

一种层状结构洁面产品的制备和温和性研究

刘凡¹ 赵统志¹

(1. 科丝美诗(中国)化妆品有限公司 上海 201400)

摘要: 为了研发出一种具有温和性的洁面产品以适用于“敏感性”肌肤群体,采用鲸蜡硬脂醇、硬脂酰谷氨酸钠等成分制备了一种具有层状结构的洁面产品。使用光学显微镜对该产品的层状微观结构进行了表征。为了探究该产品的温和性,采取人群斑贴测试及鸡胚绒毛尿囊膜测试评测其对皮肤和眼睛的刺激性。

关键词: 层状结构; 洁面产品; 温和性; 斑贴测试; 鸡胚绒毛尿囊膜测试

Study on preparation and mildness of layered structure facial cleanser

LIU Fan¹, ZHAO Tongzhi¹

(1. COSMAX China Cosmetics INC, Shanghai 201400, China)

Abstract: The purpose of this research is to develop a mild facial cleanser for the population growth of “sensitive skin” consumers. Cetearyl alcohol and sodium stearoyl glutamate were used to prepare the facial cleanser, which, by optical microscope, was proved to have layered structure. In order to investigate the mildness of the formula, human patch test and hen’s egg test on chorioallantoic membrane(HET-CAM) were conducted to evaluate the irritation to skin and eyes.

Keywords: layered structure; facial cleanser; mildness; patch test; HET-CAM

随着生活水平的提升,中国消费者也面临着诸如环境污染、生活压力、高热量饮食等问题,这些问题与皮肤“敏感性”息息相关。近年来,消费者中自述为“敏感肌”的人群比例越来越高,对温和性高的化妆品需求也越来越多。洁面产品作为日常生活中的常用化妆品,其温和性是消费者进行选购时考量的重要因素。

层状结构化妆品,典型的如液晶化妆品,具有稳定性佳、保湿性好、活性物缓释、肤感好等优点^[1]。以往的层状结构化妆品多以驻留型产品为主,而相关洗去型产品则较少,因为有必要研究层状结构洗去型产品。常规洁面产品按照形态可分为液体洁面和高状洁面,膏状洁面按照增稠方式和微观结构又可分为聚合物增稠体系、液晶增稠体系和乳化增稠体系^[2]。本文主要探究了层状结构洁面产品的温和性,可以为消费者提供多元化的洁面选择,也为其他相关研究提供思路。

1 材料与试剂

1.1 材料

受精鸡蛋, 济南斯帕法斯家禽有限公司。

1.2 仪器及试剂

ME3002E/02 电子天平, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司; MARK II Model 2.5 均质机, PRIMIX Corporation; BX53M 光学显微镜, 奥林巴斯(中国)有限公司; XTL-BM-8TD (6.3X-200X) 体视显微镜, 上海彼爱姆光学仪器制造有限公司; 烧杯。

纯化水、鲸蜡硬脂醇、聚甘油-10月桂酸酯、硬脂酰谷氨酸钠、甘油、泛醇、柠檬酸、防腐剂

2 实验方法

2.1 层状结构洁面产品制备

层状结构洁面产品配方如表1所示。工艺如下:将A相中甘油、聚甘油-10月桂酸酯、硬脂酰谷氨酸钠加入水中,升温至70℃溶解均匀;将B相加热至70℃至完全熔化;将B相投入A相,均质2000rpm混合8分钟;缓慢搅拌冷却降温至40℃,将泛醇用少量水溶解后投入,用柠檬酸调节pH至7-7.5(样品与纯水质量比为1:9时测定pH),加入防腐剂混合均匀即可。

表1 层状结构洁面产品配方

相别	原料名(INCI)	功能	用量/%
----	-----------	----	------

A相	水	溶剂	余量
	甘油	保湿剂	10
	聚甘油-10月桂酸酯	表面活性剂	1
B相	硬脂酰谷氨酸钠	表面活性剂	0.5
	鲸蜡硬脂醇	结构化剂	5
C相	泛醇	皮肤调理剂	1
	柠檬酸	pH调节剂	适量
	防腐剂	防腐剂	适量

2.2 洁面产品微观结构表征

取适量样品于载玻片上,盖上盖玻片,放置于光学显微镜上观测样品形貌特征并使用偏振光模式进行观测并拍照。

2.3 人群斑贴测试

本方法主要依据《化妆品安全技术规范(2015年版)》,受试者为30名成人。分别将20mg层状结构洁面产品的1%稀释物、10%稀释物及未稀释物放入斑试器内。将加有受试物的斑试器用无刺激胶带敷于受试者的前臂内侧,用手掌轻压使之均匀地贴敷于皮肤上,持续24h。分别于去除受试物斑试器30min(待压痕消失后)、24h后和48h后观察皮肤反应,并记录观察结果。

2.4 鸡胚绒毛尿囊膜测试

参照出入境检验检疫行业标准发布的《化妆品眼刺激性/腐蚀性鸡胚绒毛尿囊膜试验SN/T 2329》,采用终点评价法,9日龄鸡胚进行实验。每组试验设置6只鸡胚,同时设置阴性对照组(质量浓度为0.9%的氯化钠溶液,ES值为0)、阳性对照组(质量浓度为1%的SDS溶液,ES值大于12认为试验结果可接受)。评分标准:ES≤12为无/轻刺激性;12<ES<16为中度刺激性;ES≥16为强度刺激/腐蚀性。

3 结果与分析

3.1 产品外观与基本理化参数

化妆品的外观、气味、肤感和功效都会对消费者使用过程中的主观感受带来影响。一般来说,消费者喜欢清爽不黏腻的驻留型产品,清洁类产品最好可以快速溶解于水中,且易冲洗不假滑。所得洁面产品外观为乳白色半透啫喱状,pH为7.10(样品与水按照质量比为1:9测得),粘度约为6500mPa·s。使用时具有较好的涂抹铺展

性,可适用于常规压泵容器或细软管容器,具有较好的容器适配性。此洁面产品可以快速溶解于水中,不会产生粘腻感或拉丝感,产品为低泡洁面产品,冲洗时可以较快冲洗掉,洗后不假滑,不干燥紧绷,具有良好的使用感。

3.2 洁面产品结构表征

采用光学显微镜对洁面产品进行放大观测其微观结构,如图1,可以看到产品中存在较多不规则形状的颗粒,颗粒大小不一,大多数颗粒粒径低于 $10\mu\text{m}$ 。常规水包油型乳化产品的液滴多为球形,而此产品为不规则形状,这主要是由于配方中未使用液态油脂,只使用了固态脂质鲸蜡硬脂醇。鲸蜡硬脂醇在 70°C 时为液态,降温后会凝固,在降温搅拌过程中颗粒会形成不规则形状。

图1显示颗粒周围包裹较多层状结构,这些层状结构主要由结构化试剂鲸蜡硬脂醇以及表面活性剂硬脂酰谷氨酸钠、聚甘油-10月桂酸酯形成,这些成分均含有亲水基团和亲油基团,可以形成双分子层,双分子层相互堆叠即形成多层层状结构。图中可以观察到一些条纹状结构从颗粒外围延伸到较远区域,表明层状结构进一步构成空间网状结构。由于配方中并未添加聚合物类增稠剂,但此配方粘度并不低,所以这种空间网状结构是配方粘度提升的原因。同时,这种空间网络结构还可以阻止乳化粒子相互聚集,进而提升配方的稳定性。

由于不规则形状的颗粒物存在,所以该产品使用时会对皮肤产生一定的摩擦力,因而具有潜在的去角质效果。但产品涂抹于肌肤上时并无颗粒感,而与普通啫喱或普通乳液质地较为接近,所以这种去角质效果是一种温和的去角质效果,不会对皮肤产生明显刮擦造成刺激。

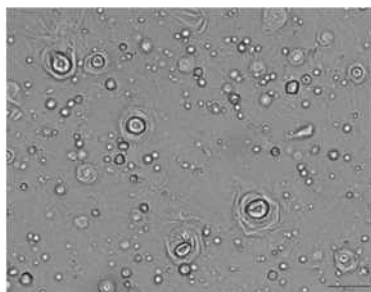


图1 洁面产品显微图片

除了直接使用显微镜对其微观结构进行观测外,还可以使用显微镜的偏振光模式来观察晶体的存在与否以及推测可能的晶体结构。图2显示了偏振光模式下洁面产品的图像,可以看到明显的马耳他十字形状,在化妆品产品中观察到这样的形状进一步说明其中存在多层层状结构^[3]。图片中有些马耳他十字较为明显,有些则较小且较为暗淡,这主要是颗粒大小和层状结构的数量不同导致,如果层数较多且颗粒较大则可以形成明显的十字结构,反之则形成较小较暗的十字结构。

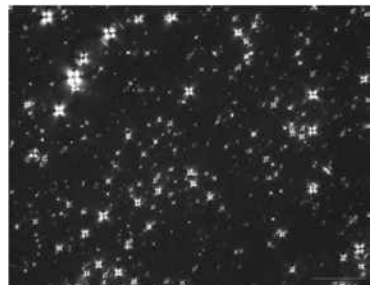


图2 洁面产品偏振光显微图片

3.3 人群斑贴测试结果

人群斑贴测试结果显示所有浓度(1%、10%及100%)均无明显刺激性。一般情况下,常规洁面产品中含有较多的表面活性剂,所以比驻留型产品刺激性更强,部分产品可以通过1%浓度斑贴测试,但难以通过10%浓度及100%浓度的斑贴测试。驻留型产品一般以100%浓度进行测试,且合格产品可以通过斑贴测试。本产品使用较低浓度的表面活性剂,且微观结构为多层层状结构。已知人

体皮肤屏障层结构为“砖墙结构”,其中脂质部分主要组成为脂肪酸、神经酰胺和胆固醇等,其微观结构也为层状结构^[4]。此洁面产品涂覆于皮肤上时,层状结构可以起到保水及防止表面活性剂向皮肤内部的渗透,所以具有更好的温和性,在未稀释(即100%浓度)条件下也能通过斑贴测试。此斑贴测试结果也意味着如果直接将此产品作为驻留型产品也符合安全性要求,但不推荐作为驻留型产品使用,因为其护肤功效未经验证,更适合作为清洁产品使用。

3.4 鸡胚绒毛尿囊膜测试结果

采用6例鸡胚进行测试,其中4例存在出血情况,3例存在凝血情况,5例存在血管溶解情况,最终结果为 $ES < 12$,属于低眼刺激产品。一般情况下,洗去型产品如洁面乳、沐浴露、洗发水等使用鸡胚绒毛尿囊膜测试时会显示出中度刺激性或强刺激性,而驻留型产品如眼霜、面霜等会显示出低刺激性。本产品测试结果与驻留型产品相似,可以表明其具有较低的眼部刺激性,与一般清洁产品相比其温和性更高。

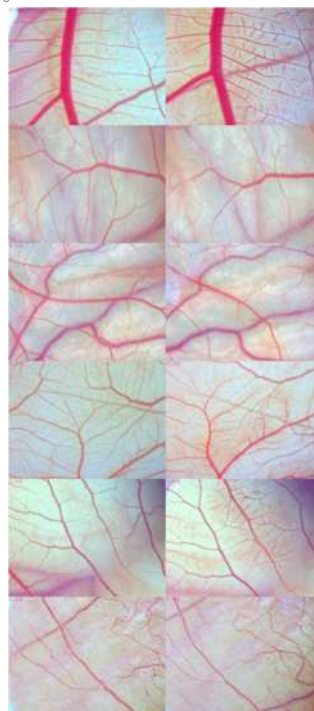


图3 鸡胚结果图(左侧为加样前,右侧为加样3min后)

4 结论

在光学显微镜下,该洁面产品直接显示出明显的层状结构,这在以往的研究中较为少见,且偏振光条件下的图像进一步证明了层状结构的存在。层状结构洁面产品即使在未稀释条件下也可以通过人群斑贴测试,证明该洁面具有远超常规洁面产品的温和性。鸡胚绒毛尿囊膜测试表明该洁面产品即使未经稀释仍具有较低的眼刺激性,通常驻留型产品才能达到此标准。未来可以对类似体系用于其他领域或其他类型化妆品进行研究。

参考文献:

- [1]周康夫,晏佳怡,尚亚卓.新型乳化体系及其在化妆品中的应用(1)——液晶乳化体系[J].日用化学工业(中英文),2023,53(09):1008-1017.
- [2]刘纲勇.洁面膏基础体系配方的研究[J].日用化学工业,2002,(04):50-52.
- [3]桂雨豪,闫峻,彭先武.含 α 凝胶液晶护肤膏霜工艺影响因素及其功效研究[J].日用化学品科学,2024,47(02):18-22+32.
- [4]王小江,李冰,周翔等.皮肤屏障受损及其相关皮肤病的研究进展[J].中国中西医结合皮肤性病杂志,2023,22(06):566-569.

作者简介:

刘凡(1990-),男,硕士,研究方向为化妆品研发。
赵统志(1999-),男,本科,研究方向为化妆品体外功效研究。