

团 体 标 准

T/GDCA 037—2024

发用产品修护功效测评方法（体外法）

Method for evaluating the repair efficacy of hair products (in vitro method)

2024 - 02 - 21 发布

2024 - 03 - 21 实施

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。

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专利的责任。

本文件由广东省化妆品学会提出。

本文件由广东省化妆品归口。

本文件起草单位：广州质量监督检测研究院、广州德谷个人护理用品有限公司、广州环亚化妆品科技股份有限公司、澳宝化妆品（惠州）有限公司、广东三好科技有限公司、广东雅丽洁精细化工有限公司、广州丝芬化妆品有限公司、广州华淼检测服务有限公司、曼秀雷敦（中国）药业有限公司、彭氏（惠州）实业发展有限公司、前研化妆品科技（上海）有限公司、上海奥利实业有限公司、深圳杉海创新技术有限公司、上海微谱检测科技集团股份有限公司、珠海市国生健康科技有限公司、广东工业大学、珠海市大美湾化妆品创新研究院。

本文件主要起草人：李露、梁嘉恩、陈默、练秋婵、何惠、杨杏、李维锋、黄坛杰、蔡彬弟、刘媛、金学迎、黄水亮、池水兴、钱佳、苏娟、廖雅、黄肖楠、杜志云、杨露、彭奕、谭雯怡。

发用产品修护功效测评方法（体外法）

1 范围

本文件规定了一种使用离体真人发束测评发用产品修护功效的测评方法。

本文件适用于发用产品修护功效的评价，发用产品包括但不限于洗发水、护发素、发膜、护发喷雾、精油等。

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。

GB 5749 生活饮用水卫生标准
《化妆品分类规则和分类目录》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

修护功效 repair efficacy

有助于维护施用部位（毛发）保持正常状态。

[来源：《化妆品分类规则和分类目录》]

3.2

毛鳞片评分 cuticle score

依据评分标准对发丝毛鳞片的脱落程度进行评分。

3.3

梳理性 combability

头发容易被梳理的程度，通常用梳理力或梳理功来衡量。

3.4

梳理力 combing force

梳子从发束的发根开始往发梢方向梳头发的过程中受到的阻力。

3.5

梳理功 combing work

梳子从发束的发根开始往发梢方向梳头发的过程中所做的功。

4 基本原则

4.1 本文件采用体外试验方法。

4.2 采用随机、对照试验原则，对照设计采用平行对照。

5 原理

5.1 由于头发受到日常生活中烫发、漂染、日晒、梳理、电吹风等影响，毛鳞片会受损而翘起或脱落，从而使头发干枯、失去光泽。本方法对体外发束进行损伤处理，采用扫描电子显微镜观察毛鳞片并进行评分，通过比较样品组和对照组的毛鳞片评分值来评价试验样品对头发的修护功效。

5.2 头发受损后，脂质流失，毛鳞片变得翘起、脱落，就会导致头发变得粗糙，头发表面摩擦力增加，梳理力和梳理功增加。本方法对体外发束进行损伤处理，用梳理仪模拟梳理头发的场景，通过力量感

应器测量梳理力并计算梳理过程中所做的功。通过比较样品组和对照组使用样品前后的梳理性（梳理力或梳理功）来评价试验样品对头发梳理性的改善，进而评价试验样品对头发的修护功效。

6 仪器、试剂与材料

6.1 仪器

- 6.1.1 电子天平（精度 0.001 g）；
- 6.1.2 扫描电子显微镜，可放大 800~1000 倍观察发丝毛鳞片；
- 6.1.3 梳理仪，可以测量梳理力，计算梳理功；
- 6.1.4 恒温水浴槽（精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ）；
- 6.1.5 电吹风，功率（1600~2200）W。

6.2 试剂与材料

- 6.2.1 十二烷基硫酸钠，化学纯或以上规格；
- 6.2.2 离体真人发束，规格一致，重量偏差 $\pm 2\%$ ；
- 6.2.3 梳子：金属材质，齿间距（0.9~1.1）mm，梳齿长度（2~3）cm；
- 6.2.4 计时器；
- 6.2.5 温湿度计；
- 6.2.6 直尺或其他长度测量工具；
- 6.2.7 纯棉毛巾或吸水纸。

7 试验环境及条件

- 7.1 试验环境：温度（ 22 ± 2 ） $^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度（ 50 ± 10 ）%；
- 7.2 自来水应符合 GB 5749 的规定，流量（2~2.5）L/min；
- 7.3 测试过程中，任一测试指标的测试条件应保持一致，如测试者、场所、仪器参数、梳子、发束的批次规格、电吹风的规格等。

8 试验方法

8.1 毛鳞片评分

- 8.1.1 配制质量浓度为 1%的十二烷基硫酸钠水溶液，将溶液置于烧杯中，并在恒温水浴槽中加热至（ 37 ± 1 ） $^{\circ}\text{C}$ 。取 3 束发束，将发束浸没于溶液中浸泡 30min（发束与溶液质量比为 1:10），然后用梳子梳理通顺，在自来水下冲洗干净，用毛巾或吸水纸印干水分，置于温度（ 22 ± 2 ） $^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度（ 50 ± 10 ）%的环境中悬挂晾干。
- 8.1.2 将发束随机分为样品组发束、对照组发束和正常头发，对样品组和对照组发束进行损伤处理，损伤程序可参考附录 A，也可购买受损发束。正常头发不作损伤处理。
- 8.1.3 依据产品的使用说明或参照附录 B 处理样品组发束、对照组发束和正常头发。
- 8.1.4 用毛巾或吸水纸将发束印干水分，然后由同一测试人员用梳子梳理 30 次（发束正反面各梳理 15 次），梳理速度（20~25）cm/s。
- 8.1.5 将发束悬挂于距离电吹风风筒 10cm 处，开启热风，发束正反面各吹 2min。
- 8.1.6 由同一测试人员用梳子梳理发束 30 次（发束正反面各梳理 15 次），梳理速度（20~25）cm/s。
- 8.1.7 步骤 8.1.3~8.1.6 至少进行五轮。
- 8.1.8 从每组发束中各随机取 7 根直径为（70~100） μm 的发丝，从发丝中间截取约 5mm，每根发丝随机选取两个位点，用扫描电子显微镜放大 800~1000 倍拍照。每个位点拍摄一张照片，共拍摄 14 张照片，对每张照片进行评分。评分标准见表 1，评分精确到 0.5 分。要求正常头发毛鳞片评分显著高于对照组（ $P < 0.05$ ）。

注1：同一批次测试需放大相同倍数。

注2：若驻留类产品影响扫描电镜观察毛鳞片，可以在拍照前使用基质或（10~15）%的十二烷基硫酸钠水溶液洗涤所有发束。

表1 毛鳞片评分标准

描述	分数
毛鳞片未见脱落，排列整齐	4.0
毛鳞片轻微翘起或脱落，基本完整	3.0
发丝毛鳞片部分翘起或脱落，残缺不全	2.0
发丝毛鳞片大量翘起、脱落，出现大面积断痕	1.0
发丝毛鳞片大面积脱落，毛皮质部分裸露	0

8.2 梳理性测试

8.2.1 配制质量浓度为 1%的十二烷基硫酸钠水溶液，将溶液置于烧杯中，并在恒温水浴槽中加热至 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 。将 10 束发束浸没于溶液中浸泡 30min（发束与溶液质量比为 1:10），然后用自来水冲洗干净，用毛巾或吸水纸印干水分，置于温度 $(22\pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(50\pm 10)\%$ 的环境中悬挂晾干。

8.2.2 随机取 10 束发束进行损伤处理，损伤程序可参考附录 A。也可购买受损发束，每次测试需使用同一批次的发束。

8.2.3 用梳子将每束发束正反面交替梳理三次，使其无打结情况，然后将发束固定在梳理仪的夹具上。设置梳理程序，分别测试 10 束发束的梳理力或梳理功，每束发束至少重复梳理 3 次，计算均值并记为 M_1 。

8.2.4 将 10 束受损发束随机分为样品组、对照组，每组 5 束，要求组间梳理力或梳理功无显著差异 ($P>0.05$)。

8.2.5 依据产品的使用说明或参照附录 B 处理样品组发束和对照组发束。

8.2.6 发束用毛巾或吸水纸印干水分，然后置于温度 $(22\pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(50\pm 10)\%$ 的环境中悬挂晾干。

8.2.7 进行梳理性测试，操作同 8.2.3。计算结果记为 M_2 。

9 数据分析

9.1 毛鳞片评分

按式 (1) 计算每根发丝的评分均值 \bar{N} 。

$$\bar{N} = \frac{N_1 + N_2}{2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

\bar{N} —— 一根发丝的评分均值;

N_1, N_2 —— 一根发丝中两个位点的评分。

对每组的评分进行独立样本秩和检验，双尾检验，显著性水平为 $\alpha=0.05$ 。

9.2 梳理性测试

按式 (2) 计算每束发束的梳理力（或梳理功）变化率 $\Delta M(\%)$ 。

$$\Delta M(\%) = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$\Delta M(\%)$ —— 梳理力（或梳理功）变化率，%；

M_1 —— 样品处理前的梳理力（或梳理功）；

M_2 —— 样品处理后的梳理力（或梳理功）；

对每组数据进行正态分布检验，若符合正态分布，采用独立样本t检验，若不符合正态分布，采用独立样本秩和检验。上述统计分析均为双尾检验，显著性水平为 $\alpha=0.05$ 。

10 判定标准

样品组毛鳞片评分显著大于对照组，且样品组毛鳞片评分不显著小于正常头发毛鳞片评分。

样品组梳理力（或梳理功）变化率显著大于对照组，或样品组梳理力（或梳理功） M_2 显著小于对照组。

若以上两项指标均有效，则认为试验样品具有修护功效。

11 试验报告

试验报告一般应当包括以下内容：

——化妆品注册人、备案人或境内责任人名称、地址等相关信息；

——功效宣称评价机构名称、地址等相关信息；

——产品名称、数量及规格、生产日期或批号、颜色和物态等相关信息；

——试验项目和依据、试验的开始与完成日期、材料和方法、试验结果、试验结论等相关信息；

——试验报告应有授权签字人签字，归档报告应有试验人、校核人和技术负责人分别签字，均需加盖试验机构检验检测专用章或公章。

附录 A
(资料性)
受损头发制备方法

A.1 试剂

A.1.1 过氧化氢溶液，化学纯或以上规格；

A.1.2 氨水溶液，化学纯或以上规格。

A.2 制备方法

配制过氧化氢和氨水的混合溶液（临用现配），建议混合溶液中过氧化氢浓度为9%，氨水浓度为3%。将混合溶液置于烧杯中，于恒温水浴槽中加热至37℃，然后将发束浸没于混合溶液中漂白处理30min。将漂白后的发束用自来水冲洗干净，在自来水中浸泡30min（自来水重量为发束重量20倍以上），将发束梳理至无死结，然后置于恒温恒湿环境中悬挂晾干。

注：以上方法不是制备受损头发的唯一方法。

附录 B
(资料性)
产品用样量和用样方法

表B.1提供了产品的用样量和用样方法。

表 B.1 用样量和用样方法

产品类型	用样量/g头发	用样方法
洗发水类产品	0.2g	将发束润湿后，在发束上均匀涂抹然后揉搓1min，梳理通顺后用自来水冲洗1min。对照组发束和正常头发可使用基质或（10~15）%的十二烷基硫酸钠水溶液洗涤，也可设置为空白对照，不使用任何产品，其余操作与样品组相同。
护发素等洗去型护发产品	0.2g	每轮处理前需先使用（10~15）%的十二烷基硫酸钠水溶液（或同类型发用洗涤产品）对发束进行洗涤，然后按照样品使用说明处理发束。对照组发束和正常头发仅进行洗涤处理（所用洗涤产品与样品组相同），其余操作与样品组相同。
精油等驻留类产品	(0.04~0.08)g	每轮处理前需先使用（10~15）%的十二烷基硫酸钠水溶液（或同类型发用洗涤产品）对发束进行洗涤，然后按照样品使用说明处理发束，对照组发束和正常头发仅进行洗涤处理（所用洗涤产品与样品组相同），其余操作与样品组相同。