ICS: 71.080 分类号:G17

T/GDCDC

广 东 省 日 化 商 会 团 体 标 准

T/GDCDC OXX-20XX

化妆品用聚甘油-10

POLYGLYCERIN-10 FOR COSMETICS

在提交反馈意见时,请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。 (征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

前 言

本标准按GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》起草。请注意本标准的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别专利的责任。本标准由广东省日化商会提出和归口。

本标准起草单位:。

本标准主要起草人:。

本标准于20XX年XX月首次发布。

化妆品用聚甘油-10

1 范围

本标准规定化妆品用聚甘油-10的产品结构式、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由甘油为原料,经脱水聚合而成的化妆品用聚甘油-10。

2 规范性引用文件

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 6488 液体化工产品折光率的测定(20℃) GB/T 13531.4-2013 化妆品通用检验方法 相对密度的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

《化妆品安全技术规范》

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品结构式

$$\begin{array}{c} \text{HO} \\ \text{HO} \\ \text{OH} \\$$

5 技术要求

化妆品用聚甘油-10的感官、理化指标应符合表1规定。

表 1 感官和理化指标

项目		指标要求	
感官指标 -	外观	白色至黄色朦胧液体	
	气味	具特征性气味	

续表 1 感官和理化指标

	项目	指标要求	
理化指标	折光率, 20℃	1. 4650-1. 4890	
	固含量(%)	≥80.0	
	相对密度(20℃)	1. 2000-1. 3800	
	粘度 (mpa.s)	≥1000	
	羟值 (mg KOH/g)	800–990	
	甘油含量(%)	€3	
	电导率(us/cm)(10%水溶液,25℃)	≤100	

化妆品用聚甘油-10的微生物指标应符合表2规定。

表 2 微生物指标

项目	指标
菌落总数(CFU/g 或 CFU/mL)	≤500
霉菌和酵母菌总数 (CFU/g 或 CFU/mL)	≤100
耐热大肠菌群 (g 或 mL)	不得检出
金黄色葡萄球菌(g 或 mL)	不得检出
铜绿假单胞菌 (g 或 mL)	不得检出

化妆品用聚甘油-10的重金属指标应符合表3规定。

表 3 重金属指标

项目	指标			
汞 (mg/kg)	≤1			
砷 (mg/kg)	€2			
镉 (mg/kg)	≤5			
铅 (mg/kg)	≤10			

6 试验方法

6.1 一般规定

本标准除另有规定外,在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂,试验中所需的标准滴定液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备,实验室用水应符合GB/T 6682中三级水的规格。

6.2 外观

取适量试样置于干燥洁净的透明玻璃器皿内,在非直射光条件下目测。

6.3 气味

取试样用嗅觉进行鉴别。

6.4 相对密度的测定

参照GB/T 13531.4-2013第二章 第一法 密度瓶法中规定的方法测定。

6.5 折光率的测定

按GB 6488中规定的方法测定。

6.6 固含量

6.6.1 原理

在常压条件下用恒温鼓风干燥箱加热试样至恒重,固含量由加热前后的质量之差计算得出。

6.6.2 仪器、试剂

固含量测试所需仪器如下:

- 分析天平: 精度为 0.1mg;
- 干燥器;
- 恒温鼓风干燥箱:温度控制在(105±1)℃;
- 扁形称量瓶: 50×30mm。

6.6.3 测定

在已经恒重的扁形称量瓶称取10±0.5g试样,精确至0.0001g,使试样均匀铺于称量瓶底部,在(105±1)℃的电热鼓风干燥箱中烘3小时,取出称量瓶放入燥器冷却至室温,称重。

6.6.4 结果计算

固含量以质量分数表示, 按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \quad \dots \tag{1}$$

式中:

X1---固含量, %;

m。——恒重之称量瓶质量,单位为克(g);

*m*₁——试样质量,单位为克(g);

m2——烘干后试样+称量瓶质量,单位为克(g);

结果以算术平均值表示至小数点后两位,两次平行测得值之差的绝对值应不大于1%。

6.7 粘度测定

6.7.1 仪器

粘度的测定所需仪器如下:

- 旋转粘度计 ND.J-8S 型数显粘度计或者是性能相当的旋转粘度计;
- 烧杯或直筒形容器: 直径不小于 70mm, 高度不低于 125mm。

6.7.2 测定

用烧杯或直筒型容器装好被测溶液,放入恒温水浴槽,待被测溶液温度稳定在25℃时,开始检测。 根据仪器选择合适的转子,转子在样品中浸泡3分钟,使转子与被测样品温度一致;按测量键,待测量

T/GDCDC 0XX-2020

显示值稳定后开始读数。同时做平行试验。

6.7.3 结果

结果以算术平均值表示至小数点后两位,两次平行测得值之差的绝对值不大于10%。

6.8 羟值的测定

6.8.1 原理

在吡啶溶液中用乙酸酐酯化羟基,用水水解过量的乙酸酐,以酚酞为指示剂,用KOH溶液中和在酯 化过程中所产生的酸及水解生成的乙酸,根据滴定空白和试液消耗的氢氧化钾溶液的体积之差,计算羟 值。

6.8.2 仪器

羟值测试所需仪器如下:

- 分析天平, 精确至 0.1mg; 250mL 碘量瓶;
- 带磨口冷凝管;
- 恒温油浴(98±2℃);
- 分析天平,精确至 0.1mg;
- 25mL 移液管;
- 50mL 碱性滴定管;
- 50mL 量筒;
- 称量瓶;
- 烘箱;
- 干燥器。

6.8.3 试剂

羟值测试所需试剂如下:

- 乙酸酐;
- 无水吡啶;
- 酚酞指示剂: 0.5%的乙醇溶液;
- 氢氧化钾标液: C(KOH)=0.5mo1/L;
- 蒸馏水。

6.8.4 试剂及标准溶液配制

乙酰化剂:乙酸酐与无水吡啶按体积比为1:24配置,摇匀,贮于棕色瓶中,放置24小时后使用。

6.8.5 试样制备

在干燥至恒重的扁形称量瓶称取试样2份,每份10g(精确至0.1mg),在105±1℃的恒温烘箱中烘干3小时,取出置干燥器冷却至室温待用。

6.8.6 测定

称量0.15g(精确至0.1mg)已烘干水分的试样于带磨口的碘量瓶中,用移液管移取25mL乙酰化剂至碘量瓶,摇动至样品溶解。装上冷凝管,置于(98±2)℃油浴中反应1小时,回流过程中摇动瓶子4~5次。加入30mL蒸馏水,反应10分钟,进行水解过量乙酸酐。从油浴中取出冷却至室温,用15mL水冲洗冷

凝管,10mL水冲洗杯壁,加5滴酚酞指示剂,用氢氧化钾标掖滴至粉红色并保持15秒不褪色为终点,同时做一空白。

6.8.7 结果计算

羟值以X计,数值以mg KOH/g表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{C_{KOH} \times (V_0 - V_1) \times 56.1}{m}$$
 (2)

式中:

X——羟值,单位为毫克每克 (mg KOH/g);

C_{KOH}——氢氧化钾标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V₀——空白试验消耗氢氧化钾标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);

V₁——样品消耗氢氧化钾标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g);

56.1——氢氧化钾的相对分子质量。

结果以算术平均值表示至小数点后两位,两次平行测得值之差的绝对值应不大于10%。

6.9 电导率的测定

6.9.1 仪器

雷磁 DDS-11A 数显电导率仪,或者类似的同类型仪器。

6.9.2 测试方法

将样品配成 10%的水溶液试样,然后将试样恒温到 25℃,待试样温度稳定在 25℃时,用电导率仪进行测定,记下该试样的电导率,其结果用μs/cm表示。

6.10 甘油含量的测定

6.10.1 原理

甘油能全部被高碘酸钠所氧化而生成甲醛与甲酸,高碘酸钠再被过量的乙二醇还原为碘酸钠和乙二醛。再用氢氧化钠滴定甲酸,以酚酞作指示剂。

6. 10. 2 仪器及试剂

甘油含量的测定所需仪器及试剂如下:

- 250mL 碘量瓶;
- 分析天平,精确至 0.1mg;
- 10ml 移液管;
- 25mL 移液管;
- 50mL 碱性滴定管;
- 50mL 量筒;
- 高碘酸钠(2.14%);
- 乙二醇(50%, g/mL);
- 酚酞指示液;
- 0.1mo1/L 氢氧化钠滴定液。

6.10.3 试剂配制

T/GDCDC 0XX-2020

甘油含量的测定所需试剂配制如下:

- 2.14% 高碘酸钠溶液: 精密称取 2.14g 高碘酸钠于烧杯中,加适量的蒸馏水溶解,用移液管移至 100ml 容量瓶并用水定容至刻度线,摇匀。
- 50% (g/mL) 乙二醇:精确称取乙二醇 50g 置于烧杯中,然后移至 100mL 容量瓶并用蒸馏水定容至刻度线,摇匀。

6.10.4 测定

称量0.1g样品,准确至0.1mg,于带磨口的碘量瓶中,加水45mL混匀,精密加入2.14%高碘酸钠溶液25mL,摇匀,暗处放置15分钟后,加50%(g/mL)乙二醇溶液10m1,摇匀,暗处放置20分钟,加酚酞指示液0.5mL,用氢氧化钠滴定液(0.1mo1/L)滴定至红色,30秒内不褪色,并将滴定的结果用空白试验校正。每1mL氢氧化钠滴定液(0.1mo1/L)相当于9.21mg的 $C_0H_0O_0$)。

6.10.5 结果计算

甘油含量以Z计,数值以质量分数表示,按式(3)计算:

$$Z = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.00921}{m} \times 100 \quad \dots \tag{3}$$

式中:

Z——甘油含量, %;

Cxxx ——氢氧化钠滴定液的摩尔浓度,单位为摩尔每升 (mo1/L);

V₀——空白试验消耗氢氧化钠滴定液的毫升数,单位为毫升(mL);

V₁——样品消耗氢氧化钠滴定液的毫升数,单位为毫升(mL);

m——样品的克数,单位为克(g);

0.00921——每 1mL 氢氧化钠滴定液 (0.1mo1/L)相当于 9.21mg 甘油。

结果以算术平均值表示至小数点后两位,两次平行测得值之差的绝对值应不大于 10%。

6.11 微生物指标

按《化妆品安全技术规范》中规定的方法进行检验。

6.12 重金属含量

按《化妆品安全技术规范》中规定的方法进行检验。

7 检验规则

7.1 组批

以一次投料生产或是同一贮存器中的产品为一批。

7.2 取样

收货方验收、仲裁检验所需样品、应根据批量大小按表2确定样板大小,交收双方会同在交货地点 从交付批中随机抽取样本。

表 4 批量和样本大小

单位:桶

批量	1	2-15	16-50	51-150	151-500	>500
样本大小	1	2	3	5	8	13

7.3 取样方法

在每批样品中随机抽取样品,每个样本桶中取样量应相近,样品应迅速置于具塞样品中,并加塞,采样总量不小于1kg。将采取的样品仔细混合均匀后,分装与清洁、干燥的样品瓶中,密封。标签上应注明产品名称、产品批号及数量、样品编号、采样日期、采样人。样品一份用于检验,另一份保存三个月备查。待检样品应置于室温阴凉、干燥密封保存。

7.4 出厂检验

出厂检验项目包括外观、气味、折光率、电导率、相对密度、甘油含量、羟值、粘度、固含量。

7.5 型式检验

聚甘油-10的型式检验项目应包括表1的全部内容,下列情况应进行型式检验:

- 正式生产时,原料、工艺、设备、管理等方面(包括人员素质)有较大变化,可能影响产品质量时:
- 正常生产时,应定期进行型式检验;
- 长期停产后恢复生产时;
- 出厂检验结果与上一次型式检验结果有较大差异时;
- 国家行业管理部门和质量监督机构提出型式检验时。

7.6 判断方法

如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时,可重新以双倍的量取样复检,只复检不合格项目, 复检结果仍有一项指标不符合本标准时,则整批产品不合格。

7.7 仲裁检验

7.7.1 收货单位有权按照本标准对收到的产品检验,如收方对产品质量有异议时,可交收双方会同加倍抽样复检。

7.7.2 如交收双方对产品质量有争议,经协商仍不能解决,由仲裁机构按本标准检验裁定。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品包装桶上应有产品的名称、牌号、生产日期(批号)、生产厂名和地址、净重量及注意事项等内容。

8.2 包装

可采用聚乙烯桶包装,实际净重应不低于标称质量,包装应封口严密不渗漏。要求包装桶桶身完整 无损,标签文字清晰、完整,不明显歪斜,不得倒贴或缺损。

8.3 运输

运输中保持容器口向上、防暴晒、防雨淋、防受潮,搬运过程中应轻装轻卸,避免包装破损。

8.4 贮存

T/GDCDC 0XX-2020

产品应贮存在洁净、阴凉、通风、干燥的仓库中,避免露天堆放,堆码高度应不超过3桶、离地高度10cm以上、离墙10cm以上,避免受潮。如需在露天存放时,应采取必要的防潮措施,叠高以不超过支撑物的最大载荷为限,并加遮盖物以防晒,防雨,防冻。产品在包装完整和未启封的情况下,自生产之日起保质期为两年。

8