

300618
11
2cj



UNIVERSIDAD LA SALLE

ESCUELA DE QUIMICA

Incorporada a la U.N.A.M.

ESTUDIO TECNICO-ECONOMICO DE LA COCODIETANOLAMIDA
EN EL PROCESO DE INTEGRACION VERTICAL

TESIS PROFESIONAL
Que para obtener el Titulo de
INGENIERO QUIMICO
p r e s e n t a

JUAN ANTONIO MACIAS ENRIQUEZ DE RIVERA
DIRECTOR DE TESIS: INGENIERO FERNANDO GARCIA MATA

México, D. F.

1992

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

I INTRODUCCION

La necesidad de una industria planificada e integrada en nuestro país es cada día más evidente.

Se habla de la necesidad de una industria planificada ya que la industria nacional no ha surgido de un estudio planificado o adecuado que prevea el desarrollo consecuente de todas las ramas de su producción, sino que se ha caracterizado por su evolución caótica y desproporcionada.

La Cocodietanolamida ocupa un lugar muy importante en la fabricación de shampoos, es por esta razón que el presente trabajo tenga por objeto describir un estudio técnico-económico que permita llegar a conclusiones con respecto a la posibilidad física, así como de costeabilidad para que una planta en su proceso de integración vertical produzca para su uso cautivo la Cocodietanolamida con el objeto de abatir costos de materia prima en las formulaciones de shampoos, evitar el uso de tambores ahorrando tiempo de manufactura en los batches de shampoos, y así poder incrementar las utilidades.

Este trabajo engloba como primera instancia las generalidades de los surfactantes o agentes de tensión superficial, entre ellos la cocodietanolamida, posteriormente las generalidades de shampoos así

como un breve estudio del mercado de cocodietanolamida en México.

La segunda parte engloba todo lo relacionado con la síntesis del producto, los procesos de fabricación, el equipo necesario para su manufactura teniendo en consideración las necesidades actuales y previniendo las del futuro. Se anexa un capítulo de diseño experimental el cual dió la pauta para la optimización del proceso.

I TENSOACTIVOS Y SU APLICACION.

Introducción.

Definición, grupos hidrofílicos, grupos lipofílicos.

Teoría de la tensión superficial.

Tensión superficial e interfacial de soluciones de detergentes. Espuma y detergencia.

Clasificación de tensoactivos.

Aniónicos

Catiónicos

No iónicos

Anfóteros

Aplicación industrial.

Alimentos

Farmacéuticos

Textiles

Cosméticos.

Propiedades Biológicas.

INTRODUCCION.

Se define a un tensoactivo como un compuesto de tipo orgánico que es capaz de romper o modificar la tensión superficial de otro líquido. Es decir tiene la propiedad de alterar la energía de superficie con la cual entra en contacto.

Ademas para que una sustancia sea surfactante debe estar caracterizada por dos grupos bien definidos:

- a) Un polar: grupo hidrofílico(que se asocia al agua).
- b) Un no polar: grupo hidrofobo(que no se asocia al agua)

Los tensoactivos presentan un caracter dual con respecto a las propiedades de superficie. El grupo hidrofílico ejerce un efecto solubilizante y tiende a llevar a la molécula a disolución completa. El grupo hidrofobo en cambio, debido a su insolubilidad tiende a contrarrestar el efecto del grupo hidrofílico.

Debido a esto los grupos hidrofílicos tienden a dirigirse a la fase acuosa y los hidrofobos a la fase no acuosa.

Se dice que el equilibrio se encuentra en una interfase líquido-líquido, es decir el surfactante no se disuelve por completo, sin embargo no queda sin disolver.

CARACTERISTICAS DE LOS GRUPOS HIDROFILICOS.

Los grupos hidrofílicos pueden estar cargados eléctricamente debido a la presencia de un par de iones de carga opuesta o presentar cargas residuales, positivas o negativas que ponen de manifiesto la presencia de un dipolo.

Se pueden clasificar en tres grandes grupos:

a) Grupos ácidos: ejemplos

Carboxilo

Monocéster sulfúrico

Sulfónico

Fosfato

b) Grupos básicos: ejemplos

Amina primaria

Amina secundaria

Amina terciaria

Amina cuaternaria

c) Grupos no iónicos: ejemplos

Ester

Amidas

Aminas

Eter

Alcohol

CARACTERISTICAS DE LOS GRUPOS LIPOFILICOS:

Son estructuras alifáticas o aromáticas que utilizan como materia prima hidrocarburos alifáticos saturados o insaturados, ramificados o lineales.

-Cadenas alquílicas lineales que contienen de 8 a 18 carbonos.

-Cadenas alquílicas que contienen de 3 a 8 carbonos fuertemente unidos a núcleos aromáticos como benceno o naftaleno.

-Hidrocarburos derivados del petróleo en el rango de 8 a 20 carbonos a partir de kerosina, aceites ligeros y ceras de parafina.

CLASIFICACION DE TENSOACTIVOS O SURFACTANTES

Se pueden clasificar en base a los usos a los que se destinan, propiedades físicas, o estructura química, ninguna es completamente satisfactoria pero tal vez la mas lógica es clasificarlos en base a su comportamiento en solución acuosa. Existen cuatro tipos de tensoactivos en base a esta clasificación: aniónicos, catiónicos, no iónicos y anfóteros

a) TENSOACTIVOS ANIONICOS

Los tensoactivos aniónicos son aquellas moléculas en las cuales el ion tensoactivo queda cargado negativamente en solución.

Desde el punto de vista de la fabricación de shampoos, los tensoactivos aniónicos son los de mayor importancia, ya que todos contienen por lo menos un tensoactivo de este tipo como surfactante principal.

Los tensoactivos aniónicos estan típicamente compuestos por una cadena de átomos de carbono (R), con un grupo polar negativo (X⁻) y un cation (M⁺). La parte hidrofílica contiene los grupos aniónicos. La molécula queda entonces de la siguiente manera:



Donde:

R: cadena de átomos de carbono.

X: grupo polar negativo como:

carboxilatos

sulfatos

sulfonatos

fosfatos

M: Na, K, etc.

b) TENSOACTIVOS CATIONICOS

Son aquellas moléculas en las que el ion tensoactivo queda cargado positivamente en solución acuosa.

Contienen por lo menos una cadena de 8 a 25 átomos de carbono, contienen un grupo polar positivo, generalmente se trata de grupos nitrogenados como aminas:

Los cuaternarios de amonio son también surfactantes catiónicos pero están siempre protonados.

Los tensoactivos catiónicos son compuestos caros, irritantes, incompatibles con los surfactantes aniónicos, pero que dejan una película orgánica sobre las superficies en que se aplican.

Por ejemplo al ser aplicado un tensoactivo catiónico en una formulación para el cabello le daría una característica acondicionadora. Generalmente se utilizan para suavizantes de telas y como agentes acondicionadores.

c) TENSOACTIVOS NO IONICOS

Son materiales que no tienen cargas. Se solubilizan por medio de cadenas de polietilenglicol, las cuales atrapan moléculas de agua por la formación de puentes de hidrógeno.

Los grupos éter modifican también la solubilidad de los tensoactivos así como su cloud point.

La mayoría de los derivados de ésteres también son tensoactivos no iónicos que contienen cadenas alcoxladas.

Entre los más comerciales se encuentran las alcanolamidas de ácidos grasos.

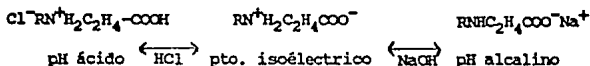
Este tipo de tensoactivos son estables frente a la mayoría de los productos químicos en las concentraciones usuales de empleo (no más de 15%). Al no ionizarse en agua no forman sales con los iones metálicos y por lo tanto son igualmente efectivos en aguas duras y blandas. Los agentes no iónicos se utilizan generalmente como estabilizadores de espuma y modificadores de viscosidad.

TENSOACTIVOS ANFOTERICOS.

Son tensoactivos que contienen dos grupos polares, uno positivo (cationico) que normalmente es un grupo amino y uno negativo (anionico) que normalmente es un grupo carboxilico.

Su funcion anionica o cationica depende del pH al que se encuentre, y cualquier alteración de este cambia drásticamente las características del tensoactivo.

En su punto isoeléctrico, ambos grupos iónicos estan presentes (estado de zwitterion).



Los tensoactivos anfotéricos son importantes porque son compatibles con todo tipo de surfactantes, además reducen la irritación ocular y de la piel, tienen propiedades acondicionadoras.

APLICACION INDUSTRIAL DE TENSOACTIVOS.

Los agentes tensoactivos tienen infinidad de aplicaciones a nivel industrial, las industrias en que se utilizan en mayor proporción son las industrias alimentaria, farmacéutica, cosmética y textil.

En la industria alimentaria los agentes tensoactivos encuentran una gran aplicación como emulsificantes en panadería, acondicionamiento de batidos, fabricación de helados, margarinas, aderezos para ensaladas, y un sin fin más de emulsiones.

Por lo que respecta a la industria farmacéutica, el uso de estos materiales se encuentra en la preparación de productos tales como cremas medicinales, ungentos, y lociones. Los tensoactivos no iónicos son estables en presencia de ácidos, electrolitos por lo que son ampliamente utilizados en este ramo.

En cuanto a la industria textil, el uso de tensoactivos ha tenido gran auge en fibras sintéticas ya que les da capacidad de hilarse, estirar, torcer así como incrementarles resistencia, además se utilizan para darles suavidad a las telas.

En la industria cosmética el uso de agentes tensoactivos se ha incrementado en gran proporción ya que actualmente se utilizan tanto para formar emulsiones como para dar características acondicionadoras, propiedades limpiadoras etc.

Hay una gran cantidad de industrias en las que los tensoactivos son importantes, podemos mencionar también la industria de las pinturas, cementera, en la preparación de fertilizantes, en la curtiduría como agentes antiestáticos y humectantes.

PROPIEDADES DE LOS AGENTES TENSOACTIVOS.

El cambio en las propiedades superficiales con la concentración de una solución acuosa de un tensoactivo es

característico de la mayoría de las moléculas de surfactantes. Por ejemplo, cuando la concentración aumenta, la tensión superficial de una solución acuosa de por ejemplo, dodecil sulfato de sodio cae rápidamente, con los cambios correspondientes en las propiedades físicas, tales como tensión interfacial, conductividad eléctrica, etc.

A un cierto nivel de concentración, se presenta una discontinuidad y no caen mas la tensión superficial ni las otras propiedades. La concentración a la cual se produce esta discontinuidad se denomina concentración micelar crítica.

Mc Bain postuló que la tensión superficial cae cuando aumenta la cantidad de iones simples hasta que en la concentración micelar crítica los iones simples comienzan a asociarse en grupos que denominó micelas. Estas micelas pueden presentarse en forma de esferas de tamaño molecular, en las cuales las colas hidrófobas de los aniones se orientan hacia el centro de la esfera, mientras que las cabezas hidrófilas están en la superficie exterior. Las micelas tienen la propiedad de disolver materia orgánica insoluble en agua. En general, una caída de la tensión superficial incrementa las propiedades humectantes y espumantes.

Usualmente, una caída de la tensión superficial viene acompañada de una caída de tensión interfacial que proporciona mejores propiedades emulsificantes y detergentes.

Arriba de la concentración micelar crítica todos los tensoactivos tienen propiedades solubilizantes.

El uso de agentes tensoactivos esta bien arraigado en cosméticos y artículos de tocador y cae dentro de cinco areas principales respecto a las propiedades tensoactivas requeridas:

- Detergente. Donde el problema principal es la eliminación de sustancia de suciedad se necesitan tensoactivos con propiedades detergentes como jabones o shampoos.

- Humectante. Todos los tensoactivos poseen propiedades humectantes. comunmente se utilizan alquil sulfatos de cadena corta.

- Espumante. Generalmente se logran elevados volúmenes de espuma y espumas estables con el uso de lauril eter sulfato de sodio reforzado con una alcanolamida.

- Emulsificación. Un buen emulsificante requiere de una cadena mas larga que la de un agente humectante, el mas utilizado es el jabón.

- Solubilización. Todos los tensoactivos por encima de su concentración micelar crítica tienen esta propiedad.

Junto con las propiedades tensoactivas enumeradas, algunas moléculas tienen propiedades características especiales.

Todos los productos catiónicos se adsorben fuertemente a las proteínas y otros sustratos cargados negativamente, y por ello se utilizan para modificar la superficie del sustrato. Los catiónicos además poseen propiedades antimicrobianas además, pueden utilizarse como componentes de shampoos especiales y de enjuagues bucales.

Agentes tensoactivos diferentes no deben mezclarse en un producto sin antes ensayarse, ya que pueden modificar el comportamiento del otro. Los catiónicos y aniónicos no deben mezclarse ya que forman una sal catiónica-aniónica que es insoluble. Incluso los aniónicos pueden tener un efecto de uno sobre otro por ejemplo, la espuma producida por un SLES puede destruirse fácilmente por un jabón.

No existe un método para la selección de un tensoactivo, pero se cuenta en la actualidad con manuales de algunas empresas que los producen para una más rápida selección de estos.

-PROPIEDADES BIOLÓGICAS DE LOS TENSOACTIVOS

- Efectos Dermatológicos. Los agentes tensoactivos humedecen la piel y eliminan grasa de su superficie, cuando se utilizan mal, pueden crear grietas y sequedad en la piel, por lo tanto se deben ensayar antes de ser utilizados en los productos cosméticos a fin de garantizar que no producen ningún efecto adverso.

- Biodegradación. El incremento del uso de detergentes sintéticos ha originado problemas en el tratamiento de aguas residuales. El empleo en la industria cosmética es muy pequeño comparado con el uso en lavados domésticos. Aun así es una buena práctica utilizar agentes tensoactivos biodegradables. La mayoría de los productores de tensoactivos tienen especificada la biodegradabilidad.

- Efectos Toxicológicos. Los agentes tensoactivos no son, como clase, compuestos de elevada toxicidad. No obstante, puesto que se pueden ingerir bien accidentalmente o bien en una pasta dental o enjuague bucal, es deseable verificar la toxicidad oral de los productos que lo contienen.

De los productos, los catiónicos son los más tóxicos y tienen valores de 50-500 mg por kilo de peso corporal; los aniónicos están en el rango de 2-8 g por kilo, y los no iónicos en intervalos superiores a 5 g por kilo.

Aunque como ya se vio los agentes tensoactivos no son de alta toxicidad, todos aquellos destinados al área cosmética deben ensayarse antes de su utilización.

GENERALIDADES DE SHAMPOOS

En la actualidad los shampoos constituyen uno de los principales productos utilizados en la higiene personal por todos los estamentos de la población sin importar edad sexo etc.. Actualmente los shampoos representan arriba del 50% del total del mercado estadounidense de productos de higiene capilar.

Antiguamente se definía a un shampoo como un detergente adecuado para la limpieza del cabello y desde la antigüedad se han venido haciendo cambios en diseño y tecnología para responder a los múltiples requerimientos, desde los mas sofisticados hasta los mas sencillos y que van mas alla de la simple limpieza.

Existen dos atributos básicos para la elaboración de un shampoo y estos son los efectos acondicionadores y los efectos de suavidad que los actuales formuladores utilizan como contrapartida indispensable a la función original de limpieza.

Aunque la función principal de un shampoo es limpiar el sebo del cabello y cuero cabelludo así como las partículas de suciedad y residuos de preparados para el cabello como pueden ser geles, fijadores, espumas etc. y cualquier detergente eficaz puede hacerlo no es tan sencillo ya que la limpieza debe ser selectiva y preservar una cantidad de aceite natural que cubre al cabello y cuero cabelludo.

Muchas veces aparecen efectos posteriores al lavado del cabello como pueden ser la dificultad de peinado, aspereza en las manos, carencia de brillo, vuelo etc. y estos efectos se deben a la eliminación excesiva del aceite natural del cabello.

El sebo de algún modo cumple la función de proteger al cabello y aumenta el brillo y la lubricación del cabello, pero posee el inconveniente de atraer y atrapar partículas de suciedad. Es por ello que se debe seleccionar con mucho cuidado el equilibrio de limpieza-acondicionamiento.

DETERGENCIA

El desarrollo de un sistema detergente adaptado al cabello es un problema complejo en si mismo, a causa de la variabilidad del sustrato y del proceso. El sustrato que ha de ser lavado esta constituido por queratina del cabello relativamente dura y queratina suave del cuero cabelludo, siendo esta ultima mucho más sensible al secado y desengrasado.

La clase de suciedad que se ha de eliminar, ya sea natural o capturada, varia grandemente con el clima, estilo de vida, tipo de trabajo, funciones fisiológicas, práctica de higiene etc.

Aunque un shampoo debe eliminar mas suciedad que grasa, el problema principal del lavado del cabello es el de eliminar la grasa. El cabello presenta una superficie razonablemente dura y no capta partículas de suciedad sin la intervención de una capa grasa. Por tanto, en cuanto se pueda eliminar la grasa, resulta bastante sencillo eliminar la suciedad.

El mecanismo de acción detergente implica varios fenómenos físicos complejos que son humectación, formación de espuma, emulsificación y eliminación de suciedad.

Es evidente que la detergencia implica los siguientes pasos:

-La solución del detergente debe humedecer tanto la suciedad como el sustrato que, en el caso de un shampoo es la fibra queratinizada del cabello.

-La tensión interfacial se debe reducir en tal grado que permita que se reemplacen las partículas de suciedad y de grasa por solución detergente.

-Las partículas de suciedad deben mantenerse dispersas para poder estar en disposición de ser eliminadas en el enjuague.

En un detergente, la porción polar de la molécula debe tener cierta atracción a la superficie que tiene que humedecer, de modo que las moléculas detergentes en la interfase entre agua y cabello puedan arrastrar el agua sobre la superficie del cabello.

Haciendo esto, la solución de detergente se arrastra bajo la capa grasa, y la levanta de la superficie ocasionando, finalmente, su desprendimiento en forma de partículas esféricas que después son solubilizadas por el detergente.

La diferencia fundamental entre un detergente y un simple emulsionante o emulsificante reside en la capacidad del grupo polar del detergente para desplazar la grasa de una superficie.

La evaluación de la detergencia del shampoo es un proceso difícil y existen tantos métodos como laboratorios evaluando detergencia.

Aunque comúnmente el público asocia espuma con detergencia estos no son sinónimos, y muchos detergentes muy efectivos no forman espuma. Sin embargo la espuma es, al menos, de importancia psicológica, y un shampoo que no forme espuma adecuadamente será considerado no satisfactorio.

Para evaluar un detergente como base para un shampoo se debe evaluar su efecto en el cabello, para ello es necesario que los experimentos sean realizados en la misma cabeza, puesto que el diámetro, cantidad de cabello, grasa y tratamientos anteriores pueden afectar el resultado. Tales ensayos comparativos se realizan partiendo el cabello por la mitad, y lavando una parte con una preparación detergente, y con la alternativa en la otra mitad.

Se debe tener cuidado en que el operador realice el mismo trabajo mecánico en ambos lados, y obviamente se mantendrán constantes la temperatura del agua, cantidad de enjuague, dureza del agua, etc. Se deben considerar los siguientes puntos:

- Facilidad de extensibilidad. Facilidad con la que un shampoo se puede distribuir en el cabello.

- Poder de enjabonado. Generalmente se requiere una espuma abundante como primera percepción sensorial de eficacia, aunque se puede renunciar a esto si se considera el logro de una suavidad mayor. La espuma no solo tiene efecto psicológico, sino que permite garantizar la cantidad de shampoo necesaria que asegure todas las funciones implicadas en la limpieza. Esto significa que se han de considerar varias propiedades, tales como la velocidad con la que se genera espuma, el volumen, la consistencia y la estabilidad del enjabonado en el cabello.

- Eliminación eficaz de la suciedad. La eliminación de mugre, grasa y suciedad en general se estudia sobre mechones de cabello ensuciados con sebo, el ejercicio se realiza tanto en aguas duras como suaves.

- Facilidad de enjuagado. Algunos shampoos se eliminan muy rápidamente enjuagando, otros continúan formando espuma después de un enjuagado que parece no tener fin, lo que resulta muy molesto.

- Facilidad de peinar el cabello húmedo. Esto evalúa la aspereza y la tendencia de enredo, inmediatamente después del tratamiento con el detergente, bajo condiciones en que estos defectos son más manifiestos. El consumidor asocia esta propiedad con la acción limpiadora del shampoo, aunque, como se ha visto, la simple eliminación de la sustancia grasa no es toda la historia.

- Brillo del cabello. La importancia de esto para el consumidor es justificación suficiente para observarlo, pues el cabello que queda sin brillo es también signo de ineficacia del detergente.

- Velocidad de secado. El secado del cabello es una de las operaciones más tediosas en el proceso normal de lavado con shampoo. El porcentaje de agua eliminada después de un lavado con shampoo debe ser del 20 al 50 por ciento como máximo.

- Facilidad de peinado y fijado del cabello seco. Cuando el cabello está seco, cualquier aspereza inducida por el detergente durante la operación de lavado con shampoo aparece como resistencia al peinado y, lo que es más importante, como una tendencia a producir una electricidad estática cuando el peine estira el cabello.

- Seguridad. El shampoo debe ser seguro de utilizar para el cuero cabelludo, y no debe de ocasionar ninguna irritación, enrojecimiento ni ninguna otra alteración durante y despues de su uso.

MATERIAS PRIMAS DE SHAMPOOS

Los tipos de ingredientes para hacer un shampoo son los siguientes:

- Tensioactivos (agentes de limpieza o espumantes).
- Agentes acondicionadores.
- Aditivos especiales.
- Conservadores.
- Agentes secuestrantes.
- Modificadores de viscosidad.
- Agentes clarificantes.
- Perfume.
- Colorante.
- Estabilizadores.

Estos ingredientes pueden clasificarse de manera mas sencilla como:

Tensioactivos para proporcionar detergencia y espuma.

Tensioactivos auxiliares para mejorar la detergencia, espuma y acondicionar el cabello.

Aditivos para completar la formulación y dar efectos especiales.

TENSOACTIVOS PRINCIPALES Y AUXILIARES

Los detergentes no iónicos tienen suficiente actividad limpiadora como para ser considerados como detergentes de shampoos, pero muy pocos tienen suficiente poder espumante. Por tanto, se utilizan más como tensoactivos auxiliares; algunos son notables impulsores y estabilizadores de espuma, otros se han utilizado en consideración a sus propiedades emulsionantes. Los detergentes catiónicos pueden parecer ideales para shampoos, ya que forman buena espuma y tienen alto poder de limpieza. Además dejan el cabello con características excelentes, fácil de peinar etc., pero desgraciadamente presentan dos serias desventajas: tendencia a disminuir el peso del cabello y un comportamiento algo nocivo, especialmente para la cornea del ojo. Sin embargo actualmente se dispone de catiónicos no irritantes, y su combinación con no iónicos y anfóteros ayuda a reducir más los riesgos de irritación.

Los tensoactivos restantes (aniónicos y anfóteros) son adecuados para base de shampoos. Los aniónicos son los más utilizados por sus propiedades excelentes de formación de espuma y costo más bajo. Sin embargo, los anfóteros, que se usan solo para desempeñar un papel auxiliar en virtud de sus buenas propiedades acondicionadoras del cabello, actualmente están teniendo tendencia creciente a causa de su contribución a la suavidad.

TENSOACTIVOS ANIONICOS

Los jabones en aguas blandas tienen la mayoría de las propiedades deseables para un shampoo, pero padecen de las desventajas de las soluciones de jabón especialmente si han de ser transparentes, son siempre alcalinas, y esta alcalinidad ocasiona asperezas y da una apariencia mate. En aguas duras los jabones ocasionan falta de brillo por deposición de jabones cálcicos.

A continuación se describen algunas propiedades de los tensoactivos mas utilizados.

-Alquil bencen sulfonatos. Las sales sódicas de alquil bencen sulfonatos en que el grupo alquil es una cadena lineal de 12 átomos de carbono son agentes desengrasantes enérgicos, y se pueden utilizar para preparar shampoos líquidos económicos formulados con otros ingredientes activos, tales como alcanolamidas. Sin embargo pueden dejar el cabello seco y aspero, causar problemas de vello y proporcionar un elevado grado de irritabilidad. ejemplo alquil bencen sulfonato de sodio.

-Alfa olefin sulfonatos. Son menos irritantes que sus precursores, y se utilizan ampliamente en baños de burbujas.

Tienen la ventaja de generar una gran cantidad de espuma en presencia de sebo, inclusive en aguas duras, poseen una gran estabilidad en distintos niveles de pH, se utiliza para fabricar shampoos de pH bajo.

-Alquil sulfato. Son extensamente utilizados en shampoos populares, especialmente los derivados de alcoholes laúrico y mirístico, tienen una elevada viscosidad por lo que se utilizan especialmente para shampoos en crema, tienen un alto potencial desengrasante y son algo irritantes por lo que se prefiere utilizar sales de alcanolamidas.

- Alquil eter sulfato. Aunque el lauril sulfato sódico es menos soluble que las sales aminas es mas económico. Tienen buenas propiedades espumantes, pero comparadas con alquil sulfatos la espuma es mas abierta y mas ligera. son estables en diferentes rangos de pH, presentan mayor suavidad, sin embargo dejan el cabello con características ligeramente mas pobres que las que se obtienen lavando con lauril sulfato de trietanolamina a concentraciones similares.

- Sulfosuccinatos. Son ingredientes suaves e incrementan el nivel de espuma, presentan poca incidencia de picor e irritación en los ojos, por lo que se utilizan principalmente en formulaciones de shampoos para bebés.

- Monoglicéridos sulfatos. La sal de amonio de monoglicérido sulfato ácido de coco se utilizó como base de un shampoo altamente popular en los EE.UU. Se comportan de un modo similar a los lauril sulfatos y presentan una mejor solubilidad.

- Gliceril éter sulfatos grasos. La principal ventaja es su buena estabilidad hidrolítica a todo valor de pH. También se afirma que son suaves para la piel y tienen una excelente espuma.

-Acilsarcosinatos. Son productos de condensación de un aminoácido(metil glicina), son grandes formadores de espuma e imparten buen tacto a la piel y al pelo, lo que les hace ser útiles auxiliares para lauril sulfato.

-Acil péptidos. Dejan el cabello lustroso, manejable y sedoso al tacto. No son grandes formadores de espuma, pero son fáciles de enjuagar, tienen un bajo nivel de irritabilidad.

- Éter glicolatos polialcoylados. Son suaves y ofrecen ciertas propiedades acondicionadoras (crecientes cuando se disminuye el pH), se les atribuye formar una espuma más cremosa y mejorar la lubricación.

TENSORACTIVOS NO IONICOS

- Alcanolamidas de ácidos grasos de coco. Estas sustancias no tienen por si mismas gran uso en shampoos, pero son de gran importancia como aditivos de detergentes aniónicos. Las monoalcanolamidas son solubles en soluciones detergentes con calentamiento suave. Generalmente se usan con los lauril sulfatos y la adición a shampoos entre el 10 y el 15 porciento produce los siguientes efectos:

La solubilidad del lauril sulfato se incrementa, se aumenta la viscosidad de la solución, mejoran las características finales del cabello, el volumen y la riqueza del enjabonamiento se mejoran.

No existen razones para superar la proporción del 15% ya que a concentraciones mas altas solo sirven para aumentar la viscosidad.

Las dietanolamidas se venden como productos líquidos o sólidos de baja temperatura de fusión. Las dietanolamidas son bastante útiles como aditivos de shampoos, aunque sus cualidades sinérgicas como espumantes y espesantes no son tan grandes como las correspondientes monoetanolamidas; sin embargo ofrecen mayor solubilidad. Las cualidades de mejorar la formación de espuma de estos productos no se ha explicado claramente, pero es probable que formen complejos con los iones lauril sulfatos en la interfase aire-agua.

- Derivados polialcoxilados. Aunque no se han utilizado mucho como tensoactivos principales, esencialmente a causa de su bajo poder espumante, estos compuestos constituyen una clase importante de auxiliares para shampoos. Los principales son los alcoholes grasos etoxilados los cuales son muy estables a cualquier pH, proporcionan características de estabilidad, emulsificación y opacidad.

TENSOACTIVOS ANFOTEROS

Estos tensoactivos están de moda en el desarrollo de shampoos suaves, su compatibilidad con otros detergentes, contribuyen al efecto acondicionador del cabello.

Se pueden clasificar en tres grupos:

- Aminoácidos de cadena larga n sustituidos.
- Betainas de cadena larga.
- Derivados de imidazolina de cadena larga.

- N alquil aminoácidos. su punto isoeléctrico que corresponde a su estado de switterion se encuentra en la zona de pH de 4.3. Las mejores propiedades espumantes se presentan en la zona de pH ligeramente alcalino, donde presentan el carácter aniónico de una sal carboxílica. Por otra parte las propiedades catiónicas son asumidas a valores bajos de pH, proporcionados por un grupo amino secundario o terciario; la contribución óptima a la manejabilidad del cabello se encuentra en pH ácido. El mas utilizado es el derivado de acidos grasos de coco a pH de 5.5.

Betainas. Este término genérico se refiere a compuestos switteriónicos derivados de la trimetilglicina. Se comporta como catiónico a pH ácido y aniónico en soluciones alcalinas, estos tensoactivos son suaves y efectivos limpiadores con propiedades elevadas de formación de espuma. Además los comportamientos de nivel de espuma no están afectados por cualquier variación de pH. Son compatibles con los tensoactivos catiónicos, aniónicos o no iónicos y presentan propiedades espesantes. Las amido betainas son más suaves y por tanto encuentran una ola de interés general, la más utilizada actualmente es la cocamidopropilbetaina. Otras betainas son las sulfobetainas en que el grupo carboxílico es reemplazado por un análogo sulfónico, resultando por ello una suavidad mejorada para piel y ojos.

- Alquil imidazolininas. También son conocidas como cicloimidatos, son compuestos cuaternizados, estables a distintos niveles de pH, son bastante suaves y presentan una muy baja irritabilidad por lo que se utilizan en la mayoría de shampoos para bebés. Presentan propiedades regulares como espumantes, pero pueden asociarse con prácticamente todos los tensoactivos. Se les atribuye mejorar la estabilidad de la espuma, siendo bastante inocuos para la mucosa del ojo.

TENSOACTIVOS CATIONICOS

En términos generales, la propiedades de limpieza y espumantes de los tensoactivos aniónicos son mas bajas que las de los aniónicos, ademas su fuerte afinidad por las proteínas tales como la queratina pueden inducir al redeposito de las partículas de suciedad durante el enjabonado. Ademas son agresivos al ojo en grado superior a los no iónicos. Los compuestos mas usados han sido las sales de alquil trimetilamonio, estearil dimetilbencil amonio y las sales de amonio cuaternario con cadenas dobles de grasa las cuales han ganado publicidad con el desarrollo de los acondicionadores.

En general esta clase de tensoactivos se ha mantenido durante largo tiempo en ultimo término en relación a los demas tipos debido a la mala fama de sus propiedades.

Ademas de las propiedades que nos brinda un determinado agente tensoactivo, es necesario agregar aditivos, los cuales se incorporan al shampoo para complementar la fórmula y dar propiedades específicas. Generalmente estos aditivos se utilizan para dar efectos acondicionadores, o bien como agentes secuestrantes, conservadores, clarificantes, colorantes, perfumes etc.

Hay varias maneras de catalogar o diferenciar un shampoo, la mas sencilla es diferenciarla para los diferentes tipos de cabello, esto es, cabello normal, seco y graso.

La segunda es de acuerdo a la presentación del producto al público, es decir:

- shampoos líquidos transparentes.
- shampoos cremas líquidas.
- shampoos cremas sólidas.
- shampoos oleosos.
- shampoos en polvo.
- shampoos en espuma aerosol.

Tambien podemos hacer una clasificación de acuerdo a la función que tienen:

- shampoos acondicionadores.
- shampoos anticaspa.
- shampoos para bebés.
- shampoos ácidos

II DESCRIPCION DEL PRODUCTO

INTRODUCCION.

Las alcanolamidas son una clase de surfactantes no iónicos con una amplia gama de aplicaciones, en general, las amidas se adicionan a las formulaciones en pequeños porcentajes para impartir una o más de las siguientes propiedades:

- Modificar la viscosidad
- Emulsificar/solubilizar
- Agente emoliente
- Crecimiento de la espuma
- Estabilización de la espuma
- Agente de limpieza
- Baja irritabilidad

La lista de atributos o propiedades que brindan las amidas es muy grande, además de estos usos hay más, pero generalmente se utilizan para modificar la viscosidad y para tener una mayor cantidad de espuma, así como una espuma más estable.

Para modificar la viscosidad en una formulación, las amidas se agregan tanto en combinación con electrolitos, como aisladas, la manera más común de modificar la viscosidad de un producto es utilizando únicamente una pequeña proporción de amida y ajustar finalmente la viscosidad con un electrolito.

El electrolito más utilizado para este fin es el cloruro de sodio o sal de mesa, esto es fácil de explicar debido a que es un material bastante económico.

El mejoramiento de la espuma que imparten las amidas puede observarse tanto en el volumen de la espuma como en la estabilidad de la misma, esto es se obtiene una espuma más abundante, más cremosa y mucho más estable al paso del tiempo.

Existen varios métodos para medir el volumen y la estabilidad de una espuma los cuales van desde la prueba de agitación de la misma, hasta pruebas en salón de belleza que son evaluadas con las llamadas pruebas de medias cabezas.

De todos los métodos existentes, el mas utilizado tal vez por ser el más accesible y el más simple es de la prueba de agitación de espuma. Este método da resultados rapidamente en cuanto a nivel de espuma y estabilidad de la misma, estas pruebas generalmente son comparativas con algunas otras formulaciones.

Las características funcionales de las amidas en cualquier sistema estan determinadas por su composición, esto es por la longitud de la cadena de hidrocarburos, el tipo de amina utilizado para su elaboración y por todas aquellas impurezas que contenga la misma.

Modificando o variando estas características pueden crearse una variedad de productos diferentes con los cuales se pueden lograr distintos atributos dependiendo del producto.

En lo que se refiere al cuidado personal, las amidas más utilizadas son aquellas que de una manera u otra derivan del aceite de coco, las mas utilizadas son la cocodietanolamida o dietanolamida del aceite de coco o la dietanolamida laúrica mirística o dietanolamida de los ácidos grasos de coco.

Para entender la preferencia de cierto tipo de amidas en las distintas formulaciones es necesario entender bien la química y la composición de estas ya que como se menciona anteriormente estas composiciones nos daran diferentes atributos.

Las amidas pueden prepararse a partir de los ácidos grasos de algún triglicérido o directamente a partir del triglicérido haciendolos reaccionar con una amina.

Un triglicérido puede contener una gran variedad de ácidos grasos, es decir puede estar compuesto por una mezcla de ácidos grasos que contengan cadenas de hidrocarburos de diferente longitud.

En la siguiente página se encuentra una tabla que muestra la distribución de ácidos grasos en distintos aceites, dichos ácidos grasos se obtuvieron por hidrólisis de los triglicéridos de dichos aceites, se recolectaron varias partidas y se hizo un promedio de las cantidades encontradas de cada ácido y se redondearon las cifras.

De acuerdo al número de átomos de carbono que tenga una molécula, y del grado de saturación o insaturación de la misma reciben su nombre los ácidos grasos, los nombres que reciben son triviales y parece ser que provienen de la fuente de origen.

A continuación se listan los nombres de algunos ácidos grasos

SATURADOS

C8- C10	Cáprico
C12	Láurico
C14	Mirístico
C16	Palmitico
C18	Estearico

INSATURADOS

C14:1	Miristoléico
C16:1	Palmitoléico
C18:1	Oléico
C18:2	Linoléico
C18:3	Linoléico

De acuerdo con las dos tablas anteriores se puede observar que se puede preparar una amida que tenga la misma distribución de átomos de carbono que el triglicérido del cual se parte, o bien hidrolizando el triglicérido y realizando una destilación fraccionada separar los ácidos grasos y preparar una amida que tenga unicamente un tipo de ácido graso.

COMPOSICION QUIMICA

Las primeras amidas que se fabricaron y que se comercializaron son las llamadas amidas de Kritchevsky, las cuales se desarrollaron en 1937 y fueron patentadas por su descubridor. Las amidas fabricadas por este proceso son amidas que tienen baja pureza. El proceso consiste en hacer reaccionar una mol de ácido graso, metilester, o triglicérido con dos moles de dietanolamina, pero existe un problema, el producto tiene un alto grado de amina libre y presenta un color bastante oscuro lo que hace menos deseable al producto para su uso en cosmética.

Todos estos problemas se solucionaron cuando se encontró otra forma de fabricar dichas amidas. El proceso nuevo consiste en hacer reaccionar un mol de ácidos grasos, metilester, o triglicérido con unicamente un mol de amina, dicha reacción debe de llevarse a cabo con la ayuda de un catalizador, el cual nos ayuda a bajar algunas condiciones de reacción como son temperatura y presión de operación, así como a obtener un producto más puro y con colores más claros.

Como vemos hay distintas formas de preparar una amida, estas distintas formas de manufactura producen diferentes tipos de amidas con diferentes características tanto físicas como químicas, pero podemos decir que en general los subproductos que obtenemos de las diferentes reacciones son glicerina dietanolamina libre, ésteres de amida y agua.

SUBPRODUCTOS DE LAS DISTINTAS REACCIONES

A continuación se presentan algunos de los subproductos que se obtienen de las distintas reacciones así como las características que provocan en las distintas formulaciones.

Cuando se parte de un triglicérido, ya sea para producir reacciones del tipo 1:1 o del tipo 2:1 la reacción nos dará como producto amida mas glicerina, la cual queda en el producto en un 8 a un 10 por ciento.

Cuando se parte de un ácido graso, la reacción dará como productos amida mas agua, la cual puede ser removida de la amida por simple evaporación y condensación.

Por último cuando se parte de un metil éster, la reacción dará como productos amida mas metanol, el cual también puede ser removido de la amida por evaporación y condensación.

Por lo tanto, para saber que tipo de amida funcionará de manera adecuada en la formulación se debe conocer perfectamente el efecto que producen los subproductos que pueden o no quedar remanentes en la amida dependiendo del tipo de subproducto. Estos subproductos pueden provocar efectos deseables o no deseables en el producto final al que será destinada la amida.

A) DIETANOLAMINA LIBRE (DEA LIBRE).

La dietanolamina libre puede contribuir de manera positiva o negativa en cuanto a los atributos que puede brindar una amida, la dietanolamina libre hace que el producto tenga mayor fluidez, y le brinda propiedades solubilizantes, además de esto, es necesario que exista una pequeña cantidad de amina libre para permitir que los ésteres formados se transformen en amida y por lo tanto obtener un producto más puro.

Por otro lado, la presencia de un alto contenido de dietanolamina libre, el cual se encuentra en las amidas preparadas por el método de Kritchewsky, provocan que la respuesta de la amida al mejoramiento de la viscosidad sea mínima. Además de esto la amida contribuirá en el caso de ser utilizada para la elaboración de un shampoo a tener tiempos mayores para ajustar el pH del shampoo, ya que la amina libre producirá un incremento en el pH del shampoo.

B) GLICERINA.

La glicerina actúa de manera positiva dando fluidez a la amida, además de esto en el caso de ser utilizada para la elaboración de un shampoo, la glicerina presente en la cocodietanolamida le impartirá propiedades humectantes, la glicerina también actúa de manera negativa en menor grado reduciendo un poco la viscosidad de la fórmula, así como la cantidad de espuma generada.

C) ESTERES.

Los ésteres unicamente tienen un efecto negativo en la pureza de la amida, la presencia de ésteres en formulaciones para shampoos reduce la respuesta a la modificación de la viscosidad, además de que aquellas fórmulas que contengan un gran contenido de ésteres incrementarán su potencial de tener un punto de turbidez muy alto.

D) AGUA.

El agua unicamente se produce cuando se hacen reaccionar los ácidos grasos con la amina, esto no trae ningún problema, además que el eliminarla del producto no es cosa complicada.

E) METANOL.

El metanol formado al hacer reaccionar los ésteres metílicos con la amina debe ser retirado ya que este alcohol en una formulación para fabricación de shampoos reseca el cabello.

CLASIFICACION DE AMIDAS.

Las amidas se pueden clasificar de acuerdo al grupo amino que sea utilizado, y por la distribución de cadena de átomos de carbono que utilizemos.

A) GRUPO AMINO.- La mayor parte del total de amidas producidas parten de tres tipos amínicos, los cuales son:

- 1) Monoetanolamina (MEA).
- 2) Dietanolamina (DEA).
- 3) monoisopropanolamina. (MIPA).

las cuales ofrecen diferentes aplicaciones y ventajas al ser utilizadas en formulaciones.

Las dietanolamidas no son tan efectivas como las monoetanolamidas en cuanto a modificación de viscosidades se refiere, pero actualmente permanecen como tipo predominante las dietanolamidas para la utilización en formulaciones de shampoos.

Las dietanolamidas producen el mismo efecto en cuanto a la generación de espuma y la estabilización de la misma, además de ser más fáciles de manejar por ser más fluidas y tener un menor punto de fusión, pero la principal razón para que este tipo de amina sea más comercial es que es mucho más económica.

B) LONGITUD DE LA CADENA DE HIDROCARBUROS.

Cada longitud de cadena hidrocarbonada tendrá un efecto distinto en la funcionalidad de una amida, las amidas de acuerdo a esta clasificación se nombran de acuerdo al ácido graso del cual provienen.

No de Carbonos	Nomenclatura CFTA	Nomenclatura comun.
C10	capramida	amida cáprica
C12	lauramida	amida laúrica
C14	miristamida	amida mirística
C16	palmitamida	amida palmítica
C18	estearamida	amida esteárica
C18:1	oleamida	amida oléica
C18:2	linoleamida	amida linoléica
C18:3	linolenamida	amida linolénica

Cambiando la longitud de la cadena carbonada de una amida, cambiará su solubilidad y cambiará su punto de fusión, viscosidad, y por lo tanto también cambiaran sus atributos, por lo que se debe de escoger una amida que tenga la cadena de hidrocarburos que se adecue a las necesidades.

APLICACION DE AMIDAS EN SHAMPOOS.

Como ya se ha visto las amidas se pueden incorporar a la formulación de un shampoo como único elemento controlador de la viscosidad o bien auxiliadas con la presencia de un electrolito.

Quando se utilizan de manera aislada para incrementar la viscosidad en sistemas aniónicos, las cadenas más largas de hidrocarburo son las que mejores resultados dan, en la mayoría de

los casos se pueden lograr productos de muy altas viscosidades como las de un gel.

Las dietanolamidas láuricas son también muy buenas modificadoras de viscosidad, pero no en el rango de las amidas de mayor cadena de hidrocarburos.

Cuando se utilizan en combinación con electrolitos las propiedades espesantes de las amidas se incrementan mucho más, es por ello que al agregar menores cantidades de amida se logra un efecto similar al de agregar mayores cantidades sin la ayuda de un electrolito, es por esto que las amidas que se utilizan son de cadena más o menos largas y que la manera de utilizarse sea con la ayuda de un electrolito lo cual hará que el costo de la fórmula sea menor.

ESPECIFICACIONES DE CALIDAD.

Las especificaciones de calidad varían de un tipo de amida a otro, este estudio pretende producir una dietanolamida de aceite de coco o cocodietanolamida con las siguientes especificaciones:

Amida condensada	78% mínimo
DEA libre	6% máximo
Humedad	1% máximo
Esteres	6% máximo

Glicerina	10% máximo
pH (sol. al 1 % agua)	9-10
Apariencia	líquido viscoso
Color 5 1/4 lovibond	2 rojos 15 amarillos

Datos físicos. Es un líquido viscoso de color amarillo pálido o ligeramente ambar, presenta un olor amínico, es dispersable en agua y soluble en otros surfactantes. Su punto de fusión es de -4°C y el punto de ebullición es de 195°C.

Niveles recomendados de uso. El nivel de uso que se recomienda para este tipo de amida varia de acuerdo con las diferentes formulaciones, pero se puede decir de manera general que es de un 10 a un 50 por ciento del surfactante aniónico, lo cual en la práctica significa de un 2 a un 6% del peso total de la fórmula de un shampoo.

Ventajas que proporciona al shampoo:

- Aumenta su viscosidad.
- Mejora la formación de espuma.
- Ayuda a formar una espuma fina y de apariencia cremosa.
- Aumenta la estabilidad de la espuma.
- Mejora la capacidad de disolver una grasa.
- Previene del colapso de la espuma en presencia de suciedad.
- Posee propiedades acondicionadoras (minimas).
- Solubiliza materias ligeramente solubles.

Toxicidad. La cocodietanolamida es practicamente un producto no tóxico, tiene valores de la magnitud de arriba de 5 gr. por Kg. de peso corporal. Es un irritante muy suave para la piel y ojos a concentraciones de hasta un 15 porciento, y moderadamente irritante a concentraciones mayores. Puede ser un recurso para la fabricación de nitrosaminas las cuales son posibles agentes causantes de cancer.

Manejo y almacenamiento. El producto es líquido, y no solidifica hasta llegar a una temperatura de -4°C , por lo que se almacenará en un tanque de acero inoxidable de 10 toneladas y sera bombeado a los tanques de manufactura de shampoos mediante una bomba centrifuga, las lineas de conexión entre el tanque de almacenamiento y los tanques de manufactura de shampoos será de acero al carbon de 2" de diametro. Para la limpieza del tanque de almacenamiento y de la tubería un simple lavado con agua será suficiente.

En caso de accidente:

ojos.- enjuage con agua en abundancia.

ingestion.- ninguna recomendación es necesaria.

piel,- lave con agua en abundancia.

III MERCADO

En este capítulo se explica a grandes rasgos como es la situación actual del mercado de cocodietanolamida en México.

Las estadísticas generales indican que la demanda de agentes con propiedades surfactantes del tipo cocodietanolamida se satisface con la producción nacional, por lo que no es necesaria la importación.

La elaboración de estos productos en México tuvo un gran desarrollo en los últimos años, esto fué debido a que la tecnología en el área de shampoos crece día con día, en la actualidad se cuenta con una gran variedad de marcas de shampoos, muchas de ellas de casas pequeñas, pero todas hacen un total de cerca de 100 millones de litros anuales.

Debido a la gran cantidad de shampoos es necesaria la fabricación de cocodietanolamida, al ver la gran demanda de dicho material, muchas empresas pequeñas incluyeron la manufactura de cocodietanolamida entre sus productos para poder satisfacer las necesidades de las pequeñas industrias caseras.

A la fecha no hay nada publicado acerca de las cantidades que se fabrican en México, así que se llevo a cabo un estimado de la producción nacional de la siguiente manera:

Se puede dividir a la industria del shampoo en 4 grandes secciones: cosméticos, familiares, anticaspa y para niños. Las diferentes categorías tienen distinto porcentaje de venta en México, los cuales son:

CATEGORIA	% DEL MERCADO
1. Cosméticos.	50
2. Familiares.	32
3. Anticaspa.	15
4. Para niños.	3

Se escogieron algunas marcas de shampoos (las mas vendidas) de cada categoría y se les analizó el contenido de cocodietanolamida, los resultados indicaron que el consumo de este material varia desde un 0% hasta un 7%, pero se hizo un promedio de uso en las diferentes categorías, y se obtuvo un porcentaje medio utilizado de cocodietanolamida en las distintas categorías. El resultado fué de 3% de uso en cada categoría.

El mercado total actual de shampoos es de 92 millones de litros anuales, los cuales representan cerca de 100 mil toneladas de shampoo anuales, por lo cual se estima que la demanda de cocodietanolamida es de 3 mil toneladas anuales.

Los principales productores son:

1. Canamex S.A. de C.V.
2. Cicloquímica Mexicana.
3. Cia. química Anglomexicana.
4. Dispersiones de México.
5. Henkel Mexicana S.A. de C.V.
6. Ind. Parmal S.A. de C.V.
7. Ind. Química del Centro.
8. Nalcomex. S.A. de C.V.
9. Nil S.A. de C.V.
10. Organosíntesis S.A.
11. Polaquimia.
12. Prod. Químicos Géminis.
13. Stepan de México.
14. Stoffel y cia.
15. Surfaquimia S.A. de C.V.

Hablando de los requerimientos de cocodietanolamida por parte de la compañía, actualmente se producen 20,000 toneladas anuales de shampoos, las cuales multiplicadas por el factor de uso de COEA dan aproximadamente 400 toneladas anuales de cocodietanolamida, sin miras a incrementarse en los próximos años.

IV TECNOLOGIA DISPONIBLE.

En este capítulo se describirán los métodos de preparación de cocodietanolamida o también llamada dietanolamida del aceite de coco.

Se puede decir que todos los métodos de preparación provienen de una manera u otra del aceite de coco, o bien de algún derivado de éste.

La cocodietanolamida se puede producir principalmente a partir de la dietanolamina haciéndola reaccionar con:

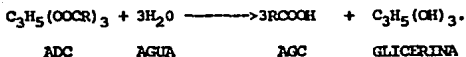
- 1) ACIDOS GRASOS DE COCO.
- 2) METIL ESTER DE LOS ACIDOS GRASOS DE COCO.
- 3) ACEITE DE COCO.

Ademas cabe mencionar que hay distintas maneras de obtener los ésteres metílicos de los ácidos grasos de coco, por lo que se expondrán las diferentes formas de preparación de los mismos.

Se podría presentar cada manera de preparar la cocodietanolamida a partir de los tres productos anteriores, pero con el objeto de hacer un estudio mas profundo de dichos métodos se comenzará describiendo la preparación de los ácidos grasos y de los ésteres metílicos a partir del aceite de coco.

1.- PREPARACION DE COCODIETANOLAMIDA A PARTIR DE ACIDOS GRASOS.

A) Hidrolisis del aceite de coco.



Donde:

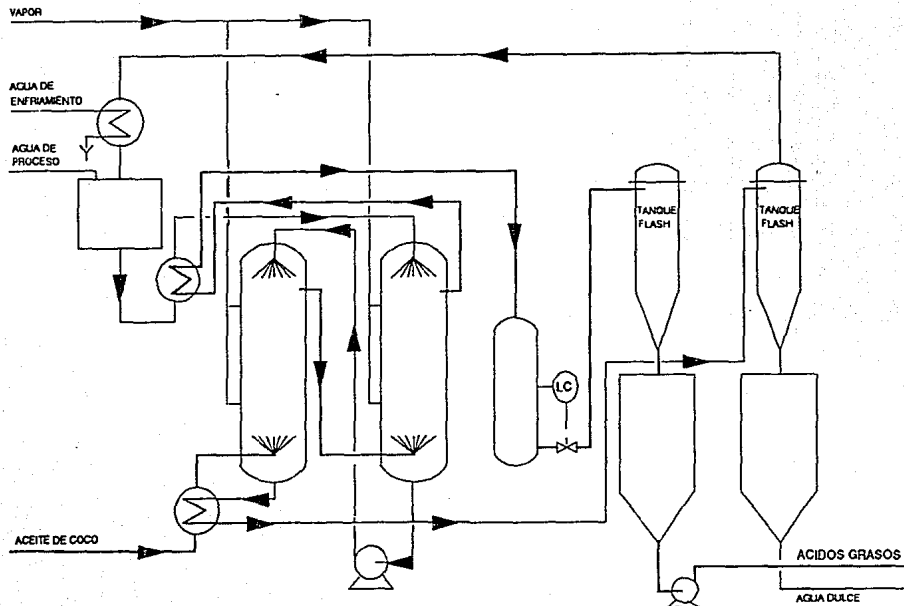
ADC= aceite de coco.

AGC= ácidos grasos de coco.

Esta reacción no es muy fácil de realizar, procede en etapas, y además es reversible, así que si los productos no son removidos de la esfera de reacción se producirá un equilibrio reactivos-productos dependiendo de la concentración de lo formado. Generalmente se utiliza un exceso de agua, las temperaturas altas y las presiones altas aceleran la velocidad de reacción, la cual además puede ser catalizada con catalizadores ácidos. El proceso es el siguiente:

El aceite de coco pasa por un intercambiador de calor, posteriormente entran a la columna de destilación donde se pone en contacto el aceite con vapor y se lleva el aceite a una temperatura de 230°C, una vez llena la primera columna, el aceite pasa a la segunda columna, por el domo salen ácidos grasos, y por el fondo se retira el agua dulce. Los ácidos pasan a un tanque flash donde se les retira la mayor parte de agua, posteriormente pasan a un tanque de reposo. El diagrama de flujo se encuentra en la siguiente página.

PROCESO DE FABRICACION DE ACIDOS GRASOS DE COCO A PARTIR DE ACEITE DE COCO



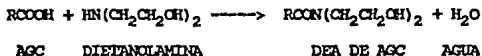
Como se puede observar se obtiene una mezcla de ácidos grasos de coco, y como subproducto glicerina, la glicerina que se obtiene debe ser refinada posteriormente para obtener una pureza de arriba del 95%, esta purificación se puede llevar a cabo mediante un proceso llamado de agua blanda con evaporadores de efecto múltiple, y posteriormente destilando y blanqueando la glicerina.

La mezcla de ácidos grasos puede ser utilizada para la fabricación de dietanolamida de ácidos grasos de coco, o bien se pueden separar los distintos ácidos grasos y así obtener una amida de un solo ácido graso. Así se podría obtener dietanolamida láurica o dietanolamida mirística etc.

La separación de los ácidos grasos se efectúa por medio de una destilación fraccionada, mediante este método se obtienen purezas de arriba del 98%, este método no es tan efectivo en la separación de los ácidos esteárico y oléico debido a que presentan puntos de ebullición muy similares.

Un método eficaz para separar estos ácidos grasos es un proceso a presión, en el cual la mezcla de ácidos grasos se cristaliza, los cristales se envuelven en un paño y se colocan en una prensa, se aplica presión para sacar el ácido oléico mientras el ácido esteárico queda dentro del paño.

B) La reacción de amidación es la siguiente:



Esta reacción se puede llevar a cabo con o sin la ayuda de un catalizador.

- Si se lleva a cabo sin la presencia de un catalizador se debe de utilizar una relación molar de 2:1 amina:ácido graso, la reacción se lleva a cabo a presión atmosférica y a una temperatura de 150°C. La reacción se lleva a cabo en un tiempo de aproximadamente seis horas. La amida formada tendrá aproximadamente 60% de pureza.

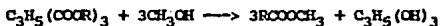
- Si la reacción se lleva a cabo con la presencia de un catalizador (metilato de sodio) la pureza de la amida se incrementa hasta un 85%, la relación molar que se debe de utilizar es de 1:1 amina ácido graso, la presencia del catalizador ayuda a bajar la temperatura de reacción, y el tiempo de reacción se reduce considerablemente.

2.-PREPARACION DE COCODIETANOLAMIDA A PARTIR DE ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS.

A) Preparación de ésteres metílicos.

La manufactura de ésteres metílicos se puede llevar a cabo por los siguientes métodos:

a.1 Haciendo reaccionar el aceite de coco con alcohol metílico (metanol) en presencia de un catalizador alcalino.



El proceso es el siguiente:

Metanol anhidro, aceite y catalizador se cargan en un reactor encaquetado con agitador, la mezcla se lleva a cabo a una temperatura de 60 - 70°C durante un tiempo de 2 hrs., una vez finalizada la reacción la mezcla consistente en metilester, glicerina y metanol se bombea a un tanque de reposo donde se separan las fases éster y metanol-glicerina, la glicerina se purifica y los ésteres son tratados con agua para ser lavados de todo el metanol y catalizador remanente.

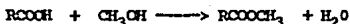
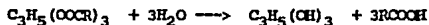
Esta reacción es reversible, pero con el equilibrio desplazado hacia la derecha, la reacción da un 90% de metilester.

La reacción se debe llevar a cabo utilizando un exceso de metanol y removiendo la glicerina formada, una vez llevada a cabo la reacción, la glicerina y el metilestar se separan rápidamente facilitando la purificación de estos dos productos.

En este método la glicerina obtenida se encuentra libre de agua, mientras que preparando los ésteres por hidrólisis-esterificación la glicerina contiene una cantidad considerable de agua que debe ser removida.

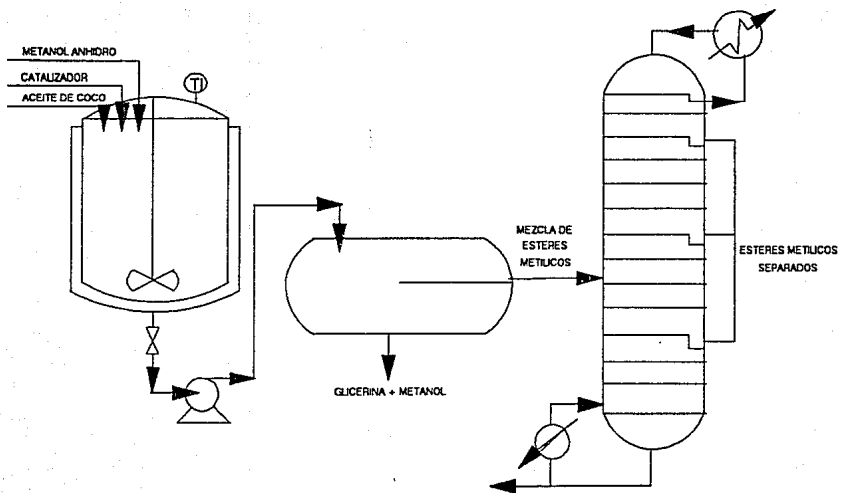
Aunque la estequiometría de esta reacción requiere de 3 moles de metanol por mol de aceite, se obtienen mejores conversiones utilizando un exceso de metanol, las conversiones máximas se obtienen al utilizar una relación de 6:1 alcohol: triglicérido. Para obtener máximos rendimientos se debe de partir de aceite refinado y blanqueado, con la menor acidez libre posible.

a.2 Por medio de la combinación de dos reacciones, hidrólisis-metanólisis. Las reacciones son las siguientes:



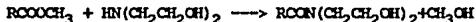
El diagrama de flujo se encuentra en la siguiente página.

PRODUCCION DE ESTERES METILICOS A PARTIR DE ACEITE DE COCO



B) Amidación.

La reacción es la siguiente:



Esta reacción se lleva a cabo a presiones reducidas y temperaturas elevadas, el tiempo de reacción es de aproximadamente 4 horas.

Ventajas de los ésteres metílicos sobre los ácidos grasos.

--Los ésteres se producen con menor energía térmica, ya que la transesterificación de aceites requiere de temperaturas de reacción mucho menores que las de la hidrólisis para formar ácidos grasos.

--La glicerina que se obtiene vía metanólisis esta libre de agua, mientras que la glicerina formada por hidrólisis contiene cantidades apreciables de agua.

-Cuando se requiere destilación fraccionada para purificar ésteres o ácidos grasos, esta es más eficiente con los ésteres debido a que tienen puntos de ebullición menores y con mayores diferencias entre ésteres homólogos.

-Los ésteres son químicamente más estables que los ácidos grasos no son muy susceptibles a cambios de color y a la degradación.

-Los ésteres metílicos pueden ser procesados en recipientes de acero al carbón, los cuales son mucho más económicos que los de acero inoxidable que se requieren para preparar ácidos grasos.

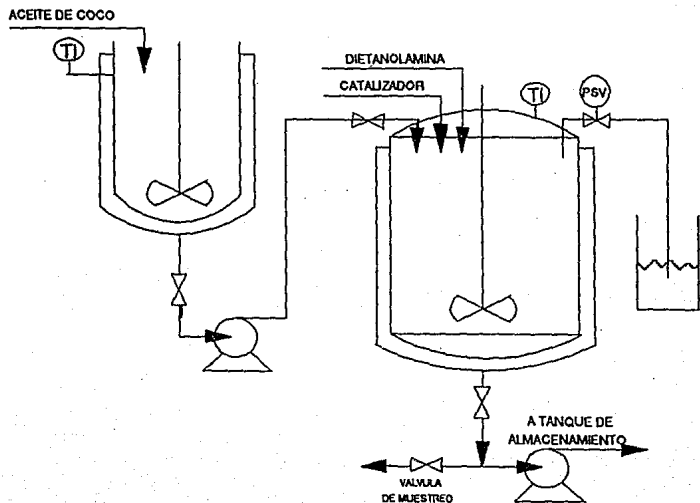
3) PREPARACION DE COCIDIETANOLAMIDA A PARTIR DE ACEITE DE COCO.

La reacción es la siguiente:



Para llevar a cabo esta reacción es necesaria la presencia de un catalizador, el más utilizado es el metilato de sodio, la relación molar es de 3:1 amina:aceite pero se requiere de un exceso de amina, esta reacción no requiere de temperaturas muy elevadas, se lleva a cabo a presión atmosférica. El único inconveniente es que la glicerina queda remanente en el producto y por lo tanto se obtienen purezas del 75% aproximadamente de amida. El diagrama de flujo es el siguiente:

EQUIPO PARA LA PRODUCCION
DE COCODIETANOLAMIDA
A PARTIR DE ACEITE DE COCO



V PROCESO ELEGIDO

De los diferentes tipos de cocodistanolamida disponibles en el mercado, dos de ellos son los más generales, estos son las amidas de 90% de pureza y las amidas que contienen 80% de pureza con 10% de glicerina remanente en el seno de la amida.

El laboratorio de investigación y desarrollo de nuestra planta matriz investigó ambos tipos, y de las pruebas realizadas se determinó que el tipo más conveniente para los fines que se requieren en shampoos es aquel que contiene 10% de glicerina y con una pureza del 80%, este tipo es mucho más sencillo de producir y puede utilizarse de manera equivalente, en base al ingrediente activo que aquella que contiene 90% de pureza. Además de la facilidad de producción, este tipo de amida es mucho más económico de producir que el de 90% de pureza.

Para la producción de este tipo de amida solo se requiere de una reacción sencilla la cual consiste básicamente en la condensación de aceite de coco refinado y blanqueado con dietanolamina, en presencia de un catalizador alcalino, en este caso se utilizará metilato de sodio. Las reacciones involucradas se encuentran en el anexo A.

ANALISIS DEL PROCESO

Para la manufactura de cocodietanolamida a partir de aceite de coco requerimos del siguiente equipo:

- 1.- Tanque de almacenamiento de aceite de coco.
- 2.- Tanque báscula.
- 3.- Tanque de manufactura de cocodietanolamida con:
 - a) Chaqueta de enfriamiento y calentamiento.
 - b) Agitador.
- 4.- Tanque de almacenamiento del producto terminado.
- 5.- Bombas, tubería y accesorios.

I.- MATERIAS PRIMAS PARA SU FABRICACION.

A DIETANOLAMINA.- Es un líquido higroscópico, incoloro, transparente, ligeramente viscoso, con ligero olor amoniacal a temperaturas mayores a la temperatura ambiente. A temperatura ambiente es un sólido blanco cristalino, su fórmula es $\text{HN}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ con peso molecular de 105.14 g/g mol.

Las empresas que pueden proveer este material son:

- GRUPO IDESA
- PRODUCTOS TEXACO S.A. DE C.V.
- SHELL DE MEXICO S.A. DE C.V.

ESPECIFICACIONES DE COMPRA.

Color A.P.H.A.	20 MAX.
Peso equivalente	104-106
Gravedad especifica 30/20°C	1.09-1.094
Agua % peso	0.15 max.
Monoetanolamina % peso	0.50 max.
Trietanolamina % peso	0.50 max.
Dietanolamina % peso	99.00 min.

PROPIEDADES FISICAS DE DIETANOLAMIDA PURA.

Peso molecular	105.14
Punto de fusión	28°C
Punto de ebullición	269°C
Gravedad especifica	1.0919
viscosidad, cps.	350 (30°C)
Solubilidad en agua	95.4 % (20°C)

El producto lo tienen disponible en tambores de 225 kilogramos, debido a que el producto cristaliza a 28°C será necesario precalentarlo antes de utilizarse.

B CATALIZADOR.- El catalizador que se utilizará será metilato de sodio, esto es debido a que es el más efectivo para este tipo de reacción, presentando menores tiempos de reacción con menor cantidad de catalizador, lo cual ahorra tanto tiempo como dinero.

El metilato de sodio se puede conseguir puro o en solución con metanol. La ventaja de utilizar el metilato en solución es que es menos riesgoso, ya que el metilato puro es explosivo.

El metilato a utilizar será de 25% de pureza en solución con metanol. Este es un líquido claro, insoluble en agua, se debe tener cuidado especial en su manejo debido a su caracter cáustico e irritante. Las empresas posibles proveedoras de este material son:

HENKEL MEXICANA S.A. DE C.V.

OLIN QUIMICA S.A. DE C.V.

WATSON PHILLIPS Y CIA.

ESPECIFICACIONES DE COMPRA.

Carbonato de sodio	0.30% max.
Hidroxido de sodio	0.70% max.
Metilato de sodio	25.00% min.

El catalizador lo tienen disponible en porrones de 125 kg.

C ACEITE DE COCO REFINADO Y BLANQUEADO.- El aceite de coco que se debe utilizar debe ser forzosamente refinado y blanqueado con el fin de evitar problemas tanto de olor como de color en el producto terminado. Además el aceite deberá tener la menor acidez posible, debido a que la acidez libre desactiva el catalizador.

ESPECIFICACIONES DE COMPRA.

Color de saponificación	2 rojos max.
Acidez libre	2% max.
Impurezas	**
Humedad	**
Titer	20- 25°C.
Olor	característico no rancio.
Jabón	200 ppm. max.

** El estándar de humedad mas impurezas debe ser de máximo 1%.

II.-CONDICIONES A CUIDAR EN EL PROCESO.

1.- Temperatura. El tiempo de reacción va completamente ligado con la temperatura, el tiempo de reacción aumenta al bajar la temperatura, y existe un límite inferior en el cual la reacción no se lleva a cabo.

Otra razón por la que es necesario cuidar la temperatura es que a medida que aumenta, aumentan también la cantidad de impurezas formadas, específicamente aumenta la cantidad de ésteres.

Si se lleva a cabo un balance entre estas dos consideraciones, la temperatura a la cual se debe llevar a cabo la reacción es aquella que brinde un tiempo de reacción razonable, y con la menor cantidad de impurezas posibles.

2.- Relación de Dietanolamina: Aceite de coco. La estequiometría de la reacción indica que se debe de tener una relación molar de 3:1 Dietanolamina: Aceite de coco, pero en realidad se necesita un exceso de dietanolamina para reducir un poco la cantidad de ésteres formados.

Por lo tanto se debe de buscar la relación óptima para obtener buenos resultados y no elevar demasiado el costo fórmula.

3.- Cantidad de catalizador.- El catalizador representa en gran parte el costo total de la fórmula por lo que hay que escoger de manera adecuada la cantidad de catalizador a utilizar.

La cantidad de catalizador se escoge de tal manera que la reacción proceda relativamente rápido y con una pureza razonablemente buena.

III.-DESCRIPCION DEL PROCESO.

A) Fórmula.- La fórmula depende del peso molecular de la dietanolamina y de el aceite de coco. El peso molecular de la dietanolamina se puede tomar como fijo de 105 g/gmol. El peso molecular del aceite de coco varia de acuerdo al contenido de ácidos grasos. Este peso molecular es de alrededor de 650 g/gmol. Para calcular las cantidades de aceite y dietanolamina que se deben utilizar basta con fijar la cantidad de catalizador y la relación molar de dietanolamina:aceite de coco. La fórmula para calcular dichos porcentajes es la siguiente:

% CATALIZADOR = Nivel elegido.

$$\% \text{ DIETANOLAMINA} = \frac{\text{Relación molar} \times 105}{(\text{Rel molar} \times 105) + \text{P.M. ADC.}} \times (100 - \% \text{ CAT})$$

$$\% \text{ ACEITE DE COCO} = \frac{\text{P.M. Aceite de coco}}{(\text{Rel molar} \times 105) + \text{P.M. ADC.}} \times (100 - \% \text{ CAT})$$

Donde P.M. ADC.= peso molecular aceite de coco.

B) Estándares de Calidad.

B) Estándares de Calidad

ANALISIS	ESPECIFICACION
% HUMEDAD	1 MAXIMO.
% ACIDOS GRASOS LIBRES	1 MAXIMO.
% DIETANOLAMINA LIBRE	6 MAXIMO.
% ESTERES LIBRES	6 MAXIMO.
% JABON	5 MAXIMO.
% GLICERINA	7-10
% PUREZA (por diferencia)	78 MINIMO.

IV.- MANUFACTURA.

- 1.- Pesar los materiales de acuerdo a la orden de manufactura.
- 2.- Agregar al tanque de manufactura Dietanolamina y Metilato de sodio, poner en funcionamiento el agitador y calentar hasta una temperatura de 75°C.
- 3.- Agregar aceite de coco y agitar vigorosamente hasta que la reacción se lleve a cabo.
- 4.- Una vez llevada a cabo la reacción, tomar una muestra para aprobación del laboratorio de control de calidad.
- 5.- Una vez aprobada la muestra, descargar el producto en el tanque de almacenamiento.

VI TÉCNICA DE EXPERIMENTACION

1.- Teoría del diseño de experimentos.

El diseño estadístico de experimentos es una técnica que cada vez tiene mayor utilidad en las industrias de procesos químicos.

Como las distintas investigaciones se hacen generalmente bajo presión para obtener resultados rápidos, seguros, y con el menor número de experimentos posibles, muchos investigadores están apoyándose en la ayuda que un buen diseño experimental les puede otorgar.

Quizá uno de los más importantes beneficios es que da más información por experimentos que los trabajos no planeados, lo cual reduce la pérdida de tiempo y mejora la eficiencia. Un segundo beneficio es que se tiene un camino organizado para la obtención y análisis de información. A menudo las conclusiones de un diseño estadístico de experimentos son evidentes aun sin un análisis estadístico extenso. Un trabajo al azar, puede llevarnos a resultados difíciles de precisar.

Otra ventaja es la visualización de información digna de confianza a la luz de las variaciones experimentales. Su propia crítica de los resultados cuando son presentados en un informe, da más crédito a las conclusiones del experimentador.

Un cuarto beneficio es la capacidad de ver interacciones entre las variables experimentales, llevando a predicciones más seguras de las respuestas en áreas no cubiertas directamente por la experimentación.

Pasos de investigación: Las investigaciones químicas se llevan a cabo a través de una serie de pasos, ya que se trata de estudios de gabinete, programas para planta piloto, plantas de ensayo y plantas de arranque.

Cada paso representa sus propios beneficios y dificultades, como sigue:

Familiarización.- En este paso el investigador se debe familiarizar con el sistema, quizá tratando de duplicar resultados de patentes o experimentos de un primer estudio, o aprendiendo a operar equipo nuevo. El diseño estadístico, generalmente no es muy fructífero aquí, ya que muchos experimentos son dirigidos sobre una base intuitiva.

Malleo de variables.- Después de que se han definido bien las metas del investigador, el siguiente paso es reducir el gran número de variables potenciales, dejando las más importantes. Desafortunadamente los caminos intuitivos de las etapas previas son a menudo llevadas a cabo al mismo tiempo, investigando una o dos variables y terminando con una masa de datos desorganizados.

El diseño estadístico es muy útil y productivo en esta etapa e impone una considerable cantidad de disciplina en el experimento.

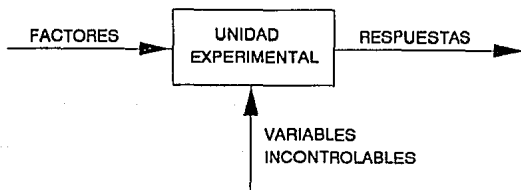
Optimización.- A medida que se progresa hacia la etapa de optimización, el número de variables se ha reducido, pero es necesario encontrar sus mejores posiciones, con el objeto de hacer el mejor producto al mas bajo costo.

El diseño estadístico puede ayudar a llevar rápida y eficientemente al proceso óptimo, y puede proveer un mecanismo para evaluar las relaciones entre propiedades del producto, costos y otros atributos importantes.

Diseño de experimentos.- Los elementos a considerar en un diseño experimental se mostrarán mas adelante, se mostrará como influyen sus interrelaciones en el resultado del diseño.

Puesto que la palabra experimento puede ser ambigua, este término igual que otros utilizados en el diseño estadístico serán definidos; una corrida experimental (limitada aqui a una corrida), es simplemente un experimento, un grupo de corridas dirigidas a alcanzar algunos objetivos, será llamado un diseño experimental.

El diagrama de una corrida se ilustra en el siguiente cuadro:



El objetivo de una corrida es una respuesta u observación hecha en una unidad experimental. El valor de una respuesta para una corrida dada, variará dependiendo de la colocación de una o mas variables experimentales (factores), los cuales están bajo el control directo del experimentador.

En un experimento de moldeado de plástico, la unidad experimental puede ser un tipo de plástico moldeado. Los factores pueden ser las condiciones del moldeo, tales como temperatura, presión, tiempo de residencia etc. Algunas veces la unidad experimental puede no ser bien definida en una reacción química, la unidad experimental podría ser el aparato, los materiales o la técnica.

Desafortunadamente una corrida experimental tambien incluye

las variables incontrolables y algunas variables desconocidas. Variables que también influyen en la respuesta, las cuales dan lugar a variaciones sistemáticas y no controladas, que tienden a enmascarar los efectos verdaderos sobre la respuesta.

Respuestas o variables dependientes.- Estas son las respuestas obtenidas de una corrida experimental. En muchas investigaciones hay muchas respuestas, algunas de las cuales pueden ser conflictivas. Esta tendencia puede llevar a compromisos eventuales en lugar de llegar a una conclusión final.

Es buena práctica tener procedimientos bien definidos para efectuar el experimento y medir las respuestas. A menudo, el experimentador puede no estar familiarizado con los detalles del método analítico o pruebas físicas; suponiendo esto, una discusión con la persona responsable de este trabajo debe llevarse a cabo.

Las respuestas pueden ser clasificadas de acuerdo a su escala de medición en tres tipos principales: cuantitativas, cualitativas y cuantales. Las cuantitativas o respuestas continuas tales como rendimiento, color, pureza etc son fáciles de trabajar en análisis subsecuentes. Un poco más difíciles de manejar son las cualitativas o respuestas categóricas como la brillantez, aroma etc.

Generalmente se construye una escala numérica de valores por ejemplo:

- 0 Igual a la referencia.
- +1 Ligera diferencia con la referencia.
- +2 Moderada diferencia con la referencia.
- +3 Extrema diferencia con la referencia.

Las respuestas cuantales, también llamadas binarias tienen dos valores; presente o ausente, y esta situación termina siempre en una prueba difícil o un examen físico destructivo tal como la resistencia al impacto, la resistencia a las condiciones extremas ambientales etc.

Con el objeto de diseñar un experimento significativo, un estimado de la variabilidad de la respuesta debe estar disponible.

Esta información determinará el número de corridas necesarias en el diseño.

Factores o variables.- Los factores o variables experimentales son controladas por el experimentador, el nivel del factor es el valor o la posición de un factor durante una corrida experimental.

Igual que las respuestas, pueden ser clasificadas de acuerdo a su escala de medición, como cuantitativas o continuas (temperatura, tiempo) o como cualitativas o categóricas (tipo de catalizador, tipo de solvente).

Es más difícil trabajar con las últimas, ya que usualmente la escala de medición debe ser seleccionada.

El número de factores potenciales serán grandes al principio de una investigación, cuando se conoce poco acerca del sistema y usualmente llevará a un relativo desarrollo de conocimientos en el principio de la fase malleo de variables. Se debe poner un gran esfuerzo en hacer una lista de todas las variables que pueden influir.

La práctica de introducir nuevos factores en el curso de una investigación no es eficiente, aunque a veces es inevitable.

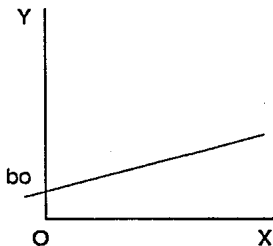
Modelos matemáticos.- Cuando la escala de las respuestas y los factores es continua, es usual considerarla interrelación factor-respuesta en términos de una función matemática o modelo.

La interpretación de los resultados experimentales es más rápida y menos ambigua cuando se considera con la ayuda de un modelo.

El caso mas sencillo será el caso de un único factor, el modelo matemático mas simple es la función de primer orden:

$Y = b_0 + b_1 x$. Los parámetros del modelo b_0 y b_1 , son la ordenada al origen y la pendiente respectivamente. Este modelo es útil para predecir la respuesta Y , contra un rango limitado del factor x . En el caso de que el factor b_1 fuese cercano a cero, decimos que el factor no tiene efecto alguno o efecto significativo sobre la respuesta.

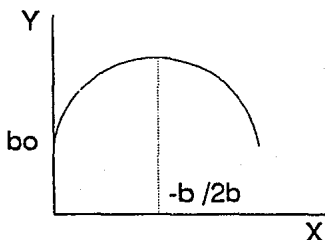
modelo de primer orden $Y = b_0 + b_1 x$



La función de segundo orden sería $Y = b_0 + b_1 x + b_{11} x^2$, la cual explica modelos que parecen ser una curva continua. Aquí se puede determinar un óptimo grueso, localizado al nivel del factor igual a $-b_1/2b_{11}$ donde b_{11} es el término de la curvatura.

Si b_{11} es cercano o cero la respuesta esta indicando ser aproximadamente de primer orden con respecto al factor.

$$\text{modelo de segundo orden } Y = b_0 + b_1x + b_{11}x^2$$

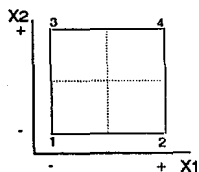


Así como estos dos tipos hay una serie de modelos matemáticos que explican lo que pasa en nuestro sistema. Todos estos modelos se van complicando cuando el número de factores se va aumentando.

Selección de los niveles de un factor.- Un diseño experimental consiste de un arreglo de corridas experimentales con cada corrida definida por una combinación de niveles de un factor. La selección de los niveles de un factor esta influenciada por el modelo matemático bajo consideración. Un diseño experimental esta determinado por el número y tipos de factor junto con el modelo matemático.

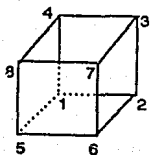
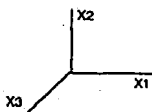
El diseño de 4 corridas, es conocido como un diseño factorial 2^2 , y es miembro de la clase de diseños conocidos como factoriales 2^n . Los diseños 2^2 y 2^3 pueden ser representados como las esquinas de un cuadrado y un cubo respectivamente.

2 factores 2^2 factorial.



	X_1	X_2
1	-	-
2	+	-
3	-	+
4	+	+

3 factores 2^3 factorial.



	X_1	X_2	X_3
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

Una gran ventaja del factorial 2^n es el gran número de corridas distintas requeridas cuando se incrementa el valor de n . Para resolver este problema, fracciones proporcionales del diseño entero pueden ser utilizadas. Sin embargo será necesario sacrificar algunos estimados de interacción.

Tamaño del diseño.- La precisión de un estimado del efecto principal depende del número de datos empleados en el estimado, junto con la magnitud del error de la respuesta de un diseño 2^n , todas las corridas son empleados en cada estimación de efectos principales e interacciones. El experimentador debe programar el número total de corridas N , requeridas para obtener la precisión deseada.

Registro de datos.- Después de haber seleccionado el diseño, los niveles codificados altos o bajos para cada factor son convertidos a sus valores reales y listados en las ordenadas experimentales.

Si alguno de los niveles de factor no puede ser controlado con precisión, pero puede ser medido, entonces el valor actual o promedio de mediciones repetidas debe ser tomado como el nivel del factor para el análisis estadístico de la experimentación.

Debe también ser registrado cualquier incidente raro en la experimentación, el cual posiblemente pudiera explicar anomalías en los valores de la respuesta.

2.-Diseño del experimento realizado.- La matriz experimental que se llevo a cabo en el laboratorio se constituye de 9 experimentos, en los cuales se varian las condiciones de operación, así como las cantidades de los diferentes componentes, para determinar las condiciones óptimas para el proceso de producción de cocodietanolamida a partir de aceites de coco, con metilato de sodio como catalizador.

Variabes Independientes:

1. Nombres	TEMPE- RATURA	CATALI- ZADOR	DIETANOL- AMINA	COSTO
2. Designación	T	CAT	DEA	COSTO
3. Unidades	C	%	%	pesos
4. Límite mínimo	50.0	2	30.0	2228
5. Centro Experimental	57.5	3	32.5	2333
6. Límite máximo	65.0	4	35.0	2441

Variabes Dependientes:

1. Nombres	Rendimiento	Tiempo
2. Designación	Ren	g
3. Unidades	%	minutos

ESTA YESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

MATRIZ DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

(SIMBOLOGIA)

No Experimento	Temperatura	Catalizador	Dietanolamina
1	0	0	0
2	-	-	-
3	+	-	-
4	-	+	-
5	+	+	-
6	-	-	+
7	+	-	+
8	-	+	+
9	+	+	+

MATRIZ DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

(VALORES)

No. Experimento	Temperatura	Catalizador	Dietanolamina
1	57.5	3	32.5
2	50.0	2	30.0
3	65.0	2	30.0

No. Experimento	Temperatura	Catalizador	Dietanolamina
4	50.0	4	30.0
5	65.0	4	30.0
6	50.0	2	35.0
7	65.0	2	35.0
8	50.0	4	35.0
9	65.0	4	35.0

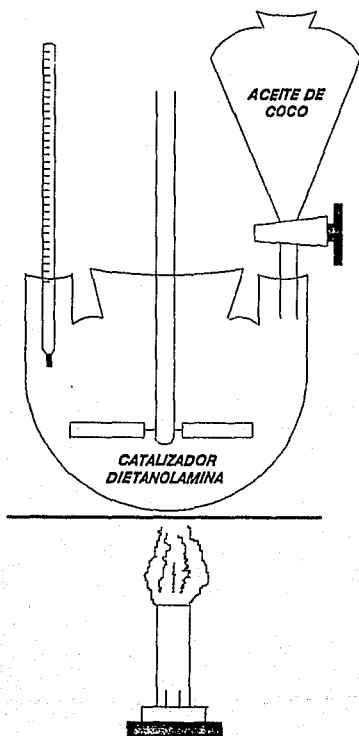
3.-Desarrollo Experimental.

Para el desarrollo experimental se utilizó un matraz de tres bocas con capacidad de 1000 ml como tanque reactor, una de las bocas se utilizó como entrada para el agitador, la segunda boca se utilizó para la entrada del termómetro, y la tercera para la adición de aceite de coco y salida de gases.

El calentamiento se hizo con un mechero de Bunsen y el enfriamiento en una tina de agua a temperatura ambiente. El paso del aceite de coco al reactor se reguló con la ayuda de un embudo de separación y de la llave del mismo.

Una vez llevada a cabo la reacción y enfriada a temperatura ambiente se procedió a analizar los resultados en cuanto a contenido de cocodietanolamida, así como de impurezas.

**EQUIPO DE LABORATORIO PARA LA
SINTESIS DE LA COCODIETANOLAMIDA**



4.- Análisis de Resultados.

A) Determinación del porcentaje de cocodietanolamida.- La determinación del porcentaje de CDEA se hace por diferencia, calculando los porcentajes de Dietanolamina libre, %jabón, %ésteres, %H₂O, la diferencia a 100 es el porcentaje de Cocodietanolamida.

Método:

1. Pesar 5-10g de muestra en un vaso de precipitados de 250 ml y disolver en 25 ml de alcohol. Colocar la solución en un embudo de separación.
2. Agregar 25 ml de HCl 0.5 N y 50 ml de éter de petróleo.
3. Una vez que las capas se han separado pasar la capa inferior a otro embudo de separación.
4. Adicionar al segundo embudo 50 ml de éter de petróleo y extraer la capa inferior (acuosa-alcohólica), pasandola a un matraz.
5. Lavar el embudo de separación con la parte etérea con 10 ml de solución alcohol-agua 1:1 y pasar la capa inferior al segundo embudo el cual contiene el éter.
6. Adicionar al segundo embudo 50 ml de éter y extraer la capa inferior pasandola al matraz que contiene la solución acuosa.

7. Repetir el inciso 5 y vaciar al matraz.
8. Titular las porciones acuosa-alcoholica con NaOH 0.5N usando como indicador verde de bromocresol. Los mililitros gastados para el vire son A.
9. Combinar los extractos etéreos y evaporarlos a sequedad hasta peso constante. Los residuos son C.
10. Disolver el residuo en 50 ml de alcohol neutro y titular con KOH 0.5N usando fenoftaleina como indicador. Los mililitros gastados son B.

$$\% \text{ DEA} = (25 - A - B) (105/2000) (100/\text{Peso muestra})$$

$$\% \text{ Jabón} = B(319/2000) (100/\text{Peso muestra})$$

$$\% \text{ Esteres} = [C - (B(214/2000))] [100/\text{Peso muestra}]$$

$$\% \text{ Amida} = 100 - [\% \text{ DEA} + \% \text{ jabón} + \% \text{ ésteres} + \% \text{ H}_2\text{O}]$$

Nota: para calcular el porciento de Humedad se utilizó el método de Karl-Fisher el cual se expone a continuación:

1. Pretitular un pequeño volumen de metanol con el reactivo de Karl- Fisher.
2. Adicionar la muestra pesada cuya cantidad de agua sea de 70-100 mg.

3. Titular con reactivo de K-F hasta el punto final de titulación según instrucciones del fabricante.

4. Correr la muestra por duplicado, pudiendo usarse la solución en análisis subsecuentes o con volúmen de metanol pretitulado.

Cálculos:

Factor= mg agua/ ml reactivo K-F

% Agua= (ml react.K-F * Factor * 100)/mg pesados de muestra.

2. Procesamiento de resultados.

Los resultados de las pruebas realizadas a nivel laboratorio se procesaron en una computadora con el fin de conocer el modelo matemático del sistema y así poder guiarnos hacia las condiciones óptimas del proceso.

En primer lugar se probó un modelo lineal para ver como afectan nuestras variables en el costo del proceso. el modelo que se siguió fue:

$$\text{Costo} = a + b(T) + c(\text{CAT}) + d(\text{DEA})$$

Al sustituir los resultados experimentales y resolver la matriz utilizando la computadora se llegó a la siguiente ecuación:

$$\text{Costo} = 1432.83 + 0.1617T + 42.625\text{CAT} + 23.05\text{DEA}$$

Podemos observar que la temperatura casi no afecta la variable costo, por lo cual fijamos tres temp. diferentes 50, 57.5 y 65 C y las graficamos, dichas gráficas se encuentran al final de este capítulo.

Esta expresión explica el 95% de los datos experimentales, encontrando un error mínimo entre los datos reales del costo y los datos calculados por el modelo, por lo cual podemos decir que el modelo es satisfactorio.

El modelo utilizado para rendimiento fué:

$$\text{Ren} = a + b(T) + c(\text{CAT}) (\text{DEA})$$

Al sustituir los datos experimentales en este modelo y resolver la matriz con ayuda de la computadora encontramos la siguiente expresión:

$$\text{Ren} = 59.8946 + 0.1011176T + 0.109497\text{CAT} * \text{DEA}$$

Esta expresión explica el 80% de los datos experimentales, por lo que podemos decir que el modelo es adecuado.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

Después de haber llevado a cabo este trabajo con el objeto de desarrollar un proceso para la fabricación de cocodietanolamida, destinada al autoconsumo de una planta productora de shampoos, podemos decir que:

1. Considerando el aspecto técnico, la producción de cocodietanolamida en planta no requiere de grandes adaptaciones al equipo con el que se cuenta, además, dado que el proceso de fabricación seleccionado es simple, no es necesario ningún tipo de asesoría. Únicamente se debe de tener cuidado con algunas condiciones del proceso como son temperatura y cantidad de catalizador a utilizar.
2. Tomando en cuenta el aspecto económico, la planta o equipo necesario para su manufactura existe en la actualidad, por lo que su utilización sería satisfactoria. Además se puede decir que el costo de fabricación in-house, con respecto al costo de compra de cocodietanolamida se abate en un 30% por lo cual se logra un importante ahorro.
3. Se cuenta actualmente con un departamento de control de calidad, el cual se encargará de hacer los análisis correspondientes.
4. Además, se fomenta el seguimiento del proceso de integración vertical de la compañía, al dar resultados halagadores.

5. Se recomienda hacer los trámites necesarios para la utilización de este producto en un batch de prueba de shampoo, para corroborar la efectividad del mismo.

6. Debido a que la temperatura afecta en el proceso, se recomienda instalar un controlador automático de temperatura.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

MODERN COSMETOLOGY

Ralph G. Harry

Cuarta Edición

Leonard Hill Books

Londres 1960

COSMETICS, SCIENCE & TECHNOLOGY

Edward Sagarin

Interscience Publishers, INC.

New York 1957

CFTA COSMETICS INGREDIENTS

Joanne M. Nhelan

CFTA INC

Washington 1985

McCUTCHEMSON'S

McCUTCHEMSON'S Division

U.S.A. 1987

IDENTIFICATION & ANALYSIS OF SURFACE-ACTIVE AGENTS

Dieter Hummel

Interscience Publishers, INC.

New York 1962

PERFUMES, COSMETICS & SOAPS

William A. Poucher

D. Van Nostrand Company Inc.

New York 1941

COSMETIC SCIENCE

M.M. Breuer

Academic Press Inc.

London 1978

VEGETABLES FATS & OILS

George S. Jamienson

Reinhold Publishing Corporation

New York 1943

FATS & OILS

H.G. Kirschenbauer

Reinhold Publishing Corporation

New York 1960

JOURNAL OF THE OIL TECH. ASSOCIATION OF INDIA

Preparation, characterization & surfactant properties
of fatty acid alcanolamides.

H. Sumathi, B:V:S:K: Rao, & Lakshminarayana

India 1989

QUIMICA ORGANICA

Louis Fieser & Mary Fieser

Editorial Grijalbo S.A.

Mexico, 1960

QUIMICA ORGANICA

Robert Thornton Morrison & R. Neilson Boyd

Fondo Educativo Interamericano

Mexico, 1986

MANUAL DEL INGENIERO QUIMICO

John H. Perry

Tomos I y II

Editorial Uthea

Mexico 1960.

PROBLEMAS DE TRANSFERENCIA DE CALOR

Donald Q. Kern

Cia Editorial Continental S.A. de C.V.

Mexico, 1984

PROBLEMAS DE BALANCE DE MATERIA

Antonio Valiente & Rudi Primo Stivalet

Editorial Alhambra Mexicana S.A. de C.V.

Mexico, 1986.

PROBLEMAS DE BALANCE DE ENERGIA

Antonio Valiente & Rudi Primo Stivalet

Editorial Alhambra Mexicana S.A. de C.V.

Mexico, 1986.

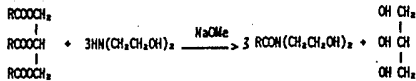
ANALISIS ECONOMICO

Sepúlveda, Souder & Gottfried

Editorial McGraw-Hill

México, 1986

REACCION



ACEITE DE COCO + DIETANOLAMINA -----> COCODIETANOLAMIDA + GLICERINA

SUBPRODUCTOS



MONOESTER DE ANINA



DIESTER DE ANINA



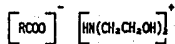
JABON DE SODIO



MONOESTER DE ANIDA



DIESTER DE ANIDA



JABON DE COCODIETANOLAMINA