

AIUTANO CONCRETAMENTE IL FORMULATORE A CENTRARE GLI OBIETTIVI DEL MERCATO NELLA COMPOSIZIONE DI EMULSIONI PER LA CURA DELLA PERSONA. IN MODO AFFIDABILE POSSONO PREVEDERE ATTRIBUTI SENSORIALI PORTANDO ALLA FORMULAZIONE DI EMULSIONI REALIZZATE SU MISURA PER UNO SPECIFICO TARGET DI MERCATO



TEST SENSORIALI di nuova generazione

L'estetica e la performance sensoriale di un cosmetico possono influenzare fortemente l'accettazione da parte del consumatore [1]. Se hanno un impatto positivo, profumo, packaging, texture e skin feel diventano chiavi di successo commerciale per l'Industria che oggi chiede costantemente l'unione tra valutazione strumentale di una formulazione e valutazione delle percezioni del consumatore. Per l'Industria è fondamentale creare nuovi prodotti rivolti a specifici gruppi di utenti con esigenze e aspettative ben definite. Solo se le preferenze

del target possono essere indagate e gestite con una progettazione adeguata, l'Industria potrà spendersi per trasformare i risultati delle indagini e delle conoscenze ottenute in prodotti cosmetici innovativi, orientati alla domanda. Uno studio condotto tra Stati Uniti e Ungheria, pubblicato a inizio 2021 sull'*International Journal of Cosmetic Science* [2], incontra l'esigenza dell'industria cosmetica, stabilendo una relazione statistica tra test strumentali e test sensoriali, questi ultimi ottenuti da consumatori non addestrati. Si tratta di uno

studio pionieristico poiché non solo conferma la relazione esistente tra texture, reologia e analisi sensoriale, ma fornisce anche informazioni quantitative sulla forza di tale relazione. Infine, dimostra che alcune caratteristiche sensoriali possono essere previste in modo affidabile mediante misurazioni strumentali e che la caratterizzazione della correlazione tra texture, reologia e analisi sensoriale può contribuire alla formulazione di un prodotto realizzato su misura per soddisfare le esigenze del mercato. Per raggiungere tali conclusioni, i ricercatori hanno selezionato e sottoposto ad analisi strumentali e sensoriali sei emulsioni contenenti emollienti di natura vegetale e altri ingredienti bio-derivati. La scelta delle emulsioni da parte degli autori è determinata dalla figura del consumatore, sempre più consapevole e interessata agli ingredienti della formulazione [3]. Senza dubbio tendenze come “green”, “eco-sostenibile” e “pulito” sono tra le più popolari nel mondo della cosmesi, e la domanda di alternative naturali ad ingredienti sintetici e di origine animale è in costante crescita. Lo studio mette in evidenza come le indagini di mercato di nuova generazione siano principalmente incentrate sul consumatore e sulle sue esigenze.

Studio: obiettivo e fasi

La ricerca pubblicata sull'*International Journal of Cosmetic Science* [2] nasce con l'obiettivo di caratterizzare le emulsioni in base al loro comportamento reologico e alle proprietà della texture per poi correlare le misurazioni strumentali con le caratteristiche sensoriali al fine di fornire al formulatore uno strumento concreto che lo coadiuvi nella composizione di prodotti capaci di soddisfare le aspettative dei consumatori. L'obiettivo secondario è la creazione di un database di parametri dei prodotti che può essere utilizzato per progettare prodotti futuri.

Per condurre lo studio, i ricercatori hanno selezionato sei emulsioni formulate con emulsionanti di origine biologica, tra cui heptyl undecylenate e olio di oliva. Le formulazioni sono state suddivise in tre gruppi diversi, ciascuno con le medesime caratteristiche estetiche e skin feel ma con emollienti diversi. Nel complesso le emulsioni appartenenti al medesimo gruppo erano simili e godevano di caratteristiche sensoriali simili.

Olive oil e *Heptyl undecylenate* sono stati utilizzati come emollienti, mentre tre diverse combinazioni di ingredienti (combinazione 1: *polyglyceryl-10 hexaoleate* e *polyglyceryl-6 polyricinoleate*; combinazione 2: *lauryl PEG-9 polydimethylsiloxylethyl dimethicone*, *polyglyceryl-10-stearate* e *cetyl alcohol*; combinazione 3: *sorbitan stearate* e *sorbityl laurate*), sono state inserite nella formulazione con

la funzione di emulsionante; il *propanediol* è stato aggiunto come umettante e una miscela di *propylene glycol*, *diazolidinyl urea*, *methyl paraben* e *propyl paraben* come conservante. Infine, con la funzione di solvente della fase acquosa, è stata utilizzata acqua deionizzata, con purezza pari a 18 MΩ.cm⁻¹.

Formulazione delle emulsioni

In base alla composizione, le emulsioni sono state suddivise in tre gruppi. Nel primo sono annoverate le emulsioni 1 e 2, miscele olio in acqua (O/W), stabilizzate stericamente; nel secondo, la 3 e la 4, di tipo olio in acqua (O/W), stabilizzate dalla formazione di cristalli liquidi e infine, nel terzo gruppo, la 5 e la 6, di tipo acqua in olio (W/O). In ciascun gruppo,

un'emulsione contiene un emolliente leggero (heptyl undecylenate) e l'altra sia un emolliente leggero che uno pesante (heptyl undecylenate e olive oil). La quantità complessiva della fase emolliente delle emulsioni è stata mantenuta costante, inoltre i ricercatori specificano che gli emulsionanti sono stati utilizzati ai livelli d'uso raccomandati per la stabilità [2].

Nelle miscele caratterizzate da stabilizzazione sterica, le fasi acqua e olio sono state combinate separatamente: dapprima riscaldate a 70°C e soltanto successivamente, quando entrambe hanno raggiunto la stessa temperatura, la fase oleosa è stata aggiunta a quella acquosa mediante

un agitatore ad elica. Ancora calde, le emulsioni sono state omogeneizzate per 10 secondi per poi essere lasciate raffreddare a temperatura ambiente con agitazione continua. L'aggiunta del conservante è avvenuta a temperatura ambiente durante la miscelazione.

Nelle emulsioni a cristalli liquidi invece, la fase acquosa, contenente l'emulsionante, è stata portata a 80°C e solo quando quest'ultimo è risultato completamente sciolto e la fase acquosa ha iniziato ad addensarsi, la fase oleosa è stata aggiunta alla precedente utilizzando l'agitatore ad elica. Le emulsioni sono state lasciate raffreddare a temperatura ambiente sotto agitazione continua. Anche in questo caso il conservante è stato aggiunto a temperatura ambiente durante la miscelazione. Le emulsioni W/O sono state formulate a temperatura ambiente. Entrambe le fasi sono state combinate separatamente e la fase acquosa è stata aggiunta alla fase oleosa molto lentamente utilizzando un agitatore ad elica. Il conservante è stato aggiunto dopo che tutta la fase acquosa è stata emulsionata. L'emulsione completata è stata omogeneizzata il giorno successivo per 10 secondi.

UNO STUDIO
PIONIERISTICO
POICHÉ
CONFERMA
LA RELAZIONE
ESISTENTE
TRA TEXTURE,
REOLOGIA
E ANALISI
SENSORIALE

I RICERCATORI HANNO EVIDENZIATO CHE LA DIFFERENZA DI EMOLLIENTI ED EMULSIONANTI SULLE PROPRIETÀ SENSORIALI È IN CORRELAZIONE CON I RISULTATI DELLO STUDIO SUI CONSUMATORI

Valutazione di viscosità e reologia

Proprietà reologiche e viscosità delle emulsioni sono state valutate mediante un reometro (o viscosimetro) ibrido, Discovery DHR-3 (TA Instruments, New Castle, DE), formato da 2 elementi, un cono e un piatto circolare. Il reometro ha testato campioni di 0,8 mL a una temperatura ambientale di 25°C. Il gradiente della velocità di scorrimento variava da 0,1 a 100 s⁻¹ per le misurazioni di viscosità. La misurazione dello yield stress, ossia la capacità di sospensione di ingredienti in una texture cremosa, è stata realizzata mediante uno stress ramp test. La visco-elasticità dinamica è stata misurata come funzione di frequenza in quella che viene definita *regione viscoelastica lineare* (LVE). Tutti i test sono stati condotti in base ai protocolli standard [4].

Analisi della texture

I parametri di consistenza, scorrevolezza, appiccicosità e adesività sono stati misurati in tutte le emulsioni ad una temperatura di 25°C utilizzando un analizzatore TA.XTPlus (Texture Technologies Corp., Hamilton, MA) associato a un dispositivo di spalmabilità TTC. Ogni campione è stato sottoposto a pressione all'interno dei coni. Al termine delle analisi sono state generate delle curve di spalmabilità.

Determinazione della dimensione delle goccioline

Per determinare la dimensione delle goccioline delle emulsioni, i ricercatori hanno analizzato le immagini ottiche acquisite mediante microscopio AmScope MD35 (AmScope™, Irvine, CA). Le emulsioni sono state opportunamente diluite con acqua deionizzata prima di essere adagiate su vetrino. L'immagine al microscopio è stata osservata con ingrandimenti 10 ×.

Stabilità

Una piccola quantità di ciascuna emulsione è stata trasferita in provette da centrifuga da 1,5 mL. Le provette sono state collocate in armadi di stabilità a temperatura ambiente (pari a 25°C). L'aspetto, l'integrità fisico-chimica e la viscosità di ciascuna emulsione sono stati valutati visivamente ogni mese per 6 mesi.

Valutazione sensoriale

Cinquanta consumatori inesperti hanno espresso la propria valutazione sensoriale sulle sei emulsioni. I ricercatori hanno sottoposto i volontari ad un sondaggio denominato CATA [5], ossia check-all-that-apply, composto da 30 differenti pa-

rametri, classificati in tre gruppi:

- aspetto
- caratteristiche sensoriali (pick-up, rub-out) e skin feel
- afterfeel trascorsi tre minuti dall'applicazione.

I partecipanti hanno apprezzato differenze e somiglianze tra le sei emulsioni in relazione alla composizione e al tipo di emulsione. Inoltre, lo skin feel è risultato fortemente correlato all'emulsionante inserito nella formula e tutti i dati ottenuti, a dimostrazione della validità del sondaggio, sono apparsi simili a quelli indicati da un panel addestrato.

Risultati dello studio

Analisi della texture

Le emulsioni olio in acqua 1 e 2, caratterizzate da stabilizzazione sterica, sono risultate significativamente più consistenti, più difficili da spalmare, più appiccicose e più adesive rispetto a tutte le altre dispersioni. I rispettivi emulsionanti sono di natura cerosa e agiscono pertanto come modificatori reologici. Le emulsioni acqua in olio 5 e 6 sono risultate le meno consistenti, più facili da spalmare, affatto adesive e dotate di una caratteristica appiccicosità determinata dall'emulsionante. Generalmente le emulsioni W/O vengono valutate come untuose (a causa dell'immediato contatto con la fase esterna oleosa) ma nel caso delle dispersioni 5 e 6 sono stati utilizzati due emulsionanti liquidi che non hanno influenzato la viscosità. Infine, le emulsioni olio in acqua 3 e 4, stabilizzate con cristalli liquidi, in termini di texture, si collocano in una posizione intermedia tra gli altri due gruppi.

I ricercatori affermano che l'emolliente oliv oil influenza consistenza, scorrevolezza e appiccicosità. Tutte le emulsioni che lo includono nella propria lista di ingredienti sono risultate, ripetutamente, più consistenti, più difficili da spalmare e più appiccicose. Le differenze tra queste tre proprietà sono statisticamente significative tra le emulsioni 1 e 2 e non statisticamente significative tra le emulsioni 3 e 4 e 5 e 6. L'olio d'oliva è circa quattro volte più viscoso e appiccicoso dell'heptyl undecylenate, stima che potenzialmente contribuisce alla maggiore compattezza delle emulsioni contenenti olio d'oliva. Lo studio dimostra che gli emulsionanti hanno un impatto più importante sulle proprietà della texture rispetto agli emollienti. Confrontando i tre gruppi di emulsioni l'uno con gli altri, consistenza, scorrevolezza e adesività risultano significativamente diversi tra i gruppi. Per quanto riguarda l'appiccicosità, le emulsioni 1 e 2 si differenziano dagli altri due gruppi, mentre le emulsioni 3-6 non mostrano differenze statistiche.

Questi risultati, ossia l'effetto degli emollienti sulle proprietà sensoriali rispetto a quello degli emulsionanti, correlano con i risultati forniti dai consumatori.

Reologia

la fase sperimentale ha dimostrato che tutte e sei le emulsioni hanno un comportamento pseudoplastico, definito anche shear-thinning, ovvero la loro viscosità diminuisce con l'aumentare del gradiente di velocità (shear rate).

Lo shear-thinning si osserva tipicamente in creme per la cura del corpo, crema gel, lozioni, emulsioni e prodotti simili [6]. La viscosità delle tre coppie di campioni ha seguito lo stesso andamento dell'analisi della texture. Le emulsioni 1 e 2 hanno viscosità più elevate rispetto alle emulsioni 3 e 4, e le emulsioni 5 e 6 mostrano nel complesso viscosità inferiori, specialmente inferiori a 10 s^{-1} . Pertanto, nel caso delle sei emulsioni, viscosità e consistenza sono direttamente correlate.

I ricercatori hanno determinato anche lo yield stress delle formulazioni. Le emulsioni 5 e 6 sono caratterizzate dalla viscosità più bassa, scorrono liberamente e non mostravano yield stress. Al contrario, valori più elevati del parametro sono stati osservati per le emulsioni 1 e 2, più viscosi rispetto alle emulsioni 3 e 4. In conclusione, la reologia delle emulsioni e le dimensioni maggiori delle goccioline di olio d'oliva hanno portato a un aumento della viscosità di circa $2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ a 1 s^{-1} per tutte e tre le coppie di emulsioni e cambiamenti simili sono stati quantificati per la stima dello yield stress.

Dimensioni delle goccioline e stabilità delle emulsioni

Tutte le emulsioni impiegate nella ricerca risultano monodisperse, con una dimensione delle goccioline compresa tra 9 e $17 \mu\text{m}$. Le formulazioni 2, 4 e 6, contenenti olio d'oliva nella fase emolliente, sono caratterizzate da goccioline dalle dimensioni significativamente maggiori rispetto ai campioni senza olio d'oliva, sebbene siano stati utilizzati gli stessi passaggi e parametri di formulazione. Tali differenti dimensioni potrebbero essere determinate dalla maggiore viscosità

dell'olio d'oliva rispetto a heptyl undecylenate.

Riguardo la stabilità, non sono stati osservati cambiamenti visibili in nessuna delle formulazioni testate, a temperatura ambiente e nel corso di 6 mesi, periodo in cui la viscosità è rimasta relativamente costante.

Conclusioni

Lo studio ha preso in esame sei emulsioni sottoponendole sia a indagine sensoriale, mediante test CATA, che a valutazione strumentale attraverso un analizzatore di texture e un reometro. I risultati sulla texture e reologici hanno dimostrato che le emulsioni sono diverse, come previsto, ma ha anche messo in evidenza come le analisi strumentali abbiano prodotto risultati analoghi alle scelte dei consumatori.

I ricercatori hanno evidenziato che la differente azione di emollienti ed emulsionanti sulle proprietà sensoriali è in correlazione con i risultati dello studio sui consumatori.

L'analisi sensoriale non può essere sostituita con misurazioni strumentali; tuttavia, alcuni attributi sensoriali possono essere previsti in modo affidabile con l'analisi strumentale. È il caso della misurazione strumentale della consistenza e dello shear stress che possono aiutare i formulatori a prevedere, in modo affidabile, come il proprio target di utenti finali percepirebbe un'emulsione. Aumentando la viscosità dell'emulsione, il formulatore otterrà un prodotto più consistente. Questo dato si correla con il maggior numero di consumatori che nell'ambito del sondaggio CATA selezionano i gruppi di termini "denso/cremoso/compatto"; "oleoso/grasso/pesante". Al contrario diminuisce il numero di termini "magro/lattiginoso", "acquoso/umido" e "leggero". Correlare i termini selezionati più frequentemente nell'indagine CATA con i termini utilizzati nelle misurazioni strumentali, ad esempio consistenza, potrebbe aiutare a capire con quali termini i consumatori hanno maggiore familiarità. Sviluppare un linguaggio a misura del consumatore e comunicare con i termini che quest'ultimo meglio comprende, può aiutare la commerciabilità. ●

BIBLIOGRAFIA

[1] Wortel, V.A.L. and Wiechers, J.W. *Skin sensory performance of individual personal care ingredients and marketed personal care products*. *Food Qual. Prefer.* 11, 121–127 (2000)

[2] Huynh, A., Garcia, A., Young, L., Szoboszlai, M., Liberatore, M. and Baki, G. (2021), *Measurements meet perceptions: rheology–texture–sensory relations when using green, bio-derived emollients in cosmetic emulsions*. *Int. J. Cosmet. Sci.*,

43: 11–19. <https://doi-org.ezproxy.unibo.it/10.1111/ics.12661>

[3] Shahbandeh, M. *Unit sales of the leading lipstick brands in the United States in 2018 (in millions)*. *Statista* (2018).

[4] Macosko, C.W. *Rheology Principles, Measurements, and Applications*. Wiley-VCH, New York 1994.

[5] Dooley, L., Lee, Y-s and Meullenet, J.-F. *The application of check-all-that-apply (CATA) consumer profiling to preference*

mapping of vanilla ice cream and its comparison to classical external preference mapping. *Food Qual. Prefer.* 21, 394–401 (2010).

[6] Ekong, E.A., Melbouci, M., Lusvardi, K. and Erazo-Majewicz, P.E. *Rheological Additives and Stabilizers*. In: *Handbook of Cosmetic Science and Technology* (Barel, A.O., Paye, M. and Maibach, H.I., eds.), pp. 377–388. Marcel Dekker, Inc., New York, NY 2001).