

Évaluation de la sécurité microbiologique

Microbiological safety assessment of a cosmetic product



Alain Crozier
ANEMCOLI

Depuis la refonte du règlement Européen (1223/2009) relatif aux produits cosmétiques, certains résultats d'analyses microbiologiques précédemment considérés comme des paramètres de qualité, ont migré, sous l'impulsion du législateur, dans le dossier de sécurité (Annexe 1) accompagnant chaque produit cosmétique présent sur le marché européen. Quelles conséquences pour les industriels cosmétiques ?

Ainsi l'évaluation de la protection antimicrobienne, familièrement appelée « *challenge test* » par les spécialistes en microbiologie est désormais une obligation légale dont les résultats doivent être publiés dans le rapport de sécurité. L'Anemcoli⁽¹⁾, sans attendre ce nouvel enjeu réglementaire, a régulièrement publié des travaux pour explorer la méthodologie et émettre des recommandations pour certaines étapes du

challenge test. Cette dynamique a déjà porté sur l'exploration méthodique de certains paramètres d'influence tels que l'entretien des souches microbiennes nécessaires à la réalisation de la norme NF-EN-ISO 11930, ou encore la formalisation des conditions d'un test d'usage.

► « Challenge test » : quel principe ?

Ce test consiste à mettre en contact des micro-organismes de référence

(trois bactéries, une levure et une moisissure) avec le produit cosmétique, puis d'examiner leur évolution après des temps de contacts définis (7, 14 et 28 jours). La protection antimicrobienne est considérée comme acceptable, en regard de la sécurité microbiologique d'une formule de produit cosmétique, si celle-ci présente une capacité de destruction des micro-organismes de référence selon des critères de réduction logarithmique prédéterminés

TABLEAU 1 : CRITÈRES D'ACCEPTION SELON NF-EN-ISO-11930
TABLE 1: ACCEPTANCE CRITERIA ACCORDING TO NF-EN-ISO-11930

Taux de réduction logarithmique <i>Logarithmic reduction rates</i>								
Micro-organismes <i>Microorganisms</i>	Bactéries <i>Bacteria</i>			Levure <i>Yeast</i>			Moisissure <i>Mould</i>	
Temps de contact <i>Contact time</i>	7 jrs/ <i>days</i>	14 jrs/ <i>days</i>	28 jrs/ <i>days</i>	7 jrs/ <i>days</i>	14 jrs/ <i>days</i>	28 jrs/ <i>days</i>	14 jrs/ <i>days</i>	28 jrs/ <i>days</i>
Critères A <i>A criteria</i>	≥ 3	≥ 3 et/and PA*	≥ 3 et/and PA*	≥ 1	≥ 1 et/and PA*	≥ 1 et/and PA*	≥ 0**	≥ 1
Critères B <i>B criteria</i>	Pas exigé <i>Not required</i>	≥ 3	≥ 3 et/and PA	Pas exigé <i>Not required</i>	≥ 1	≥ 1 et/and PA	≥ 0	≥ 0 et/and PA

* PA : Pas d'augmentation du nombre de micro-organismes par rapport au temps de contact précédent. / No increase in the number of microorganisms compared to the previous contact time.
** : Pas d'augmentation par rapport au nombre initial. / No increase compared to the initial figure. – Dans ces essais, une plage de 0,5log est acceptable / For these tests, a 0,5log range is acceptable.

Thus, the antimicrobial protection assessment, also called "challenge test" by microbiology specialists is now a legal requirement, with its results being published in the safety report. The Anemcoli⁽¹⁾, without waiting for this new regulatory issue, regularly published work to review the methodology and to issue recommendations for some steps of the challenge test. This work has already focused on the systematic

exploration of certain influencing parameters, such as the maintenance of microbial strains required for the NF-EN-ISO 11930 Standard, or the formalization of the conditions for a usage test.

► Challenge test: How does it work?

This test consists in placing into contact reference microorganisms

(three bacteria, yeast and mould) with the cosmetic product and then to control their evolution after defined contact times (7, 14 and 28 days). The antimicrobial protection is considered acceptable, with regards to the microbiological safety of a cosmetic formula, if it delivers a destruction capacity of reference microorganisms following predetermined logarithmic reduction criteria (see Table 1).

Biologique d'un produit cosmétique

Cosmetic product

Since the redrafting of European regulation (1223/2009) on cosmetic products, certain results of microbiological analyses previously considered as quality parameters, under the impulse of the legislature, were moved to the cosmetic product safety report (Annex 1) that comes with each cosmetic product placed on the European market. What are the consequences for cosmetic manufacturers?

(Cf. **Tableau 1**). De nouveaux travaux sont en cours, notamment sur l'impact du vieillissement des souches microbiennes sur leur résistance aux conservateurs antimicrobiens, molécules souvent présentes dans les produits cosmétiques, pour les préserver des invasions microbiennes tout au long de leur utilisation. En effet, il existe bien des méthodes pour explorer la résistance des

micro-organismes aux substances biocides (test phénol par exemple), mais celles-ci s'adressent à des molécules infiniment plus agressives (désinfectants/antiseptiques) que les conservateurs utilisés par le secteur cosmétique qui doivent concilier activité antimicrobienne et intégrité cutanée. Les souches proposées par ce test phénol ne sont pas non plus les plus pertinentes, en regard

de celles imposées par la norme NF-EN-Iso 11930. L'Anemcoli génère depuis de nombreuses années ses propres données et explore certains paramètres analytiques issus des travaux de ses adhérents pour tenter de mieux connaître le comportement des souches conservées selon la norme EN 12353, et s'assurer que leur résistance biologique reste stable tout au long de leur utilisation. La garantie

TABEAU 2 : CATÉGORIES DE PRODUITS TESTÉS
TABLE 2: CATEGORIES OF PRODUCTS TESTED.

Type de produit Product type	Information produit Product information
Fonds de teint Foundation	Certifié Ecocert, sans conservateur listé, flacon pompe 30 ml. Ecocert certified, no listed preservative, 30 ml pump bottle.
Gel moussant Foaming gel	Conservé avec du parabène et du sorbate de potassium, tube 200 ml. Preserved with paraben and potassium sorbate, 200 ml tube.
Crème de douche Shower cream	Produit sans conservateur, tube 200 ml. Unpreserved product, 200 ml tube.
Crème pour le visage Face cream	Conservé au phénoxyéthanol et à l'alcool benzylique ; Présence d'une quantité importante d'alcool sur la base du positionnement sur la liste INCI (début de la liste), flacon de 100 ml. / Preserved with phenoxyethanol and benzyl alcohol; presence of significant amount of alcohol based on INCI list positioning (beginning of the list), 100 ml jar.
Crème pour le visage et le corps Face and body cream	Certifié Ecocert, conservé avec du sorbate de potassium et du benzoate de sodium, flacon 200 ml. Ecocert certified, preserved with potassium sorbate and sodium benzoate, 200 ml jar.
Lotion rafraîchissante Refreshing lotion	Certifié Ecocert, stérilisation UHT, sans conservateur, flacon pompe 150 ml. Ecocert certified, sterilized through UHT process, without preservative, 150 ml pump bottle.
Lip gloss	Produit anhydre, sans conservateur avec un applicateur en caoutchouc. Anhydrous product, unpreserved with rubber applicator.

Further research work is under progress, in particular on the impact of ageing microbial strains with regards to their resistant to antimicrobial preservatives, molecules, which are often found in cosmetics, to preserve them from microbial invasions throughout their use. Indeed, while some methods exist to explore the resistance of microorganisms to biocidal substances (e.g.

phenol test), these methods are intended for far more aggressive molecules (disinfectants/antiseptics) than for the preservatives used in the cosmetic sector that must reconcile antimicrobial activity and skin integrity. Also, the strains used in the phenol test are not the most relevant, compared to those imposed by the NF-EN-ISO 11930 Standard. The Anemcoli has been producing for

many years now, its own data and explores certain analytical parameters resulting from the work of its members, in an attempt to better understand the behaviour of preserved strains according to the EN 12353 Standard, and ensure that their biological resistance remains stable throughout their use. The guarantee of this physiological stability is part of a reproducible evaluation of

de cette stabilité physiologique participe à une évaluation reproductible des formulations, avec comme corollaire, l'assurance d'une sécurité microbiologique encore meilleure pour les consommateurs.

► Test d'usage : recommandations

Ce travail ⁽²⁾ accessible sur le site de l'Anemcoli, décrit comment organiser le test d'usage et émet des recommandations, pour renforcer la pertinence des résultats. La précision de ces recommandations (ex : le délai maximum pour engager les contrôles de propreté au retour des produits utilisés par les panelistes, ou encore

leurs conditions d'échantillonnage) représente un gage de crédibilité pour les laboratoires qui souhaitent engager ce type de test, et participent indirectement à renforcer la sécurité microbiologique pour le consommateur des produits cosmétiques.

Pour guider les laboratoires, l'Anemcoli conseille de mener ce type d'étude sur un panel d'au moins 20 personnes et propose des critères d'évaluation du risque microbiologique en fonction des catégories de produits cosmétiques testés. Ces critères sont issus des analyses de données évoquées précédemment et reflètent donc une expérience réelle. Évidemment dans le contexte évolutif actuel des systèmes de conservateurs utili-

sés par l'industrie cosmétique, ces critères sont à considérer comme des références qui peuvent être à ajuster en fonction du contexte de développement du produit testé (Cf. **Tableaux 2 & 3**). La méthodologie décrite au travers de cette publication de l'Anemcoli, a depuis intégré le catalogue d'un prestataire de service, ce qui facilite encore plus son accessibilité, et renforce l'éventail des possibilités d'analyse de risque microbiologique pour les fabricants de produits cosmétiques. ■

⁽¹⁾ Association des anciens élèves de microbiologie des cosmétiques de Lille (see *Expression Cosmétique* N°42, p.179)

⁽²⁾ *Microbiological Stability of Cosmetics During Use* [www.CosmeticsandToiletries.com, Vol. 129, No. 4 | May 2014]

TABLEAU 3 : EXEMPLE DE CRITÈRES PROPOSÉS POUR DES PRODUITS AQUEUX
TABLE 3: EXAMPLE OF CRITERIA PROPOSED FOR WATER BASED PRODUCTS.

Premier test <i>First testing</i>		1 <5%	2 5 à/à 10%	3 11 à/à 25%	4 26 à/à 50%	5 >50%
Second test <i>Second testing</i>	A=Réduction <i>A=Reduction</i>	RU	RU	A	A	A
	B=pas de réduction <i>B=No reduction</i>	IP	IP	IP	IP	IP

A : Réduction / RU : Fiable pendant l'utilisation / IP : Préservation insuffisante
A: Reduction /RU: Robust During Use / IP: Insufficient preservation

« Il existe bien des méthodes pour explorer la résistance des micro-organismes aux substances biocides ».

"Some methods exist to explore the resistance of microorganisms to biocidal substances."

formulations, with as a corollary, the guarantee of even greater microbiological safety for consumers.

► Use test: Recommendations

This work ⁽²⁾, available on the website of the Anemcoli describes both how to organize the use test and issues recommendations to strengthen the relevance of results. The accuracy of these recommendations (e.g. the maximum time limit before beginning cleanliness controls after products used by panellists are returned, or their sampling conditions) represents a guarantee of credibility for laboratories wishing to undertake this type of test, and indirectly take part in the strengthening of the microbiological safety of cosmetics consumers.

To guide laboratories, the Anemcoli recommends conducting this type of study on a panel of at least 20 volunteers and offers criteria for assessing the microbiological risk according to the categories of tested cosmetics.

These criteria come from the previously mentioned data analyses and therefore reflect real experience. Obviously in the current context of changing environment for preservatives systems used in cosmetics, these criteria must be considered as references that can be adjusted depending on the context of development of the tested product (see **Tables 2 & 3**). The methodology described in this publication from the Anemcoli, has since integrated the catalogue of a service provider, which facilitates even more its accessibility and reinforces the range of possibilities offered to cosmetics manufacturers for their microbiological risk assessment. ■

⁽¹⁾ Association des anciens élèves de microbiologie des cosmétiques de Lille (see *Expression Cosmétique* N°42, p.179)

⁽²⁾ *Microbiological Stability of Cosmetics During Use* [www.CosmeticsandToiletries.com, Vol. 129, No. 4 | May 2014]