosidad. De ser necesario el uso de sales, aplicarla luego de su posterior neutralización. [20]

- Ingredientes incompatibles en la fórmula, como las proteínas, polímeros de la PVP (polivinil pirrolidona), polietilenglicol (PEG), y surfactantes polietoxilados presentan incompatibilidad con polímeros del ácido acrílico previo a su neutralización. [20]

5. PRUEBAS DE ESTABILIDAD

Una prueba de estabilidad puede ser definida como el proceso de evaluar un producto para asegurar que los atributos claves se mantienen dentro de lo aceptable. En la realización de estas pruebas es importante establecer con exactitud la naturaleza de estos atributos, para medir como ellos cambian sobre el tiempo, y definir que grado de cambio se considera aceptable. [1].

Definir que parámetros son cruciales requiere de una combinación de conocimiento químico y de sentido común acerca del producto usado. Las pruebas de estabilidad deben evaluar las características estéticas junto con las propiedades funcionales. [1]

5.1 IMPORTANCIA DE LA ESTABILIDAD

Son de utilidad como un sistema de precaución que pueden alertar al químico en problemas relacionados con el empaquetamiento y formulación. Tales avances en la información pueden ayudar de muchas maneras:

- Guiando al químico durante el desarrollo del producto y asegurando que el producto continúe siendo estéticamente aceptable al consumidor. [1]
- Estudiando al producto que funcione como ha sido planeado y sea seguro de usar. [1]
- Prevenir al fabricante sobre problemas que puedan ocurrir después de la compra del consumidor. [1]
- Proporcionar ayudas para el perfeccionamiento de las formulaciones.

5.2 ASPECTOS CONSIDERADOS EN LA ESTABILIDAD

- Físicos: deben ser conservadas las propiedades físicas originales como aspecto, color, olor, uniformidad, entre otras;
- Químicos: deben ser mantenidos dentro de los límites especificados para la integridad de la estructura química, el contenido de ingredientes y otros parámetros;
- Microbiológicos: deben ser conservadas las características microbiológicas, conforme los requisitos especificados. El cumplimiento de las Buenas Prácticas de Fabricación y los sistemas conservantes utilizados en la formulación pueden garantizar estas características.
- Funcionalidad: los atributos del producto deben ser mantenidos sin alteraciones en cuanto al efecto inicial propuesto.
- Seguridad: no deben ocurrir alteraciones significativas que influyan en la seguridad de uso del producto.

5.3 FACTORES QUE INFLUENCIAN LA ESTABILIDAD

Cada componente, activo o no, puede afectar la estabilidad de un producto. Variables relacionadas a la formulación, al proceso de fabricación, al material de acondicionamiento y a las condiciones ambientales y de transporte pueden influenciar en la estabilidad del producto. Conforme el origen, las alteraciones pueden ser clasificadas como extrínsecas, cuando son determinadas por factores externos; o intrínsecas, cuando son determinadas por factores inherentes a la formulación. [1]

5.3.1 Factores extrínsecos. Se refieren a factores externos a los cuales el producto está expuesto, tales como:

- Tiempo, el envejecimiento del producto puede llevar a alteraciones en las características organolépticas, físico-químicas, microbiológicas y toxicológicas.
- Temperatura, temperaturas elevadas aceleran reacciones físicas y químicas, ocasionando alteraciones en: la actividad de componentes, viscosidad, aspecto, color y olor del producto. Bajas temperaturas aceleran posibles alteraciones físicas como turbiedad, precipitación, cristalización.
- Luz y Oxígeno, la luz ultravioleta, conjuntamente con el oxígeno, origina la formación de radicales libres y desencadena reacciones de óxido-reducción.
- Humedad, este factor afecta principalmente las formas cosméticas sólidas como talco, jabón en barra, sombras, sales de baño, entre otras. Pueden ocurrir alteraciones en el aspecto físico del producto, volviéndolo blando, pegajoso, modificando su peso o volumen, como también contaminación microbológica.
- Material de acondicionamiento, los materiales utilizados para el acondicionamiento de los productos cosméticos, como vidrio, papel, metal y plástico pueden influenciar en la estabilidad. Deben ser efectuadas pruebas de compatibilidad entre el material de acondicionamiento y la formulación, con el propósito de determinar la mejor relación entre ellos.
- Microorganismos, los productos cosméticos más susceptibles a la contaminación son los que presentan agua en su formulación como

emulsiones, geles, suspensiones o soluciones.

- Vibración, vibración durante el transporte puede afectar la estabilidad de las formulaciones, ocasionando separación de fases de emulsiones, compactación de suspensiones, alteración de la viscosidad entre otros.

5.3.2 Factores intrínsecos. Son factores relacionados a la propia naturaleza de las formulaciones y sobre todo a la interacción de sus ingredientes entre sí y/o con el material de acondicionamiento. Resultan en incompatibilidades de naturaleza física o química que pueden, o no, ser visualizadas por el consumidor. [1]

- Incompatibilidad Física, ocurren alteraciones, en el aspecto físico de la formulación, observadas por: precipitación, separación de fases, cristalización, formación de grietas, entre otras.
- Incompatibilidad Química

pH, se deben compatibilizar tres diferentes aspectos relacionados al valor del pH: estabilidad de los ingredientes de la formulación, eficacia y seguridad del producto.

Reacciones de óxido-reducción, ocurren procesos de oxidación o reducción llevando a alteraciones de la actividad de las sustancias activas, de las características organolépticas y físicas de las formulaciones.

Reacciones de hidrólisis, suceden en la presencia del agua, siendo más sensibles las sustancias con funciones éster y amida. Cuanto más elevado es el contenido de agua en la formulación, es más probable que se presente este tipo de reacción.

Interacción entre los ingredientes de la formulación, son reacciones químicas indeseables que pueden ocurrir entre ingredientes de la formulación anulando o alterando su actividad.

Interacción entre ingredientes de la formulación y el material de acondicionamiento.

5.4 DISEÑO DE LA PRUEBA DE ESTABILIDAD

La mayoría de empresas estandarizan procedimientos de prueba para el almacenamiento de las muestras dependiendo del objetivo de estudio. Tales procedimientos implican evaluaciones de las muestras almacenadas en una variedad de condiciones. Usualmente la muestra almacenada se lleva a: elevadas temperaturas, bajo congelamiento y descongelamiento y con exposición a diferentes tipos de luz. El almacenamiento a altas temperaturas permite acelerar los procesos de envejecimiento y observar ciertos problemas que podrían aparecer a temperatura ambiente. El almacenamiento en frío evalúa condiciones que pueden ser negativas en la solubilidad de los ingredientes o en la estabilidad de las emulsiones. El someter las muestras a temperaturas extremas podría forzar a reacciones que no podrían ocurrir a temperatura ambiente presentándose como una desventaja potencial. [1]

Las condiciones de almacenamiento comunes usadas en la industria son a 54°C o 50°C, 45°C, 37°C o 35°C, temperatura ambiente (25°C), 4°C, congelamiento/descongelamiento, y exposición a luz fluorescente y luz natural. [1]

Otros parámetros son la evaluación instrumental del pH, la viscosidad, el tamaño de la partícula, y la conductividad eléctrica, por ejemplo, un cambio en el pH puede representar reacciones químicas no previstas que estarían ocurriendo en la fórmula. [1]

5.5 TIPOS DE PRUEBA DE ESTABILIDAD

5.5.1 Estabilidad preliminar. Esta prueba también es conocida como prueba de selección, estabilidad acelerada o de corto plazo, tiene como objetivo auxiliar y orientar en la elección de las formulaciones.

El estudio de estabilidad preliminar consiste en la realización de la prueba en la fase inicial del desarrollo del producto, utilizándose diferentes formulaciones de laboratorio y con duración reducida. Emplea condiciones extremas de temperatura con el objetivo de acelerar posibles reacciones entre sus componentes y el surgimiento de señales que deben ser observadas y analizadas conforme las características específicas de cada tipo de producto. Debido a las condiciones en que es conducido, este estudio no tiene la finalidad de estimar la vida útil del producto, sino de auxiliar en la selección de las formulaciones.

5.5.2 Estabilidad acelerada. También conocida como estabilidad normal o exploratoria tiene como objetivo proporcionar datos para prever la estabilidad del producto, tiempo de vida útil y compatibilidad de la formulación con el material de acondicionamiento.

Esta prueba es empleada también en la fase de desarrollo del producto utilizándose lotes producidos en escala de laboratorio y piloto de fabricación, pudiéndose extender a las primeras producciones. Emplea generalmente condiciones menos extremas que la prueba anterior. Sirve como auxiliar para la determinación de la estabilidad de la formulación. Es un estudio predictivo que puede ser empleado para estimar el plazo de validez del producto. Además, puede ser realizado cuando existan cambios significativos en ingredientes del producto y/o del proceso de fabricación, en material de acondicionamiento que entra en contacto con el producto, o para validar nuevos equipamientos o fabricación por terceros.

5.5.3 Prueba de anaquel. También conocida como estabilidad de larga duración o shelf life, tiene como objetivo validar los límites de estabilidad del producto y comprobar el plazo de validez estimado en la prueba de estabilidad acelerada.

Es un estudio realizado en el período de tiempo equivalente al plazo de validez estimado durante los estudios de estabilidad relacionados anteriormente. Es utilizado para evaluar el comportamiento del producto en condiciones normales de almacenamiento.

La frecuencia de los análisis debe ser determinada conforme el producto, el número de lotes producidos y el plazo de validez estimado. Se recomiendan evaluaciones periódicas hasta el término del plazo de validez y, si la intención es ampliarlo, se puede continuar el acompañamiento del producto.

5.5.4 Prueba de compatibilidad entre formulación y material de acondicionamiento. La estabilidad del producto y su compatibilidad con el material de acondicionamiento son conceptos distintos, separados y complementarios, que deben ser aplicados al producto antes de ser comercializado.

En esta prueba, son evaluadas diversas alternativas de materiales de acondicionamiento para determinar la más adecuada para el producto. Las condiciones ambientales y la periodicidad de los análisis pueden ser las mismas mencionadas en los estudios de estabilidad para la formulación y, en esta fase, son verificadas las posibles interacciones entre el producto y el material de acondicionamiento con el cual tiene contacto directo. Pueden ser observados fenómenos de: absorción, migración, corrosión y otros que comprometan su integridad.

5.6 EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DEL PRODUCTO

Los parámetros a ser evaluados en los productos sometidos a pruebas de estabilidad deben ser definidos por el formulador y dependen de las características del producto en estudio y de los componentes utilizados en la formulación. [1]

5.6.1 Evaluación organoléptica. Las características organolépticas determinan los parámetros de aceptación del producto por el consumidor. De un modo general, se evalúan: aspecto, color, olor, sabor, sensación al tacto. [1]

5.6.2 Evaluación físico-química. Es importante para estudiar alteraciones en la estructura de la formulación que no son comúnmente perceptibles a simple vista. Estos análisis pueden indicar problemas de estabilidad entre los ingredientes o resultado del proceso de fabricación. [1]

Los análisis físico-químicos sugeridos son: valor de pH, materiales volátiles, contenido de agua, viscosidad, tamaño de la partícula, centrifugación, densidad, conductividad eléctrica, humedad, contenido de activo cuando sea el caso. [1]

Las pruebas citadas son sugerencias, correspondiendo al formulador evaluar su adecuación al producto tomando en consideración las necesidades y características particulares de cada empresa. Otras pruebas no relacionadas podrán ser empleadas de acuerdo con las condiciones específicas o interés del formulador. [1]

5.6.3 Evaluación microbiológica. La evaluación microbiológica permite verificar si la elección del sistema conservante es adecuada, o si la incidencia de interacciones entre los componentes de la formulación podrá afectar la eficacia. Las pruebas normalmente utilizadas son: prueba de desafío del sistema conservante (Challenge Test); conteo microbiano. [1]

5.7 CUÁNDO REALIZAR LAS PRUEBAS DE ESTABILIDAD

Durante el desarrollo de nuevas formulaciones y de lotes-piloto de laboratorio y de fabrica.

Cuando ocurran cambios significativos en el proceso de fabricación.

Para validar nuevos equipamientos o proceso productivo.

Cuando existan cambios significativos en las materias-primas del producto.

Cuando ocurra un cambio significativo en el material de acondicionamiento que entra en contacto con el producto.

5.8 PRUEBAS ESPECIALIZADAS

La resonancia magnética nuclear (RMN), la cristalografía de rayos-X, la espectroscopia infrarroja, y la cromatografía líquida pueden ser usadas para revelar información adicional respecto a la estructura de la emulsión. [1]

5.8.1 Ultravioleta/Visible (UV/Vis). La absorción de luz por una sustancia en la región del ultravioleta/visible, depende de la estructura electrónica de la molécula. A través de la incidencia de energía sobre la muestra, se obtiene un espectro que origina un gráfico de la absorbancia o transmitancia versus amplitud de onda (o frecuencia).

La intensidad de los picos puede ser alterada dependiendo de la concentración de la sustancia. Este análisis puede ser utilizado para la identificación y dosificación de sustancias.

5.8.2 Infrarrojo. La espectrofotometría en el infrarrojo es una técnica utilizada en gran escala para identificación de compuestos, siendo un método sensible y rápido, permitiendo detectar su identidad por comparación con sustancias químicas estandarizadas. En contraste con los pocos picos observados en la región de UV/Vis, el espectro en la región del infrarrojo proporciona varias bandas de absorción generando un conjunto de informaciones sobre la estructura química de la sustancia analizada.

5.8.3 Cromatografía. Los métodos cromatográficos son utilizados para la identificación y cuantificación de ingredientes. La evaluación de un componente de una formulación, en varios intervalos de tiempo, revela su perfil de estabilidad en las condiciones especificadas.

Pueden ser mencionados los siguientes métodos: cromatografía en capa delgada (CCD), cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE) y cromatografía gaseosa (CG).

6. ANÁLISIS INSTRUMENTAL

6.1 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

La espectroscopia de absorción en la región del infrarrojo es usada universalmente para propósitos de caracterización, en el espectro infrarrojo de un compuesto es la superposición de bandas de absorción de grupos funcionales específicos, aunque las interacciones sutiles con los átomos que rodean a la molécula, imponen un sello de individualidad en el espectro de cada compuesto. Para el análisis cualitativo, una de las mejores características de un espectro infrarrojo es la absorción o la falta de absorción en regiones de frecuencias específicas, puede correlacionarse con determinados movimientos de estiramiento y flexión y en algunos casos, con la relación de estos grupos y el resto de la molécula. [31]

El espectro infrarrojo se divide en tres zonas: IR (infrarrojo) lejano donde se producen las absorciones debidas a cambios rotacionales, IR medio donde tiene lugar las vibraciones fundamentales e IR cercano donde se producen absorciones debidas a sobretonos y combinaciones de las bandas fundamentales. [31]

La medida más común en el infrarrojo se basa en la absorción (o la intensidad transmitida), aunque también se han desarrollado espectroscopias basadas en el fenómeno de la reflexión como son la reflectancia total atenuada y la reflectancia difusa. [31]

6.2 REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (ATR)

El principio de esta medida se basa en el fenómeno de la reflexión total interna y la transmisión de la luz a través de un cristal con un elevado índice de refracción. La radiación penetra más allá de la superficie del cristal donde se produce la reflexión

total en forma de onda evanescente. Si en el lado exterior del cristal se coloca un material absorbente (muestra), la luz que viaja a través del cristal se verá atenuada y se puede registrar el espectro de la muestra. [16]

El ángulo de la luz incidente y la geometría del cristal facilitan que se produzcan sucesivas reflexiones en sus caras internas. El espectro medido tiene una apariencia similar al espectro de transmisión, excepto por ciertas variaciones en la intensidad en función de la longitud de onda que se producen. [16]

La profundidad de penetración de la radiación es de sólo unos cuantos micrómetros (μm) y es independiente del espesor de la muestra. Por consiguiente, los espectros de ATR pueden obtenerse con muchas muestras que no pueden estudiarse con métodos de transmisión normales. Esto incluye muestras que exhiben un alto grado de absorción, que no pueden prepararse como películas delgadas, sino solamente en capas gruesas y que sólo es posible montarlas en un material no transparente. Las soluciones acuosas pueden manejarse sin compensar la posible fuerte absorción del disolvente. Las muestras que tienen materia en suspensión, tales como sólidos dispersos o emulsiones, y que exhiben efectos de fondo en los espectros de transmisión debidos a la dispersión, producen mejores resultados con ATR. Se logra una excelente eficiencia de contacto en la interfase muestra/cristal, cuando la muestra es un líquido móvil que se adhiere por sí solo, fluye con presiones moderadas, o puede evaporarse de la solución. [31]

7. INVIMA

El Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (INVIMA) es un establecimiento público del orden nacional, de carácter científico y tecnológico, con personería jurídica, autonomía administrativa y patrimonio independiente, perteneciente al Sistema de Salud, adscrito al Ministerio de la Protección Social y con sujeción a las disposiciones generales que regulan su funcionamiento, se encarga de controlar y vigilar la calidad y seguridad de los productos que se comercialicen en Colombia y expedir los registros sanitarios, así como la renovación, ampliación, modificación y cancelación de los mismos, cuando le corresponda, de conformidad con la reglamentación que sobre el particular expedida el Gobierno Nacional entre otras de sus funciones. [15]

En la elaboración de los productos cosméticos, el INVIMA reglamenta el uso de reactivos que se encuentran especificados según Decisión 516 del 15 de Marzo de 2002 sobre la Armonización de Legislaciones en materia de Productos Cosméticos, donde la formulación de todo producto cosmético debe ajustarse a lo aprobado en estos listados.

El INVIMA en la circular externa No 100-00138-04 establece que el tiempo de expiración no es obligatorio indicarlo en los textos de etiquetas y empaques del producto cosmético, aún así, el fabricante debe presentar un reporte de análisis del producto terminado realizado en un periodo determinado como requisito para la obtención de la Notificación Sanitaria, garantizando que se conservan las propiedades del producto.

Colombia en el momento no tiene un manual para diseñar, conducir, registrar y reportar los estudios de investigación referente a productos cosméticos.

8. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

8.1 REACTIVOS

8.1.1 Especificaciones técnicas de reactivos. En el desarrollo experimental se emplearon los reactivos que se describen en la tabla 1.

8.1.2 Selección de reactivos. Los reactivos se seleccionaron según los siguientes criterios:

- Disponibilidad en el mercado local.
- Equilibrio costo-función, existen en el mercado una variedad de reactivos donde varía tanto su función como su costo, seleccionando reactivos que en su función satisficiera las necesidades del consumidor pero que en su costo el producto final fuese competitivo al mercado al cual va dirigido con ganancias del 43% para el champú y 26% para el gel fijador.
- Permitidos por el INVIMA, los reactivos se seleccionaron de acuerdo a requerimientos establecidos por el INVIMA en lo referente a legislaciones en materia de productos cosméticos según decisión 516 del 15 de Marzo de 2002.

Tabla 1. Reactivos utilizados para la elaboración de las muestras.

Tipo de muestra	Reactivo	Función
Champú	Agua desionizada	Vehículo
	Lauril éter sulfato de sodio	Principio activo
	Cocoamida propil betaína	Cosurfactante 1
	Dietanolamida del ácido graso de coco	Cosurfactante 2
	Derivado de la dietanolamida del ácido graso de coco	Cosurfactante 3
	Metil parabeno	Preservante
	Cloruro de sodio	Agente espesante
	Ácido cítrico	Ajustador de pH
	Acetato de vitamina E	Ingrediente activo
	Fragancia hierbas	Fragancia
Gel	Agua desionizada	Vehículo
	Ácido poliacrílico	Modificador reológico
	Trietanolamina	Agente neutralizante
	Polivinil pirrolidona	Agente fijador
	Aceite de castor hidrogenado	Surfactante 1
	Polisorbato 20	Surfactante 2
	Metil parabeno de sodio	Preservante
	Ácido etilendiaminotetraacético	Agente quelante
	Fragancia toscani	Fragancia

8.2 ACLARACIÓN

Con el objetivo de facilitar la lectura, las expresiones champú con vitamina E será sustituida por champú, gel fijador para el cabello por gel, lauril éter sulfato de sodio será sustituida por principio activo, cocoamida propil betaína por cosurfactante 1, dietanolamida del ácido graso de coco por cosurfactante 2, derivado de la dietanolamida del ácido graso de coco por cosurfactante 3, aceite de castor hidrogenado por surfactante 1, polisorbato 20 por surfactante 2.

8.3 GENERALIDADES PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICO QUÍMICAS EN LAS MUESTRAS DE CHAMPÚ Y GEL A DIFERENTES TEMPERATURAS

Para el desarrollo del experimento se fabricaron dos cámaras térmicas en un rango de 27°C a 61°C±1,0 y 27°C a 80°C±1,5 para llevar a cabo el envejecimiento acelerado como se muestra en la figura 5 y una cámara de emisión de luz ultravioleta con dos lámparas de Hg de 15Watt (UV-C G15T8) y longitud de onda de 253.7nm como se muestra en la figura 6.

Se determinó la densidad, el pH, la viscosidad, la conductividad y se obtuvo el respectivo espectro infrarrojo a cada una de las muestras almacenadas a temperaturas de 4°C, 37°C, 54°C, temperatura ambiente y luz ultravioleta durante el tiempo de almacenamiento de un año aproximadamente (352 días para el gel y 345 días para el champú) bajo condiciones de presión atmosférica y temperatura ambiente.

Para determinar la densidad se pesó en una balanza Startorius BL150S 2cm³ a cada muestra, realizando el procedimiento por triplicado.

Para determinar la conductividad se utilizó un conductímetro Konduktometer CG857 realizando el montaje como se muestra en la figura 7, se tomó un volumen de 2cm³ a cada muestra y se realizó el procedimiento por triplicado.

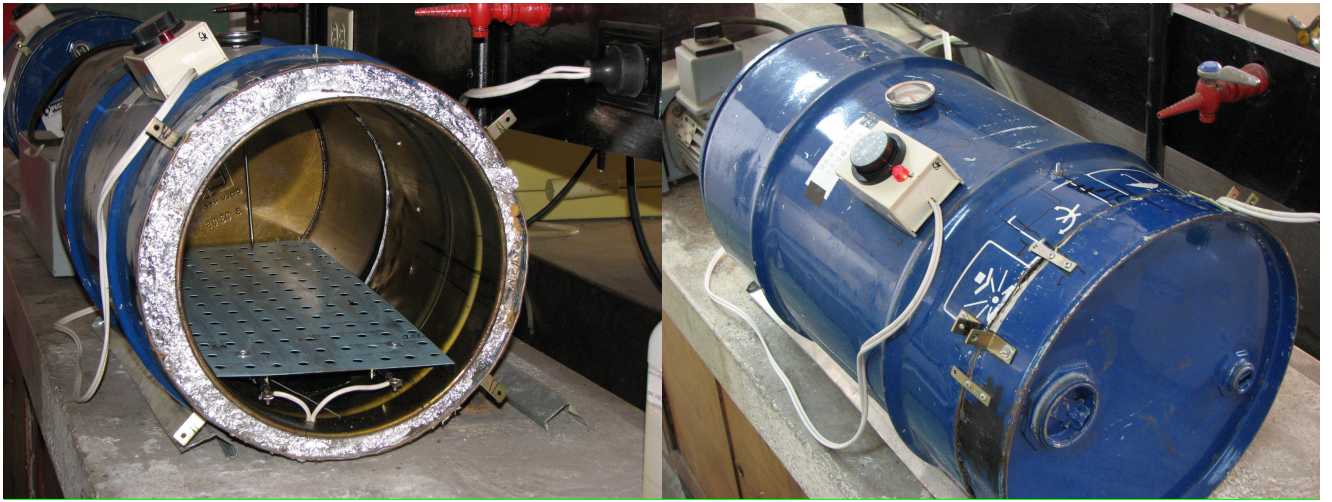


Figura 5. Cámaras de ensayo térmico.



Figura 6. Cámara de emisión de luz ultravioleta.

La determinación del pH se realizó seguida de la determinación de la conductividad utilizando papel indicador de pH Panpeha Sigma-Aldrich 0-14±0,5.

La viscosidad se determinó utilizando un viscosímetro rotacional Brookfield Rheometer DV-III+ a 90RPM como se observa en la figura 8 utilizando una aguja tamaño No. 34 para las muestras de champú y aguja No. 25 para las muestras del gel.

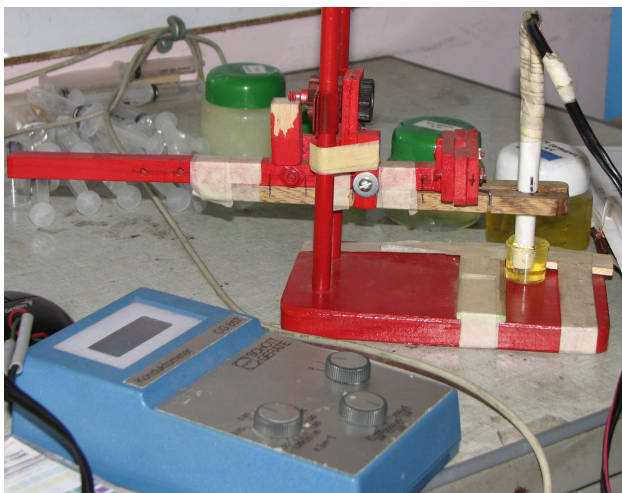


Figura 7. Montaje para la determinación de la conductividad.



Figura 8. Viscosímetro rotacional Brookfield Rheometer DV-III+.

Se obtuvieron los espectros por espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) utilizando un Equipo de Espectroscopia Infrarroja Bruker Tensor 27 con una celda ZnSe para el accesorio de ATR, el registro de los espectros fue de 32 barridos en la región de 4000cm^{-1} a 800cm^{-1} . Los datos fueron adquiridos con el programa OPUS Ver. 4.0 de Bruker Optik realizando un procedimiento de normalización a los espectros.

8.4 ELABORACIÓN DE MUESTRAS DE CHAMPÚ VARIANDO EL COSURFACTANTE

La formulación para la elaboración del champú según FONSECA [12] no cumplió con las expectativas esperadas para el producto final. Por lo tanto, se adaptó su formulación mejorando el procedimiento de elaboración y reduciendo el tiempo de fabricación.

A presión atmosférica y temperatura ambiente se elaboraron las muestras de champú, las cuales contenían a parte de la base, vitamina E y fragancia, variando el tipo de cosurfactante en las proporciones que se indican en las tablas 2, 3, 4, y 5 para preparar 3500g de cada muestra.

Tabla 2. Composición del champú con el cosurfactante 1.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	79,60
Principio activo	14,00
Cosurfactante 1	3,00
Agente espesante	2,60
Ajustador de pH	0,05
Preservante	0,10
Agente quelante	0,15
Ingrediente activo	0,10
Fragancia hierbas	0,40

Tabla 3. Composición del champú con el cosurfactante 2.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	79,60
Principio activo	14,00
Cosurfactante 2	3,00
Agente espesante	2,60
Ajustador de pH	0,05
Preservante	0,10
Agente quelante	0,15
Ingrediente activo	0,10
Fragancia hierbas	0,40

Tabla 4. Composición del champú con el cosurfactante 3.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	79,60
Principio activo	14,00
Cosurfactante 3	3,00
Agente espesante	2,60
Ajustador de pH	0,05
Preservante	0,10
Agente quelante	0,15
Ingrediente activo	0,10
Fragancia hierbas	0,40

Tabla 5. Composición del champú para su comercialización.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	79,60
Principio activo	14,00
Cosurfactante 1	0,25
Cosurfactante 2	0,25
Cosurfactante 3	2,50
Agente espesante	2,60
Ajustador de pH	0,05
Preservante	0,10
Agente quelante	0,15
Ingrediente activo	0,10
Fragancia hierbas	0,40

8.4.1 Preparación de la base de champú.

Se diluyó el principio activo en la mitad del agua utilizada.

Se mezcló el cosurfactante 1, 2 o 3 según el tipo de muestra a preparar en la solución anterior y se dejó reposar hasta la ausencia de espuma.

El agua restante se dividió en partes iguales para disolver una parte con el preservante y el agente quelante y la otra para disolver el ajustador de pH y el agente espesante.

Se procedió a mezclar las tres soluciones y se dejó reposar.

8.4.2 Preparación de las muestras de champú.

Una vez se obtuvo la base de champú se procedió a adicionar el ingrediente activo y la fragancia con agitación continua.

8.5 ELABORACIÓN DE MUESTRAS DE GEL VARIANDO EL SURFACTANTE

La formulación para la elaboración del gel según NOVEON [22] no cumplió con las expectativas esperadas obteniéndose un producto blancuzco que no satisface las necesidades del consumidor afectando la competitividad en el mercado. Por lo tanto, se adaptó su formulación mejorando el procedimiento de elaboración, su apariencia y reduciendo el tiempo utilizado en la fabricación.

A presión atmosférica y temperatura ambiente se elaboraron 3500g de cada una de las muestras de gel variando el tipo de surfactante en las proporciones que se indican en las tablas 6, 7 y 8.

Tabla 6. Composición del gel con el surfactante 1.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	92.42
Modificador reológico	0,72
Agente neutralizante	0,70
Surfactante 1	1,05
Agente fijador	5,00
Preservante	0,04
Agente quelante	0,02
Fragancia toscani	0,05

Tabla 7. Composición del gel con el surfactante 2.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	92.42
Modificador reológico	0,72
Agente neutralizante	0,70
Surfactante 2	1,05
Agente fijador	5,00
Preservante	0,04
Agente quelante	0,02
Fragancia toscani	0,05

Tabla 8. Composición del gel para su comercialización.

Ingredientes	Composición [%]
Agua	92.42
Modificador reológico	0,72
Agente neutralizante	0,70
Surfactante 1	0,45
Surfactante 2	0,60
Agente fijador	5,00
Preservante	0,04
Agente quelante	0,02
Fragancia toscani	0,05

8.5.1 Preparación de las muestras del gel.

Se disolvió el modificador reológico en la mitad del agua utilizada, luego se mezcló el agente neutralizante hasta su gelificación.

Se disolvió el agente quelante en el agua restante. La solución se dividió en partes iguales para disolver una parte con el preservante y el agente fijador y la otra para diluir el surfactante y la fragancia.

Se procedió a mezclar ambas soluciones sobre la mezcla gelificada.

9. ANÁLISIS Y RESULTADOS

9.1 ACLARACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Para determinar el tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado se aplicó regresión lineal a los comportamientos de las muestras comerciales, resolviendo un sistema de dos ecuaciones por el método de igualación, comparando el comportamiento en un lapso de 90 días.

9.2 EFECTO DE LA LUZ ULTRAVIOLETA EN ENVASES DE CHAMPÚ Y GEL FIJADOR

La luz ultravioleta ocasionó daños en los envases de PVC (policloruro de vinilo), tapas y cintas de etiquetado, como se observa en la figura 9, esto es debido a cambios químicos producidos por la luz, obligando a reetiquetar las muestras. La pérdida de brillo y el cambio de color en los envases es consecuencia de la oxidación y la deshidrocloración en el PVC por el mecanismo de eliminación E1, promovida por una base, como se observa en la figura 10.



Figura 9. Efecto ocasionado en los envases expuestos a la luz ultravioleta.

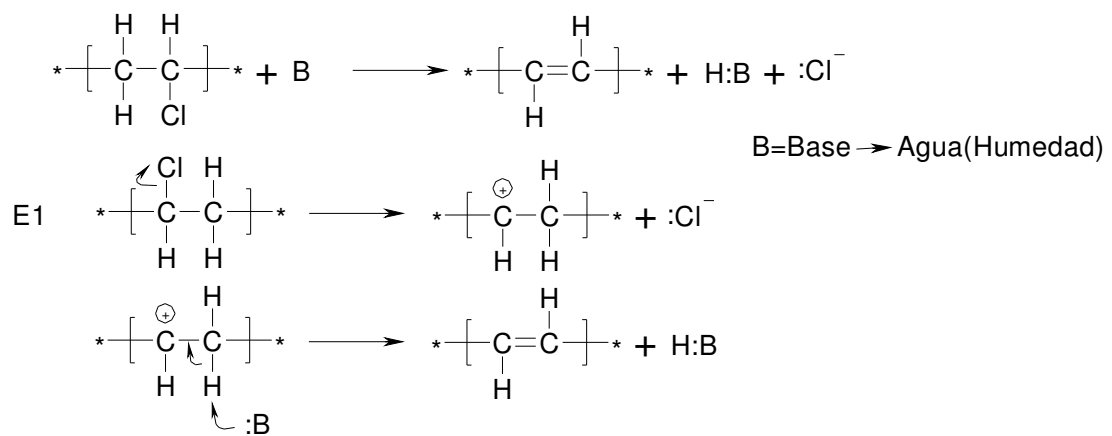


Figura 10. Mecanismo de la deshidrocloración del PVC.

9.3 CAMBIO DEL COLOR EN MUESTRAS DE CHAMPÚ Y GEL

El cambio de color en las muestras al ser sometidas al envejecimiento acelerado térmicamente y por irradiación de la luz ultravioleta obedece a los grupos cromóforos del tipo C=C y C=O pertenecientes a los surfactantes de estudio y al preservante que absorben energía, provocando transiciones electrónicas de un electrón de un orbital pi (π) a un orbital pi antienlazante (π^*). Esto se debe al incremento en la frecuencia de las colisiones intermoleculares dentro del sistema al aumentar la temperatura y a la irradiación de la luz ultravioleta, llevando a estas especies a un estado de energía excitado a través del tiempo, donde absorben a las diferentes longitudes de onda en el espectro visible, menos el amarillo.

9.4 PROPIEDADES ORGANÓLEPTICAS DEL CHAMPÚ

En la tabla 9 se detallan las propiedades organolépticas de la muestra comercial de champú y en la tabla 10 se recopila el comportamiento de las muestras que contenían los cosurfactantes individualmente, a excepción del color a 54 °C que comenzaron a presentar cambios entre los 186 y 223 días, logrando diferenciar el cambio de color al final del tiempo de almacenamiento como se observa en la figura 11.

Al comparar los resultados de la tabla 9 con la 10 se observa que la muestra comercial que contiene los cosurfactantes de estudio es menos estable que el uso de ellos de manera individual.

Aunque la luz ultravioleta no afectó las muestras de una manera significativa si afectó los envases, tapas y cintas de etiquetado.



Figura 11. Comparación de muestras de champú a 54 °C.

Tabla 9. Propiedades organolépticas en el champú comercial durante el tiempo de almacenamiento.

Envejecimiento	Color	Olor	Separación de fase	Textura	Función	Estabilidad de la espuma
4 °C	No cambió	No cambió	No presentó	Espeso	No cambió	No cambió
Tem. amb.	No cambió	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió	No cambió
37 °C	Cambio leve	No cambió	No presentó	Cambio leve	No cambió	No cambió
54 °C	Cambio brusco	Cambio moderado	No presentó	Líquido	No cambió	Disminuyó
UV	Cambio moderado	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió	No cambió

Tabla 10. Propiedades organolépticas en las muestras de champú que contienen los cosurfactantes 1, 2 y 3 individualmente durante el tiempo de almacenamiento.

Envejecimiento	Color	Olor	Separación de fase	Textura	Función	Estabilidad de la espuma
4°C	No cambió	No cambió	No presentó	Espeso	No cambió	No cambió
Tem. Amb.	No cambió	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió	No cambió
37°C	No cambió	No cambió	No presentó	Cambio leve	No cambió	No cambió
54°C		Cambio moderado	No presentó	Cambio moderado	No cambió	Disminuyó
UV	Cambio leve	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió	No cambió

9.5 COMPORTAMIENTO DE LA DENSIDAD EN MUESTRAS DE CHAMPÚ

En las figuras 12, 13, 14 y 15 se observa que la densidad oscila entre $1,010\text{g/cm}^3$ a $1,050\text{g/cm}^3$ aproximadamente, presentando una tendencia a disminuir a través del tiempo independiente del cosurfactante presente en la muestra, cambios que no son relevantes para determinar el tiempo de envejecimiento.

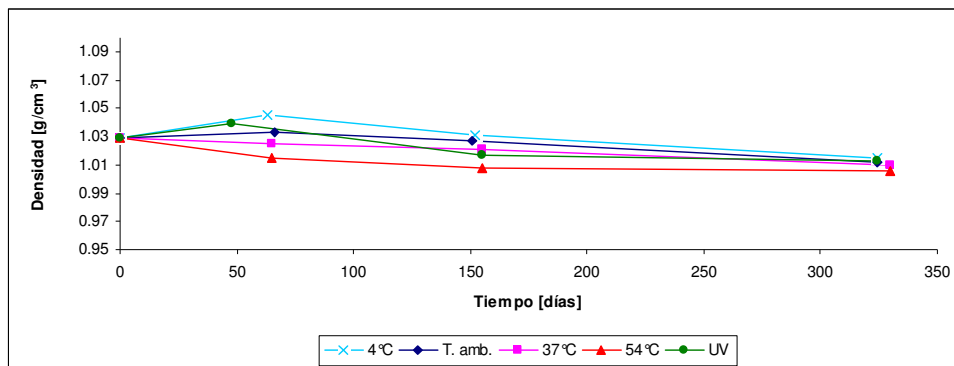


Figura 12. Comportamiento de la densidad en la muestra comercial de champú.

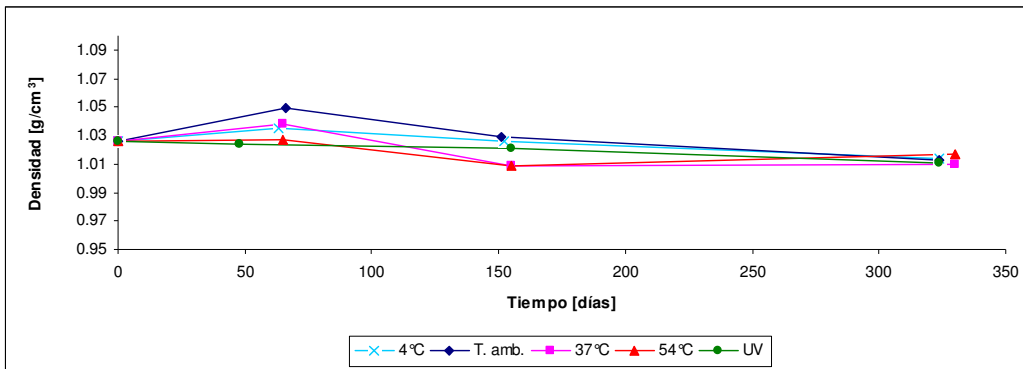


Figura 13. Comportamiento de la densidad en la muestra de champú con el cosurfactante 1.

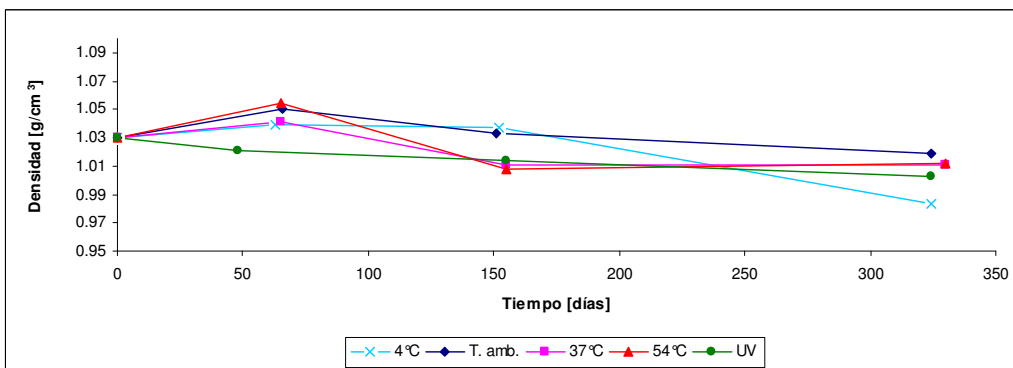


Figura 14. Comportamiento de la densidad en la muestra de champú con el cosurfactante 2.

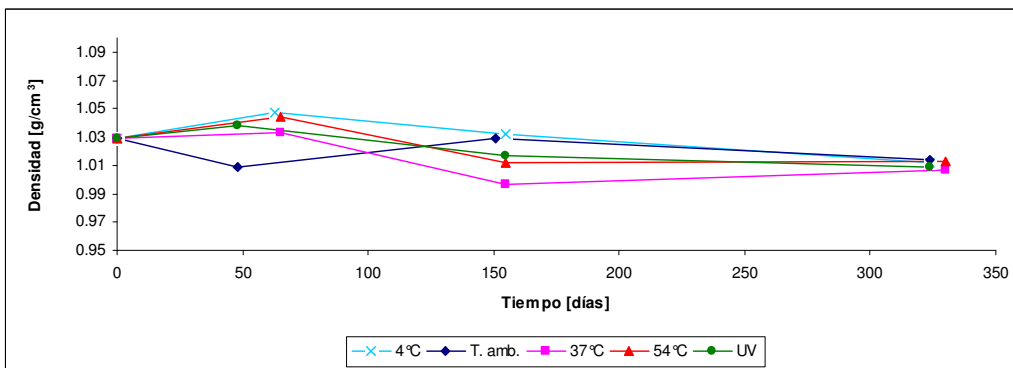


Figura 15. Comportamiento de la densidad en la muestra de champú con el cosurfactante 3.

9.6 COMPORTAMIENTO DE LA VISCOSIDAD EN LAS MUESTRAS DE CHAMPÚ

En las figuras 16, 18 y 19 se observa que las muestras sometidas al efecto de la luz ultravioleta presentan cambios en su viscosidad, resultando de esta manera comprometida la calidad del producto si este es expuesto (en venta) a la radiación solar.

Al comparar las figuras 17, 18 y 19 se observa que el cosurfactante 3 presenta mayor viscosidad durante su envejecimiento con respecto a los otros dos cosurfactantes, en un tiempo de 333 días, indicando que el derivado de la dietanolamida del ácido graso de coco es un cosurfactante adecuado para incrementar la viscosidad en el champú. La adición del cosurfactante 1 y 2 en el champú comercial tiene la función de controlar la capacidad detergente del cosurfactante 3 y del principio activo sobre el cuero cabelludo, pero a su vez disminuyen la viscosidad en el champú al comparar los resultados obtenidos de la figura 16 con respecto a la figura 17, 18 y 19.

En la figura 16 se estudia el comportamiento de la muestra comercial sometida a temperatura ambiente, 37°C, 54°C y luz ultravioleta observándose una disminución en la viscosidad a través del tiempo, en la tabla 11 se muestra el tiempo de envejecimiento comparado a 90 días indicando que el envejecimiento acelerado a 54°C suministra mayor información en un tiempo menor con respecto al de 37°C y ultravioleta.

Al momento de preparar el producto, las muestras presentan una viscosidad inicial debido a las fuerzas de atracción intermolecular que impiden el movimiento entre las moléculas y por ende el flujo de la sustancia es inhibido. A medida que las muestras se someten a temperaturas elevadas a través del tiempo, aumenta la energía translacional permitiendo que estas atracciones intermoleculares se tornen débiles y las moléculas vibren más fácilmente, aumentando el flujo de la

sustancia en el sistema, lo cual disminuye su viscosidad en la emulsión.

Según CONSUMER, la viscosidad de un champú no debe ser inferior a 2500cP, al correlacionar este valor con la ecuación de 54°C y temperatura ambiente en la tabla 11, el tiempo de vida útil del champú es de 748 días, no por ello el producto se consideró como un “PRODUCTO DAÑADO”, por que su capacidad de actuar sobre el cabello se mantuvo.

Tabla 11. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en muestra comercial de champú usando el método de la viscosidad.

Temperatura	Ecuación	Tiempo de envejecimiento a temperatura ambiente
T. amb.(referencia)	$y = -5.3595x + 6506.5$	90 días
37°C	$y = -18.105x + 6383.6$	327 días
54°C	$y = -20.421x + 6336.8$	375 días
UV	$y = -10.742x + 6454.2$	191 días

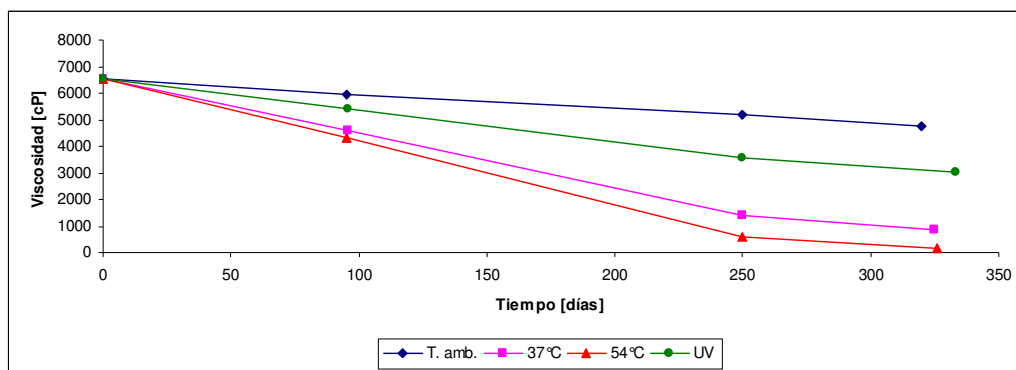


Figura 16. Comportamiento de la viscosidad en la muestra comercial de champú.

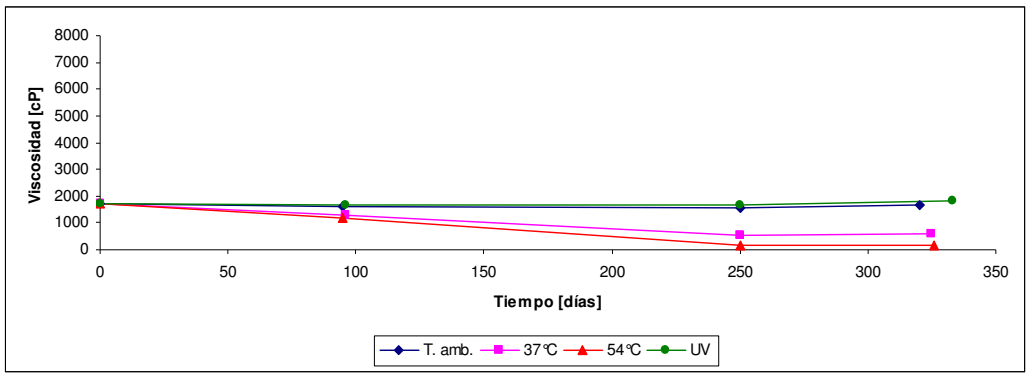


Figura 17. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de champú con el cosurfactante 1.

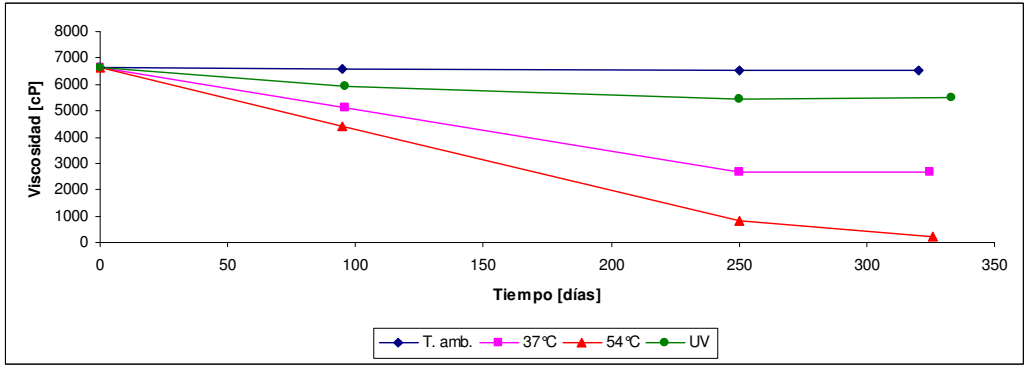


Figura 18. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de champú con el cosurfactante 2.

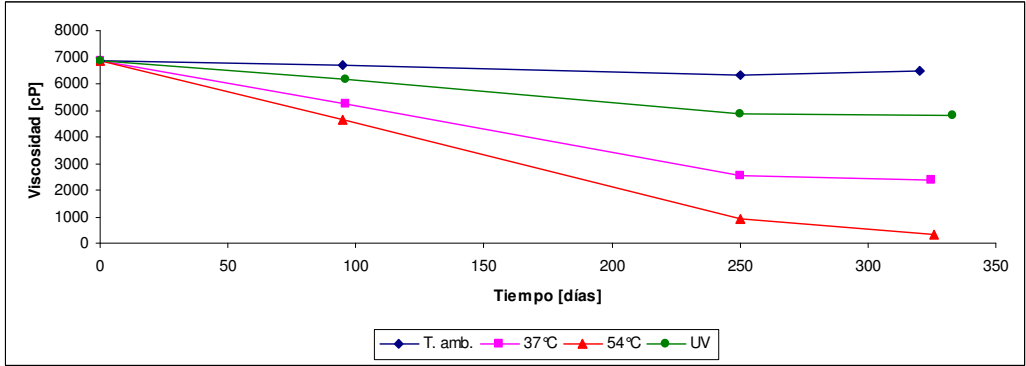


Figura 19. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de champú con el cosurfactante 3.

9.7 COMPORTAMIENTO DE LA CONDUCTIVIDAD EN LAS MUESTRAS DE CHAMPÚ

En las figuras 20, 21, 22 y 23 se observa un incremento de la conductividad en las diferentes emulsiones durante su almacenamiento y esta es directamente proporcional al aumento de la temperatura y al tiempo de irradiación con la luz ultravioleta. Los cambios registrados del flujo iónico son el resultado de la disociación de las sustancias en la emulsión. Se sugiere que la emulsión al ser sometida a la irradiación de la luz ultravioleta o por el aumento de la temperatura, disminuyen las fuerzas de atracción entre las moléculas, aumentando la frecuencia de las colisiones intermoleculares, esto forma grupos más pequeños, incrementando así el número de portadores de carga, y por lo tanto, el aumento en la conductividad.

En la figura 20 no se observan alteraciones que indiquen inestabilidad en la emulsión permitiendo estudiar el envejecimiento natural respecto al acelerado de las muestras sometidas a 4°C, 37°C, 54°C, ultravioleta y temperatura ambiente descrito en la tabla 12, este comportamiento junto con el tiempo de vida útil del producto determinado en el numeral 9.2 y las propiedades organolépticas servirán como referencia para control de calidad en lotes de fabricación donde un comportamiento por encima de la curva podría indicar coalescencia en la emulsión y por debajo de ella agregación.

Tabla 12. Equivalencia del tiempo de envejecimiento natural respecto al acelerado en muestra comercial de champú usando el método de la conductividad.

Temperatura	Ecuación	Tiempo de envejecimiento a temperatura ambiente
T. amb.(referencia)	$y = 0.0145x + 9.2674$	90 días
4°C	$y = 0.0147x + 9.1211$	82 días
37°C	$y = 0.019x + 9.8764$	160 días
54°C	$y = 0.0258x + 10.316$	233 días
UV	$y = 0.0188x + 9.8886$	160 días

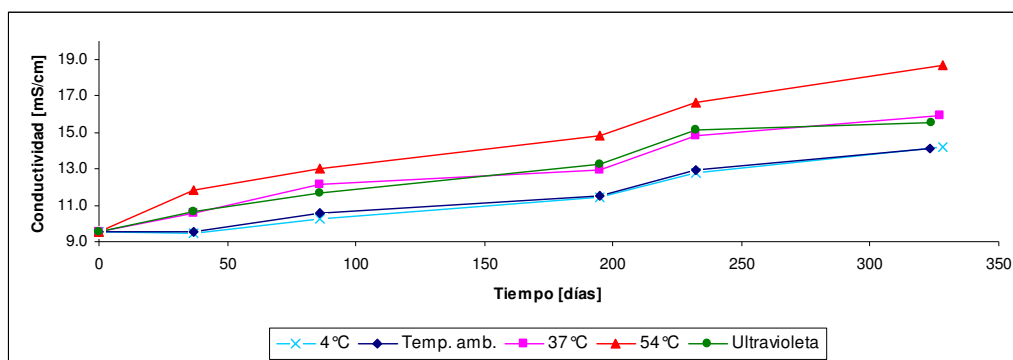


Figura 20. Comportamiento de la conductividad en la muestra comercial de champú.

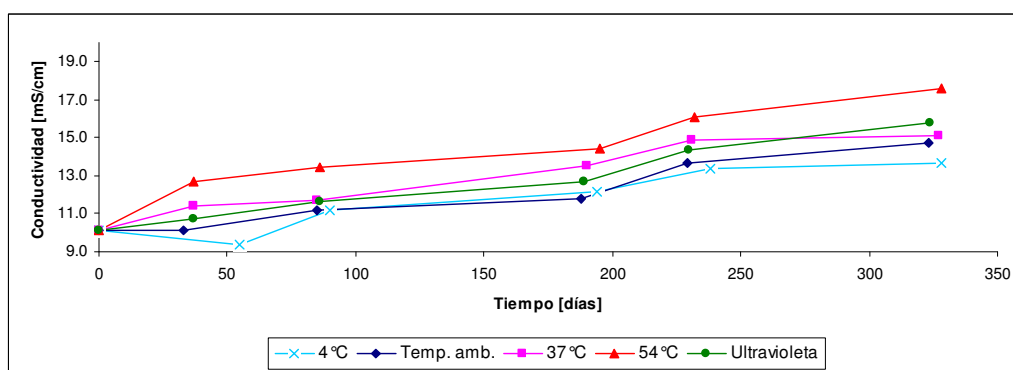


Figura 21. Comportamiento de la conductividad en la muestra de champú con el cosurfactante 1.

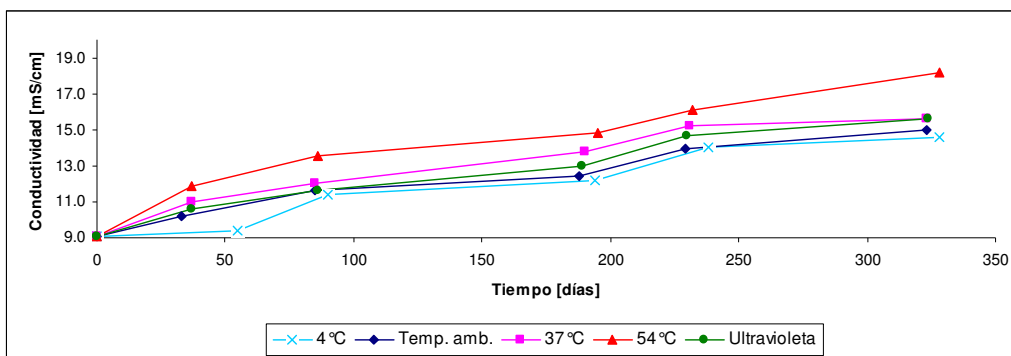


Figura 22. Comportamiento de la conductividad en la muestra de champú con el cosurfactante 2.

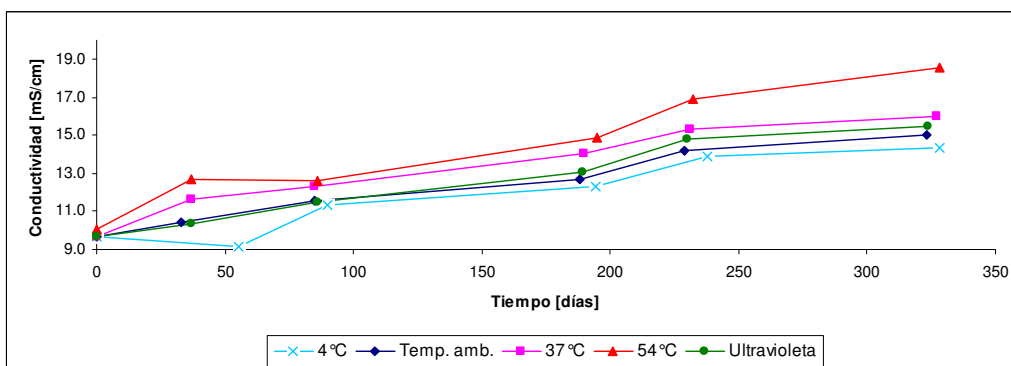


Figura 23. Comportamiento de la conductividad en la muestra de champú con el cosurfactante 3.

9.8 COMPORTAMIENTO DEL pH EN MUESTRAS DE CHAMPÚ

En la tabla 13 se observa que el pH de las muestras se mantiene constante durante su almacenamiento, indicando que no se presentaron reacciones químicas relevantes que muestren una mayor actividad de los grupos de iones hidronio (H_3O^+) o hidroxilo (OH^-), o la inestabilidad de algún componente que haga cambiar el pH de la emulsión.

Tabla 13. pH de las muestras de champú durante el tiempo de almacenamiento.

Tipo de preparación	4°C	T. amb.	37°C	54°C	UV
Muestra con el cosurfactante 1	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5
Muestra con el cosurfactante 2	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
Muestra con el cosurfactante 3	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
Muestra comercial	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5

9.9 ANÁLISIS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA EN MUESTRAS DE CHAMPÚ

Para el estudio del envejecimiento se asignaron las bandas de tensión de C=O ($\nu_{C=O}$, 1639cm^{-1}) y de flexión asimétrica del grupo SO_4^- ($\nu_{-\text{SO}_4^-}$, 1216cm^{-1}) en el infrarrojo como se muestra en la figura 25 siendo los grupos funcionales del principio activo y de los cosurfactantes que son caso de estudio para la estabilidad de la emulsión.

En las figuras 26 y 27 se observa un incremento y ensanchamiento en la banda de tensión de grupos carbonilos ($\nu_{C=O}$, 1639cm^{-1}), debido al reordenamiento y a la oxidación que sufren los alcoholes primarios (R-OH) de los cosurfactantes a su respectiva formación C=O durante el almacenamiento, esto ocurre por radicales libres, como resultado de la disociación de enlaces de los cosurfactantes 2 y 3 al exponerse a la luz o a la temperatura como etapa iniciadora, y posterior reacción con el oxígeno del aire para su propagación como se muestra en la figura 24, identificándose la banda de tensión de la función aldehído en 1717cm^{-1} , siendo mayor la intensidad en las muestras sometidas a 54°C .

El intenso color amarillo en las emulsiones que contenían los cosurfactantes 2 y 3 respecto al color amarillo de la formulación que contenía el cosurfactante 1, como se observa en la figura 11, corresponde al incremento de grupos cromóforos del tipo C=O que refuerzan el color, y es atribuido a la transición electrónica que sufren estos grupos por la absorción de energía, al ser sometidos a la irradiación

de la luz ultravioleta o el aumento de la temperatura, que provocan un desplazamiento de la absorción hacía regiones de longitudes de onda más largas.

El cambio de grupos C=O respecto a los grupos SO_4^- , como se observa en la figura 26, permitió correlacionar las áreas de las bandas de los grupos funcionales mostrando este comportamiento en la figura 31, permitiendo determinar el envejecimiento de las emulsiones mostrado en la tabla 14. De igual manera en las figuras 28, 29 y 30 se observa el incremento en la banda de absorción de los grupos carbonilos, convirtiéndose en un factor común en las muestras de champú.

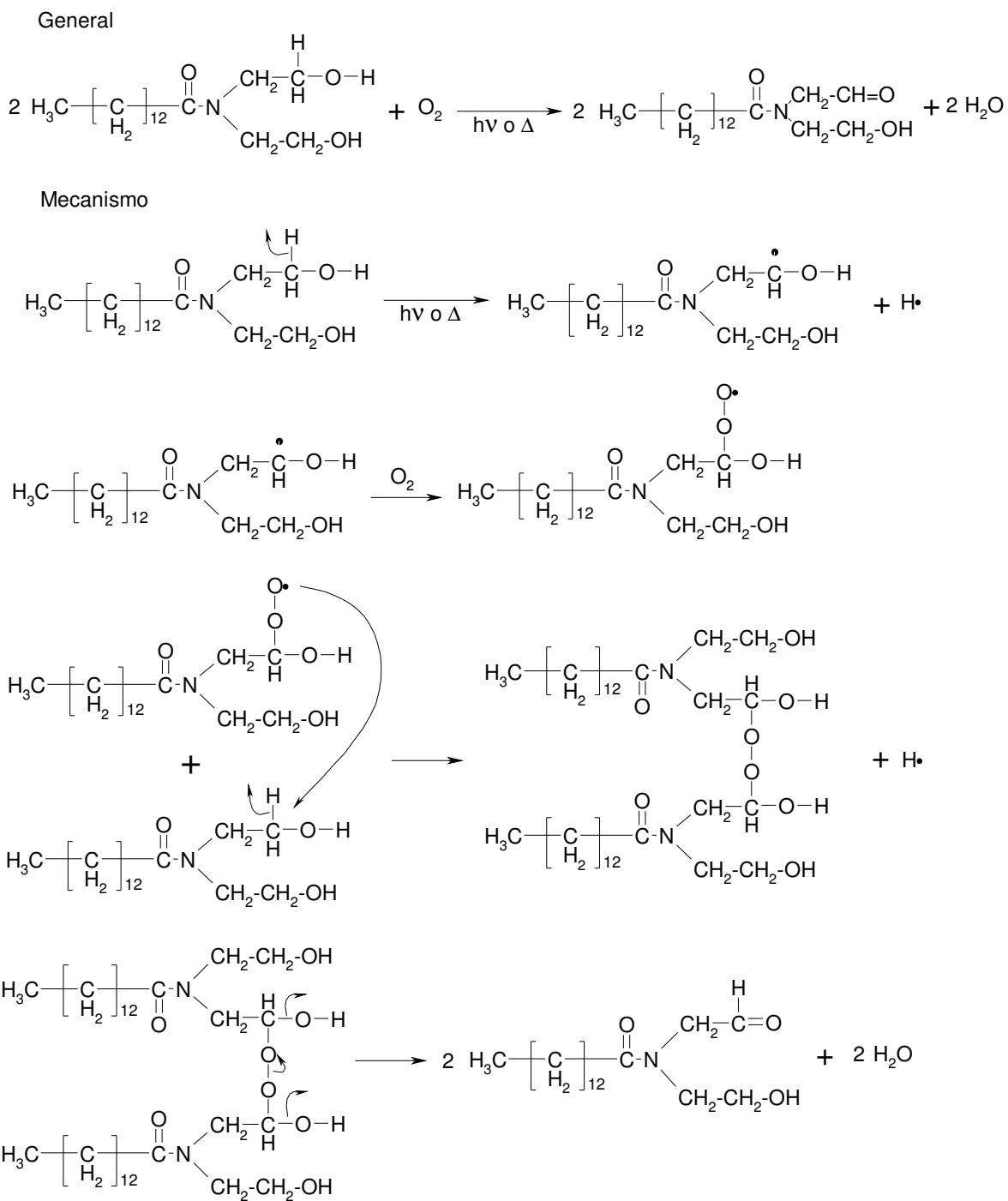


Figura 24. Propuesta del mecanismo de oxidación del alcohol a aldehído en el cosurfactante 2 y 3.

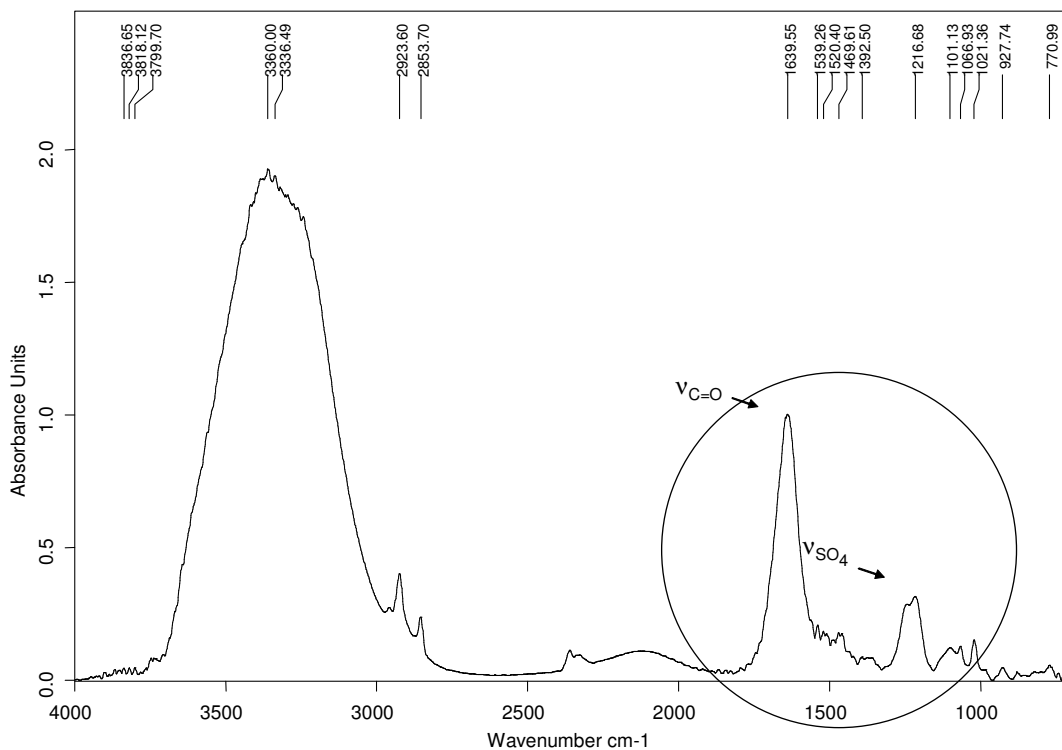


Figura 25. Espectro en el infrarrojo del champú comercial a temperatura ambiente a 0 días.

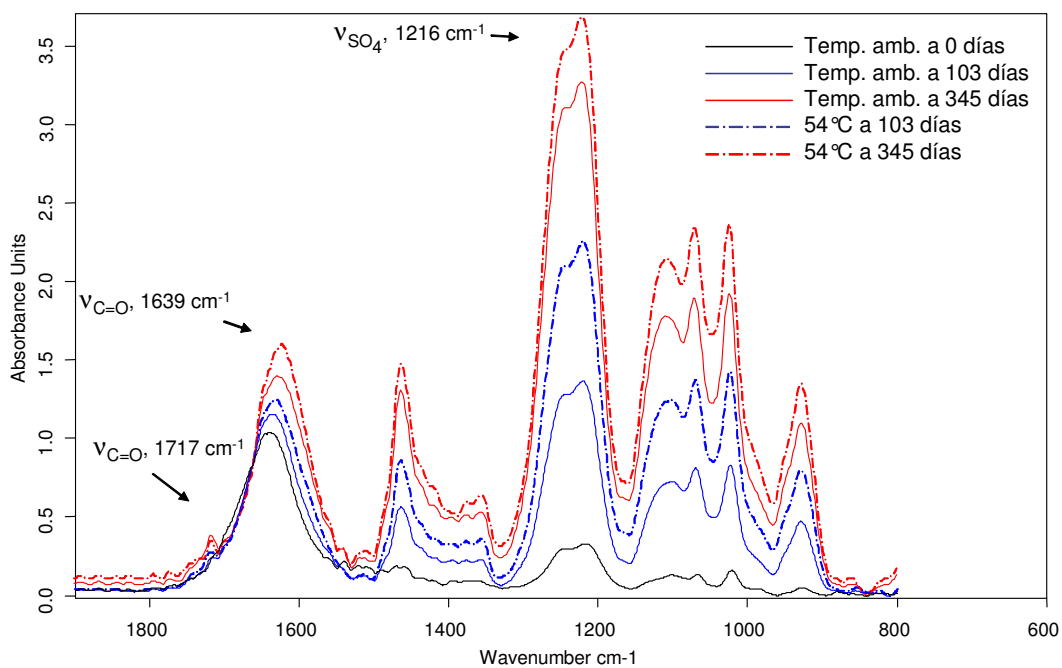


Figura 26. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú comercial a temperatura ambiente y 54 °C.

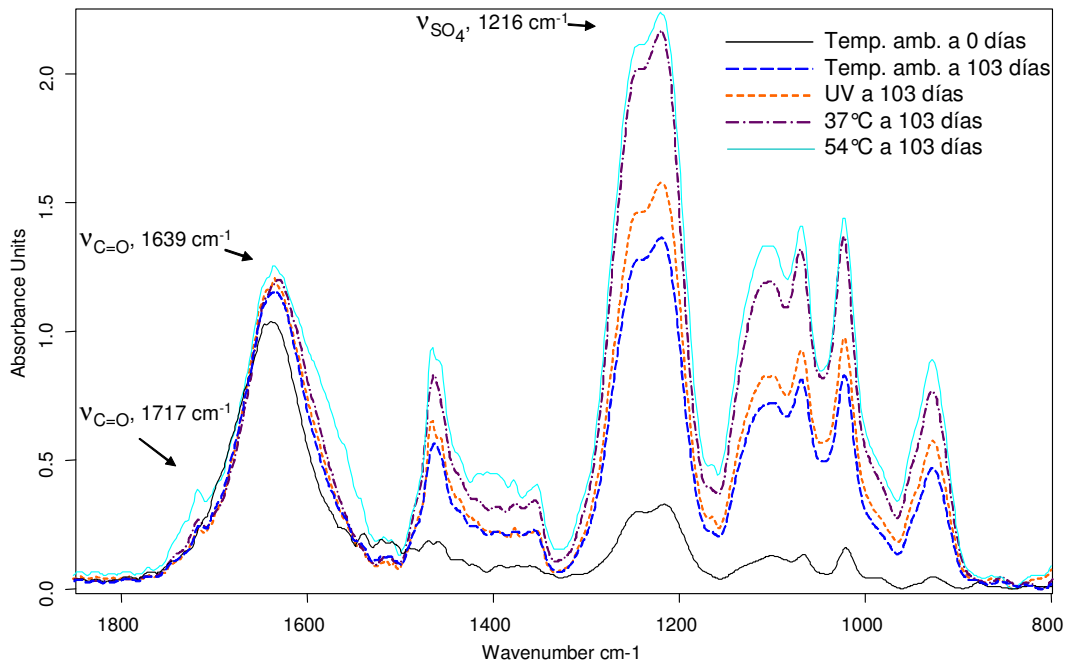


Figura 27. Comparación de espectros en el infrarrojo a 103 días del champú comercial.

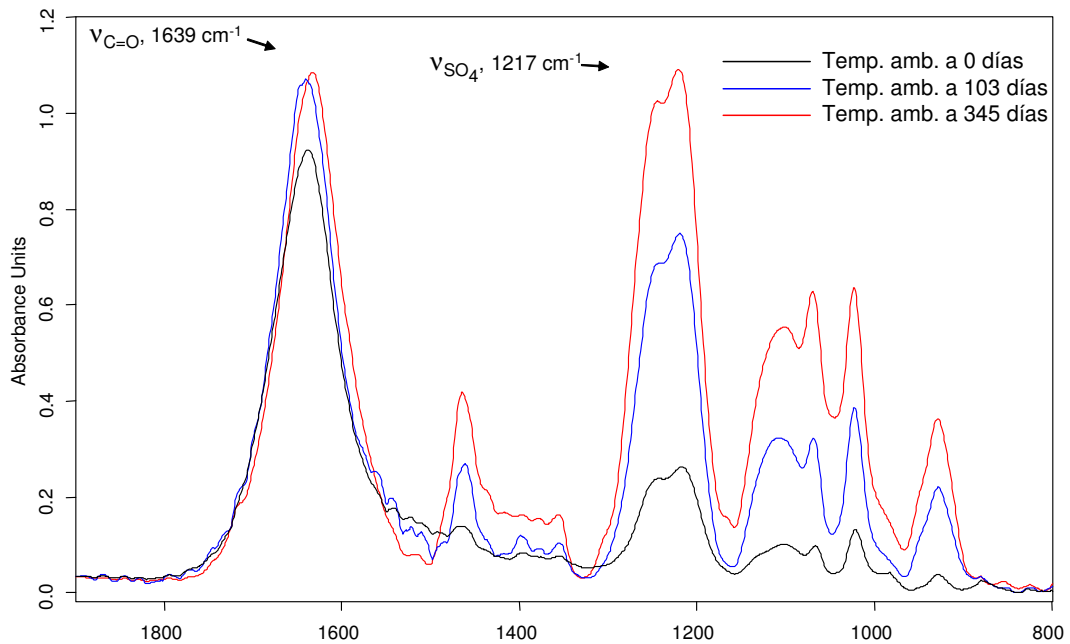


Figura 28. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú con el cosurfactante 1.

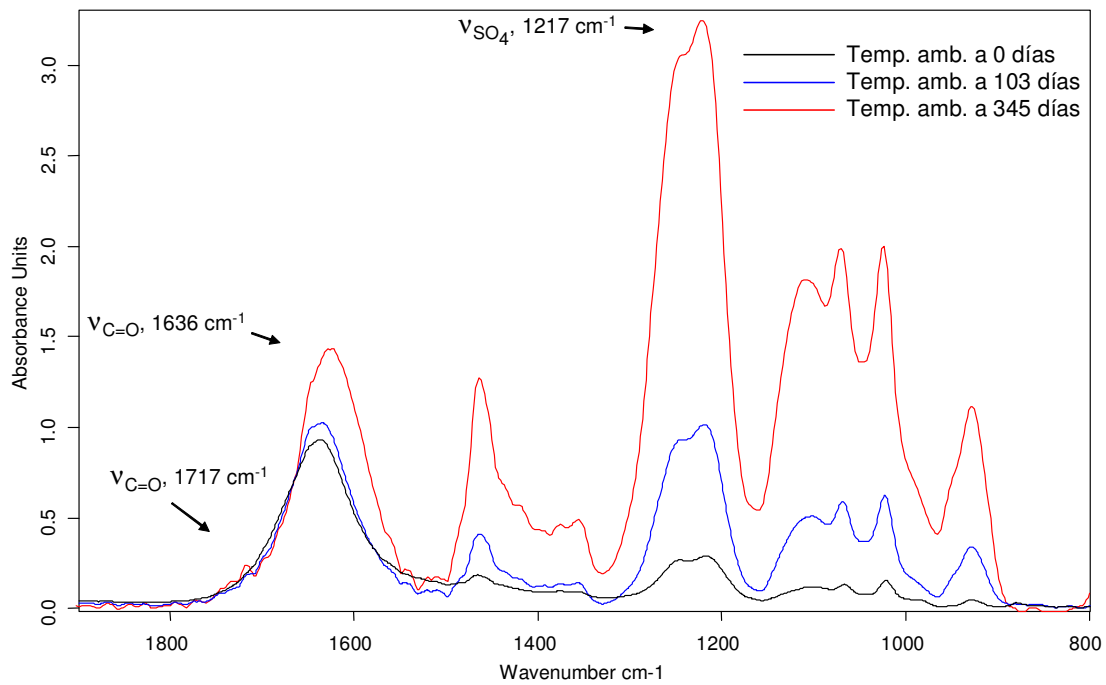


Figura 29. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú con el cosurfactante 2.

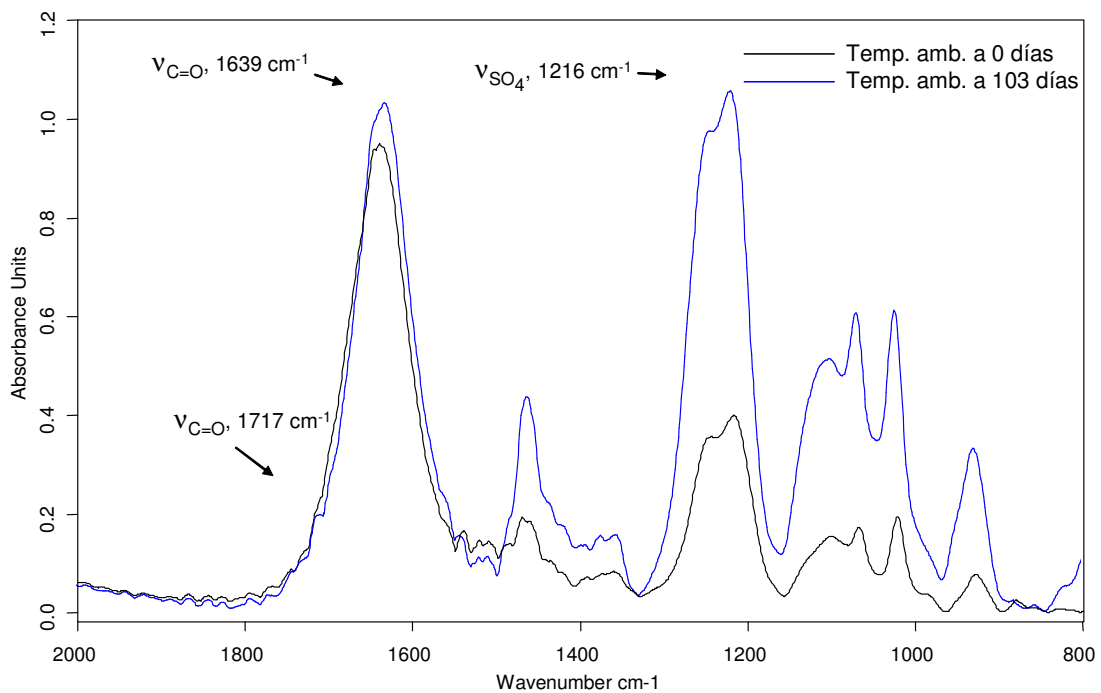


Figura 30. Comparación de espectros en el infrarrojo del champú con el cosurfactante 3.

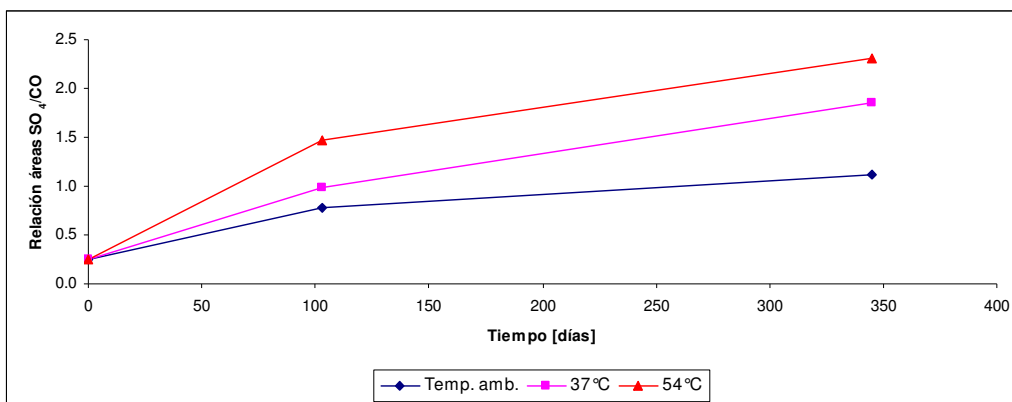


Figura 31. Correlación de áreas de la absorción de los grupos sulfatos y carbonilos en el infrarrojo en la muestra del champú comercial.

Tabla 14. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en muestra comercial de champú usando la espectroscopia infrarroja.

Temperatura	Ecuación	Tiempo de envejecimiento a temperatura ambiente
T. amb.(referencia)	$y = 0.0023x + 0.367$	90 días
37°C	$y = 0.0044x + 0.3605$	170 días
54°C	$y = 0.0055x + 0.5186$	282 días

9.10 PROPIEDADES ORGANÓLEPTICAS DEL GEL

En la tabla 15 se detallan las propiedades organolépticas de la muestra comercial y en la tabla 16 se detallan la recopilación de las propiedades de las muestras que contenían los surfactantes individualmente durante el tiempo de almacenamiento. La muestra comercial y las muestras que contenían los surfactantes individuales sometidas a 54°C comenzaron a presentar cambios en el color a los 155 días y 103 días respectivamente.

Durante el tiempo de estudio la muestra comercial fue más cristalina que las muestras que contenían los surfactantes individualmente, a su vez, la cristalinidad del surfactante 1 se vio más afectada que en el surfactante 2 durante el almacenamiento.

Según la tabla 15 y 16 se observa que la luz ultravioleta afectó no solo los envases, las tapas y cintas de etiquetado, sino que ocasionó cambios en el color y pérdida de la fragancia en los productos, indicando una sensibilidad a la radiación de la luz solar como se observa en la figura 32.

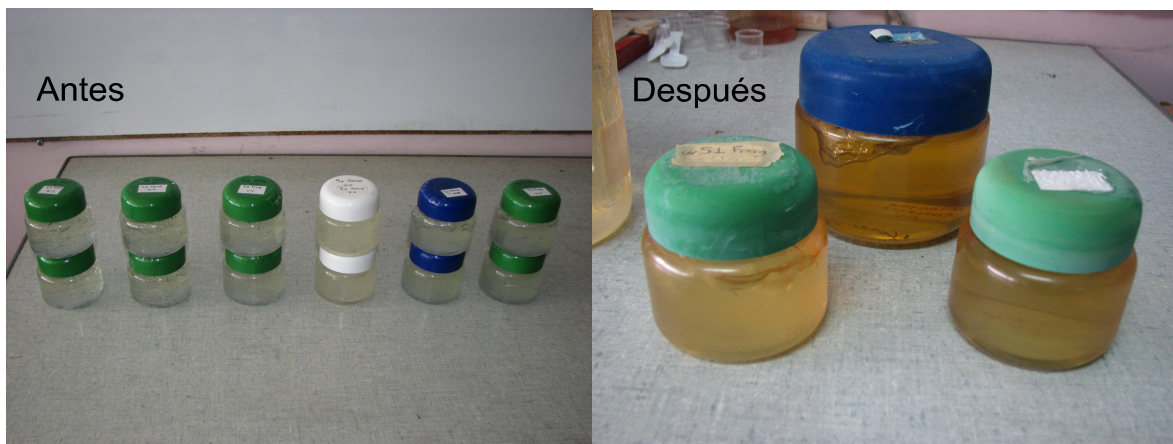


Figura 32. Efecto de la luz ultravioleta en las muestras de gel.

Tabla 15. Propiedades organolépticas en el gel comercial durante el tiempo de almacenamiento.

Envejecimiento	Color	Olor	Separación de fase	Textura	Fijación
4°C	No cambió	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió
Tem. amb.	No cambió	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió
37°C	Cambio leve	No cambió	No presentó	Cambio leve	No cambió
54°C	Cambio moderado	Cambio moderado	No presentó	Cambio moderado	No cambió
UV	Cambio moderado	Cambio leve	No presentó	No cambió	No cambió

Tabla 16. Recopilación de las propiedades organolépticas en las muestras de gel que contienen los surfactantes 1 y 2 individualmente durante el tiempo de almacenamiento.

Envejecimiento	Color surf. 1	Color surf. 2	Olor	Separación de fase	Textura	Fijación
4°C	No cambió	No cambió	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió
Tem. Amb.	No cambió	No cambió	No cambió	No presentó	No cambió	No cambió
37°C	Cambio leve	Cambio leve	No cambió	No presentó	Cambio leve	No cambió
54°C	Cambio brusco	Cambio moderado	Cambio brusco	No presentó	Cambio moderado	No cambió
UV	Cambio brusco	Cambio moderado	Cambio leve	No presentó	No cambió	No cambió

9.11 COMPORTAMIENTO DE LA DENSIDAD EN MUESTRAS DE GEL

En las muestras de gel se observa una tendencia a disminuir la densidad a través del tiempo independiente del surfactante presente en la muestra. En las figuras 33, 34 y 35 se observa que la densidad oscila entre $0,985\text{g/cm}^3$ a $1,015\text{g/cm}^3$, cambios que no son relevantes para el estudio del envejecimiento.

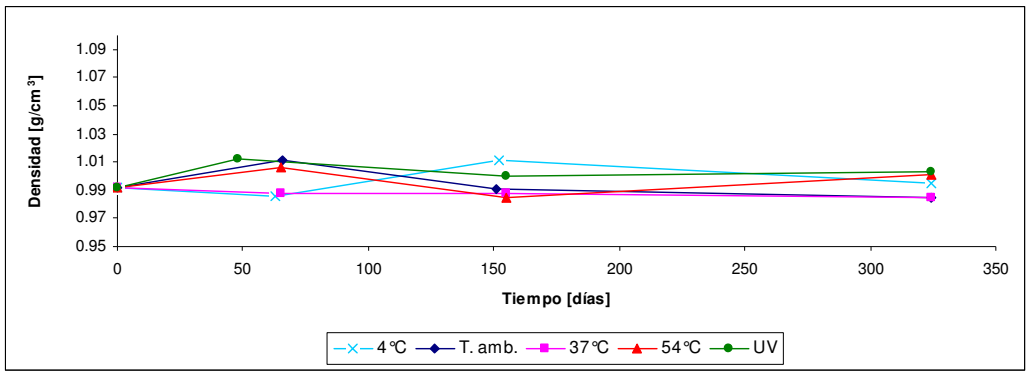


Figura 33. Comportamiento de la densidad en la muestra comercial de gel.

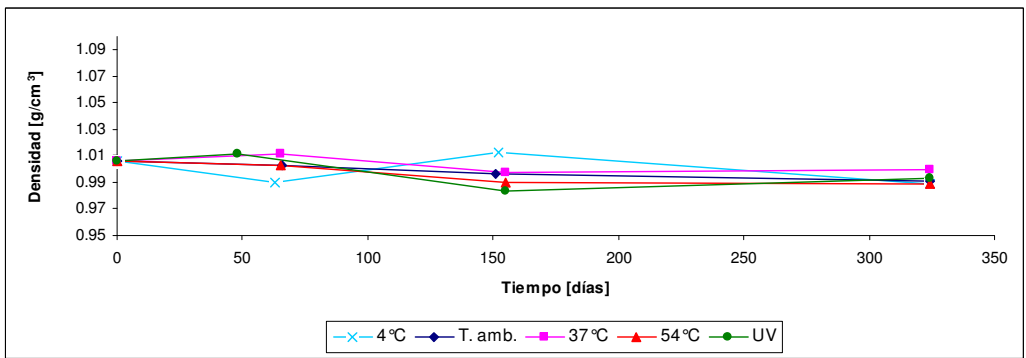


Figura 34. Comportamiento de la densidad en la muestra de gel con el surfactante 1.

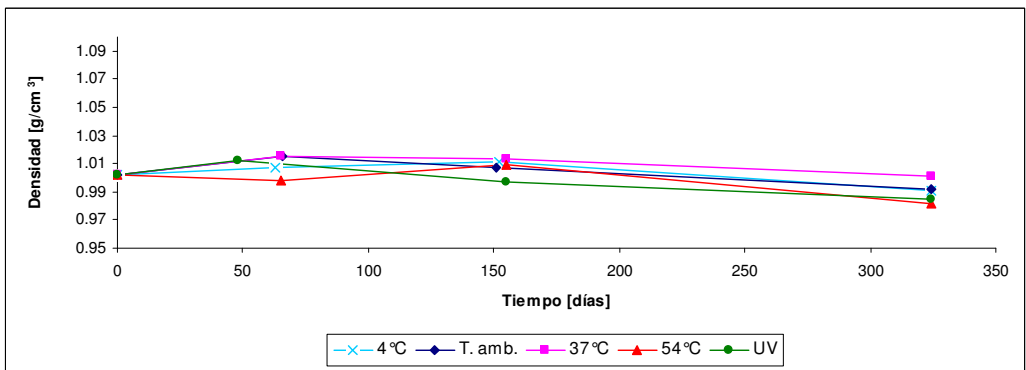


Figura 35. Comportamiento de la densidad en la muestra de gel con el surfactante 2.

9.12 COMPORTAMIENTO DE LA VISCOSIDAD EN LAS MUESTRAS DE GEL

En las figuras 36, 37 y 38 se observa una disminución en la viscosidad a través del tiempo al ser sometidas a temperatura ambiente, 37 °C, 54 °C y luz ultravioleta. El alto valor en la viscosidad corresponde a las cadenas largas del polímero que permiten que se enreden unas entre otras. Inicialmente las emulsiones presentan una viscosidad donde sus fuerzas de atracción intermolecular impiden el movimiento entre las moléculas y por ende el flujo de la sustancia se restringe. A través del tiempo estas atracciones intermoleculares se debilitan al absorber energía, incrementando la energía transnacional, facilitando el flujo de las emulsiones en el gel.

Estos comportamientos permiten estudiar el envejecimiento natural respecto al acelerado de las muestras, presentando la equivalencia del tiempo de envejecimiento en un lapso de 90 días en la tabla 17.

Aunque la muestra que contiene el surfactante 1 presenta la mayor viscosidad de las emulsiones, la muestra comercial es la menos susceptible a las diferentes condiciones de estudio.

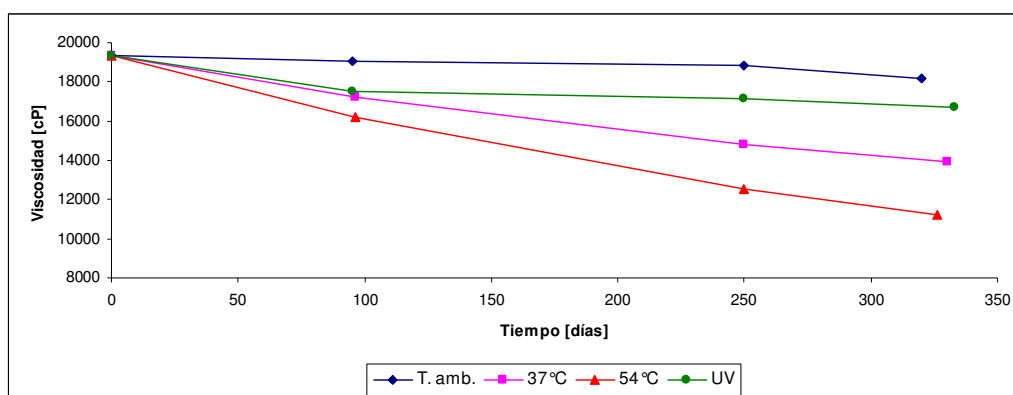


Figura 36. Comportamiento de la viscosidad en la muestra comercial de gel.

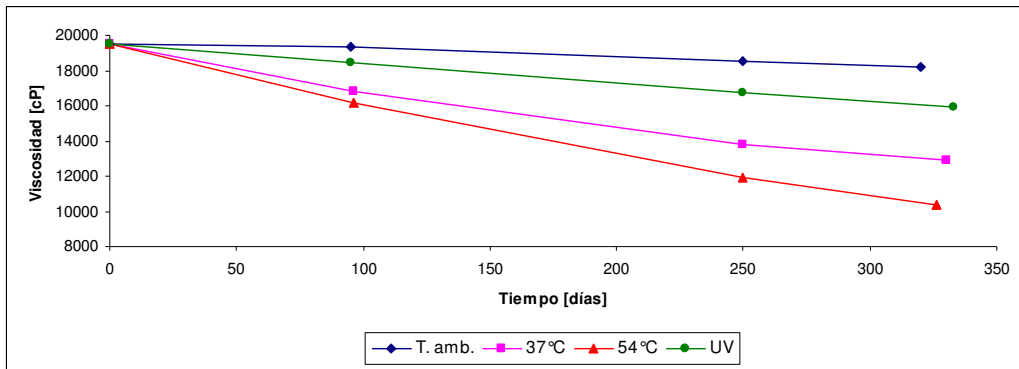


Figura 37. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de gel con el surfactante 1.

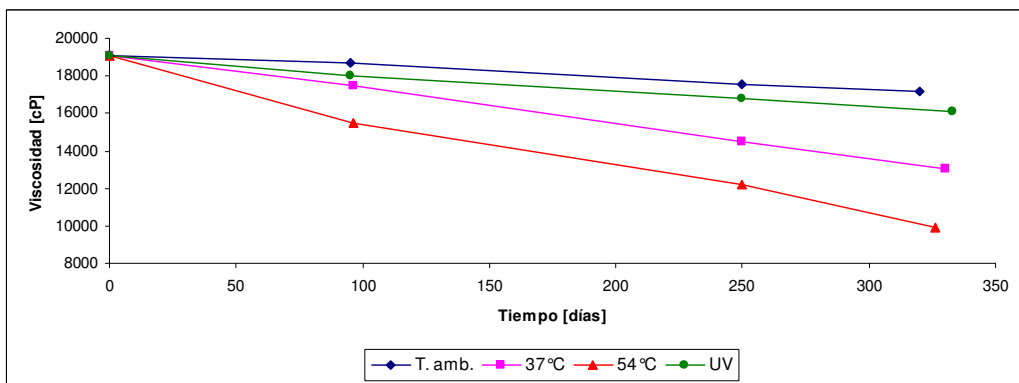


Figura 38. Comportamiento de la viscosidad en la muestra de gel con el cosurfactante 2.

Tabla 17. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en muestra comercial de gel usando el método de la viscosidad.

Temperatura	Ecuación	Tiempo de envejecimiento a temperatura ambiente
T. amb.(referencia)	$y = -3.1329x + 19371$	90 días
37°C	$y = -16.418x + 19080$	565 días
54°C	$y = -24.78x + 18992$	833 días
UV	$y = -6.9991x + 18870$	361 días

9.13 COMPORTAMIENTO DE LA CONDUCTIVIDAD EN MUESTRAS DE GEL

En las figuras 39, 40 y 41 se observa un incremento en la conductividad de las diferentes emulsiones, indicando que a mayor temperatura mayor es su conductividad, mostrando en este comportamiento la disociación de las sustancias a través del tiempo, esto ocurre entre el vehículo, el modificador reológico y el neutralizante, debido a la disminución de las fuerzas de cohesión entre las moléculas que los forman, aumentando así la frecuencia de las colisiones intermoleculares que generan grupos más pequeños portadores de carga.

Al comparar las figuras, la muestra comercial presenta mayor estabilidad que las emulsiones que contienen solo un surfactante, esto indica que para mejorar la estabilidad en el gel es conveniente la mezcla de los surfactantes 1 y 2.

En la tabla 18 se muestra el tiempo de envejecimiento de la muestra comercial en un lapso de 90 días.

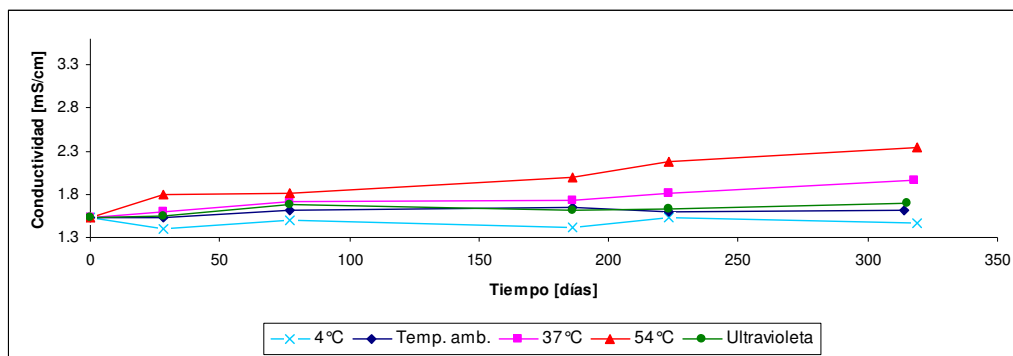


Figura 39. Comportamiento de la conductividad en la muestra comercial de gel.

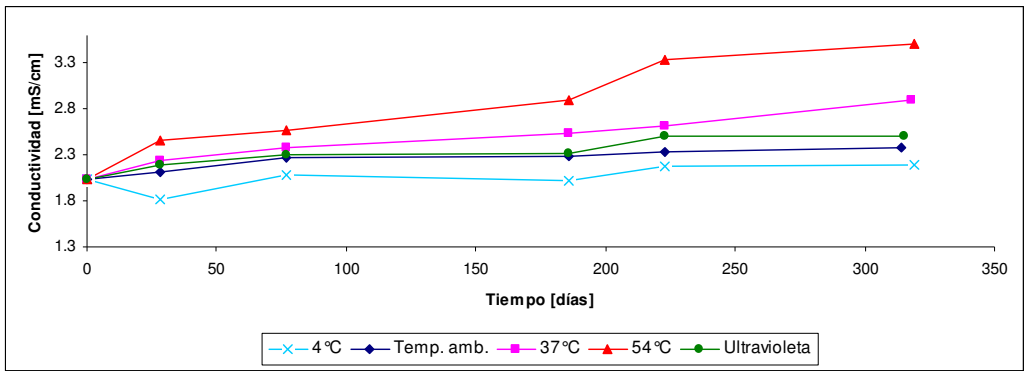


Figura 40. Comportamiento de la conductividad en la muestra de gel con el surfactante 1.

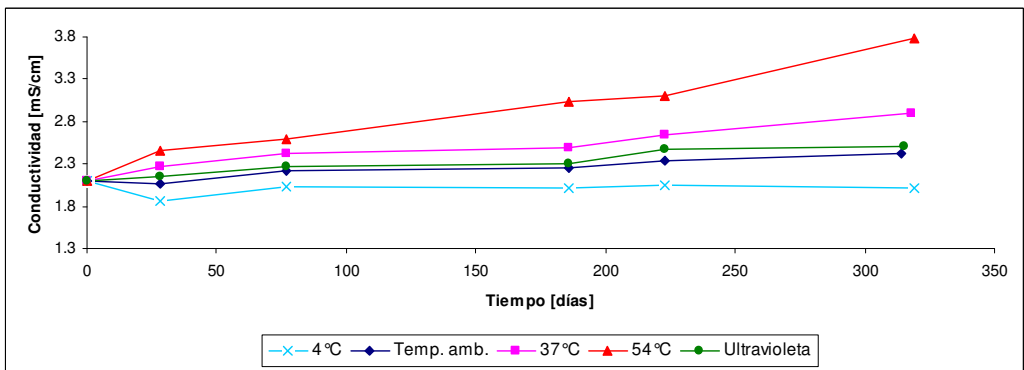


Figura 41. Comportamiento de la conductividad en la muestra de gel con el surfactante 2.

Tabla 18. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en la muestra comercial de gel usando el método de la conductividad.

Temperatura	Ecuación	Tiempo de envejecimiento a temperatura ambiente
T. amb.(referencia)	$y = 0.0003x + 1.5470$	90 días
37°C	$y = 0.0012x + 1.5541$	384 días
54°C	$y = 0.0023x + 1.6185$	929 días
UV	$y = 0.0004x + 1.5576$	156 días

9.14 COMPORTAMIENTO DEL pH EN MUESTRAS DE GEL

En la tabla 19 se observa que el pH de las emulsiones se mantiene constante durante su almacenamiento, indicando que no se presentaron reacciones químicas relevantes que muestren una mayor actividad de los grupos de iones hidronio (H_3O^+) o hidroxilo (OH^-), o la inestabilidad de algún componente para cambiar el pH de la emulsión.

Tabla 19. pH de las muestras de gel durante el tiempo de almacenamiento.

Tipo de preparación	4 °C	T. amb.	37 °C	54 °C	UV
Muestra con el surfactante 1	6,0	6,5	6,5	6,0	6,0
Muestra con el surfactante 2	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
Muestra comercial	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0

9.15 ANÁLISIS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA EN MUESTRAS DE GEL

Se asignaron las bandas de tensión del grupo C=O ($\nu_{C=O}$, 1643cm^{-1}) y de vibración de tensión del OH (ν_{OH} , 3358cm^{-1}) en el infrarrojo para el estudio del envejecimiento, siendo los grupos funcionales del modificador reológico, el agente fijador y de los surfactantes que son caso de estudio para la estabilidad de la emulsión.

En las figuras 42, 43, 44 y 45 se detecta en el infrarrojo el cambio que sufren las muestras a través del tiempo al ser sometidas a temperaturas de 37 °C, 54 °C, temperatura ambiente y luz ultravioleta, donde se observa un incremento y ensanchamiento en la banda de tensión de los grupos carbonilos ($\nu_{C=O}$, 1643cm^{-1}), debido a la reorganización de las especies en el sistema que favorece la mayor disponibilidad de estos grupos al absorber en el infrarrojo, y a la posible oxidación de los alcoholes de los surfactantes a su respectiva cetona o aldehído por la formación de radicales libres, propagado por el oxígeno molecular del aire.

En la figura 46 se observa la correlación de las áreas de los grupos C=O respecto a los OH permitiendo medir el envejecimiento de las emulsiones en la tabla 20.

En los espectros no se observa la formación de nuevas bandas que indiquen la presencia de especies químicas diferentes a los componentes que conforman el gel. Aunque en el producto se presentaron cambios físicos en su color y fragancia, químicamente es confiable.

Al relacionar la información obtenida del tiempo donde comenzaron los cambios organolépticos de la muestra comercial con las ecuaciones a 54°C y temperatura ambiente de la tabla 18, se estima un tiempo de vida útil de 1426 días, alcanzando una viscosidad de 14.904cP.

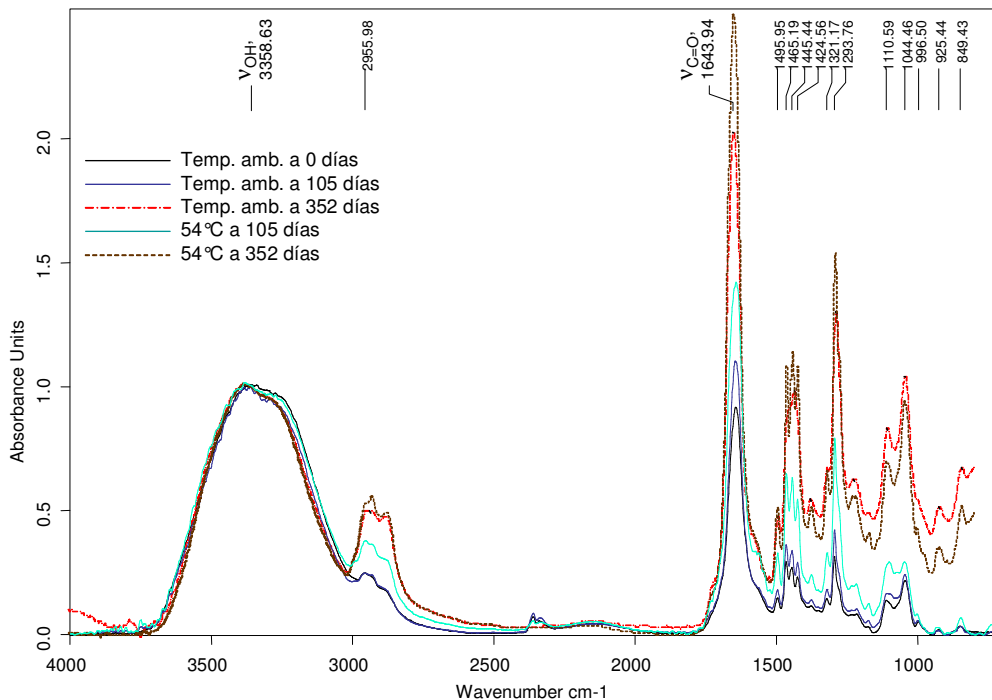


Figura 42. Comparación de espectros en el infrarrojo a temperatura ambiente y 54°C de las muestras comerciales de gel.

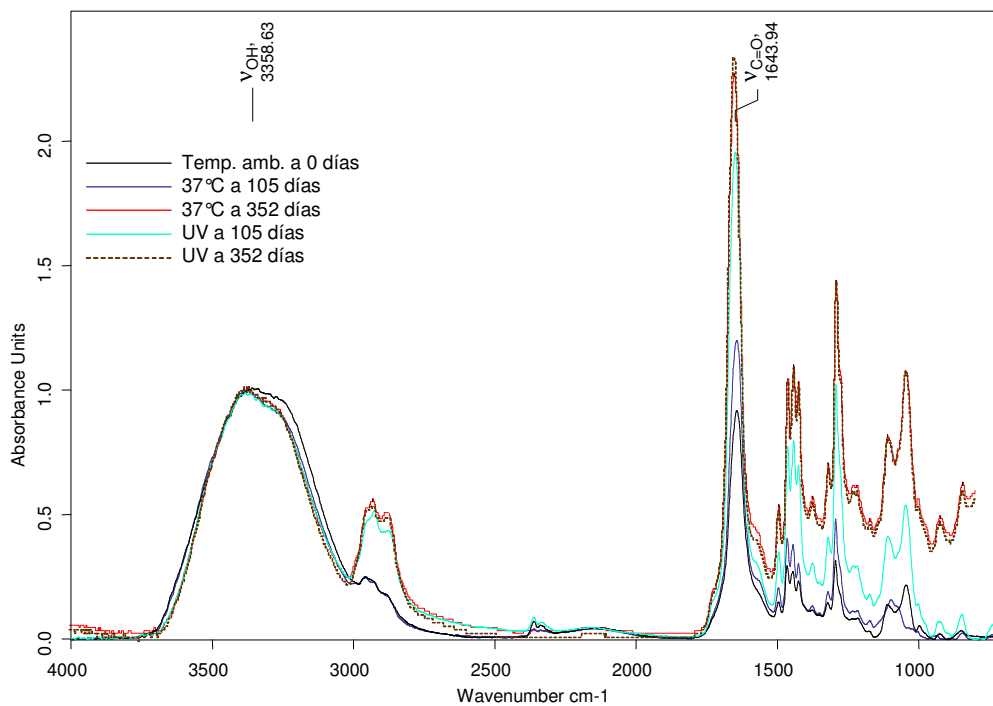


Figura 43. Comparación de espectros en el infrarrojo a 37°C y UV de la muestra comercial de gel.

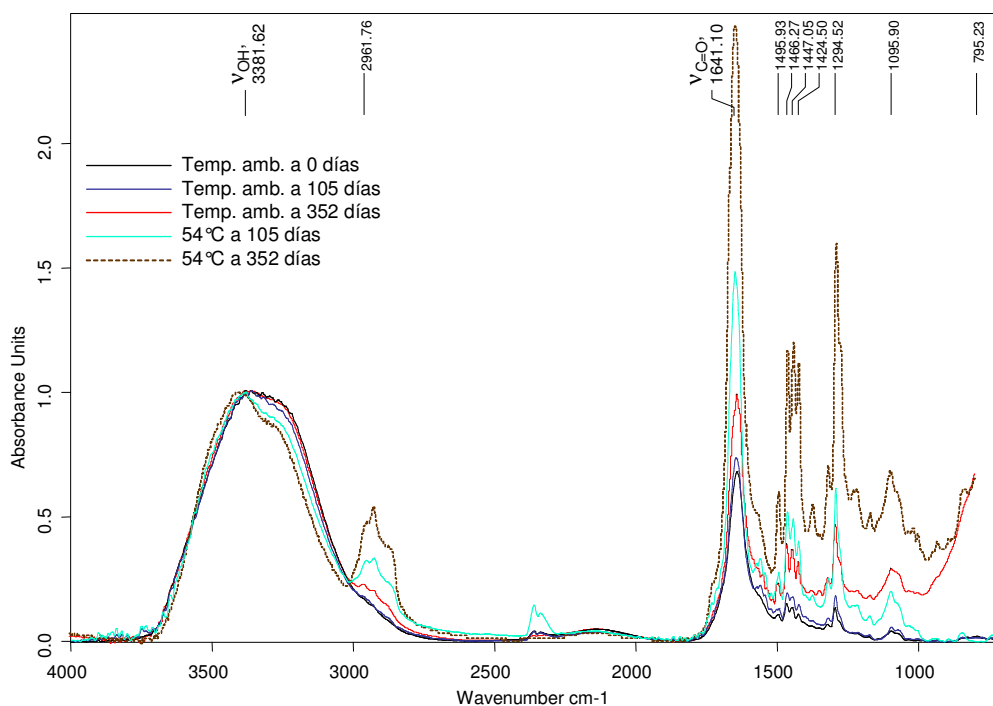


Figura 44. Comparación de los espectros en el infrarrojo del gel con el surfactante 1.

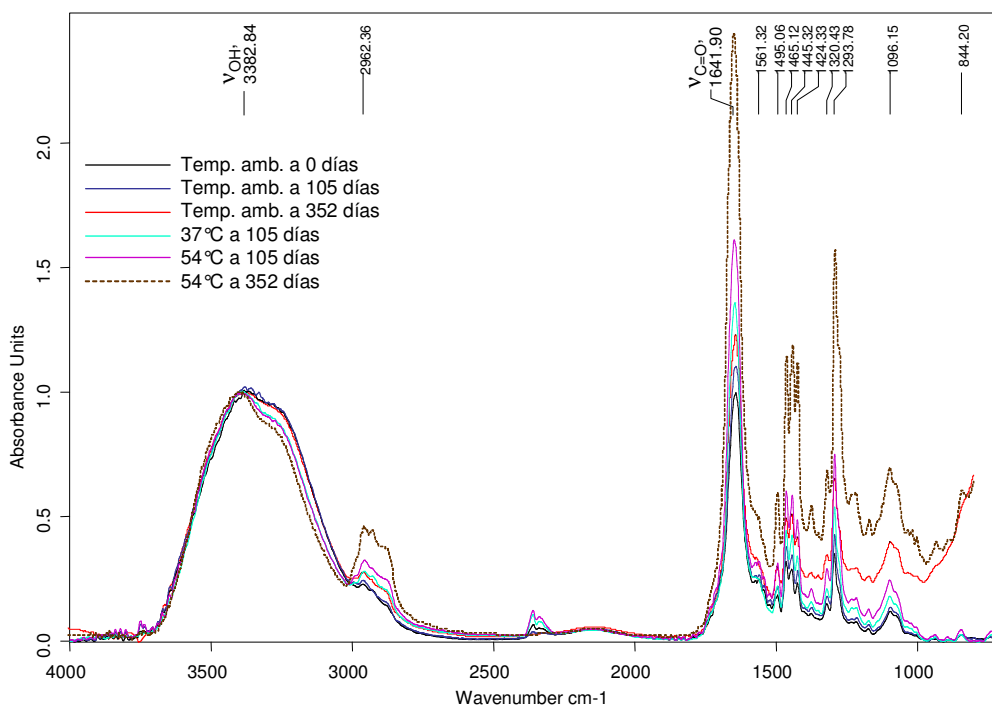


Figura 45. Comparación de los espectros en el infrarrojo del gel con el surfactante 2.

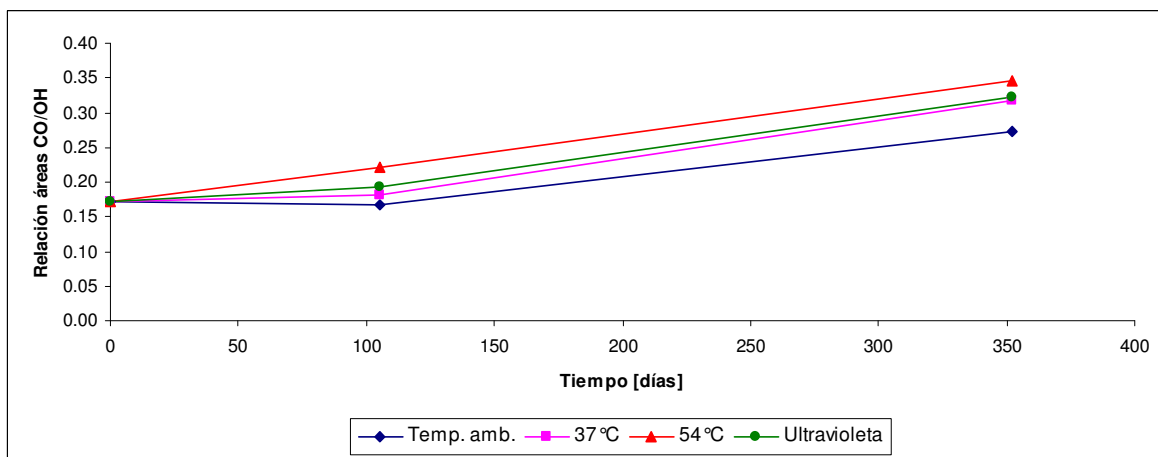


Figura 46. Correlación de áreas de la absorción de los grupos C=O y OH en el infrarrojo en la muestra de gel comercial.

Tabla 20. Equivalencia del tiempo de envejecimiento al natural respecto al acelerado en la muestra comercial de gel usando la espectroscopia infrarroja.

Temperatura	Ecuación	Tiempo de envejecimiento a temperatura ambiente
T. amb.(referencia)	$y = 0.0003x + 0.1567$	90 días
37 °C	$y = 0.0004x + 0.1568$	121 días
54 °C	$y = 0.0005x + 0.1707$	197 días
UV	$y = 0.0004x + 0.1616$	137 días

10. CONCLUSIONES

Las muestras sometidas a 4°C no presentaron turbidez, precipitación de sus componentes o cristalización en las emulsiones, indicando que su aspecto permaneció constante durante el tiempo de estudio.

Las muestras sometidas a 37°C presentaron un comportamiento cercano a la temperatura ambiente, ocasionando que el estudio del envejecimiento a esta temperatura, necesite de un tiempo más largo que en 54°C para predecir los cambios en las emulsiones, no obstante, realizar los estudios a 37°C simula la temperatura ambiente en ciertas regiones del país, concluyendo que durante el tiempo de almacenamiento las emulsiones no presentaron alteraciones relevantes en su estabilidad.

Durante el estudio realizado se encontró que las muestras comerciales de los productos con un envejecimiento natural de 345 días para el champú y 352 días para el gel no perdieron su estabilidad y función para las que fueron creados hasta ese tiempo, indicando que son aptos para su comercialización y herramienta útil para generar empresa. De acuerdo al envejecimiento acelerado se obtiene un tiempo de vida útil de 2 años para el champú y 3 años y 10 meses para el gel.

De acuerdo al análisis de las propiedades físico químicas en el gel fijador para el cabello, la formula adecuada fue la mezcla de los surfactantes de polisorbato 20 y aceite de castor hidrogenado para obtener un producto estable, eficaz y seguro durante el tiempo de vida útil.

Aunque los surfactantes de la dietanolamida del ácido graso de coco y el derivado de la dietanolamida del ácido graso de coco en el champú resultaron ser mas estables individualmente en las emulsiones. En la formulación es aconsejable utilizar la mezcla de los mismos junto con la cocoamida propil betaína, resultando

menos agresivo el producto en el lavado del cabello.

El uso de la espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada es una técnica que permite realizar los análisis en las muestras sin someter a preparación, dilución o tratamiento previo de las mismas, facilitando el proceso de análisis tanto en tiempo como en el número de sustancias.

El estudio realizado en este trabajo permitió conocer los cambios que pueden presentar el champú con vitamina E y gel para el cabello durante el tiempo de estudio, al ser sometidos a condiciones de calor y luz UV, convirtiéndose en un aporte para la comunidad interesada en el campo cosmético.

El estudio de la estabilidad mediante el envejecimiento acelerado y natural permitió evaluar las propiedades físico químicas y organolépticas de las emulsiones, demostrando que la conductividad, la viscosidad y la espectroscopia infrarroja permiten predecir el tiempo de envejecimiento de los productos como el champú y el gel para el cabello. También presenta aplicación para el control de calidad y monitoreos en lotes de champú y gel, permitiendo conocer al químico posibles cambios o alteraciones en el proceso de fabricación.

11. RECOMENDACIONES

Junto con los estudios físico químicos y organolépticos realizados al producto terminado, se recomienda realizar el estudio microbiológico, como un requisito que el INVIMA solicita para la obtención de la Notificación Sanitaria Obligatoria.

Para futuras investigaciones, envasar las muestras en material inerte o de vidrio transparente y con tapa que evite la pérdida de gases o vapor hacía el medio como otro método del acondicionamiento de las muestras para el estudio de la estabilidad. Buscar material para etiquetar las muestras que sea estable al efecto de la luz ultravioleta.

Se recomienda realizar las pruebas de estabilidad a otros productos cosméticos como son los desodorantes, ampollas, rinses, lacas y tratamientos para el cabello entre otros y que estos procedimientos sean armonizados sirviendo como una herramienta para la creación de un manual de estabilidad en cosméticos con el fin de proponerlo al INVIMA y éste a los órganos e instituciones adecuados del Pacto Andino.

Aumentar el número de fuentes de la luz ultravioleta como una forma de comprobar que el aumento en la intensidad de la luz puede acelerar el envejecimiento en las emulsiones comparado con los resultados publicados en este estudio.

Para estudios posteriores, se aconseja utilizar las técnicas de cromatografía líquida de alta eficiencia y espectrometría de masas, ya que permitirá observar pequeñas transformaciones de las especies químicas que no se detectaron en la espectroscopia infrarroja, por un solapamiento de bandas o la baja concentración de las especies en las formulaciones estudiadas.

Analizar la textura del champú y del gel fijador utilizando un analizador de textura (texturómetro) para medir la capacidad de adhesión del producto en el cabello para el gel y la consistencia para ambos productos

12. BIBLIOGRAFÍA

1. Barel, A. et al. Handbook of cosmetic science and technology. 1 ed. USA: Marcel Dekker Incorporated. 2001, p. 769-780.
2. Barreiro, R.; et al. Incorporation of small quantities of surfactants as a way to improve the rheological and diffusional behavior of carbopol gels. J. of controlled Release, 2001, 77, p. 59-75.
3. Barreiro, R.; et al. Poly(acrylic acid) microgels (carbopol 934)/surfactant interactions in aqueous media. Part I: Nonionic surfactants. Inter. J. of Pharma., 258, p. 165-177.
4. Berthiaume, M.; et al. Formulation of conditioning shampoos. DCI; 1997, 160, 5, p. 54-64.
5. Bouillon, C. Shampoos. New York. 1996, 14, p. 113-121
6. Consumer. Notables diferencias en la capacidad de fijación. Consumer. 2004, 10, p. 30-33.
7. Demetriades, K.; McClements, J. Influence of pH and heating on physicochemical properties of whey protein-stabilized emulsions containing a nonionic surfactant. J. Agric. Food Chem. 1998, 46, p. 3936-3942.
8. Dewick, P. Medicinal natural products, a biosynthetic approach. 2 ed. Estados Unidos: John Wiley & Sons. 2002. p.160-161.

9. Dreher, T.; et al. Effect of rheology on coalescence rates and emulsion stability. American Institute of Chemical Engineers. New York. 1999, 45, p.1182-1190.
10. Fairhurst, D.; et al. A new way to characterize stability and performance of cosmetic emulsions and suspensions. 2003, p.1-14.
11. Febles, C.; et al. Funciones de la vitamina E. Actualización. Rev. Cubana Estomatol. 2002, 40, p. 28-32.
12. Fonseca, S. Basics of compounding for hair care – Part 1: Medicated shampoos. Inter. J. Phar. Compound. 2005, 9, 2, p. 140-144.
13. Glassman, R. Shampoo formulation: some related facts about hair, sebum and detergency. Drug & Cosm. Ind. 19913, 160, 4; p. 50-58.
14. Idson, B. Stability testing of emulsions. 1993, 21, p. 27-34.
15. INVIMA, <http://www.invima.gov.co/>
16. Macho, A. Metodologías analíticas basadas en espectroscopia infrarrojo y calibración multivariante. Aplicación a la industria petroquímica. 2002, p. 24-25. Tesis doctoral.
17. Nishide, H.; et al. Investigation of the reactions of the OH radical with poly(acrylic acid) and poly(methacrylic acid) in aqueous solution using the Tb³⁺ fluorescence probe. Macromolecules. 1993, 26, p. 2377-2379.
18. Noveon. Advances in carbomer polymer technology. USA: Magazine noveon. 2002. p 1-11.

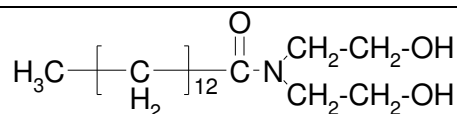
19. Noveon. Amino acid salts of carbopol polymers. Magazine noveon. 2002, p. 2-5.
20. Noveon. Formulating topical properties. Magazine pharmaceutical polymers. 2002, 4, p. 1-16.
21. Noveon. Noveon, Inc. Polymers in semisolid products. USA: Magazine noveon. 2002, 8, p. 1-9.
22. Noveon. Super hold hair gel. Noveon consumer specialties. 2005. p. 1-2.
23. Ogawa, S.; et al. Production and characterization of o/w emulsions containing cationic droplets stabilized by lecithin-chitosan membranes. J. Agric. Food Chem. 2003, 51, p. 2806-2812.
24. Pal, R. Single-parameter and two-parameter rheological equations of state for nondilute emulsions. Ind. Eng. Chem. 2001, 40, p. 5666-5674.
25. Placin, F.; et al. Viscous sintering phenomena in liquid-liquid dispersions: application to the preparation of silicone macroporous aerogels. J. Phys. Chem. 2003, 107, p. 9179-9184.
26. Robb, I.; Stevenson, P. Interaction between poly(acrylic acid) and an ethoxylated nonionic surfactant. Langmuir, 2000, 16, p. 7168-7172.
27. Salager, L.; et al. Current phenomenological know-how and modeling of emulsion inversion. Ind. Eng. Chem. Res. 2000, 39, p. 2665-2676.
28. Schueller, R. Multifunctional Cosmetics. 1 ed. New York: Marcel Dekker. 2003. p. 151-159.

29. Simovic, S.; et al. An investigation into interactions between polyacrylic polymers and a non-ionic surfactant: an emulsion preformulation study. *Int. J. of Pharma.* 1999, 184, p. 207-217.
30. Somasundaran, P.; et al. Polymer-polymer complexation in dilute aqueous solutions: poly(acrylic acid)-poly(ethylene oxide) and poly(acrylic acid)-poly (vinylpyrrolidone). *Langmuir.* 1991, 7, p. 2108-2111.
31. Willard, H. *Métodos instrumentales de análisis.* 4 ed. México: Compañía editorial continental. 1981. p. 192-197.
32. Wolf, R. Entering the 21st Century: Future Perspectives. *Clinics in Dermatology.* 1996, 14, p. 129-132.

ANEXOS

Anexo 1. Especificaciones técnicas de reactivos.

Reactivo	Especificaciones
Agua desionizada (Vehículo)	H ₂ O
Lauril éter sulfato de sodio (Principio activo)	<p>Nombre INCI: SODIUM LAURETH SULFATE. [15]</p> $\text{H}_3\text{C}-\left[\text{C}_{\text{H}_2}\right]_{10}\text{C}_{\text{H}_2}-\left[\text{O}-\text{C}_{\text{H}_2}-\text{C}_{\text{H}_2}\right]_n-\text{O}-\text{S}\left(\text{O}\right)_2\text{O}^- \text{Na}^+$ <p>Número CAS: 9004-82-4. [15]</p> <p>Apariencia: líquido viscoso amarillo claro</p> <p>Solubilidad en agua: soluble</p> <p>pH: 6,5-8,5</p> <p>Estabilidad: estable a temperatura ambiente Aplicación: humectante, emulsionante y detergente</p>
Cocoamida propil betaína (Cosurfactante 1)	<p>Nombre INCI: COCAMIDOPROPYL BETAINE. [15]</p> $\text{H}_3\text{C}-\left[\text{C}_{\text{H}_2}\right]_{10}\text{C}_{\text{H}_2}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\underset{\text{H}}{\text{N}}-\text{C}_{\text{H}_2}-\text{C}_{\text{H}_2}-\text{C}_{\text{H}_2}-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}^+}}-\text{C}_{\text{H}_2}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$ <p>Número CAS: 61789-40-0. [15]</p> <p>Apariencia: líquido amarillo claro</p> <p>Solubilidad en agua: soluble</p> <p>pH: 6,0-7,5</p> <p>Estabilidad: estable a temperatura ambiente</p> <p>Aplicación: emulsionante suave para la fabricación en champúes para bebés</p>
Dietanolamida del ácido graso de coco (Cosurfactante 2)	Nombre INCI: COCAMIDE DEA. [15]



Número CAS: 68603-42-9. [15]

Apariencia: líquido amarillo viscoso

Solubilidad en agua: soluble

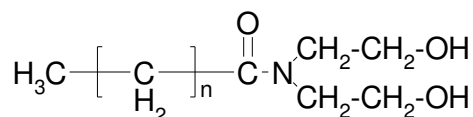
pH: 9,0 (1%)

Estabilidad: estable a temperatura ambiente

Aplicación: emulsionante y espesante en detergentes

Nombre INCI: COCAMIDE DEA (ester-derived). [15]

Derivado de la
dietanolamida del ácido
graso de coco
(Cosurfactante 3)



Nombre comercial: comperlan KD

Número CAS: 68603-42-9. [15]

Apariencia: sólido amarillo claro

Solubilidad en agua: soluble

pH: 9,0-11,0 (2%)

Estabilidad: estable a temperatura ambiente

Aplicación: emulsionante y espesante en detergentes

Nombre INCI: SODIUM CHLORIDE. [15]

Cloruro de sodio
(Agente espesante)

NaCl

Número CAS: 7647-14-5. [15]

Apariencia: cristales blancos

Solubilidad en agua: soluble

pH: 4,5-7,0 (100g/L, 20 °C)

Estabilidad: estable a temperatura ambiente

Aplicación: incrementa la viscosidad de los champúes
en la formulación

Ácido cítrico
(Ajustador de pH)

Nombre INCI: CITRIC ACID. [15]



Número CAS: 77-92-9. [15]

Apariencia: cristales sólidos

Solubilidad en agua: soluble

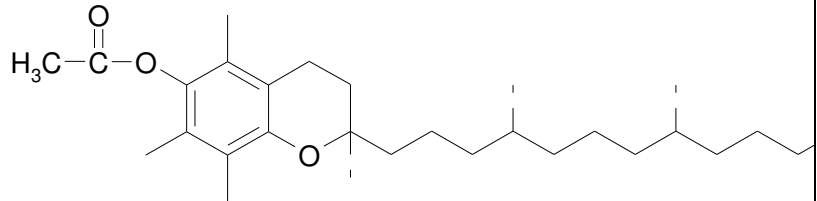
pH: 2,2 (0,1N)

Estabilidad: estable a temperatura ambiente

Aplicación: preservante. Los tres grupos carboxílicos pierden sus protones en solución, resultando en un excelente controlador de pH

Acetato de vitamina E
(Ingrediente activo)

Nombre INCI: TOCOPHERYL ACETATE. [15]



Número CAS: 7695-91-2. [15]

Apariencia: líquido viscoso

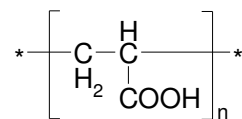
Solubilidad en agua: insoluble

Estabilidad: degradación a la luz ultravioleta (UV)

Aplicación: antioxidante natural, mantiene la elasticidad de la piel y la protege del envejecimiento prematuro

Ácido poliacrílico
(Modificador reológico)

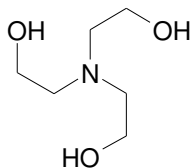
Nombre INCI: POLYACRYLIC ACID. [15]



Número CAS: 9003-01-4. [15]

Trietanolamina
(Agente neutralizante)

Apariencia: polvo blanco
Solubilidad en agua: soluble
pH: 2,7-3,3 (0,5%)
Estabilidad: estable a temperatura ambiente
Aplicación: agente gelificante, espesante y estabilizante
Nombre INCI: TRIETHANOLAMINE. [15]



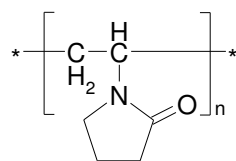
Número CAS: 102-71-6. [15]

Apariencia: líquido claro
Solubilidad en agua: soluble
pH: 10,5 (15g/L, 20°C)

Estabilidad: estable a temperatura ambiente
Aplicación: es usado como emulsificante, dispersante, inhibidor de corrosión, en la elaboración de geles se usa como agente neutralizante de modificadores reológicos

Polivinil pirrolidona
(Agente fijador)

Nombre INCI: PVP. [15]

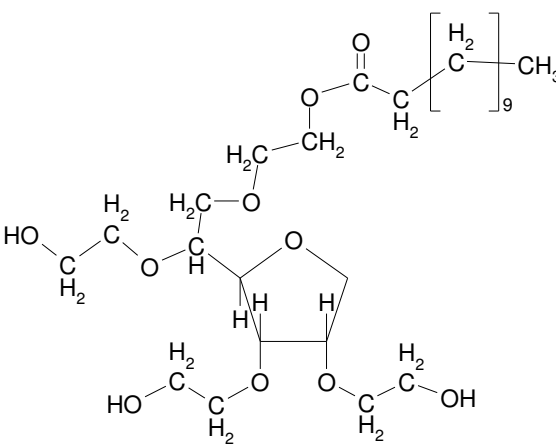


Número CAS: 9003-39-8. [15]

Apariencia: sólido blanco inodoro
Solubilidad en agua: soluble
pH: 3,0-7,0(1%)

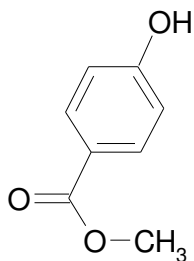
Estabilidad: estable a temperatura ambiente, sensible a la luz

Aplicación: es un componente en la formulación de

<p>Aceite de castor hidrogenado (Surfactante 1)</p>	<p>lacas, espumas fijadoras, geles, lociones para el secado del cabello</p> <p>Nombre INCI: PEG-40 HYDROGENATED CASTOR OIL. [15]</p> $\text{H}_3\text{C} \left[\text{C}_{\text{H}_2} \right]_5 \text{C}_{\text{H}}(\text{OH})-\text{C}_{\text{H}_2}-\text{C}_{\text{H}}=\text{C}_{\text{H}} \left[\text{C}_{\text{H}_2} \right]_7 \text{C}(=\text{O})-\text{O} \left[\text{C}_{\text{H}_2}-\text{C}_{\text{H}_2}-\text{O} \right]_{40} \text{H}$ <p>Número CAS: 61788-85-0. [15]</p> <p>Apariencia: liquido amarillo claro</p> <p>Solubilidad en agua: soluble</p> <p>pH: 6,0-7,0(100g/L, 20°C)</p> <p>Estabilidad: estable a temperatura ambiente</p> <p>Aplicación: solubilizante para aceites esenciales y emulsificantes en perfumes</p>
<p>Polisorbato 20 (Surfactante 2)</p>	<p>Nombre INCI: POLYSORBATE 20. [15]</p>  <p>Número CAS: 9005-64-5. [15]</p> <p>Apariencia: Liquido amarillo claro</p> <p>Solubilidad en agua: soluble</p> <p>pH: 5,0-7,0(1%)</p> <p>Estabilidad: estable a temperatura ambiente</p> <p>Aplicación: emulsificante en aplicaciones cosméticas, farmacológicas y científicas</p>

Metil parabeno
(Preservante)

Nombre INCI: METHYLPARABEN. [15]



Número CAS: 99-76-3. [15]

Apariencia: polvo cristalino blanco inodoro

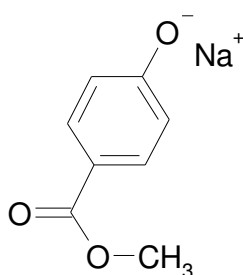
Solubilidad en agua: ligeramente soluble

Estabilidad: estable a temperatura ambiente

Aplicación: conservante en una gran variedad de alimentos y cosméticos

Metil parabeno de sodio
(Preservante)

Nombre INCI: SODIUM METHYLPARABEN. [15]



Número CAS: 5026-62-0. [15]

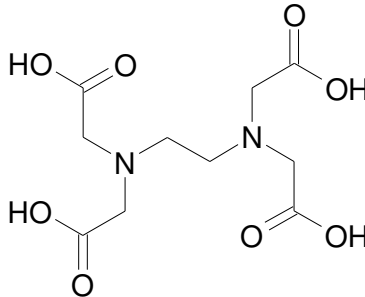
Apariencia: polvo cristalino blanco inodoro

Solubilidad en agua: soluble

pH: 9,7-10,3(1g/L)

Estabilidad: estable a temperatura ambiente

Aplicación: conservante en sustancias polares en una gran variedad de alimentos y cosméticos

<p>Ácido etilendiaminotetraacético (Agente quelante)</p>	<p>Nombre INCI: EDTA. [15]</p>
	
	<p>Número CAS: 60-00-4. [15]</p>
	<p>Apariencia: sólido incoloro a blanco inodoro</p>
	<p>Solubilidad en agua: soluble</p>
	<p>pH: 2,5(10g/L, 23°C)</p>
	<p>Estabilidad: estable a temperatura ambiente</p>
	<p>Aplicación: agente quelante en la preparación de cosméticos</p>
<p>Fragancia hierbas</p>	<p>Fragancia Hierbas marca Symrise</p>
<p>Fragancia toscani</p>	<p>Fragancia Toscani marca Symrise</p>