

团 体 标 准

T/CAFFCI 65—2022

化妆品用原料 辛酰水杨酸

Cosmetic ingredients - Capryloyl Salicylic Acid

2022-06-22 发布

2022-06-30 实施

中国香料香精化妆品工业协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

本文件由中国香料香精化妆品工业协会提出并归口。

本文件起草单位：北京贝丽莱斯生物科技有限公司，嘉文丽（福建）化妆品有限公司。

本文件主要起草人：张雷、杨淑琴、郭秀茹、杨磊、潘发伍、王希丽、白月。



化妆品用原料 辛酰水杨酸

1 范围

本文件规定了化妆品用原料辛酰水杨酸的基本信息、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本文件适用于采用化学合成法制备而成的化妆品用原料辛酰水杨酸。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 191 包装储运图示标志

QB/T 1684 化妆品检验规则

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

JJF 1070 定量包装产品净含量计算检验规则

《化妆品安全技术规范》（2015年版）（国家食品药品监督管理总局公告 2015 年第 268 号）

《中华人民共和国药典》（2020年版）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本信息

中文名称：辛酰水杨酸

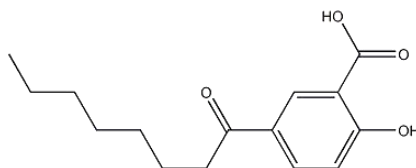
INCI名称：Capryloyl Salicylic Acid

分子式：C₁₅H₂₀O₄

分子量：264.32

CAS号：78418-01-6

化学结构式：



5 技术要求

5.1 感官、理化指标

感官、理化指标详见表1。

表1 感官、理化指标

项目		要求
感官指标	性状	本品为白色或类白色结晶性粉末，无嗅、味苦
理化指标	鉴别	本品红外光谱吸收图谱应与辛酰水杨酸的对照图谱一致
	溶解度	溶解于无水乙醇，在水中几乎不溶
	熔点/℃	112.0~117.0
	干燥失重/%	≤0.5
	炽灼残渣/%	≤0.1
含量 (C ₁₅ H ₂₀ O ₄ ，以干基计) /%		≥98.0

5.2 微生物及有害物质指标

微生物及有害物质指标详见表2。

表2 微生物及有害物质指标

项目		要求
微生物及有害物质指标	汞/ (mg/kg)	≤1.0
	铅/ (mg/kg)	≤10.0
	砷/ (mg/kg)	≤2.0
	镉/ (mg/kg)	≤5.0
	菌落总数/ (CFU/g)	<500
	霉菌和酵母菌总数/ (CFU/g)	<100
	耐热大肠菌群/g	不得检出
	金黄色葡萄球菌/g	不得检出
铜绿假单胞菌/g		不得检出

6 试验方法

本文件中除另外说明外，所有试剂均为分析纯，所用水符合GB/T 6682和《中华人民共和国药典》2020年版规定的纯化水。

6.1 采样

采样按GB/T 6678和GB/T 6679执行。

6.2 感官指标判定

性状：取试样在室温和非阳光直射下目测观察，鼻闻，口尝。

6.3 理化指标判定

6.3.1 鉴别测试

6.3.1.1 仪器和材料

- a) 分析天平：精度0.1 mg；
- b) 玛瑙研钵；
- c) 溴化钾：光谱纯；
- d) 压片模具；
- e) 红外光谱仪。

6.3.1.2 操作过程

依照《中华人民共和国药典》2020年版第四部通则0402 红外分光光度法进行检测，具体操作如下：
称取1 mg~1.5 mg供试样品，置玛瑙研钵中，加入干燥的溴化钾细粉200 mg~300 mg作为分散剂，充分研磨混匀，置于直径约13 mm的压片模具中，使铺展均匀，抽真空约2min，加压至 0.8×10^6 Kpa，保持压力2min，撤去压力并放气后取出制成的供试片，目视检测，供试片应呈透明状，样品分布应匀，并无明显颗粒状样品。将供试片放入红外光谱仪进行扫描，并记录图谱。将供试样品检测得到的图谱和标准图谱进行对比鉴别。

辛酰水杨酸标准红外谱图参见图A. 1。

注1：供试样品使用前应在105 °C下干燥4h以上，过200目筛后备用，以避免吸湿对结果造成干扰。

注2：溴化钾易吸湿，使用前应在120 °C下干燥4h以上，过200目筛后备用，以避免吸湿对结果造成干扰。

注3：必要时，宜将干燥后的供试样品充分研磨后，再与干燥的溴化钾细粉充分研磨混匀。

6.3.2 溶解度的测定

6.3.2.1 试剂和仪器

- a) 分析天平：精度0.1 mg；
- b) 吸管；
- c) 无水乙醇；
- d) 具塞试管；
- e) 研钵。

6.3.2.2 操作过程

依照《中华人民共和国药典》2020年第四部版凡例（十五）进行检测，具体操作如下：

称取1 g研成细粉的供试样品，于25℃±2℃温度下，溶解到10 mL~30 mL溶剂无水乙醇中，每隔5min强力振摇30s，观察30min内的溶解情况。如无目视可见的供试样品颗粒或液滴时，即视为完全溶解。

称取1 g研成细粉的供试样品，于25℃±2℃温度下，溶解到10000 mL溶剂水中，每隔5min强力振摇30s；观察30min内的溶解情况，如有目视可见的供试样品颗粒或液滴时，即视为不能完全溶解。

6.3.3 熔点的测定

6.3.3.1 仪器

- a) 研钵；
- b) 熔点测定用毛细管；
- c) 熔点测定仪。

6.3.3.2 操作过程

依照《中华人民共和国药典》2020年第四部通则0612 熔点测定法进行检测，具体操作如下：

分取研成细粉干燥的供试样品适量，置熔点测定用毛细管中，轻击管壁或借助长短适宜的洁净玻璃管（长短适宜的洁净玻璃管，垂直放在表面皿或其他适宜的硬质物体上，将毛细管自上口放入使自由落下，反复数次），使粉末紧密集结在熔点测定用毛细管的熔封端。装入供试样品的高度约为3 mm。

将熔点测定仪升温至较规定的熔点低限约低10℃时，将装有供试样品的熔点测定用毛细管浸入传温液，贴附在温度计上，位置须使熔点测定用毛细管的内容物部分在温度计汞球中部；继续加热，调节升温速率为每分钟上升1.0℃~1.5℃，加热时须不断搅拌使传温液温度保持均匀，记录供试样品在初熔至全熔时的温度，重复测定3次，取其平均值，即得。

6.3.4 干燥失重的测定

6.3.4.1 试剂和仪器

- a) 分析天平：精度0.1 mg；
- b) 称量瓶：φ 55 mm±2 mm，φ 30 mm±2 mm；
- c) 恒温鼓风干燥箱：精确度0.1℃；
- d) 干燥器。

6.3.4.2 操作过程

依照《中华人民共和国药典》2020年版第四部通则0831 干燥失重测定法进行检测，具体操作如下：

称取1.0 g供试样品（精确至0.0001 g）平铺于恒重称量瓶（ W_0 ）中，称量供试样品和恒重称量瓶的总重量（ W_1 ）。将瓶盖取下置于称量瓶旁（或将瓶盖半开），放入105℃±1.0℃恒温鼓风干燥箱中，干燥4 h，取出放于干燥器中，冷却至室温30min~40min，称重。然后再次放入105℃±1.0℃恒温鼓风干燥箱中，干燥1 h，取出放于干燥器中冷却至室温30min~40min，再称量。重复以上操作至前后两次，质量差不超过2 mg，即为恒重（ W_2 ）。按照6.3.4.3结果计算公式计算即得。

6.3.4.3 结果计算

干燥失重的质量分数 $w_{\text{干}}$ 按公式计算：

$$w_{\text{干}} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

式中：

W_0 —为恒重的称量瓶的重量，单位为克（g）；

W_1 —为干燥前，恒重的称量瓶与供试样品的总重量，单位为克（g）；

W_2 —为干燥后，恒重的称量瓶与供试样品的总重量，单位为克（g）；

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果（保留一位小数）。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%。

6.3.5 炽灼残渣的测定

6.3.5.1 试剂和仪器

- a) 分析天平：精度0.1 mg；
- b) 坩埚；
- c) 硫酸；
- d) 干燥器；
- e) 马弗炉。

6.3.5.2 操作过程

依照《中华人民共和国药典》2020年版第四部通则0841 炽灼残渣检查法进行检测，具体操作如下：

称取样品1.0 g（精确至0.0001 g）于已恒重坩埚中（ W_3 ），缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸0.5 mL～1 mL使湿润，低温加热至硫酸蒸汽除尽后，在700℃～800℃炽灼使完全灰化，移至干燥器内，放冷，精密称定后，再在700℃～800℃炽灼至恒重（ W_5 ），按照6.3.5.3结果计算公式计算即得。

6.3.5.3 结果计算

$$w_{\text{炽}} = \frac{W_5 - W_3}{W_4 - W_3} \times 100\%$$

式中：

W_3 —为恒重的称量瓶的重量，单位为克（g）；

W_4 —为炽灼前，恒重的称量瓶与供试样品的总重量，单位为克（g）；

W_5 —为炽灼后，恒重的称量瓶与供试样品残渣的总重量，单位为克（g）；

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果（保留一位小数）。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%。

6.3.6 含量的测定

6.3.6.1 试剂和仪器

- a) 分析天平：精度 0.1 mg；
- b) 辛酰水杨酸标准品， $\geq 98.0\%$ ；
- c) 容量瓶；
- d) 甲醇；
- e) 冰醋酸；
- f) 0.45 μm 滤膜（有机相）；
- g) 超声震荡仪；
- h) 稀释液：甲醇：水：冰醋酸=80：20：1（体积比），混匀，并经 0.45 μm 滤膜（有机相）过滤，充分脱气；
- i) 流动相：甲醇：水：冰醋酸=80：20：1（体积比），混匀，并经 0.45 μm 滤膜（有机相）过滤，充分脱气；
- j) 高效液相色谱仪。

6.3.6.2 色谱条件

- a) 色谱柱：YWG-C18，5 μm，4.6×250 mm，或性能相当者；
- b) 检测器：二极管阵列检测器或 UV 检测器-270 nm；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：室温；
- e) 进样量：20 uL。

6.3.6.3 操作过程

标准溶液、供试样品溶液的配制：

称取 0.05 g（精确至 0.0001 g）辛酰水杨酸标准品和供试样品各 2 份，分别移入 100 mL 容量瓶中，加适量稀释液，于超声波振荡器中超声 5min~10min 使之完全溶解，取出放至室温，稀释液定容并摇匀，经 0.45 μm 滤膜（有机相）过滤 3 遍，备用。

测定：

高效液相色谱仪稳定后将标准溶液和供试样品溶液分别进样，以标准溶液和供试样品的峰面积比计算辛酰水杨酸的含量。

6.3.6.4 结果计算

辛酰水杨酸的质量分数 C_x 计算公式：

$$C_x = C_R \times \frac{A_x}{A_R}$$

式中：

C_x —为供试样品的含量；

C_R —为辛酰水杨酸标准品的含量；

A_x —为供试样品的峰面积；

A_R —为辛酰水杨酸标准品的峰面积。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准（保留一位小数）。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不大于算术平均值的3%。

6.4 微生物及有害物质的测定

6.4.1 汞的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版汞的测定第一法 氢化物原子荧光光度法的规定进行。

6.4.2 铅的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版铅的测定第二法 火焰原子吸收分光光度法的规定进行。

6.4.3 砷的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版砷的测定第一法 氢化物原子荧光光度法的规定进行。

6.4.4 镉的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版镉的测定 火焰原子吸收分光光度法的规定进行。

6.4.5 微生物指标的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版第五章微生物检验方法测定。

7 包装外观

按 QB/T 1685 执行。

8 净含量

按 JJF 1070 执行。

9 检验规则

按 QB/T 1684 执行。

10 标志、包装、运输、贮存、保质期

10.1 标志

按 GB/T 191 规定执行，且应标注化妆品原料的使用指南或使用指南的图示。

10.2 包装

产品采用铝箔袋包装，每袋净含量为1 kg，或根据用户要求包装。

10.3 运输

本产品属于非危险品，任何运输工具可采用，在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

10.4 贮存

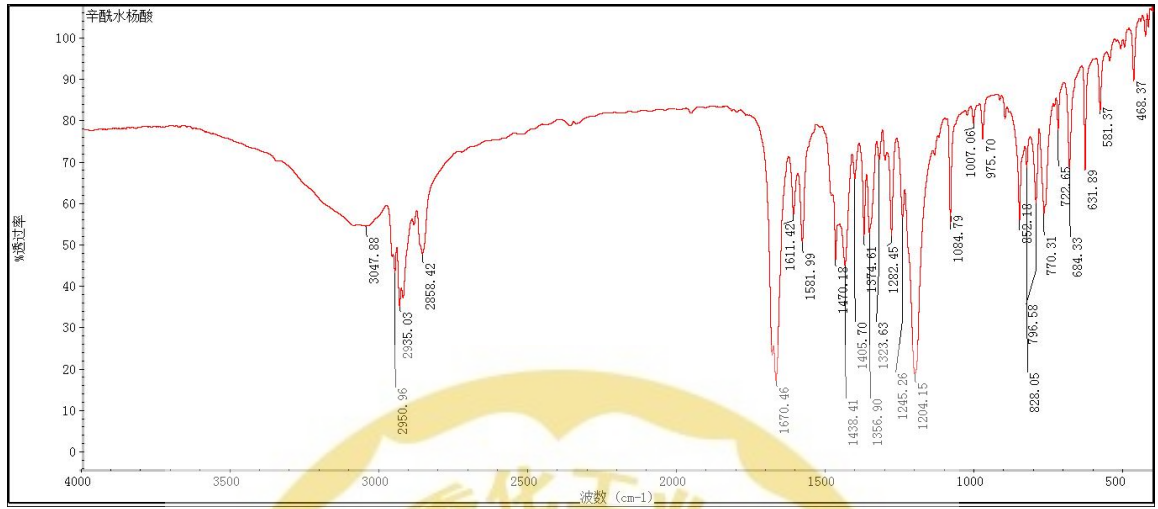
应贮存在温度不高于40℃的通风干燥阴凉仓库内，不得靠近水源、火炉或暖气，贮存时应距地面至少20 cm，距内墙至少50 cm，中间应留有通道，按运输包装的图示标志堆放，并严格掌握先进先出的原则。

10.5 保质期

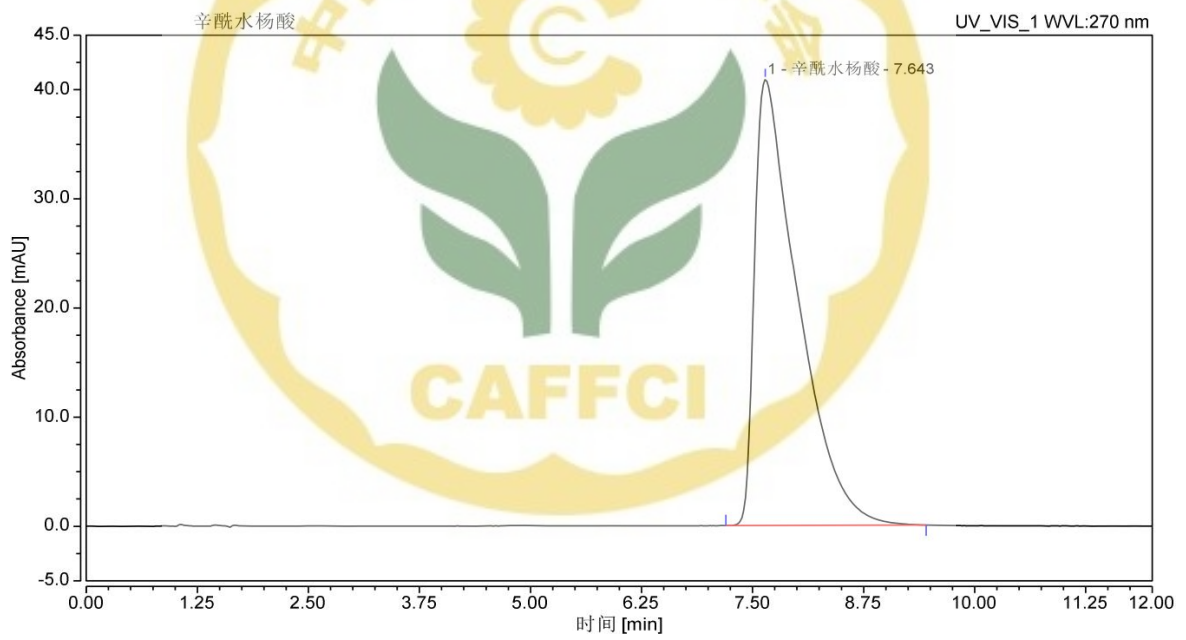
符合本文件的运输和贮存条件，包装完整、未经启封的情况下，保质期按销售包装的标注执行。



附录 A
(资料性附录)
标准物质的红外图谱和液相色谱



图A.1 辛酰水杨酸 红外鉴别标准图谱



图A.2 辛酰水杨酸 高效液相色谱标准图谱