

团体标准

T/GDCDC 0XX —2021

化妆品舒缓功效测试方法

Test method for efficacy measurement of skin soothing cosmetic products

(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

2021 - XX - XX 发布

2021 -XX-XX 实施

广东省日化商会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定编写。
请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。
本文件由广东省日化商会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次发布。

化妆品舒缓功效测试方法

1 范围

本文件规定了化妆品舒缓功效测试的两种方法，包括术语和定义、基本原则、诱导人体皮肤红斑模型舒缓功效评价方法、人体开放使用舒缓功效测试方法、结果计算、结果判定和试验报告。

本文件适用于拟宣称舒缓功效的膏霜乳、液体、凝胶、泥、喷雾、贴、膜、冻干等化妆品的功效测试，实验室可根据能力条件及样品特点自行选择其中一种测试方法开展测试。

注：相关原料舒缓功效评价可参照本方法。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

敏感肌 (Sensitive skin)

特指皮肤在生理或病理条件下发生的一种高反应状态，主要发生于面部，表现为受到物理、化学、精神等因素刺激时皮肤易出现灼热、刺痛、瘙痒及紧绷感等主观症状，伴或不伴红斑、鳞屑、毛细血管扩张等客观体征。

3.2

舒缓 (Soothing)

有助于改善皮肤刺激等状态。

3.3

最小红斑反应 (Minimal erythema reactions)

通过3%十二烷基硫酸钠(Sodium lauryl sulphate, SLS) 水溶液敷贴引起皮肤清晰可见的红斑反应。

3.4

图像分析 (Image analysis)

图像分析操作可根据实验室使用的图像仪器设备或图像分析软件分析得出受试部位皮肤 a^* 值或皮下红区等同等代表意义不同描述的参数，实验室可根据产品特性及具体需求选择具体代表意义的参数进行对比分析。

3.5

皮肤图像采集 (Skin image acquisition)

受试者在每次来访时, 使用图像采集分析仪器对各测试区域分别进行图像采集并及时记录红斑指数。

3.6

皮肤经皮失水率测量 (Measurement of skin transepidermal water loss)

受试者在每次来访时, 用皮肤经皮失水测试仪分别对各测试区域测量TEWL值, 每个区域测试三次, 并记录。

3.7

皮肤红斑指数测量 (Measurement of erythema index)

受试者在每次来访时, 用红斑测试仪分别对各测试区域测量皮肤红斑值 (a*值/E值), 每个区域测试三次, 并记录。

3.8

皮肤敏感度测定 (Skin shooting test)

受试者在每次来访时, 用敏感测试仪器设备分别在各测试区域测量皮肤敏感(度)值指数, 并记录。

3.9

乳酸刺痛测试 (Lactic acid stinging test)

受试者在每次来访时, 将10% 乳酸溶液50 μ L 涂抹于双侧鼻唇沟及面颊, 分别在30s, 2.5min 和5min 时询问受试者的自觉症状, 并记录。

按4分法进行评分(0分为没有刺痛感, 1分为轻度刺痛, 2分为中度刺痛, 3分为重度刺痛)

4 基本原则

4.1 化妆品人体功效评价检验应符合国际赫尔辛基宣言的基本原则, 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 化妆品人体功效检验之前应先完成必要的毒理学检验及人体皮肤斑贴试验, 并出具书面证明, 人体皮肤斑贴试验不合格的产品不再进行人体功效检验。

4.3 采用随机盲法对照试验。

5 诱导人体皮肤红斑模型舒缓功效评价方法

5.1 原理

利用人工诱导皮肤红斑反应: 在封闭性的条件下, 用3%十二烷基硫酸钠(SLS)水溶液斑贴作用于皮肤24小时后, 将斑贴去除。通过测量皮肤在诱导后及使用产品后不同的皮肤特征参数(经表皮失水率

和或皮肤红斑指数)，评价产品舒缓功效。

5.2 仪器、试剂与材料

5.2.1 测试仪器

5.2.1.1 图像采集分析仪器（具有可见光/偏振光滤镜的拍摄系统）/高清数码相机（像数不低于1500万）：具有高清像素的二维或三维图像采集功能。

5.2.1.2 分析软件：图像分析仪器自带或能分析皮肤红区 a^* 值或同等泛红程度数据功能软件。

5.2.1.3 皮肤敏感度测试仪或同等测量皮肤敏感度测试仪器。

5.2.1.4 测量仪器：经皮水分流失测试仪/皮肤测量系统经皮水分流失探头或同等经皮失水测量功能仪器。

5.2.1.5 测量仪器：皮肤红斑指数测试仪/皮肤色差仪/皮肤色度仪或同等皮肤红斑指数测量功能仪器。

5.2.2 试剂与材料

5.2.2.1 十二烷基硫酸钠（sodium laurylsulphate, SLS）纯度99%，分析纯，用蒸馏水配制成3%SLS水溶

5.2.2.2 75%医用消毒乙醇：乙醇根据体积分数与去离子水配制而成。用于清洁仪器

5.2.2.3 蒸馏水

5.2.2.4 合格斑试器及配套滤纸片（规格：5mm）

5.2.2.5 低敏医用胶带

5.3 试验环境及条件

5.3.1 测试环境温度保持 $(21 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，相对湿度保持 $(50 \pm 10)\%$ 。

5.3.2 测试过程中，任何一个测试时间点的测试条件应保持一致，如测试者、场所、仪器等。

5.4 测试方法

5.4.1 受试者要求

5.4.1.1 受试者人数

受试者人数有效例数应不低于30例。

5.4.1.2 纳入标准

受试者纳入应符合以下标准。

——选择健康的年龄18至60周岁的健康成年人；

——受试者无严重慢性消耗性疾病（如哮喘、糖尿病等），无皮肤病变、炎症、湿疹等；

——能够按照试验方案的要求配合试验，在研究期间能保持生活的规律性；

——双前臂屈侧皮肤完好，没有任何疤痕、损伤，肤色不均等影响评估因素；

——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；

——近一月内未曾使用激素类药物及免疫抑制剂者；

——现在或最近三个月受试部位未参加其他临床试验者；

——受试者能按要求完成实验并签署知情同意书。

5.4.1.3 排除标准

应排除以下情况的受试者。

- 目前处于孕期或哺乳期的女性；
- 受试部位有皮炎、瘢痕或严重毛囊炎等疾病并可能对实验结果造成影响；
- 双前臂屈侧皮肤患有炎症性皮肤病临床未愈者；
- 近一周使用抗组胺药或近一个月内使用免疫抑制剂者；
- 免疫缺陷或自身免疫性疾病患者；
- 体质为高度敏感者；
- 近一个月受试者参加相关或其他临床实验或口服激素类药物等可能会影响测试结果的活动。

5.4.2 受试者其他注意事项

测试期间，受试者应同时注意以下事项。

- 测试区域禁止使用除测试产品外的任何产品；
- 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。

5.4.3 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。

5.4.4 利用 3%SLS 溶液诱导人体特应性皮炎模型

5.4.4.1 按照入组标准，筛选符合纳入标准的合格的志愿受试者入组，受试者自愿签署知情同意书。受试者应在恒温恒湿环境中（ $50\% \pm 10\%$ ， $21^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ）休息30分钟后再开展测试。在受试者双前臂屈侧处，根据随机要求在左或右前臂屈侧标记受试区域，受试面积不得少于 $(3 \times 3)\text{cm}^2$ 。受试区域根据随机选择分为测试区、阴性对照区及空白对照区。

5.4.4.2 将 $(0.020-0.025)\text{mL}$ 的诱导物（质量分数为3%的SLS溶液）置于滤纸片，放入斑试器小室内。将加有诱导物的斑试器用低致敏胶带贴敷于受试者的预设受试区，用手掌轻压使之均匀地贴敷于皮肤上，持续24小时。

5.4.4.3 移除斑试器后的6小时为皮肤红斑诱导反应期，不作任何处理。

5.4.5 测定

5.4.5.1 皮肤红斑诱导反应期后，受试者在恒温恒湿的环境 $(21 \pm 1)^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $(50 \pm 10)\%$ 下休息不少于30分钟，测试期间不能喝热饮料或食用热的食物，受试部位不得沾水和触碰。

5.4.5.2 由专业研究员对受试者诱导受试部位的皮肤状况进行询问和检查，研究员应对最小红斑反应作出判断，应剔除一致性差的测试区（无红斑反应、红斑反应异于其他测试区）。

5.4.5.3 在恒温恒湿环境休息后,使用高清相机对各测试区皮肤颜色及状态进行图像采集、测量皮肤敏感度、经皮失水率、皮肤红斑指数,并将测试数据记录。

5.4.5.4 派发测试产品,并详细告知受试者使用方法和注意事项。

5.4.5.5 当天开始受试者按要求在各红斑反应测试区使用产品,连续使用测试产品至少10天,在使用产品后(5±1)天、(10±1)天应对皮肤颜色及状态进行图像采集、测量等测试,并记录。

5.4.5.6 待测试完成后,统一导出测试图像进行预设受试区域图像指标分析,并记录。

6 人体开放使用舒缓功效测试方法

6.1 原理

通过乳酸刺痛测试筛选出皮肤不耐受人群,通过测量皮肤使用产品前及后不同的皮肤敏感度、皮肤特征参数(经表皮失水率和皮肤红斑指数),评价产品舒缓功效。

6.2 仪器、试剂与材料

6.2.1 测试仪器

6.2.1.1 图像采集分析仪器(具有可见光/偏振光滤镜的拍摄系统)/高清数码相机(像数不低于1500万):具有高清像素的二维或三维图像采集功能。

6.2.1.2 分析软件:图像分析仪器自带或能分析皮肤红区a*值或同等泛红程度数据功能软件。

6.2.1.3 皮肤敏感度测试仪或同等测量皮肤敏感度测试仪器。

6.2.1.4 测量仪器:经皮水分流失测试仪/皮肤测量系统经皮水分流失探头或同等经皮失水测量功能仪器。

6.2.1.5 测量仪器:皮肤红斑指数测试仪/皮肤色差仪/皮肤色度仪或同等皮肤红斑指数测量功能仪器。

6.2.2 试剂与材料

6.2.2.1 乳酸溶液:配制成体积浓度为10%乳酸溶液

6.2.2.2 生理盐水

6.2.2.3 75%乙醇:乙醇根据体积分数与去离子水配制而成。用于清洁仪器探头。

6.2.2.4 化妆棉/医用棉签

6.3 试验环境及条件

6.3.1 测试环境温度(21±1)℃,相对湿度保持(50±10)%;

6.3.2 测试过程中,任何一个测试时间点的测试条件应保持一致,如测试者、场所、仪器等。

6.4 测试方法

6.4.1 受试者人数

受试者人数有效例数应不低于30例。

6.4.1.1 纳入标准

受试者纳入应符合以下标准。

——选择健康的年龄18至60周岁的健康成年人;

——受试者无严重慢性消耗性疾病(如哮喘、糖尿病等),无皮肤病变、炎症、湿疹等;

——皮肤属于轻度或中度不耐受者;

- 乳酸刺痛筛选试验呈阳性者；
- 受试者处于敏感肌的非发病期；
- 能够按照试验方案的要求配合试验，在研究期间能保持生活的规律性；
- 颜面部皮肤完好，没有任何疤痕，损伤，肤色不均等影响评估因素；
- 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；
- 近一月内未曾使用激素类药物及免疫抑制剂者；
- 现在或最近三个月受试部位未参加其他临床试验者；
- 受试者能按要求完成实验并签署知情同意书。

6.4.1.2 排除标准

受试者排除标准如下。

- 目前处于孕期或哺乳期的女性；
- 受试部位有皮炎、瘢痕或严重毛囊炎等疾病并可能对实验结果造成影响；
- 受试者受试部位患有炎症性皮肤病临床未愈者；
- 近一周使用抗组胺药或近一个月内使用免疫抑制剂者；
- 免疫缺陷或自身免疫性疾病患者；
- 体质为高度敏感者；
- 近一个月受试者参加相关或其他临床实验或口服激素类药物等可能会影响测试结果的活动。

6.4.2 受试者其他注意事项

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舒缓功效的化妆品，其他如化妆水、保湿乳或其他护肤品可按以往习惯正常使用；
- 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。

6.4.3 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；
- 受试者按要求按量使用样品。

6.4.4 半主观评价乳酸刺痛筛选试验

6.4.4.1 在室温下，用医用棉签/化妆棉蘸取50 μ L10%乳酸溶液涂抹于任意一侧鼻唇沟，同时将生理盐水涂抹于另外一侧，分别在涂抹后30秒，2.5分钟和5分钟时询问受试者的自觉症状，按4分法进行评分，并将两侧（10%乳酸侧和生理盐水对照侧）总分数相减，差值 \geq 3分者为乳酸刺痛反应阳性。

注1：4分法评分级别：0分为没有刺痛感，1分为轻度刺痛，2分为中度刺痛，3分为重度刺痛。

6.4.4.2 乳酸刺痛筛选试验阳性受试者按入组要求入组，应冗余招募以确保有效例数不低于30。

6.4.4.3 确认受试者对测试内容、回访日期、样品使用方法已全部知悉后，签署知情同意书，开始进行

测试。

6.4.4.4 根据临床试验盲法原则，设定盲法类型；同一试验，所有受试者的测试评估部位应统一。

6.4.4.5 试验开始前，受试者应有两周脱洗期。

6.4.4.6 到访当天，受试者的受试区域不能涂抹任何产品，由实验室提供不具有任何功效的脸部清洁产品给受试者清洁颜面部后，受试者在恒温恒湿环境下休息至少30分钟。

注2：清洗目的为了保持测试部位洁净，并尽可能避免因外环境影响导致的误差；每个测试时点的清洁方式（清洁产品及水温等要素）应保持一致。

6.4.5 测定

6.4.5.1 由专业研究员对受试者的既往化妆品使用史、皮肤特征状态及身体健康状况进行询问和检查，并对其进行纳入。

6.4.5.2 在恒温恒湿环境休息后，使用面部图像分析仪（或高清相机）对颜面部进行图像采集，测量皮肤敏感度、经皮失水率、皮肤红斑指数并将测试数据记录。

6.4.5.3 完成颜面部指数测定后，利用乳酸刺痛测试测定皮肤敏感性，并记录分值。

注3：“皮肤敏感度测试仪器测量皮肤敏感度”和“乳酸刺痛测试测定皮肤敏感性”选其一即可。

6.4.5.4 研究员按要求派发受试产品，并详细告知受试者使用方法和注意事项。样品组与对照组随机分布。受试者按照《样品使用说明》使用样品，样品的使用应完全覆盖受试区域。

6.4.5.5 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，直到试验结束前一天。

6.4.5.6 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，包括试验环境、人员及操作步骤。

6.4.5.7 样品使用期间如受试者皮肤出现不良反应，应立即停止使用产品，采取相应的医学保护措施，记录不良反应事件。

7 结果计算

7.1 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。

7.2 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。

7.3 如数据呈正态分布，采用t检验或方差分析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。

7.4 统计方法均采用双尾检验，检验水平 $\alpha=0.05$ 。

8 结果判定

8.1 阳性结果

测试组（侧）使用产品前后或与阴性对照相比图像分析参数值、皮肤敏感（度）值、皮肤特征参数（皮肤经皮失水率、皮肤红斑指数）任一变化结果相比有显著性改善（ $P<0.05$ ），则说明样品具有舒缓功效。

8.2 阴性结果

测试组（侧）使用产品前后或与阴性对照相比图像分析参数值、皮肤敏感（度）值、皮肤特征参数（皮肤经皮失水率、皮肤红斑指数）任一变化结果相比对照组（侧）无显著性改善（ $P>0.05$ ），则说明样品不具有舒缓功效。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容。

- 识别被测样品及对照样品所需信息，包括但不限于产品名称、性状、生产日期、保质期/限用日期、批号等。
- 试验整体信息（包括但不限于以下内容）：产品信息、测试环境、测试起止时间、评价项目、评价依据、材料和方法、结果和结论、评价日期、受试者（或消费者）信息描述（筛选条件及完成和失访人数等）、不良反应等相关信息。
- 试验结果：包括每位受试者每个测量时间点的测试结果、数据处理情况等。
- 试验结论：根据统计结果得出被测样品是否具有舒缓功效。
- 报告应有具有相关能力人员签批并加盖检测专用章/公章，其中检验结果以表格形式给出。

附录 A
(资料性)
化妆品功效评价方法报告示例

下面给出了化妆品舒缓功效测试方法检验报告的示例。

示例：

报告编号：

样品中文名称	_____	样品数量及规格	_____
产品外文名称	_____	生产日期或批号	_____
颜色和物态	_____	保质期或限期使用日期	_____
受理日期	_____	检验起止日期	_____
检验项目	_____		
检验依据	_____		
委托单位	_____		
地址	_____		
生产企业	_____		
地址	_____		

一、材料和方法

1. 被测物：化妆品终产品原物或终产品混合物。
2. 对照品：
3. 受试者：共____人，男____人，女____人，年龄____至____岁，平均年龄____±____岁，符合受试者志愿入选标准。
4. 仪器设备：
5. 检验方法：
6. 检测环境：

二、检验结果

三、检验结论

四、试验产品及对照检测结果记录表。

附录 B
(资料性)

化妆品舒缓功效测试方法试验产品及对照检测结果记录表示例

下面给出了化妆品舒缓功效测试方法试验产品及对照检测结果记录表示例。

示例：

化妆品舒缓功效测试方法试验产品及对照检测结果记录表

受试物	受试者 编号	姓名 (首字母)	性 别	年 龄	使用前		使用后					
							DX		DX		DX	
					测量 参数	测量 参数	测量 参数	测量 参数	测量 参数	测量 参数	测量 参数	测量 参数
试 验 产 品	01											
	02											
	03											
	04											
	05											
	06											
	07											
	08											
	09											
	10											
											
	平均值 \bar{X}											
	标准差 SD											
对 照 产 品	01											
	02											
	03											
	04											
	05											
	06											
	07											
	08											
	09											
	10											
											
	平均值 \bar{X}											
	标准差 SD											

注：计量资料数据结果表