

T/SHFCA

团 体 标 准

T/SHFCA 002-2021

化妆品稳定性试验指导原则

Guidelines for Stability testing of cosmetic

2021-07-12 发布

2021-10-12 实施

江苏省保健食品化妆品安全协会 发布

前 言

本标准是按照 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》、GB/T 20000《标准化工作指南》、GB/T 20001《标准编写规则》和江苏省保健食品化妆品安全协会团体标准管理办法给出的规则起草。

本标准贯彻执行 GB/T 37625《化妆品检验规则》、《化妆品安全技术规范》(2015年版)的相关要求。

本标准由江苏省保健食品化妆品安全协会提出并负责组织制定。

本标准主要起草单位：由扬州扬大联环药业基因工程有限公司牵头，立志美丽（南京）有限公司、美爱斯化妆品（苏州）有限公司参与。

本标准于 2021 年 7 月首次发布。

化妆品稳定性试验指导原则

1 范围

本标准规定了化妆品稳定性试验的分类、试验要求、试验方法、结果评价。

本标准适用于化妆品通过一定程序和方法的试验，考察样品的感官、化学、物理及生物学的变化情况的稳定性试验及其评价。

2 规范性引用文件

本标准没有规范性引用文件。

3 分类

根据样品的不同特性，稳定性试验可采取影响因素试验、加速试验和长期试验。

3.1 影响因素试验

又称强制破坏性试验，包括高温试验（高于加速试验温度 10℃，如 50℃）、高湿试验（如相对湿度 75%或更大）和强光照射试验等。考察项目为外观、香气、pH 值、耐寒、耐热、离心考察等。

3.2 加速试验

在 40℃±2℃、相对湿度 75%±5%条件下进行 6 个月试验。考察化妆品的感官指标、理化指标和卫生指标的变化，并初步预测化妆品的稳定性和有效期。

3.3 长期试验

在常温常湿规定的条件下（如温度 25℃±2℃，相对湿度 60%±10%；温度 30℃±2℃，相对湿度 65%±5%等），放置直至 36 个月末取样进行检测，按样品具体的考察指标进行检测，与产品的执行质量标准比较。

4 试验要求

4.1 批次

试验样品不少于3批，样品数量应满足试验要求，加速试验和长期试验的样品其配方和工艺应与批量生产一致。

4.2 包装

加速试验和长期试验所用样品的包装材料应与批量生产产品一致。

4.3 存放环境要求

稳定性试验中所用控温、控湿、光照等设备应能较好地控制试验要求的环境条件进行控制和监测，如应能控制温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $\pm 5\%$ ，照度 $\pm 500\text{lx}$ 等，并能真实监测温度、湿度、照度。

4.4 考察项目

化妆品稳定性考察项目按照产品质量安全要求进行，分常规项目和其它项目。常规项目包括颜色、性状、气味，耐寒、耐热、pH值、离心考察、菌落总数、霉菌和酵母菌总数、耐热大肠菌群、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌等。其它项目包括酸值、皂化值、过氧化值、折光指数、相对密度、粘度、颗粒度等。必要时，可超出质量标准规定外的项目，如振动等试验。

5 试验方法

试验方法应根据样品的不同性状和考察目的，结合化妆品的配方、工艺、理化性质和感官指标等进行选择。

影响因素试验方法按附录A执行。

加速试验方法按附录B执行。

长期试验方法按附录C执行。

6 稳定性结果评价

6.1 贮存条件的确定

根据加速试验和长期试验的结果与第 0 月数据相比,无明显改变的,并结合化妆品在流通过程中可能遇到的情况进行综合分析,同时参考已上市的同类产品,确定产品贮存条件的可靠性。

6.2 包装材料/容器的确定

根据影响因素试验结果,若无显著变化,可确定包装材料和容器的可靠性。

6.3 有效期的确定

根据加速试验和长期试验的结果综合分析确定有效期。一般情况下,以加速试验的结果为依据,将加速试验中结果与第 0 月数据相比,无明显改变的最长时间点确定有效期。长期试验可以验证加速试验确定有效期的可靠性。

附录 A

(规范性附录)

影响因素试验方法

根据产品的性状选择以下试验。

A.1 高温试验

A.1.1 高温稳定试验

A.1.1.1 仪器：恒温培养箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）。

A.1.1.2 步骤：将样品放置密封洁净容器中，再置于预先调节至（ $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）的恒温培养箱内，放置 30 天，于第 5、10、20、30d 取样，恢复至室温后，按照产品的执行质量标准的项目进行检测，与 0d 进行比较，若样品发生显著变化，则在同法 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下延长考察时间至 60d 进行试验，若无显著变化可初步判定高温稳定。如 50°C 无显著变化，则不必进行 40°C 试验。

应关注容器的相容性，如是否有包材、容器颜色浸入样品中。

A.2.1 变温试验

A.2.2.1 方法一

A.2.2.1.1 仪器：恒温培养箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）。

A.2.2.1.2 步骤：将样品放置密封洁净容器中，再放置温度预先调节至 0°C 、 50°C 不同温度间的培养箱中，以 24h 为间隔，来回频繁变化，反复操作 15d~30d，恢复室温后观察，按照产品的执行质量标准进行检测，结果与 0d 进行比较。

A.2.2.2 方法二

A.2.2.2.1 仪器：恒温培养箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）、冰箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）。

A.2.2.2.2 步骤：将样品放置密封洁净容器中，再置于预先调节至（ $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）的恒温培养箱内，存放 24h 后取出，移入预先调节至（ $-5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）的冰箱内存放 24h 后取出，再次移入（ $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）恒温培养箱中存放 24h，又再次取出放入（ $-5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）冰

箱中存放 24h，依此循环 5~7 次，恢复室温后观察，按照产品的执行质量标准的项目进行检测，结果与 0 天进行比较。

A. 3 高湿试验

A. 3.1 仪器：恒温恒湿箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿控 $\pm 5\%$ ）。或在密闭容器中放置饱和盐溶液：根据不同的湿度要求，可选择 NaCl 饱和溶液（ $15.5^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $75\% \pm 1\%$ ）或 KNO_3 饱和溶液（ 25°C ，相对湿度 92.5% ）。

A. 3.2 步骤：将样品置于恒温恒湿箱内，在 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $92.5\% \pm 5\%$ 条件下放置 30d，于第 5、10、20、30d 取样检测。按照产品的执行质量标准的项目、包括吸湿增重进行检测，结果与 0d 进行比较。若吸湿增重在 5% 以上，则应在 25°C 、相对湿度 $75\% \pm 5\%$ 下同法进行试验；若吸湿增重在 5% 以下，且其他考察项目符合要求，则不再进行此项试验。

液体样品不需进行此项试验。

A. 4 强光照射试验

A. 4.1 仪器：光照箱（光照精度 $\pm 5001x$ ）。

A. 4.2 操作程序：取适量样品放在适宜的透光容器中，置光照箱，光照度为 $45001x \pm 5001x$ 条件下放置 10d，于第 5、10d 取样按照产品的执行质量标准进行检测，结果与 0d 进行比较。试验中应注意控制温度，与室温保持一致，并注意观察样品的外观变化。

A. 5 其它试验

必要时，应根据化妆品的特殊性质和包装设计等因素影响试验，如样品的酸值、皂化值、粘度、浊度、硬度、水分、软化点、颗粒度（细度）、折光指数等。如一般化妆品标准耐寒试验条件为 $-8 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。可探讨极端条件下样品耐寒稳定性，温度低于 -20°C 、 -30°C 条件下考察；如反映霜乳类化妆品样品中油脂是否变质，可检测高温试验时样品酸值的变化等。

附录 B

(规范性附录)

加速试验方法

B.1 加速试验方法样品数量及包装

需样品 3 批，与市售包装材料一致。

B.2 仪器

恒温恒湿箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿控 $\pm 5\%$ ）。或采用隔水式电热恒温培养箱（ $5^{\circ}\text{C}\sim 65^{\circ}\text{C}$ ），箱内放置温度 30°C ，相对湿度 64.8% 的 Na_2CrO_4 饱和盐溶液的干燥器控制湿度。

B.3 步骤

样品置恒温恒湿箱，在 $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $75\%\pm 5\%$ 条件下进行 6m 试验。检测至少 4 个时间点（如 1、2、3、6m）。若预计加速试验结果可能会接近显著变化的限度，在试验设计中考虑增加检测时间点，如 1.5、4、5m，按照产品的执行质量标准检测，结果与 0m 进行比较。若样品经检测不符合质量标准要求或发生显著变化，在中间条件下，即在 $30^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $65\%\pm 5\%$ 条件下进行 6m 试验，必要时需延长考察期。

对采用不可透过性包装的样品，稳定性试验可不设置相对湿度。

对气雾型样品或不能够采用高温试验的样品可直接采用 $30^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $65\%\pm 5\%$ 的条件进行试验。

附录 C

(规范性附录)

长期试验方法

C.1 长期试验方法样品数量及包装

长期试验可与加速试验同步进行，需样品 3 批，与市售包装材料一致，样品是在接近实际贮存条件下进行试验。

C.2 仪器

隔水式电热恒温培养箱（温控 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）。

C.3 步骤

在温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $60\% \pm 10\%$ 条件下，或在温度 $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $65\% \pm 5\%$ 条件下放置，两个条件均可选择。分别于第 3、6、9、12、18、24、36m 末取样，按照产品的执行质量标准进行检测，结果与 0m 进行比较，直至考察指标发生明显变化。

试验结果数据按 95% 可信限进行统计分析，得出有效期；若 3 批结果差别较小，则取平均值为有效期；若差别较大，则取其最短的为有效期。