

mgr inż. Magdalena Beata Nalepa

(tytuł zawodowy, imię i nazwisko)

Wydz. Chemiczny, Katedra Chemii i Technologii Polimerów

(Wydział/Katedra/Zakład)

Politechnika Warszawska

(Uczelnia)

Warszawa, dn. 20.03.2023.

STRESZCZENIE ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

pt. „Opracowanie technologii otrzymywania kosmetycznych produktów proszkowych o zwiększonej twardości.”

promotor: dr hab. inż. Agnieszka Gadomska-Gajadhur, prof. uczelni

promotor pomocniczy: dr inż. Anna Laudańska-Maj

W 2014 roku Bell sp. z o. o. rozpoczęła produkcję kosmetyków proszkowych z zastosowaniem technologii back- i side- injection. Obie technologie opierają się na wykorzystaniu zawiesin, zbudowanych z bazy proszkowej, lepiszcza oraz rozpuszczalnika. Kolejnym etapem technologii jest prasowanie pod ciśnieniem przy jednoczesnym częściowym odciążeniu rozpuszczalnika przez taśmę odsączającą. Pozostałość rozpuszczalnika jest następnie odparowywana przez określony czas. Przeprowadzenie masy proszkowej do formy zawiesiny pozwala na wyeliminowanie większości ograniczeń formułacyjnych obecnych przy standardowych metodach prasowania pod ciśnieniem. Umożliwia otrzymywanie produktów wielokolorowych o różnych formach i efektach aplikacyjnych.

W ramach pracy doktorskiej opracowano nową technologię produkcji kosmetyków w firmie Bell. Celem prac badawczych było rozwiązanie dotychczasowych problemów produkcyjnych i wyeliminowanie izododekanu. Masy z izododekanem podczas przeprowadzania procesu produkcyjnego charakteryzują się: utrudnionym transportem masy przewodami doprowadzającymi do matrycy oraz dużą przyczepnością masy do taśmy odsączającej, co w konsekwencji utrudnia jej formowanie. W myśl zasad zielonej chemii używany dotychczas izododekan zastąpiono wodą. Wymiana łatwopalnego izododekanu na wodę pozwoliła na znaczne skrócenie procesu suszenia wyprasek.

Wszystkie prace nad rozwojem technologii prowadzono stosując badania porównawcze komercyjnego produktu prasowanego z portfolio firmy Bell. Opracowanie nowych formułacji

kosmetycznych (z wodą jako rozpuszczalnikiem) prowadzono przez badanie wpływu surowców (zagęstnika, wypełniaczy, olejów) na właściwości aplikacyjno-sensoryczno-użytkowe produktu otrzymanego metodami wtryskowymi. Z 50 sporządzonych formułacji wybrano recepturę do optymalizacji parametrów suszenia wyprasek w 110–150°C. Stwierdzono, że zmiany ilości zagęstnika istotnie wpływają na właściwości reologiczne badanych zawiesin, a kruchość kosmetyków zmniejsza się wraz ze wzrastającą zawartością krzemianu glinowo-magnezowego. Modyfikacje bazy proszkowej i lepiszcza są kluczowe przy osiągnięciu określonych właściwości aplikacyjno-sensorycznych produktu końcowego. Najlepszą aplikację osiągnięto przy zastosowaniu wypełniaczy o różnych kształtach (płytkowych talku i miki, sferycznych krzemionek oraz nylonu, a także skrobi z tapioki o kształcie półkolistym lub podkówkowatym). Zastosowanie olejów o różnych współczynnikach podziału (olej rycynowy i izononanonian izononatyłu) poprawia poziom krycia kosmetyku.

Przeprowadzono optymalizację procesu suszenia przygotowanych próbek, która doprowadziła do opracowania warunków przemysłowych „wypiekania” kosmetyków. Podczas optymalizacji zmieniano parametry suszenia: temperaturę i czas oraz skład formułacji: wprowadzono wypełniacze funkcjonalne, wymieniono zagęstnik krzemian glinowo-magnezowy na gumę ksantanową, a w celu uzyskania większej efektywności suszenia wyprasek zmniejszono ilość rozpuszczalnika. Najlepsze rezultaty uzyskano przy suszeniu wyprasek zawierających gumę ksantanową (0,15%_{wag}) oraz skrobię kukurydzianą (8,82%_{wag}) w 115°C przez 45 minut. Interakcja tych surowców wynika z oddziaływań chemicznych lub splątania sieci polimerowych. Poprawa właściwości aplikacyjnych jest wynikiem większej porowatości oraz lepszego wiązania wody przez mieszaninę gumy ksantanowej i skrobi kukurydzianej.

W kolejnym etapie badań zastosowano w fazie rozpuszczalnikowej mieszaninę wody i etanolu w różnych stosunkach, aby przyspieszyć proces odparowania rozpuszczalnika i obniżyć jego temperaturę. Najlepsze wyniki otrzymywano przy zastosowaniu mieszaniny woda-etanol w stosunku 50:50, co jest związane z trwałością tworzących się wiązań wodorowych pomiędzy tymi składnikami. Ponadto większa chropowatość powierzchni produktu, wykazana metodą profilometrii, potwierdziła wpływ etanolu na zdeformowanie granul skrobiowych, co zwiększyło wytrzymałość mechaniczną oraz twardość próbek przez splątanie składników podczas prasowania.

Porównano wybrane masy i próbki po kluczowych zmianach formulacyjnych. Tworzone zawiesiny kosmetyczne to tiksotropowe ciecze rozrzedzane ścinaniem z tendencją do agregacji. Bardziej stabilne reologicznie są masy z gumą ksantanową. Etanol zaś wpływa na zwiększenie efektu tiksotropowego, co ma znaczenie w przypadku magazynowania mas. Zaproponowano metodę sprawdzania powinowactwa próbek do skóry przy użyciu *n*-oktanolu, a wyniki powiązano z ich właściwościami aplikacyjnymi. Zbadano twardość i moduł Younga próbek za pomocą nanointendancji. Stwierdzono, że największy wpływ na te parametry ma zawartość zagęstnika w formulacji wpływając na zdolność do odkształceń plastycznych próbek. Im więcej zagęstnika tym bardziej zwarta jest struktura próbek, co potwierdzono na obrazach SEM.

Opracowana w ramach pracy formuła pozwoliła na otrzymanie w wyniku suszenia w zoptymalizowanych warunkach (115°C przez 45 min) próbki twardej i niekruszącej się o dobrych właściwościach aplikacyjno-sensorycznych. Wykonano próbę technologiczną w dużej skali. Masa otrzymana w warunkach produkcyjnych jest bardziej stabilna reologicznie, co wskazuje na bardziej efektywne mieszanie wpływające na poprawę zwilżalności bazy proszkowej. Otrzymane próbki zostały ocenione jako niekrucho, a więc poprawie uległa ocena aplikacyjno-sensoryczno-użytkowa w stosunku do próbek otrzymanych w laboratorium. Przy użyciu mikrotomografii komputerowej stwierdzono, że większą porowatością charakteryzują się próbki otrzymane w skali laboratoryjnej, co wynika z różnicy pomiędzy zastosowanymi parametrami prasowania. Jednocześnie wskazano na pojawiający się w trakcie produkcji problem związany z niepowtarzalnością otrzymywanych wyprasek. Na podstawie próby produkcyjnej stwierdzono w części próbek występowanie skurczu suszarniczego powodującego brak przyczepności próbki do blaszki. Konieczne jest zoptymalizowanie procesu pod kątem stosowanej szafy suszącej.

Ostatnim etapem było porównanie otrzymanych w próbie produkcyjnej masy i próbek z wyjściowym produktem z izododekanem. Przeprowadzono badania reologiczne, wykonano obrazowanie SEM, mikrotomografię komputerową, nanointendancję i profilometrię oraz ocenę właściwości aplikacyjno-sensoryczno-użytkowych. Masa z opracowanej w ramach pracy doktorskiej formuły charakteryzowała się korzystnymi w procesie produkcyjnym parametrami reologicznymi ułatwiającymi przepływ i wtrysk masy. Poprawie uległa twardość i kruchość produktu końcowego po wymianie izododekanu na mieszaninę wody i etanolu.

Wynikiem przeprowadzonych badań było opracowanie innowacyjnej w skali przedsiębiorstwa technologii otrzymywania kosmetyków prasowanych o zwiększonej twardości. Opracowana technologia skróciła proces produkcyjny do 45 minut. Formulacja z gumą ksantanową i skrobią kukurydzianą w mieszaninie wody i etanolu w stosunku 50:50, prowadzi do otrzymania produktów o zwiększonej twardości i zmniejszonej kruchości oraz zachowanych właściwościach aplikacyjno-sensorycznych w porównaniu do dotychczas otrzymywanych w przedsiębiorstwie produktów, w których stosowano izododekan.

Magdalena Julepa