

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4:ΣΤΑΘΕΡΟΤΗΤΑ ΤΩΝ ΓΑΛΑΚΤΩΜΑΤΩΝ

(stability tests)

- i) **Αρχική δοκιμασία** (Preliminary Stability Test) που περιλαμβάνει την εξέταση του γαλακτώματος σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, σε χαμηλή και υψηλή θερμοκρασία καθώς και την **επιταχυνόμενη γήρανση** (Accelerated Stability Test) και
- ii) **Μακράς αποθήκευσης ή διάρκειας δοκιμασία** (Storage Advanced Stability Test ή Long Term Stability Test).

Σε όλες τις παραπάνω δοκιμασίες εξετάζονται οι οργανοληπτικές και οι φυσικοχημικές ιδιότητες του γαλακτώματος.

Χρησιμοποιούνται φυγοκεντρικές και μικροσκοπικές και αναλυτικές μέθοδοι.

Οργανοληπτική εξέταση

- Περιλαμβάνει την εξέταση της υφής του γαλακτώματος, τον τύπο του γαλακτώματος, την απορρόφηση του γαλακτώματος από το δέρμα, την ικανότητα απλώματος (spreadability) κατά την εφαρμογή στο δέρμα, την απόδοση μετά την εφαρμογή (efficiency), το χρώμα και την οσμή.

Μικροσκοπική εξέταση του γαλακτώματος.

- Εξετάζεται σε μικροσκόπιο το μέγεθος και η κατανομή των σταγονιδίων της ελαιώδους και της υδατικής φάσης (η μία μέσα στην άλλη). Συγκεκριμένα, όσο πιο καλά διεσπαρμένη είναι η μια φάση μέσα στην άλλη, τόσο πιο μικρό και ομοιογενές φαίνεται το μέγεθος των διεσπαρμένων σταγονιδίων στο μικροσκόπιο. Συνήθως, χρησιμοποιείται τάξης «10» μέγεθος μεγεθυντικού φακού.

Φυσικοχημική εξέταση του γαλακτώματος.

- Μετρείται η πυκνότητα, το pH (ως έχει, ή σε 10 % W/W διάλυμα) και το ξηρό υπόλειμμα για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε νερό (105°C, 1-2h).
- Ρεολογική ανάλυση Εξετάζονται οι ρεολογικές ιδιότητες σε διάφορες θερμοκρασίες (20°C, 25°C, 42°C). Χρησιμοποιείται ιξωδόμετρο τύπου Brookfield με σταυρωτό άξονα (τύπου Helipath).
- Φυγοκεντρική εξέταση του γαλακτώματος.
- Χρησιμοποιείται απλή φυγόκεντρος, και το δείγμα μεταφέρεται σε διαφανή σωληνάκια (πλαστικά ή καλύτερα υάλινα) και ελέγχεται η ομοιογένεια και ο πιθανός διαχωρισμός της ελαιώδους φάσης (πάνω) από την υδατική φάση (κάτω). Συνήθως φυγοκεντρείται το γαλάκτωμα στις 3500-4000 rpm. Εξετάζεται η ομοιογένεια στα 15, 30, 60 και 120 λεπτά.
- Ανάλυση και ποσοτικός προσδιορισμός των δραστικών και ειδικών παραγόντων μπορεί να χρειασθεί να διενεργηθεί. Αυτά μπορεί να είναι: Προσδιορισμός και σταθερότητα συντηρητικού, αντιοξειδωτικού, αντηλιακού φίλτρου κ.ά.

Αρχική δοκιμασία σταθερότητας

- Ανάλυση των Οργανοληπτικών χαρακτηριστικών του προϊόντος σε **θερμοκρασία δωματίου** ($25^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$). Ομοίως εξετάζονται τα δείγματα στους ($5^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$), μετά από 1 μήνα συνήθως για να ελεγχθεί η συμπεριφορά του γαλακτώματος στις χαμηλές θερμοκρασίες και στους ($50^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$) για ένα μήνα, για να ελεγχθεί στις υψηλές θερμοκρασίες.
- Η κρισιμότερη όμως δοκιμασία είναι αυτή της επιταχυνόμενης γήρανσης, όπου το γαλάκτωμα τοποθετείται σε φούρνο στους $42^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$) για 2-3 μήνες. Με τη δοκιμασία αυτή θεωρείται ότι μπορεί με αξιοπιστία να προβλεφθεί η σταθερότητα που μπορεί να έχει το γαλάκτωμα μετά από 2-3 χρόνια φύλαξης σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Το γαλάκτωμα εξετάζεται οργανοληπτικά, φυσικοχημικά, φυγοκεντρικά και μικροσκοπικά.
- Εξέταση γαλακτώματος μετά από κύκλους ψύξης-απόψυξης και Θέρμανσης «Freeze/Thaw Cycles Tests» Το γαλάκτωμα υποβάλλεται σε διαδοχικές εναλλαγές θερμοκρασίας (χαμηλές και υψηλές), αφού ενδιάμεσα πάρει τη θερμοκρασία του δωματίου. Συνήθως, τοποθετείται σε υάλινα εσφυρισμένα φιαλίδια (για να είναι διαφανή και ανθεκτικά για να μην μπορεί να εισέρχεται αέρας από τα πώματα) και υποβάλλεται στα εξής «θερμικά σοκ»: $5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ για 24h και $42^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ για 24h. Ο πλήρης κύκλος περιλαμβάνει 24h στο ψυγείο και 24h ώρες στο φούρνο, αφού ενδιάμεσα αφηθεί για 8h σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Συνήθως εκτελούνται 6-8 κύκλοι. Μετά το πέρας όλης της σειράς των κύκλων το γαλάκτωμα εξετάζεται οργανοληπτικά, φυσικοχημικά, φυγοκεντρικά και μικροσκοπικά.
- Στο σημείο αυτό θα πρέπει να αναφερθεί και η δοκιμασία αποτελεσματικότητας του συστήματος συντήρησης (Antimicrobial Efficacy Test) ή (Challenge Microbial Test), το οποίο είναι απαραίτητο να γίνεται και κατά την ανάπτυξη νέου προϊόντος καθώς και κατά την ολοκλήρωση κάθε καινούριας παραγωγής του ίδιου προϊόντος. Είναι γνωστό ότι ένα ακατάλληλο σύστημα συντήρησης μπορεί να οδηγήσει σε πλήθος από προβλήματα, όπως αλλοίωση pH, οσμής, υφής και διαχωρισμό (αστάθεια) του γαλακτώματος.

Μακρας αποθήκευσης ή διάρκειας δοκιμασία

- Ανάλυση των Οργανοληπτικών χαρακτηριστικών του προϊόντος σε θερμοκρασία δωματίου ($25^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$), μετά από 1,3,6, 12 24 & 30 μήνες.
- Φυσικοχημική εξέταση του γαλακτώματος (pH, ξηρό υπόλειμμα και πυκνότητα) μετά από τα μακράς διάρκειας τεστ 1,3,6, 12, 24 & 30 μήνες.
- Φυγοκεντρική εξέταση του γαλακτώματος (4000 rpm, 1h), μικροσκοπική εξέταση του δείγματος μετά από τα μακράς διάρκειας τεστ, δηλαδή : 1,3,6, 12, 24 & 30 μήνες.
- Μικροβιολογική ανάλυση. Περιλαμβάνει τον προσδιορισμό του συνολικού αριθμού αερόβιων μικροβίων, ζυμών και μυκήτων (cfu/g) και των παθογόνων μικροοργανισμών (απουσία ανά g), μετά από 1,3,6,12, 24 & 30 μήνες.
- Ανάλυση και ποσοτικός προσδιορισμό των δραστικών και ειδικών παραγόντων. Αυτά μπορεί να είναι: Προσδιορισμός συντηρητικού, αντιοξειδωτικού, αντηλιακού φίλτρου και άλλα, μετά από 1,3,6,12, 24 & 30 μήνες