

Recommended by Doctor of Pharmacy, professor O.G.Bashura

UDC 665.585.56:615.014.22

DETERMINATION OF THE SHELF-LIFE AND STORAGE CONDITIONS FOR AN ANTIMICROBIAL FOAM CLEANSER

I.I.Baranova, O.V.Zhuk, Yu.V.Kovtun

National University of Pharmacy

Key words: foam cleanser; stability; microbiological purity; shelf-life; storage conditions

The stability of the antimicrobial foam cleanser for children developed in a polyethylene terephthalate container has been experimentally proven according to the following criteria: appearance, colour, odour, foam number, foam stability, pH value, the mass fraction of chlorides, microbiological purity, the mass content in the container. For a more objective and thorough analysis of behaviour of the product developed during its shelf-life, as well as for comparative estimation of the quality of its laboratory and pilot scale batches kinematic viscosity has been additionally evaluated. When developing a foam cleanser the methods for determining parameters and their characteristics (limit values) are used; they are regulated by the following normative documents – general specifications “Cosmetics for skin and hair cleaning”, specifications “Cosmetics for skin care and skin cleansers” and the research of microbiological contamination of the foam cleaning product developed. The requirements for microbiological safety of the foam cleanser gel with the complex antibacterial action have been determined according to the State Sanitary Regulations and Standards and specifications “Cosmetics for skin cleaning” developed by the scientists of NUPh. The modern formulation developed has been approved in the regional SES in Odessa and the hygienic conclusion for a new foam cleaning product for skin and hair cleaning for children has been received. The data obtained allow to set an optimum shelf-life of the product and it is 2 years at room temperature. Currently, the antimicrobial foam cleanser for children developed is produced by the pharmaceutical research centre “Beauty alliance”, Kyiv.

With the help of the complex research the composition and technology of a foam cleanser for children on the basis of modern surfactants have been developed. Shelf-life is an important indicator of the quality of any product. When developing the composition of a new product the shelf-life is determined experimentally by assessing the indicators specified in the corresponding normative documents (SPhU – the State Pharmacopeia of Ukraine, DSTU – National Standards of Ukraine, TC – technical conditions, SOU – Standard of Ukrainian Companies), namely consumer, physical and chemical, microbiological and other indicators [2, 4, 12-15].

For more objective and thorough analysis of the behaviour of the product developed within the expiration date, as well as for comparative assessment of the quality of its laboratory and experimental industrial batches some indicators are additionally estimated, for example, the kinematic viscosity [3, 14]. In Ukraine when developing parapharmaceutical products the methods of determination of indicators and their characteristics (limit values) are used; they are regulated by the following normative documents: general technical conditions DSTU 4315:2004 “Cosmetics for skin and hair cleaning”, TC .U 24.5-31240335-002:2007 “Cosmetics for skin care and skin cleansers” or technical conditions developed directly by the manufacturer.

Experimental Part

As objects of research the samples of a foam cleanser gel with the complex antibacterial properties were used.

To determine the expiration date the gels were laid for storage in polyethylene theraphthalate vials (TC.U

25.2-19046619-012:2007) with the content of 250 ml with a dosing device (TC.U 25363020-01-98) at the temperatures of (8-15)°C and (15-25)°C. The study of stability of the foam cleanser gel was performed on five batches of each product.

The aim of this work was to generalize the results of organoleptic, physical and chemical properties and microbiological purity of the product developed such as appearance, organoleptic characteristics (colour, odour), determination of the pH value, the mass fraction of chlorides, the foam-forming ability (the foam number, foam stability), the average weight of content of the pack and its tightness [1, 2, 4, 6]. The mass fraction of chlorides was determined by the method of GOST 26878 [6]. For quality evaluation of modern foam cleansers these indicators were included in TC U 24.5-31640335-002:2007 “Cosmetics for skin care and skin cleansers” developed by the pharmaceutical research centre “Beauty alliance”, Kyiv approved in the regional SES in Odessa (the hygienic conclusion of the state sanitary-hygienic expertise No. 05.03.02-07/120201 from 06.12.2012 was received) and the State enterprise “Odessa Regional Centre for Standardization, Metrology and Certification”. The rheological properties of the foam cleanser gel were additionally determined using the method described in GOST 33-82 “Oil products. Methods of determination of the kinematic viscosity and calculation of the dynamic viscosity” [3].

Results and Discussion

Stability of one batch of the foam cleanser gels developed was evaluated immediately after preparation

Table 1

The physical and chemical properties of the foam cleanser gel under research

Indicator	Characteristics and standards	Methods of control
Appearance	homogenous gel-like mass	DSTU 5009
Colour	corresponds to the colour of the raw material used	DSTU 5009
Odour	corresponds to odour of the fragrances used	DSTU 5009
pH	3.5-7.0	GOST 29188.2
Foaming capacity not less than: – foam number, mm – foam stability, standard units	75.0 0.85	GOST 22567.1
mass fraction of chlorides,%, not more than	5.5	GOST 26878
Kinematic viscosity not less than mm ² /s	8000.0	GOST 33-82
Container content, g	260±12.0	GOST 1770

and every 6 months for 2.5 years of storage by the indicators presented in Tab. 1 (according to TC.U 24.5-31640335-002:2007).

As it is seen from Tab. 2, the experimental samples did not change the parameters under research according to the indicators studied for 2 years and 3 months at two temperature modes (in a cold place and at room temperature). The results of the study of stability of other four batches tested of each product developed were identical.

Appearance was assessed visually. Gel is a homogeneous jelly-like mass without any foreign impurities; there was precipitation or delamination within 15 months. Colour and odour corresponded to the standard. It has been experimentally proven that the pH value (10% solution) was stable for all batches of samples of foam cleanser gels. Its value was within the required range of 5.3-5.6, over the estimated period of storage (2 years). All samples of foam cleanser gels were stable.

The research conducted has shown that the foam number remains within 60.0-75.0, the foam stability is 0.85, the kinematic viscosity is not above 8000 mm²/sec.

It has been proven that the mass fraction of chlorides is also in the range of 2.9-3.1 within 2 years according to the specifications.

Thus, according to the physical and chemical indicators studied (Tab. 1) the product developed meets the requirements of TC U 24.5-31640335-002:2007.

The mass content of the foam cleanser product in a container was observed during the whole period of storage. It has been noted that all the samples had stable values, neither dried out nor delaminated.

It is known that the microbiological control is one of the most important indicators of quality when studying foam cleaning products. They must have a high microbiological purity in a humid environment (bathroom) for a specified expiration date. The main source of mic-

Table 2

The physical and chemical properties of the foam cleanser gel under research

The samples stored at room temperature									
shelf-life, months	appearance	colour	odour	pH 10% solution	foaming capacity not less than:		mass fraction of chlorides, %	kinematic viscosity not less than mm ² /s	container content, g
					foam number, mm	foam stability, standard units			
start	homogenous gel-like mass	corresponds to the colour of the raw material used	corresponds to odour of the fragrances used	5.5±0.1	77.0±10.0	0.85	1.8±0.2	2.20	260±1.5
3	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	77.0±10.0	0.85	1.7±0.2	2.20	260±1.5
6	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	78.0±10.0	0.85	1.7±0.2	2.20	260±1.5
9	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	77.0±10.0	0.87	1.7±0.2	2.20	260±1.5
12	-/-	-/-	-/-	5.7±0.1	78.0±10.0	0.86	1.7±0.2	2.20	260±1.5
15	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	78.0±10.0	0.85	1.9±0.1	2.20	260±1.5
18	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	77.0±10.0	0.85	1.8±0.2	2.20	260±1.5
21	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	78.0±10.0	0.85	1.8±0.2	2.20	260±1.5
24	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	78.0±10.0	0.86	1.7±0.2	2.20	260±1.5
27	-/-	-/-	-/-	5.5±0.1	78.0±10.0	0.86	1.7±0.2	2.20	260±1.5

Table 3

Research of microbiological parameters of the foam cleanser gel

Indicator	Standard	Methods of control
The number of mesophilic aerobic and facultative anaerobic microorganisms, CFO/g, not more	100	DSTU 3438 (GOST 30468)
<i>Enterobacteriaceae</i> bacteria in 1 g	absent	DSTU 3034 (GOST 30282)
<i>Staphylococcus aureus</i> in 1 g	absent	DSTU 3031 (GOST 30279)
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> in g	absent	DSTU 3033 (GOST 30281)
The number of yeasts and mold fungi, CFO/g, not more	absent	DSTU 3032 (GOST 30280)

robial contamination of cosmetic products is the raw material, namely extracts and thickeners that are excipients. Water as a solvent is also a favourable medium for development of microorganisms. Despite the fact that microbes in viscous media are growing significantly slower than in the liquid ones, they can survive for a long time in the cosmetic product itself and multiply in it. The long-term use of cosmetic products contaminated by microorganisms may lead to the secondary outbreaks of infection and cause severe diseases. Cosmetic products may contain a variety of microorganisms, which penetrate in the process of preparation, – the primary contamination [1, 5, 7-11, 17].

The microbiological contamination level of the foam cleanser developed within 27 months was studied with the periodicity of every 6 months according to the indicators presented in Tab. 3.

Indicators and safety standards for products of perfumery and cosmetic industry are set by the State Sanitary Regulations and Standards 2.2.9.027-99 “Sanitary rules and safety norms for products of perfumery and cosmetics industry” [1] and the technical conditions according to which the requirements for microbiological safety parameters of the foam cleanser gel with the complex antibacterial action have been determined. The results of the periodic control of microbiological purity of the gel developed are presented in Table 4.

The data obtained have proven that during the long-term storage (27 months) at room temperature the foam cleanser developed in the polyethylene terephthalate containers with a plastic dosing device did not contain conditionally pathogenic microflora and is microbiologically pure. These data allowed to get the hygienic conclusion on the cleanser for children skin care No. 05.02-06/37542 in the regional SES of Odessa. It gives permission for production and use of this product on the territory of Ukraine.

CONCLUSIONS

1. The stability of the foam cleanser gel developed has been studied at room temperature and in a cool place within 27 months according to the following indicators: appearance, colour, odour, the mass fraction of chlorides foam number, foam stability, pH value of

Table 4

The results of the periodic control of microbiological purity of the foam cleanser gel during storage (n=5, P=95%)

Shelf-life, months	The number of CFO, 1 g		The presence of bacteria of <i>Enterobacteriaceae</i> , <i>P. aeruginosa</i> , <i>S. aureus</i> genus
	bacteria	fungi	
The samples stored in a cool place			
Start	absent	absent	The absence of growth
6	absent	absent	The absence of growth
12	absent	absent	The absence of growth
18	15	absent	The absence of growth
24	absent	absent	The absence of growth
27	absent	absent	The absence of growth
The samples stored at room temperature			
Start	absent	absent	The absence of growth
6	20	absent	The absence of growth
12	10	absent	The absence of growth
18	10	absent	The absence of growth
24	30	absent	The absence of growth
27	42	absent	The absence of growth

10% solution, kinematic viscosity, the mass content in the container, microbiological purity.

2. It has been proven that the foam cleanser for children developed meets the requirements listed in the TC U 24.5-31640335-002:2007 “Cosmetics for skin cleaning” developed by the pharmaceutical research centre “Beauty alliance”, Kyiv and the scientists of NUPh.

3. On the basis of the research conducted it has been proven that the foam cleanser for children is recommended to store in polyethylene terephthalate vials with a plastic dosing device at room temperature for 24 months.

4. The formulation developed has been approved in the regional SES of Odessa and the hygienic conclusion for a new foam cleaning product for skin and hair cleaning for children has been received. It gives permission for production and use of this product on the territory of Ukraine.

REFERENCES

1. ДСанПіН 2.2.9.027-99. Санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості. – К., 1999. – 116 с.

2. *Изделия косметические. Метод определения водородного показателя pH : ГОСТ 29188.2-91. – Введ. 01.01.98. – М.: Изд-во стандартов, 1992. – 3 с.*
3. *Нефтепродукты. Методы определения кинематической и расчёт динамической вязкости: ГОСТ 33-82. – [Взамен ГОСТ 33-82]. – Введ. 01.05.94. – М.: Изд-во стандартов, 1994. – 17 с.*
4. *Средства моющие синтетические. Метод определения пенообразующей способности: ГОСТ 22567.1-77 (СТ СЭВ 4155-83). – [Взамен ГОСТ 22567.1-77]. – Введ. 01.05.86. – М.: Изд-во стандартов, 1986. – С. 1-6.*
5. *Шампуні та піномийні засоби. Метод визначення ефективності консервувальних добавок: ДСТУ 3035-95 – ГОСТ 30283-95. – Введ. з 01.07.1996. – 9 с.*
6. *Шампуні для ухода за волосами и для ванн. Метод определения содержания хлоридов: ГОСТ 26878-96. – Введ. 24.04.1986. – М.: Изд-во стандартов, 1986. – 3 с.*
7. *Шампуні та піномийні засоби. Метод визначення загальної забрудненості мікроорганізмами: ДСТУ 3438 – ГОСТ 30468-97. – Введ. з 1999.01.01. – 9 с.*
8. *Шампуні та піномийні засоби. Мікробне забруднення. Метод виявлення бактерій сім. Enterobacteriaceae: ДСТУ 3034 – ГОСТ 30282-95). – Введ. з 01.07.1996. – 9 с.*
9. *Шампуні та піномийні засоби. Мікробне забруднення. Метод виявлення Staphylococcus aureus: ДСТУ 3031 – ГОСТ 30279-95. – Введ. з 01.07.1996. – 9 с.*
10. *Шампуні та піномийні засоби. Мікробне забруднення. Метод виявлення Pseudomonas aeruginosa: ДСТУ 3033 – ГОСТ 3028-95. – Введ. з 01.07.1996. – 9 с.*
11. *Шампуні та піномийні засоби. Мікробне забруднення. Метод обліку вмісту дріжджів і виявлення Candida albicans: ДСТУ 3032 – ГОСТ 30280-95. – Введ. з 01.07.1996. – 9 с.*
12. *Handbook of Applied Surface and Colloid Chemistry / Ed. by K.Holmberg. – New York: John Wiley & Sons Ltd, 2002. – Vol. 1. – 606 p.*
13. *Handbook of Cosmetic Science and Technology / Eds A.O.Barel, M.Paye, H.I.Maibach, Dekker Inc. Marcel. – New York: Basel, 2001. – 902 p.*
14. *Menger F.M., Keiper J.S. // Angew. Chem. Int. Ed. – 2000. – Vol. 39, №11. – P. 1906-1920.*
15. *Multifunctional Cosmetic // Ed. by Randy Shueller and Perry Romanowski. – Cambridge: Cambridge University Press, 2003. – 248 p.*
16. *Niranjana P.S., Upadhyaya Santosh K. // J. of Dispersion Sci. and Technol. – 2011. – Vol. 32, №01. – P. 114-119.*
17. *Preservatives for Cosmetics // Ed. by David C. Steinberg, Review by Dr. Trevor G. Blease, Applications Expert, Uniqema, Wilton. – UK, 2006. – 137 p.*
18. *Schramm L.L. Surfactants: Fundamentals and Applications in Petroleum Industry. – Cambridge: Cambridge University Press, 2000. – 632 p.*
19. *Zana R., Xia J. Gemini Surfactants: Synthesis, Interfacial and Solution-Phase Behavior and Applications. – New York: Marcel Dekker, 2004. – 345 p.*

ВИЗНАЧЕННЯ ТЕРМІНІВ ПРИДАТНОСТІ ТА УМОВ ЗБЕРІГАННЯ АНТИМІКРОБНОГО ПІНОМИЙНОГО ЗАСОБУ

І.І.Баранова, О.В.Жук, Ю.В.Ковтун

Ключові слова: піномийний засіб; стабільність; мікробіологічна чистота; термін придатності; умови зберігання

Експериментально доведена стабільність розробленого антимікробного дитячого піномийного засобу у поліетилентерафталатовій тарі за наступними показниками: зовнішній вигляд, колір, запах, пінне число, стійкість піни, pH, масова частка хлоридів, мікробна чистота, маса вмісту засобу у флаконі. Для більш об'єктивного та ретельного аналізу поведінки розробленого засобу протягом терміну придатності, а також для порівняльної оцінки якості його лабораторних і дослідно-промислових серій додатково оцінювали кінематичну в'язкість. При розробці піномийного засобу використані методики визначення цих показників і їх характеристики (межі значень), які регламентуються наступними нормативними документами: Загальні технічні умови «Косметичні засоби для очищення шкіри та волосся», «Засоби косметичні для догляду та очищення поверхні шкіри» та Технічні умови. Проведені дослідження рівня мікробіологічного забруднення розробленого піномийного засобу. Встановлені вимоги до мікробіологічних показників безпеки розробленого піномийного гелю з комплексною антибактеріальною дією відповідно до ДСанПіН і Технічних умов, розроблених виробником суспільно з ученими НФаУ. Розроблену сучасну рецептуру затверджено в обласній СЕС м. Одеси, отримано гігієнічний висновок на дитячий піномийний засіб для очищення шкіри та волосся. Отримані дані дозволили встановити оптимальний термін зберігання розробленого засобу –

2 роки при кімнатній температурі. На теперішній час розроблений антимікробний піномийний засіб випускається фармацевтичним науково-дослідним центром «Альянс краси», м. Київ.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРОКА ГОДНОСТИ И УСЛОВИЙ ХРАНЕНИЯ АНТИМИКРОБНОГО ПЕНОМОЮЩЕГО СРЕДСТВА

И.И.Баранова, Е.В.Жук, Ю.В.Ковтун

Ключевые слова: пеномоющее средство; стабильность; микробиологическая чистота; срок годности; условия хранения

Експериментально доказана стабільність розробанного антимікробного дитського пеномоющего средства в поліетилентерафталатової тарі по наступним показателям: зовнішній вигляд, колір, запах, пенне число, стійкість пени, значення рН, масова частка хлоридів, мікробна чистота, маса вмісту в флаконі. Для більш об'єктивного і ретельного аналізу поведінки розробанного средства в течение срока годности, а також для порівняльної оцінки якості лабораторних і експериментально-промислових серій додатково оцінювали значення кінематичної в'язкості. При розробці пеномоющего средства використані методи визначення цих показателів і їх характеристик (границь значень), які регламентуються наступними нормативними документами: Загальні технічні умови «Косметичні засоби для очищення шкіри та волосся», Технічні умови «Засоби косметичні для догляду та очищення поверхні шкіри» і Проведені дослідження рівня микробиологічного забруднення розробанного пеномоющего средства. Встановлені вимоги до микробиологічним показателям безпеки розробанного пеномоющего геля з комплексним антибактеріальним дією відповідно до ДСанПіН і Технічних умов, які були розробані спільно з ученими НФаУ, «Засоби для догляду та очищення поверхні шкіри». Розробанна сучасна рецептура затверджена в обласному СЭС г. Одеси, отримано гігієнічне висновок на нове дитське пеномоющее средство для очищення шкіри та волосся. Отримані дані дозволили встановити оптимальний термін годности розробанного средства – 2 роки при кімнатній температурі. В даний час розробане дитське антимікробне пеномоющее средство випускається фармацевтичним науково-дослідницьким центром «Альянс краси», г. Київ.