

ICS 71

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GDCDC

广东省日化商会团体标准

T/XXX XXXX—2023

化妆品去角质功效测试方法

Method for exfoliating effect of cosmetics

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省日化商会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 基本原则	1
5 第一法：角质剥脱法	2
5.1 原理	2
5.2 仪器和材料	2
5.3 测试环境和条件	2
5.4 测试方法	2
5.5 结果计算	3
5.6 结果判定	4
6 第二法：角质层染色法	4
6.1 原理	4
6.2 仪器、试剂和材料	4
6.3 试验环境和条件	4
6.4 测试方法	4
6.5 结果计算	6
6.6 结果判定	6
7 试验报告	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由广东省日化商会提出。

本文件由广东省日化商会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

化妆品去角质功效测试方法

1 范围

本文件规定化妆品去角质功效测试方法，包括术语和定义、基本原则、测试方法（角质剥落法、角质层染色法）和试验报告。

本文件适用于宣称去角质功效化妆品的功效测试。

注：实验室可根据能力条件及样品特点自行选择本文件其中一种测试方法开展测试化妆品，原料去角质功效评价可参照本标准

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《化妆品安全技术规范（2015年版）》 国家食品药品监督管理总局

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

去角质 Exfoliating

有助于促进皮肤角质的脱落或促进角质更新。

3.2

皮肤图像采集 Skin image acquisition

通过成像设备收集受试者各测试区域的皮肤图像构成信号分布信息（剥落指数、皮肤粗糙度和皮肤平滑度）。

3.3

色差值 Color difference value

表示颜色的差别大小，一般用 ΔE 评价颜色的差别。

3.4

皮肤角质层剥落指数 Skin exfoliation index

通过分析皮肤剥脱的速率和皮肤的形状可以评估皮肤的角质层剥落程度。

3.5

皮肤粗糙度 (Skin roughness, SEr)

表示皮肤的粗糙程度，老旧角质的堆积会增加皮肤粗糙度。

3.6

皮肤平滑度 (Skin smoothness, SEsm)

指皮肤的平滑程度，堆积角质的较少有利于改善皮肤平滑度。

4 基本原则

4.1 化妆品人体功效检验应符合国际赫尔辛基宣言的基本原则和《化妆品安全技术规范(2015年版)》人体功效评价检验方法基本要求，要求受试者签署知情同意书并采取必要的医学防护措施，最大程度地保护受试者的利益。

4.2 被测化妆品应为微生物学指标、有害物质限值和理化指标检验合格的产品。

4.3 化妆品人体功效检验之前应先完成毒理学检验及人体皮肤斑贴试验，并出具书面证明，试验不合格的样品不再进行人体功效检验。其中毒理学检验和人体皮肤斑贴试验的检测方法及合格判断标准均按照《化妆品安全技术规范（2015年版）》中的要求执行。

4.4 采用随机、盲法、对照试验。

5 第一法：角质剥脱法

5.1 原理

通过招募一定例数合格的受试者使用受试产品，采用图像测试评估的方式来观察产品使用前后皮肤角质脱落变化，从而评价使用去角质化妆品的功效性

5.2 仪器和材料

5.2.1 图像采集仪器及分析软件

图像采集像素不低于1280×1024 ppi。

分析软件具备分析分析皮肤表面形貌特征，得到皮肤粗糙度，光滑度等参数，以及能分析采集到的胶带上覆盖角质细胞的总面积百分比、角质细胞厚度层以及单一厚度层的百分比总和，获得脱落指数或跟等同于脱落指数等可以显示角质细胞脱落情况的参数。

5.2.2 材料

胶带：尺寸约为（2×2）cm²，厚度0.1mm。

5.3 测试环境和条件

5.3.1 测试环境温度保持（20±1）℃，相对湿度保持（50±10）%。

5.3.2 测试条件应保持一致，包括但不限于：光照条件、仪器参数设置、图像采集定位方式、图像分析软件的版本及参数设置等。

5.4 测试方法

5.4.1 受试者要求

5.4.1.1 人数

受试者有效例数不少于30人。

5.4.1.2 纳入标准

测试前应选择符合以下标准的受试者纳入：

- 选择健康的年龄 18 至 60 周岁的健康成年人；
- 受试者应选择肤色暗沉，皮肤粗糙，角质偏厚人群；
- 受试者无严重慢性消耗性疾病（如哮喘、糖尿病等）；
- 自愿参加试验，并遵守试验要求，能够按照试验方案的要求配合试验，签署知情同意书并按要求完成实验，在研究期间能保持生活的规律性，有不适应能够及时反馈者；
- 现在或最近一个月受试部位未参加其他临床试验者；
- 现在或最近一个月受试部位无使用去角质产品；
- 无严重系统疾病、无免疫缺陷或自身免疫性疾病者，受试部位没有接受过皮肤治疗、美容以及其他可能影响结果的测试。

5.4.1.3 排除标准

测试前应排除以下标准的受试者：

- 敏感皮肤人群（自觉敏感或乳酸刺痛试验阳性反应）或对胶带材质过敏人群；
- 目前处于怀孕或哺乳期妇女；
- 目前有服用药物，例如阿司匹林、含阿司匹林成分的药品、消炎药、抗过敏药、肾上腺皮质类固醇、β受体阻断剂（包括眼药水）、脱敏药等；
- 在近期因患以下疾病而入院治疗或咨询医生的：心肺、消化系统、神经系统、精神病、妇科疾病、泌尿系统、血液或内分泌方面的疾病（尤其胰岛素依赖型糖尿病）；

- 在近期有接受过抗过敏药物的注射，或有打算在研究进行期间接受抗过敏治疗；
- 不能配合试验者；
- 其他临床评估认为不适合参加试验者。

5.4.1.4 其他注意事项

受试者应同时注意以下事项

- 受试者测试期间禁止使用其他类型具有去角质功效的化妆品、不得采用任何外力磨砂棒等打磨测试部位皮肤，其他如化妆水、保湿乳或其他护理品可按以往习惯照常使用；
- 测试期间，受试者禁止摄入对测试结果存在影响或潜在影响的制剂（如抗炎药、感冒药、注射针剂）。若必要摄入时，应提前告知测试负责人，由测试负责人员判断该受试者是否适合继续参与测试；
- 禁止在测试期间进行激光秒斑、嫩肤等影响测试结果的美容术或治疗；
- 受试者在测试期间不能更换任何面部产品或改变护肤习惯。

5.4.2 样品

5.4.2.1 试验样品

试验组（侧）使用的试验样品为宣称去角质功效化妆品。

5.4.2.2 阴性对照

对照组（侧）使用无去角质功效成分的基质产品，与试验样品平行测试。

5.4.3 测试

5.4.3.1 按照要求招募入组合格志愿受试者，签署书面知情同意书。入组前根据入选和排除标准等询问受试者一系列关于疾病史、健康状况等问题，同时对试验部位皮肤状况进行符合性评估筛选，并记录。

5.4.3.2 根据产品使用部位，可选择测试部位为面部或躯干角质偏厚区域（手肘附近）。

5.4.3.3 根据临床测试随机原则，受试部位左、右侧随机分为样品侧或对照侧；或选择使用前对照设计。

5.4.3.4 受试者用清水简单清洁受试区域，并用无屑吸水干纸巾吸干，在符合标准的测试环境（温度 $20^{\circ}\text{C}\sim 22^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度:40%~60%）中静坐至少20min。静坐期间，受试者保持放松，受试部位暴露，避免触碰。

5.4.3.5 随机将受试部位设置为测试区和对照区，每个测试指标均由同一测试人员操作同一台仪器完成。工作人员按照产品使用方法，将适量样品涂于受试区域（ 3×3 ） cm^2 ，依据产品使用方法在受试部位使用产品，充分使用后用清水洗净测试区域，阴性对照区用阴性对照物参照测试区进行相同操作，纸巾轻轻擦拭干净受试区域。

5.4.3.6 分别在使用前、使用后不同时间点（至少等待30min）通过皮肤纹理表面分析系统采集测试区和对照区的皮肤数据（粗糙度SEr、平滑度SEsm等参数指标），随后将胶带贴于测试区和对照区，用恒定压力的压力棒按压一定的时间（约5s），移开后，撕开胶带，用图像采集设备分析胶带上粘附的鳞屑剥落指数。通过对比使用前与使用后，测试区与对照区的结果，评价受试物的去角质功效。

5.4.3.7 根据产品特点设定多个测量时间点、时间间隔及测试周期。回访可接受前后1天的误差。受试者使用受试产品应从测试开始日期按要求连续使用，直到测试结束前一天。当天开始涂抹人员依照产品使用说明书的频率在测试区域分别使用测试样品。测试期间只用清水清洗轻微冲洗测试部位，不得搓洗。

5.4.3.8 受试者在设定的测量时间点返回实验室，每个测量时间点操作均需一致，包括测试环境、人员及操作步骤。

5.5 结果计算

对分析参数进行描述性统计，包括均值，标准差，中位数等，各采样区域可单独统计。

计算分析参数的初始值/其他测量时间点/其他组间的数值，使用专业统计软件进行分析。

使用统计软件进行统计，如数据呈正态分布，采用t检验方法进行数据分析统计；如数据呈非正态分布，采用秩和检验方法进行统计。

5.6 结果判定

阳性结果：测试组（侧）使用产品与阴性对照相比任一时间点粗糙度或平滑度中的一个或多个，且剥落指数变化结果相比对照组（侧）有显著性改善（ $P < 0.05$ ），则说明样品具有去角质功效。

阴性结果：测试组（侧）使用产品与阴性对照相比任一时间点粗糙度或平滑度中的一个或多个，且剥落指数变化结果相比对照组（侧）无显著性改善（ $P \geq 0.05$ ），则说明样品无去角质功效。

6 第二法：角质层染色法

6.1 原理

采用二羟基丙酮（DHA）染色，DHA中的酮官能团可与皮肤角蛋白的氨基酸和氨基基团起反应形成褐色聚合物，使皮肤产生一种人造褐色颜色（美拉德反应），该反应只基于角质层。不会影响比角质层更深的皮肤结构。因此用来模拟皮肤表面角质层的染色。通过角质层染色后色差值的变化程度来评价产品的去角质效果。

6.2 仪器、试剂和材料

6.2.1 仪器

6.2.1.1 皮肤分光测色仪：主要利用仪器内部的标准光源照明被测物体，在整个可见波长范围内进行一次积分测量，直接测得透射或反射物体色的三刺激值和色品坐标，并可通过专用微机系统给出被测样品之间的色差值。

6.2.1.2 分析天平（精度0.1mg）。

6.2.2 试剂和材料

角质层染色法所需试剂盒材料如下：

- DHA（二羟基丙酮）；
- 干面纸巾；
- 乳胶手套；
- 滴管；
- 烧杯；
- 玻璃棒；
- 斑试器。

6.3 试验环境和条件

6.3.1 测试环境温度保持（ 20 ± 1 ）℃，相对湿度保持（ 50 ± 10 ）%。

6.3.2 试验过程中的测试条件保持一致，包括但不限于以下条件：

- 光照条件；
- 仪器参数设置；
- 图像采集定位方式；图像分析软件的版本
- 参数设置。

6.4 测试方法

6.4.1 受试者要求

6.4.1.1 人数

受试者有效例数不少于30人。

6.4.1.2 纳入标准

测试前应选择符合以下标准的受试者纳入：

- 年龄介于 18 至 60 周岁身体健康的男性或女性；
- 受试部位没有接受过皮肤治疗、美容以及有瘢痕、色沉、皮疹、红斑其他可能影响结果的因素；
- 受试者无严重慢性消耗性疾病的情况（哮喘，糖尿病等）；
- 无过敏性疾病，无化妆品等其它外用制剂（产品）过敏史者；
- 自愿参加试验，并遵守试验要求，有不适能够及时反馈者；
- 近一个月未参加其它临床试验者；
- 近一个月受试部位没有使用去角质产品、没有接受去角质或嫩肤治疗（药物、注射、激光等整形美容）。

6.4.1.3 排除标准

测试前应排除以下标准的受试者：

- 敏感皮肤人群（自觉敏感或乳酸刺痛试验阳性反应）或对染色剂（DHA）过敏人群；
- 目前处于怀孕或哺乳期妇女；
- 目前有服用药物，例如阿司匹林、含阿司匹林成分的药物、消炎药、抗过敏药、肾上腺皮质类固醇、 β 受体阻断剂（包括眼药水）、脱敏药等；
- 近期因患以下疾病而入院治疗或咨询医生的：心肺、消化系统、神经系统、精神病、妇科疾病、泌尿系统、血液或内分泌方面的疾病（尤其胰岛素依赖型糖尿病）；
- 在近期有接受过抗过敏药物的注射，或有打算在研究进行期间接受抗过敏治疗；
- 不能配合试验者；
- 其他临床评估认为不适合参加试验者。

6.4.2 样品

6.4.2.1 试验样品

试验组（区）使用的试验样品为宣称去角质功效化妆品。

6.4.2.2 阴性对照

对照组（区）使用无去角质功效成分的基质产品，与试验样品平行测试。

6.4.2.3 样品使用要求

样品使用要求如下：

- 提供样品量满足受试者累积使用量；
- 提供样品使用方法、使用手法、每次用量、使用频次、使用注意事项、使用记录表格；
- 研究员/受试者按要求按量使用样品，涂抹面积应不小于 9cm^2 ，涂抹量为 $(2.00 \pm 0.05)\text{mg}/\text{cm}^2$ ；
- 每个测试区之间的间隔应不小于 1.0cm ；
- 如需每天多次涂抹，每次涂抹间隔时间不小于 4 小时；
- 样品使用期间如出现不良反应，应立即停止使用产品，采取相应的医学保护措施，并将信息反馈给研究员，记录不良反应事件。

6.4.3 测定

6.4.3.1 受试部位测试前(2~3)天不能使用任何产品（化妆品或外用药品）；染色前，受试者先将测试部位用清水洗净，用干的面巾纸擦试干净，在恒温恒湿房间静坐（20~30）min。

6.4.3.2 选用直径适宜的斑试器，将斑试器中的滤片放入二羟基丙酮 DHA(10wt.%)的水溶液中，浸泡（5~10）min，每一个测试区域中斑试器圈内放入 1 个浸泡好的吸片。

6.4.3.3 由研究员为受试者粘贴斑试器，24h 后撕掉斑贴，避免水洗。

6.4.3.4 受试者撕掉斑贴 4 小时后进行测试，待测试区域皮肤染色恢复时进行。

注：一般可在受试者撕掉斑贴的后一天进行测试。

6.4.3.5 依照产品使用说明书的频率在两个测试区域分别使用测试样品、无功效成分基质；测试期间只用清水清洗轻微冲洗测试部位，不得搓洗。

6.4.3.6 测试前在恒温恒湿的环境休息（20~30）min后，期间不得喝水和饮料，手臂暴露，呈测试状态放置，保持放松。

6.4.3.7 用分光测色仪测试每个受试者的不同受试区域，记录坐标轴（L*，a*，b*值）。

注：实验期间应同一仪器同一个测试人员进行测试。

6.4.3.8 同一个受试者不同区域样品的涂抹由同一个涂抹人员进行涂抹，将样品（2.00±0.05）mg/cm²涂于受试区域，样品涂抹方法根据具体样品类型做适当调整。测试前，用大量清水洗净测试区域，纸巾轻轻擦拭干净受试区域；同步进行对照组操作。

6.4.3.9 当天开始涂抹人员依照产品使用说明书的频率在测试区域分别使用测试样品，连续使用测试产品不超过14天，不同测量时间点间隔应不少于1天。

6.4.3.10 每次回访时在恒温恒湿的房间静坐（20~30）min，用分光测色仪测试每个受试者的不同受试区域，记录L*，a*，b*值，并计算色差值（△E值）。

注：用同一仪器由同一个测试人员测试。

6.4.3.11 依照设定的回访时间点，进行产品区域和对照区域的测量，每个区域平行测定至少3次，结果取3次的平均值。

6.4.4 色差值计算公式

色差值计算公式如下：

$$\Delta E = \frac{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}}{2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

△E——色差值

L*，a*，b*——皮肤分光测试仪记录的坐标轴数值

6.5 结果计算

对分析参数进行描述性统计，包括均值，标准差，中位数等，各采样区域可单独统计。

计算分析参数的初始值/其他测量时间点/其他组间的数值，使用专业统计软件进行分析。

使用专用统计软件进行统计，如数据呈正态分布，采用t检验方法进行数据分析统计；如数据呈非正态分布，采用秩和检验方法进行统计。

6.6 结果判定

阳性结果：测试组（区）使用产品与阴性对照相比，△E值在任一时间点变化结果相比对照组（区）有显著性改善（P<0.05），则说明样品具有去角质功效。

阴性结果：测试组（区）使用产品与阴性对照相比，△E值在任一时间点变化结果相比对照组（区）无显著性改善（P≥0.05），则说明样品无去角质功效。

7 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- 识别被测样品所需全部资料，包括不限于样品编号、名称、生产批号、生产日期及保质期、生产及送检单位、样品 物态描述；
- 试验评价项目及评价起止时间；
- 评价依据；
- 试验材料和方法；
- 试验结果和结论；
- 评价日期；
- 受试者信息描述（筛选条件、完成回访和失访人数等）；
- 知情同意情况；
- 不良反应等相关信息；

——应有具有相关能力人员签批，并加盖检验单位检验检测专用章或公章。
