

Applikationsbericht

Applikationsbericht:	AR283	
Branche:	Surfactants, personal care	
Autoren:	Stefan Benn, Dr. Marlitt Jönsson, Dr. Thomas Willers <i>KRÜSS GmbH</i> Victor Low, Dr. Christoph Kolano <i>Consumer Care, Lonza Ltd., Basel, Schweiz</i>	
Datum:	08/2017	
Methode:		
Stichwörter:	Personal Care, cleansing, surfactant properties, Ross-Miles, foam, ASTM D1173-07	Ross Miles Foam Analyzer – RMFA

Benchmarking des Schaumverhaltens einer neuen milden Tensidrezeptur nach ASTM D 1173-07

Ross-Miles-Schaumanalyse von Polyaldo™ 10-1-CC im Vergleich zu den Tensiden PEG-80-Sorbitanlaurat und Decylglucosid

Das Schaumverhalten des kürzlich entwickelten nichtionischen und milden Tensids Polyaldo™ 10-1-CC wurde untersucht und mit zwei in Körperpflegeprodukten verwendeten Standardtensiden verglichen. Um die Vergleichbarkeit mit weiteren Tensidsystemen zu gewährleisten, erfolgte die Schaumanalyse als Benchmarktest nach der etablierten ASTM D 1173-07 Ross-Miles-Methode. Alle Messungen wurden mit dem KRÜSS Ross Miles Foam Analyzer – RMFA durchgeführt, dem ersten Instrument, das die Schaumanalyse nach ASTM D 1173-07 automatisiert und daher keinen Raum für Unsicherheiten bezüglich der Versuchsbedingungen lässt. Zusätzlich zur Schäumbarkeit und Schaumstabilität nach ASTM-Definition wurde die Schaumdichte bewertet, die im Zusammenhang mit sensorischen Eigenschaften des Schaums stehen kann. Von Polyaldo™ 10-1-CC gebildeter Schaum zeigt unter Standardbedingungen Eigenschaften, die mit denen von PEG-80 vergleichbar sind, übertrifft dieses Tensid jedoch bei einer höheren Temperatur von 49 °C. Die Schaumanalyse ist Teil einer umfassenderen vergleichenden Untersuchung dreier Tenside, die im SOFW Journal [1] veröffentlicht werden wird.



Hintergrund

Tenside sind wesentlicher Bestandteil von Körperpflegerezepturen, da sich mit ihrer Hilfe Haut und Haare besser von Talg und Schmutz befreien lassen. Neue Bestimmungen zu chemischen Inhaltsstoffen, aber auch die Nachfrage nach natürlichen und milden Alternativen treiben die Entwicklung neuer Tensidrezepturen voran.

Ein wichtiges Kriterium bei der Entwicklung von Tensidrezepturen ist deren Schaumverhalten. Volumen, Stabilität und die sensorischen Eigenschaften von gebildetem Schaum sind Aspekte, die zum

kommerziellen Erfolg eines fertigen Produkts führen können, und müssen daher sorgfältig kontrolliert und analysiert werden [2].

Obwohl neuere Instrumente für die Schaumanalyse verschiedenste kontrollierte Aufschäummethoden, anspruchsvolle wissenschaftliche Untersuchungen und Ergebnisparameter [3-5] ermöglichen, sind Schaumuntersuchungen nach dem Standard ASTM D 1173-07 [6], der auf Veröffentlichungen aus mehr als 70 Jahren [7] beruht, aus den folgenden zwei Gründen nach wie vor ein wertvolles Hilfsmittel:

Erstens sind alle Aufschäumparameter durch die Instrumente fest vorgegeben, sodass kein Raum für eine Veränderung der Experimentierbedingungen gegeben ist und diese Technik sich daher als erste Wahl beim Leistungsvergleich neuer Rezepturen etabliert.

Zweitens erleichtert die Ross-Miles-Aufschäummethode das Gewinnen von Informationen über die Schäumbarkeit sowie über die Schaumstabilität von hochkonzentrierten Tensidlösungen (> 5-fache kritische Mizellbildungskonzentration). Besonders Letzteres kann mit einigen anderen Aufschäummethoden, z. B. Aufschäumen durch Gasfluss, nicht unbedingt erfüllt werden.

In ihrer Kombination unterstreichen die beiden oben genannten Punkte, warum die automatische Analyse nach ASTM D 1173-07 mithilfe des Ross Miles Foam Analyzer – RMFA für die Qualitätskontrolle des Schaumverhaltens bei einer Reihe von Tensidsystemen und -konzentrationen eine exzellente Wahl darstellt.

Experimenteller Teil

Bei dieser Untersuchung wurde die Schäumbarkeit, Schaumstabilität und Schaumdichte des neu entwickelten besonders milden, nichtionischen Tensids Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester nach ASTM D 1173-07 mit dem Ross Miles Foam Analyzer – RMFA (Abb. 1, b) untersucht. Als Bezugsrahmen für die Bewertung von Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester wurden zwei handelsübliche Tenside in die Untersuchung einbezogen. PEG-80-Sorbitanlaurat ist für seine Hautverträglichkeit bekannt. Es ist in vielen Reinigungsprodukten enthalten, die als sanft beworben werden, etwa in Babypflegeprodukten für empfindliche Haut. Decylglucosid ist ein Alkylpolyglucosid (APG) und somit ein Tensid, das aus pflanzlichem Alkohol gewonnen wird. Es ist ein gutes Hautreinigungsmittel und verleiht Reinigungsrezepturen hervorragende Anschäumereigenschaften (Flash Foam).

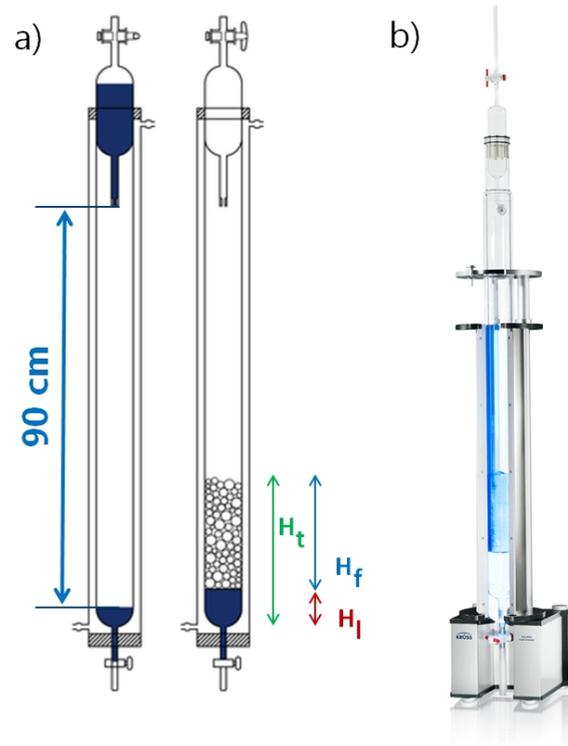


Abb. 1: a) Darstellung einer Ross-Miles-Schaumanalyse vor (links) und nach der Schaumbildung (rechts). Die farbigen Pfeile geben die Gesamthöhe H_t , die Flüssigkeitshöhe H_l und die Nettoschaumhöhe H_f an wie vom Instrument erfasst. b) Darstellung des KRÜSS RMFA für die automatische Schaumanalyse nach Ross-Miles-Norm ASTM D 1173 07

Alle Einzelheiten zu den Experimenten und weitere Informationen über die automatische Höhenerfassung sind in der ASTM [6] und an anderen Stellen [3] zu finden. In der Untersuchung werden 250 mL der Tensidlösung über eine Messblende mit einem Durchmesser von 2,9 mm aus einer Höhe von 90 cm in 50 mL derselben Tensidlösung gegossen. Das Instrument erfasst anhand der Lichtdurchlässigkeit als Funktion der Zeit mit bis zu 20 Ablesungen pro Sekunde die Flüssigkeit/Schaum- und die Schaum/Luft-Grenze. Im Gegensatz zu dieser hohen zeitlichen Auflösung sind die Ergebnisparameter bei der ASTM-Norm auf die Gesamthöhe in ihrem Höchstwert direkt nach der Schaumbildung sowie nach einer, drei und fünf Minuten nach dem Zeitpunkt der höchsten Gesamthöhe begrenzt.

Die Experimente wurden bei zwei verschiedenen Temperaturen durchgeführt, 25 °C und 49 °C, jeweils nach ASTM-Norm. Zu diesem Zweck wurden die Einlauf- und Reservoirbehälter vor dem Befüllen des Instruments auf die gewünschte Temperatur vorgeheizt. Der doppelwandige Glaszylinder des Instruments wurde mithilfe eines externen Umwälzthermostaten auf den gewünschten Temperaturen gehalten, sodass für die gesamte Dauer des Experiments konstante Flüssigkeits- und Schaumtemperaturen gewährleistet waren. Für alle drei Tenside wurden Verdünnungen von 0,5 g/L in destilliertem Wasser vorbereitet und binnen 24 Stunden

nach Probenvorbereitung mit dem RMFA gemessen. Für jede Probe wurden drei Messvorgänge durchgeführt.

Messergebnisse und Erläuterung

Abb. 2 zeigt Kurvenbeispiele für die zeitliche Abhängigkeit der Gesamthöhe und der Nettoschaumhöhe zu allen drei Tensiden (Decylglucosid (APG), Polyaldo™ 10-1-CC und PEG-80-Sorbitanlaurat) bei 25 °C. Diese Kurven enthalten verschiedenste Informationen, doch der Einfachheit halber konzentrieren wir uns hier auf die ASTM-Ergebnisparameter, die auch durch die Pfeile in Abbildung 2 dargestellt werden.

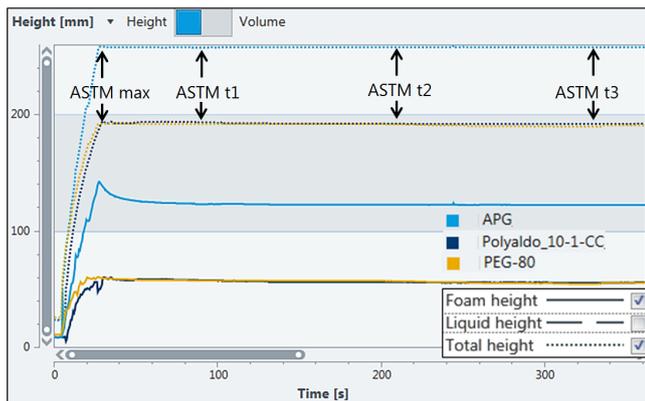


Abb. 2: Vergleich der Nettoschaumhöhe und der Gesamthöhe als Funktion der Zeit für alle drei untersuchten Tenside. Die Pfeile stellen die einzelnen Zeitschritte t_0 , t_1 , t_2 , t_3 wie nach ASTM vorgegeben dar. Die Werte dieser Zeitschritte werden von der KRÜSS ADVANCE Software automatisch ausgelesen.

Abb. 3 zeigt einen Vergleich der ASTM-Ergebnisparameter für alle drei untersuchten Proben bei 25 °C und 49 °C. Die Fehlerbalken entsprechen den Standardabweichungen aus mindestens drei aufeinanderfolgenden Experimenten. Bei beiden Temperaturen zeigt APG ein wesentlich höheres Anfangsschaumvolumen und eine wesentlich bessere Schaumstabilität als Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester und PEG-80-Sorbitanlaurat.

Während Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester bei 25 °C ein sehr ähnliches Schaumverhalten zeigt wie PEG-80-Sorbitanlaurat, übertrifft es Letzteres bei 49 °C deutlich, sowohl hinsichtlich der Anfangsschaumhöhe als auch in puncto Schaumstabilität. APG und Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester zeigen bei Erhöhung der Temperatur einen Anstieg hinsichtlich der Anfangsschaumhöhe. Angesichts der erhöhten Tensidmobilität und Veränderungen in der Oberflächenspannung und Viskosität erscheint dies intuitiv nachvollziehbar. Allerdings zeigt PEG-80-Sorbitanlaurat mit steigender Temperatur eine abnehmende Schäumleistung. Grund hierfür ist die bekannte Eigenschaft von Polysorbat 80, bei steigender Temperatur in wässrigen Medien zu hydrolysieren. [8]

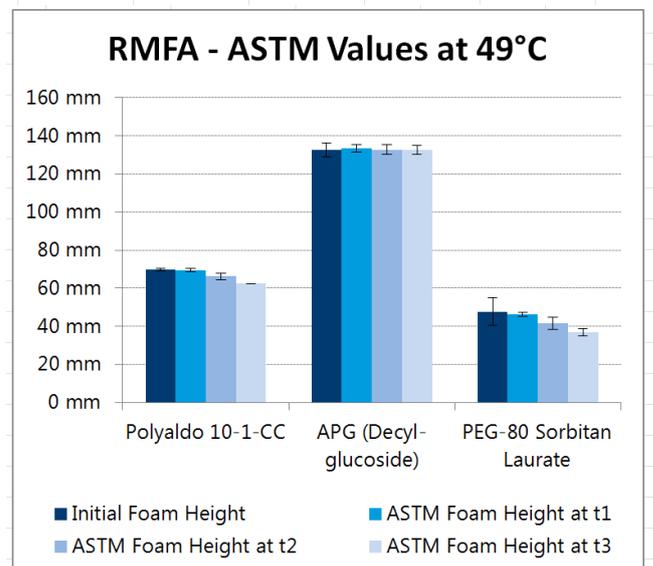
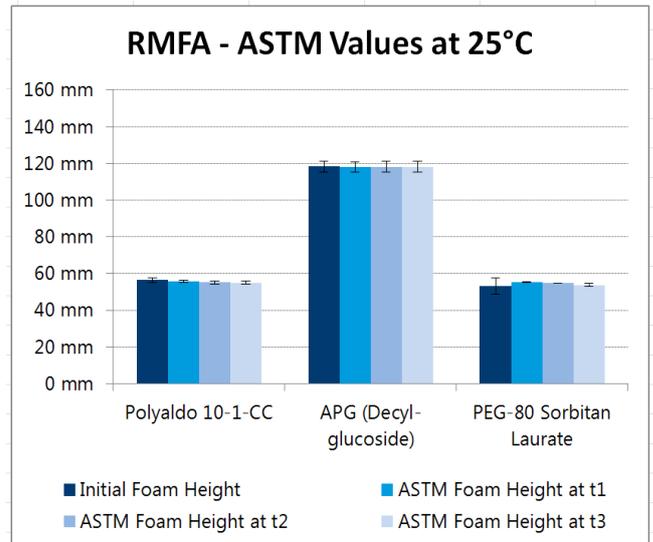


Abb. 3: Vergleich der ASTM-Ergebnisparameter aus der Untersuchung von drei Proben bei 25 °C (oben) und 49 °C (unten)

Die Messung der Flüssigkeitshöhe im zeitlichen Verlauf gibt Auskunft über die Anfangsdichte (i. e. Feuchtigkeit) und das Drainageverhalten des Schaums. Bei beiden Ergebnissen handelt es sich um wertvolle Informationen, die über den Umfang der ASTM-Ergebnisparameter hinausgehen. Neben dem Schaumvolumen sind auch die Anfangsschaumdichte und ihre zeitliche Abhängigkeit wichtige Parameter für die Beschreibung der Schaumfeuchtigkeit. Unter Schaumdichte versteht man das Verhältnis des im Schaum enthaltenen maximalen Flüssigkeitsvolumens zum Nettoschaumvolumen. Die Schaumdichte kann sich auf die Schaumstabilität auswirken, gilt jedoch auch als einer von mehreren Faktoren, die die sensorischen Eigenschaften von Schaum beeinflussen. Abb. 4 zeigt einen Vergleich der maximalen Anfangsschaumdichten.

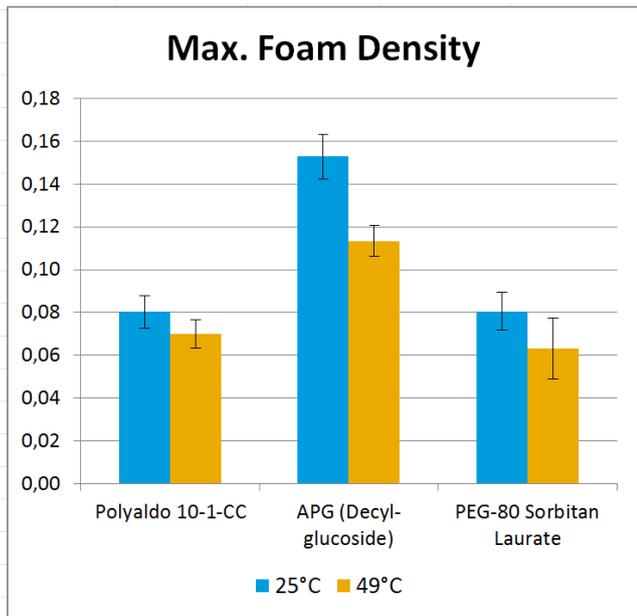


Abb. 4: Vergleich der maximalen Schaumdichte aller drei Tenside bei 25 °C und 49 °C

Bei 25 °C kann APG etwa zweimal soviel Flüssigkeit im Schaum speichern, doch bei 49 °C übersteigt die Schaumdichte (i. e. Feuchtigkeit) von APG die von Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester und PEG-80-Sorbitanlaurat nur um etwa 50 %. Wiederum zeigt Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester im Vergleich zu PEG-80-Sorbitanlaurat bei 25 °C eine ähnliche Schaumdichte, bei 49 °C jedoch eine wesentlich höhere.

Zusammenfassung

Im Vergleich zu APG zeigt Polyaldo™ 10-1-CC Polyglycerinester ein schwächeres Schaumverhalten in puncto Anfangsschaumhöhe, Schaumstabilität und Feuchtigkeit, kann jedoch mit PEG-80-Sorbitanlaurat bei 25 °C eindeutig mithalten, während es dieses Tensid bei höheren Temperaturen sogar übertrifft.

Der kürzlich eingeführte KRÜSS RMFA hat diese Vergleichsstudie zum Schaumverhalten durch seine überaus hohe Wiederholbarkeit und die daraus resultierenden minimalen Fehlerbalken deutlich erleichtert. Dies sorgt in Kombination mit ASTM D 1173-07 (in das Instrument und die Software implementiert) für eine gute Wiederholbarkeit in unterschiedlichen Laboratorien und ermöglicht basierend auf den hier präsentierten Daten weitere Benchmark-Studien.

Die vorliegende Ross-Miles-Schaumuntersuchung ist Teil einer umfassenderen Studie, bei der auch die Grundeigenschaften (z. B. Farbe, Viskosität, pH-Wert usw.), Haut- und Augenreizung (in-vitro), Oberflächenspannung, kritische Mizellbildungskonzentration und Schaumstruktur (z. B. Blasengrößenverteilung) der drei Tenside für die Veröffentlichung im SOFW Journal [1] untersucht wurden.

Literatur

- [1] SOFW Journal Jahrgang 143, Ausgabe 10/2017
- [2] Romanowski, Perry, Cosmetic Surfactants – An Introduction for Cosmetic Chemists
<http://chemistscorner.com/cosmetic-surfactants-part-1/>
- [3] K. Oetjen, Ch. Bilke-Krause, M. Madani, Th. Willers, Temperature effect on foamability, foam stability, and foam structure of milk, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 460 (2014), 280-285.
- [4] [KRÜSS Application Report 279](#), Schaumverhalten von Zahnpasten
- [5] [KRÜSS Applikationsbericht 282](#), Ein zuverlässiges Verfahren zur Überwachung der Alterung und Leistungsfähigkeit von Kühlflüssigkeiten für Bearbeitungsprozesse
- [6] ASTM D1173 – 07 (Reapproved 2015): Standard Test Method for Foaming Properties of Surface-Active Agents
- [7] J. Ross, G. D. Miles: An Apparatus for Comparison of Foaming Properties of Soaps and Detergents, Oil & Soap, May 1941, P. 99-102.
- [8] R. S. Kishore, A. Pappenberger, I. B. Dauphin, A. Ross, B. Buergi, A. Staempfli, H. C. Mahler, Degradation of polysorbate 20 and 80: studies on thermal autoxidation and hydrolysis, J. Pharm. Sci. 2011, 100, 721-731.

Auf unserer Webseite finden Sie viele weitere interessante Applikationsberichte unter <https://www.kruss.de/de/service/schulung-theorie/literatur/applikationsberichte/>