



## SYNERGIETISCHE ANSÄTZE IN DER ZETAPOTENZIAL-, PARTIKELGRÖSSEN- UND STABILITÄTSANALYSE

### Fallstudie zu einer kosmetischen Formulierung

#### HINTERGRUND

Chemiker in Forschung und Entwicklung sehen sich täglich mit verschiedenen Herausforderungen konfrontiert, wie z. B. den Auswirkungen eines Lieferantenwechsels auf die Produktqualität, dem Risiko einer Destabilisierung der Rezeptur beim Ersatz einer Komponente oder der Notwendigkeit, einen neuen Inhaltsstoff hinzuzufügen. Um die Anforderungen der Kunden und die Erwartungen an das Endprodukt zu erfüllen, ist es entscheidend, modernste Technologien einzusetzen, die Systeme umfassend charakterisieren. MICROTRAC bietet eine breite Palette von Technologien und Werkzeugen für die Charakterisierung und unterstützt den Produktentwicklungsprozess für eine schnelle Entscheidungsfindung auf der Grundlage von Fakten. Dieser Anwendungsbericht stellt eine Fallstudie vor, in der das Zeta-Potenzial, die Partikelgröße und die Stabilitätsanalysen kombiniert werden, um die Formulierung einer Sonnenschutzcreme zu optimieren.

#### DREI INSTRUMENTE, EIN FAZIT

MICROTRAC bietet Technologien mit einzigartigen Eigenschaften:

- **STABINO ZETA**

Für automatisierte schnelle Messung des Zeta-Potentials bei **hohen Konzentrationen**.

- **NANOTRAC FLEX**

Messung der Partikelgrößenverteilung **ohne Verdünnung**.

- **TURBISCAN**

Für **eine 1000-mal schnellere** Detektion und Quantifizierung der Destabilisierung, der Formulierung ohne Verdünnung.

Durch die Kombination all dieser Technologien wird die Zeit für die Markteinführung von Produkten verkürzt und die optimale Formulierung schnell und mit höchster Genauigkeit ermittelt.

## DREI INSTRUMENTE, EIN FAZIT

MICROTRAC bietet Technologien mit einzigartigen Eigenschaften:

- **STABINO ZETA**

Für automatisierte schnelle Messung des Zeta-Potentials bei **hohen Konzentrationen**.

- **NANOTRAC FLEX**

Messung der Partikelgrößenverteilung **ohne Verdünnung**.

- **TURBISCAN**

Für **eine 1000-mal schnellere** Detektion und Quantifizierung der Destabilisierung, der Formulierung ohne Verdünnung.

Durch die Kombination all dieser Technologien wird die Zeit für die Markteinführung von Produkten verkürzt und die optimale Formulierung schnell und mit höchster Genauigkeit ermittelt.

## WIE FUNKTIONIERT ES?

- **STABINO ZETA**

STABINO ZETA bietet eine **zuverlässige** Zeta-Potenzialmessung auf der Grundlage des Strömungspotentials auch bei Systemen mit hoher Konzentration. Der intelligente **Misch- und Messbetrieb** verhindert Sedimentation und sorgt für **genaue Ergebnisse**. Darüber hinaus ermöglicht die **eingebaute Titrationsfunktion**

## APPLIKATIONSBERICHT

eine schnelle Bestimmung des isoelektrischen Punktes (IEP) für Proben mit einer Partikelgröße von **0,3 nm bis 300 µm** und einer Konzentration von **0,01 bis 40 Vol%**.

- **NANOTRAC FLEX**

NANOTRAC FLEX ist die innovative dynamische Lichtstreuung (DLS) in einem **einzigartigen Sondendesign** für die Partikelgrößenverteilung **ohne Verdünnung**. Er ermöglicht **schnelle und zuverlässige** Messungen direkt in jedem Gefäß, ohne dass eine spezielle Probenzelle erforderlich ist. Für eine genaue Messung der Partikelgrößenverteilung zwischen **0,3 nm und 10 µm**, bis zu **40 w%** der Partikel.

- **TURBISCAN**

TURBISCAN ist der weltweit führende Stabilitätsanalysator auf Basis von Statischer Mehrfachlichtstreuung (SMLS). Diese fortschrittliche Technologie ermöglicht die schnelle Erkennung jeder Art von Destabilisierung **ohne Verdünnung 1000x schneller** als das bloße Auge. Es ist genau **erkennt und quantifiziert** Sedimentation, Aufräumung und Flockung in den Produktbereichen **0,0001 bis 95 V/v%**.

## MEHR ÜBER DIE INSTRUMENTE VON MICROTRAC



## FALLSTUDIE

Das Verständnis dieser drei Parameter vereinfacht die Entscheidungsfindung zur Überwindung von Formulierungsproblemen.

Für diesen Hinweis wird die Formulierung von Sonnenschutzmitteln als Beispiel untersucht. Ein geringeres Zetapotenzial korreliert mit größeren Partikelgrößen, und eine erhöhte Instabilität der Formel wirkt sich auf den UV-Schutz aus.

Durch die Kombination dieser drei Parameter wird der wirksamste Sonnenschutz mit optimaler Stabilität und UV-Schutz formuliert. Die Studie folgt den folgenden drei Schritten:

1. **Rohstoffauswahl** auf Basis der **Zetapotenzial-Partikelgrößenanalyse** und
2. **Verbessern Sie die UV-Effizienz** nach Auswahl des besten Filters
3. **Stabilitätsanalyse** der neuen Sonnenschutzformulierung

### 1. Auswahl der Rohstoffe

Vor der Formulierung muss, der am besten geeignete UV-Filter ausgewählt werden. Wir suchen nach Partikeln mit hohem Zeta-Potenzial bei kleinster Partikelgröße.

#### ▪ Zeta-Potenzial

Um den UV-Schutz zu gewährleisten, werden drei Partikeldispersionen in Wasser untersucht: TiO<sub>2</sub>, ZnO und CePO<sub>4</sub>. Die Messung des Zeta-Potenzials (Tabelle 1) zeigt für CePO<sub>4</sub> den Wert, der dem neutralen Wert am nächsten kommt. Es ist somit wahrscheinlich, dass CePO<sub>4</sub> agglomeriert und den UV-Schutz verringert.

| Partikel          | Zeta-Potenzial (mV) |
|-------------------|---------------------|
| TiO <sub>2</sub>  | -50,5               |
| ZnO               | -18,8               |
| CePO <sub>4</sub> | -8,8                |

Tabelle 1: Ergebnisse Zeta-Potential Messungen

#### ▪ Verteilung der Partikelgröße

Abbildung 1 zeigt die Messungen der Partikelgrößenverteilung. Für CePO<sub>4</sub> sehen wir

direkt die Auswirkungen seines geringen Zeta-Potenzials, was zur Bildung von zwei unterschiedlichen Partikelpopulationen führt, was auf die Tendenz zur Agglomeration hinweist. Im Gegensatz dazu hat ZnO trotz höherem Zetapotenzial auch eine große Partikelgröße, was zu einer geringeren Wirksamkeit gegen UV-Strahlung führen kann.

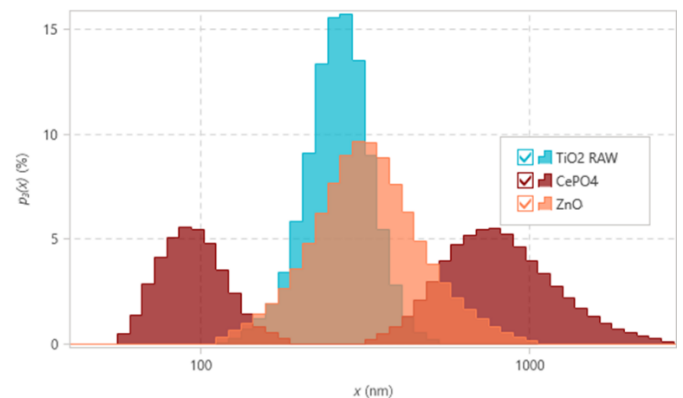


Abbildung 1: Partikelgrößenverteilung

Die TiO<sub>2</sub>-Partikel haben ein ideales Zeta-Potenzial und eine optimale Partikelgröße, was sie zum am besten geeigneten Rohmaterial für diese Formulierung macht.

### 2. Verbessern der UV-Effizienz

Einige anorganische Partikel, wie das von uns ausgewählte TiO<sub>2</sub>, haben eine hohe photokatalytische Aktivität, die die Formulierung beeinträchtigen kann. Um dies zu vermeiden, können die Partikel chemisch modifiziert werden, um die kolloidale Stabilität zu erhöhen und die photokatalytische Aktivität zu verringern.

#### ▪ Charakterisierung von Partikeln

Um die photokatalytische Aktivität zu verringern, wird die Oberfläche des zuvor ausgewählten TiO<sub>2</sub> mit Siliziumdioxidpartikeln modifiziert. Die Messung des Zeta-Potenzials ist eine schnelle Methode zur Validierung dieser Partikelmodifikation. Um ihren isoelektrischen Punkt (IEP) zu bestimmen wird eine Säuretitration durchgeführt (Abbildung 2).

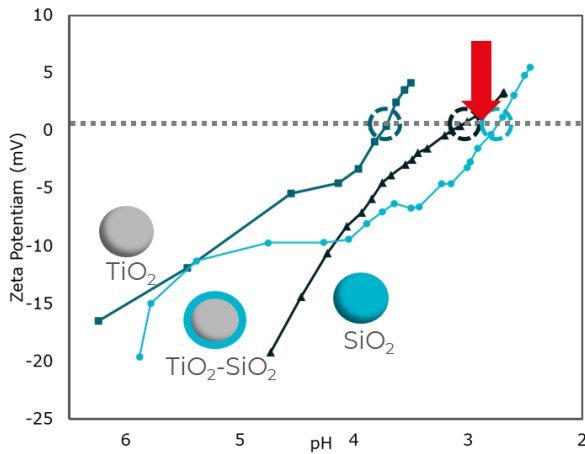


Abbildung 2: Isoelektrischer Punkt von Partikeln zur Bewertung der Oberflächenmodifikation

Wie in der Grafik zu sehen ist, liegt der IEP der beschichteten Partikel nahe am IEP der Kieselsäure, was bedeutet, dass die  $\text{TiO}_2$ -Partikel gut vom Siliziumdioxid beschichtet wurden. Der IEP der beschichteten Partikel ist gesunken, diese Partikel sind damit beständiger gegen pH-Schwankungen.

Da wir die Oberfläche des Partikels nach der IEP-Messung modifiziert haben, ist es notwendig, die Partikelgröße neu zu bestimmen. Abbildung 3 zeigt, dass die beschichteten Partikel größer sind als das unbehandelte  $\text{TiO}_2$ .

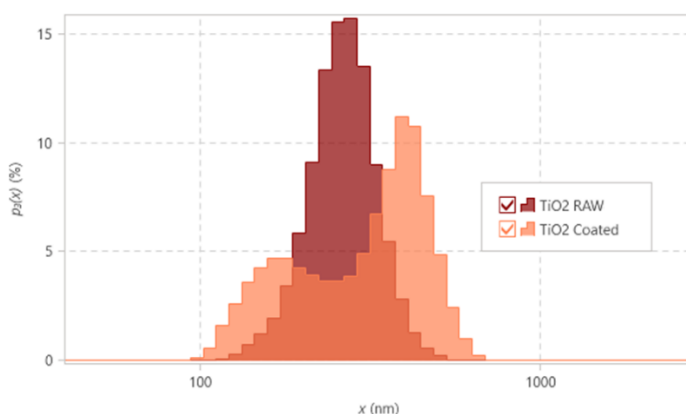


Abbildung 3: Größenverteilung der beschichteten Partikel

Auch wenn die Zetapotenziale relativ nahe beieinander liegen, ist es wichtig festzustellen, ob sich dieser Größenunterschied auf die Stabilität der Formel auswirkt.

### 3. Destabilisierungs-Erkennung

Nachdem die vorbereitenden Arbeiten abgeschlossen sind, werden nun die finalen Sonnenschutzmittel formuliert, um die Stabilität mit TURBISCAN zu untersuchen.

Die von TURBISCAN detektierte Destabilisierung wird als Funktion der Probenhöhe (in mm) über die Zeit dargestellt. Der untere Teil der Probe wird im linken Teil der Grafik dargestellt und der obere Teil der Probe befindet sich im rechten Teil. Der Farbverlauf auf der Zeitskala entspricht dem Zeitablauf der einzelnen Scans, wobei der erste Scan in blau und der letzte Scan in rot dargestellt ist. Das gemessene Rückstreusignal wird im „Delta-Modus“  $\Delta\text{BS}$  dargestellt (Abbildung 4).

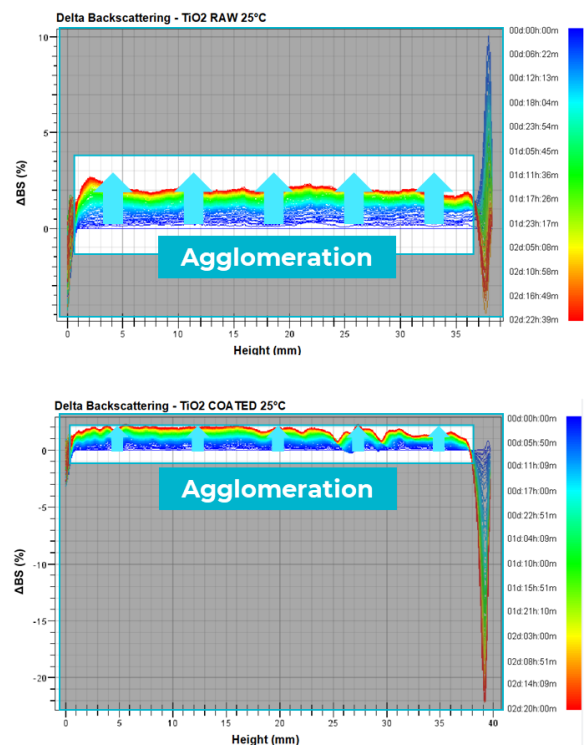


Abbildung 4: Destabilisierung durch TURBISCAN

Wir beobachten bei beiden Sonnenschutzmitteln eine Zunahme des Rückstreusignals im Laufe der Zeit in der Mitte der Probe, was auf eine Agglomeration hinweist. Diese Agglomeration ist jedoch bei der Formulierung mit den beschichteten Partikeln weniger ausgeprägt, was einen geringeren Einfluss auf den SPF des fertigen Sonnenschutzmittels bedeutet.

Die Agglomeration wird innerhalb der ersten Stunden der Messung festgestellt, bevor die Destabilisierung mit bloßem Auge sichtbar wird. Abbildung 5 zeigt die Proben am Ende der Analyse.



Abbildung 5: Destabilisierung, die mit bloßem Auge nicht erkannt wird

### ▪ Stabilität und TSI von Sonnenschutzmitteln

Zusätzlich zur Identifizierung wird der TURBISCAN-Stabilitätsindex (TSI) verwendet, um die beste Formulierung zu ermitteln. Der TSI ist eine automatische Berechnung, die alle Destabilisierungen in einer einzigen Zahl zusammenfasst und so eine einfache Einstufung und einen Vergleich mit nur einem Mausklick ermöglicht. Je höher der TSI-Wert ist, desto geringer ist die Stabilität.

Abbildung 6 zeigt die TSI-Kinetik der Sonnenschutzmittel, die mit unbehandeltem und beschichtetem TiO<sub>2</sub>-Partikeln formuliert wurden. „A“ entspricht dabei den Sonnenschutz, der mit dem unbehandeltem TiO<sub>2</sub> bei 25°C und 54°C, und „B“ für die Sonnenschutzmittel, die mit beschichtetem TiO<sub>2</sub>-Partikeln im gleichen Temperaturbereich gemessen wurden.

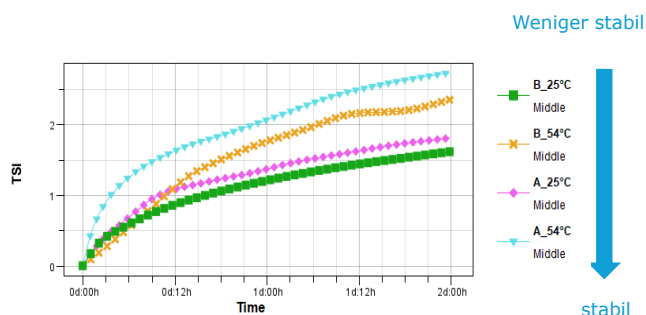


Abbildung 6: TSI-Kinetik über 2 Tage

Der Sonnenschutz mit den beschichteten TiO<sub>2</sub>-Partikeln ist die stabilste Formulierung, die innerhalb der ersten Stunden nach der Messung

identifiziert wird und auch weniger von Temperaturschwankungen beeinflusst wird.

### ZUSAMMENFASSUNG: DREI INSTRUMENTE, EINE SCHLUSSFOLGERUNG

**STABINO ZETA** mit seiner Online-Titrationsfunktion ermöglichte es uns, die Rohstoffe und die modifizierten Partikel genau zu charakterisieren.

**NANOTRAC FLEX** lieferte genaue Ergebnisse der Partikelverteilung, um die TiO<sub>2</sub>-Partikel mit der besten Größe für die Formel zu identifizieren.

**TURBISCAN** hat Destabilisierungsmechanismen schneller als das bloße Auge erkannt, um die stabilste Formulierung zu identifizieren.

Messungen des Zeta-Potenzials, der Partikelgröße und der Stabilität lieferten uns Hinweise auf die optimale Formulierung. Alle Messungen wurden ohne Verdünnung durchgeführt und lieferten schnelle Ergebnisse mit zuverlässigen Methoden.

### LITERATUR

- Barbosa, J. S., Neto, D. M. A., Freire, R. M., Rocha, J. S., Fachine, L. M. U. D., Denardin, J. C., Valentini, A., de Araújo, T. G., Mazzetto, S. E., & Fachine, P. B. A. (2018). Ultrafast sonochemistry-based approach to coat TiO<sub>2</sub> commercial particles for sunscreen formulation. *Ultrasonics Sonochemistry*, 48, 340–348. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.06.015>
- Seixas, V. C., & Serra, O. A. (2014). Stability of sunscreens containing CePO<sub>4</sub>: Proposal for a new inorganic UV filter. *Molecules*, 19(7), 9907–9925. <https://doi.org/10.3390/molecules19079907>
- Ukaji, E., Furusawa, T., Sato, M., & Suzuki, N. (2007). The effect of surface modification with silane coupling agent on suppressing the photocatalytic activity of fine TiO<sub>2</sub> particles as inorganic UV filter. *Applied Surface Science*, 254(2), 563–569. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.06.061>