

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

**CÔNG NGHỆ HƯƠNG
LIỆU MỸ PHẨM**

BÀI 1: CHUNG CẤT TINH DẦU BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUNG CẤT LÔI CUỐN HƠI NƯỚC

1. GIỚI THIỆU

Tinh dầu từ họ quả citrus có hàm lượng lớn và được ứng dụng rất nhiều trong các lĩnh vực hương liệu, mỹ phẩm và thực phẩm. Họ citrus có tinh dầu chứa trong các túi chứa tinh dầu trong vỏ quả với hàm lượng khá lớn và thường được tách bởi phương pháp cơ học hoặc chưng cất lôi cuốn hơi nước. Phương pháp chưng cất lôi cuốn tinh dầu bằng hơi nước dựa trên nguyên lý của quá trình chưng cất hỗn hợp không tan lẫn vào nhau là nước và tinh dầu. Khi hỗn hợp này được gia nhiệt, hai chất đều bay hơi. Nếu áp suất của hơi nước cộng với áp suất của tinh dầu bằng với áp suất môi trường thì hỗn hợp sôi, và tinh dầu được lấy ra cùng với hơi nước. Do vậy, nhiệt độ sôi của hỗn hợp sẽ thấp hơn nhiệt độ sôi của từng chất trong hỗn hợp (trong cùng điều kiện áp suất).

Ví dụ như khi chưng cất lôi cuốn tinh dầu thông bằng hơi nước ở áp suất khí quyển, nhiệt độ sôi của dầu thông là 158°C nhưng nhiệt độ sôi của hỗn hợp khoảng 95°C .

Chưng cất lôi cuốn hơi nước không đòi hỏi nhiều thiết bị phức tạp, vận hành đơn giản hiệu suất tách khá cao. Tinh dầu thu được có thể được chưng cất phân đoạn ở áp suất thấp để nâng cao hàm lượng các cấu tử cần thiết.

2. THỰC NGHIỆM

Trong bài thí nghiệm sinh viên sẽ tiến hành chưng cất lôi cuốn thu tinh dầu của vỏ quả họ Citrus bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước và phương pháp tách các thành phần terpen và sesquiterpen trong tinh dầu thu được.

2.1. Dụng cụ và thiết bị

Dụng cụ

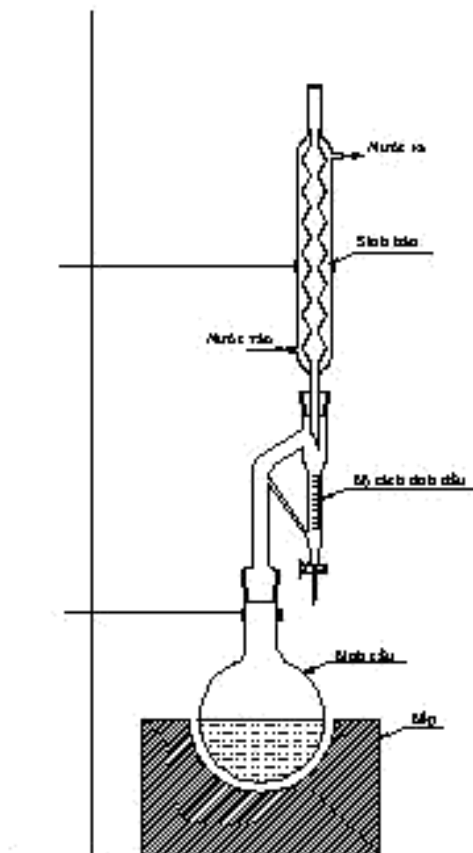
Chai đựng tinh dầu	: 01	Đĩa nhôm đo độ ẩm	: 01
Bình đo tỷ trọng 10ml	: 01	Dao	: 01
Becher 500ml	: 01	Becher 250ml	: 01
Đũa khuấy	: 01	Phễu chiết 50ml	: 01

Thiết bị

Cân hai số	: 01
Máy xay	: 01
Máy đo độ ẩm	: 01

Chưng cất lôi cuốn hơi nước

Bình cầu 1 l	: 01
Bộ tách tinh dầu cổ nhám	: 01
Sinh hàn	: 01



Hình 3.1. Sơ đồ chưng cất

2.2. Nguyên liệu – hóa chất

Quả họ Citrus (cam, chanh, bưởi, quýt...)

Na_2SO_4

Nước cất

Ethanol cao độ (96)

2.3. Cách tiến hành

2.3.1. Chuẩn bị nguyên liệu

Quả họ citrus (cam, chanh, quýt, bưởi...) rửa sạch, gọt lấy phần vỏ xanh phía ngoài, xay nhuyễn trong máy xanh sinh tố (kích thước khoảng 2x2 mm). Lưu ý chỉ tiến hành xay nguyên liệu khi chuẩn bị chưng cất, không xay tất cả một lúc. Ghi nhận kích thước, khối lượng trung bình của quả, khối lượng của phần vỏ xanh, toàn vỏ (cả phần trắng và phần xanh). Thời gian chưng cất từ 2.5 đến 4 giờ.

2.3.2. Tiến hành chưng cất

Cân 100g nguyên liệu cho vào bình cầu cùng với dung môi cất là nước, tỷ lệ nước/nguyên liệu là 3/1, lắp đặt hệ thống như hình vẽ và tiến hành chưng cất. Hơi nước bay hơi sẽ lôi cuốn tinh dầu đi lên, ngưng tụ trong sinh hàn và tách lớp tại bộ phận tách tinh dầu.

Ghi nhận thời gian xuất hiện tinh dầu, sau đó ghi nhận thể tích tinh dầu mỗi 5 phút 1 lần. Sau 3 lần liên tiếp thể tích tinh dầu thu được không đổi, cho ngừng hệ thống chưng cất, thu lượng tinh dầu vào bình chứa tinh dầu.

Tiến hành lặp lại thí nghiệm thêm 2 lần với tỷ lệ nước/nguyên liệu thay đổi 4/1 và 5/1.

Lượng tinh dầu thu được ở cả ba lần thu lại chung sau đó tiến hành làm khan với

Na₂SO₄ khan.

2.3.3. Phương pháp tách bớt terpen và seckitecpen

Tinh dầu cam, chanh, quýt thu được bằng phương pháp này chứa nhiều terpen và secquiterpen nên dễ bị oxy hóa ở điều kiện thường, do đó sau khoảng 5 tuần bảo quản đã có mùi khó chịu.

Thành phần terpen và secquiterpen được tách bằng cách cho tinh dầu thu được từ phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước hòa tan trong cồn cao độ (96 %V), tinh dầu sẽ hòa tan hoàn toàn, sau đó thêm nước cất vào để hạ nồng độ cồn đến 65 %V, các dạng terpen sẽ không hòa tan ở cồn thấp độ nổi lên trên sẽ được lọc bỏ.

3. ĐÁNH GIÁ SƠ BỘ TINH DẦU THU ĐƯỢC

Tinh dầu tinh và tinh dầu đã loại terpen đem đi đo các tính chất : tỷ trọng d, màu, mùi và đánh giá dựa vào TCVN.

BÀI 2: MỸ PHẨM DẠNG NHũ

I. Giới thiệu

Mỹ phẩm dạng nhũ chiếm một phần rất lớn và đa dạng trên thị trường hiện nay. Nhũ cho phép phân tán hiệu quả các hoạt chất có đặc tính tan khác nhau thành một sản phẩm đồng nhất. Có thể bản thân sản phẩm là dạng nhũ như các loại cream, lotion... hoặc trong sản phẩm có mặt của nhũ để tăng cường các quá trình khác.

Nhũ được định nghĩa là một hệ hai pha chứa hai chất lỏng không tan lẫn vào nhau. Trong đó, một pha phân tán trong pha còn lại dưới dạng những giọt hình cầu thường có đường kính trong khoảng $0.2 \div 50 \mu\text{m}$. Đặc trưng chung của các hệ nhũ trong mỹ phẩm là phải có một pha háo nước và một pha háo dầu. Khi pha háo nước (hay pha phân tán, pha nội) phân tán trong pha háo dầu (hay pha liên tục, pha ngoại), ta có nhũ W/O và ngược lại, ta có nhũ O/W. Ngoài ra, trong mỹ phẩm còn có thêm các dạng nhũ kép W/O/W hoặc O/W/O.

Tùy vào thành phần tương đối giữa hai pha mà sản phẩm nhũ có các tên gọi khác nhau (cream, lotion, ointment). Trong đó, dạng lotion có độ nhớt thấp đến trung bình, dạng cream và dạng gel có độ nhớt cao hơn dạng lotion.

Tùy theo mục đích sử dụng mà sản phẩm dạng nhũ được phối ở độ nhớt thích hợp. Ví dụ như kem giữ ẩm toàn thân thường ở dạng lotion. Mỹ phẩm dạng nhũ thuận tiện và tạo cảm giác dễ chịu khi sử dụng khi so sánh với các hệ dầu không nước khác. Ngoài ra, sản phẩm dạng này còn tạo hiệu quả thị giác và hấp dẫn người tiêu dùng.

2. Thí nghiệm phối chế kem tan

2.1. Giới thiệu

Kem tan dùng ban ngày để bảo vệ da và làm đẹp da đã được tẩy sạch, làm mất lớp dầu trên da để các mỹ phẩm khác dễ dàng bám lên da. Khi sử dụng, kem phải lan nhanh ra trên da và dường như biến mất ngay sau khi bôi lên da. Kem còn có tác dụng giữ ẩm làm mềm mại da. Tùy theo yêu cầu mà kem tan còn có khả năng chống nắng để bảo vệ da khi sử dụng ($\text{ZnO} + \text{TiO}_2$) nếu sản phẩm đục, hoặc ester anthranilat của alcol mạch dài trong sản phẩm trong.

Kem tan ở dạng nhũ o/w với 15 - 30% O, $t_{nc}^0 > 50^\circ\text{C}$, kem nền ở dạng nhũ o/w với 20 - 35% O, $t_{nc}^0 = 40 - 55^\circ\text{C}$. Công thức truyền thống dựa trên tương dầu là acid stearic.

Tướng dầu ($t_{nc}^0 > 50^{\circ}\text{C}$) kết tinh ở dạng thích hợp nên khi dùng sẽ không nhìn thấy và để lại lớp film không dầu trên da. Tướng dầu sử dụng acid stearic không bị ảnh hưởng bởi nhiệt độ và tạo nên màu hấp dẫn cho sản phẩm (màu óng ánh ngọc trai). Công thức sử dụng chất nhũ hóa là xà phòng và thường được thêm một lượng thích hợp kiềm để trung hòa acid béo tự do.

Ngoài ra còn chứa các chất làm mềm, chất làm ẩm, chất chống nắng, hương và chất bảo quản.

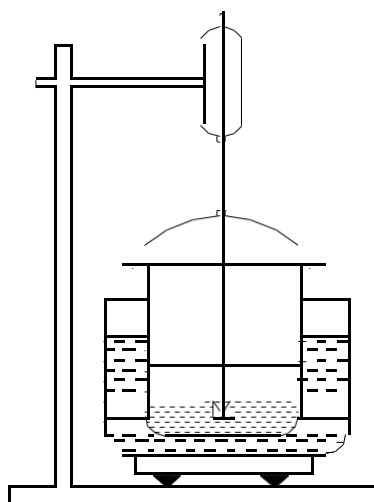
2. 2. Dụng cụ - Thiết bị

Dụng cụ

Cốc thủy tinh 100ml	: 06	Ống nghiệm ly tâm	: 04
Đũa khuấy	: 02	Lưới amiăng	: 02
Nhiệt kế 100°C	: 01	Giấy mềm	
Đĩa nhựa	: 04	Giấy pH	
Muỗng nhựa	: 04		
Bình chứa sản phẩm	: 02		

Thiết bị

Bể điều nhiệt	:01	Cân điện 4 số	:01
Bộ khuấy cơ và cánh khuấy thủy tinh	:01	Cân điện 2 số	: 01
Kính hiển vi	: 01		



Hình 4.1. Sơ đồ lắp thiết bị thí nghiệm tạo nhũ

2. 3. Hóa chất

Hóa chất chính

Acid stearic	: 9.00g
Alcol cetyl	: 0.3g
KOH	: 0.39g
Glycerine	: 3.00g
Nước deion	: 47.31g

Hóa chất phụ

EtOH 96 ⁰	: 50ml
Acid citric (hiệu chỉnh pH)	: 1g
Hương	: 0,1 - 0,08 g
Màu	

2. 4. Cách tiến hành

(i) Chuẩn bị tương dầu (cốc O): Cho acid stearic, alcol cetyl vào cốc thủy tinh đun nhẹ, lắc đều, không khuấy cho đến khi chảy hoàn toàn trên bếp điện. Khi đun phải lót lưới amiang

(ii) Chuẩn bị tương nước (cốc W): Hòa tan KOH, glycerine vào nước.

(iii) Khuấy tạo kem (Thực hiện trong bể điều nhiệt)

- Đặt cốc W vào bể điều nhiệt ở nhiệt độ khoảng 50–60°C.
- Lấy cốc O ra khỏi bếp điện, dùng khăn lau nhẹ để giảm nhiệt độ từ từ, sau đó đặt vào bể điều nhiệt, để ổn định nhiệt độ trong 2 phút.
- Sau khi ổn định nhiệt độ, tiến hành khuấy tạo kem bằng cách cho từng giọt tương nước vào tương dầu. Sau đó tiếp tục khuấy trong 45 phút.
- Khi kem đã nhũ bền, kiểm tra pH và hiệu chỉnh nếu cần thiết bằng dung dịch acid citric bão hòa, đưa về pH 5.5–6.5.
- Cho thêm hương và màu
- Rót kem vào bình lưu trữ, để ổn định

3. ĐÁNH GIÁ CHẤT LƯỢNG SẢN PHẨM KEM TAN

Đánh giá chất lượng dầu gội thường dựa trên phương thức vừa cảm quan vừa định lượng và được đối chiếu với một mẫu chuẩn đã được thị trường chấp nhận ở mức độ rất tốt.

1. Thang giá trị (%) của các đặc tính đánh giá

Chỉ tiêu

Hệ số mi (%)

(i) Cảm quan (35%)

- Trên sản phẩm

Dạng và màu tự nhiên của nền

2.5

Độ phân pha	5.0
Độ bóng có ánh bạc	5.0
Độ linh động	5.0
<i>- Trên đối tượng sử dụng</i>	
Độ gây kích da	5.0
Độ gây ngứa	5.0
Độ gây mùi lạ	2.5
(ii) Định lượng (45%)	
<i>-Trên sản phẩm</i>	
Độ pH	5.0
Độ lún kim (mm)	10.0
Sai biệt độ lún kim (mm)	10.0
Điểm bắt đầu chảy (°C)	5.0
<i>- Trên đối tượng sử dụng</i>	
Độ tan trên da (giây)	15.0
(iii) Tính an toàn cho người sử dụng (10.0%)	
Gây dị ứng cho da	10.0
(iv) Tính an toàn cho môi trường (5.0%)	5.0
(v) Tính tiện dụng (5.0%)	5.0

Kết quả đánh giá ở mỗi chỉ tiêu trên dựa trên thang điểm 5:

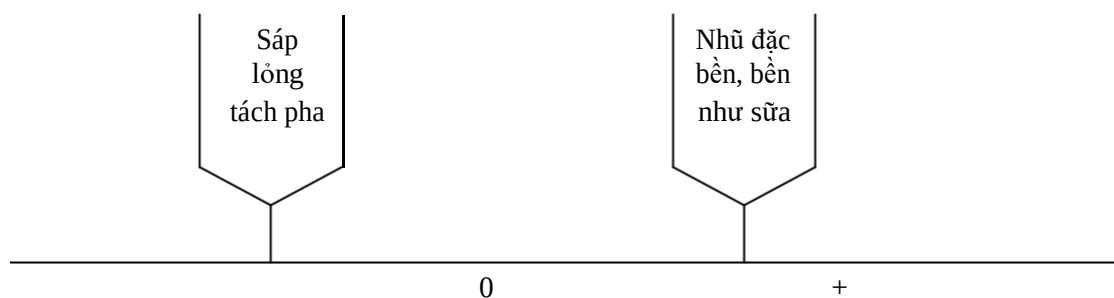
++	: rất tốt (5)	-	: kém (2)
+	:tốt (4)	--	: rất kém (1)
0	: thỏa mãn (3)		

2. Thang định mức của mỗi chỉ tiêu đánh giá

a. Dạng và màu tự nhiên của nền

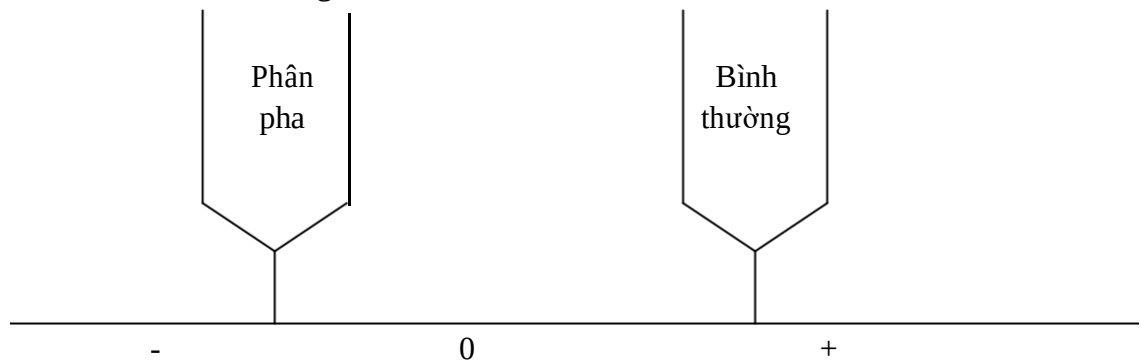
- Biểu thị sự hài hoà giữa các cấu tử trong kem

Nhìn mặt kem sau 48 giờ và đánh giá theo chỉ tiêu sau:



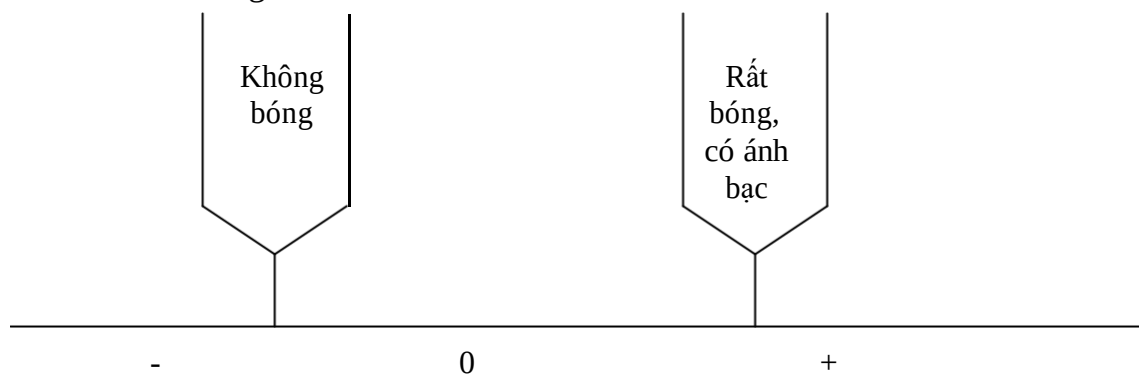
b. Độ phân pha

- Biểu thị sự bất hài hoà giữa các cấu tử trong kem Nhìn bề mặt kem sau 48 giờ và nhận xét



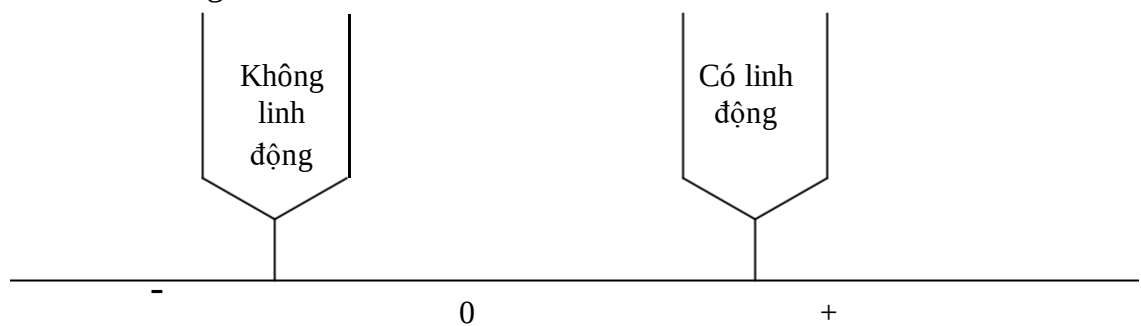
c. Độ bóng bề mặt

- Biểu thị sự đều đặn của mặt kem.
Nhìn mặt kem để sau 48 giờ và nhận xét :



d. Độ linh động

Biểu thị sự đồng nhất cấu trúc kem.
Nhìn mặt kem sau 48 giờ và nhận xét:



e. Độ chỉnh da

Thoa một lớp mỏng kem trên da, chờ 5 phút rồi lấy tay sờ vào lớp da tương ứng này và nhận xét :

Có : -
Không : +

f. Độ gây mát

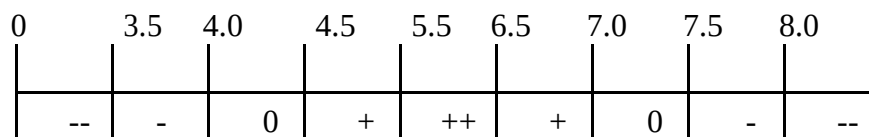
Cách làm tương tự như chỉnh da, nhưng dùng giác quan cảm nhận gây mát trên da.

Có : +
Có gây mát nhẹ : 0
Không : -

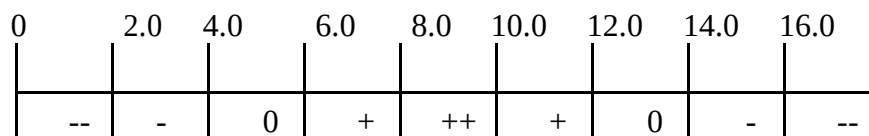
g. Độ gây mùi lạ

Có : -
Không : +

h. Độ pH



i. Độ lún kim



Độ lún kim biểu thị độ mềm và độ xốp của kem.

Cách làm

Dùng một kim A cỡ kim lượt dài 13mm đầu nhọn, có trọng lượng = 0.0788g, nhưng không quá nhọn, cho rơi tự do qua một ống thủy tinh B hình trụ hai đầu bằng, dài 50cm, đường kính 1cm và được đặt cách hộp kem 1-2cm.

Khi kim lún vào kem, nâng ống B lên, rút kim ra và đo độ lún vào kem của kim (tính bằng mm), đo mỗi mẫu 3 lần và lấy trị số trung bình.

j. Sai biệt độ lún kim (mm)

Sai khi đo độ lún kim, đem mẫu đi lắc trên máy lắc với tốc độ 300 vòng /phút. Sau đó, đem đi đo độ lún kim lại. Từ đó ta có kết quả sai biệt độ lún kim:

$$= l_1 - l_2$$

: Sai biệt độ lún kim

l_1 : Độ lún trước khi lắc (mm)

l_2 : Độ lún sau khi lắc (mm)

Kết quả đánh giá dựa theo bảng sau:

	-1.5	-1.0	-0.5	0	0.5	1.0	1.5	2.0	
--	-	0	+	++	+	0	-	--	

k. Điểm bắt đầu chảy ($^{\circ}\text{C}$)

Cách đo điểm chảy: Cho mẫu kem vào ống đựng mẫu, cặp ống đựng mẫu này sát nhiệt kế và nhúng vào bể chứa dung dịch glycerine, sau đó dùng đèn cồn gia nhiệt và ghi nhận :

- Nhiệt độ mẫu bắt đầu chảy ($^{\circ}\text{C}$)

Mỗi mẫu đo 3 lần và lấy giá trị trung bình

Nhận xét dựa vào bảng sau:

	30	32.5	35	37.5	40	42.5	45	47.5	
--	-	0	+	++	+	0	-	--	

l. Độ tan trên da (giây)

Biểu thị độ tan kem trên da.

Cân 0.02g kem, thoa kem lên da, diện tích thoa khoảng 25cm^2 ($5 \times 5\text{cm}$), thoa lớp mỏng và đều, sau đó đo thời gian kem tan hết trên da. Làm như vậy 3 lần và lấy trung bình. Kết quả nhận xét dựa vào bảng sau :

	35	37.5	40	42.5	
++	+	0	-	--	

m. Gây dị ứng da

Có : -

Không : +

n. Tính an toàn cho môi trường

$\text{BOD}_5 (20^{\circ}\text{C}) < 100\text{mg/l}$

Thỏa : +

Không thỏa : -

o. Tính tiện dụng

Có : +

Không : -

BÀI 3: PHỐI CHẾ DẦU GỘI THƯỜNG

I. GIỚI THIỆU

1. Mục đích

Điều chế dầu gội đầu thường với chức năng chính là làm sạch tóc, da đầu và làm tóc có vẻ đẹp mềm bóng tự nhiên.

2. Yêu cầu sản phẩm

- Gội sạch hữu hiệu và không làm mất chất dầu tự nhiên của tóc.
- Dễ dàng phân tán trên tóc, và dễ xả sạch sau khi gội.
- Dễ dàng hòa tan trong H₂O (nước cứng/mềm) và không hình thành tủa trên tóc (tùy vào độ cứng của nước trong sản phẩm phải cho thêm chất chống đóng bám tủa trên tóc như TPP-tripolyphosphate).
- Sau khi gội tóc sạch, dễ chải, không bị rối, bóng, mượt và tạo cảm giác dễ chịu.
- Dễ sử dụng và lưu trữ.
- Phải đạt tiêu chuẩn chung theo quy định dành cho sản phẩm.

II. THỰC NGHIỆM

1. Dụng cụ và hóa chất

Dụng cụ:

Cốc thủy tinh 100ml	: 04	Đũa khuấy con	: 02
Muỗng nhựa	: 04	Hộp nhựa đựng sản phẩm	: 02
Đĩa nhựa	: 04	Ống nghiệm ly tâm	: 04
Ống đong 25ml	: 01	Cân hai số	: 01
Nhiệt kế 100°C	: 01	Máy ly tâm	: 01
Cốc thủy tinh 250 ml	: 02	Giấy pH	
Bộ khuấy cơ	: 01	Giấy lau	
Phễu đuôi dài	: 02		

Hoá chất:

LasNa	: 12.5 g	EtOH 96	: 50ml
CAPB	: 3.0g	Nước deion	: 200ml
EGDS	: 1.5g	Acid citric	
NaCl	: 0.5 – 1.5 g	Màu	
Carpobol	: 0.15g	Hương	

2. Quy trình phối trộn

Một số dung dịch cần được chuẩn bị trước như sau:

- Dung dịch LasNa : Ngâm 12.5g trong 62.5g nước deion, để qua đêm, lọc nếu cần.
- Dung dịch Carpobol : Ngâm 0.15g Carpobol trong 6 ml H₂O deion, đun nhẹ để keo nở hoàn toàn
- Dung dịch NaCl bão hoà.

Tiến hành khuấy tạo gel: Phối trộn dung dịch LaSNa, CAPB, EGDS vào trong becher 250ml, khuấy nhẹ nhàng để dung dịch đều và ít tạo bọt, chỉnh pH nếu cần. Điều chỉnh độ đặc bằng dung dịch NaCl bão hoà và dung dịch carpobol.

3. Phối chế dầu gội dạng trong

Sử dụng công thức như trên nhưng không có thành phần EGDS. Đánh giá vai trò của EGDS trong sản phẩm.

III. ĐÁNH GIÁ SƠ BỘ SẢN PHẨM DẦU GỘI

Đánh giá chất lượng dầu gội thường dựa trên phương thức vừa cảm quan vừa định lượng và được đối chiếu với một mẫu chuẩn đã được thị trường chấp nhận ở mức độ rất tốt.

3. Thang giá trị (%) của các đặc tính đánh giá

<i>Chỉ tiêu</i>	<i>Hệ số m_i (%)</i>
- Cảm quan (35%)	
+ Trên sản phẩm	
1. Độ mịn màng	5
2. Màu tự nhiên của nền	5
3. Tính đồng nhất	5
4. Mùi tự nhiên của nền	5
+ Trên đối tượng sử dụng	
5. Tính tẩy rửa	5
6. Khả năng tạo bọt, thấm ướt và lan rộng	5
7. Hiệu quả sử dụng	5
- Định lượng (40%)	
+ Trên sản phẩm	
8. Độ nhớt tương đối	15

9. Độ pH	10
<i>+Trên đối tượng sử dụng</i>	
10. Hiệu quả sử dụng	15
- <i>Tính an toàn cho người sử dụng gây dị ứng cho người sử dụng</i>	10
- <i>Tính an toàn cho môi trường</i>	10
- <i>Tính tiện dụng</i>	5

Kết quả đánh giá ở mỗi chỉ tiêu trên dựa trên thang điểm 5:

++	: rất tốt (5)	-	: kém (2)
+	:tốt (4)	--	: rất kém (1)
0	: thỏa mãn (3)		

4. Quy trình đánh giá một số chỉ tiêu đánh giá

a. Độ nhớt tương đối

- Biểu thị độ sánh, độ đặc của dầu gội. Độ sánh của dầu gội gây cảm giác đậm đặc là một chỉ tiêu mà người tiêu dùng quan tâm, đặc biệt là người tiêu dùng ở khu vực châu á.
- Cách thử 1: Lấy dầu gội đổ qua phễu thủy tinh chân dài, $\varphi = 8\text{cm}$. Dùng ngón trỏ tay trái bịt kín chân phễu, cân lượng dầu chảy ra trong một khoảng thời gian nhất định.

Phân hạng	0	+	++	+	0
Trạng thái	quá lỏng	lỏng	lỏng sánh	Đặc	quá đặc
Độ đặc (phút/100g)	<4	4-6	6-10	1-20	>20

- Cách thử 2: Sử dụng thiết bị đo độ nhớt xác định độ nhớt của sản phẩm thu được đối chiếu với một sản phẩm trên thị trường.

b. Độ pH

- Mẫu dầu gội có tính acid quá hoặc kiềm quá sẽ gây ảnh hưởng xấu đến tóc và da đầu, đặc biệt là pH kiềm sẽ làm da đầu khô, gây tróc da và tạo điều kiện thuận lợi cho sự phát triển của vi sinh vật.
- Cách thử : Đo pH dung dịch 10% dầu gội sản phẩm và một sản phẩm đối chiếu (đang có mặt trên thị trường) trong nước không ion, ghi nhận pH và nhiệt độ đo.

pH	<4	4	4.5	5.5	6.5	7.0	7.5	8.0	8.5
Phân hạng	-	0	+	++	++	+	0	-	