

Ćwiczenie S2
OPRACOWANIE FORMULACJI HIGIENICZNEJ TYPU BEZWODNY LOTION.
Katedra Inżynierii i Technologii Procesów Chemicznych
Politechnika Wroclawska

Część teoretyczna

Lotion można zdefiniować jako przezroczysty płynny wyrób kosmetyczny, który jest aplikowany na skórę w celu jej oczyszczenia oraz utrzymania w zdrowej kondycji. Lotion oczyszczając skórę umożliwia również utrzymanie odpowiedniego poziomu nawilżenia. Przez wiele lat, pojęcie lotionu było stosowane tylko dla transparentnych cieczy, w których substancje nierozpuszczalne w wodzie są solubilizowane w celu wytworzenia stabilnych roztworów, w oparciu o podstawy termodynamiki takich procesów. Istnieje jednak wiele formułacji kosmetycznych, które nie wpisują się w podstawowe założenia. Przykładem mogą być transparentne i pół-transparentne lotiony wytworzone na bazie mikroemulsji oraz nanocząstek lipidowych. Innym przykładem mogą być również nieprzezroczyste lotiony oparte o emulsje typu olej w wodzie (O/W) zawierające w swoim składzie tylko kilka procent oleju, gdzie gęstości właściwe fazy wodnej i olejowej zostały dopasowane w taki sposób, że nie obserwuje się śmietankowania lub sedymentacji (jedne z rodzajów rozwarstwiania emulsji) dla roztworów o tak niskiej lepkości. Na rynku są dostępne również przezroczyste ciekłe lotiony o wysokiej lepkości zawierające rozpuszczalne w wodzie polimery.

Lotiony są głównie stosowane, w momencie gdy skóra została już potraktowana kosmetykami oczyszczającymi. Mają za zadanie zapewnić odpowiednie nawilżenie skóry oraz dostarczyć właściwą ilość substancji zatrzymujących wilgoć. Aby zapewnić konsumentowi najlepsze odczucia przy stosowaniu, wraz z odpowiednim efektem nawilżenia, używa się różne rodzaje oraz ilości nawilżaczy jak i alkoholi oraz olejów, dopasowując formułację do typu oraz stanu skóry – co jest mocno powiązane z wiekiem konsumenta, warunkami środowiskowymi w jakich żyje oraz nawykami i preferencjami kosmetycznymi. Różne **rodzaje lotionów** zostały zestawione w **Tabeli nr 1**.

Tabela nr 1. Przykłady różnych lotionów oraz ich zastosowanie.

Rodzaj lotionu	Zastosowanie lotionu
Lotion zmiękczający	Dostarcza substancji nawilżających warstwie rogowej naskórka, czyniąc skórę miękką oraz zapewnia uczucie gładkości i nawilżenia.
Lotion o działaniu ściągającym na skórę	Ma działanie ściągające, jak i również poprawiające nawilżenie warstwy rogowej naskórka. Nadaje wrażenia lekkości skórze, oraz chroni makijaż przed zepsuciem.
Lotion oczyszczający skórę	Stosowany głównie do demakijażu lekkiego make-upu lub jako środek oczyszczający skórę. Zawiera dużą ilość surfaktantów oraz alkoholi w formułacji, zapewniających wzmocnienie efektu oczyszczającego skórę.
Lotion wielowarstwowy	Lotion zawierający w swoim składzie 2 i więcej warstw. Większość posiada dwie warstwy, tj. olej i woda lub woda i proszek. W porównaniu do innych lotionów, należy je wstrząsnąć przed użyciem, aby uniknąć powstania „mlecznej” emulsji lub wytrącenia proszku.

Największą przewagą mikroemulsji nad przezroczystymi solubilizowanymi układami jest możliwość wbudowania w strukturę znacznie większej ilości emolientu (substancji

zmiękczej, będącej składnikiem olejowym), co umożliwi w znacznym stopniu zmniejszyć lepkość użytych w formułacji surfaktantów i nawilżaczy. Kolejną zaletą mikroemulsji jest wyraźna różnica pod względem wizualnym gotowej formułacji.

W trakcie opracowywania formułacji dla lotionów, należy zwrócić szczególną uwagę na dopasowanie wartości parametru równowagi hydrofilowo-lipofilowej (ang. hydrophilic-lipophilic balance, HLB) stosowanych surfaktantów. Środek emulgujący o wartości HLB wyższej niż 8 sprzyja tworzeniu emulsji typu o/w, natomiast, do wytwarzania emulsji typu w/o stosuje się środki emulgujące o wartości HLB niższej niż 8. Należy również wziąć pod uwagę wpływ struktury emolientu na formułację. Uogólniając, znacznie łatwiej jest wprowadzić odpowiednie modyfikacje składu formułacji lotionu, bazując na wysoko polarnych substancjach zmiękczej.

Podstawową funkcją lotionu, co zostało opisane powyżej, jest dostarczenie odpowiedniej ilości substancji nawilżających do warstwy rogowej naskórka. Pozostałe składniki, które są dodawane do formułacji lotionu, mają zapewnić efekt zmiękczenia, odpowiedniego napięcia oraz oczyszczenia skóry, w zależności od typu kosmetyku. Tabela nr 2 przedstawia składniki typowe dla lotionów kosmetycznych.

Tabela nr 2. Typowe składniki lotionów.

Składniki	Podstawowe zastosowanie	Standardowe surowce	Dodawana ilość
Oczyszczona woda	Zapewnia wilgoć warstwie rogowej naskórka; Umożliwia rozpuszczenie składników	woda dejonizowana	30 ~ 95%
Alkohol / terpen	Zapewnia poczucie lekkości i chłodu; Działanie bakteriostatyczne; Rozpuszczenie składników	etanol, izopropanol, limonen	~ 40%
Nawilżacz	Utrzymuje nawilżenie warstwy rogowej; Zapewnia przyjemne uczucie na skórze, w trakcie stosowania; Rozpuszczanie składników	gliceryna, glikol propylenowy, glikol 1,3-butylenowy, glikol polietylenowy (300, 400, 1500, 5000), oraz inne alkohole polihydroksylowe, kwas hialuronowy, polisacharydy, kwas piroglutaminowy oraz inne pochodne aminokwasów	~ 20%
Czynnik zmiękczej (emolient)	Efekt zmiękczej skórę; Efekt utrzymania wilgoci; Zapewnia przyjemne uczucie na skórze;	estry olei, oleje roślinne (oliwa z oliwek, olejek jojoba, itp.)	wedle potrzeby
Środek solubilizujący	rozpuszczenie składników formułacji	surfaktanty o odpowiednim poziomie HLB, np. polioksyetylenowane alkohole tłuszczowe	~ 1%
Bufor	Reguluje wartość pH formułacji (utrzymanie równowagi pH skóry)	kwas cytrynowy, kwas mlekowy, aminokwasy, cytrynian sodu, EDTA, zasady	wedle potrzeby
Zagęszczacz	Zapewnia efekt nawilżenia; Zapewnia przyjemne uczucie na skórze;	alginiany, pochodne celulozy, guma z nasion pigwy, pektyny, Pullulan, guma ksantanowa, krzemian magnezowo-glinowy, kwas poliakrylowy i jego	~ 2%

		poходne, krzemian sodowo-magnezowy	
Substancja zapachowa	Nadaje przyjemnego zapachu formułacji	geraniol, linalol, itp.	wedle potrzeby
Konserwant	Zapobiega skażeniu formułacji mikroorganizmami	metyloparaben, 2-fenoksyetanol, itp.	wedle potrzeby
Barwnik	Nadaje barwy formułacji	dozwolone kolory i barwniki dla formułacji kosmetycznych	bardzo mała ilość
Środek zapobiegający blaknięciu	Zapobiega blaknięciu i odbarwieniu formułacji	związki kompleksujące jony metali, absorbenty UV	
Składniki farmaceutyczne (w konkretnych przypadkach): - Środki ściągające - Środki bakteriobójcze - Środki odmładzające - Środki przeciwzapalne - Środki wybielające	- Odpowiednie napięcie skóry - Dezynfekcja skóry - Efekt odmładzający skórę - Zapobiega stanom zapalnym - Hamuje tworzenie melaniny	sulfofenol cynku, sulfofenol sodu, sole chlorku benzalkoniowego, fotouczulacze, pochodne witamin/ aminokwasów, ekstrakty roślinne i pochodzenia zwierzęcego, pochodne glicyryzyny, alantoina, arbutyna, kwas kojowy,	Wedle potrzeby

Lotiony standardowo wytwarza się w temperaturze pokojowej. W przypadku gdy nie zawierają zbyt dużo alkoholu lub konserwantu, ponadto nie podgrzewa się mieszaniny, należy podjąć szczególne kroki aby uniknąć zanieczyszczenia formułacji mikroorganizmami. W pierwszym kroku substancje zmiękczające skórę, konserwanty, substancje zapachowe, składniki farmaceutyczne (jeżeli są przewidziane) oraz pozostałe składniki rozpuszczalne w alkoholach lub tłuszczach miesza się razem z solubilizatorami (surfaktantami) tworząc fazę olejową. Kolejno dodaje się nawilżacze do wody dejonizowanej, następnie uzupełnia o substancje buforujące, zagęszczacze, zapobiegające odbarwieniu formułacji oraz wszystkie inne, które rozpuszczają się w wodzie, tworząc fazę wodną. Następnie obie fazy miesza się ze sobą, gdzie solubilizacja (emulgacja) zachodzi w temperaturze pokojowej. W przypadku emulsji O/W, fazę olejową dodaje się do fazy wodnej, i poddaje intensywnej homogenizacji. Na rynku dostępnych jest wiele formułacji nie-alkoholowych oraz tzw. lotionów półprzezroczystych uzyskanych na drodze technik mikroemulsyjnych.

Zgodnie z wymogami Unii Europejskiej, produkcja kosmetyków powinna być prowadzona zgodnie z wymaganiami Dobrej Praktyki Produkcyjnej (GMP, ang. Good Manufacturing Practice). Oznacza to wykorzystanie w procesie produkcyjnym odpowiednich pomieszczeń, właściwie przeszkolonego personelu, zapewnienia systemu jakości, podejmowanie działań naprawczych i ulepszających, jak i zapewnienie nadzoru nad produkcją. Zasady GMP zapewniają odpowiednie bezpieczeństwo i jakość wyrobów kosmetycznych. Natomiast cechy jakościowe produkowanych kosmetyków powinny przede wszystkim spełniać oczekiwania konsumentów w zakresie skutecznej pielęgnacji, ochrony, poprawy wyglądu i samopoczucia. Jakość użytych surowców i gotowego wyrobu, mimo stosowania się do wszystkich ustawowych przepisów, może być jednak różna. Dlatego istnieją podstawowe parametry produktu, na które producent musi zwrócić uwagę już na etapie wdrożenia, a które mają wpływ na jego ostateczną jakość:

- odpowiedni dobór surowców (profil toksykologiczny),
- zabezpieczenie stabilności formuacji (trwałość mikrobiologiczna oraz okres trwałości, tzw. ang. shelf life),
- pierwsze sprawdzenie przydatności przy wstępnym opracowaniu formuacji,
- testy bezpieczeństwa produktu (potwierdzenie tolerancji skórnych),
- ocena działania kosmetyków na skórę.

Na wartość zdrowotną składają się przede wszystkim właściwości użytkowe wyrobów kosmetycznych oraz ich bezpieczeństwo stosowania. Podstawą stosowaną w tym przypadku jest Ustawa z dnia 4 października 2018 r. o produktach kosmetycznych. Ustawa określa przede wszystkim wymagania dotyczące składu, oznakowania produktów kosmetycznych oraz warunków związanych z obrotem, w zakresie zapewniającym niezbędne bezpieczeństwo dla środowiska i zdrowia ludzi. Istotnym elementem regulującym bezpieczeństwo kosmetyków są negatywne i pozytywne listy składników oraz System Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, o których jest mowa we wspomnianej Ustawie.

Atrakcyjność sensoryczna kosmetyku to przede wszystkim wygląd zewnętrzny opakowania oraz zapach i barwa. W trakcie oceny organoleptycznej zwraca się uwagę na szereg własności wyrobu, które z punktu widzenia konsumenta są bardzo istotne. W przypadku kosmetyków do pielęgnacji skóry, w tym różnego typu emulsji kosmetycznych wymienia się szereg parametrów, m. in.:

- konsystencja (w tym lepkość i gęstość),
- odpowiednie pH (zależne od typu skóry)
- wygładzanie,
- natłuszczanie,
- tłustość,
- kleistość,
- gładkość,
- jednolitość,
- tekstura,
- rozprowadzanie,
- wchłanianie
- przyczepność.

Celem producentów kosmetyków powinno być oferowanie konsumentom wyrobów nie tylko bezpiecznych i skutecznych, z zachowaniem wysokiej jakości, ale również:

- nowoczesnych,
- zawierających najnowszej generacji składniki formuacji,
- spełniających potrzeby i oczekiwania konsumentów, w tym również przyszłe,
- atrakcyjnych cenowo.

Ćwiczenie S2

OPRACOWANIE FORMULACJI HIGIENICZNEJ TYPU BEZWODNY LOTION

Aparatura i szkło

- Zlewki (2x25 mL, 2 x 50 mL; 1 x 150 mL)
- Homogenizator
- Wiskozymetr Höpplera
- pH metr
- Cylinder miarowy o poj. 25 mL

Odczynniki

Składniki	% wagowy	
	Receptura 1	Receptura 2
Woda dejonizowana	68,20	68,20
d-Limonen*	25,00	25,00
Pemulen [®] TR-1	0,00	0,20
Pemulen [®] TR-2	0,20	0,00
Glikol propylenowy	2,00	2,00
Gliceryna	3,00	3,00
Oksyetylenowany (7 OE) liniowy alkohol C ₁₂₋₁₅	0,10	0,10
Konserwant – diazolidinylo mocznik	1,00	1,00
Wodorotlenek sodu (18%)	0,30	0,30
RAZEM	100,00	100,00

*UWAGA: d-Limonen może wywoływać odczyny alergiczne na skórze osób uczulonych.

Wytwarzanie formulacji

1. Obliczyć i odmierzyć ilości poszczególnych składników, potrzebne do sporządzenia zadanej przez prowadzącego ilości formulacji wg receptury 1 lub 2.
2. Wymieszać d-Limonen z oksyetylenowanym (7 OE) liniowym alkoholem C₁₂₋₁₅, a następnie w otrzymanym roztworze zdyspergować i zhomogenizować (5 min) Pemulen[®] - roztwór A
3. Oddzielnie przygotować roztwór glikolu propylenowego, gliceryny i konserwantu w wodzie, a następnie zubożnić zadaną ilością 18 % wodnego roztworu – roztwór B
4. Zmieszać i zhomogenizować (5 min) roztwory A i B – mieszanina powinna zgęsnieć.

Badanie właściwości fizycznych formulacji

1. Ocena organoleptyczna – określenie transparentności otrzymanej formulacji
 - Umieścić niewielką ilość (około 3-4 cm³) formulacji w próbówce.
 - Ocenic wygląd próbki formulacji przy pomocy nieuzbrojonego oka. Sprawdzić: klarowność, jednorodność, obecność zanieczyszczeń oraz konsystencję.
2. Pomiar pH przy użyciu pH-metru
 - Przygotować w zlewkach 25 mL dwie próbki (po około 5 cm³) formulacji.
 - Zanurzyć elektrodę w pierwszej porcji badanej formulacji i ostrożnie zamieszać.
 - Wynik odczytać po ustabilizowaniu się wskazania pH-metru.
 - Powtórzyć pomiar dla drugiej próbki.
 - Za wynik przyjąć średnią z otrzymanych wyników.
3. Pomiar gęstości

TECHNOLOGIE MATERIAŁÓW ZAAWANSOWANYCH
Laboratorium Technologiczne

- Zważyć cylinder miarowy o poj. 25 mL i wytarować wagę.
- Umieścić porcję około 10 – 15 mL formułacji w cylindrze miarowym o poj. 25 mL i dokładnie zanotować objętość, zajmowaną przez formułację.
- Zważyć porcję formułacji na wytarowanej wadze.
- Obliczyć gęstość formłacji.

Instrukcję sporządził: dr inż. Łukasz Lamch, K-24/W-3
Współpraca: dr inż. Sebastian Balicki, K-24/W-3