

MARGINALIEN ZUM THEMA

KONSERVIERUNG II

Dieter Rehn, Dirk Groenewegen und Dieter Schenckenberg*

SYNOPSIS

During the course of this investigation 15 finished cosmetic preparations were examined for their tendency to be microbially contaminated. Differential challenge tests with varying mixtures of microorganisms show that 12 preparations are readily attacked microbially, whereas 2 are subject to microbial contamination only under special conditions. As expected, an ethanol containing gel could not be infected. The products which are readily attacked were examined for protection by a mixture of 5-chloro-2-methylisothiazolone and 2-methylisothiazolone. Eleven of these twelve products can be preserved readily with this mixture at a concentration of 0.01 % or 0.05 %.

In der vorausgegangenen Mitteilung (1) haben wir über die mikrobiologische Anfälligkeit und die damit verbundene Konservierungsnotwendigkeit von für Kosmetika geeigneten Rohwaren und deren Konservierbarkeit mit dem Gemisch von 5-Chlor-2-methylisothiazolon und 2-Methylisothiazolon** berichtet. Im Rahmen dieser Untersuchung haben wir nun unkonservierte Präparate untersucht. Über die Ergebnisse wird im folgenden berichtet. Aus Gründen der Überschaubarkeit haben wir uns auf eine relativ geringe Zahl von Applikationsformen pflegender und wuschender Kosmetika beschränkt. Trotzdem glauben wir, damit die wichtigsten Produktgruppen abzudecken (2).

Im Bereich der Badepräparate haben wir, wie in dem Schema 1 verdeutlicht, folgende Produktgruppen getestet:

- a) Schaumbäder
- b) Haarshampoos.

Bei den mit + bezeichneten Zubereitungen handelt es sich um Rahmenrezepturen der Firma Zschimmer & Schwarz, die uns freundlicherweise auch unkonservierte Fertigware überlassen hat. Die Rezepturen werden im folgenden aufgeführt, Einzelheiten mögen dem Rezepturkatalog von Zschimmer & Schwarz entnommen werden (3).

* Aus den Laboratorien der Firmen Hinds GmbH und Schülke & Mayr GmbH, Hamburg

** Euxyl K 100® = E. W. der Firma Schülke & Mayr, im folgenden Präp. E genannt

Die Testung der vorstehenden Rahmenrezepturen teilt sich in zwei Bereiche: 1. die mikrobielle Anfälligkeit, 2. die Konservierbarkeit. Zur Frage der Anfälligkeit wurden die Vorteste I, II a und II b mit unterschiedlichen Keimspektren durchgeführt. Die jeweils positiv reagierenden Produkte wurden dann den Konservierungsbelastungstesten mit den gleichen Keimspektren unterworfen. Im Vortest I und den zugehörigen Konservierungsbelastungstesten wurde die Beimpfung mit den üblicherweise verwendeten humanaffinen Leitkeimen (4) *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Candida albicans* und *Aspergillus niger* durchgeführt. Im Vortest II a resp. im Konservierungsbelastungstest II a wurde mit *Klebsiella pneumoniae* und *Enterobacter cloacae*, welche aus Shampoos isoliert wurden und eine erhöhte Widerstandsfähigkeit gegen formaldehydhaltige Konservierungsmittel zeigten, und im Vortest II b und dem Konservierungsbelastungstest II b Ölemulgator-adaptierte *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Enterobacter aerogenes* und *Candida viswanathii* beimpft. Die im Vortest I als positiv einzustufenden Präparate wurden entsprechend ihrer Anfälligkeit in zwei Gruppen eingeteilt. Die leichter anfälligen sind jene mit ++ resp. +++ beurteiltem Ausstrich, sie wurden dem singulären Konservierungstest unterworfen. Die im Vortest I weniger leicht anfälligen Präparate (mit + beurteiltem Ausstrich) wurden dem repetitiven Konservierungsbelastungstest zugeführt, der Schwierigkeitsgrad des Belastungstests wird der Empfindlichkeit der Zubereitung angepaßt. Schema 3 verdeutlicht den Weg der kosmetischen Fertigprodukte durch die ausgeführten Tests.

EXPERIMENTELLES:

Die Versuchsdurchführung der Vorteste I und II entspricht der unserer 1. Mitteilung. Im Gegensatz hierzu wurde aber aus Gründen der Transparenz das Keimspektrum des Vortests II aufgeteilt in die formaldehydwiderstandsfähigen, aus Shampoos isolierten *Escherichia coli* und *Enterobacter cloacae* (Vortest II a) und die Ölemulgatoradaptierten *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Enterobacter aerogenes* und *Candida viswanathii* (Vortest II b). Als Konservierungsbelastungsteste wurden sowohl der singuläre mit einmaliger Beimpfung als auch der repetitive mit mehrmaliger Beimpfung angewendet. Der an Wallhäußer angelehnte singuläre Konservierungstest wird im folgenden beschrieben, bezüglich des repetitiven verweisen wir auf die Literatur (1 und dort zitierte Literatur).

Singulärer Konservierungsbelastungstest:

Je 5 x 20 g der Fertigrezepturen werden mit 0,01 %, mit 0,05 % und mit 0,1 % eines Gemisches aus 5-Chlor-2-methylisothiazolon und 2-Methylisothiazolon versetzt. Neben entsprechenden unkonservierten Blindmustern werden diese mit je einer Keimart mit > 10⁶/ml koloniebildenden Einheiten (KBE) einmal beimpft und bei Raumtemperatur gelagert. Die Ausstriche erfolgen nach 1 Stunde, nach 24 Stunden und nach 5, 10, 20 und 30 Tagen.

ERGEBNISSE UND DISKUSSION:

Schema 3 zeigt, daß sich von den 15 getesteten in den 3 Vortesten 12 als unbedingt mikrobiell anfällig erwiesen, 8 davon bereits im Vortest I mit den humanaffinen Leitkeimen. Von den verbleibenden 3 Präparaten zeigten das Algenschaumbad und das Sonnenöl eine bedingte Anfälligkeit (teilweise positive Ausstriche während des

Vortests, wobei aber nach 30 Tagen kein Bewuchs mehr festgestellt werden konnte), während das Kräutergel mit seinem hohen Äthanolanteil erwartungsgemäß keinerlei positiven Ausstrich zeigte und durch den Alkoholgehalt vermutlich ausreichend konserviert ist. Ob die nur bedingte Anfälligkeit des Algenschraubades von einer möglicherweise antimikrobiellen Eigenwirkung des Algenextraktes oder aber einer Vorkonservierung dieses Extraktes herrührt, kann nicht entschieden werden. Daß auch im Falle der bedingt anfälligen Produkte eine Konservierung sinnvoll ist, kann am Beispiel des Sonnenöls gezeigt werden. Obwohl wasserfreie Öle im allgemeinen als schwer infizierbar angesehen werden (5) und daher auch kaum problematisch sind, läßt doch der zeitweise Bewuchs bei Beimpfung mit einer wäßrigen Keimlösung erkennen, daß u. U. auch in praxi Probleme auftreten können, weil eine Verunreinigung mit Wasser bei einem solchen Produkt während der Anwendung (Badebetrieb) nicht immer auszuschließen ist. Ergebnisse von Konservierungsversuchen mit wasserunlöslichen Fettsäureestern zeigen anschaulich, daß unerwünschte Keime auch in solchen Medien wachsen können, sie aber durch geeignete Konservierungsmittel wirksam unter Kontrolle gehalten werden (1). Die Ergebnisse zeigen weiterhin, daß die unbedingt mikrobiell anfälligen Zubereitungen – ausgenommen die Feuchtigkeitslotion – mit Konzentrationen von 0,01 resp. 0,05 % des Gemisches aus 5-Chlor-2-methyl-isothiazolon und 2-Methylisothiazolon den singulären resp. repetiven Konservierungsbelastungstest bestanden (Tabellen 1 bis 4). Das Ergebnis bei der Feuchtigkeitsisolation verdeutlicht, daß in besonderen Fällen auch höhere Konzentrationen an Konservierungsmitteln erforderlich sind.

Tabelle 1
Singulärer Konservierungsbelastungstest
mit humanaffinen Leitkeimen

	Blindwert						0,01 %					0,05 %					0,1 %							
	1h	1d	5d	10d	20d	30d	1h	1d	5d	10d	20d	30d	1h	1d	5d	10d	20d	30d	1h	1d	5d	10d	20d	30d
Sonnenmilch																								
Staph. aur.	+	-	-	+	+	+	+	-	-	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
E. coli	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
Ps. aer.	+	+	+	+	+	+	+	-	-	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Cand. alb.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Asp. niger	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
Körperlotion																								
Staph. aur.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
E. coli	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
Ps. aer.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Cand. alb.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Asp. niger	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Kräutercreme																								
Staph. aur.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
E. coli	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
Ps. aer.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
Cand. alb.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
Asp. niger	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-

+ = bewachsen

Tabelle 2

Repetiver Konservierungsbelastungstest
mit humanaffinen Leitkeimen

	Impfzyklen											
	1		2		3		4		5		6	
	B	HS	B	HS	B	HS	B	HS	B	HS	B	HS
Kurshampoo												
Blindwert	+	+	+	—	+	+	+	+	+	+	+	+
0,01 ‰	+	+	+	—	+	+	+	+	+	+	+	+
0,05 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Emulsionsshampoo												
Blindwert	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,01 ‰	+	+	+	—	+	+	+	+	+	+	+	+
0,05 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Haarshampoo m. P.												
Blindwert	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,01 ‰	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,05 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Feuchtigkeitslotion												
Blindwert	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,01 ‰	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,05 ‰	+	—	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,1 ‰	+	—	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Gesichtscreme												
Blindwert	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,01 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,05 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 ‰	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

B = Bakterien

HS = Hefen und Schimmelpilze

+ = bewachsen

Tabelle 3
 Repetiver Konservierungsbelastungstest
 mit *Klebsiella pneumoniae* und *Enterobacter cloacae*

	Impfzyklen					
	1	2	3	4	5	6
Kräutershampoo						
Blindwert	+	+	+	+	+	+
0,01 %	—	+	+	+	+	+
0,05 %	—	—	—	—	—	—
0,1 %	—	—	—	—	—	—
Ölschaumbad						
Blindwert	+	+	+	+	+	+
0,01 %	—	—	+	+	+	+
0,05 %	—	—	—	—	—	—
0,1 %	—	—	—	—	—	—

Tabelle 4
 Repetiver Konservierungsbelastungstest
 mit Öl/emulgator-adaptierten Keimen

	Impfzyklen											
	1		2		3		4		5		6	
	B	H	B	H	B	H	B	H	B	H	B	H
Badegel												
Blindwert	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
0,01 %	+	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,05 %	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 %	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

B = Bakterien
 H = Hefen
 + = bewachsen

Obwohl bereits im Vortest I 8 Rezepturen sich als mikrobiell anfällig erwiesen, zeigen die Ergebnisse insbesondere des Vortests IIa, daß eine Erweiterung des Keimspektrums sinnvoll ist, um die erforderliche Menge an Konservierungsmittel zu bestimmen. Die Produktqualität kann dadurch gesteigert, der Vertrauensbereich vergrößert werden. Hätte man auf die Erweiterung des Keimspektrums verzichtet, wären in unserem Fall ein Drittel der anfälligen Produkte und daher notwendigerweise zu konservierenden Produkte nicht erfaßt worden.

ZUSAMMENFASSUNG:

Im Rahmen dieser Arbeit wurden 15 kosmetische Fertigrezepturen auf ihre mikrobiologische Anfälligkeit getestet. Differenzierte Belastung mit unterschiedlichen Keimmischungen ergab, daß 12 Präparate unbedingt und 2 bedingt mikrobiell anfällig sind. Ein äthanolhaltiges Gel erwies sich erwartungsgemäß als nicht infizierbar. Die unbedingt anfälligen Produkte wurden in Konservierungsbelastungstesten auf ihre Konservierbarkeit mit einem Gemisch aus 5-Chlor-2-methyl-isothiazolon und 2-Methylisothiazolon geprüft. 11 der 12 Produkte sind mit Konzentrationen von 0,01 % resp. 0,05 % dieses Gemisches konservierbar.

a) Schaumbäder:

Algenschaumbad (6.05)+

Zetesol 856	41,0 0/0
Purton SFD	2,0 0/0
Borax	2,0 0/0
Extrapon Algensuper	3,0 0/0
Algenkonzentrat	0,5 0/0
Wasser	ad 100

Ölschaumbad (6.10)+

Zetesol 856 T	42,0 0/0
Mulsifan RT 146	15,0 0/0
Purton SFD	8,0 0/0
Paraffinöl DAB 7	10,0 0/0
vegetabilisches Öl	5,0 0/0
Wasser	ad 100

Badegel (6.03.01)+

Zetesol 856 DT	91,0 0/0
Purton CFD	2,0 0/0
Soluvit CLR	1,0 0/0
Hexaplant CLR	3,0 0/0
Riechstoff	3,0 0/0

b) Haarshampoos:

Emulsionsshampoo (5.03.1)+

Zetesol 856 T	32,0 0/0
Perlglanzmittel GM 4113	8,0 0/0
Wasser	ad 100

Kurshampoo (5.11.2)+

Sulfetal KT 400	40,0 0/0
Amphotensid B 4	5,0 0/0
Purton CFD	1,5 0/0
Vitamin F wasserlöslich	1,0 0/0
Wasser	ad 100

Kräutershampoo (5.12.1)+

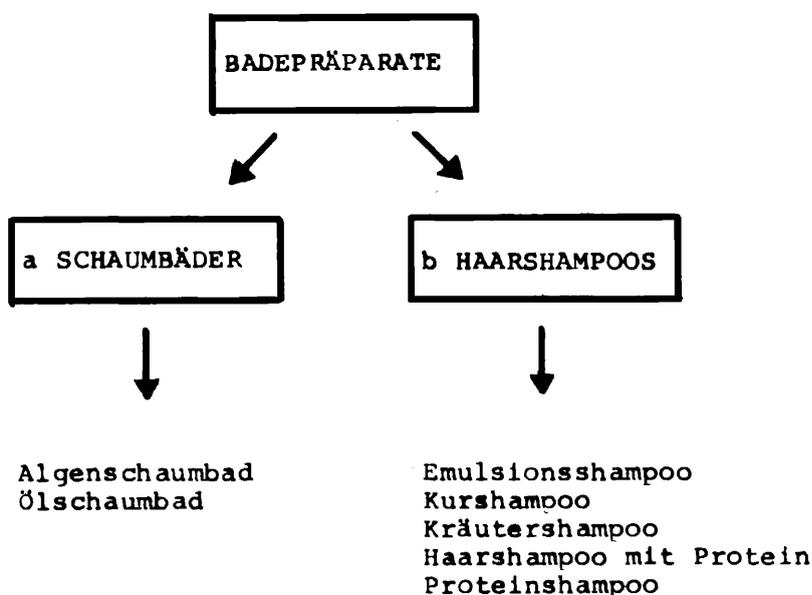
Sulfetal KT 400	35,0 0/0
Perlglanzmittel GM 4113	8,0 0/0
Amphotensid B 4	7,0 0/0
Cremogen Hopfen	2,0 0/0
Wasser	ad 100

Haarshampoo mit Protein (5.07.1)+

Sulfetal KT 400	30,0 0/0
Amphotensid B 4	10,0 0/0
Hydrocoll	10,0 0/0
Purton SFD	1,5 0/0
Wasser	ad 100

Proteinshampoo	
Texapon IES	40,0 ‰
Steinamid DC 212 S	2,5 ‰
Lamepon S	10,0 ‰
Bioschwefel fluid	1,0 ‰
NaCl	2,5 ‰
Milchsäure	0,15 ‰
Parfüm	0,1 ‰
Wasser	ad 100

Schema 1



Schema 2 zeigt, welche pflegenden Externa geprüft wurden.

- a) ein Hautöl
- b) Externa verschiedener Emulsionstypen
- c) ein Gel

a) **Hautöl:**

Sonnenöl	
Paraffinöl DAB 7	28,0 ‰
Miglyol 812	29,0 ‰
Eutanol G	40,0 ‰
Karottenöl	2,0 ‰
Neoheliopan 1000	1,0 ‰

b) Emulsionen:

Körperlotion (7.01) +

Phase 1:

Oxypon 2145	4,0 %/o
Mulsifan CB	3,0 %/o
Eutanol G	1,0 %/o
Miglyol 812	4,0 %/o
Isopropylmyristat	1,0 %/o
Cetylstearylalkohol	1,5 %/o

Phase 2:

Karion F flüssig	1,0 %/o
Glyzerin DAB 7	1,0 %/o
1,2-Propylenglykol	2,0 %/o
Wasser	ad 100

Feuchtigkeitslotion

Phase 1:

Triäthanolamin	1,3 %/o
Karion F	10,0 %/o
Wasser	ad 100

Phase 2:

Paraffinöl	0,5 %/o
Isopropylpalmitat	2,0 %/o
Glycerinmonostearat	2,5 %/o
Stearinsäure	2,1 %/o
Ölsäure	0,7 %/o
Adeps lanae	2,0 %/o
Sweet almond oil	5,0 %/o
Silikonfluid DC 556	0,5 %/o

Beide Phasen werden getrennt auf 75° C erwärmt und Phase 2 bei dieser Temperatur eingetragen; kaltrühren.

Sonnenmilch (7.03) +

Phase 1:

Mulsifan CB	5,0 %/o
Energol WM 2	5,0 %/o
Isopropylmyristat	4,0 %/o
Cetylstearylalkohol	1,0 %/o
Bienenwachs DAB 7	0,5 %/o
Adeps lanae	2,0 %/o
Prosolal S 9	1,0 %/o

Phase 2:

Wasser	ad 100
--------	--------

Kräutercreme (7.04) +

Phase 1:

Mulsifan CB	5,0 %/o
Energol WM 2	5,0 %/o
Isopropylmyristat	5,0 %/o
Glycerinmonostearat	3,0 %/o
Cetylstearylalkohol	2,0 %/o

Phase 2:

Kräuterextrakte	3,0 ‰
1,2-Propylenglykol	2,0 ‰
Wasser	ad 100

Gesichtscreme (7.04) +

Phase 1:

Borax	0,3 ‰
Karion F	5,0 ‰
Glyzerin	5,0 ‰
Wasser	ad 100

Phase 2:

Arlacel 83	8,0 ‰
Bienenwachs	3,5 ‰
Isopropylpalmitat	15,0 ‰
Adeps lanae	2,0 ‰
Hartolan	0,5 ‰

Beide Phasen werden auf 75° C erwärmt und Phase 1 in Phase 2 eingetragen; kaltrühren.

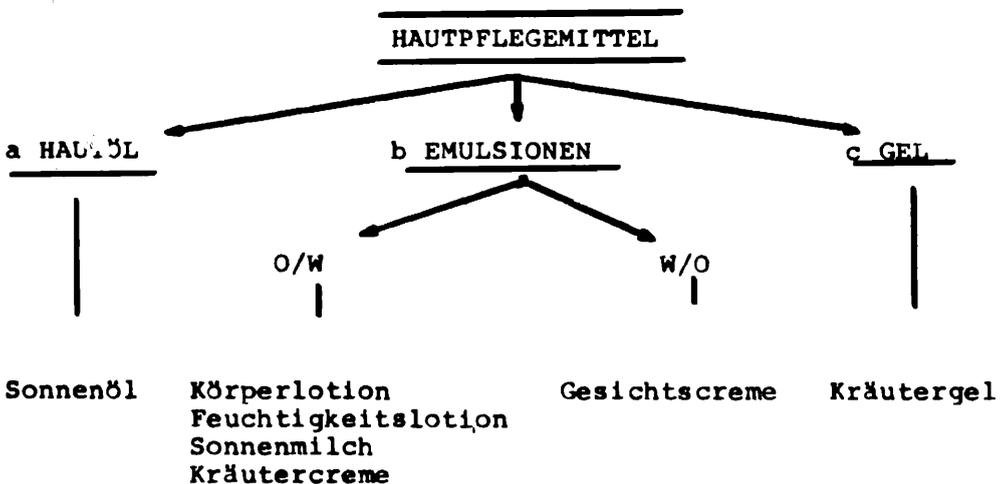
c) Gel:

Kräutergel

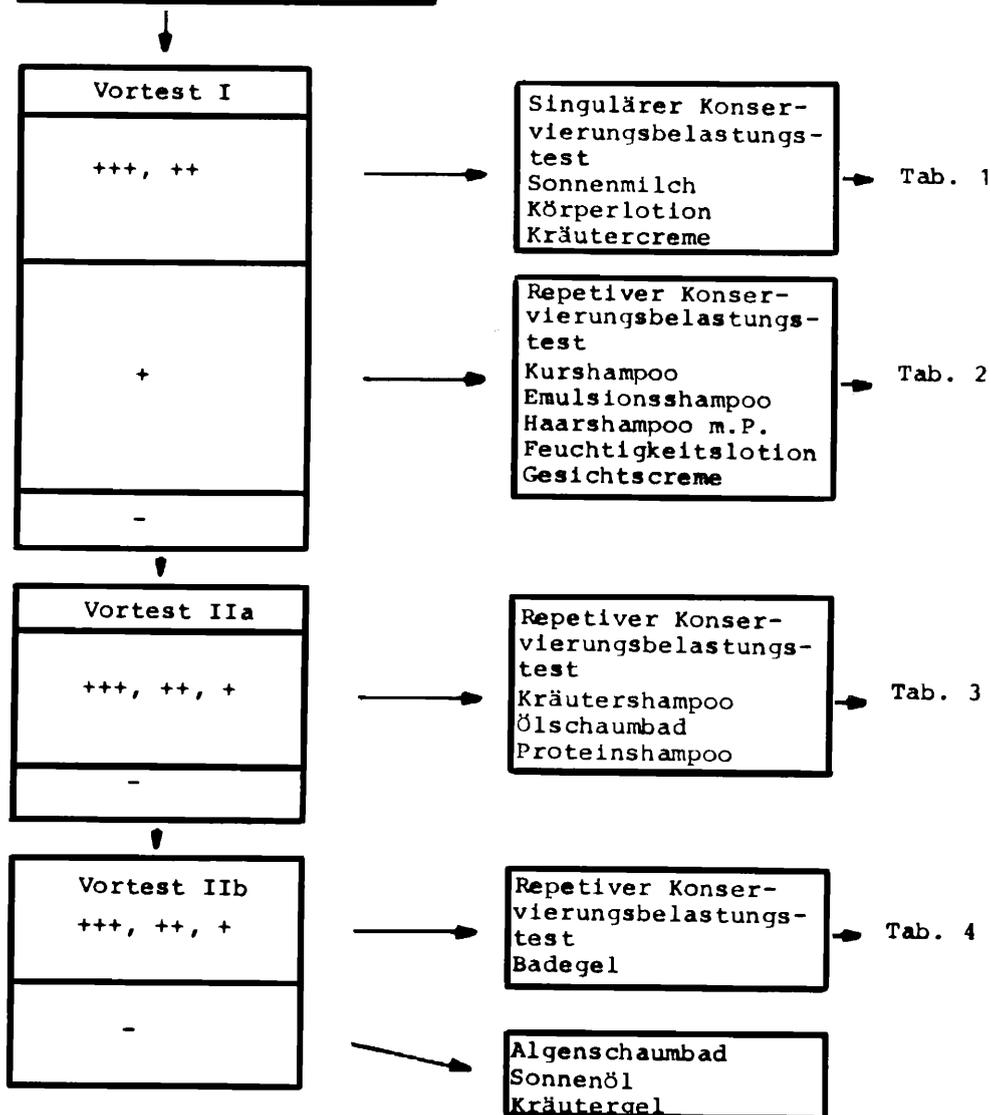
Äthanol, kosm.	20,0 ‰
Herba liquid Roßkastanie	2,0 ‰
Extrakt Kamille, verstärkt	2,0 ‰
Cremogen Ginseng	2,0 ‰
Carbopol 940	1,0 ‰
Triäthanolamin	3,6 ‰
Wasser	ad 100

Äthanol und Wasser mischen und die Kräuterextrakte einrühren; Carbopol einstreuen und homogen rühren, danach Triäthanolamin langsam einrühren.

Schema 2



1. Algenschraubad
2. Ölschaumbad
3. Badegel
4. Emulsionsshampoo
5. Kurshampoo
6. Kräutershampoo
7. Haarshampoo m. Protein
8. Proteinshampoo
9. Sonnenöl
10. Körperlotion
11. Feuchtigkeitslotion
12. Sonnenmilch
13. Kräutercreme
14. Gesichtscreme
15. Kräutergel



LITERATURVERZEICHNIS

- 1) Rehn, D., D. Groenewegen u. D. Schenkenberg, J. Soc. Cosmet. Chem., im Druck
- 2) Siebert, C., Parf. u. Kosm. 60, 7, 239—244 (1979)
- 3) Fa. Zschimmer & Schwarz, Rahmenrezepturen
- 4) Wallhäußer, K. H., in Sterilisation — Desinfektion — Konservierung, S. 385, Georg Thieme-Verlag, Stuttgart (1978)
- 5) Nowak, C. A., Parf. u. Kosm. 60, 1, 8—19 (1979)