**자외선 차단 화장품 내수성 시험**

**(인체 시험) 기술규범 가이드라인**

위생복지부 식품약물관리서

2019년 11월

**목차**

페이지

[1 머리말 1](#_Toc146460788)

[2 적용범위 1](#_Toc146460789)

[3 방법 개요 1](#_Toc146460790)

[3.1 방법 개요 1](#_Toc146460791)

[3.2 피시험자의 선택 2](#_Toc146460792)

[3.3 시험부위 2](#_Toc146460793)

[3.4 자외선 광원 2](#_Toc146460794)

[3.5 내수 자외선 차단 표준품 참고 배합 3](#_Toc146460795)

[3.6 자외선 차단 화장품 용량과 사용방법 3](#_Toc146460796)

[3.7 최저 홍반 유발량(MED) 결정 3](#_Toc146460797)

[3.8 피시험자 인원수 3](#_Toc146460798)

[3.9 침수 절차 3](#_Toc146460799)

[3.10 시험 절차와 시간표 3](#_Toc146460800)

[4 계산 및 데이터 처리 4](#_Toc146460801)

[4.1 침수 전의 자외선 차단 지수 평균치(Mean static SPF) 4](#_Toc146460802)

[4.2 개체 내수 유지율(Individual Percentage Water Resistance Retention) 4](#_Toc146460803)

[4.3 평균 개체 내수 유지율(Mean Percentage Water Resistance Retention) 4](#_Toc146460804)

[4.4 평균 개체 내수 유지율의 최저 신뢰구간 4](#_Toc146460805)

[4.5 검수 표준 5](#_Toc146460806)

[별첨 1: 침수과정 6](#_Toc146460807)

[별첨 2: 시험 절차와 시간표 8](#_Toc146460808)

[별첨 3: 내수 자외선 차단 표준품 참고 배합(P2) 11](#_Toc146460809)

# 머리말

SPF 자외선 차단 지수는 현재 전세계에서 자외선 차단 화장품의 자외선 차단 효과에 대해 공인하는 지표이며, 자외선 차단 화장품의 자외선 중의 UVA 및 UVB에 대한 자외선 차단 효과를 평가한다. 자외선 차단 화장품이 제공하는 보호는 절대적이며 영구적인 것이 아니다. 그 중에서 물과의 접촉은 화장품 보호 효과에 영향을 미치는 요인 중 하나이다. 화장품 배합의 자외선 차단제는 수상활동에 종사함으로 인해 녹거나 제거될 수 있다. 더욱 효과적인 자외선 차단 화장품을 위해 제조업체는 수상활동에 종사하거나 땀이 흐른 뒤에도 자외선 차단 효과를 유지할 수 있는 배합을 연구, 개발했다. 이러한 자외선 차단 화장품은 내수성(water resistance) 또는 완전 내수성(very water resistant)으로 표시할 수 있다.

본 가이드는 COLIPA Guidelines(2005): Guidelines for Evaluating Sun Product Water Resistance 및 중국 국가식품약물감독관리총국이 공포한 Hygienic Standard for Cosmetics(2007)의 검사방법을 참고하고, 전문가 학자의 토론을 거친 후에 제정하며, 국내 실험실이 내수성 자외선 차단 화장품의 SPF 보호 효과 체내 시험(in vivo testing)를 실행하는데 참고로 한다.

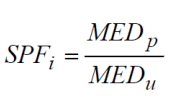
# 적용범위

피부 시험(in vivo) 방법으로 내수성 자외선 차단 화장품의 SPF 보호 지수를 평가하는데 적용한다.

# 방법 개요

* 1. 방법 개요

내수성 시험은 피부에 자외선 차단 화장품을 도포하고 일정시간 침수 후의 자외선 차단 지수와 침수하기 전의 차이를 비교하는 것을 원칙으로 한다. 침수 이후 또는 침수 이전이든 개체 자외선 차단 지수값(SPFi)은 모두 동일한 피시험자가 자외선 차단 화장품 보호를 받는(도포한) 최저 홍반 유발량(MEDp)과 자외선 차단 화장품 보호를 받지 않는(도포하지 않은) 최저 홍반 유발량(MEDu)의 비율을 정의한다.



* + 1. 내수성:
* 피부시험 부위에 자외선 차단 화장품을 도포하고, 15-30분간 기다려서 건조시킨다.
* 피시험자가 1차로 물에서 20분간 담근다.
* 물에서 나와 15분간 휴식하고 피부가 마르길 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 피시험자가 2차로 물에서 20분간 담근다.
* 물에 담그는 것을 종료한 후에 15분간 휴식을 취하고 피부가 건조해지거나 완전 건조해 때까지 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다.
* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 자외선 조사 및 측정을 진행한다.
  + 1. 완전 내수성:
* 피부시험 부위에 자외선 차단 화장품을 도포하고, 15-30분간 기다려서 건조시킨다.
* 피시험자가 1차로 물에서 20분간 담근다.
* 물에서 나와 15분간 휴식하고 피부가 마르길 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 피시험자가 2차로 물에서 20분간 담근다.
* 물에서 나와 15분간 휴식하고 피부가 마르길 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 피시험자가 3차로 물에서 20분간 담근다.
* 물에서 나와 15분간 휴식하고 피부가 마르길 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 피시험자가 4차로 물에서 20분간 담근다.
* 물에 담그는 것을 종료한 후에 15분간 휴식을 취하고 피부가 건조해지거나 완전 건조해 때까지 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 자외선 조사 및 측정을 진행한다.
  1. 피시험자의 선택
* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 피시험자의 피부 유형, 피부 상태, 약물 복용 상황 및 지난 시험까지의 시간을 평가한다.
* 시험 이후 피부가 충분히 회복할 시간을 갖도록 자외선이 조사된 시험 부위는 2개월 이후에 시험부위가 완전히 원래 상태를 회복해야 다음 시험을 진행할 수 있도록 해야 한다.
  1. 시험부위

시험부위는 등 부위의 견갑골과 허리선 사이이어야 하며, 뼈가 튀어나오고 구부러지는 부분은 피해야 한다. 자외선 차단 화장품 시험 지점은 각 피시험자 신체에서 무작위로 선택해야 한다.

* 1. 자외선 광원

화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 부합한다.

* 1. 내수 자외선 차단 표준품 참고 배합
* 4개월마다 내수 자외선 차단 표준품을 참고 배합(P2)으로 내수 시험 방법 타당성 확인을 진행한다.
* 제조일자 12개월 이하의 신선한 P2로 시험하고, 내수 기대치는 50% 이상이어야 한다.
* 내수 자외선 차단 표준품 참고 배합에 관한 제조, 안정성 및 물리화학 성질은 별첨 3을 참고한다.
  1. 자외선 차단 화장품 용량과 사용방법
* 시험 대상 및 내수 자외선 차단 표준품을 도포하기 전의 양은 2±0.05 mg/cm2이어야 한다.
* 자외선 차단 화장품 도포량, 도포 방법 및 최소 도포 영역 면적 등에 관한 규정은 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드를 참고한다.
  1. 최저 홍반 유발량(MED) 결정
* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드를 참고하여 최저 홍반 유발량을 결정한다.
* 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs)와 침수 후의 자외선 차단 지수(SPFw)를 측정하는데 사용하는 자외선 조사제 용량은 같아야 한다.
* 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs)와 침수 후의 자외선 차단 지수(SPFw)는 동일한 피시험자 및 동일한 실험실에서 동일한 측정기기 및 시험 조건으로 시험을 진행해야 한다.
  1. 피시험자 인원수

각 시험마다 최소 10개, 최대 20개의 유효한 SPFi 값을 기록해야 한다. SPF 평균치 계산 시, 그 중에서 5개 데이터만 배제할 수 있으며, 배제된 각각의 데이터는 합리적인 판단을 거쳐야 한다. 모든 데이터가 SPF 평균치의 계산에 포함되지 않더라도 모든 개별 데이터는 보고서에 기록해야 한다. 유효한 SPFi값 10개의 평균을 취할 때 SPF 평균치의 95% 신뢰구간(95% CI)은 평균치±17%의 범위 내에 있어야 하며, 그렇지 않을 경우, 얻은 평균이 본 규범의 통계 요구사항에 부합할 때까지 피시험자 수량은 10명에서 최대 25인까지 점차 늘려야 한다. 만일 피시험자 25명 중에서 20개의 SPFi값이 여전히 통계 요구사항에 미달될 경우 해당 시험은 무효이다.

* 1. 침수 절차

물기둥을 분사해서 순환하는 온천풀, 마사지 욕조 또는 욕조 사용을 권장한다. 침수 시설은 피시험자의 시험 영역을 그 안에 완전히 침수시킬 수 있도록 충분한 공간이 있어야 한다. 관련 침수 절차는 별첨 1을 참고한다.

* 1. 시험 절차와 시간표

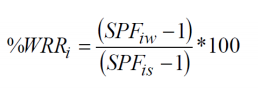
침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs)와 침수 후의 자외선 차단 지수(SPFw)를 측정하는 절차는 매우 중요하기 때문에 별첨 2의 시간표를 참고해서 시험 진행을 권장한다.

# 계산 및 데이터 처리

* 1. 침수 전의 자외선 차단 지수 평균치(Mean static SPF)

침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs)는 시험 중인 모든 피시험자의 개체 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFis)의 평균치이다. 침수 전의 자외선 차단 지수 평균치±95% 신뢰구간은 평균치±17% 사이에 위치해야 한다.

* 1. 개체 내수 유지율(Individual Percentage Water Resistance Retention)



SPFiw =침수 후 개체의 자외선 차단 지수

SPFis =침수 전 개체의 자외선 차단 지수

* 1. 평균 개체 내수 유지율(Mean Percentage Water Resistance Retention)

시험 중에 전체 피시험자의 모든 유효한 개체 내수 유지율 평균치이다.

* 1. 평균 개체 내수 유지율의 최저 신뢰구간

평균 개체 내수 유지율(%WRRi)의 신뢰값은 단측 90%의 신뢰구간으로 표시한다. 단측 신뢰구간은 최저 평균 개체 내수 유지율(%WRRi)의 신뢰 등급을 예측해야 한다. 신뢰 등급을 95%가 아닌 90%로 설정한 것은 측정과정에서 2개의 주요 절차의 생체 변이도를 추가해야 하기 때문이다. SPF 시험의 변이도 증가 이외에도 동시에 침수과정의 변이도를 증가시켰다.

평균 개체 내수 유지율 90%에서의 일방향 임계값 계산



s: 표준 편차

n: 총 피시험자수

tu값: t값은 표준 정규분포곡선에서 단측의 t값표에서 p=0.10과 독립된 n-1 수치

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 표. t값 | | | | | | | | | | | |
| n | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| tu값 | 1.383 | 1.372 | 1.363 | 1.356 | 1.350 | 1.345 | 1.341 | 1.337 | 1.333 | 1.330 | 1.328 |

* 1. 검수 표준

90% 일방향 임계값(mean%WRR-d)이 50% 이상이고, 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs) 평균치의 95% 신뢰구간이 평균치±17% 사이일 경우 내수성 또는 완전 내수성으로 표시할 수 있다.

# **별첨 1: 침수과정**

1. 침수 시설

* 물기둥을 분사해서 순환하는 온천풀, 마사지 욕조 또는 욕조이다. 공기(기포) 분사로 순환시키는 욕조는 사용해선 안 된다.
* 피시험자의 시험 부위가 완전히 안에 침수되고 어떠한 표면과도 접촉하지 않도록 충분한 공간이 있어야 한다.
* 수온을 조절, 제어할 수 있다.
* 본 시설은 청소, 소독, 채우기 및 비우기가 쉬워야 한다.
* 안전성: 미끄럼 방지 도료를 사용하고 항상 피시험자를 모니터링해야 한다.

1. 수질

* 침수 시설에는 표준에 부합하는 수질을 가득 채워야 하고, 마그네슘 화합물과 칼슘 화합물의 최대 허용 표준은 500mg/l이고, 최저는 50mg/l이다.
* 수온은 29±2℃로 제어해야 한다.
* 제조업체 권장에 따라 침수 시설의 물은 브롬 또는 염소로 깨끗하게 소독해야 한다. 화학 소독 절차를 채택하지 않을 경우, 시설은 각 피시험자 사용 이후마다 비우고 청소해야 한다.
* 수영장 또는 온천을 사용할 경우 시험 기간에 매일 비우고 다시 보충하는 것을 권장한다.

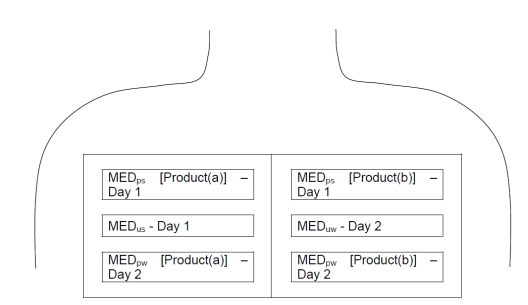
1. 침수 조건

* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 내수성 시험을 진행하고, 시험 부위는 등으로 한다.
* 시험 자외선 차단 화장품을 피부에 도포한 후에 15-30분간 기다려서 자외선 차단 화장품을 건조시킨다.
* 침수 시설은 연속 물살 순환과 적절한 유속을 제공할 수 있어야 하고, 물살은 시험 영역에 직접 접촉할 수 없도록 한다.
* 침수된 20분 내에 시험 부위가 완전히 물에 잠기고, 침수 시설과 접촉하지 않아야 한다.
* 최초 침수 후에 물에서 나와 15분간 휴식을 취하고 자외선 차단 화장품을 도포한 부위가 마르길 기다려야 한다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 다시 침수 시에도 시험 부위를 완전히 물에 잠기고, 침수 시설과 접촉하지 않아야 한다.
* 침수 종료 후에 15분간 휴식을 취하고 피부가 마르거나 완전히 건조될 때까지 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다) 물방울이 시험 부위에 남지 않아야 하며, 그래도 물방울이 있을 경우 적절하게 건조시간을 연장한다.
* 피부가 완전히 건조된 후에 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 측정을 진행한다.
* 상기 절차에 따라 다른 피시험자의 시험을 진행한다.

# **별첨 2: 시험 절차와 시간표**

1. 무작위 시험 부위

시험 시 같은 시간 내에 2개 또는 2개 이상의 자외선 차단 화장품을 시험하고, 시험 부위는 각 피시험자 신체에서 무작위로 선택해야 한다. (아래 그림 참고)



MEDus =자외선 차단 화장품의 보호를 받지 않고, 물에 침수하지 않은 피부의 최저 홍반 유발량

MEDuw =자외선 차단 화장품의 보호를 받지 않는 피부를 침수한 이후의 최저 홍반 유발량

MEDps =자외선 차단 화장품의 보호를 받지만, 물에 침수하지 않은 피부의 최저 홍반 유발량

MEDpw =자외선 차단 화장품의 보호를 받은 피부를 침수한 이후의 최저 홍반 유발량

1. 시험 시간과 절차

각 시험은 최소 10개, 최대 20개의 유효 SPFi 값을 기록해야 한다. SPF 평균치 계산 시, 그 중에서 5개 데이터만 배제할 수 있으며, 배제된 각각의 데이터는 합리적인 판단을 거쳐야 한다. 유효한 SPFi값 10개의 평균을 취할 때 SPF 평균치의 95% 신뢰구간(95% CI)은 평균치±17%의 범위 내에 있어야 하며, 그렇지 않을 경우, 얻은 평균이 본 규범의 통계 요구사항에 부합할 때까지 피시험자 수량은 10명에서 최대 25인까지 점차 늘려야 한다.

* 1일차
* 자외선 차단 화장품의 보호를 받지 않고, 물에 침수하지 않은 피부의 최저 홍반 유발량(MEDus)을 결정한다.
* 자외선 차단 화장품을 MEDps 시험 부위에 도포한다.
* 자외선 차단 화장품이 마를 때까지 15-30분간 기다린다.
* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 자외선 조사 및 측정(MEDps)을 진행한다.
* 2일차
* 전날 자외선 차단 화장품의 보호를 받지 않고, 피부를 침수하지 않은 홍반 반응을 판정해서 MEDus 값을 계산한다.
* 전날 자외선 차단 화장품의 보호를 받지만, 침수하지 않은 피부의 홍반 반응을 판정해서 MEDps 값을 계산한다.
* 개체 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFis)를 계산한다.
* 자외선 차단 화장품을 미리 침수한 시험 지점(MEDpw)에 도포한다.
* 자외선 차단 화장품이 마를 때까지 15-30분간 기다린다.
* 피시험자가 연속으로 물살을 순환하는 장치에서 20분간 침수한다.
* 피시험자가 침수 장치에서 벗어나 15분간 휴식을 취하고, 시험부위가 마를 때까지 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다)
* 피시험자가 연속으로 물살을 순환하는 장치에서 다시 20분간 침수한다.
* 피시험자가 침수 장치에서 벗어나 15분간 휴식을 취하고, 시험부위가 마를 때까지 기다린다. (절대 수건으로 시험 부위를 닦지 않는다) 물방울이 시험 부위에 남지 않도록 주의해야 하며, 물방울이 있을 경우 건조 시간을 적절히 연장할 수 있다.
* 화장품 자외선 차단 지수 SPF 시험(인체 시험) 기술규범 가이드에 따라 자외선 조사 및 측정(MEDps와 MEDuw)을 진행한다.
* 3일차
* 전날 자외선 차단 화장품의 보호를 받지 않고, 피부 침수 후의 홍반 반응을 판정하고 MEDuw 값을 계산한다.
* 전날 자외선 차단 화장품의 보호를 받고, 피부 침수 후의 홍반 반응을 판정하고 MEDpw 값을 계산한다.
* 개체 침수 후의 자외선 차단 지수(SPFiw)를 계산한다.

주의사항

* 필요할 경우 1일차와 2일차의 시험을 통합해서 시험을 2일로 단축할 수 있다. 이러한 상황에서 침수 전의 최저 홍반 유발량(static MED)과 침수 후의 최저 홍반 유발량(wet MED)은 같은 날 시험으로 압축할 수 있고, 이후 2일차에 홍반 반응 평가를 진행할 수 있다. 이러한 절차를 채택할 경우, 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs) 측정값은 같은 날에 이어서 침수 시험을 진행함으로 인해 영향을 받을 수 있다는 점에 주의해야 한다.
* 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs) 시험을 진행하기 전에 만일 피부가 이미 물로 습윤해지거나 이전의 침수로 온도가 변하게 된 경우, 자외선 차단 지수의 측정에 영향을 미칠 수 있다. 그래서 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs) 시험은 침수 후에 진행할 수 없다.
* 침수 후의 자외선 차단 지수(SPFw)를 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs)를 측정하고 며칠이 지난 후에야 진행할 경우, 적절하게 반복 시험을 해야 한다.
* 침수 전의 자외선 차단 지수(SPFs)와 침수 후의 자외선 차단 지수(SPFw)는 동일한 피시험자 및 동일한 실험실에서 동일한 측정기기 및 시험 조건으로 시험을 진행해야 한다.

# **별첨 3: 내수 자외선 차단 표준품 참고 배합(P2)**

1. 배합표

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 성분 | 국제 화장품 원료 명명 INCI | 중량 비율  (%) |
| A상 | Lanolin | 4.5 |
| Theobroma Cacao | 2.0 |
| Glyceryl Stearate (“Glyceryl Monostearate SE”) | 3.0 |
| Stearic Acid | 2.0 |
| Octyl Dimethyl PABA | 7.0 |
| Benzophenone-3 (“Oxybenzone”) | 3.0 |
| B상 | Water | 71.6 |
| Sorbitol | 5.0 |
| Triethanolamine | 1.0 |
| Methylparaben | 0.3 |
| Propylparaben | 0.1 |
| C상 | Benzyl Alcohol | 0.5 |

1. 제조과정

* A상 혼합물을 80-85℃까지 가열해서 녹인다.
* B상의 성분이 완전히 녹을 때까지 80-85℃까지 가열한다.
* A상을 교반된(균질기)의 B상에 넣는다.
* 교반해서 50℃까지 냉각시키고, 이어서 완전 냉각될 때까지 Benzyl Alcohol을 넣는다. 손실된 물의 양을 보충하고 균질화한다.

1. 물리화학 성질

외관: 황백색 유상

pH: 8.6±0.5

점도: 2.5 poises (10mn, Contraves TVB 전류계, 회전체 N°3)

밀도: 0.95g/cm3

1. 데이터 분석

고성능 액체크로마토그래피(HPLC)

Octyl Dimethyl PABA: 6.9-7.1% w/w

Benzophenone-3: 2.8-3.2% w/w

1. 광학 데이터

100mg/l 용액의 이소프로판올에서의 전형적인 데이터:

λmax: 309.4 nm Abs. Max: 0.909

λ: 290.0 nm Abs.: 0.540

λ: 320.0 nm Abs.: 0.671

λ: 340.0 nm Abs.: 0.120

λ: 400.0 nm Abs.: 0.000

1. 배합 안정성

45℃에서 최소 2개월간 보관할 수 있고, 20℃에서 최소 12개월간 보관할 수 있다.

1. 예상 자외선 차단 지수(SPF) 및 내수 지수

자외선 차단 지수(SPF) 12~15

내수>50%