

行业标准《化妆品用原料 水杨酸》征求意见稿编制说明

一、工作简况

1、任务来源

本标准根据工信厅科[2019]195号工业和信息化部办公厅《关于印发2019年第二批行业标准制修订项目计划的通知》进行制定，计划编号2019-0814T-QB，项目名称《化妆品用原料 水杨酸》，主要起草单位：上海市质量监督检验技术研究院（国家保洁产品质量监督检验中心），计划应完成时间为2021年。

2、主要工作过程

起草阶段：

标准任务下达后，起草单位针对制定化妆品用原料水杨酸行业标准的具体工作进行了认真研究，邀请了欧莱雅（中国）有限公司和爱茉莉太平洋（上海）研发有限公司的专家进行了会议讨论与沟通，给出了意见和建议，确定了总体工作方案。在前期工作中，起草单位对国内外的相关标准和资料开展了广泛的调研工作，并通过会议、电邮、电话、网络等方式调研我国化妆品用原料水杨酸的生产、应用情况。

起草工作组对市场上的产品进行收集，根据目前化妆品用原料水杨酸产品的国内外相关标准要求，通过试验条件的摸索、方法建设及验证工作，确定该标准的检验方法和技术指标。并请上海食品药品检验研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、上海净畅检测科技有限公司这三家单位进行了验证，验证结果也显示检验方法和技术指标具有可行性。

目前起草工作组确定该标准的基本框架，包括：化妆品用原料水杨酸的要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输和贮存、保质期等内容，形成标准草案的基本框架，于2022年8月初完成征求意见稿。

3、主要参加单位和工作组成员等

本标准由上海市质量监督检验技术研究院起草。

主要成员：。

二、标准编制原则和主要内容

1、标准编制原则

根据水杨酸的实际生产工艺情况，结合国内外用户使用情况和对该产品的技

术要求，参考了 HG/T3398-2003、中华人民共和国药典（2020 年版）（简称中国药典）、欧洲药典、美国药典、英国药典、日本标准 JIS K8392-1994《水杨酸》、化妆品原料基准（台湾）《水杨酸》等国内外相关标准要求，确定了化妆品用原料水杨酸的检验方法和技术指标。

本标准起草过程中，主要按照 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》和 GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第 10 部分：产品标准》进行编写。

2、标准主要内容的论据

本标准规定了水杨酸的技术指标。下面将技术要求逐条说明：

2.1 性状

本标准产品为有机合成产品，纯度很高，检测了国内外各企业生产出来的水杨酸产品外观均为白色细微的针状晶体或白色结晶性粉末，无臭，略有酸味。因此本标准规定外观为白色细微的针状晶体或白色结晶性粉末，无臭，略有酸味。

2.2 鉴别试验

根据水杨酸的结构和参考了中国药典、欧洲药典、美国药典、英国药典、日本工业标准 JIS K8392-1994《水杨酸》也均在鉴别试验中采用了红外鉴别的方法。红外鉴别试验方法简便易操作，样品的红外吸收图谱与标准品是否一致，就可以很清晰的判定样品的真假。本标准规定为与标准图谱一致。

2.3 熔点

查阅文献发现，欧洲药典、英国药典、中国药典、日本 JIS K8392-1994《水杨酸》、化妆品原料基准（台湾）《水杨酸》等等，水杨酸的熔点均是 158~161℃。我们搜集的样品的熔点均在 158~161℃，因此本标准规定水杨酸的熔点为 158~161℃。

2.4 含量的测定

文献中对含量的指标要求：HG/T 3398-2003 $\geq 99.0\%$ ，美国药典 98.0~102.0%，欧洲药典 99.0~100.5%，英国药典 99.0~100.5%，日本 JIS K8392-1994 $\geq 99.5\%$ ，化妆品原料基准（台湾）《水杨酸》 $\geq 99.5\%$ ，中国药典 $\geq 99.5\%$ 。我们搜集的样品的含量均在 99.5%以上，因此本标准规定水杨酸的含量为 $\geq 99.5\%$ 。

2.5 干燥失重

只有部分国内外标准对干燥失重有要求，我们在实验过程中发现，硅胶干燥法和五氧化二磷干燥法基本对水分没有任何影响，说明样品的水分及其微小，可以忽略不计，因此认为检测该指标意义不大，故在此标准中删除了此指标。

2.6 氯化物

文献中对氯化物的指标要求：欧洲药典 $\leq 0.01\%$ ，英国药典 $\leq 0.01\%$ ，美国药典 $\leq 0.014\%$ ，日本 JIS K8392-1994 $\leq 0.002\%$ ，化妆品原料基准（台湾）《水杨酸》 $\leq 0.014\%$ 。我们搜集的样品的氯化物均 $< 0.01\%$ ，因此本标准规定氯化物 $\leq 0.01\%$ 。

2.7 硫酸盐

文献中对硫酸盐的指标要求：欧洲药典、英国药典、美国药典 $\leq 0.02\%$ ，日本 JIS K8392-1994 $\leq 0.005\%$ ，化妆品原料基准（台湾）《水杨酸》 $\leq 0.019\%$ 。我们搜集的样品的硫酸盐均 $< 0.02\%$ ，因此本标准规定硫酸盐 $\leq 0.02\%$ 。

2.8 灼烧残渣

文献中对灼烧残渣的指标要求：HG/T3398-2003 $\leq 0.3\%$ ，美国药典 $\leq 0.05\%$ ，欧洲药典 $\leq 0.1\%$ ，英国药典 $\leq 0.1\%$ ，日本 JIS K8392-1994 $\leq 0.01\%$ ，化妆品原料基准（台湾）《水杨酸》 $\leq 0.05\%$ ，中国药典 $\leq 0.1\%$ 。在企业调研过程中，生产企业指出没有必要将灼烧残渣的指标要求设置太高，否则出厂检验要求太高，产品容易不达标。我们搜集的样品的灼烧残渣均在 0.1% 以下，因此本标准规定灼烧残渣 $\leq 0.1\%$ 。

2.9 汞、铅、砷、镉

大部分国内外标准均有重金属这个指标。但因水杨酸是化妆品的原料，同时参照了 QB/T 5290-2018《化妆品用原料苯氧乙醇》，删除了重金属这个指标，改为汞、铅、砷、镉这 4 个指标，且与《化妆品安全技术规范》（2015 年版）规定保持一致，符合汞 $\leq 1 \text{ mg/kg}$ ，铅 $\leq 10 \text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 2 \text{ mg/kg}$ 、镉 $\leq 5 \text{ mg/kg}$ 。

2.10 有关物质（4-羟基苯甲酸、4-羟基间苯二甲酸、苯酚、其他杂质、总杂质）

查阅文献发现，欧洲药典、美国药典、英国药典和中国药典对此项目的指标要求完全相同，测定方法也基本一致。因此本标准采用中国药典中水杨酸的方法，规定 4-羟基苯甲酸 $\leq 0.1\%$ ，4-羟基间苯二甲酸 $\leq 0.05\%$ ，苯酚 $\leq 0.02\%$ ，其他杂质 $\leq 0.05\%$ ，总杂质 $\leq 0.2\%$ 。

3、试验方法和检验规则

3.1 试验方法：各主要质量指标的试验方法和参考文献如下：

3.1.1 鉴别、熔点

国内外红外鉴别、熔点的检测方法都是常规方法，因此本标准拟参照《中华人民共和国药典》（2020 年版）四部通则 0402 红外分光光度法、0612 熔点测定法规定的方法。

3.1.2 含量

除了美国药典中水杨酸含量的检测方法为高效液相色谱法以外，其余国内外标准中含量的检测基本均采用化学滴定法，原理一致，只是指示剂有所区别，但都是用氢氧化钠标准溶液去滴定。化学滴定法，试剂简单，操作容易。因此本标准拟采用化学滴定法，按照《中华人民共和国药典》（2020 年版）二部水杨酸中规定的方法。

3.1.3 氯化物、硫酸盐

国内外的氯化物、硫酸盐的检测方法都是目视比色法，原理相同，只是样品前处理或者标准溶液浓度、用量等有所不同，因此本标准参照美国药典也拟采用目视比色法。

3.1.4 灼烧残渣

水杨酸高温易分解，对于灼烧残渣，欧洲药典、美国药典、英国药典的温度要求都是 $600\pm 50^{\circ}\text{C}$ 。在实验过程中，我们发现 600°C 、 700°C 、 800°C 的效果一样，没有必要将温度设置过高。因此本标准拟参照《中华人民共和国药典》（2020 年版）四部通则 0841 中规定的方法，温度设为 $600\pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

3.1.5 汞、铅、砷、镉

参照 QB/T 5290-2018《化妆品用原料苯氧乙醇》，本标准中汞、铅、砷、镉拟采用《化妆品安全技术规范》（2015 年版）理化检验方法里规定的方法。

3.1.6 有关物质

对于有关物质（4-羟基苯甲酸、4-羟基间苯二甲酸、苯酚、其他杂质、总杂质），欧洲药典、美国药典、英国药典和中国药典对此项目的测定方法基本一致，都是高效液相色谱法。因此本标准拟参照《中华人民共和国药典》（2020 年版）二部水杨酸中规定的方法。

3.2 检验规则

本标准采用出厂检验和型式检验，产品按批检验，每批产品经检验合格后才能作为合格品交付。

4.解决的主要问题

水杨酸国内标准有 HG/T 3398-2003《邻羟基苯甲酸（水杨酸）》和中华人民共和国药典（2020 年版）的水杨酸，这两项标准适用范围不包括化妆品用原料。就化妆品行业要求而言，上述标准技术指标较为简单，对禁用物质苯酚的限量偏高，不能适应化妆品原料质量要求和检测技术的进步与发展。

因此本标准在参考国内外标准和技术资料的基础上，主要改进和增加了以下指标：

1. 含量的指标由 HG/T3398-2003 的 99.0%提升至 99.5%，灼烧残渣的指标由 HG/T3398-2003 的 $\leq 0.30\%$ 降低到 $\leq 0.1\%$ 。含量越高，相应的杂质越少，安全风险越低，能有效保证产品品质。含量的指标和灼烧残渣的指标与中国药典保持一致。

2. 增加了铅、砷、汞、镉的指标。《化妆品安全技术规范》（2015 年版）对禁用重金属铅、砷、汞、镉含量做出了限制，作为化妆品的原料，水杨酸也应控制这些指标。

3. 苯酚的指标由 HG/T3398-2003 的 $\leq 0.20\%$ 降低至 $\leq 0.02\%$ 。苯酚是《化妆品安全技术规范》（2015 年版）规定的禁用物质，因此有必要尽可能降低其在原料中的含量，综合考虑水杨酸在化妆品中的使用情况和化妆品中水杨酸检测标准的检出限，将苯酚的限量定在 $\leq 0.02\%$ ，同时测定方法由比色法改为 HPLC 法，使测定更准确，降低杂质的干扰。另外，参照中国药典的指标和方法，在检测苯酚的同时，增加了 4-羟基苯甲酸、4-羟基间苯二甲酸、其他杂质、总杂质这些杂质指标。

4. 与 HG/T3398-2003 和中国药典相比，还增加了红外鉴别试验、氯化物和硫酸盐的指标，以对水杨酸的真伪进行辨别，并控制产品中的杂质。

5. 修订标准时应列出与原标准的主要差异和水平对比

该标准属首次起草，无与原标准的主要差异和水平对比。

三、主要试验（或验证）情况分析

经过调查发现，水杨酸的生产企业比较少，目前市面上80%以上的产品主要来自华阴市锦前程药业有限公司、山东隆信药业有限公司、默克化工技术有限公司这三家。为了更好的了解目前水杨酸生产企业的质量情况，为技术指标的确定提供依据，起草工作组对这三家生产企业的产品进行了检测。检测数据见表1：

表1 产品检测情况

企业名称 项目指标		华阴市锦前程药业有限公司					
		YP1	YP2	YP3	YP4	YP5	YP6
性状		白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味
熔点/℃		160.8	160.1	160.0	159.8	159.3	160.0
红外鉴别		与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致
氯化物/%		<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
硫酸盐/%		<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
灼烧残渣/%		0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02
汞/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
铅/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
砷/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
镉/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
有关物质	4-羟基苯甲酸/%	0.008	0.009	0.011	0.007	未检出	0.009
	4-羟基间苯二甲酸/%	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
	苯酚/%	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
	其他杂质/%	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
	总杂质/%	0.008	0.009	0.011	0.007	未检出	0.009
含量/%		99.6	99.6	99.7	99.6	99.6	99.7

企业名称 项目指标		山东隆信药业有限公司		默克化工技术有限公司	
		YP7	YP8	YP9	YP10
性状		白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味	白色细微的针状晶体，无臭，略有酸味
熔点/℃		160.3	160.2	160.3	160.1

红外鉴别		与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致
氯化物/%		<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
硫酸盐/%		<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
灼烧残渣/%		0.03	0.03	0.02	0.04
汞/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出
铅/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出
砷/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出
镉/（mg/kg）		未检出	未检出	未检出	未检出
有关物质	4-羟基苯甲酸/%	未检出	未检出	0.019	0.017
	4-羟基间苯二甲酸/%	未检出	未检出	未检出	未检出
	苯酚/%	未检出	未检出	未检出	未检出
	其他杂质/%	未检出	未检出	未检出	未检出
	总杂质/%	未检出	未检出	0.019	0.017
含量/%		100.0	99.9	99.9	100.0

另外，起草工作组邀请三家单位对建立的化妆品用原料水杨酸的质量指标进行了验证，验证数据见表2：

表2 产品验证情况

验证单位 项目指标	上海食品药品检验研究院			江苏省产品质量监督检验研究院			上海净畅检测科技有限公司		
	YP1	YP2	YP3	YP1	YP2	YP3	YP1	YP2	YP3
鉴别（红外）	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致	与标准图谱一致
含量/%	99.7	99.8	99.9	99.8	99.7	99.8	99.8	99.9	100.0
熔点/℃	160.0	160.8	160.0	159.1	159.0	159.5	159.9	160.0	160.3
氯化物/%	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
硫酸盐/%	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
灼烧残渣/%	0.04	0.03	0.03	0.04	0.05	0.04	0.04	0.03	0.03
汞/mg/kg	<0.001	<0.001	<0.001	<0.002	<0.002	<0.002	<0.006	<0.006	<0.006
铅/mg/kg	<0.030	<0.030	<0.030	<1.5	<1.5	<1.5	<5	<5	<5
砷 mg/kg	<0.001	<0.001	<0.001	<0.01	<0.01	<0.01	<0.04	<0.04	<0.04

镉 /mg/kg	< 0.001	< 0.001	< 0.001	<0.18	<0.18	<0.18	<0.59	<0.59	<0.59
4-羟基 苯甲酸 /%	0.0066 8	0.0103	0.0148	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
4-羟基 间苯二 甲酸/%	0.0012 7	0.0017 3	0.0165	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
苯酚/%	未检出	未检出	0.0037 2	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
其他杂 质/%	0.0175	0.0149	0.0539	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
总杂质 /%	0.0255	0.0269	0.0889	<0.2	<0.2	<0.2	<0.1	<0.1	<0.1

从起草工作组的检测数据和三家验证单位的验证数据来看，本标准所规定的指标是合适的。

四、标准中涉及专利和知识产权说明

该标准内容不涉及专利。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

水杨酸在化妆品中应用广泛，国内也有相关的生产企业，但目前国内水杨酸生产企业无相关化妆品用水杨酸标准可以依据，企业只得自行制订技术规格要求，这样就存在为了降低生产成本，对纯度、杂质及其它安全性指标控制不严的可能。水杨酸在生产过程中可能产生化妆品中禁用的物质苯酚，因而存在安全性风险，如果不根据化妆品行业的特点以及安全生产的需要对重要指标加以控制，日积月累就容易对消费者的健康产生较大的威胁。我国化妆品生产企业体量大，市场监管力量尚待加强，如果单纯从成品方面控制而未对原料进行监管，势必加大化妆品的产品质量风险。因此有必要建立原料技术要求，规范原料的使用，从源头控制产品安全。

化妆品原料水杨酸标准的建立，不但能为生产企业提供质控依据，也能为化妆品企业采购合格安全的原料提供依据，可以避免不法企业以次充好和企业间的恶性竞争，从而促进行业健康发展，具有较大社会效益和经济效益，也符合国家

逐步建立资源节约型、环境友好型的总体要求。

六、采用国际标准和国外先进标准情况，与国际、国外同类标准水平的对比情况，国内外关键指标对比分析与测试的国外样品、样机的相关数据对比情况

国外标准技术要求详见附表1。参考了美国药典、欧洲药典、英国药典、日本工业标准、日本药典、WHO药典等国际标准，其中，本标准中性状、熔点、红外鉴别与国外标准基本一致；氯化物指标与欧洲药典、英国药典一致，高于美国药典、WHO药典，低于日本工业标准、日本药典；硫酸盐指标与美国药典、欧洲药典、英国药典、WHO药典一致，稍微低于日本药典；删除了国外标准中干燥减量和重金属指标，重金属指标改为汞、铅、砷、镉，与《化妆品安全技术规范》（2015年版）规定保持一致；灼烧残渣指标与欧洲药典、英国药典、日本药典、WHO药典一致，低于美国药典、日本工业标准；有关物质中各项指标与各国药典保持一致；含量指标高于美国药典、欧洲药典、英国药典、WHO药典，与日本工业标准、日本药典基本保持一致。

七、标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

化妆品领域的标准体系框架图如图 1。

本标准在标准体系中的位置为 05-05-02-04，属于香料香精化妆品标准体系“化妆品”中类，“化妆品用原料”小类。

本标准技术指标符合我国现行相关法律、法规、规章及相关标准要求。

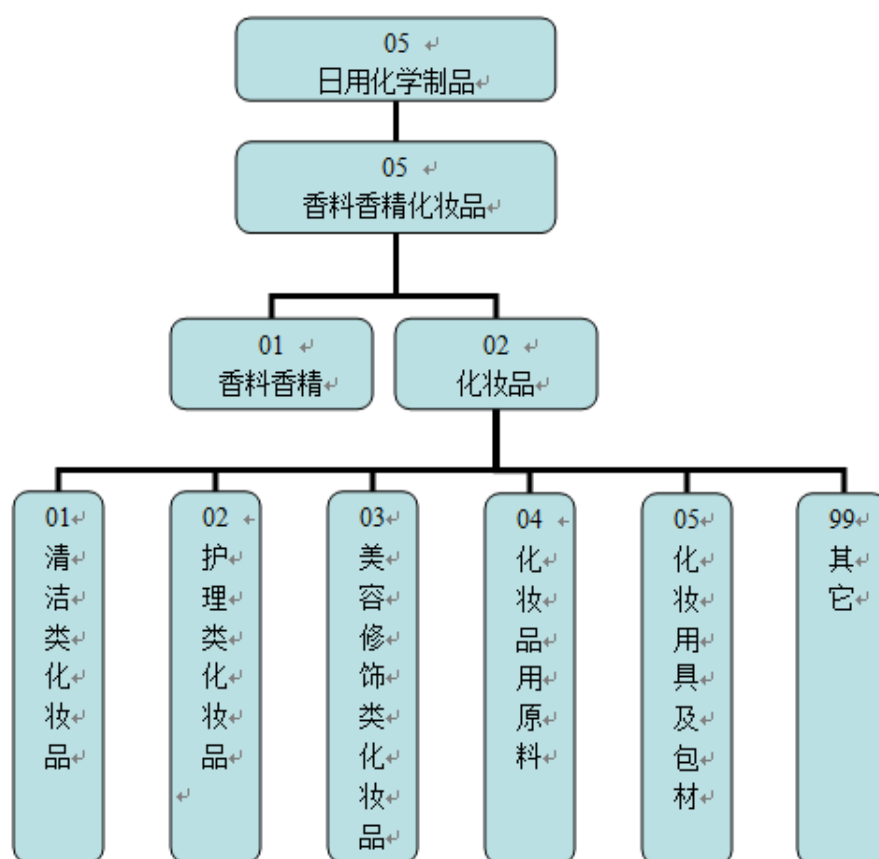


图 1 化妆品标准体系框图

八、其它应予说明的事项

无。

附表 1 国外标准技术要求一览表

项目		美国药典	欧洲药典	英国药典	日本 JIS K8392-1994	日本药典	WHO 药典	本标准拟设置 指标
性状		白色晶体，通常是细针或蓬松的结晶性粉末；易溶于酒精和乙醚；溶于沸水，少溶于氯仿；微溶于水 and 苯。	白色或无色结晶性粉末，微溶于水。易溶于乙醇（96%）微溶于二氯甲烷。	白色或无色结晶性粉末，微溶于水。易溶于乙醇（96%）微溶于二氯甲烷。	白色针状结晶或白色结晶性粉末，本品在乙醇或乙醚中易溶，在水中微溶。	白色结晶或白色结晶性粉末，略有酸味。本品在乙醇或丙酮中易溶，在水中微溶。	无色晶体，通常为针状，或白色结晶性粉末；无臭。微溶于水，易溶于乙醇和乙醚。	本品为白色细微的针状结晶或白色结晶性粉末，无臭，略有酸味。
熔点		/	158℃-161℃	158℃-161℃	158-161℃	158℃-161℃	158℃-161℃	158℃-161℃
红外鉴别		红外吸收图谱与标准品一致	红外吸收图谱与标准品一致	红外吸收图谱与标准品一致	红外吸收图谱与标准品一致	红外吸收图谱与标准品一致	/	与标准图谱一致
氯化物		≤0.014%	≤100ppm	≤100ppm	≤0.002%	≤0.008%	≤0.15mg/g	≤0.01
硫酸盐		≤0.02%	≤200ppm	≤200ppm	≤0.005%	≤0.019%	≤0.2mg/g	≤0.02
重金属		/	/	≤20ppm	≤5ppm	≤10ppm	≤20 μg/g	/
汞		/	/	/	/	/	/	≤1mg/kg
铅		/	/	/	/	/	/	≤10mg/kg
砷		/	/	/	/	/	/	≤2mg/kg
镉		/	/	/	/	/	/	≤5mg/kg
干燥失重		≤0.5%	≤0.5%	≤0.5%	/	≤0.5%	≤5.0mg/g	/
灼烧残渣		≤0.05%	≤0.1%	≤0.1%	≤0.01%	≤0.1%	≤1.0mg/g	≤0.1%
有 关	4-羟基 苯甲酸	≤0.1%	≤0.1%	≤0.1%	/	样品溶液对应峰面积不大于标准溶液	/	≤0.1%

物 质	4-羟基 间苯二 甲酸	≤0.05%	≤0.05%	≤0.05%	/	峰面积	/	≤0.05%
	苯酚	≤0.02%	≤0.02%	≤0.02%	/		/	≤0.02%
	其他杂 质	≤0.05%	≤0.05%	≤0.05%	/		/	≤0.05%
	总杂质	≤0.2%	≤0.2%	≤0.2%	/	样品溶液对应峰面 积不大于标准溶液 峰面积的 2 倍	/	≤0.2%
含量		98.0%-102.0%	99.0%-100.5%	99.0%-100.5%	≥99.5%	99.5%-101.0%	99.0%-101.0%	≥99.5%