附件1

理化检验方法总则（征求意见稿）

General Principles

1范围

本部分规定了化妆品中禁、限用及准用原料（包括防腐剂、防晒剂、着色剂、染发剂等）理化检验方法的相关要求。

本部分适用于化妆品中禁、限用及准用原料（包括防腐剂、防晒剂、着色剂、染发剂等）理化检验方法的使用。

2 术语和定义

2.1 方法检出限

1. 样品中被测原料能被检测出的最低浓度。

2.2 方法定量下限

1. 样品中能够对被测原料准确定量的最低浓度。

2.3 质控样品

已知样品成分含量、可用于重复性测试及控制测试过程准确度的样品。

2.4 空白样品

能够以可重复方式获得或制备的、不含被测原料的样品。

3 试剂及材料要求

凡未明确指明规格的试剂，均指分析纯（AR）级别。如需其他规格，将另行说明。但指示剂和生物染料不区分规格。若试剂溶液的配制未指明溶剂，则默认使用实验用水配制。

3.1实验用水

实验用水包括蒸馏水、去离子水等，其质量应符合GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》中一级水的标准。如有特殊实验用水要求，将另行具体说明。

3.1.1 蒸馏水：通过蒸馏器蒸馏制备的水。

3.1.2 去离子水：通过阴、阳离子树脂交换床制备的水。

3.1.3 蒸馏去离子水：将蒸馏水通过阴、阳离子树脂交换床进一步纯化制备的水。

3.2实验试剂

检验方法中未指明具体浓度的试剂，均指市售试剂的标准浓度（见表1）。配制溶液时，所使用的试剂的纯度及等级应符合检验方法的要求，必要时需进行技术验收以确保其适用性。

表1常用试剂信息表（市售商品）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试剂名称 | 分子式 | 分子量 | 含量（质量分数）% |
| 冰乙酸 | C2H4O2 | 60.05 | ≥99 |
| 甲酸 | CH2O2 | 46.02 | ≥90 |
| 盐酸 | HCl | 36.46 | 36～38 |
| 硝酸 | HNO3 | 63.02 | 65～68 |
| 高氯酸 | HClO4 | 100.46 | 70~72 |
| 磷酸 | H3PO4 | 98.00 | ≥85 |
| 硫酸 | H2SO4 | 98.08 | 95～98 |
| 氨水 | NH3·H2O | 35.04 | 25～29 |
| 过氧化氢 | H2O2 | 34.02 | 30 |
| 乙醇（95%） | C2H6O | 46.07 | ≥95 |

3.3试剂储存

试剂储存容器通常采用硬质玻璃材质的试剂瓶。对于强碱液和无机元素溶液，宜使用聚乙烯试剂瓶进行存放。需避光的试剂应贮存于棕色或黑色试剂瓶中。

3.4标准物质

标准物质的选择应满足检验方法中对标准品纯度和等级的要求，一般应选用附有标准物质证书或等效证明文件的产品。

3.5 标准溶液

标准溶液的配制和稀释过程应详细记录，以保证其溯源性。记录内容包括标准物质的称量质量或量取体积、溶剂种类、定容体积、储存条件及有效期等。必要时，需根据标准物质的实际纯度进行折算。

标准中间溶液和标准工作溶液的配制应遵循逐级稀释的原则，单级稀释倍数不宜超过1000倍。

3.6 实验材料

实验材料的性能应满足检验方法的规定。对于可能对检验结果产生显著影响的材料，使用前应进行技术验收，以确保其适用性和可靠性。

4 量具及仪器设备要求

4.1 性能参数确认

仪器设备投入使用前，应依据检验方法技术要求，对其关键性能参数（如量程、灵敏度等）进行确认，确保其满足方法规定的检验能力。

4.2 量值溯源管理

对检验结果准确性有直接影响的仪器设备（包括量器、温控装置及检验类仪器），应按照国家测量溯源要求进行检定与定期校准。校准状态应通过有效证书或报告予以证明，并实施标识化管理。

5 检验要求

5.1 基本要求

应按照检验方法中规定的分析步骤进行检验，同时应对试验过程中可能存在的不安全因素（如中毒、爆炸、腐蚀、烧伤等）采取必要的防护措施。

5.1.1 称取：使用天平进行的称量操作，其准确度要求通过数值的有效数位表示，具体称量范围应符合数值修约的规定。例如：“称取1g”指称量范围为0.5g-1.5g；“称取1.0g”指称量范围为0.95g-1.05g；“称取1.00g”指称量范围为0.995g-1.005g；“称取1g（精确至0.01g）”表示称量范围为0.50g-1.50g；“称取1g（精确至0.0001g）”表示称量范围为0.5000g-1.5000g。

5.1.2 准确称取：使用天平进行的称量操作，其称量结果的准确度应至少达到所取质量的千分之一。

5.1.3 量取：使用量筒或量杯对液体样品进行取样的操作。

5.1.4 吸取：使用单标线吸量管、分度吸量管或移液枪等工具对液体样品进行精确取样的操作。

5.2 仪器测定条件

检验方法中的仪器测定条件为参考条件，实验室可根据具体使用的仪器型号对条件进行适当优化和调整，但不得改变方法的基本检验原理。

5.3 试样溶液的定量

5.3.1 对于单点定量法，应确保试样溶液中被测原料的浓度与标准溶液浓度相近。

5.3.2 对于外标法标准曲线法，试液中被测原料浓度应在校准曲线的线性范围内。当试样溶液浓度超出标准曲线线性范围时（过高或过低），须通过稀释或浓缩调整后重新进行定量分析。

5.3.3 对于内标法标准曲线法、基质匹配标准曲线法、基质加标标准曲线法，当样品测试浓度超出标准曲线的线性范围时，不得直接稀释后进样测定。应根据样品中被测原料的实际浓度重新制作标准曲线，或者调整称样量重新制备供试品溶液进行测定检验。

5.4 空白试验

5.4.1 在不加入试样的情况下，采用完全相同的分析步骤、试剂和用量，进行平行操作所得到的结果。通常要求空白试验的检验值应低于方法检出限。

5.4.2如检验方法对空白试验的检验值有明确规定，则空白试验结果必须符合方法规定的要求。

5.5 质量控制

5.5.1 质量控制方法包括但不限于：空白试验、平行试验、加标回收试验、保留样品复测、标准物质或质控样品测试、盲样测试以及各类比对试验（包括人员、方法和仪器比对等）。

5.5.2分析批定义：由同一操作人员，使用相同的实验程序和试剂，在同一台仪器上连续地对一组被测样品和控制样品进行的系列分析。

5.5.3 每个分析批次中必须至少采用一种质量控制方法来监控检验结果的可靠性。当质控结果未达到预期要求时，该分析批的所有检验结果均判定为无效。

6 样品的要求

6.1 样品的取样

取样时应重点考虑样品的代表性和均匀性，同时避免发生交叉污染、样品变质或被测原料降解等情况，以确保分析结果能真实反映样品的质量。实验室收到样品后应及时登记，并检查封口是否完好。取样前要观察样品的性状特征，并使样品充分混合均匀。开封后应迅速取出所需测定部分进行分析。如遇特殊包装形式无法按常规方法取样，或缺乏可参考的取样方法时，可制定合理的取样方案，并详细记录具体操作步骤。

6.1.1 膏霜乳类样品：主要包括膏、霜、蜜、脂、乳、乳液、奶、奶液等产品。对于细颈容器内的样品，取样时应弃去至少1 cm最初移出的样品，挤出所需样品量后立即封闭容器。对于广口容器内的样品，应刮弃表面层，取出所需样品后立即封闭容器。

6.1.2 液体类样品：主要包括露、液、水、油、油水分离等产品。取样时，打开容器前应剧烈振摇，使内容物充分混合均匀。取样后，应立即封闭容器，防止挥发或污染。

6.1.3 凝胶类样品：主要包括啫喱、胶等产品。参照6.1.1膏霜乳类样品的取样方法执行。

6.1.4 粉剂类样品：主要包括散粉、颗粒等产品。打开前应猛烈振摇，使内容物混合均匀后称取测试部分。

6.1.5 块状类样品：主要包括块状粉、大块固体等产品。应刮弃表面层后再取样，确保取样部位具有代表性。

6.1.6 泥类样品：主要包括泥状固体等产品。应充分搅拌使样品混合均匀，刮弃表面层后取出所需样品，立即封闭容器。

6.1.7 蜡基类样品：主要包括以蜡为主要基料的产品（如口红等）。应刮弃表面层后再取样。如需加热熔化取样的，应控制加热温度，避免被测原料降解。

6.1.8 喷雾剂类样品：主要包括不含推进剂的喷雾产品。取样时应剧烈振摇使内容物充分混合均匀，喷出适量样品至洁净容器中，参照6.1.2液体类样品的取样方法执行进行测定。取样后应立即封闭容器。

6.1.9气雾类样品：主要包括含有推进剂的产品。可根据检验需求选择以下两种取样方法。一般情况下优选方法一，挥发性有机物测定则优选方法二。

6.1.9.1方法一取样操作步骤

1. 取完整包装样品，去除易脱落部件，清洁外包装并摇匀，连接取样导管，称量样品总质量为*M1*。
2. 将样品完全喷出至已称定质量（*M3*）的洁净烧杯或具塞试管底部，避免样品损失，称量外包装和取样导管的质量为*M2*。
3. 将上述装有样品的容器置于通风橱内，超声10 min，排除残余推进剂，称量总质量为*M4*。按检验方法进行称取及前处理，用于被测原料百分含量ω1测定。

6.1.9.2方法二取样操作步骤

1. 取一罐试样，去除易脱落部件，清洁外包装，称量样品总质量为M1，置于-20℃冷冻约1h。
2. 将试样置于通风橱内，保持静止，在罐顶开一约0.2mm直径的小孔，使推进剂缓慢挥发。待推进剂挥发完毕后扩大开口，将内容物倒入已称重为M3的带冷凝管三角瓶中。用水（必要时用热水）彻底清洗样品瓶内部，擦干后置烘箱中于 105℃烘干，称量空罐质量为M2。注意检查罐内是否有内容物挂壁、残留，尽量将内容物完全转移。
3. 将上述样品在50℃水浴中加热回流30 min，蒸发残余推进剂，称量总质量为M4。按检验方法进行称取及前处理，用于被测原料百分含量ω1测定。

6.1.9.3计算方法

1. 若产品技术要求为含推进剂：

被测原料在完整样品中的含量计算公式为 *ω = ω1 ×（M4-M3）/（M1-M2）*

1. 若产品技术要求为不含推进剂：

被测原料在完整样品中的含量计算公式为 *ω = ω1*

6.1.10贴、膜、含基材类样品：主要包括贴、膜、含配合化妆品使用的基材的产品。具体取样要求如下：

6.1.10.1 贴、膜类样品

（1）液体与贴膜纸一体包装的产品：揉搓包装袋，使液体充分浸润面膜纸并混合均匀后，挤出液体部分进行测定。

（2）冻干粉/溶剂与贴膜纸分装的产品：按产品使用说明将溶剂/溶液与贴膜纸混合，待充分浸润并均匀后，挤出液体部分进行测定。

（3）贴膜纸含有被测原料的产品：按产品使用说明将贴膜纸浸泡于指定液体中，待充分浸润后取液体部分进行测定。

6.1.10.2 含基材类样品

对于含有化妆棉、刷头等基材的产品，应根据产品的具体形态，将基材与化妆品成分分离后取样。

6.1.11 冻干类样品：主要包括冻干粉、冻干片等产品。取样前应检查包装的密封性，确保产品未受潮，开封后应立即取样，避免长时间暴露在空气中。对于冻干粉，如为多个小包装，应随机选取多个包装进行取样，混合均匀后进行测定；对于冻干片，应刮弃表面可能受污染的部分，取内部样品进行测定。如需检测复溶后状态，应按照产品使用说明添加指定的溶剂进行复溶，待完全溶解并混合均匀后取样进行测定。

6.1.12 不属于以上范围的产品，应根据其物理性状特征参照相应类别的取样方法，或制定合理的取样方案。

6.2 试样储存要求

6.2.1 容器要求：试样应放入清洁、惰性材质的密封容器内，容器类型可根据试样和被测原料的性质选择，如广口玻璃瓶、聚乙烯瓶或袋等。

6.2.2 储存环境：试样应在适宜的环境中保存，避免样品变质或污染，并在规定的期限内完成检验。

6.2.3 标识要求：试样应有清晰的唯一性标识，以便于追溯和管理。

7 分析结果的表述方式

7.1浓度表示

7.1.1原料*B*的浓度：原料*B*的物质的量除以混合物的体积：

，单位为 mol/L。

7.1.2原料*B*的质量浓度：原料*B*的质量除以混合物的体积：

*，*单位为g/L，mg/L，μg/L。

7.1.3原料*B*的质量分数：原料*B*的质量与混合物的质量之比：

，无量纲单位，可用%表示浓度值，也可用mg/kg，μg/g等表示。

7.1.4原料B的体积分数：原料*B*的体积除以混合物的体积：

，无量纲单位，常以%表示。

7.1.5体积比浓度：两种液体分别以*V1*与*V2*的体积相混。凡未注明溶剂名称时，均指纯水。两种以上特定液体与水相混合时，必须注明水。例如：HCl（1+2），甲醇+四氢呋喃+水+高氯酸（250+450+300+0.2）。

7.1.6气相色谱法的固定液质量比：指固定液与载体之间的质量比。

7.2测定值的运算和有效数字修约

应符合GB/T 8170的相关规定，采用“四舍六入五成双”规则进行一次性全数字修约，禁止分步修约（例如：将12.4546修约至两位小数应为12.45，而非先修约至12.455再至12.46）。

7.3定量分析结果的报告

应从样品称量起全程进行平行操作，并以平行测定值的算术平均值作为最终报告结果。平行样品的相对偏差应符合相应检验方法中规定的允许偏差要求。

7.4结果的有效位数

根据检验方法使用的测量仪器精度确定有效位数，应能满足相关标准要求。

7.5 分析结果的表述规则

除另有规定外，分析结果应按以下原则表述：

若分析结果小于方法的检出浓度，应表述为“未检出”；若分析结果在检出浓度与最低定量浓度之间，应表述为“检出，低于最低定量浓度”；若分析结果大于等于最低定量浓度，应以实际样品检验值表述分析结果。

8 检验原始记录要求

实验室应详细记录检验方法，尤其是当存在多个可选方案时，应明确记录实际选择的方法和操作步骤；所有参与检验结果计算的数据均需如实记录；与检验结果量值溯源密切相关的仪器设备信息（如型号、编号等）及检验方法中对环境条件有明确或特殊要求的内容（如温度、湿度等）也应完整记载；同时，质控结果及其符合性判定结论需准确记录，以确保检验过程的规范性和数据结果的完整可追溯性。

9 其他

本章按照总则、禁用原料、限用原料、准用原料等类别对理化检验方法进行分类排序。此分类排序仅为便于查阅，并不代表方法中涉及的被测原料的实际所属类别。被测原料的判定依据应以本规范相关章节的具体规定为准。

本章各理化检验方法附录A中列出的CAS号，仅代表该检验方法适用的被测原料的CAS号，并不排除该原料可能存在其他CAS号的情况。

本章各理化检验方法中的被测原料可能以不同化学形态存在（如酸、酯、盐、游离基等），此类形态应视为同一原料。在进行结果判定时，检验报告中的检出限和检验结果应根据实际存在形式进行相应折算，确保与本规范相关章节规定的最大允许使用浓度形式保持一致。

理化检验方法总则（征求意见稿）起草说明

为进一步加强化妆品的监督管理，提升化妆品使用安全性，化妆品标准化技术委员会组织开展了《理化检验方法总则（征求意见稿）》的研究与修订工作。现将有关情况说明如下：

# 一、起草原则

本次修订以科学性、指导性、实用性和通用性为基本原则，同时注重方法的实用性和成熟度。修订过程采用专家研讨、用户探讨及公开征求意见等多种形式，全面收集各方建议，并系统解决原则性和共性问题。

# 二、起草过程

2023年起开展本方法的修订工作。修订过程可分为三个主要阶段：第一阶段是基础研究，修订小组深入研究了2015版《化妆品安全技术规范 食品理化检验方法 总则》，并系统收集分析了国内外相关标准和技术文献。第二阶段是标准参考，鉴于理化检验方法总则是化妆品检验的基础性文件，其科学性和规范性至关重要，修订过程重点参考了四个关键标准：《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》（GB/T1.1-2020）、《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》（GB/T 20001.4-2015）、《检测和校准实验室能力的通用要求》（GB/T 27025-2019）以及《出口食品、化妆品理化测定方法标准编写的基本规定》（SN/T 0001-2016）。第三阶段是方法完善，修订团队参考了欧盟的SANCO/10684/2009、2002/657/EC等国际文件，并结合国内五个重要标准：《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》（GB5009.295-2023）、《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》（GB/T 27417—2017）和《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义》（GB/T 6379.1-2004）、《食品卫生检验方法理化部分总则》（GB/T 5009.1--2003）和《中国药典》，完善了方法学内容，最终通过广泛征求行业专家意见形成了征求意见稿。

# 三、与我国已有相关标准的关系

本文件将替代2015年版《化妆品安全技术规范 理化检验方法 总则》。在编制过程中，参考了《化妆品注册和备案检验工作规范》、《化妆品抽样检验管理办法》和《2024年国家化妆品抽样检验工作手册》的基本要求。同时遵循《数值修约规则与极限数值的表示和判定》（GB/T 8170-2008）的规定，并参考《中华人民共和国药典》（2020年版）和SN/T 0001-2016《出口食品、化妆品理化测定方法标准编写的基本规定》的方法编写规范。

# 四、与《规范》中原方法的对比情况

对比新旧版本《化妆品安全技术规范 理化检验方法 总则》，主要变化体现在以下方面：

1. 适用范围表述更加全面准确：从单纯的禁限用组分检验扩展到化妆品禁用原料、限用原料及准用防腐剂、防晒剂、着色剂、染发剂等的理化检验方法，并明确规定了这些方法的使用基本原则和要求，使适用范围更加清晰和完善。

2. 术语和定义体系更加健全：在《化妆品中禁用物质和限用物质检测方法验证技术规范》国食药监许〔2010〕455号基础上优化了“方法检出限”及“方法定量下限”的定义表述；分别参考《化妆品中禁用物质和限用物质检测方法验证技术规范》国食药监许〔2010〕455号和《实验室质量控制规范 食品理化检测》GB/T 27404-2008新增了“空白样品”及“质控样品”等关键概念的明确定义，为后续新增的质量控制章节内容奠定了坚实的专业基础。

3. 试剂及材料要求更加严格规范：修订版对试剂和材料的管理提出了更加严格的要求，增加了常用试剂信息表，详细列明了分子式、分子量和含量要求，规范了试剂储存容器的使用，明确了标准物质的管理要求，要求选用附有标准物质证书或等效证明文件的产品，相关文件应包含计量溯源性及定值等信息，同时对标准溶液的配制、储存和使用提出了具体要求。

4. 仪器设备管理更加系统：修订版新增了性能参数确认要求，增加了量值溯源管理规定，对设备的校准和验证提出了明确要求，使仪器设备管理更加规范化和系统化。

5. 样品管理更加精细：修订版大幅完善了样品管理要求，在原有液体、半流体和固体样品基础上，新增了喷雾类和面膜类等特殊剂型的具体取样方法，详细规定了取样步骤和计算公式，同时完善了试样储存要求，包括容器要求、环境条件和标识管理等，使样品管理更加系统和标准化。

6. 分析结果表述更加规范：修订版规范化了分析结果的表述方式，要求符合GB/T 8170的规定，明确了有效数字的修约规则，规范了特殊情况的表述方式，如低于检出限、低于定量限等情况的具体表达要求，使检验结果的表述更加统一和规范。

7. 检验原始记录更加透明：修订版新增了检验原始记录的具体要求，规定了关键数据、仪器设备信息、环境条件和质控结果等内容的记录要求，明确了方法选择的记录依据，同时增加了特殊情况的说明要求，使检验过程更加可追溯和透明。

总体而言，新版《理化检验方法总则》在保持原有框架的基础上，进一步细化和完善了各项技术要求，使检验方法更加规范化、标准化，有利于提高检验结果的准确性和可比性。

五、国际相关标准情况

目前国际上尚无专门针对化妆品理化检验方法的总则性文件。在起草过程中参考了欧盟委员会《食品和饲料中农药残留分析方法验证和质量控制程序》（SANCO/10684/2009）、欧盟委员会指令96/23/EC《关于分析方法的性能和结果的解释》（2002/657/EC）、《ISO/IEC 17025:2017检测和校准实验室的通用能力要求》和分析和采样方法法典委员会（CCMAS）文件中有关分析方法的技术要求。这些国际标准虽然不是针对化妆品检验制定的，但其所包含的分析方法验证、质量控制和判定原则具有普遍借鉴价值。