

화장품의 품질관리

2004. 11.

21C 초일류전문시험평가기관

 **한국화학시험연구원**
Korea Testing and Research Institute for Chemical Industry

목 차

- I. 국내업계의 품질관리 현황
- II. 관련규정
- III. 시험항목 설정 및 시험방법
- IV. 한국화학시험연구원 일반현황
- V. 화장품 품질관리의 목표

1. 국내업계의 품질관리 현황

대외경쟁력부족

- ✓ 마케팅 위주의 정책으로 연구개발 기능 미흡으로 유효성 및 품질관리자료 작성시 애로사항 발생

국내제조사의 국제경쟁력 약화에 따른 수입시장 성장

- ❖ 국내소비자에 대한 신뢰성 미확보로 유럽 유명국가등 수입시장의 팽창에 따른 관련 규정의 미준수
- ❖ 인쇄, 통신매체 등을 통해 품질관련 자료가 없는 기능성 화장품의 허위, 과대 표시 행위
- ❖ 화장품의 품질과 관련없는 의,약학적 효능,효과 표방 및 무분별한 허위,과대광고 행위로 소비자 현혹
(소비자에 대한 접근성이 용이하여 급격히 확산되고 있는 TV홈쇼핑을 통한 화장품의 허위, 과대광고 등)

II. 관련규정 (행정처분)

제조업자 또는 수입자가 판매의 목적으로 제조한 화장품이 법 제13조 규정에 위반하여 다음 각목의 1에 해당한 때

3. 가. 병원미생물에 오염되었거나 오염된 것이라고 인정된 때 : 당해품목 제조업무 정지 6월
나. 내용물이 전부 또는 일부가 변질되거나 변패한 물질로 되거나 이물이 혼입 또는 부착된 때 : 당해품목 제조업무정지 1월
다. 내용물의 용량 또는 중량이 표시량에 대하여 부족한 때 : 경고
라. 기능성화장품의 효능·효과를 나타내는 원료의 함량이 기준량에 대하여 부족한 때
 - (1) 5% 미만 : 당해품목 제조업무 정지 1월
 - (2) 5% 이상-10% 미만당해품목 제조업무 정지 3월
 - (3) 10% 이상당해품목 : 제조업무 정지 6월마. 화장품의 품질검사에 있어 메탄올·납·비소·수은시험결과가 기준에 적합하지 아니한 때 : 전제조 또는 수입업무 정지 12월
바. 식품의약품안전청장이 정한 타르 색소 외의 타르 색소, 배합금지원료, 식품 의약품 안전청장이 화장품 원료로 지정·고시하는 원료 외의 원료, 안전성 등 심사를 받은 원료 외의 원료를 사용한 때 : 전제조 또는 수입업무 정지 12월
사. 배합 허용한도가 규정된 원료를 사용한 경우 그 배합한도를 초과한 때 : 전제조 또는 수입업무 정지 12월
6. 제조업자 또는 수입자가 법 제4조, 규칙 제6조의 규정에 의하여 심사를 받지 아니하고 기능성화장품을 제조 또는 수입한 때 : 전제조 또는 수입업무 정지 6월
7. 제조업자 또는 수입자가 법 제40이 규칙 제6조의 규정에 의하여 심사를 받지 아니하고 새로운 원료를 함유하는 화장품을 제조 또는 수입한 때 : 전제조 또는 수입업무 정지 6월
9. 나 제조번호별로 품질검사를 철저히 하고 합격된 제품에 한하여 출고할 것 : 전제조 또는 수입업무 정지 3월

III. 시험항목 설정

구분	해당상품	시험항목	기준
기본시험	전제품	내용량	1. 150g(mL)이하 : 3개 평균 97%이상 2. 150g(mL)초과 : 3개 평균 100%이상
	클렌징, 바디클렌저, 볼터치, 제외한 전상품	pH	pH 3.0 ~ 9.0
	4% 초과 의 에탄올이 함유된 제품	메탄올	0.2v/v%
	색조화장품, 샴푸, 린스	납	20ppm이하
		비소	샴푸, 린스 5ppm이하, 기타제품은 10ppm이하
	크림류	수은	1ppm이하
	기능성 표시 전제품	확인시험, 함량시험	원료기준

III. 시험항목 설정(미생물)

미생물시험 입안예고

미생물 허용기준

1) 적용범위 : 눈 화장용 제품류 및 어린이용 제품류

2) 기준

- 총 호기성 생균(세균,진균) : < 500 CFU/g(ml)

- 특정 세균(병원성 미생물)

: *E.coli*, *S.aureus*, *P.aeruginosa*는 검출되어서는 안된다.

III. 시험방법(내용량)

▶ 용량으로 표시된 제품

용기에 뷰렛으로 물을 적가하여 용기를 가득 채웠을 때의 소비량을 정확하게 측정

↓
용기의 내용물을 완전히 제거하고 용기의 내부를 깨끗이 씻어 말림
(물 or 적당한 유기용매 사용)

↓
뷰렛으로부터 물을 적가하여 용기를 가득 채워 소비량을 정확히 측정

↓
전후의 용량차를 내용량으로 함

↓
cf) 150mL이상의 제품에 대하여는 메스실린더를 써서 측정

III. 시험방법(내용량)

▶ 중량으로 표시된 제품

내용물이 들어있는 용기의 외면을 깨끗이 닦고 무게를 정밀하게 측정



용기의 내용물을 완전히 제거하고 용기의 내부를 깨끗이 씻어 말림
(물 or 적당한 유기용매 사용)



용기만의 무게를 정밀히 달아 전후의 무게차를 내용량 함

▶ 기 준

표기량이 150g(mL)이하인 경우 - 표기량에 대하여 **97%이상**(제품 3개 사용)

표기량이 150g(mL)이 넘는 경우- 표기량에 대하여 **100%이상**(제품 3개 사용)

- ▶ 기준치를 벗어날 경우 제품 9개의 평균 내용량이 기준치 이상이어야 함
- ▶ 기타 특수한 제품은 약전 일반시험법에 따름

III. 시험방법(pH)

검체 약 2g(or 2mL)을 100mL 비이커에 취함



물 30mL를 넣고 수욕상에서 가온하여 지방분을 녹임



냉장고에서 지방분을 응결시켜 여과



여액을 가지고 장원기 일반시험법 pH측정법에 따라 시험

cf) 지방층과 물층이 분리되지 않을 때는 그대로 사용.
성상에 따라 투명한 액상인 경우에는 그대로 측정.

III. 시험방법(납)

검체 1.0g을 도가니에 정말하게 달아 취한다.



약 500℃에서 2 ~ 3시간 회화한다.



회분에 묽은염산 및 묽은질산 각 10mℓ씩을 넣고 수욕상에서 30분간 가온한다.



상징액을 유리여과기(G4)로 여과하고 잔류물을 묽은염산 및 물 적당량으로 씻는다.



씻은 액을 여액에 합하여 전량을 50mℓ로 한다.

※ 검체를 취할 때, 검체에 수분이 함유되어 있을 경우에는 수욕상에서 증발건조한다.

III. 시험방법(납)

▶ 원자흡광도법

디티존법으로 만든 검액 및 공시험액 각 25mL를 취함



구연산암모늄용액(1→4) 10mL 및 브롬치몰블루시액 2방울을 넣고,
암모니아 시액을 가함(황색→녹색될때까지)



황산암모늄용액(2→5) 10mL 및 물을 넣어 100mL로 하고,
디에틸디치오카르바민산나트륨용액(1→20) 10mL를 넣어 섞고 몇분간 방치



메칠이소부틸케톤 20.0mL를 넣어 세게 흔들어서 섞음



메칠이소부틸케톤층을 취하고 검액으로 함(필요하면 여과)



납표준액 1.0mL를 취하여 구연산암모늄용액(1→4) 10mL 및 브롬치몰블루시액
2방울을 넣고 검액과 같이 조작하여 표준액으로 한다

약전 일반시험법 원자흡광도법에 따라 시험

[검액의 흡광도는 표준액의 흡광도보다 적어야 함]

III. 시험방법(비소)

검체 1.0g을 정밀히 달아 도가니에 넣는다.



여기에 질산마그네슘/에탄올용액(1→50) 10ml를 넣는다.



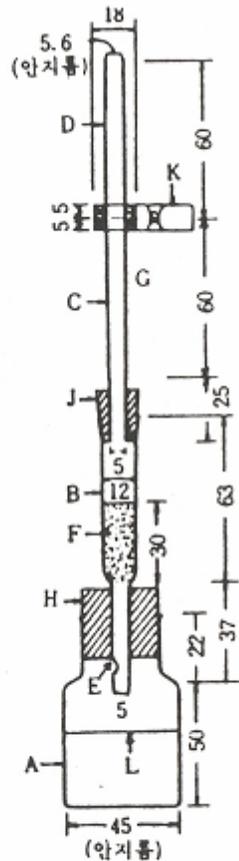
에탄올에 점화하여 태운 다음 천천히 가열하여 회화시킨다.



방냉 후 잔류물에 염산 3ml를 넣어 수욕상에서 가온하여 녹여 검액으로 한다.

- ※ 회화후 탄화물이 남아 있을 때는 소량의 질산으로 적시고 다시 강열하여 회화한다.
- ※ 장치 A를 쓰는 방법에 따라 시험한다.

III. 시험방법(비소)



숫자는 mm를 표시

※ 비소발생장치 A

- A : 발생병
- (어깨부분까지의 내용 약 70ml)
- B : 배기관
- C, D : 갈색유리관
- (내지름 5.6mm, 접속부의 바깥지름은 8mm이며 각각 같아 맞춘다)
- E : 작은구멍
- F : 유리섬유(약 0.2g)
- G : 브롬화제이수은지(18mm × 18mm)
- H, J : 고무마개
- K : 클립
- L : 40ml의 표선

III. 시험방법(수은)

검체 1.0g을 정밀히 달아 수은 분해장치의 플라스크에 넣는다.

↓
유리구 수개를 넣어 장치에 연결하고 냉각기에 찬물을 통과시키면서 적가칼대기를 통하여 질산 10mℓ를 넣는다.

↓
적가칼대기의 콕크를 잠그고 반응콕크를 열어주면서 서서히 가열한다.

↓
아질산가스의 발생이 거의 없어지고 엷은 황색으로 되었을 때 가열을 중지하고 식힌다

↓
이 때 냉각기와 흡수관의 접촉을 열어놓고 흡수관의 희석시킨 황산(1→100)이 장치 안에 역류되지 않도록 한다.

↓
방냉후 황산 5mℓ를 넣고 다시 서서히 가열 한다.

↓
이 때 반응콕크는 잠가주면서 가열하여 산의 농도를 농축시키면 분해가 촉진된다.

↓
분해가 잘 되지 않으면 질산 및 황산을 같은 방법으로 반복하여 넣으면서 가열.

↓
액이 무색 또는 엷은 황색으로 될 때까지 가열하고 식힌다.

III. 시험방법(수은)

이 때 냉각기와 흡수관의 접촉을 열어놓고 흡수관의 희석시킨 황산(1→100)이 장치 안에 역류되지 않도록 한다.

↓
식힌 다음 과망간산칼륨분말 소량을 넣고 가열한다.

↓
가열하는 동안 과망간산칼륨의 색이 탈색되지 않을 때까지 소량씩 넣어 가열한다.

↓
다시 방냉후 적가깔대기를 통하여 과산화수소시액을 넣으면서 탈색시킨다.

↓
10%요소용액 10ml를 넣고 적가깔대기의 콕크를 잠근다.

↓
이 때, 장치안이 급히 냉각되므로 흡수관 안의 희석시킨 황산(1→100)이 장치안으로 역류한다.

↓
역류가 끝난다음 천천히 가열하면서 아질산가스를 완전히 날려보낸다.

↓
방냉후 100ml메스플라스크에 옮기고 뜨거운 희석시킨 황산(1→100)소량으로 장치 내부를 씻는다.

↓
씻은 액을 100ml메스플라스크에 합하고 방냉후 물을 넣어 정확히 100ml로 하여 검액으로 한다.

III. 시험방법(수은)

▶ 환원기화법

검액 및 공시험액을 시험용 유리병에 옮기고 5% 과망간산칼륨용액 수적을 넣어 탈색이 되면 추가하여 1분간 방치 후 1.5% 염산히드록실아민용액으로 탈색



수은 표준액 10mL를 정확하게 취하여 물을 넣어 100mL로 하여 시험용 유리병에 옮기고 5% 과망간산칼륨용액 수방울 넣어 흔들어 주면서 탈색이 되면 추가하여 1분간 방치



50% 황산 2mL 및 3.5% 질산2mL를 넣고, 1.5% 염산히드록실아민용액으로 탈색



전처리가 끝난 표준액, 검액 및 공시험액에 1% 염화제일석 0.5N 황산용 10mL 씩을 넣어 곧 그림 2화 같은 원자흡광광도계의 순환펌프에 연결



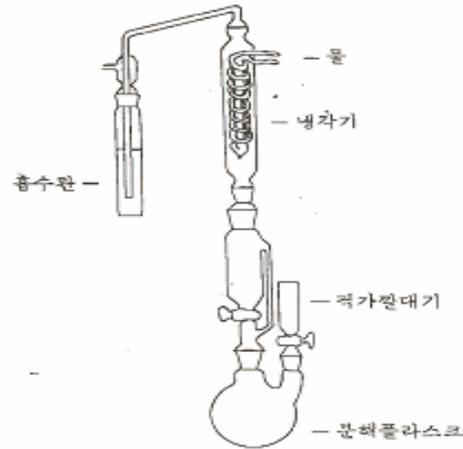
수은증기를 건조관 및 흡수셀(cell)안에 순환시켜 파장 253.7nm에서 급속히 상승하여 일정한 값을 나타낼 때의 흡광도를 측정

[검액의 흡광도는 표준액의 흡광도보다 적어야 함]

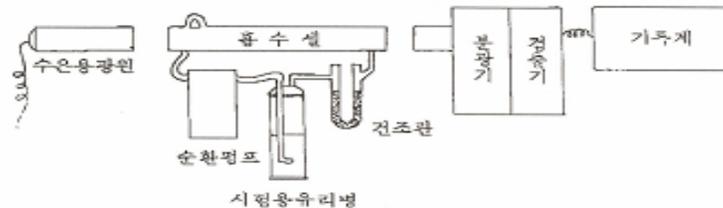
III. 시험방법(수은)

▶ 수은분석장치

(그림 1) 수은분해장치의 예



(그림 2) 환원기화법의 장치의 예



III. 시험방법(수은)

- ▶ 수은분석장치

III. 시험방법(TiO₂, ZnO)

1. 시험용액의 조제

▷ TiO₂

1. Sample 일정량을 Beaker에 정확히 취한다. (TiO₂의 함량에 따라 취함)
2. 여기에 H₂SO₄ 소량 (약 5~10ml)을 가하여 Hot plate위에서 가열 분해한다.
3. HNO₃를 소량씩 가하여 액의 색이 무색~미황색을 띠는 때 까지 분해한다.
4. 방냉후 Ammonium Sulfate를 Sample 양보다 과량으로 가한다.
5. H₂SO₄를 5ml정도 가한후 약 1시간 정도 더 분해한다.
6. 방냉후 불순물은 여과하고 일정량으로 정용후 시험용액으로 한다.

▷ ZnO

1. Sample 일정량을 Beaker에 정확히 취한다. (ZnO의 함량에 따라 취함)
2. 여기에 HNO₃ 약 20ml 와 H₂SO₄ 5ml를 넣고 Hot plate위에서 가열 분해한다.
3. 액의 색이 무색~미황색을 띠는 때 까지 분해한다. (HNO₃를 소량씩 첨가)
4. 방냉후 불순물은 여과하고 일정량으로 정용후 시험용액으로 한다.
5. 시험용액을 ICP에 주입하여 표준용액과 비교 정량한다.

2. 함량계산

ICP로 분석하여 얻은 Ti, Zn의 함량으로 1.6680, 1.2447의 계수를 곱하여 산화물로 계산한다.

III. 시험방법(TiO_2 , ZnO)

▶ 원자흡광광도계

III. 시험방법(기능성물질)

본품 약 1.0g을 정밀하게 달아 50mL 플라스크에 가한 후 이소프로필알콜 5mL를 가한 후 메탄올로 50mL하고 이를 다시 10mL를 취하여 50mL 플라스크에 넣고 메탄올로 정용하여 시험용액으로 한다.

따로 옥토티릴렌 표준액을 정밀히 200mg을 취하여 100mL 플라스크에 넣고 이소프로필알콜 5mL를 가한후 메탄올로 50mL로 하여 이를 희석하여 표준용액으로 한다.

검액 및 표준용액을 10 μ l씩 가지고 다음의 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 옥토티릴렌의 피크면적 Q_T 및 Q_S를 구한다.

옥토티릴렌((C₆H₅)₂C:C(CN)COOC₈H₁₇)의 양(mg)

조작조건

- 검출기 : 자외부흡광광도계(측정파장 305nm)
- 컬 럼 : 4.6 × 250mm C18
- 이동상 : 아세토나이트릴 / 물 (80/20)
- 유 량 : 1.0mL/min

III. 시험방법(기능성물질)

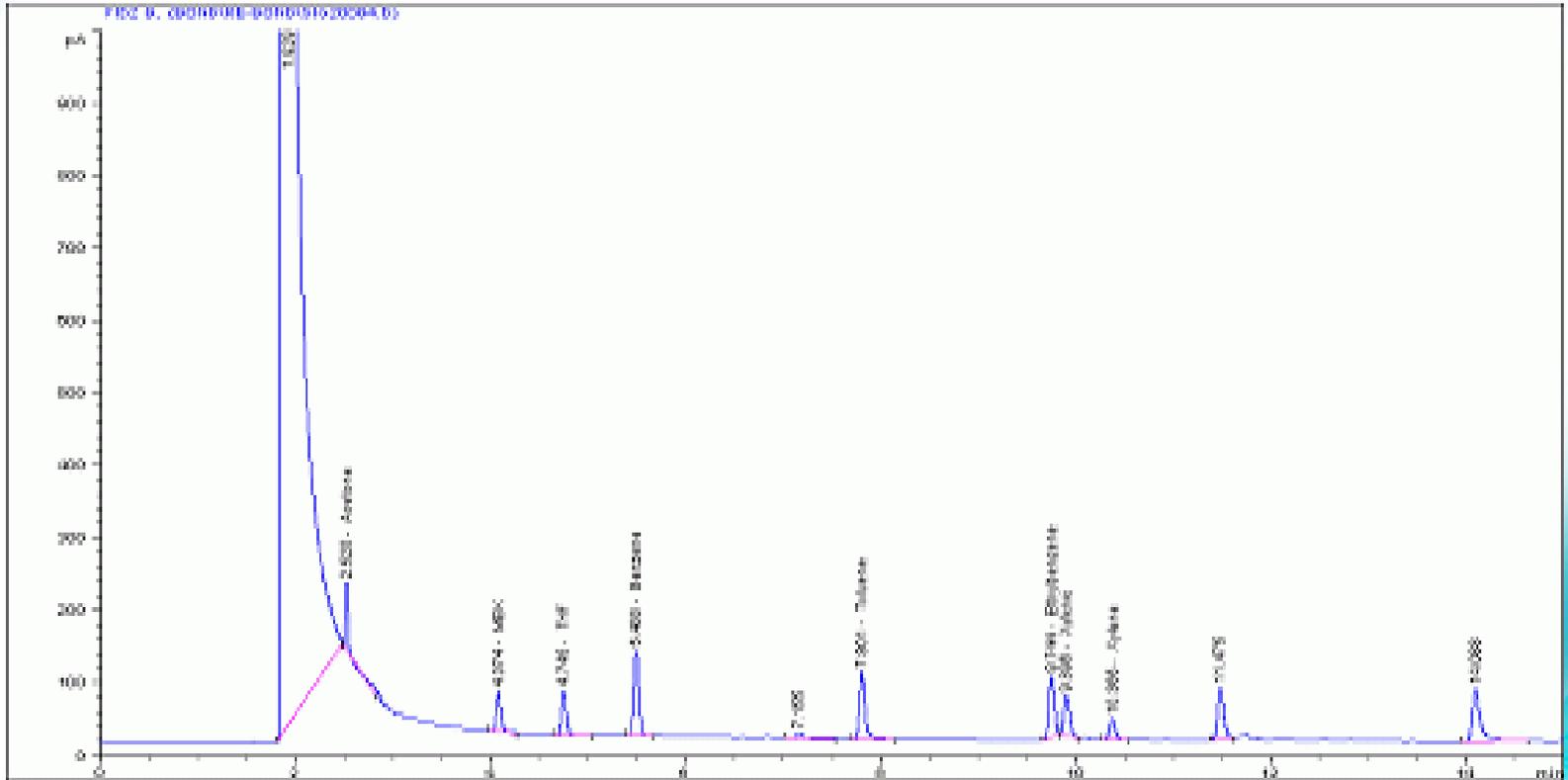
- ▶ 고성능액체크로마토그래피

III. 시험방법(기능성물질)

- ▶ 가스크로마토그래피

III. 시험방법(기능성물질)

▶ 크로마토그래피



IV. 한국화학시험연구원 일반현황

연구원의 성격 및 연혁

- ❖ 법인격 : 민법 제32조에 의거 설립된 비영리 재단법인
- ❖ 주무부처 : 산업자원부 기술표준원
 - ✓ 1969. 4. 1 : 대한고무제품시험검사소 설립
 - ✓ 1980. 12. 1 : 한국화학분석시험검사소로 명칭변경
 - ✓ 1994. 4.15 : 한국화학시험연구원으로 명칭변경
 - ✓ 2002. 4.17 : 김포청사(유해성평가본부) 준공
 - OECD가 요구하는 GLP수준의 안전 유해성평가시스템 구축
 - ✓ 2002. 12.12 : 신뢰성평가센터 준공

조직 및 인원

❖ 조직

본부	센터	실	팀	지원
3개	13개	2개	37개	4개

* 3개 본부 : 김포, 인천, 부산

* 4개 지원 : 대전, 광주, 충북, 전북

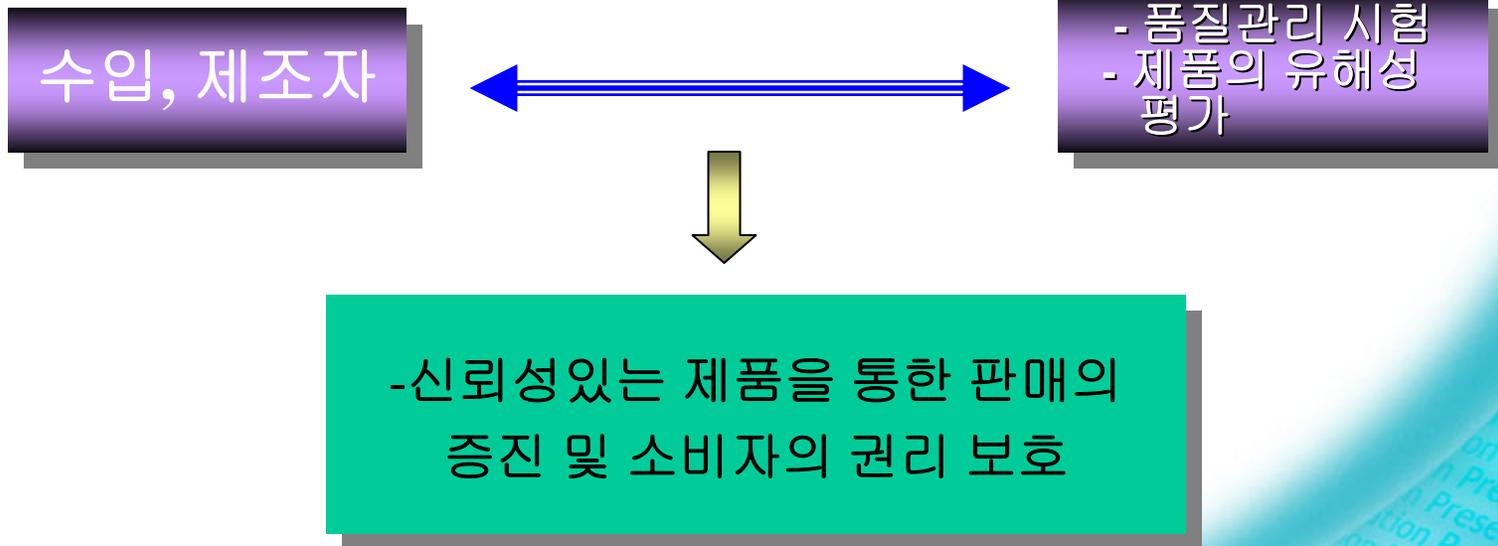
❖ 인원

총 원	박사 및 박사과정	석사 및 석사과정	자격 소지자
244명	19명	69명	123명(49%)

* 서울 : 55명, 인천 : 43명, 김포 : 77명, 부산 : 39명, 기타지원 : 30명

VI. 품질관리의 목표 및 활용

1. 품질 및 대외 경쟁력 강화
2. 소비자 보호 및 화장품 산업발전 기여
3. 학술적 법률적 자료 제공으로 화장품 산업 발전에 기여



전문시험 평가기관

감사합니다



 한국화학시험연구원
Korea Testing and Research Institute for Chemical Industry

 한국화학시험연구원
Korea Testing and Research Institute for Chemical Industry