

化粧品原材料、半成品及成品 抽樣及檢驗

中國醫藥大學 藥用化妝品學系

江秀梅 教授兼系主任

111. 3/23, 29, 30



大綱

- ▶ 抽樣
- ▶ 物料檢查
- ▶ 常用理化學試驗方法及其原理
- ▶ 原料規格及檢驗實例
- ▶ 半成品及成品常見檢驗項目
- ▶ 半成品及成品檢驗實例
- ▶ 實驗室數據文件化及完整性



➤ 抽樣

GMP 55 條--化粧品製造場所應依訂定之抽樣作業計畫，由權責人員執行抽樣。

前項計畫之內容，包括下列事項：

- ▶ 一、抽樣方法。
- ▶ 二、使用設備。
- ▶ 三、樣本數。
- ▶ 四、避免樣品污染或變質之防範措施。
- ▶ 五、樣品識別資訊。
- ▶ 六、抽樣頻率。

GMP 56 條--

樣品識別資訊，應包括下列事項：

- ▶ 一、名稱或識別碼。
- ▶ 二、批號。
- ▶ 三、抽樣日期。
- ▶ 四、取樣時，樣品盛裝之容器。
- ▶ 五、必要時之抽樣點。

(一)原料抽樣

▶ 抽樣方法與器具

1. 粉末顆粒、液體、黏稠物、...
2. 驗菌與非驗菌原料取樣－消毒滅菌

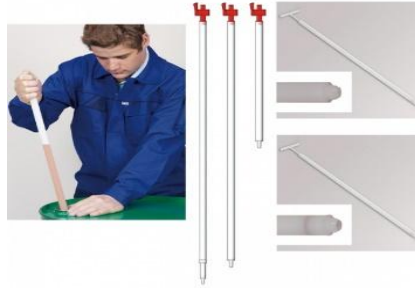
▶ 樣本數與抽樣量

樣本數與抽樣及測試，應使用明確、適當且可行之試驗方法；**原料抽樣**數量：應選取具代表性樣品，可依進貨容器數計算樣品數（ $\sqrt{n+1}$ ），且檢品**混合數** ≤ 10 。

▶ 足數檢驗及留樣：如全項檢驗1-2次量，驗餘留存。

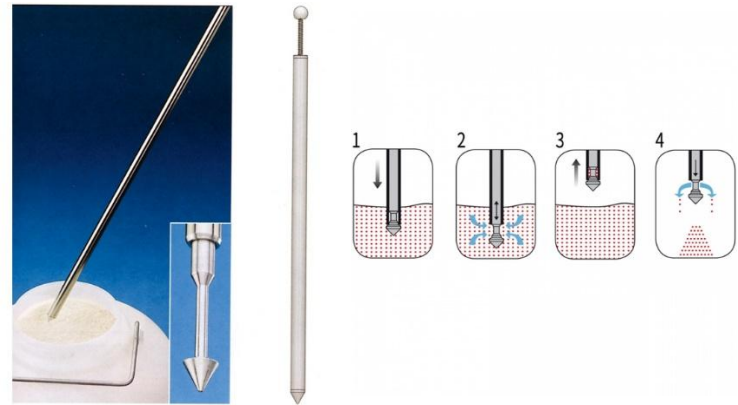
液體取樣器

Burkle 管狀採樣器 (Dip Sampler)



粉體取樣器

Burkle 微量粉體取樣器 (Quil Sampler Set)



Burkle 快速取樣器 (Quick Picker)



固體取樣器

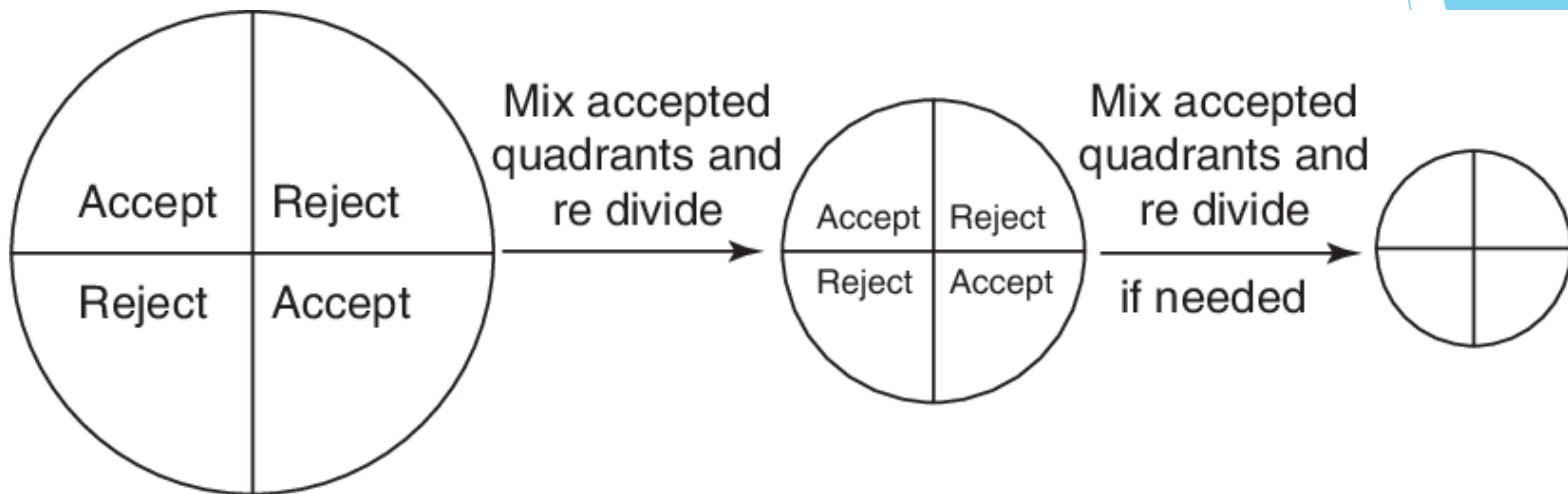
Burkle 冷凍食品取樣器 (Ice borer)



<https://dgs.com.tw/product?category=759&hot=desc>

不均質檢品之處理

四分法取樣 (quartered sampling)



https://www.researchgate.net/figure/Quartering-method-of-sample-size-reduction-for-homogeneous-sampling-Park-YW-and-LN_fig4_283772088

▶ 樣品識別資訊

樣品應標識清晰，避免混淆，**標識項目**如名稱、批號、抽樣日期、抽樣數量、抽樣人等。

▶ 避免樣品**污染**或**變質**措施，並按規定**條件**儲存。

(二)物料抽樣

▶ 物料抽樣數量：

應選取具代表性樣品，可依進貨數量參照 **MIL-STD** 計算樣品數，樣品應全數執行外觀檢視，並取一定數量執行其他檢測。

▶ 物料檢查項目：

1. 一般檢查：外觀顏色 / 文字圖畫 / 尺寸、容積、厚度...
2. 其他檢查—功能性：破碎、漏放內蓋、鉸鍊斷裂、封口開口、穿孔、漏液、不易開啟、蓋與軟管滑牙和鬆脫、開啟鬆緊不適宜、異音、旋轉不順、鏡面與內容物與盒黏接脫落、鬆緊不適宜、組配零件不完整、標籤黏性...

物料檢查舉例 -- 指甲油玻璃瓶

- ▶ 進貨量：10,000瓶 (5箱)：取樣箱數 -- $\sqrt{5+1} \div 3$
- ▶ 參照 **MIL-STD** 計算樣品數 -- 正常檢驗單次抽樣

批量	抽樣數 (檢查基本外觀)	需量測規格數量
1	1	1
2~ 8	2	2
9~ 15	3	3
16~ 25	5	5
26~ 50	8	8
51~ 90	13	10
91~ 150	20	10
151~ 280	32	10
281~ 500	50	10
501~ 1,200	80	10
1,201~ 3,200	125	10
<u>3,201~ 10,000</u>	<u>200</u>	<u>10</u>
10,001~ 35,000	315	10
35,001~ 150,000	500	10
150,001~ 500,000	800	10
500,000 以上	1250	10

正常檢驗單次抽樣計畫	
AQL	0.65%
檢驗水準	一般II級檢驗水準
批量(瓶)	10,000
樣本代字	L
n	200 (外觀顏色), 10 (尺寸/容積)
Ac	3
Re	4

• 指甲油玻璃瓶檢查項目

項目		規格
尺寸/容積	直徑	35.5 ± 1.5 (mm)
	容積	16 ± 0.25 (mL)
	瓶高	54 ± 2.5 (mm)
外觀顏色	透明、熔砂、氣泡、瓶座平穩...	

(三)半成品抽樣

1. 供理化檢驗者在料體乳化或攪拌完成後進行抽樣
2. 供微生物檢驗者在料體出鍋後進行抽樣
3. 按照出料時間前、中、後進行取樣
4. 樣品識別資訊

(四)成品抽樣

1. QC 在生產過程中進行成品抽樣
2. 足數 3 次檢驗量(檢驗、複驗、留樣)
3. 樣品識別資訊

※ 關鍵製程相似之同一劑型成品，且經首批檢驗及評估後，
Grouping 為同一類別進行抽樣，可降低逐批產品檢驗之壓力。

➤ 常用理化學試驗方法及其原理

GMP 32條--化粧品製造業者採購之原料及包裝材料，應符合允收基準。
解說

- ▶ 採購之原料及包裝材料，應符合允收基準；允收基準的建立(廠規)依原料、包裝材料、半成品及成品之種類、特性由業者評估定之。
- ▶ 應考量外觀、顏色、影響品質關鍵項目、使用限制表(特定用途、抗菌劑、防腐劑)相關成分之含量、微生物容許量基準等項。
- ▶ 影響品質屬性檢驗項目：
 1. 物性：性狀(顏色、形態或氣味等)、黏度、折光率、乾燥減重(水分)....
 2. 化性：pH值、酸價、皂化價、碘價、含量....
 3. 微生物：總生菌數、致病菌、真菌。

(一)物性:

1. 折光率測定法

- ▶ 一物質之折光率，是指光線在真空中之速度與在該物質中速度之比。
- ▶ 等於光線對一物質之入折射角之正弦與其折射角之正弦比。
- ▶ 真空中測定稱為**絕對折光率** (absolute refractive index)。
- ▶ 空氣之絕對折光率 20° ，760 mmHg 對鈉光源 D 線為 1.0002718。
- ▶ 若一般所測得之液體及固體之折光率乘此值，即為**絕對折光率**。

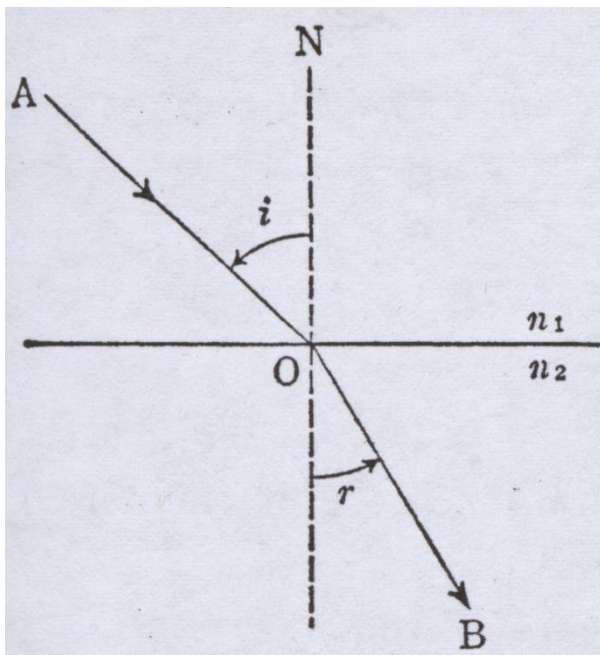


圖1 光的折射

$$n = \frac{\sin i}{\sin r}$$

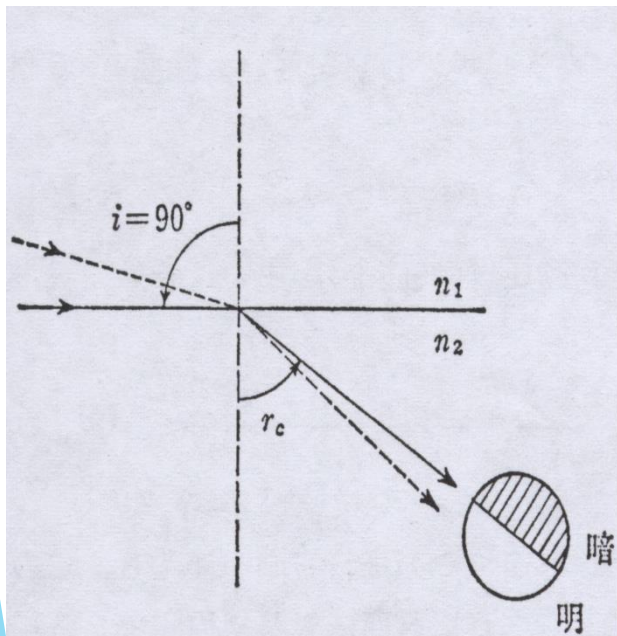


圖2 臨界角

- ▶ 通常折光率受光線之波長及溫度之不同而改變。
- ▶ 折光率 n^t ，係以鈉光之 D 線為光源，於溫度 t^D ，測定依物質對空氣之折光率而言。
- ▶ 物質均有其固有之折光率，故可用以物質之純度試驗，或利用以測定兩均質物質之組成。

► 以觀察臨界角為測定基礎之折光計：

- Abbe refractometer,
- Pulfrich refractometer
- 液浸式折光計(Immersion refractometer, dipping refractometer)。

► 操作法：

阿培 (Abbe) 氏折光計，於正規溫度之 $\pm 0.2^{\circ}$ 範圍內測定之。

Abbe refractometer 之折光率測定範圍 1.30~1.70。



Abbe Refractometer

2. 黏度

黏度計

- ▶ 毛細管黏度計(Capillary Viscometers)
通常適用於低黏度($1\sim 10,000\text{ mm}^2/\text{s}$)，所謂
Newton黏性範圍，
- ▶ 旋轉式黏度(Rotational viscometer)
測定屬非 Newton 黏性甚至呈異常黏性
(anomalous viscosity)之品目。
- ▶ 化妝品原料所涉黏度範圍較廣($1\sim 100,000\text{ mm}^2/\text{s}$)。

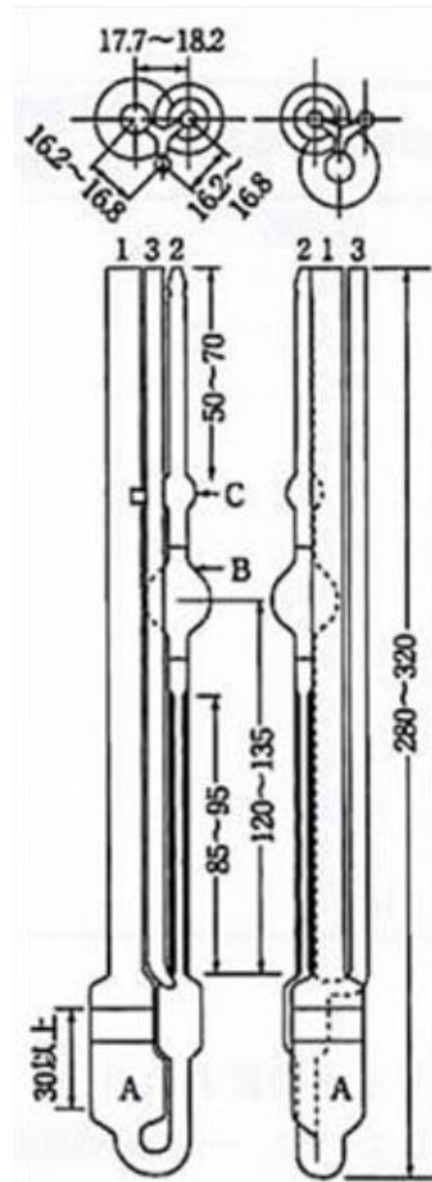
黏度測定裝置第1法：

- ▶ 本法採用游氏 (Ubbelohde's) 毛細管黏度計，
- ▶ 測定Newton流體 (大部分純液體及低分子物質溶液屬之) 之黏度為主。

- 毛細管內徑與適於測定運動黏度範圍間之概略關係如下表-1。
- 未在此表列出的毛細管內徑，在流下時間為200~1,000 秒亦選用此類黏度計。

表-1

黏度計之概略 常數(K)	毛細管內徑(mm) 容許誤差±10%	球 B 之容量 (mL)	運動黏度測定範圍 (mm ² /s)
0.005	0.46	3~4	1~5
0.01	0.58	4	2~10
0.03	0.73	4	6~30
0.05	0.88	4	10~50
0.1	1.03	4~5	20~100
0.3	1.36	4~5	60~300
0.5	1.55	4~5	100~500
1.0	1.83	4~5	200~1000
3.0	2.43	4~6	600~3000
5.0	2.75	4~6	1000~5000
10.0	3.27	4~6	2000~10000
30.0	4.32	4~6	6000~30000
50.0	5.20	5~6	10000~50000
100	6.25	5~6	20000~100000



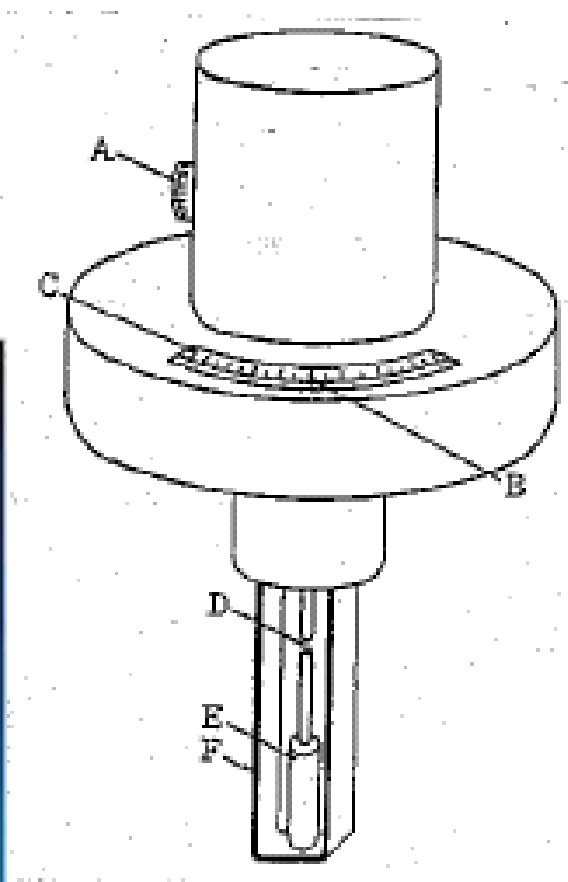
黏度測定装置第1法

► 操作：

- ↓ 將檢品自管1徐徐注入，檢品之液面則進入球 A 上下二標線之間。
- ↓ 將黏度計浸入按規定溫度 $\pm 0.1^{\circ}$ 之恆溫槽中，保持垂直，球C亦沒入水中，靜置 20 分鐘使檢品達同一溫度。
- ↓ 用手指封閉管 3，自管 2 輕吸，注意勿使氣泡進入，而使檢品液面升至球 C 之中心部為止。
- ↓ 放開管 3 之管口，立即封閉管 2，當毛細管最下端之檢品流下時，放開管 2 之管口，
- ↓ 測定液面自球 B 上方標線降至下方標線所需時間 t (秒)，
- ↓ K 值應先用黏度計校正用標準液以同樣方法測試定出。此時溫度與測定檢品時不同亦無妨礙。

黏度測定裝置第2法：

- ▶ 本法採用布(Brookfield)型旋轉式黏度計，
- ▶ 以測定非Newton流體之黏度為主。
- ▶ 將轉筒(rotor)在黏性液中以一定角速度回轉引起之液體黏性阻力之力矩(torque)以彈簧測出，換算其黏度。



A：回轉數調節鈕。

B：指針。

C：刻度。

D：浸入線。

E：轉筒。

F：護套。

黏度測定裝置第2法

► 操作：

↓ 選用轉筒 E 及護套 F 裝妥後，

↓ 轉動回轉數調節鈕，設定其回轉數。

↓ 將轉筒 E 徐徐浸入盛有檢品之容器中，至液面與浸入線 D 齊平為止。

↓ 啟動開關，轉筒 E 開始轉動，而指針 B 亦自 0 開始移動。

↓ 至 B 安定不動，或經一定時間後停止回轉，讀取 B 所顯示之刻度 C。

↓ 將此指示值，乘以自表按所用轉筒 E 種類及設定回轉數查出換算定數，其乘積即為檢品之絕對黏度 mm^2/s 。

- ▶ 正文規定為1500~2500 (2號，12回轉，三十秒) mm^2/s ，
- ▶ 即選用2號轉筒，12轉/min，30秒鐘後，顯示黏度應為1500~2500 mm^2/s 。
- ▶ 正文規定為30,000~40,000 (4號，12回轉，安定) mm^2/s ，
- ▶ 則選用4號轉筒，12轉/min，至指針在刻度盤上安定不動時，顯示黏度應為30,000~40,000 mm^2/s 。

換算定數表

回轉數 轉筒種類	60	30	12	6
引接器	0.1	0.2	0.5	1.0
1號	1	2	5	10
2號	5	10	25	50
3號	20	40	100	200
4號	100	200	500	1000

3. 乾燥減重檢查法

- ▶ 包含以下蒸發的不純物
 - 水分(結晶水、附著水)
 - 溶媒(再結晶所使用的或其他)
 - 由分解產生之揮發性物質
- ▶ 檢品依固體、液體、氣體而異。
- ▶ 本試驗法只規定固體檢品。主要目的以水分為主。

- ▶ 表面的水分先行蒸發，而形成內部與表面之水分有所差異，接著內部之水分再經由表面擴散蒸發。
- ▶ 此擴散依物質的性質而異，有液體(水)，或氣體(水蒸氣)之情形。
- ▶ 表面蒸發不能急速，否則內部擴散不及，而造成內部仍是濕的情形，而表面乾燥，致表面有裂痕。
- ▶ 預先粉碎，使粒徑在2 mm以下。
- ▶ 蒸發面積變大，縮短內部擴散之路徑。

► 操作法：

↓ 稱量瓶先行乾燥30分鐘後，精確稱定。

↓ 將檢品混合均勻，如為塊狀或大結晶，應研成細粒 ($< 2\text{mm}$)，然後按正文規定量 ($\pm 10\%$ 以內) 取置稱量瓶中，再精確稱定。

↓ 輕輕振搖稱量瓶，使檢品均勻平鋪於瓶底，其厚度不宜超過 5 mm ：
疏鬆之檢品，則不宜超過 10 mm 。

↓ 按照規定之溫度及時間乾燥之。

► 舉例：規定 0.5 % 以下(0.5 g，減壓， P_2O_5 ，4小時)。

精確量取檢品 0.5 g，置於以 P_2O_5 為乾燥劑之乾燥器，
減壓乾燥 4 小時，

所減少重量為所採取檢品量之 0.5 % 以下。

- ▶ 乾燥通常在常壓， 105°C 加熱，2~4小時，至恆量。
- ▶ 恆量係指檢品按照規定乾燥稱重後，再乾燥 1 小時，或熾灼稱量後，再熾灼 15 分鐘，直至前後量差，以檢品每 g 不超過 0.5 mg。



Infrared Loss-on-Drying Moisture Analysis

<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=18029>

(二)化性:

1. pH值測定法：

- ▶ 溶液之 pH 值為其所含氫離子濃度 (以每 L 溶液所含氫離子之 g 數表示) 倒數之普通對數，用以表示該溶液之酸鹼度。
- ▶ 通常用 pH 值測定計以電位測定法測定之。
(玻璃電極之 pH 測定計)

pH 測定計之構造：

- ▶ pH 測定計通常由玻璃電極及參考電極組成之檢出部、放大檢出電動勢之增幅部及表示測定結果之顯示部組成。
- ▶ 顯示部有零點校正用鈕及幅寬(Span)(感度)校正用鈕。此外，依裝置亦配備有溫度補償用鈕等。
- ▶ pH 測定計依下述操作，就任一 pH 標準液之 pH，每次在檢出部以水充分洗淨後，反複測定其 pH 值 5 次時，其 pH 顯示值再現性在 ± 0.05 以內。

▶ 操作法：

- ↓ 電極之測定端應預先置水中浸數小時以上；pH測定計插接電源 5分鐘後始可供用。
- ↓ 首先將電極之測定端用水充分洗淨，並以濾紙輕輕沾去附著之水珠。
- ↓ pH 校正係使用 2 種 pH 標準液，如作兩點調整，通常採用磷酸鹽 pH 標準液及另一待測檢液預想 pH 值最接近之 pH 標準液調整之。
- ↓ 首先電極浸入磷酸鹽 pH 標準液，以零點校正用鈕調整至與表中所示標準液之 pH 一致。
- ↓ 續浸入具有夾檢液預想 pH 值於其間之第二個 pH 標準液於同樣條件下測定 pH 值。

↓ 所得 pH 與表中所示標準液之 pH 不一致時，
以幅寬校正用鈕調整至與規定之 pH 一致。

↓ 二個 pH 標準液之 pH，反復同樣調整操作至與規定之
pH 一致在 ± 0.05 以內。

(附有溫度補償用鈕者，調節至與所用 pH 標準液之溫度一致。)

↓ 將電極測定端用水充分清洗乾淨，並用濾紙輕輕沾去
附著之水珠後，進入待測檢液，讀取其測定值。

※具自動化裝置時，若具有上述校正操作自動功能時，需定期確認二個 pH 標準液之 pH 與規定之 pH 一致在 ± 0.05 以內。

▶ 檢液為鹼性時，若必要，使用附有蓋子之測定用容器，於氮氣等惰性氣流中測定之。

▶ pH 11 以上含有鹼金屬離子之溶液，測定誤差較大，應採用在鹼性誤差較小之電極，並作必要之校正。

※ pH 測定計之構造及詳細操作法因儀器之廠牌型式而異。

2. 酸價：為中和檢品 1g 所需**氫氧化鉀**之 mg 數。

- ▶ 酸價係脂肪酸及樹脂酸常數之一，
- ▶ 也表示**天然油脂**，**高級脂肪酸**、**蠟**及**界面活性劑**中所含**游離酸**之量。
- ▶ 此等游離酸因**原料**、**製程**及**經時變化**等而異，通常**儲存條件不佳**，游離脂肪酸含量會增加而導致變敗，酸價變高。
- ▶ 為一表示原料油脂之**鮮度**指標。

► 操作法：

↓ 依正文規定量，精確稱取檢品，

↓ 置 250 mL 燒瓶中，加 **乙醇** 或 **乙醇與乙醚** (2:1) 混液 50 mL，
加溫溶解，

↓ 加酚酞試液 1 mL 為指示劑，不時搖混，

↓ 用 0.1 mol/L **氫氧化鉀液** 滴定。

↓ 以溶液之淡紅色持續 30 秒鐘為滴定終點

► 另作一空白試驗校正之。

$$\text{酸價} = \frac{a \times 5.611}{b}$$

a：0.1 mol/L 氫氧化鉀液之消耗量(mL)

b：檢品量(g)

3. 皂化價測定法：中和及皂化檢品 1g 中之游離酸及酯，所需氫氧化鉀之 mg 數。

- ▶ 因表示物質中存在之游離酸及以酯存在之酸的總量，
- ▶ 一般油脂及蠟等之酯類，加氫氧化之鹼類加熱時，酯類皂化分解成酸與醇。
- ▶ 此時中和檢品 1g 之游離酸與皂化所消耗之 KOH 以 mg 數表示稱為皂化價。
- ▶ 各物質有其固定之皂化價。
- ▶ 藉由測定皂化價，可以作為物質之鑑別，鑑別礦物油是否摻偽。

► 操作法：

↓ 取檢品1-2 g，精確稱定，置 200 mL 燒瓶中，

↓ 精確加 0.5 mol/L 醇製氫氧化鉀液 25 mL，

↓ 接裝磨砂玻璃口迴流冷凝器或長75 cm，內徑 6 mm 之空氣冷凝管，置水鍋上不時搖混，加熱 1 小時。

↓ 冷後，加酚酞試液 1 mL，用 0.5 mol/L 鹽酸滴定過量之氫氧化鉀。

► 另作一空白試驗校正之。

4. 碘價測定法：為檢品 100 g 按照本法測定其所吸收之鹵素換算為碘之 g 數。

- ▶ 油脂及蠟中組合成分，脂肪酸及高級脂肪醇中之不飽和鍵，會與碘等鹵素族進行加成反應，形成飽和鍵化合物，
- ▶ 其不飽和度因各油脂而異，大都有其一定的範圍，
- ▶ 由此可判定檢品之真偽及純度，各公定書都廣泛地採用稱為碘價。

► 操作法：

- ↓ 檢品之碘價，參照下表取適量之檢品，精確稱定，
- ↓ 連同稱量檢品之玻璃容器置入 500 mL 之碘瓶中。
- ↓ 加環己烷 10 mL 使檢品溶解後，
- ↓ 精確量加一氯化碘試液 25 mL，充分搖混，如溶液不透明，再追加四氯化碳後，密塞遮光，於 20-30°C，不時予以搖混，放置 30 分鐘。
- ↓ 加碘化鉀溶液(1→10) 20 mL 及水 100 mL，搖混後，
- ↓ 用 0.1 mol/L 硫代硫酸鈉液滴定游離而出之碘。
- ↓ 接近終點時加澱粉試液 1 mL 為指示劑。

- ▶ 另以同樣方法作一空白試驗。

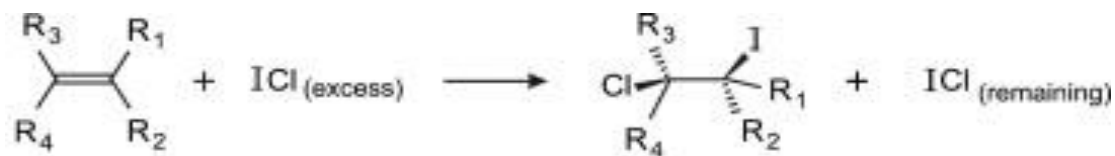
$$\text{碘價} = \frac{(a - b) \times 1.269}{c}$$

a ：空白試驗 0.1 mol/L 硫代硫酸鈉液之消耗量(mL)

b ：檢品試驗 0.1 mol/L 硫代硫酸鈉液之消耗量(mL)

c ：檢品量(g)

- ▶ 注意: 檢品之碘價在100以上時，放置時間應延長為1小時。



5. 含量測定：

► Classical Quantitative Analysis

1. Gravimetric methods (重量分析法：如氯化物檢查法硫酸鹽檢查法...)
2. Volumetric (or titrimetric) methods (滴定分析法：酸鹼滴定沉澱滴定 氧化還原滴定 非水滴定 ...)

► Instrumental Analysis

1. Electroanalytical methods (電化學分析法電位滴定法：(potentiometry) ...)
2. Spectroscopic methods (光譜分析法：紫外可見吸光度測定法 紅外線吸收光譜測定法 原子吸光度測定法)
3. Chromatographic methods (色層分析法：薄層層析法 氣相層析法 液相層析法)

原料、包裝材料檢驗

GMP 50條

解說

- ▶ 原物料檢驗：應逐批抽樣並依廠內規格檢驗，後續得依程序減項檢驗；新原物料或新供應商至少抽樣 1 批依廠規全項檢驗，並與供應商 CoA 進行比對。

➤ 原料規格及檢驗實例

<i>A. & A. Fratelli Parodi s.p.a.</i>	
CERTIFICATE OF ANALYSIS	Date, 15/03/2017

CLIENT
TRADE NAME
CHEMICAL NAME
INCI NAME
CAS NUMBER
EINECS NUMBER
PRODUCTION DATE
BATCH NUMBER

COMCEN
PARYOL 10 DO
DECYL OLEATE
DECYL OLEATE
3687-46-5
222-981-6
03/2017
1017C17/01

	U.M.	Test methods	Range	Analitical results
Physical status at 25C°		Visual	Liquid	Conform
<u>Acid value</u>	mgKOH/g	AOCS Cd3d-63	≤1.0	<u>0.05</u>
<u>Iodine value</u>	gI ₂ /100	AOCS Tg2a-64	55.0-65.0	<u>57.4</u>
<u>Saponification value</u>	mgKOH/g	AOCS Cd3 -25	130.0-140.0	<u>136.4</u>
Colour	APHA	AOCS Ea9 – 65	≤200	130
Density at 20C°	g/cc	ASTM D1298-85	0.860-0.870	0.868
Peroxide value	meq O ₂ /Kg	AOCD Cd8-53	≤8.0	0.50
Hydroxyl value	mgKOH/g	AOCD Cd13-60	≤2.0	0,96
Refractive index		AOCD Tpla-64	1.455-1.458	1.456

Decyl oleate

酸價

檢品量 (b): 6 g

0.1 mol/L KOH消耗量 (a): 0.05 mL

$$\text{酸價} = \frac{a \times 5.611}{b}$$

a : 0.1 mol/L 氫氧化鉀液之消耗量(mL)

b : 檢品量(g)

$$\text{酸價} = \frac{0.05 \times 5.611}{6} = 0.046 \approx 0.05$$

碘價

空白試驗 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 消耗量(a) : 14 mL

檢品試驗 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 消耗量(b) : 0.3 mL

檢品重量(c) : 0.303 g

$$\text{碘價} = \frac{(a - b) \times 1.269}{c}$$

$$\text{碘價} = \frac{(14 - 0.3) \times 1.269}{0.303} = 57.37 \doteq 57.4$$

皂化價

空白試驗 0.5 mol/L HCl消耗量 (a) : 5.8 mL

檢品試驗 0.5 mol/L HCl消耗量 (b) : 0.8 mL

檢品重量(c) : 1.028 g

$$\text{皂化價} = \frac{(a - b) \times 28.05}{c}$$

$$\text{皂化價} = \frac{(5.8 - 0.8) \times 28.05}{1.028} = 136.43 \doteq 136.4$$

半成品、成品檢驗

GMP 50條

解說

- ▶ 成品檢驗：應逐批抽樣並依廠內規格檢驗，後續得依程序減項檢驗；另，涉及使用限制表相關規範之項目，各項產品應於量產後至少檢驗首批，後續每生產10批，至少檢驗1批；惟，微生物檢測不得減項為原則，若有評估資料可佐證微生物污染的風險低，其測試得採彈性作法（部分批次減項）。
- ▶ 應考量外觀、顏色、影響品質關鍵項目、使用限制表（特定用途、抗菌劑、防腐劑）相關成分之含量、微生物容許量基準等項。

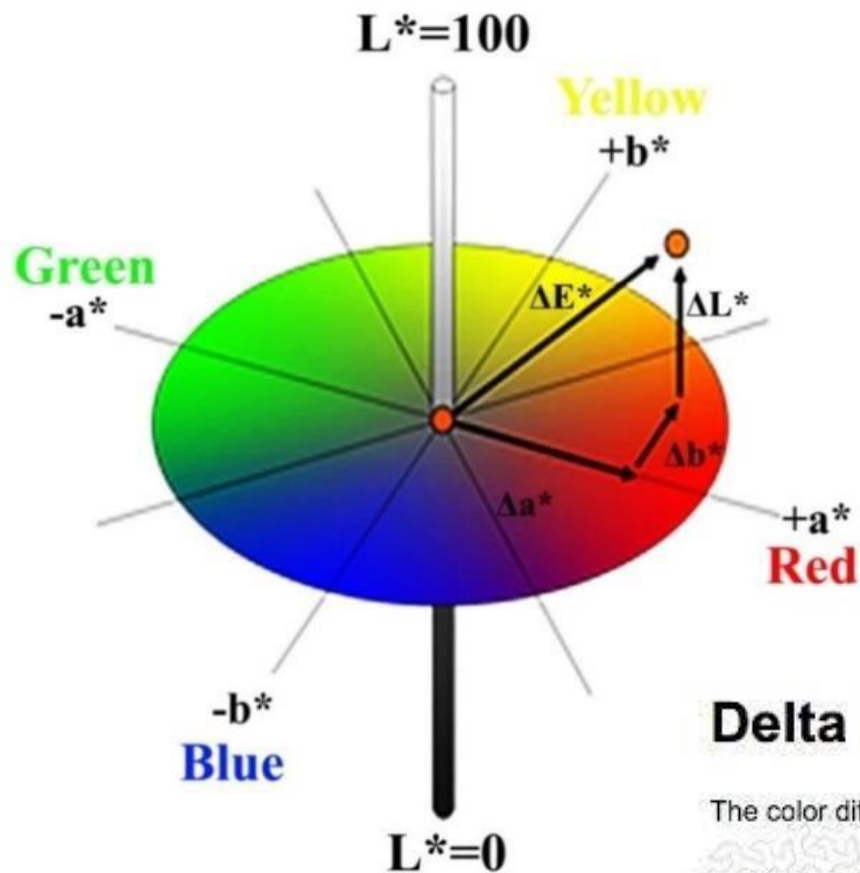
➤ 半成品及成品常見檢驗項目

(一) 顏色：

- 肉眼判定
- 與標準品或樣品批比較
- 色彩色差計



Konica Minolta's CR-400 & CR-410 colorimeters



Delta E (CIE 1976)

The color difference, or ΔE , between two colors (L_1, a_1, b_1) and (L_2, a_2, b_2) is:

$$\Delta E = \sqrt{(L_1 - L_2)^2 + (a_1 - a_2)^2 + (b_1 - b_2)^2}$$

https://www.researchgate.net/figure/The-three-dimensional-CIE-Lab-color-space_fig2_327237630

Color assessment cabinet

Light source	Color viewing booths Application	Color temperature(K)	Power (W)
D65	International Standards Artificial Daylight	6500	18
TL84	Applied to stores in Europe, Japan and china	4000	18
CWF	(Coll White Fluorescent) American standard	4150	18
F/A	"Sun-Setting Light Yellow" incandescent light source (imitation of sunset)	2700	40
UV	Viewing under ultraviolet light to detect and evaluate optical brighteners or fluorescent pigments	Wavelength: 365nm	20
U30	Warm White fluorescent, American Standard	3000	18



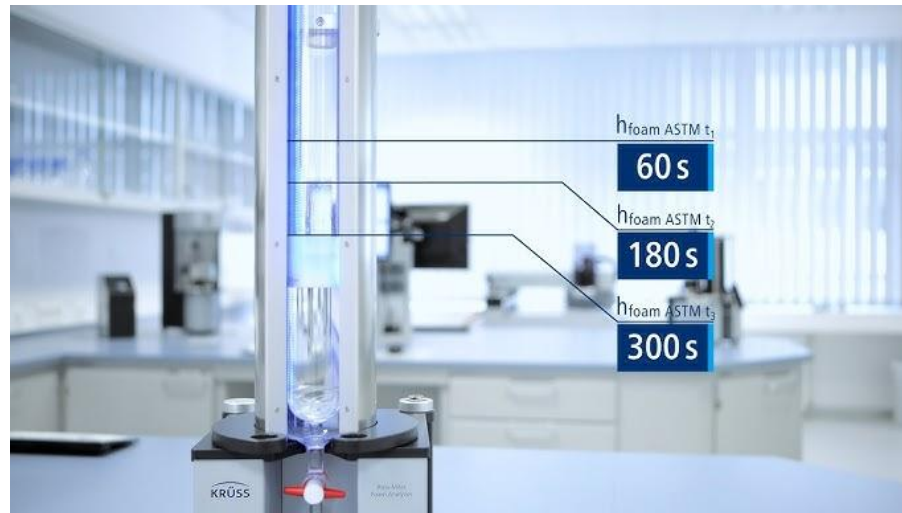
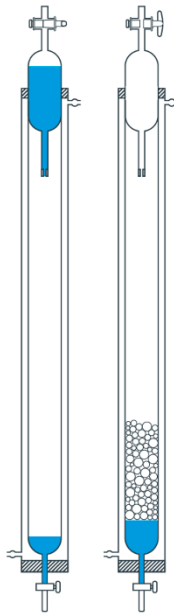


硬度/稠度 (hardness/softness) Penetrometer(針入度計 穿透計)

<https://www.indiamart.com/proddetail/standard-penetrometer-4619451448.html>

<https://www.youtube.com/watch?v=lCOFjvG6tmg>

泡沫試驗(Foam Tests) : Ross-Miles method



<https://www.youtube.com/watch?v=UryTtDYqvz8>

(二)化性試驗：

- ▶ 酸度、鹼度

- ▶ 含量測定

使用限制表 (特定用途、抗菌劑、防腐劑) 相關成分之含量

- ▶ 參考食藥署建議檢驗方法

➤ 半成品及成品規格檢驗實例

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Product Name: Rehydrating Sunscreen SPF 30 OTC
 Customer: BB Lifestyle
 Customer Part Number: BBL-60-223-67A
 Formula Number: 223-67A
 Batch Number: 07032
 Date of Manufacture: 6/21/2021
 Filled Size: 3.4 Fl oz
 Finished Product Lot Code: 07032/21187
 Expiration Date: 06/2023

MANUFACTURED BULK

PROPERTIES	SPECIFICATION	METHOD	RESULTS
Appearance	Opaque Viscous Cream	Visual	Conforms
Color	White	Visual	Conforms
Odor	Characteristic To Match Standard	Olfactory	Conforms
pH	7.00 - 7.75	USP<791>	7.25
Specific Gravity	1.000 - 1.020	USP <841>	1.005
Viscosity LVT#4, 6RPM, 5REV.	25,000CPS - 55,000CPS	USP <911>	37,000CPS
Microbial Analysis:			
TPC	< 100 cfu/gm	USP <61>	Pass
Pathogenic Organisms	No Growth	USP <62>	Pass
Assay (% Actives)			
Avobenzone	2.70 - 3.30%	USP<621>	3.01%
Octinoxate	6.75 - 8.25%	USP<621>	8.02%
Octisalate	4.50 - 5.50%	USP<621>	5.38%
Homosalate	5.40 - 6.60 %	USP<621>	5.76%

※ 成品檢驗之部分項目，得以半成品檢測結果替代
 （應於 SOP敘明並有簡要評估資料），惟，微生物檢驗不可替代。

FINISHED PRODUCT

PROPERTIES	SPECIFICATION	METHOD	RESULTS
Appearance	Opaque Viscous Cream	Visual	Conforms
Color	White	Visual	Conforms
Odor	Characteristic To Match Standard	Olfactory	Conforms
Microbial Analysis:			
TPC	<100 cfu/gm	USP <61>	Pass
Yeast & Mold	<10 cfu/gm	USP <61>	Pass
Pathogenic Organisms	No Growth	USP <62>	Pass
Assay (% Actives)			
Avobenzone	2.70 - 3.30%	USP<621>	3.09%
Octinoxate	6.75 - 8.25%	USP<621>	7.97%
Octisalate	4.50 - 5.50%	USP<621>	5.44%
Homosalate	5.40 - 6.60 %	USP<621>	5.96%

APPROVED BY: 

VERIFIED BY: 
QA Department

DATE: 07/12/2021

➤實驗室數據文件化及完整性

▶ 保存實驗相關資料及試驗原始數據(紀錄)

- 微生物試驗：如培養基製備(配製、滅菌、分裝)與使用、試驗操作、試驗觀察(逐次填記)、試驗結果、菌落照片等。
- 理化試驗：如檢品處理(秤量)、試驗操作(如試劑添加)、試驗觀察、試驗結果(檢測值、數據計算)等。
- 若試驗結果係原始數據(檢測值)經計算後之結果，應包含其過程。

▶ 試驗操作應詳實記錄

- 建議使用實驗室筆記本

▶ 填寫儀器(設備)使用紀錄

▶ 範例:

○○○股份有限公司

原料/半成品/成品檢驗報告

文件編號:

識別碼 :○○○	名稱 :Decyl oleate	供應商:○○○	
批號:○○○○○○		開始檢驗日期:	
檢驗依據 : 廠規			
項 目	規 格		結 果
顏色	微黃色		微黃色
性狀	液狀		液體
比重	0.860-0.870		0.868
折光度	1.455-1.458		1.456
酸價	< 1		0.05
碘價	55.0-65.0		57.4
皂化價	130.0-140.0		136.4
判定		備註	
檢驗者/填表者:	日期:	品管主管:	日期:

檢驗紀錄簿

頁碼:

檢驗日期:

名稱: Decyl oleate

批號: ○○○○○○

外觀顏色: 微黃色

性狀: 液體

酸價滴定:

檢品量: 6.0 g

0.1 mol/L KOH 消耗量: 0.05 mL

$$\text{酸價} = \frac{0.05 \times 5.611}{6} = 0.046 \approx 0.05$$

碘價滴定:

空白試驗: 0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 消耗量: 14 mL

檢品試驗: 0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 消耗量: 0.3 mL

檢品重量: 0.303 g

$$\text{碘價} = \frac{(14-0.3) \times 1.269}{0.303} = 57.37 \approx 57.4$$

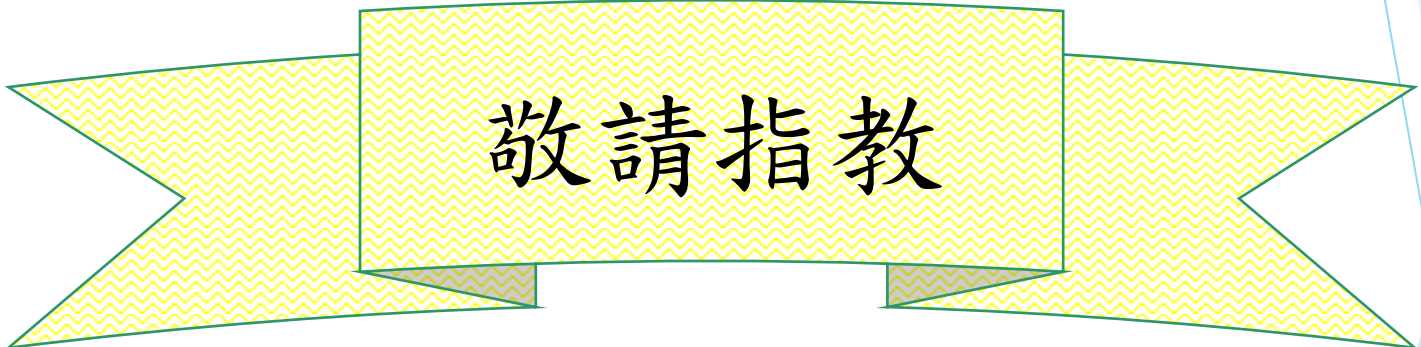
皂化價滴定:

空白試驗: 0.5 mol/L HCl 消耗量: 5.8 mL

檢品試驗: 0.5 mol/L HCl 消耗量: 0.8 mL

檢品重量: 1.028 g

$$\text{皂化價} = \frac{(5.8-0.8) \times 28.05}{1.028} = 136.43 \approx 136.4$$



敬請指教