

Zur Prüfung der Stabilität kosmetischer Emulsionen.

Erfahrungen aus einem Ringtest

R. Hüttinger, D. Billek, E. Charlet, L. Hoenen, K. Kuczera, L. Motitschke, J. Quack, K. Seib, I. Umbach, K.-P. Wittern und G. Wolff*)

Ausgangspunkt

Die Stabilität einer Emulsion ist in der Kosmetik ein wesentliches Kriterium für die Beurteilung ihrer Qualität. Fragt man allerdings danach, unter welchen Bedingungen und mit welchen Methoden sie zu prüfen sei, so sieht man sich einer sehr großen Zahl von Empfehlungen und Aussagen gegenüber, die oft voneinander nur scheinbar gering differieren. Geringe Unterschiede in den Methoden können aber, wie dies die Praxis erweist, zu sehr unterschiedlichen Ergebnissen führen.

Eine Reihe von Arbeiten (1) (2) (3) (4) beschreibt grundlegend die Parameter der Stabilität von Emulsionen, von denen die genannten hier nur stellvertretend sein sollen. Eine Anzahl Autoren [darunter (5) u. (6)] empfiehlt besonders die Ultrazentrifuge als geeignetes Testinstrument. Vor Beginn des Ringtests, über den hier berichtet werden soll, wurden innerhalb der Fachgruppe arbeitsteilig Literaturstudien betrieben und von den einzelnen Mitgliedern über daraus wichtig erscheinende Stellen in diesem Kreis referiert. Hier sollen statt dessen nur einige Übersichts-Arbeiten (7) (8) (9) (10), die sich mit den üblichen Stabilitätsprüfungen durch Lagerung bei verschiedenen Temperaturen, durch sogenannte Schaukeltests und Prüfungen durch Zentrifugieren befassen, angeführt werden.

Als Kuriosum sei erwähnt, daß auch etwas ausgefallene Prüfungsmethoden wie „die Proben zur Prüfung über längere Zeiträume im Handschuhfach eines Autos mitzuführen“ oder „die Muster von Hautcremes per Schiffsreise um die Welt zu schicken“ besprochen werden mußten.

Einer der wesentlichsten Gründe für den Ringversuch, an dem sich Laboratorien von Herstellern kosmetischer Produkte wie auch von Rohstoffherzeugern, die sich in beiden Fällen am Markt als Konkurrenten treffen, vorbehaltlos beteiligten, war auch das Inkrafttreten der Deutschen Kosmetik-Verordnung am 1. Januar 1978. Die neue gesetzliche Regelung verlangt u. a., daß für Kosmetika eine Produktstabilität über drei Jahre garantiert wird,

sofern auf der Packung kein Verfalldatum (wogegen der Handel gewisse Vorbehalte hat) angegeben ist.

Daß in jedem Betrieb andere Methoden bevorzugt werden, um ein neues Produkt, bevor es auf den Markt kommt, abzusichern, ist branchenbekannt. Damit werden auch von den Firmen verschiedene Maßstäbe gesetzt, und es ist nur zu natürlich, daß sich in den Laboratorien angesichts von Vorschriften, denen der Gesetzgeber in nächster Zeit bestimmt keine Empfehlung folgen lassen wird, wie man sie voraussehend am besten erfüllen kann, ein beträchtliches Unbehagen breit macht. Hinzu kommt, daß die Gesetzgebung in bewundernswerter, aber wohl nicht ganz sachgerechter Weise, mit drei Jahren um ein Jahr über das hinausgegangen ist, was bisher in der Kosmetik für Produkte an Stabilität zu garantieren weltweit üblich war.

Zielsetzung

Vor diesem Hintergrund erschien es dringend notwendig, unter den vielfältigen Prüfmethode solche auszuwählen, die von jedem, der mit der Entwicklung kosmetischer Produkte beschäftigt ist, durchgeführt werden können und eine zuverlässige Stabilitätsaussage erlauben.

Vor Beginn des Ringversuchs wurden die verschiedenen Prüfverfahren der verschiedenen Firmen in den drei Gruppen Temperatur-, Schaukel- und Zentrifugentests zusammengestellt. Dabei wurden 14 verschiedene Temperaturtests, 12 verschiedene Schaukeltests und 6 verschiedene Zentrifugentests aufgelistet. Aus diesen insgesamt 32 verschiedenen Prüfverfahren wählte die Fachgruppe nach eingehender Diskussion 8 Tests aus, aus denen dann wiederum nach Durchführung und Auswertung des Ringtests eine kleinere Zahl geeigneter Tests für die Kurzzeitprüfung der Emulsionsstabilität herausgefunden werden sollte.

Nicht nur die Prüfverfahren, auch die Ergebnisse der Stabilitätstests stellen ein Problem dar. Da es keine objektiven Meßgrößen gibt, bleibt nur eine subjektive Bewertung der Stabilitätsprüfungen mittels einer Notenskala.

Der Vergleich der von den Fachgruppenmitgliedern angewendeten Bewertungsskalen zeigte erhebliche Unterschiede. Damit waren neben den verschiedenen Prüfverfahren auch deren Auswertung die Ursache für recht uneinheitliche Aussagen in der Vergangenheit. Die Fachgruppe legte eine Bewertung mit fünf Noten fest.

*) Dr. rer. nat. Rudolf Hüttinger (Goldschmidt AG, Essen; Leiter der Fachgruppe V in der GKC - Deutsche Gesellschaft der Kosmetik-Chemiker e. V.), Dr. phil. Doris Billek (z. Zt. der Untersuchung Beiersdorf AG, Hamburg), Dr. rer. nat. Egbert Charlet (Drugofa, Köln), Dr. rer. nat. Lambert Hoenen (Dalli-Werke, Stolberg), Dr. phil. Kurt Kuczera (Seehelm/Bergstr.), Dr. Ing. Lothar Motitschke (Marbert, Düsseldorf), Dr. Ing. Jochen Quack (Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt), Dr. rer. nat. Karl Seib (BASF Aktiengesellschaft, Ludwigshafen), Dipl.-Chem. Ingrid Umbach (Henkel KGaA, Düsseldorf), Dr. Klaus-Peter Wittern (Beiersdorf AG, Hamburg), Dr. rer. nat. Godehard Wolff (Ellen Betrix, Dreieich)

Damit soll keineswegs gesagt sein, daß den genannten Prüfverfahren in der Praxis zu unterwerfende Emulsionen nicht auch noch nach anderen Kriterien als sie der Notenvergabe hier zugrunde liegen, zu prüfen sind. Veränderungen in der Viscosität können sicher nur im Ausstrich festgestellt werden, wobei man dann allerdings einer Mitbewertung kosmetischer Eigenschaften wie der der Verteilbarkeit sehr nahe kommt.

Mit ähnlichen Fragen wird sich die Fachgruppe Hautpflege-mittel in nächster Zukunft nochmals befassen.

46

Wochen –, die im Notfall geeignet sind, eine brauchbare Aussage über die Stabilität von kosmetischen Emulsionen für einen Zeitraum von drei Jahren zu geben.

Summary

To the test of the stability of cosmetic emulsions. Experiences obtained from a circular test

In a circular test of the GKC professional group V "Cosmetics" the stability of 3 emulsions was tested by each member of the professional group under the same test conditions and standards of judgement. After evaluation and discussion of the results obtained, the professional group decided on 3 short term tests – 3 months' test at 40° C, one-week test at –5° C and shaking test +40° C/–5° C in 24 h interval for a period of 6 weeks – which are normally suited to give a practical statement concerning the stability of cosmetic emulsions for a period of 3 years.

Résumé

Au test de la stabilité des émulsions cosmétiques. Des expériences obtenues par un test circulaire

Dans le cadre d'un test circulaire du GKC groupe V «Produits cosmétiques», la stabilité des 3 émulsions a été examinée par chaque membre de ce groupe sous les mêmes conditions de test et critères de jugement. Après évaluation et discussion des résultats obtenus, le group s'est décidé à faire 3 tests à court terme – test à 40° C pendant 3 mois, test à –5° C pendant une semaine et test allant de +40° C à –5° C dans un intervalle de 24 heures pour une période de 6 semaines, qui permettent, en cas de besoin, d'obtenir une indication valable sur la stabilité des émulsions cosmétiques pour une période de 3 ans.

ter Stelle benannt worden.

Zusammenfassung

In einem Ringtest der GKC-Fachgruppe V „Hautpflege-mittel“ wurden drei Emulsionen unter gleichen Prüfbedingungen und gleichem Beurteilungsmaßstab von jedem Mitglied der Fachgruppe auf Stabilität überprüft. Nach Auswertung und Diskussion der Ergebnisse entschied sich die Fachgruppe für drei Kurzzeit-Tests – Prüfung bei 40° C für 3 Monate, Prüfung bei –5° C für 1 Woche und Schaukeltest +40° C/–5° C im 24 h-Zeittakt für 6

Parfümerie und Kosmetik, 61. Jahrgang, Nr. 2/80

Resumen

Sobre la prueba de estabilidad de emulsiones cosméticas. Experiencias de un ensayo circular

En múltiples ensayos aislados de comparación realizados por el grupo especialista GKC V „Productos para el cuidado de la piel“, se examinó la estabilidad de tres emulsiones por cada uno de los miembros de este grupo profesional, bajo idénticas condiciones operativas y de valoración. Después de la evaluación y discusión de los resultados obtenidos, el grupo profesional se decidió por tres ensayos de corta duración – prueba a 40° C durante 3 meses, prueba a –5° C durante una semana y prueba de oscilación a +40° C/–5° C en un intervalo de 24 h por un período de 6 semanas – que son apropiados en caso de necesidad, para dar una indicación útil a cerca de la estabilidad de emulsiones cosméticas para un período de tres años.

Literatur

- (1) W. Wachs, W. Reusche, *Fette Seifen Anstrichm.* **62**, 803 (1960)
- (2) R. D. Vold, R. C. Groot, *J. Soc. Cosmet. Chem.* **14**, 233 (1962)
- (3) F. van Voorst Vader, *Fette Seifen Anstrichm.* **66**, 47 (1964)
- (4) H. Lange, *J. Soc. Cosmet. Chem.* **16**, 697 (1965)
- (5) S. J. Rehfeld, *J. Phys. Chem.* **66**, 1966 (1962)
- (6) R. D. Vold, R. C. Groot, *J. Phys. Chem.* **66**, 1969 (1962)
- (7) H. v. Czetsch Lindenwald, *Sol. Pharm.* **32**, 92 (1964)
- (8) E. L. Roehl, *Seifen Oele Fette Wachse* **98**, 568 (1972)
- (9) K. G. Ludwig, P. Hameyer, *Parfuem. Kosmet.* **55**, 253 (1974)
- (10) J. M. Quack, A. K. Reng, W. Skrypczak, *Parfuem. Kosmet.* **56**, 309 (1975)

Anschrift für die Verfasser: Dr. R. Hüttlinger (Fachgruppen-leiter), Küppersheide 8, D-4300 Essen 1