

Alkoholfreie Lösungen für die Konservierung von Körperpflegeprodukten

K. Winkowski, A. Wingenfeld

Abstract

Bei Konservierungsmitteln handelt es sich um wichtige Inhaltsstoffe in Körperpflegeprodukten, die Verbraucher vor Infektionen schützen da sie den mikrobiellen Verderb des Produkts verhindern. Die Palette der Konservierungsmittel, aus der Formulierer wählen können, nimmt jedoch rapide ab. Unter Nutzung innovativer antimikrobieller Verabreichungssysteme haben wir Konservierungslösungen auf der Grundlage naturidentischer Wirkstoffe entwickelt, die einen hervorragenden antimikrobiellen Schutz bieten und gleichzeitig die Dosierung der Wirkstoffe so niedrig wie möglich halten.

Einleitung

Die mikrobielle Qualität und Sicherheit von Körperpflegeprodukten ist für einen Kosmetikproduzenten von größter Bedeutung, um erfolgreich innovative Lösungen für den Verbraucher bereitzustellen. Aufgrund regulatorischer Einschränkungen und durch den Druck von Nichtregierungsorganisationen auf herkömmliche Konservierungssysteme sind Formulierer jedoch mit einer reduzierten Palette von Konservierungsstoffen konfrontiert.

Die Liste der verfügbaren Konservierungsstoffe wird durch ständig wechselnde globale regulatorischen Richtlinien und Verbrauchieranforderungen beeinflusst, die im Allgemeinen auf Wahrnehmungen basieren, die keine oder nur eine geringe wissenschaftliche Grundlage aufweisen. Phenoxyethanol ist einer dieser Inhaltsstoffe. Während der Wissenschaftliche Ausschuss für Verbrauchersicherheit (SCCS) zu dem Schluss gekommen ist, dass Phenoxyethanol bei einer Verwendung von 1 % in Kosmetika sicher ist und die berechnete Sicherheitsmarge (Margin of Safety, MoS) auch Kinder und Babys umfasst [1], versuchen einige Unternehmen, alternative Konservierungsstrategien zu denen auf der Basis von Phenoxyethanol zu finden.

Ashland reagiert auf die schrumpfende Liste der Konservierungssysteme, indem sie neue Technologien auf der Grundlage innovativer Inhaltsstoffe entwickelt, die den aktuellen Bedarf an Konservierungslösungen decken können.

Ein solcher Ansatz ist die Verwendung von Optiphen™ DLP oder Optiphen™ DP Konservierungsmitteln, die auf naturidentischen Wirkstoffen basieren, und eingebettet sind in optimierte Verabreichungssysteme, die die Wirksamkeit der Wirkstoffe an der Öl-Wasser-Grenzfläche maximieren, wodurch ihre Bioverfügbarkeit verbessert und es den Wirkstoffen dadurch ermöglicht wird, in geringeren Konzentrationen zu wirken. Dies verringert die Exposition an Konservierungsmitteln. Es handelt sich hierbei um neuartige Systeme, die ohne Verwendung von alkoholbasierenden antimikrobiellen Substanzen auskommen und auf hautfreundlichen Inhaltsstoffen basieren.

Produkteigenschaften

Das antimikrobielle Verhalten verschiedener Konservierungslösungen wurde in unterschiedlichen Körperpflegeprodukten bewertet. Die Beschreibung der getesteten Konservierungsalternativen von Ashland ist in **Tab. 1** wiedergegeben.

Konservierungsbelastungstests (auch Provokationstest oder „Challenge-Test“) mit 2 Beimpfungszyklen wurden an verschiedenen Produkten durchgeführt.

Trade name	INCI	Eigenschaften und Vorteile
Optiphen DP preservative	Propylene Carbonate, Benzoic Acid, Dehydroacetic acid (DHA), Propanediol	Optimiertes Delivery System; wirksam bis pH 6.0; global akzeptiert; kosteneffektiv;
Optiphen DLP preservative	Propylene Carbonate, Dehydroacetic acid (DHA)	Niedrige Dosierung Pilzschutz; höhere Dosierung breitbandiger Schutz; kosteneffektiv durch optimiertes Delivery System; wirksam bis pH 6.4; global akzeptiert

Tab. 1 Ashland alkoholfreie Konservierungstechnologien, basierend auf naturidentischen Wirkstoffen.



who hops for
efficacy?

—
conarom™ b
aromatic

Conarom™ b aromatic is an effective solution that meets the growing consumer demand for multifunctional and sustainable ingredients. The aromatic adds a gentle flowery-to-spicy fragrance and delivers broad antimicrobial protection to differentiate and impart additional allure to the end use formulation. It is based on naturally derived hops extract and the nature identical Phenylpropanol.

Visit us at SEPWA booth 102 and SCS Formulate booth 514

ashland.com/preservatives

 ashland.com / efficacy usability allure integrity profitability™

 **Ashland™**
always solving

® Registered trademark, Ashland or its subsidiaries, registered in various countries™ Trademark, Ashland or its subsidiaries, registered in various countries
©2019, Ashland PHC19-083

Das mikrobielle Inokulum bestand aus einer bakteriellen Mischung basierend auf: *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* und *Burkholderia cepacia* sowie einer Hefe und Schimmelpilzmischung mit *Aspergillus brasiliensis* und *Candida albicans*.

Die Produkte wurden zu Beginn der Prüfung (0 Stunden) angeimpft und nach 2, 7, 14 und 21 Tagen der Sterilitätsprüfung unterzogen. Nach 21 Tagen wurden die Formulierungen neu angeimpft und nach 28 und 35 Tagen auf Verkeimung überprüft. Die endgültige Inokulumkonzentration in jeder Probe betrug 10^5 – 10^6 KBE/ml.

Im der ersten Experiment wurde die Wirksamkeit von Optiphen™ DLP Konservierungsmittel (basierend auf Dehydracetsäure (DHA) in einem Delivery-System) mit der Wirksamkeit von DHA-Pulver bzw. mit Sorbinsäure in einer Creme-Emulsion, pH 5,4, verglichen (Tab. 2).

Wie in Abb. 1 dargestellt, wurde in einem Produkt, das das mikrobielle Wachstum unterstützte (unkonservierte Kontrolle), durch Zugabe von 1.500 ppm DHA in einem Verabreichungssystem (2,14 % Optiphen™ DLP) das Wachstum von Bakterien, Hefe und Schimmelpilzen kontrolliert. Anfänglich wurden noch geringe Mengen an Bakterien, Hefe und Schimmelpilzen festgestellt, diese starben nach kurzer Zeit ab, somit konnte ein breitbandiger Schutz erzielt werden. Die Zugabe von 1.500 ppm Sorbinsäure oder 1.500 ppm DHA allein hatten keinerlei Einfluss auf das Bakterienwachstum und bieten somit nur partiellen antimikrobiellen Schutz. Außerdem war die Sorbinsäure nicht so wirksam bei der Kontrolle des Hefe- und Schimmelpilzwachstums. Die Verwendung eines optimierten Verabreichungssystems für DHA (wie bei Optiphen™ DLP) ermöglicht es dem Wirkstoff, die Wasser/Öl-Grenzfläche zu erreichen, an der

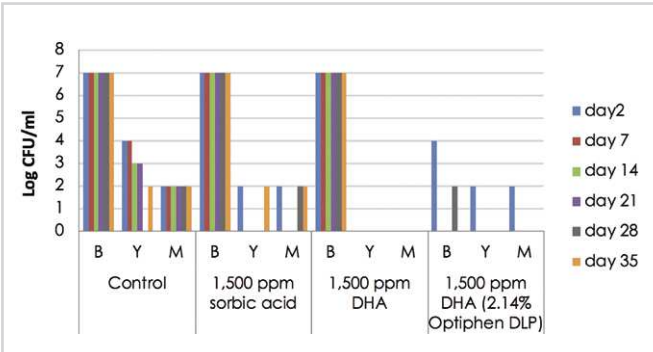


Abb. 1 Belastungstest Creme-Emulsion, pH 5,4.

Mikroorganismen wachsen, wodurch die Bioverfügbarkeit des Wirkstoffs verbessert wird, was durch den Leistungsunterschied ersichtlich ist.

Darüber hinaus können die Verabreichungssysteme die Vergilbung bei der Zugabe zu bestimmten Produkten verringern, wie in Abb. 2 dargestellt. Ein signifikanter Vergilbungseffekt wird beobachtet, wenn das Produkt 4 Wochen bei 50°C im Dunkeln mit 1.500 ppm Sorbinsäure gelagert wird. Eine ge-

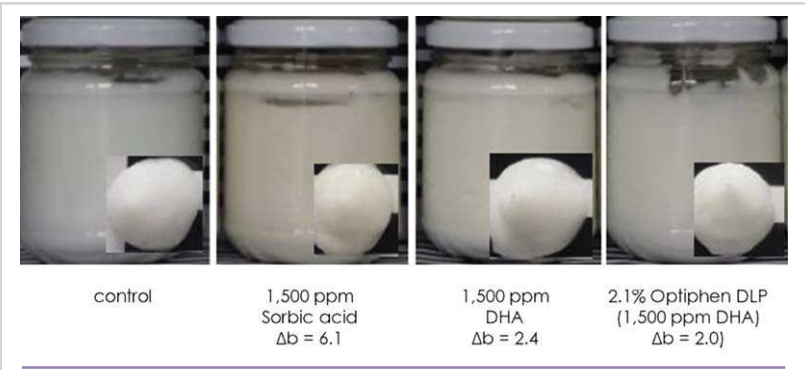


Abb. 2 Farbentwicklung, 4 Wochen bei 50°C.

Phase	Ingredients (Trade Name)	INCI Name	% w/w	Supplier
A	Water	Aqua	Q.S. 100	Local
	Ulthrix 20	Carbomer	0.20	Ashland
B	Ceraphyl 368	Octyl palmitate	5.00	Ashland
	Emulgade 1000 NI	Cetearyl alcohol and cetareth 20	2.00	BASF
	Cerasynt 945	Glyceryl stearate and laureth-23	2.50	Ashland
	Carnation white	Mineral oil	5.00	Local
C	TEA 99 %	Triethanolamine	0.20	Local
	Water	Aqua	0.20	Local
D	Solugel 5000	Hydrolyzed gelatin	0.50	PB Leiner
	Water	Aqua	5.00	Local

Verfahren:
 1. Ulthrix 20 in Wasser unter Rühren zugeben, gut mischen und auf 75°C erhitzen. 45 Minuten halten.
 2. Phase B erwärmen und bei 75°C im Hauptbehälter 10 bis 15 Minuten lang mischen, bis sie homogen ist. Zu Phase A hinzufügen.
 3. Die Mischung auf 45–50°C abkühlen lassen und dann Phase C zugeben.
 4. Die Mischung auf 35°C abkühlen lassen, mischen und Phase D zugeben.

Typische Eigenschaften:
 pH – 5,4; Aussehen: weiß; Viskosität - 39.000 cps

Tab. 2 Creme-Emulsion (Formel Nr. NE1C-S).

Phase	Ingredients (Trade Name)	INCI Name	% w/w	Supplier
A	Deionized Water	Aqua	a.d. 100 %	Local
	Dissolvine® Na	Disodium EDTA	0.15	AkzoNobel
	N-Hance™ 4572 conditioning polymer	Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride (and) Acrylamidopropyltrimonium Chloride/ Acrylamide Copolymer	0.15	Ashland
B	Glycerin GG	Glycerin	3.00	Local
	Benece™ E10M Rheology modifier	Hydroxypropyl Methylcellulose	0.30	Ashland
	Trimiron® MP 10001	Mica (and) Titanium Dioxide	0.10	Merk
C	Iselux® LQ-CLR-SB	Sodium Lauroyl Methyl Isethionate (30 %)	19.00	Innospec
	Lumoral® K5019	Disodium Laureth Sulfosuccinate (and) Sodium Lauryl Sulfoacetate (30 %)	8.30	Zschimmer & Schwarz
	Betadet® HR	Cocamidopropyl Betaine (30 %)	6.70	Kao
	Perfume	Parfum	0.30	
	preservative		a.n.	Ashland
D	Deionized water	Aqua	3.00	
	SurfaThix™ N	Acrylates Copolymer	3.00	Ashland
E	Sodium Hydroxide (33 %)	Sodium Hydroxide	0.30	Local
	Sodium Chloride	Sodium Chloride	0.50	Local
Total			100.00	

Verfahren:

1. Phase A: Lösen Sie den N-Hance 4572 unter gutem Rühren in Wasser auf.
2. Phase B: Dispergieren Sie das Benece E10M und das Trimiron MP1001 in Glycerin und geben Sie es der Phase A zu. Gut umrühren, bis alles vollständig hydratisiert ist (30 min.).
3. Phase C: Fügen Sie die Tenside und Inhaltsstoffe der Reihenfolge nach unter stetigem Rühren hinzu.
4. Phase D: Das Acrylat-Copolymer im Wasser vormischen und zur Charge hinzufügen.
5. Phase E: Fügen Sie die Inhaltsstoffe hinzu, um den gewünschten pH-Wert und die gewünschte Viskosität zu erreichen.

Typische Eigenschaften:

pH – 6,1; Aussehen: Flüssigkeit mit Perlglanz; Viskosität - 6.000 - 8.000 mPas

Tab.3 Sulfatfreies, tensidarmes Shampoo mit Perlglanz (#Z-327-23).

wisse Vergilbung war auch bei 1.500 ppm DHA zu beobachten. In Gegenwart von Optiphen™ DLP (1.500 ppm DHA) wurde keine signifikante Vergilbung beobachtet. In einer weiteren Reihe von Experimenten wurde die Wirksamkeit des Optiphen™ DLP-Konservierungsmittels mit der Wirksamkeit von DHA-Pulver oder Sorbinsäure in einer Shampoo-Formulierung mit Perlglanz bei pH 6,1 verglichen (Tab. 3). Abb. 3 zeigt die Ergebnisse der Keimbelastungstests in einer Shampoo-Formulierung mit Perlglanz. Optiphen™ DLP bietet einen besseren Schutz als die anderen beiden Konservierungssysteme bei gleichen ppm-Werten der organischen Säuren. Dabei können 1.500 ppm Sorbinsäure, das Bakterien- und

Pilzwachstum nicht kontrollieren. Das Optiphen™ DLP wies bei gleicher Dosierung des Wirkstoffes für alle getesteten Mikroben eine schnellere Abtötungsrate als DHA-Pulver auf. Abb. 4 zeigt die Farbentwicklung bei 40°C nach 4 Wochen (Proben im Dunkeln aufbewahrt). Während alle mit Konservierungsmitteln behandelten Produkte eine gewisse Vergilbung aufwiesen, vergilbte das Perlglanz-Shampoo mit dem Optiphen™ DLP deutlich weniger als die anderen beiden behandelten Proben. In einer weiteren Reihe von Experimenten auf Basis einer milden, klaren, Pflegeshampoo-Formulierung, pH 5,5 (Tab. 4), wurde die Wirksamkeit von Optiphen™ DP mit der von reiner Dehydracetsäure bei gleicher Konzentration verglichen.

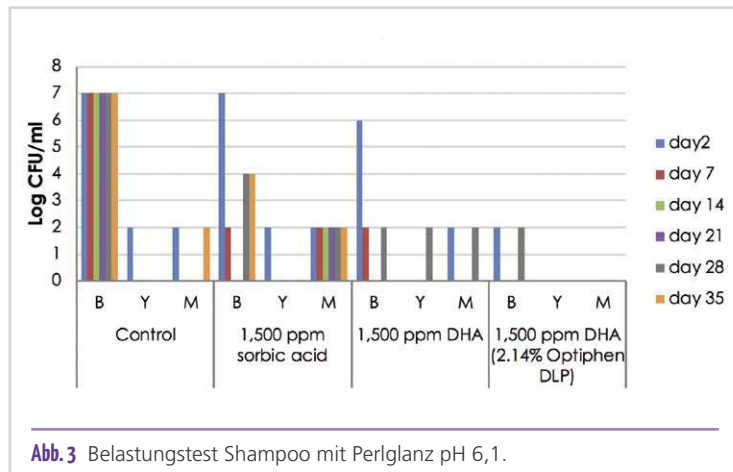


Abb.3 Belastungstest Shampoo mit Perlglanz pH 6,1.



Abb.4 Farbentwicklung, 4 Wochen bei 40°C.

Schlussfolgerungen

Die Verwendung von Konservierungsmitteln eingebettet in optimierte Verarbeitungs-systeme ist eine leistungsfähige Technologie zur Entwicklung innovativer Kosmetika, die sich durch hervorragende mikrobieller Qualität und Sicherheit auszeichnen. Zum Schutz der Produkte vor mikrobiellem Verderb sind niedrigere Konzentrationen der Wirkstoffe erforderlich und somit wird ein nachhaltigerer Konservierungsansatz für Produkte ermöglicht. Ashlands innovative Technolo-

gien Optiphen™ DLP und Optiphen™ DP Konservierungsmittel, basierend auf naturidentischen Wirkstoffen, stellen leistungsfähige alternative Konservierungssysteme dar.

Referenzen

[1] Lilienblum, W. (2016): Opinion of the Scientific Committee on Consumer Safety (SCCS) – Final version of the opinion on Phenoxyethanol in cosmetic products. Regulatory Toxicology and Pharmacology. 82:156. <https://doi.org/10.1016/j.yrtph.2016.11.007>.

Ingredients	INCI name	% w/w	Supplier
De-ionized Water	Water	75.41	
Tego Betain F50	Cocoamidopropyl Betaine	6.50	Evonik
SLES (70 %)	Sodium Laureth Sulphate	13.00	Kao
Ceraphyl 41	C12-15 Alkyl Lactate	1.00	Ashland
Citric acid (25 % aq.)	Citric acid	0.50	
Sodium Chloride (25 % aq.)	Sodium Chloride	4.00	

Verfahren:

Alle Inhaltsstoffe nacheinander einmischen und umrühren, bis sie vollständig gelöst sind.

Typische Eigenschaften:

pH – 5,5; Aussehen: klar.

Tab. 4 Mildes, klares Pflegeshampoo (#MM LB 4/52).

Wie in Abb. 5 dargestellt, hemmte die Zugabe von 800 ppm DHA allein nicht das Bakterienwachstum und Schimmelpilze zeigten in diesem Produkt ein Wiederanwachsen. Die Zugabe von 800 ppm DHA als Optiphen™ DP bot vollen Schutz, da sich sogar beim zweimaligen Belastungstest keine Mikroorganismen nachweisen lassen. Optiphen™ DLP zeigte bessere Wirkung als DHA-Pulver, es ermöglichte auch bei 2 Impfyklen vollen Pilzschutz.

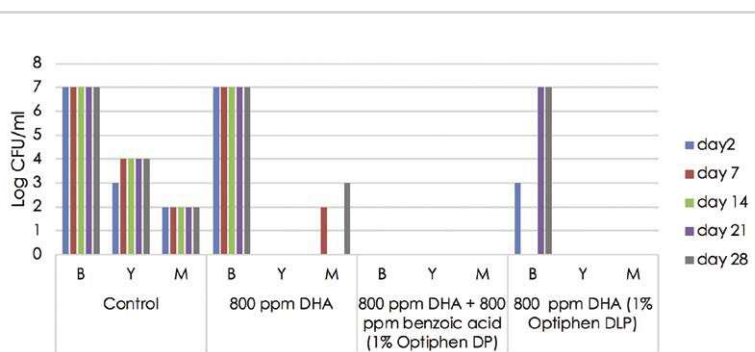


Abb. 5 Belastungstest einfaches Shampoo pH 5.5.

Kontakt

Karen Winkowski

Ashland LLC

1005 US Highway 202/206 | Bridgewater, NJ 08807 | USA

<http://ashland.com/preservativesapp>

Andrea Wingenfeld

Ashland Industries Deutschland GmbH

Paul-Thomas-Str. 56 | 40599 Düsseldorf | Deutschland

ABOUT NATURE

Many companies in the perfume world appear to be virtually identical. But subtle differences exist. At Düllberg Konzentra, it's the technologies that enable us to create products of exceptional purity and quality. It's the creativity that goes into creating new fragrances. It's the expertise and passion with which our employees ensure our customer's success.

Düllberg Konzentra.
The subtle difference in perfumery.

