

DSC 在洁面配方开发上的应用

DSC-001

摘要：以椰油酰甘氨酸钾为主要表面活性剂制备了一款结晶性氨基酸洁面膏，在固定氨基酸表面活性剂含量的情况下，使用差示扫描量热仪 DSC-60 Plus 测定不同甘油含量时产品的结膏点，而结膏点的高低直接影响产品的质地、稳定性、肤感及适用人群，其数据为后期配方的进一步优化奠定了基础。DSC 可方便快速对洁面产品的结膏点进行测定，满足其配方开发的工作需求。

关键词：DSC 结膏点 洁面 化妆品

技术特点：

- ❖ 通过 DSC 测定洁面膏的结膏点。
- ❖ 根据结膏点高低，为后续配方继续优化提供数据基础。

氨基酸表面活性剂性能极其温和，由于具有良好的洗涤、发泡、抗硬水和易生物降解等性能而受到业界的广泛关注。随着消费升级以及消费者安全意识的不断增强，对洁面产品提出了更高的要求，而使用氨基酸表面活性剂制成的洁面产品呈弱酸性，接近人体肌肤 pH 值，清洁力适中，温和性高，泡沫丰富稳定，使用后肤感清爽、自然不紧绷，长期使用不会伤害人体肌肤，契合了消费者的使用需求，从而备受追捧。目前，能够做成结晶型氨基酸洁面产品的表面活性剂主要是酰基甘氨酸盐体系以及酰基谷氨酸钠盐体系。通常来说谷氨酸钠洁面膏的滋润性和温和性比甘氨酸盐体系更好，但是存在泡沫松散、不够丰富细腻、易泛粗、成本偏高等局限性，目前市场上此类产品相对较少。甘氨酸盐洁面膏刺激性低、泡沫丰富、冲洗时清爽，但也存在晶体在温度变化下容易过度生长的问

题，出现产品久置或耐热测试后料体变硬、分层、出水、泛粗、颗粒析出等问题，此外生产工艺相对复杂，造成产品批次间差异较大。

结膏点是化妆品膏体配方中的一个重要技术参数，它直接影响洁面产品的质地、稳定性、使用感受和适用人群。高结膏点的洁面产品泡沫量相对较少、清洁后略带紧绷感，高温环境下稳定，生产过程中控制要求高，易出现不稳定现象。低结膏点洁面产品质地较软，易涂抹，泡沫丰富，洁面后水润无紧绷感，但高温易出现分层现象，需低温维持稳定。

本文以椰油酰甘氨酸钾为主表面活性剂，通过固定氨基酸表面活性剂的含量，使用 DSC 表征不同甘油含量对产品最终结膏点的影响，以此为依据可为后续的配方优化起到指导和数据参考作用。

■ 实验部分

1.1 表征仪器

DSC-60 Plus

1.2 测试条件

液相色谱条件

温度范围：20~80℃

保持时间：0 min

氛围气体：氮气

升温速率：2℃/min

坩埚类型：氧化铝

气体流量：50 mL/min

1.3 试剂及其他制样仪器

甘油(马来宝洁)、椰油酰甘氨酸钾(GCK-95, 天赐 AMIN)、乙二胺四乙酸(国药集团)、氯化钠(国药集团)、

椰油酰两性基醋酸钠（CAMC，临沂绿森）、柠檬酸（国药集团）。

恒温水浴锅（EYELA）、悬臂式电动搅拌器（SR-OES-20M）。

1.4 样品制备

基础配方见表 1。具体工艺为：

- ①称取 A 相中的甘油至烧杯中，搅拌加热至 50℃；
 - ②加入椰油酰甘氨酸钾搅拌成无明显颗粒、均匀的乳状；
 - ③加入去离子水与 EDTA-2Na 搅拌加热到 80℃，保温搅拌 20 min；
 - ④加入 B 相，搅拌均匀；
 - ⑤加入用适量余量水溶解好的柠檬酸，搅拌均匀；
 - ⑥加入用适量余量水溶解好的氯化钠，搅拌均匀，保温消泡至透明状态；
- 慢速搅拌降温，降温至 32~35℃左右加入 E 相，搅拌均匀。

表 1 洁面膏基础配方

相	原料	ω%
A	椰油酰甘氨酸钾	23
	甘油	20
	去离子水	余量
	EDTA-2Na	0.1
B	椰油酰两性基醋酸钠	8
C	柠檬酸	1.5
D	氯化钠	0.5
E	苯氧乙醇	0.45
	乙基己基甘油	0.05

■ 结果与讨论

2.1 不同甘油含量样本制备

多元醇在结晶性氨基酸洁面体系中，不仅充当填充和分散的作用，而且对体系结膏点以及体系稳定性有不同程度的影响。氨基酸洁面膏中常用的多元醇有甘油、丙二醇、丁二醇、山梨糖醇、PEG-400 等，有研究表明，甘油能够使椰油酰甘氨酸钾形成的层状液晶层间距增加，差示扫描量热法（DSC）数据结果显示，椰油酰甘氨酸钾在甘油体系中形成的结晶颗粒最为均匀细腻，且能够促进体系形成更加稳定的层状凝胶相与均匀细腻的固体结晶。以表 1 为基础配方，考察甘油添加量对体系结膏点的影响，测试结果见表 2。

2.2 结膏点测定

称取适量系列配方试样于氧化铝皿中，置于 DSC-60 Plus 中进行差示扫描量热曲线测定。仪器测定参数见 1.2 项下测定参数。以 F-3 为例，软件处理得到结膏点（吸热峰外推始点）为 51.07℃。

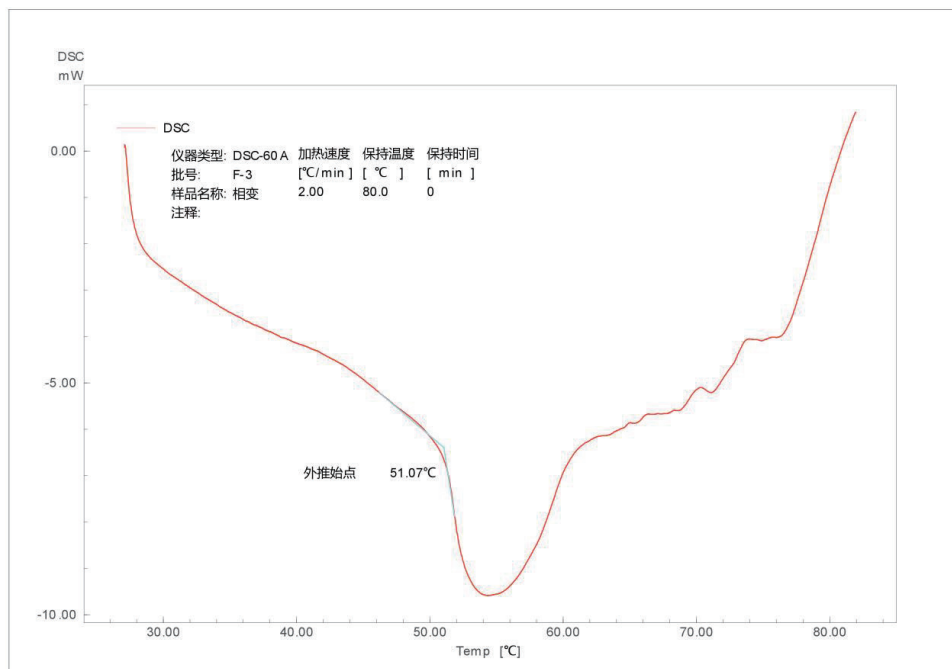


图 1 F-3 差示扫描量热曲线

表 2 甘油含量对结膏点的影响

配方	甘油含量 /%	外观	结膏点 /°C
F-1	20	珠光	32.34
F-2	25	珠光	35.07
F-3	30	珠光	51.07
F-4	35	珠光	52.14
F-5	40	珠光	53.52
F-6	45	弱珠光	55.98
F-7	50	弱珠光	61.40

随着甘油含量的增加，体系的结膏点均有所提高，这是因为在固定酸化程度的情况下，甘油含量增加降低了体系中水的含量，降低了椰油酰甘氨酸在水中的溶解度。此外，随着甘油含量的增加，膏体的外观以及黏度也随之出现相应的变化。实验结果表明，甘油含量在 20%~40% 时，料体黏度逐渐升高；甘油含量在 20%~25% 时呈现的状态是可流动的、松散的明亮珠光状细腻膏体；随着甘油含量的进一步增加，膏体由可流动的松散珠光状转变为较为紧实的珠光外观，成膏性逐渐增强；当甘油含量超过 40% 时膏体的珠光逐渐变弱，且膏体的黏度也呈现下降趋势；当甘油含量达到 50% 时，膏体呈现的状态是流动性差、无珠光，为较细腻的乳状膏体。在固定酸化程度的情况下，甘油含量的增加能够提高体系的结膏点，使膏体变得细腻紧实，但是过高的甘油含量会降低水活度，不利于表面活性剂胶束的形成，从而使体系的黏度下降。从防腐体系（E 相）稳定性来看，过高的结膏点将会使防腐体系添加后失活或添加后的均一性不佳。综合膏体的结膏点、外观、粘度、防腐体系稳定性来看，本体系中甘油宜控制在 30%，即 F-3 配方。

■ 结论

综以椰油酰甘氨酸钾为主要表面活性剂，在氨基酸表面活性剂、甘油、柠檬酸、盐等为基础配方框架下的洁面膏中甘油含量变化对其结膏点进行测定。适量的甘油用量能使体系形成较好的层状液晶，提高体系的结膏点与稳定性。DSC 可快速测定洁面膏的结膏点，可为后续配方继续优化提供数据支撑。

岛津应用云

