

Research on the Improvement of Emulsification Process and Long-Term Stability Regulation of Cosmetics Lotion System

Chen Yuan Yueru Zhou Lijia Li Xiaohuan Sun Jinjun Wu

Zhejiang Fangyuan Testing Group Co., Ltd., Hangzhou, Zhejiang, 310000, China

Abstract

In view of the common problems such as poor stability of cosmetic emulsion systems during industrial production and long-term storage, this study, based on the existing formulation system and production process flow, adopted rheological characterization, particle size distribution detection, and accelerated stability tests, etc., to systematically explore the mechanism of core process parameters such as emulsification temperature, emulsification duration, and homogenization intensity on the stability of the emulsion system. Based on this, targeted process optimization and precise control strategies were proposed. This research aims to provide reliable technical basis and theoretical support for the industrial process optimization and quality stability control of cosmetic emulsion systems.

Keywords

Cosmetics emulsion; Emulsification process; Long-term stability

化妆品乳液体系的乳化工艺改进及长期稳定性调控研究

袁晨 周约如 李丽佳 孙宵欢 吴金君

浙江方圆检测集团股份有限公司, 中国·浙江 杭州 310000

摘要

针对化妆品乳液体系在工业化生产与长期贮存阶段普遍存在的体系稳定性差等难题, 本研究基于现有配方体系与制备工艺流程, 采用流变学表征、粒径分布检测及加速稳定性试验等方法, 系统探究乳化温度、乳化时长、均质强度等核心工艺参数对乳液体系稳定性的作用机制, 并据此提出定向化的工艺优化与精准调控策略。此次研究, 旨在为化妆品乳液体系的工业化工艺优化与产品质量稳定控制提供可靠的技术依据与理论支撑。

关键词

化妆品乳液; 乳化工艺; 长期稳定性

1 乳液体系与乳化工艺现状

1.1 乳液配方组成与性能要求

化妆品乳液在本质上属于热力学非均相不稳定体系, 其典型配方体系主要由水相组分、油相组分、乳化剂及各类功能性功效添加剂组成。乳液产品的综合性能主要从感官评价指标与理化稳定指标两大维度进行评定^[1]。感官性能要求体系具备优良的涂抹延展性、快速渗透吸收能力与清爽不黏腻的使用肤感。理化稳定性要求产品在长期贮存条件下保持均一稳定的外观状态, 不出现析水、分层、粒径粗化及黏度异常波动等现象。依据相关行业标准, 乳液样品需满足耐热稳定性、耐寒稳定性及冻融循环测试要求, 离心稳定性指标

为 3000r/min 离心处理 30min 后无分层、无破乳现象。

1.2 初始乳化工艺条件

原有生产工艺采用真空均质乳化机组完成乳液制备, 单批次投料规模为 500kg。其工艺流程为: 分别将水相、油相原料加热至 75~80℃, 随后将油相物料缓慢加入水相体系, 在设定的均质条件下乳化混合 15min, 均质转速控制为 2400r/min, 搅拌转速为 40r/min, 乳化完成后降温至 45℃, 加入各类功能性添加剂, 持续搅拌并冷却至室温后出料。

对采用初始工艺制得的三批次平行样品开展系统性能检测, 结果如表 1 所示。样品在制备完成 24h 内进行粒径测试, 平均粒径为 3.15~4.28 μm , 粒径分布跨度为 1.58~1.72, 反映出乳液液滴粒径分布范围较宽、均一性较差。经 3000r/min 离心处理 30min 后, 样品底部出现明显水相析出, 分层高度可达 2~5mm。在 45℃恒温条件下放置 30d 后, 样品表面出现油相上浮, 体系黏度下降幅度超过 25%。以上结果

【作者简介】袁晨(1995—), 女, 中国浙江衢州人, 本科, 初级工程师, 从事化妆品检验研究。

充分说明,原工艺条件下制备的乳液体系稳定性偏低,无法满足产品长期贮存与货架期要求。

表 1 初始工艺制备乳液样品的性能测试结果

样品批次	平均粒径 (μm)	粒径分布 跨度	离心分层高度 (mm)	45℃放置 30d 外观
批号 01	3.15	1.58	2.3	轻微浮油
批号 02	3.82	1.65	3.8	明显浮油
批号 03	4.28	1.72	5.1	表面油层明显

2 乳化工工艺问题诊断与关键参数分析

2.1 粒径分布与稳定性关联性分析

乳液体系的储存稳定性与分散相液滴的粒径大小及分布均匀性存在显著内在关联。依据斯托克斯沉降定律,分散相液滴的上浮或沉降速率与其粒径的平方呈正相关,液滴粒径越大,越易发生碰撞聚结与相分离,进而破坏体系稳定性。粒径分布跨度可直观表征乳液体系的均一化程度,该数值越高,意味着液滴粒径差异越显著,小粒径液滴易通过奥氏熟化效应向大粒径液滴迁移合并,最终导致整体体系稳定性大幅降低。

2.2 乳化工工艺参数的影响机理

乳化过程本质上由液滴破碎与液滴聚并两大相互竞争的动力学过程共同支配^[2]。液滴破碎依赖乳化设备所提供的流体剪切场,促使大尺寸液滴发生形变与断裂,形成更小的分散相液滴;而聚并则是小液滴在碰撞后发生界面融合、重新团聚的行为,其速率主要受界面膜强度与连续相流变特性的调控。

乳化温度通过改变油相黏度与界面张力影响乳化效率。温度上升可降低油相黏度、削弱界面张力,有利于液滴破碎;但同时会加剧分子热运动,提高液滴碰撞概率与聚并速率。基于相转变乳化技术的相关研究证实,对 O/W 型乳液而言,可先在高于相转变温度的条件下制备 W/O 型乳液,在冷却至室温的过程中,仅需较低机械能即可触发温度驱动的相转变,使油相高效破碎为微细液滴,最终转相形成稳定的 O/W 型膏体。原有工艺的乳化温度区间较宽,高温区间会显著强化聚并效应,直接导致液滴粒径分布变宽、均一性下降。乳化时间决定了剪切作用的有效时长。

3 乳化工工艺改进与优化实验

3.1 单因素实验设计

为系统揭示关键工艺条件对乳液体系稳定性的作用规律,本研究采用单因素变量法,分别探究乳化温度、乳化时长、均质转速对体系稳定性的影响规律,并以平均粒径、粒径分布跨度、离心稳定性作为核心评价指标,确定各参数的最优操作区间。

在乳化温度考察中,设置 70℃、73℃、75℃、78℃、

80℃五个梯度,固定乳化时间 20min、均质转速 2600r/min。结果表明:温度由 70℃提升至 75℃时,平均粒径由 2.86 μm 降至 1.58 μm ;继续升温至 78℃,粒径进一步降至 1.43 μm ;但当温度达到 80℃时,粒径回升至 1.92 μm ,同时粒径分布跨度显著扩大。这一趋势说明 75~78℃为适宜乳化温度区间,温度过高会加剧液滴聚并行为,破坏体系均一性^[3]。水羊股份研发团队通过对 27 种乳化剂开展超 1500 组正交试验与性能验证,筛选出具有优异配伍性与结构支撑能力的骨架型乳化剂,成功构筑力学强度优异的仿生液晶网络结构,使乳液在 48℃高温环境下持续存放 90 天仍能保持液晶相完整稳定。

在乳化时间优化试验中,设置 10min、15min、20min、25min、30min 五个水平,固定乳化温度 75℃、均质转速 2600r/min。结果显示:随时间由 10min 延长至 25min,平均粒径由 3.15 μm 降至 1.47 μm ;继续延长至 30min,粒径未进一步降低,反而出现小幅上升。这表明在 25min 左右液滴破碎与聚并过程已达到动力学平衡,过度均质无法提升分散效果,还可能引发体系失稳。

在均质转速优化试验中,设置 2200r/min、2400r/min、2600r/min、2800r/min、3000r/min 五个梯度,固定乳化温度 75℃、乳化时间 25min。结果表明:转速由 2200r/min 提升至 2800r/min 时,平均粒径由 2.73 μm 降至 1.26 μm ;当转速提高至 3000r/min,粒径略有回升,且体系内气泡含量显著增加。综合判定,2800r/min 为兼顾破碎效率与体系稳定性的最优均质转速。

3.2 改进工艺确定

基于单因素试验的优化结果,本研究确定的乳化工工艺最优参数为:乳化温度控制在 75~78℃,乳化时间设定为 25min,均质转速为 2800r/min。同时对增稠剂的添加与分散方式进行改良,将卡波姆与黄原胶预先在甘油中充分润湿分散,于乳化前加入水相并同步加热,以保证高分子增稠剂完全水化、均匀分散。改进后的完整工艺流程如图 1 所示。将水相、油相分别独立加热至目标温度后,将油相缓慢加入水相体系,随即开启均质乳化。乳化全程将真空度控制在 -0.04~-0.06MPa,以排除气泡、提升体系致密性。乳化阶段完成后,降温至 50℃再加入热敏性功效组分与添加剂,持续搅拌并降温至 35℃以下,完成出料。

3.3 改进工艺验证

依托优化后工艺制备三批次平行样品开展系统性验证实验,检测结果如表 2 所示。三组合成样品的平均粒径控制在 1.21~1.32 μm 区间,粒径分布跨度压缩至 0.80~0.85,经离心测试后均未出现分层、析水等异常现象。在 45℃恒温环境下持续存放 30d 后,体系外观均一稳定,无油相上浮、组分析出等失稳特征。与原有生产工艺相比,优化后样品粒径降幅约 65%,液滴均一性与体系稳定性均实现显著提升。

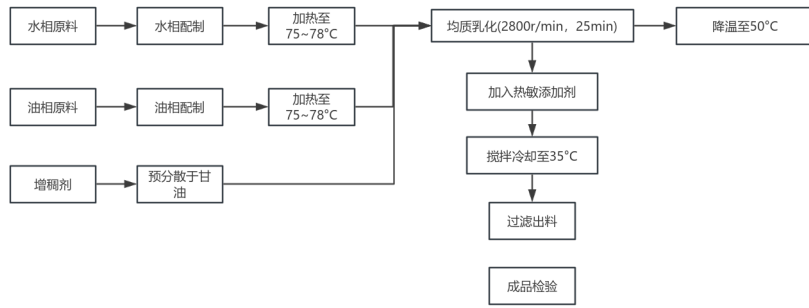


图1 改进后乳化工艺流程图

表2 改进工艺制备乳液样品的性能测试结果

样品批次	平均粒径 (μm)	粒径分布 跨度	离心稳定性	45°C放置 30d 外观
批号 04	1.21	0.80	无分层	均匀无变化
批号 05	1.26	0.82	无分层	均匀无变化
批号 06	1.32	0.85	无分层	均匀无变化

4 长期稳定性调控与评价

4.1 稳定性调控指标建立

为实现乳液体系长期贮存稳定性的精准调控，本研究将粒径分布跨度与多重光散射稳定性指数作为核心质控参数。其中，粒径分布跨度 Span 值可通过如下公式进行定量计算：

$$\text{Span}=(D90-D10)/D50$$

式中 D90、D50、D10 分别对应粒径累积分布百分率达到 90%、50%、10% 时的特征粒径。Span 值越低，代表液滴粒径分布越窄、体系均一程度越高，稳定性越优。结合工艺优化后的验证数据，本研究将粒径分布跨度 Span 的控制阈值确定为不高于 0.85。

多重光散射稳定性监测通过采集样品在不同高度截面的背散射光强度变化，定量计算体系稳定性指数 TSI。TSI 数值越小，说明样品在存放过程中的微观结构变化越平缓，整体稳定性越突出。本研究将加速老化条件（45°C）下放置 7d 的 TSI 控制目标设定为 ≤ 3.0 。

在流变学关键指标上，将 25°C 条件下的零剪切黏度控制区间设定为 5000~6000 mPa·s，以保证连续相具备足够的结构强度，有效抑制分散相液滴的迁移与聚并。动态振荡流变测试中，以储能模量 G' 与损耗模量 G'' 交点对应的屈服应力为评价依据，将其控制阈值设定为 $\geq 0.5\text{Pa}$ 。

4.2 长期稳定性跟踪监测

对优化工艺制得的乳液样品实施长期稳定性动态监测，分别置于 25°C 及 45°C 环境下贮存，并在 0d、30d、60d、90d 多个时间节点取样，对粒径演变规律进行定量分析。

5 改进工艺的稳定性验证

5.1 加速稳定性测试

依据化妆品行业相关标准规范，对采用优化后工艺制备的三批次平行样品开展全面且系统的稳定性考核，考核内容涵盖离心稳定性、耐热稳定性、耐寒稳定性及冻融循环稳

定性，具体测试结果如表 3 所示。测试结果表明，经工艺优化后制得的三批次样品在各类加速稳定性考核中均达到合格标准。历经反复冻融循环测试后，样品仍保持均一稳定的外观状态，未出现析水、分层、破乳等异常现象，体系黏度恢复率保持在 90% 以上，充分证明该乳液体系具备优异的环境适应性与结构抗逆能力。

表3 改进工艺样品的加速稳定性测试结果

测试项目	测试条件	批号 04	批号 05	批号 06
离心稳定性	3000r/min, 30min	合格	合格	合格
耐热稳定性	45°C 恒温 48h	合格	合格	合格
耐寒稳定性	-15°C 恒温 48h	合格	合格	合格
循环冻融	-15°C ~ 25°C 循环 3 次	合格	合格	合格
高温长期	45°C 恒温 90d	合格	合格	合格

5.2 粒径分布稳定性分析

为进一步验证粒径分布的长期稳定性，对 45°C 条件下贮存 90d 的样品进行粒度分布检测，并与初始状态进行比对分析。初始样品的粒径分布曲线呈现典型单峰窄分布特征，主峰集中分布于 1.2~1.3 μm 区间。经加速老化存放 90d 后，主峰位置仅出现轻微偏移，峰形整体保持完整，未出现双峰或多峰分裂现象，说明体系在存放过程中未发生显著的奥氏熟化与液滴粗化行为。

6 结语

本研究针对化妆品乳液体系普遍存在的粒径分布宽泛、易出现分层析水等稳定性缺陷，借助流变学表征与加速稳定性试验，系统阐明了乳化温度、乳化时长及均质剪切强度对体系稳定性的作用机制。研究结果证实，通过对工艺参数的系统化优化与关键指标的精细化调控，可显著提升化妆品乳液的长期贮存稳定性，为同类配方的工艺升级与质量提升提供科学依据与技术支撑。

参考文献

- [1] 耿肖沙,康维洁,刘萌.化妆品面霜中乳化剂的研究进展[J].合成材料老化与应用,2025,54(06):98-100.
- [2] 廖紫莹,郭朝万,江川霞.化妆品面霜中乳化剂的研究进展[J].日用化学品科学,2024,47(07):55-59.
- [3] 周康夫,支奕轩,王飞飞,等.新型乳化体系及其在化妆品中的应用(Ⅵ)——微乳液[J].日用化学工业(中英文),2024,54(02):139-148.