

乳液化妆品的质控测试

Klaus Oldörp, Thermo Fisher Scientific, Material Characterization, Karlsruhe, Germany

禹重科技® ÜZONGLAB

简介

化妆品产品的配方非常复杂，并且各类活性成分会起到重要作用。而消费者则期望某一大类的膏霜产品具备相同的质感，无论其中的特殊成分是芦荟，柠檬草，牛奶还是蜂蜜。因此，开发能被消费者接受或者期待的质感的产品是化妆品配方工艺中最重要的挑战之一。测试一种乳液化妆品的流变性能则是这个产品质控过程中的重要一环。

乳液化妆品流变测试的典型参数基本是粘度，触变性和屈服应力。产品的粘度与其各类性能相关，取决于应用的剪切速率范围。例如，在皮肤上涂抹的感觉对应于高剪切速率下的粘度大小，而储存稳定性则依赖于低剪切速率下的粘度。

一款乳液的屈服应力则决定了其储存稳定性及外观和感觉。罐装出售的乳霜需要较高的屈服应力，消费者通常希望能用手指从罐中将其取出并稳定在手上；对于瓶装的护肤液来说，消费者则期望其能够像液体一样，这就要求其屈服应力尽可能的小。如果测试这些不同的流变性能，则需要一台能够实现各种测试方法并且具备宽广测试范围的质控型粘度计。为了简单可靠的完成各类质控流变测试，赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪(图 1)应运而生。而这台独特的仪器在质控表现方面具有很多新的优势及特点，比如，它的灵敏度的高度提升保证了其可以使用更小的测量夹具，并可以节约用户的样品以及温度平衡的时间和清理时间。

实验准备

本次实验选择的两个样品分别是一种乳霜和一种护肤液。实验采用直径 35 毫米平行板夹具，以 1 毫米的测量间隙进行，以减小样品结构在加载过程中受到的破坏。相对于同轴圆筒夹具，35mm 平行板只需要大约 1 毫升，并可以节约每次装样及清理时间。在测试之前，将少量样品先放置在测量下板上，然后小心的将测量上板降到



图 1：赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪

测量间隙，以免对样品造成不必要的预剪切。最后，将样品罩放置在测量系统上，可以提高温控精度及减少蒸发。

哈克™ RheoWin™ Job

当测量上板到达测量位时，开始使用赛默飞™ 哈克™ RheoWin™ 软件进行操作。测试程序第一部分是实验条件设置。对于这两种样品，只是简单的进行等待时间设置，给予样品足够的松弛时间并且达到测试温度。虽然只是设置一个等待时间，但是仍然需要将其放在整个测试程序中，以免忘记并且使得整个实验以相同条件进行，保证测试结果的重复性。测试程序的下一部分为测试环节，最后一部分为数据评估，打印或者输出电子格式的实验报告。

粘度

测试粘度的最佳方法测试样品的稳态粘度，例如稳态粘度随剪切速率的变化。与瞬时粘度相比，稳态粘度与时间效应及剪切速率变化的斜率无关。在 4 个数量级的剪切速率范围内，两种样品的粘度都表现出明显的剪切变稀行为，如图 2 所示。与预期的一样，乳霜在低剪切速率下表现出更高的粘度但是其剪切变形行为也更加明

显。在整个测试剪切速率范围内，乳霜的粘度下降了几乎 500 倍，而护肤液的粘度下降率则只有 120 倍。根据实验高剪切速率下粘度结果可以推测出，当剪切速率超过 $2000s^{-1}$ 时，两种样品的粘度应该几乎一样。这并不是偶然现象，因为将乳霜或者护肤液涂在皮肤上时所产生的剪切速率就是在这个范围内，而此时则是皮肤感觉最好的，因此两种产品在这个条件下的粘度应该一样。触变性

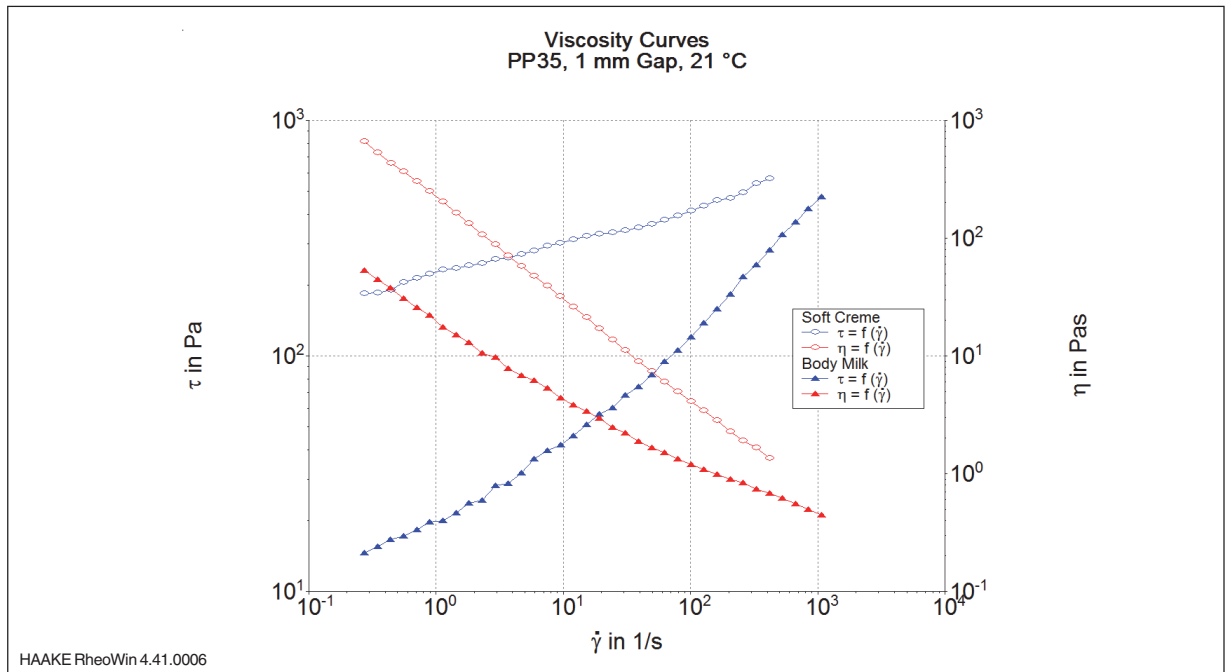


图 2：两种样品的粘度及应力曲线。

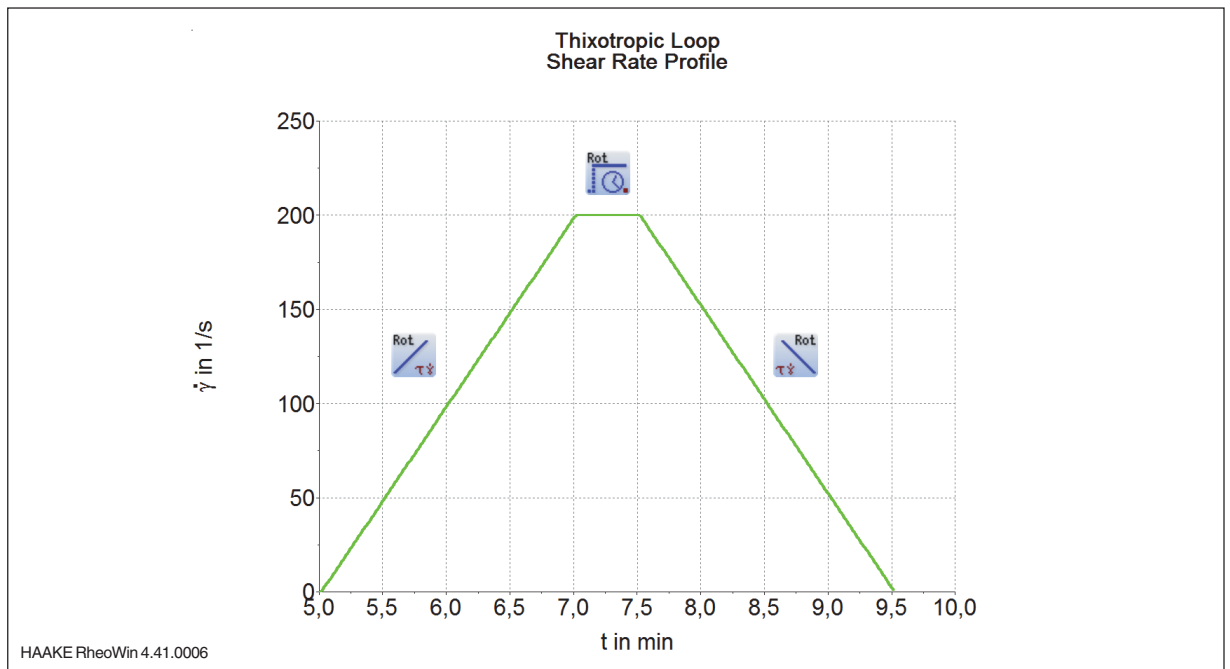


图 3：触变环实验的剪切速率设置方法

在质控中，产品的触变性行为通常使用“触变环”来表示。这种测试方法与其他方法相比的优势在于测试时间短。此方法包含三个步骤，剪切速率从0上升到最高值（本实验中采用200s⁻¹），然后在此剪切速率下平衡一段时间，再将剪切速率降低到0（图3）。通常，剪切速率上升和下降的时间是一致的，而稳定时间则需要足够长以使得样品的粘度在剪切速率下降之前不再变化。然后通过计算上升曲线和下降曲线之间围城的不规则“环”装的面积来评估实验结果。触变环面积越大，样品的触变性越强。但是请注意，这个实验的结果完全取决于实验参数，比如最大剪切速率以及剪切速率变化斜率。只有当剪切速率设置相同时（如图3），不同测试结果才可以相互比较。图4给出了两种样品的触变性实验结果，很明显，乳霜是具有一定触变性的，而护肤液在完全没有。

总结

赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪是一款简洁紧凑的仪器，并将灵敏度及测试能力完美结合，通过控制速率和控制应力的方法在很宽的范围内来进行各种样品的质控测试。对于乳液化妆品，平行板是非常有效的测试夹具，一来可以减少样品的用量，二来可以有效降低样品在加样过程中的破坏，并且减少温度平衡时间及样品清理时间。本报告中高质量的测试结果提供了一个很好的数据平台，以便通过不同的方法及模型来进行数据分析。

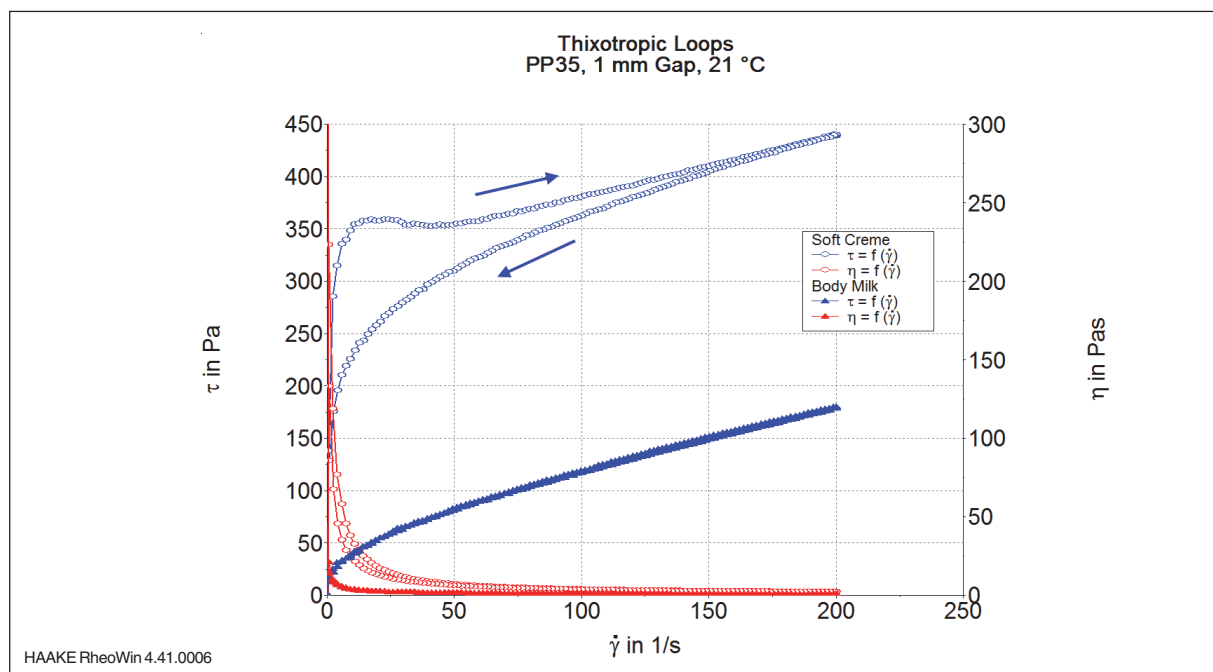


图 4：两种样品触变环实验的结果

屈服应力

如果一个材料具有屈服应力，它在低于其屈服应力的剪切应力作用下会表现出弹性的性质，当剪切应力高于屈服应力时，则表现为液体的特性。因此，测试样品是否具有屈服应力以及其大小的最好方法是直接线性增加剪切应力，然后观察样品性质的变化 [1]。然后根据哈克 TMRheoWin™ 软件的计算功来得到相应的屈服应力的评估数据（图 5）。使用这种方法的优点是，样品在屈服应力前后的性质都可以被记录下来，而不用去进行额外的外推，这样可以大大提高测试重复性以及计算数据的可靠性。从数据上看，护肤液几乎没有屈服应力，而乳霜则很明显屈服应力，大约为 110Pa。

参考文献

1. DIN Technical Report No. 143 of the NPF/NAB-AK 21.1 "Rheology" (Pigments and extenders)

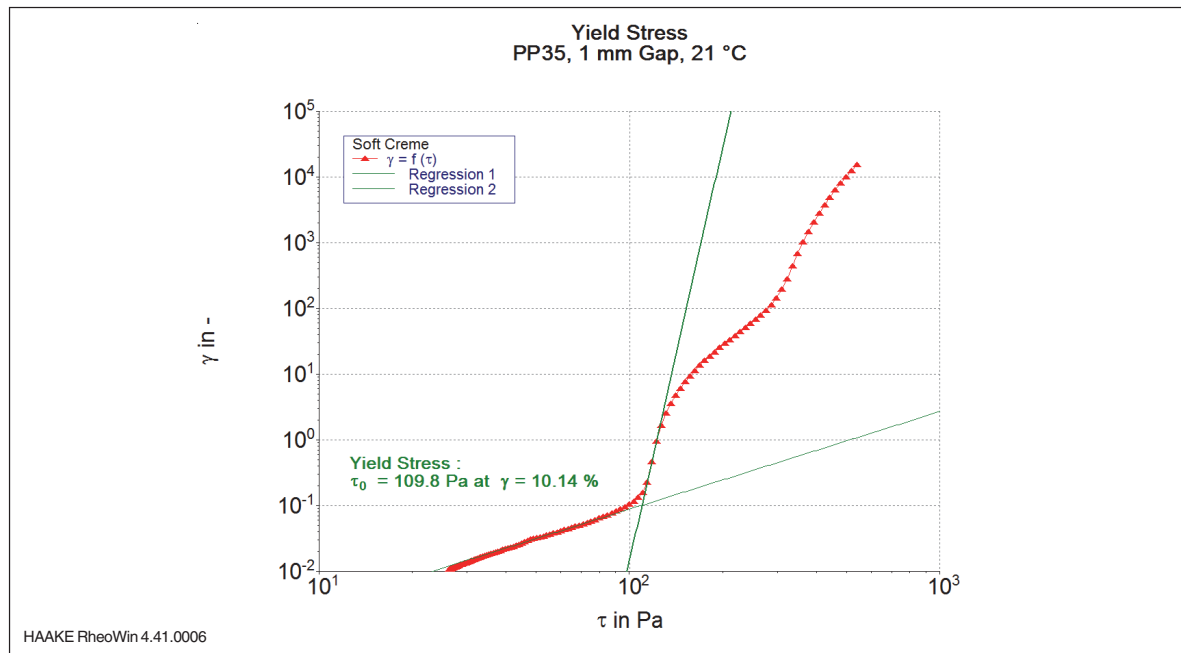


图 5：乳霜样品的形变随剪切应力的变化

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼
 电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867
 上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港
 全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104, China
 邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

Thermo
 SCIENTIFIC



了解我们



微信公众号