ICS

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GDICST

广东省化妆品科学技术研究会团体标准

T/GDICST XXXX—2023

粉类防晒化妆品 SPF 值体外测定方法

Determination of SPF Value of Sunscreen Powder in vitro

(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

广东省化妆品科学技术研究会 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 原理	1
5 仪器和材料	1
6 测试方法	2
7 结果计算	2
附 录 A （规范性） PMMA 板要求	5
附 录 B （资料性） t 临界值表	6
参 考 文 献	7

内部讨论资料，严禁非授权使用

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××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

内部讨论资料，严禁非授权使用

粉类防晒化妆品 SPF 值体外测定方法

1 范围

本文件规定了粉类防晒化妆品SPF值的体外测定方法。
本文件适用于具有防晒功效的粉单元制剂类化妆品（如散粉、粉饼等）。

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版）
SN/T 5150-2019 防晒化妆品UVA光防护效果体外测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 紫外线波长 Ultraviolet wavelength

短波紫外线 (UVC): 200 nm ~ 290 nm

中波紫外线 (UVB): 290 nm ~ 320 nm

长波紫外线 (UVA): 320 nm ~ 400 nm

[来源: 化妆品安全技术规范（2015版）第八章之2]

3.2 防晒指数 (Sun protection factor, SPF)

引起被防晒化妆品防护的皮肤产生红斑所需的最小红斑量与未被防护的皮肤产生红斑所需的最小红斑量之比，为该防晒化妆品的SPF。

[来源: 化妆品安全技术规范（2015版）第八章之2]

3.3 体外 SPF 计算值 SPF in vitro

表征防晒化妆品抵御诱导红斑产生的紫外线能力的参数，通过体外吸收光谱计算得到。

[来源: SN/T 5150-2019, 2.2]

3.4 临界波长 Critical λ (λ_C)

在UV照射后的样品吸收光谱上，从290 nm 至某一波长 λ_C 的吸收光谱曲线下面积为整个吸收光谱（290 nm-400nm）曲线下面积的90%时，此波长 λ_C 即为临界波长。

[来源: SN/T 5150-2019, 2.11]

4 原理

本文件是基于涂布于载体上的粉类防晒样品涂层的紫外透光度/吸光度的测试方法，以评价粉类防晒化妆品抵御中波紫外线（SPF值）的效果。根据防晒化妆品中紫外线吸收剂和屏蔽剂阻挡紫外线的性质，将受试物均匀涂布于特殊载体上，测量涂布后紫外吸收光谱可用于表征受试物防晒能力。经验证，利用本文件测试的SPF值与人体试验获得的SPF值具有相关性，可用于预测人体SPF值。

5 仪器和材料

5.1 SPF 测定仪

波长范围：290nm-400nm；具有测定及记录 λ_C 的功能。

5.2 分析天平

精度为0.0001 g。

5.3 载体/样品板

一面粗糙的PMMA板（聚甲基丙烯酸甲酯），可承载粉类防晒化妆品形成均匀的样品涂层。样品板允许有效涂布面积需大于16 cm²，其性能需满足附录A的要求。

5.4 溶剂

矿物油。

注：也可使用满足防晒性能检测要求的其它溶剂

6 测试方法

6.1 仪器设备校准和样品板验证

6.1.1 按仪器说明书校准和测量光源强度、波长准度及负载样膜玻璃板的紫外吸收等，并应满足仪器说明书的要求。

注：按仪器提供的参考标准样品（SPF4、SPF15等）进行SPF值校正。

6.1.2 根据附录 A 对测试用 PMMA 板透光性能进行验证。

6.2 “空白”板的吸光度测量

在室温（20℃～30℃），40%～60%相对湿度下，取一定量矿物油涂布于PMMA板粗糙面上，使其刚好完全覆盖PMMA板表面（50 mm×50 mm的PMMA板约需矿物油0.1 mg/cm²的量）作为“空白”板。测试“空白”板的吸光度，并以此为基线值进行后续吸光度的测试。

6.3 样品涂布

在室温（20℃～30℃），40%～60%相对湿度下，将防晒产品按照0.3 mg/cm²的量涂布于6.2的“空白”PMMA板的粗糙面上，涂布面积不小于16 cm²。涂布粉类防晒样品时，应将测试样品均匀的添加于整个PMMA板表面，立即用戴乳胶手套的指尖进行样品涂布。样品涂布分为两步：首先，采用划圈的方式，尽可能快的将样品均匀涂布于整个样品板表面；然后以水平和垂直交替的方式将样品涂布于样品板表面。涂布后的样品在暗处静置20 min。（可选用适合的制样方法）

注：如选用其它的溶剂，涂样量宜经验证（可均匀涂布样品板表面）

6.4 样品板的吸光度测量

利用SPF测定仪在290nm～400 nm 范围内测试样品板的吸光度，扫描间隔1 nm。每样品片测试点不少于4个。

6.5 样品板数量的测定

每个测试样品制备并测试不少于4块样品板，并记录结果，计算所有样品板的SPF值的平均值，SD值、CI%值。

7 结果计算

7.1 粉体防晒样品的 SPF 值

根据公式（1）计算每一样品板的SPF值，根据公式（2）计算该粉体防晒样品的体外SPF值，结果保留一位小数。

$$SPF' = \frac{\int A(\lambda)E(\lambda)d\lambda}{\int A(\lambda)E(\lambda)/MPF(\lambda)d\lambda} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

SPF' ——每一块样品板的 SPF 值；

$E(\lambda)$ ——太阳辐射光谱；

$A(\lambda)$ ——红斑效应谱；

$d\lambda$ ——波长间隔（1 nm）；

$MPF(\lambda)$ ——单色防护系数， MPF 约等于在对应的波长处样品薄膜的透光率的倒数。

$$SPF = \frac{\sum_{i=1}^n SPF_i'}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

SPF ——体外 SPF 值，即所有样品板 SPF 的算术平均值；

n ——样品板的数量

7.2 临界波长值 λ_c

根据公式（3）计算每一样品板的临界波长，根据公式（4）计算所有样品板临界波长的算术平均值为该防晒样品的临界波长，结果保留一位小数。 $\lambda_c \geq 370$ nm，表示该防晒样品具有广谱防晒效果。

$$90\% = \int_{290}^{\lambda_c} A(\lambda) d\lambda / \int_{290}^{400} A(\lambda) d\lambda \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$A(\lambda)$ ——波长为 λ 时的吸光度。

$$\lambda_c = \frac{\sum_{i=1}^n \lambda_{ci}}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

λ_{ci} ——每一样品板的临界波长值；

n ——样品板的数量。

7.3 结果有效性

7.3.1 试验结果应满足 7.3.2、7.3.3、7.3.4 的要求。

7.3.2 加样后应反复来回涂布样品以保证涂布均匀性，同一玻片上至少应有 4 个测试点，不同测试点之间 λ_c 的相对标准偏差公式（5）不得大于 1%。

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

RSD —— 相对标准偏差；

SD —— 标准差；

$\bar{x}$ —— 平均值。

7.3.3 每个样品应涂布至少 4 片玻片进行测定，且应满足公式（6）的要求：

$$\lambda_{c_{max}} - \lambda_{c_{min}} \leq 2 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\lambda_{c_{max}}$ ——样品板测得的最大临界波长值（nm）；

$\lambda_{c_{min}}$ ——样品板测得的最小临界波长值（nm）；

7.3.4 测试开始时设定初始 n' 个样品板（ $n' \geq 4$ ）。在样品板数为 n' 的情况下，如果计算得到的 $CI_{n'}$ [%] > 17%，应继续增加样品板，直到 $CI_{n'}$ [%] ≤ 17%。如果在测试 10 个有效样品板后仍无法满足该标准，则该实验失败，应重新进行测试。 CI 值的计算见公式（7）。

$$CI\% = \frac{t \times SD \times 100}{SPF \times \sqrt{n}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

n —— 样品板总数；

- SD —— (Standard Deviation, SD) 样品板数为n时SPF值的标准差;
c —— 置信区间;
T —— 样品板数为n时的双尾t值, P=0.05, 可参考附录B;
SPF —— 体外SPF值, 即所有样品板SPF值的算术平均

内部讨论资料, 严禁非授权使用

附录 A
(规范性)
PMMA 板要求

A.1 样品板类型

表面参数符合表A.1要求的表面粗糙的PMMA板，可用于本标准。

A.2 样品板表面粗糙度

利用非接触方式，至少在10mm×5mm 区域内每隔15 μm测试PMMA板表面轮廓特征，通过计算得到表面粗糙度参数（Ra、Rv、Rdp、Al、SSc、Vw）。

A.3 样品板表面粗糙度参数

PMMA板表面粗糙度参数应达到表A.1中要求。

表 A.1 样品板表面粗糙度参数要求

参数	Ra	Rv	Rdq	Al	SSc	Vw
目标值	4.853	13.042	11.122	239.750	0.033	1.044E-06
上限	5.170	13.669	12.411	284.256	0.046	1.663E-06
下限	4.535	12.414	9.833	195.255	0.020	4.248E-07

A.4 样品板光学特性**A.4.1 概述**

在每批次PMMA板中选择有代表性的样品板，利用甘油或改性甘油（见表A.2）进行透光度性能测试，确保其符合要求。

表 A.2 改性甘油溶液

成分	质量分数%
甘油	90.0
月桂基硫酸钠溶液（1%SLS 水溶液）	10.0

A.4.2 方法

A.4.2.1 用指尖将大约15 mg的甘油或改性甘油均匀涂布于PMMA板粗糙的一面，去除多余的甘油，处理后的PMMA板为透明的“空白”板。

A.4.2.2 利用紫外线分光光度计，以空气为参比，在290 nm~400 nm 测试甘油或改性甘油处理的PMMA板的吸光度（或透光度，单位%）。

A.4.3 透光度要求

用甘油或改性甘油处理的PMMA板的透光度要求如下：

- 290 nm波长下透光度>60%；
- 300 nm波长下透光度>69%；
- 320 nm波长下透光度>81%。

附录 B
(资料性)
t 临界值表

B.1 t 临界值

样本数为n时的双尾t值， $p=0.05$ ，自由度 $v=(n-1)$ 。

表 B.1 t 临界值表

n	4	5	6	7	8	9	10
t 值	3.182	2.776	2.571	2.447	2.365	2.306	2.262

内部讨论资料，严禁非授权使用

参 考 文 献

- [1] Dutra E A , Daniella Almana Goncalves da Costa e Oliveira, Kedor-Hackmann E R M , et al. Determination of sun protection factor (SPF) of sunscreens by ultraviolet spectrophotometry[J]. Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, 2004, 40(3).
- [2]程艳, 董益阳, 王军兵,等. 化妆品防晒效果测试方法分析与比较[J]. 日用化学品科学, 2008, 31(7):3.
- [3]Fageon L , Moyal D , Coutet J , et al. Importance of sunscreen products spreading protocol and substrate roughness for in vitro sun protection factor assessment[J]. International Journal of Cosmetic Science, 2010, 31(6):405-418.

内部讨论资料，严禁非授权使用