



### **КРЮКОВА Наталия Владимировна**

Аспирант кафедры пищевой биотехнологии

Уральский государственный экономический университет  
620144, РФ, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта/Народной Воли, 62/45  
Контактный телефон: (343) 251-96-36  
e-mail: krucovan-0503@yandex.ru

### **ПИЩИКОВ Геннадий Борисович**

Доктор технических наук, профессор, директор института  
питания и пищевых биотехнологий

Уральский государственный экономический университет  
620144, РФ, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта/Народной Воли, 62/45  
Контактный телефон: (343) 251-96-36  
e-mail: gbp@k66.ru



### **ГАВРИЛОВ Андрей Станиславович**

Доктор фармацевтических наук, профессор кафедры фармации

Уральская государственная медицинская академия  
620028, РФ, г. Екатеринбург, ул. Репина, 3  
Контактный телефон: (343) 214-86-71  
e-mail: gavrilov.usma@mail.ru

## **Влияние состава структурообразующих компонентов на срок годности косметических изделий на жировосковой основе**

**Ключевые слова:** косметические изделия на жировосковой основе; температура каплепадения; сила и глубина проникновения исполнительного механизма (конуса прибора); ортогональное центральное композиционное планирование (ОЦКП); график Тернера.

Исследовано влияние состава структурирующих компонентов на качество и срок годности косметических изделий на жировосковой основе. Проведена оценка эффективности применения методов ортогонального центрального композиционного планирования (ОЦКП) и Тернера при разработке основы помады губной, доказана идентичность их результатов. Предложенные соотношения компонентов защищены патентом и успешно используются в производстве косметической продукции ООО «Концерн „Калина“».

**П**ри разработке косметических изделий на жировосковой основе необходимо учитывать влияние структурообразующих веществ на потребительские свойства этих изделий, нормируемые соответствующими ГОСТ, ФС и другими НД. Например, помады должны иметь следующие характеристики: температура плавления – не ниже 55 °С [1]; твердость (глубина проникновения конуса – не менее 30 мм, сила надавливания на помаду – не более 6,0 кг).

В составе помады содержится более 15 наименований действующих и вспомогательных веществ, поэтому очевидно наличие синергизма и межфакторных взаимодействий, а проведение однофакторных экспериментов представляется невозможным.

Следовательно, организация многофакторных экспериментов является единственным способом конструирования состава таких сложных систем.

При проектировании жировосковых основ используется самый разнообразный инструментарий планирования эксперимента. Наиболее часто применяют метод ортогонального центрального композиционного планирования (ОЦКП) или графический метод Тернера [2–5]. *Первый* позволяет численно оценить влияние каждого фактора на процесс, выявить наиболее значимые взаимодействия; главное его преимущество – возможность описания поверхности отклика в области максимума. Однако метод имеет существенный недостаток: часто наблюдается статистическая разница корреляции результатов между моделью и процессом [6. Р. 553]. *Второй* – метод Тернера, несмотря на то, что получаемая линейная модель имеет существенную погрешность, широко применяется при проектировании сложных композиций, так как позволяет быстро и наглядно определить оптимальные параметры по нескольким переменным.

Цель проведенного авторами исследования – оценить применимость методов ОЦКП и Тернера при разработке состава основы помады; изучить влияние состава структурообразующих компонентов на срок годности косметических изделий на жировосковой основе.

В ходе эксперимента исследовали: воск пчелиный ГОСТ 21179-90 ( $T_{пл} - 65\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), воск карнаубский ( $T_{пл} - 83\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), воск канделильский ( $T_{пл} 63\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) – Технические спецификации, Листы безопасности фирмы KahlWax Refinery, Германия.

На первой стадии анализировали влияние состава смеси восков на изучаемые параметры. В химическом стакане смешивали навески восков, расплавляли при температуре 80–90 °С, перемешивали, охлаждали до комнатной температуры, разливали в формы по 2 г. Полученные образцы анализировали по показателю температуры каплепадения (по ГОСТ Р 29188.1 [7]). Измерение твердости структуры помад проводили на анализаторе текстур TA.XTPlus Texture Analyser фирмы Stable Micro-systems (Великобритания) с использованием специальной консольной насадки, предназначенной для измерения твердости испытуемых образцов. Испытания на приборе проводили следующим образом: на специальную площадку прибора помещали испытуемый образец, затем консольная насадка под действием силы тяжести прибора проникала в испытуемый образец. Результаты измерения прибора (сила и глубина проникновения конуса) выводились на экран компьютера в виде числовых значений. Показатель измерения силы (кг) характеризует силу, затрачиваемую прибором для погружения конуса в пробу образца. Показатель «глубина проникновения конуса прибора (мм)» определяет, на какое максимальное расстояние конус прибора проникает в испытуемый образец. По данным показателям анализировали образцы по методике «ускоренного старения» (образцы помещали на 3 месяца в термошкаф при температуре +45 °С).

Согласно матрице планирования математическую обработку результатов осуществляли по программе Statistica-10 (Startsoft, США); эксперименты повторяли более трех раз. Матрица эксперимента ОЦКП  $3^2$  и результаты испытания свойств полученных смесей представлены ниже (см. таблицу). Центр эксперимента – навеска восков, г: пчелиного  $X_0 = 40,0$ ; канделильского  $Y_0 = 80,0$ ; карнаубского  $Z_0 = 40,0$ ; интервал варьирования:  $\Delta X = 33,0$ ;  $\Delta Y = 33,0$ ;  $\Delta Z = 33,0$ .

В результате математической обработки получены следующие уравнения регрессии второго порядка на моменты до и после «ускоренного старения» смеси:

- до «ускоренного старения» смеси:

$$T_{пл1} = 73,1 - 2,4x + 2,7x^2 - 1,9y - 5,4y^2 + 11,4z - 2,7z^2 + 1,3xy + 0,3xz + 0,3yz; \quad (1)$$

- после «ускоренного старения» смеси:

$$T_{пл2} = 73,0 - 1,8x + 2,6x^2 - 1,7y - 6,0y^2 + 11,6z - 2,6z^2 + 1,8xy + 0,3xz + 0,3yz. \quad (2)$$

### Влияние состава смеси на ее свойства

| Воск канделильский        |            | Воск пчелиный |                           | Воск карнаульский |      | Свойства смеси            |            |      |          |                            |                                  |                            |                           |                            |
|---------------------------|------------|---------------|---------------------------|-------------------|------|---------------------------|------------|------|----------|----------------------------|----------------------------------|----------------------------|---------------------------|----------------------------|
| Кодированное значение (X) | Навеска, г | %             | Кодированное значение (Y) | Навеска, г        | %    | Кодированное значение (Z) | Навеска, г | %    | Сила, кг |                            | Глубина проникновения конуса, мм |                            | Температура плавления, °С |                            |
|                           |            |               |                           |                   |      |                           |            |      | Опыт     | После ускоренного старения | Опыт                             | После ускоренного старения | Опыт                      | После ускоренного старения |
| 1                         | 113        | 43,6          | 1                         | 73                | 28,2 | 1                         | 73         | 28,2 | 4,5      | 4,3                        | 33,0                             | 34                         | 77                        | 75                         |
| 1                         | 113        | 58,5          | -1                        | 7                 | 3,6  | 1                         | 73         | 37,8 | 5,0      | 5,3                        | 30,0                             | 33                         | 75                        | 73                         |
| 1                         | 113        | 58,5          | 1                         | 73                | 37,8 | -1                        | 7          | 3,6  | 4,2      | 4,3                        | 38,5                             | 38                         | 62                        | 65                         |
| 1                         | 113        | 89,0          | -1                        | 7                 | 5,5  | -1                        | 7          | 5,5  | 4,8      | 4,7                        | 41,9                             | 40                         | 65                        | 56                         |
| -1                        | 47         | 24,4          | 1                         | 73                | 37,8 | 1                         | 73         | 37,8 | 5,0      | 5,1                        | 25,9                             | 28,5                       | 75                        | 72                         |
| -1                        | 47         | 37,0          | -1                        | 7                 | 5,5  | 1                         | 73         | 57,5 | 5,3      | 4,9                        | 24,5                             | 24,4                       | 80                        | 77                         |
| -1                        | 47         | 37,0          | 1                         | 73                | 57,5 | -1                        | 7          | 5,5  | 4,8      | 4,6                        | 24,3                             | 25,7                       | 65                        | 61                         |
| -1                        | 47         | 77,0          | -1                        | 7                 | 11,5 | -1                        | 7          | 11,5 | 4,4      | 4,5                        | 29,0                             | 28,4                       | 66                        | 60                         |
| 0                         | 80         | 66,7          | 0                         | 40                | 33,3 | -1,215                    | 0          | 0,0  | 4,1      | 4                          | 32,5                             | 30,7                       | 65                        | 68                         |
| 0                         | 80         | 40,0          | 0                         | 40                | 20,0 | 1,215                     | 80         | 40,0 | 4,9      | 5                          | 27,5                             | 27,6                       | 76                        | 75                         |
| 0                         | 80         | 66,7          | -1,215                    | 0                 | 0,0  | 0                         | 40         | 33,3 | 5,1      | 5,2                        | 27,8                             | 27,9                       | 70                        | 68                         |
| 0                         | 80         | 40,0          | 1,215                     | 80                | 40,0 | 0                         | 40         | 20,0 | 5,0      | 5,2                        | 27,5                             | 30,1                       | 67                        | 70                         |
| -1,215                    | 40         | 33,3          | 0                         | 40                | 33,3 | 0                         | 40         | 33,3 | 6,0      | 6                          | 30,3                             | 27,3                       | 77                        | 73                         |
| 1,215                     | 120        | 60,0          | 0                         | 40                | 20,0 | 0                         | 40         | 20,0 | 4,4      | 4,5                        | 42,5                             | 44,2                       | 72                        | 70                         |
| 0                         | 80         | 50,0          | 0                         | 40                | 25,0 | 0                         | 40         | 25,0 | 4,7      | 5                          | 32,2                             | 33,6                       | 75                        | 72                         |

Модели адекватно описывают результаты эксперимента (см. таблицу). Остаточная дисперсия на момент приготовления массы равна 5,0; после применения методики «ускоренного старения» – 7,8.

Анализ коэффициентов регрессии уравнений 1 и 2 показывает, что наибольшее влияние на температуру плавления смеси оказывает воск карнаубский. Увеличение навески воска карнаубского на 33 г приводит к ее росту на  $11,4 \pm 0,2$  °С. Воски канделильский, пчелиный снижают температуру плавления смеси на  $2,4 \pm 0,6$  и  $1,9 \pm 0,2$  °С соответственно. Следует обратить внимание на относительно низкие значения коэффициентов регрессии при квадратичных членах, свидетельствующие о том, что квадратичная модель приближается к планарной. Низкие значения при смешанных членах говорят об отсутствии существенных взаимодействий, или эвтектических явлений смеси. При уровне значимости 0,95 уравнение вырождается в однофакторную модель  $T_{пл} = 73,1 + 11,4z$  при коэффициенте  $t(5) = 49,7$ . Из уравнения 2 видно, что после «ускоренного старения» изменения свойств незначительны. Результаты эксперимента, проводимого методом Тернера, графически представлены на рис. 1.

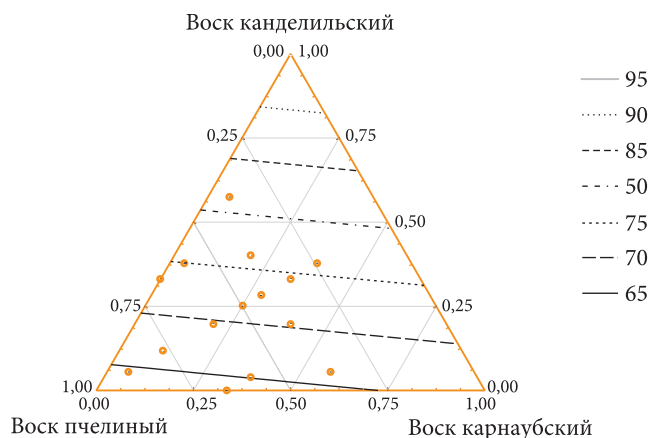


Рис. 1. График Тернера, отражающий влияние состава смеси восков (массовая доля) на температуру плавления смеси

Как видим, увеличение массовой доли карнаубского воска приводит к росту температуры плавления смеси. Угол наклона кривых плавления показывает, что воски пчелиный и канделильский снижают температуру плавления.

Линейная модель графика Тернера (3)

$$T_{пл} = 62,4x + 65,9y + 95,1z \tag{3}$$

адекватно описывает свойства смеси, так как вершины треугольника статистически достоверно соответствуют температурам плавления отдельных восков.

Следующая задача эксперимента – определить влияние состава смеси восков на ее упруго-пластичные свойства по глубине проникновения исполнительного механизма (конуса прибора). В результате математической обработки получены следующие уравнения регрессии второго порядка на момент до и после использования методики «ускоренного старения» смеси:

Глубина проникновения конуса равна:

- до «ускоренного старения» смеси:

$$31,0 + 10,0x + 6,1x^2 - 0,7y - 5,8y^2 - 4,8z - 2,6z^2 + 0,75xy - 3,6xz + 3,1yz; \tag{4}$$

- после «ускоренного старения» смеси:

$$32,2 + 10,7x + 5,4x^2 - 0,6y - 3,7y^2 - 3,0z - 3,5z^2 + 0,6xy - 2,5xz + 2,5yz. \quad (5)$$

Модель адекватно описывает результаты эксперимента при уровне значимости 0,95; исключением при  $x$  смешанном члене  $t(5) = 2,5$ . Остаточная дисперсия составляет 0,2.

Анализ коэффициентов регрессии показывает, что наибольшее влияние на упругие свойства смеси оказывает воск карнаубский, увеличение навески которого на 33 г приводит к уменьшению глубины проникновения конуса на 4,8 мм. Воск канделильский способствует повышению пластичности смеси. Увеличение навески воска пчелиного на 33 г увеличивает глубину проникновения конуса на 10 мм. По нашему мнению, полученные результаты объясняются тем, что карнаубский воск – самый твердый по сравнению с канделильским и пчелиным (глубина проникновения конуса – 18 мм; 25 и 28 мм соответственно), а его количество в смеси меньше, чем других восков. Следует обратить внимание на высокие значения коэффициентов регрессии при квадратичных членах, т. е. эксперимент организован в области максимума. Высокие значения при смешанных членах свидетельствуют о наличии взаимодействия ингредиентов смеси. Вероятно, сплавление восков приводит к изменению структуры кристалла с образованием полиморфных частиц. Из уравнений видно, что в массе, образовавшейся после применения методики «ускоренного старения», произошли незначительные изменения, не повлиявшие на показатели.

На рис. 2, графически отражающем расчеты по методу Тернера, представлены результаты влияния восков на глубину проникновения конуса прибора, рассчитанные по уравнению (6):

$$\text{Глубина проникновения конуса прибора} = 40,5x + 25,0y + 16,9z. \quad (6)$$

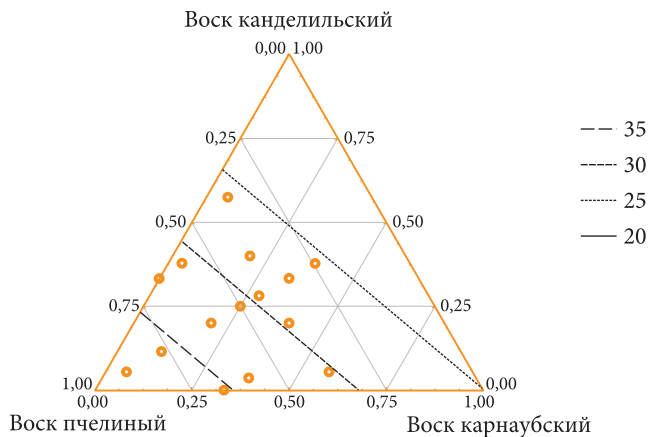


Рис. 2. График Тернера, отражающий влияние состава смеси восков (массовая доля) на глубину проникновения конуса прибора

Как видим на рис. 2, увеличение массовой доли карнаубского воска приводит к снижению глубины проникновения конуса прибора в смесь. При этом угол наклона кривых плавления свидетельствует, что обратное влияние оказывают воски пчелиный и канделильский. Следует отметить, что график адекватно описывает свойства смеси. Вершины треугольника статистически достоверно соответствуют глубине проникновения конуса прибора в образцы отдельных восков (пчелиный – 28 мм; канделильский – 25; карнаубский – 18 мм).

Дальнейшей задачей эксперимента было определение влияния состава смеси восков на ее упруго-пластичные свойства по силе, которую необходимо придать прибору

для проникновения конуса в образец. Математическая обработка результатов эксперимента позволила получить следующие уравнения регрессии второго порядка (7, 8):

Сила равна:

- до «ускоренного старения» смеси:

$$4,9 - 0,5x - 0,3x^2 - 0,2y + 0,1y^2 + 0,5z - 0,7z^2 - 0,3xy - 0,2xz - 0,2yz; \quad (7)$$

- после «ускоренного старения» смеси:

$$5,1 - 0,4x - 0,1x^2 - 0,2y + 0,2y^2 + 0,5z - 0,9z^2 - 0,4xy - 0,1xz - 0,1yz. \quad (8)$$

Данная модель адекватно описывает результаты эксперимента при уровне значимости 0,95 и остаточной дисперсии 0,7.

Анализ коэффициентов показывает следующее: как до, так и после применения методики «ускоренного старения» увеличение в составе смесей долей восков пчелиного и канделильского снижает прочность смеси, а карнаубского – увеличивает. Такое взаимодействие восков подтверждает выдвинутую нами гипотезу о полиморфизме смеси при сплавлении восков.

Анализ значимости коэффициентов регрессии, определяемых по критерию Стьюдента, показал, что только два члена – независимый и линейный – при  $z$  определяют прочностные свойства смеси.

На рис. 3 графически представлен результат применения графика Тернера для определения влияния восков на силу проникновения конуса прибора по уравнению (9):

$$\text{Сила} = 4,2x + 4,7y + 6,3z. \quad (9)$$

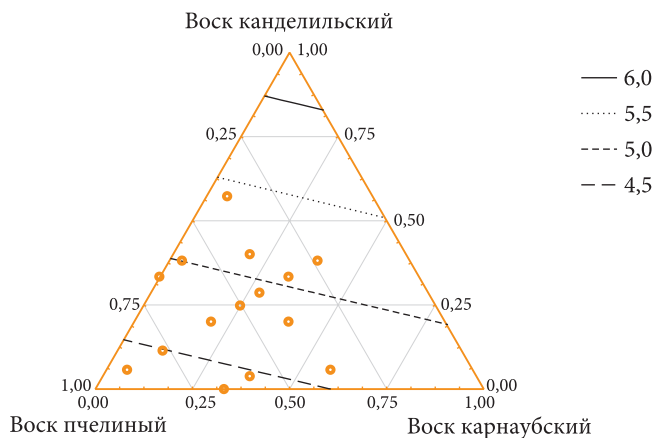


Рис. 3. График Тернера, отражающий влияние состава смеси восков (массовая доля) на силу проникновения конуса прибора

Как видно на рис. 3, увеличение в смеси массовой доли воска карнаубского приводит к увеличению силы проникновения конуса прибора в смесь. Угол наклона кривых плавления показывает, что воски пчелиный и канделильский уменьшают прочность смеси.

Анализ графиков ОЦКП позволяет выделить область со следующими показателями: температура плавления смеси – 70–80 °С; упруго-пластические свойства: глубина проникновения конуса – от 30 до 35 мм; сила проникновения конуса прибора – от 4,5 до 5,0 кг. Состав смеси в области концентрации: воск пчелиный – от 25 до 28%; воск карнаубский – от 25 до 28%; воск канделильский – от 50 до 44%. Эти показатели не меняются после использования методики «ускоренного старения».

Анализ графиков Тернера позволил выделить зону концентраций смеси, соответствующую вышеперечисленным требованиям: воск пчелиный – от 25 до 30%; воск карнаубский – от 22 до 29; воск канделильский – от 53 до 41%.

Сравнение результатов, полученных двумя методами планирования – ОЦКП и методом Тернера, показывает, что полученные результаты идентичны.

Представленные соотношения восков карнаубского, канделильского и пчелиного рекомендованы к применению в составе гигиенической помады с экстрактом солодки (патент на изобретение № 2455977) и защитного бальзама для губ «Маленькая фея» производства ООО Концерн «Калина».

Исследование позволило сделать следующие выводы.

1. Оценка применимости методов ОЦКП и Тернера при разработке состава основы помады губной показало, что методы позволяют получить статистически одинаковые результаты при конструировании трехфазных систем по трем параметрам качества.

2. Изучение влияния состава структурообразующих компонентов на срок годности косметических изделий на жировосковой основе показало, что изменения в смесях незначительны.

3. В результате изучения влияния состава структурообразующих компонентов на температуру плавления и твердость жировосковых основ установлены области смесей, в которых температура плавления смеси равна 70–80 °С, упруго-пластические свойства: глубина – 30–35 мм и сила проникновения конуса прибора – 4,5–5,0 кг. В данных областях содержание восков составляет: пчелиный – от 25 до 28%; карнаубский – от 25 до 28; канделильский – от 50 до 44%.

#### Источники

1. ГОСТ Р 52342-2005. Изделия на жировосковой основе.
2. Сысуев Б. Б. Обоснование возможности использования методов планирования эксперимента с целью оптимизации биофармацевтических исследований при разработке мягких лекарственных форм // Успехи современного естествознания. 2011. № 10.
3. Аркуша А. А. Исследование структурно-механических свойств мазей с целью определения оптимума консистенции: автореф. дис. ... канд. фарм. наук. Харьков, 1982.
4. Wang T.-Sh., Lee G. The Effect of Formulation on the Hardness and Crystallization of Emulsion Lipsticks // Society of Cosmetic Chemistry. 1997. No. 48.
5. Bono A., Mun H. C., Rajin M. Optimisation of Natural Ingredient Based Lipstick Formulation by Using Mixture Design // Journal of Applied Sciences. 2007. Vol. 7. No. 15.
6. Cheng Sh.-W., Wu C. F. J. Factor screening and response surface exploration // Statistica Sinica. 2001. No. 11.
7. ГОСТ Р 29188.1. Изделия косметические. Метод определения температуры каплепадения.