

化粧品 UVA 防曬效能測試(人體測試)技術規範指引

目 錄

	<u>頁次</u>
1. 前言.....	1
2. 適用範圍.....	1
3. 名詞與定義.....	1
4. 倫理準則.....	2
5. 方法概述.....	2
6. 受試者.....	2
7. 紫外線光源.....	3
8. UVA 防曬參考配方.....	4
9. 產品用量與施用方法.....	4
10. 決定 MPPDD.....	6
11. MPPDD 評估步驟.....	8
12. UVA 防護係數之計算與統計.....	8
13. 結果報告.....	8
14. 參考資料.....	9
附件.....	10
一 受試者選擇基準.....	10
二 UVA 光源定義.....	12
三 UVAPF 防曬參考配方.....	13
四 統計與計算.....	18

1. 前言

SPF 防曬係數是目前全球對防曬產品之防曬效能所公認的指標，其所評估的是防曬產品對紫外線中 UVB 的防曬效能。但紫外線中之 UVA 才是皮膚曬黑之主因。除了造成曬黑外，其亦會提高皮膚對 UVB 之敏感度，並引發皮膚癌以及加速皮膚老化現象之發展（例如：黑斑與皺紋之產生）。雖然，目前無法明確瞭解 UVA 與 UVB 分別對於上述皮膚傷害所占之比重，但因 UVA 能夠深入皮膚較深的部位，因此，其所可能對皮膚產生之影響不容小覷。

本技術規範係參考 ISO 24442 (2011)之檢測方法，經專家學者討論後訂定，以作為國內實驗室執行化粧品 UVA 防曬效能體內測試(in vivo testing)之參考依據。

2. 適用範圍

適用於以皮膚測試(in vivo)方法評估防曬化粧品之 UVA 防護係數。

3. 名詞與定義

3.1 紫外線光源(UV Radiation)

一般係指電磁輻射範圍從 290 nm 到 400 nm。

UVB：290 nm – 320 nm

UVA：320 nm – 400 nm

UVA II：320 nm – 340 nm

UVA I：340 nm – 400 nm

3.2 最低持續致黑劑量(Minimal Persistent Pigment Darkening Dose, MPPDD)

係指在 UVA 曝照後 2~24 小時，可觀察到曝照點呈現輕微泛黑現象之最小曝照劑量。

3.3 UVA 防護係數(UVAPF)

同一受試者未受防曬產品保護的皮膚之 MPPDD 以 MPPDDu 表示，受防曬產品保護的皮膚之 MPPDD 以 MPPDDp 表示。個別 UVA 防護係數(UVAPFi)定義為每位受試者其 MPPDDp 與 MPPDDu 之比值。

$$UVAPFi = \frac{MPPDDp}{MPPDDu}$$

產品 UVAPF 值乃指測試中全部受試者之所有有效的 UVAPFi 之平均值。

4. 倫理準則

- 4.1 執行體內測試應符合赫爾辛基宣言(Declaration of Helsinki)及我國相關之倫理規範。
- 4.2 依據上述原則，有關 UVAPF 之評估應該注意下列幾點：
 - 4.2.1 UVAPF 係用以評估使用者在正確使用防曬產品後，於陽光曝曬下可能受到之保護程度，此類評估不應對受試者造成立即或續發性之傷害。
 - 4.2.2 測試應由訓練合格之人員執行操作，以避免傷害自願受試者之皮膚。
 - 4.2.3 測試機構之測試負責人須於測試前取得有關待測產品之適當資訊、臨床前安全評估及任何警示資訊。
 - 4.2.4 嚴禁兒童、老年人與無行為能力者參與 UVAPF 測試。

5. 方法概述

防曬產品之 UVAPF 測試方法與 SPF 測試方法相近，乃採用具已知特定之輸出光源(僅 UVA 部分)的氬弧燈陽光模擬器在所選擇的受試者皮膚上的特定 5 或 6 個小部位誘發一系列的持續性致黑反應(Persistent pigment darkening response)。測試部位僅限於背部。

每位受試者的皮膚將分別以下列狀況接受 UVA 照射：未塗抹防曬產品而接受 UVA 曝曬之部位(以下簡稱裸膚部位)；塗抹待測之防曬產品加以保護並接受 UVA 曝曬之部位(以下簡稱施測部位)；塗抹防曬參考配方加以保護並接受 UVA 曝曬之部位(以下簡稱對照部位)。

漸進式的增加 UVA 照射劑量以產生不同程度的皮膚泛黑反應，照射後 2~24 小時，由受過訓練者以目視法判斷這些持續性致黑反應，評估其皮膚曬黑程度。

受試者於裸膚部位所測得之 MPPDD 以 MPPDDu 表示之；受試者於施測部位所測得之 MPPDD 以 MPPDDp 表示之；個體防曬係數值係以 MPPDDp/MPPDDu 之比值計算而得，並以 UVAPFi 表示。

6. 受試者

6.1 受試者的選擇

- (a) 年齡限制：年齡小於法定簽署同意書者或大於 70 歲者。
- (b) 皮膚類型
 - 依據 Fitzpatrick 法，受試者之皮膚類型應為 II、III、IV 型者，或依色度計法判定，其 ITA°值介於 20~41°者。
 - 測試前每一位受試者應接受合格的技術員檢查，以確保不危及受試者之健康，且避免因皮膚情況不良，如：受傷、曬黑或對光有不正常反應而影響測試結果。(附件一)

(c) 參與測試頻率

為使測試後的皮膚有足夠時間修復，所以經 UVA 照射過的測試部位應俟 2 個月後，受試部位已完全恢復原狀，方可進行下一次測試。

6.2 受試者數目

每一個測試得記錄至少 10 個、至多 20 個有效 UVAPFi 值。計算 UVAPF 平均值時，最多僅能從中排除 5 個數據，每一個被排除的數據須經合理判斷。所有個別數據皆須記錄於報告中，即使並非每個數據皆納入 UVAPF 平均值的計算。

取有效之 UVAPFi 值 10 個平均時，其 UVAPF 平均值之 95% 信賴區間應介於平均值±17%之範圍內，否則受試者數目應由 10 人開始逐步增加，至多增至 25 人，直至所得平均符合本規範之統計要求；若 25 位受試者中，20 個有效 UVAPFi 值仍未達統計要求時，則該測試無效。計算與統計請見第 8 頁。

6.3 測試部位

測試部位應在背部介於肩胛骨與腰線間，且避免骨頭突出及彎曲之區域。

7. UVA 光源

7.1 光譜特性

該光源須能產生涵蓋 UVA 頻段(320 – 400 nm)不具突波之連續光譜，輸出光源穩定且光束均勻。得使用氙弧燈加裝適當之濾鏡，濾除小於 320 nm(UVB)及大於 400 nm(可見光及紅外光)之波段，以確保光源在整個 UVA 的光譜範圍放射出適當量之 UVA。其中，可見光及紅外光之輻射比例須小於總輸出光源的 5%，UVB 輻射比例須小於總 UV 輻照度的 0.1%，而 UVA II(320 – 340 nm)之輻射比例須介於總 UVA(320 – 400 nm)輻照度的 8~20%，且 UVA I(340 – 400 nm)的輻射須介於總 UVA 輻照度的 80~92%。(如下表及附件二)

光譜區	測量值
<320 nm (UVB)	小於總 UV 輻照度的 0.1%
320 nm - 340 nm (UVA II)	佔總 UVA 之 8~20%
340 nm - 400 nm (UVA I)	佔總 UVA 之 80~92%
400 nm - 1500 nm (可見光及紅外光)	小於總輸出光源的 5%

7.2 總輻照度(紫外線、可見光至近紅外光)

進行 UVAPF 測試前須確認所使用之最大輻照度不超過 1600

W/m²，以避免受試者在光照射位置引發灼熱感。

7.3 光束大小及均勻性

每一個光照射面積應至少 0.5 cm²。光線強度應儘可能均勻。任何點的最小輻照度應不可低於任何點的最大輻照度之 10%。其差距若大於 10%，則需針對不同的輻照度在該光照射位置以照射時間作適當的補償。

7.4 UVA 輸出光源的維護與監控

每一測試部位接受 UVA 照射前，其紫外線光源須以校正過的輻射計檢查。建議實驗室至少每 18 個月或使用超過 3000 個小時，即應對輸出光譜及強度執行完整的檢查(UV、可見光及 IR)，且每次更換重要的光學零件時亦應重測，並由獨立的專業人員執行此年度查驗。

8. UVAPF 防曬參考配方

8.1 使用 UVAPF 防曬參考配方是為確認測試步驟的管控方法，需與待測產品同一天執行。任何測試測得的防曬參考配方之 UVAPF 平均值非介於可接受範圍內者，應排除該次測試。

8.2 每一測試至少須包含一個 UVAPF 防曬參考配方，其選用則視待測產品之 UVAPF 期望值高低而定。

(a)待測產品之 UVAPF 期望值低於 12 者，得選用 UVAPF 防曬參考配方 S1。

(b)待測產品之 UVAPF 期望值大於或等於 12 者，得選用 UVAPF 防曬參考配方 S2。

UVAPF 防曬參考配方的可接受範圍如下表：

UVAPF 防曬參考配方	UVAPF 平均值	可接受範圍	
		下限	上限
S1	4.4	3.8	5.0
S2	12.7	10.7	14.7

*UVAPF 防曬參考配方之詳細組成及配製資訊詳列於附件三。

9. 產品用量與施用方法

9.1 環境條件

產品塗抹、UVA 照射及 MPPDD 的評估應於穩定的環境下進行，室溫維持在 18~26°C。

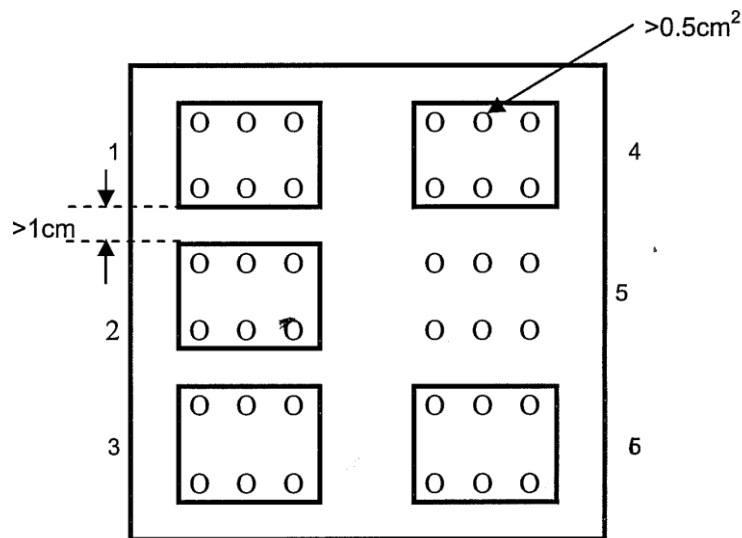
9.2 受測姿勢

照射 UVA 時受試者可採坐姿或俯臥姿(但粉劑之測試應採俯

臥姿)，受測姿勢須確保產品均勻塗抹於皮膚上，且塗抹產品、照射 UVA 及 MPPDD 評估時皆應採同一姿勢。

9.3 產品塗抹部位

- (a)塗抹前可先清理測試部位，並使用不褪色墨水描繪出受試部位。
- (b)最小塗抹區域至少為 30 cm^2 ，最大到 60 cm^2 。
- (c)相鄰之塗抹區域邊緣應至少間隔 1 公分。
- (d)測試部位之塗抹區域應小於 6 個。
- (e)測試族群中之施測部位與對照部位須隨機分佈於受試者背部，以減少因皮膚位置不同所造成的系統性誤差。(如下圖)



- 1 產品 1
- 2 防曬參考配方
- 3 產品 2
- 4 產品 4
- 5 MPPDDu (裸膚部位)
- 6 產品 3

9.4 產品塗抹量

- (a)待測產品及 UVAPF 防曬參考配方在塗抹前之量應為 $2.00 \pm 0.05\text{ mg/cm}^2$ 。天平的靈敏度至少應達 0.0001g 。
- (b)秤重時及皮膚塗抹前，應避免產品所含之揮發性物質蒸發流失，重要的是要將所秤得的量完全塗抹於受試部位。秤重時應採用重量扣除法。

9.5 塗抹方法

- (a)化粧水、液劑、乳液、乳霜及噴劑
可用針筒或吸管將產品點在整個受試部位 (每 30 cm^2 點上 15 點，每 60 cm^2 點上 30 點)以求均勻分布，再用乾淨的手

指或指套以圈形及上下直線移動、無加壓方式輕輕塗勻。
塗抹時間應於 20~50 秒內完成。

(b)粉劑

塗抹前可先用純水或不具紫外線保護特性的適當溶劑擦拭皮膚，以協助待測產品得以附著於皮膚上。使用藥杓或手指擷取粉劑，以類分格之方式置於皮膚上，再以手指或指套輕輕按壓粉末，均勻塗抹整個受測部位。亦可用粉撲尖端取代手指，重要的是須確認 $2.00 \pm 0.05 \text{ mg/cm}^2$ 的粉劑仍存在皮膚上，可由殘留在粉撲上的粉末秤重得知。

9.6 產品塗抹至照射紫外線之等候時間(乾燥時間)

受試部位塗抹產品後須等候 15~30 分鐘後方可照射 UVA。在此段時間內及 UVA 照射後 24 小時，受試部位不可額外曝露於任何人造或自然之紫外線。

9.7 產品清除

UVA 照射後，可以用化粧棉沾溫和的乳液：如卸粧乳，輕輕擦拭所有受測部位。

10. 決定最低持續致黑劑量(MPPDD)

測試進行前，須先以校正過之輻射計測量並調整光源，再預估個別 MPPDDu，照射時以其為中間值，增減得出一系列 MPPDDu 與 MPPDDp 紫外線照射劑量。

10.1 使用多光束陽光模擬器者

- (a)一般多光束陽光模擬器具有 6 個輸出端，會各自獨立放射相同波段但不同強度的 UV 輻射。其光照直徑通常為 8~10 mm。
- (b)對於裸膚部位，紫外線照射的劑量範圍應以受試者預先測定或預估的 MPPDDu 為中間值建立之，並以幾何倍數 1.25n (0.64、0.8、1.0、1.25、1.56、1.95) 增減。
- (c)決定裸膚部位其最低持續致黑劑量所需照射時間，以照射劑量範圍(8、10、12.5、15.6、19.3 及 24.4 J/cm^2) 為例：
例 1:
第 3 輸出端 UVA 輻照度 = 50 mW/cm^2
MPPDDu(預估) = 12.5 J/cm^2
達 MPPDDu 所需照射時間 = $\frac{12.5}{50} \times 1000 = 250 \text{ 秒}$
- (d)對於施測部位，紫外線照射的劑量範圍應以預估的 MPPDDp 值建立之，即 MPPDDu 乘以待測產品之 UVAPF 期望值而得。測試時以 MPPDDp 為中間值，並以

幾何倍數 1.25n (0.64、0.8、1.0、1.25、1.56、1.95) 增減。
(e) 決定及施測部位其最低持續致黑劑量所需照射時間。

例 2:

第 3 輸出端 UVA 輻照度 = 50 mW/cm²

MPPDDu = 10 J/cm²

產品 UVAPF 期望值 = 10

MPPDDp(預估) = 10x10 J/cm² = 100 J/cm²

達 MPPDDp 所需照射時間 = $\frac{100}{50} \times 1000 = 2000$ 秒

10.2 使用單光束陽光模擬器者

(a) 單光束陽光模擬器僅有 1 個輸出端。測試前先以校正過之輻射計測量 UVA 輻照度。

(b) 決定裸膚部位及施測部位其最低持續致黑劑量所需照射時間。

例 3:

UVA 輻照度 = 50 mW/cm²

達 MPPDDu(8 J/cm²) 所需照射時間 = $\frac{8}{50} \times 1000 = 160$ 秒

達 MPPDDu(10 J/cm²) 所需照射時間 = $\frac{10}{50} \times 1000 = 200$ 秒

達 MPPDDu(12.5 J/cm²) 所需照射時間 = $\frac{12.5}{50} \times 1000 = 250$ 秒

達 MPPDDu(15.6 J/cm²) 所需照射時間 = $\frac{15.6}{50} \times 1000 = 312$ 秒

達 MPPDDu(19.3 J/cm²) 所需照射時間 = $\frac{19.3}{50} \times 1000 = 386$ 秒

達 MPPDDu(24.4 J/cm²) 所需照射時間 = $\frac{24.4}{50} \times 1000 = 488$ 秒

例 4:

UVA 輻照度 = 50 mW/cm²

MPPDDu(預估) = 10 J/cm²

產品 UVAPF 期望值 = 10

MPPDDp(預估) = 10x10 J/cm² = 100 J/cm²

達 MPPDDp 所需照射時間 = $\frac{100}{50} \times 1000 = 2000$ 秒

照射順序應為 1280, 1600, 2000, 2500, 3125 及 3906 秒

11. MPPDD 評估步驟

11.1 評估 MPPDD 之時間點

評估 MPPDD 應在產生持續性黑化反應之最佳時間範圍內觀測，即 UVA 照射後 2~24 小時內完成。評估裸膚部位 (MPPDDu)、施測部位 (MPPDDp) 及對照部位之最低持續致黑劑量須於同一天執行。

11.2 MPPDD 評估

- (a) 以目視法評估 MPPDD。目視評估 MPPDD 時，照明須足夠且一致，建議至少 450 Lux。
- (b) 評估 MPPDD 反應時應採盲樣方式，也就是觀察者不應為塗抹待測產品者或實施 UVA 照射者，也不應知道測試設計內容 (塗抹部位及紫外線劑量之隨機分配方式)。

11.3 數據排除原則

當出現下列一種或多種情況時，則需排除該受試者之所有數據。

- (a) 任何光照射位置無法產生明確黑化反應者。
- (b) 所有光照射位置皆呈黑化反應者。
- (c) 光照射位置之黑化反應呈不規則性消失者。
- (d) 受試者不遵守規定、生病或未保護受試部位免於日光曝曬。
- (e) UVA 照射期間之技術錯誤。

12. UVA 防護係數之計算與統計

12.1 待測產品的 UVAPF 乃由所有有效之 UVAPFi 值平均而得。

12.2 有效 UVAPFi 值最少應 10 個，至多 20 個。實際受試者人數取決於 UVAPF 平均值的 95% 信賴區間是否介於平均值 $\pm 17\%$ 之間。完整統計方法詳述於附件四。

13. 結果報告

測試報告建議包含下列資訊：

- (a) 待測產品名稱、代碼以及 UVAPF 期望值。
- (b) 受試者資料 (個案數、名字或代碼，皮膚類型或 ITA° 值)。
- (c) 載明 UVA 光源強度。
- (d) 個別 MPPDD 值，包括裸膚部位 (MPPDDu)，施測部位 (MPPDDp) 及對照部位。依受試者載明該測試執行者之身分。
- (e) 所有有效數據或無效數據 (UVAPFi 值應以小數點下一位表示)。
- (f) UVAPF 平均值、標準偏差及 95% 信賴區間。
- (g) 說明與計畫書之差異 (如果有)
- (h) 執行實驗者。

(i) 測試日期

14. 參考資料

14.1 ISO 24442: 2011 Cosmetics — Sun protection test methods — In vivo determination of sunscreen UVA protection

附件一

受試者選擇基準

1. 皮膚類型

應依 Fitzpatrick 皮膚類型或 ITA°色度計法選擇受試者，適當之受試者皮膚類型應為 II、III、IV 型者，或其 ITA°值介於 20~41°。

1.1 Fitzpatrick 皮膚類型之定義，以冬季未受陽光曝曬後，第一次於陽光下曝曬 30 至 45 分鐘後的皮膚反應為基礎。

第 I 型：容易曬傷；不會曬黑

第 II 型：容易曬傷；輕微曬黑

第 III 型：中度曬傷；中度曬黑

第 IV 型：輕微曬傷；容易曬黑

第 V 型：不易曬傷；嚴重曬黑

第 VI 型：不會曬傷；深層黑化

1.2 色澤 ITA 值及膚色分類之定義乃以 Chardon 等(1991)使用 CIE (1976) L*a*b*顏色之描述為主。

膚色	ITA°
非常白(Very light)	> 55°
白(Light)	> 41 ~ 55°
中度(Intermediate)	> 28 ~ 41°
淡棕(Tan or Matt)	> 10 ~ 28°
棕(Brown)	> -30 ~ 10°
黑(Black)	≤ -30°

其中 $ITA^\circ = [\text{Arc Tangent}((L^* - 50) / b^*)] 180 / 3.1416$

2. 醫學倫理考量

2.1 建議新的受試者納入測試前須接受醫學專業人員諮商，建立皮膚健康之相關資料和參與測試的適當性。

2.2 每一位受試者於測試前應由受過訓練的人員以目視法檢查測試部位：膚色需一致，無斑點、痣或類似情形、無曬傷。

2.3 受試者應被適當的告知測試目的，參與測試存在的風險(直接或續發性反應)及任何可能引發不舒適的情況。測試前必須給予參與 UVAPF 測試的書面同意書。

2.4 若對待測產品之 UVAPF 值有疑問時，應先篩選少數幾位受試者，依序在其身上漸進性的增加紫外線照射劑量，直到產生 MPPDD 反應時立即中止。

3.排除原則

下列受試者應自動被排除於測試外：

- 兒童和年齡小於法定簽署同意書者或大於 70 歲者
- 懷孕或哺乳婦女
- 服用對光敏感之藥物者
- 免疫抑制者，如 HIV 陽性或移植病患
- 具皮膚癌家庭史背景者
- 正在接受化療或輻射治療者
- 使用抗發炎藥物者
- 患有皮膚病者
- 對陽光反應不正常者
- 經常進行日光浴活動者
- UVAPF 測試四週前在背部區域已有 UV 曝曬者

4.受試者參與測試頻率(二次測試期間)

欲對同一受試部位進行第二次紫外線照射時，應有足夠時間使其膚色恢復，換言之：連續兩次照射期間不可少於 2 個月。

5.受試部位之品質狀況

- 受試部位應無從前次測試遺留下來之斑點
- 受試部位應無 UV 曝曬(曬傷或曬黑)
- 受試部位應無疤痕或皮膚損傷
- 受試部位應色澤均一、無痣、污點或雀斑及多餘毛髮

附件二

UVA光源定義

1. 目的

訂定下列這些規格之目的係為列出操作基準，以測試UVAPF評估用之UVA光源的光譜符合性。

2. 紫外線輻射品質

UVA光源應能產生UVA頻段不具突波之連續光譜，且輸出光源穩定、光束均勻(特別是單一大光束)，可採氙弧燈加裝適當的濾鏡，以使產生光譜品質符合可接受範圍。(如下表)

UVA 陽光模擬器輸出可接受範圍

光譜範圍 (nm)	測量值 (%)	
	下限	上限
<320 (UVB)		<0.1(總UV)
320 - 340 (UVA II)	8	20 (總UVA)
340 - 400 (UVA I)	80	92 (總UVA)
400 - 1500 (可見光及紅外光)	<5 (總輸出光源)	

3. 總輻照度(紫外線、可見光至近紅外光)

當總輻照度很強時偶而會導致受試者感覺皮膚灼熱或刺痛。所以進行UVAPF測試前須確認所使用之最大輻照度(紫外線、可見光至近紅外光)不致引起皮膚過熱感。故總輻照度不得超過 1600 W/m²。

4. 光束均勻性

當大光束 UV 光源藉改變照射時間同時照射數個小部位時，其光線強度應儘可能均勻。任何點的最小輻照度應不可低於任何點的最大輻照度之 10%。其差距若大於 10%，則需針對不同的輻照度在該光照射位置以照射時間作適當的補償。

5. UVA 輸出光源的維護與監控

每一測試部位接受UVA照射前，其紫外線光源須以校正過的輻射計檢查。建議實驗室至少每18個月或使用超過3000個小時，即應對輸出光譜及強度執行完整的檢查(UV、可見光及IR)，且每次更換重要的光學零件時亦應重測，並由獨立的專業人員執行此年度查驗。

附件三

UVAPF 防曬標準品參考配方

1. UVAPF 防曬參考配方 S1

1.1 防曬標準品參考配方 S1 之 UVAPF 平均值及其允收範圍

防曬參考配方	UVAPF 平均值	允收範圍	
		下限	上限
S1	4.4	3.8	5.0

1.2 防曬標準品參考配方 S1

	成 分	重量百分比 (%)
A 相 (水相)	純水	57.13
	Dipropylene glycol	5.0
	Potassium hydroxide	0.12
	Trisodium EDTA	0.05
	Phenoxyethanol	0.3
B 相 (油相)	Stearic Acid	3.0
	Glyceryl monostearate (自乳化)	3.0
	Cetearyl alcohol	5.0
	Petrolatum soft yellow	3.0
	Glyceryl tri-(2-ethylhexanoate)	15.0
	Ethyl hexyl methoxycinnamate	3.0
	Butyl methoxydibenzoylmethane	5.0
	Ethylparaben	0.2
Methylparaben	0.2	

1.3 製備過程

- 2.3.1 將 A 相之各成分秤重並混合至完全溶解，續將該 A 相溶液加熱至 70°C；
- 2.3.2 將 B 相之各成分秤重並混合，續將該 B 相混合物加熱至 70°C 及至完全融化；
- 2.3.3 將 B 相混合物倒入 A 相溶液，使之乳化，續以均質機 4000 rpm 攪拌 3~5 分鐘；
- 2.3.4 將此乳化液冷卻後，即得 S1。

1.4 物化性資料

- 1.4.1 外觀：白色乳液
- 1.4.2 pH：6.5±0.5 (稀釋 5 倍)
- 1.4.3 黏度(20°C)：50000 ~ 80000 cP

1.4.4 密度(20°C)：0.95±0.05 g/cm³

1.5 保存期限

避光，於 20°C 至少可保存 12 個月。

1.6 檢驗方法

1.6.1 標準品溶液配製

精確稱取 100 mg ethylhexyl methoxycinnamate 及 50 mg butyl methoxydibenzoylmethane 同置於 100 mL 容量瓶中，以乙醇溶解並定容之，混勻。

量取 5 mL 上述溶液到 50 mL 容量瓶，再以乙醇稀釋至刻度，以 0.45 μm PVDF 濾器過濾。

1.6.2 檢品溶液配製

以分析天平精確稱取約 50 mg 配方(S1)置於 25 mL 容量瓶中，以乙醇溶解並定容之。以 Vortex 振搖及超音波震盪使均質。再以 0.45 μm PVDF 濾膜過濾。

1.6.3 以 HPLC 分析移動相溶液及空白(placebo)溶液，確認無干擾。再分析標準品溶液及檢品溶液。

1.6.4 HPLC 條件

管柱： 逆相 C18，5 μm，4.6 x 150 mm
移動相： A-以 H₃PO₄ 酸化的純水 B-乙醇
流速： 1.2 mL/min
檢測器： UV，312 nm
注射體積： 10 μL
定量： 波峰面積

1.6.5 計算

$$\text{含量 (\%w/w)} = \frac{M \times h \times 2.5}{P \times H}$$

h：檢品溶液波峰面積

H：標準品溶液波峰面積

M：標準品稱重(mg)

P：檢品取樣重(mg)

1.7 允收基準

CV (n=3) ≤ 2.5%

回收率 95~105%

空白無干擾層析峰出現

2. UVAPF 防曬參考配方 S2

2.1 防曬標準品參考配方 S2 之 UVAPF 平均值及其允收範圍

防曬標準品參考配方	UVAPF 平均值	允收範圍	
		下限	上限
S2	12.7	10.7	14.7

2.2 防曬標準品參考配方 S2

	成 分	重量百分比(%)
A 相 (水相)	純水	62.445
	Propylene glycol	1.00
	Xanthan gum	0.60
	Carbomer	0.15
	Disodium EDTA	0.08
B 相 (油相)	Octocrylene	3.00
	Butyl methoxydibenzoylmethane	5.00
	Ethylhexyl methoxycinnamate	3.00
	Bis-ethylhexyloxyphenol-methoxyphenyl triazine	2.00
	Cetyl alcohol	1.00
	Steareth-21	2.50
	Steareth-2	3.00
	Dicaprylyl carbonate	6.50
	Decyl cocoate	6.50
	Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben (and) Propylparaben	1.00
C 相	Cyclopentasiloxane	2.00
	Triethanolamine	0.225

2.3 製備過程

- 2.3.1 分別加熱 A 相混合物及 B 相混合物至 75°C；
- 2.3.2 將 B 相混合物緩慢加入攪拌中的 A 相(水相)混合物；
- 2.3.3 攪拌使冷卻至 40°C；
- 2.3.4 將 C 相混合物加入攪拌中的 A+B 相混合物；
- 2.3.5 補足散失的水量，並均質之，即得 S2。

2.4 物化性資料

2.4.1 顏色：白色到淡黃色

2.4.2 黏度(20°C)：7000 ~ 12000 cP

2.4.3 密度(20°C)：0.96~1.00 g/cm³

2.5 保存期限

避光，於 20°C 至少可保存 13 個月。

2.6 檢驗方法

2.6.1 標準品

精確秤取 100 mg octocrylene 和 ethylhexyl methoxycinnamate 以及 50 mg butyl methoxydibenzoylmethane 同置於 100 mL 容量瓶中，以乙醇溶解並定容之。

秤取 200 mg bis-ethylhexyloxyphenol-methoxyphenyl triazine 於 100 mL 容量瓶中，以 1,4-dioxane 溶解並定容之。

量取 5 mL 上述溶液到 50 mL 容量瓶，再以乙醇稀釋至刻度，以 0.45 μm PVDF 濾器過濾。

2.6.2 檢品溶液配製

以分析天平精確秤取約 50 mg 配方(S2)置於 25 mL 容量瓶中，以乙醇溶解並定容之。以 Vortex 振搖及超音波震盪使均質。再以 0.45 μm PVDF 濾膜過濾。

2.6.3 以 HPLC 分析移動相溶液及空白(placebo)溶液，確認無干擾。再分析標準品溶液及檢品溶液。

2.6.4 HPLC 條件

管柱： 逆相 C18，5 μm，4.6 x 150 mm
移動相： A-以 H₃PO₄ 酸化的純水 B-乙醇
流速： 1.2 mL/min
檢測器： UV，312 nm
注射體積： 10 μL
定量： 波峰面積

2.6.5 計算

$$\text{含量 (\% w/w)} = \frac{M \times h \times 2.5}{P \times H}$$

h：檢品溶液波峰面積

H：標準品溶液波峰面積

M：標準品秤重(mg)

P：檢品取樣重(mg)

2.7 允收基準

CV (n=3) ≤ 2.5%

回收率 95~105%

空白無干擾層析峰出現

附件四
計算與統計

1. 個別 UVA 防護係數 (UVAPFi)

每個產品在每一個受試者身上測得的 UVAPFi，係由個別裸膚部位的 MPPDDu 以及施測部位的 MPPDDp 相除得知：

$$UVAPFi = \frac{MPPDDp}{MPPDDu} \quad (1)$$

2. 產品 UVA 防護係數

產品的 UVA 防護係數是由所有參與測試的受試者個別 UVAPFi 平均而得，取至小數點下一位：

$$UVAPF = \frac{\sum UVAPFi}{n} \quad (2)$$

$$\text{標準偏差 } s = \sqrt{\frac{\sum (UVAPFi)^2 - \frac{(\sum UVAPFi)^2}{n}}{n-1}} \quad (3)$$

3. 95%信賴區間

UVAPF 平均值的 95%信賴區間表示為

$$95\%CI = (UVAPF-c) \text{ to } (UVAPF + c) \quad (4)$$

$$\text{上述 } c = (t \text{ value}) \times SEM = (t \text{ value}) \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

$$c = t \times \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

$$CI[\%] = 100 \times \frac{c}{UVAPF} \quad (6)$$

SEM：平均值的標準誤差

n：受試者總數

t：雙尾-學生t分布(表1)，在機率p=0.05，自由度v = n-1的t值

表 1. 雙尾-學生 t 分布表

N	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
t value	2.262	2.228	2.201	2.179	2.160	2.145	2.131	2.120	2.110	2.101	2.093

※使用電腦試算表程式計算 t 值，可用下列公式：

$$t = 2.03 + 12.7 / n^{1.75} (n \geq 4)$$

4. 實驗計算步驟

產品 UVAPF 測試剛開始測試 n' 個受試者 (n' 最少為 10)，產品在每一個受試者身上測得的個別 UVAPFi 由公式(1)計算出。

從這些個別 UVAPFi 值，利用公式(2)、(4)、(5)、(6)及表 1，求得 n' 個受試者的 UVAPF 平均值($UVAPF_{n'}$)，95%信賴區間($95\%CI_{n'}$)：

$$UVAPF_{n'} = \frac{\sum UVAPFi}{n'} \quad (7)$$

$$95\%CI_{n'} = UVAPF_{n'} - c_{n'} \text{ to } UVAPF_{n'} + c_{n'} \quad (8)$$

$$c_{n'} = t_{n'} \times \frac{s_{n'}}{\sqrt{n'}} \quad (9)$$

$s_{n'}$ = n' 受試者的標準偏差依據公式(3)

$$s_{n'} = \sqrt{\frac{\sum (UVAPFi)^2 - \frac{(\sum UVAPFi)^2}{n'}}{n'-1}} \quad (10)$$

$$CI_{n'}[\%] = 100 \times \frac{c_{n'}}{UVAPF_{n'}} \quad (11)$$

若 $CI_{n'}$ 大於 $UVAPF_{n'}$ 之 17%，則需增加受試者數目直至 $CI_{n'}[\%] \leq 17\%$ 。
若統計人數增至 20 個有效值仍無法符合要求時，則捨去該測試重做。

5. 預估受試者數目 (n^*)

若 $CI_{n'}[\%]$ 大於 17% $UVAPF_{n'}$ ，則總受試者可由下列公式預估求整數。

$$n^* = \left(\frac{t_{n'} \times s_{n'}}{C_{n'}} \right)^2 \quad (12)$$

$t_{n'}$ = 查表 1

$s_{n'}$ = 數目 n' 之標準偏差

$c_{n'}$ = $UVAPF_{n'}$ 平均值乘以 17% 代表所需的信賴區間

範例： n^* 由前 10 個數值計算，

$$\text{則 } n^* = (2.262 s_{n'} / 0.17 UVAPF_{n'})^2$$

$$\text{也就是 } n^* = (13.30 s_{n'} / UVAPF_{n'})^2$$