



中华人民共和国国家标准

GB/T 22114—2021

代替 GB 22114—2008

牙膏用保湿剂 甘油和聚乙二醇

Humectants for toothpastes—Glycerin and polyethylene glycol

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 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》的规定起草。

本文件代替 GB 22114—2008《牙膏用保湿剂 甘油和聚乙二醇》，与 GB 22114—2008 相比，主要技术内容变化如下：

- 修订了范围内容(见第1章,2008年版的第1章)；
- 修订了规范性引用文件(见第2章,2008年版的第2章)；
- 修订了甘油产品分类(见4.2,2008年版的3.1)；
- 将原表1拆分成表1感官指标和理化指标、表2有毒物质限量指标(见表1和表2,2008年版的表1)；
- 删除了表1中还原性物质指标(见2008年版的表1)；
- 修订了表1中皂化当量指标(见表1,2008年版的表1)；
- 修订了二甘醇和相关化合物指标(见表2,2008年版的表1)；
- 修订了灼烧残渣指标(见表3,2008年版的表2)；
- 将原表2拆分成表3感官指标和理化指标、表4有毒物质限量指标(见表3和表4,2008年版的表2)；
- 修订了乙二醇、二甘醇和三甘醇指标(见表4,2008年版的表2)；
- 修订了砷指标(见表4,2008年版的表2)；
- 增加了二氧六环、环氧乙烷、甲醛指标及测定方法(见表4,5.3.6、5.3.7)；
- 修订了丙三醇含量的测定方法(见5.2.4,2008年版的4.1.4)；
- 修订了平均分子量的检测方法(见5.3.2,2008年版的4.2.2)；
- 修订了乙二醇、二甘醇和三甘醇的检测方法(见5.3.4,2008年版的4.2.4)；
- 增加了保质期要求(见7.5,2008年版的6.4)。

请注意本文件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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国口腔护理用品标准化技术委员会(SAC/TC 492)归口。

本文件起草单位：辽宁奥克医药辅料股份有限公司、苏州市金茂日用化学品有限公司、福建爱洁丽日化有限公司、苏州清馨健康科技有限公司、广州市盛龙口腔清洁用品有限公司、广州市名俐日用化工有限公司、广州中汉口腔用品有限公司、狮王日用化工(青岛)有限公司、好来化工(中山)有限公司、广州立白企业集团有限公司、云南白药集团健康产品有限公司、广州宝洁有限公司、黑龙江省轻工科学研究院、广州悦创实业有限公司、高露洁棕榄(中国)有限公司、中国口腔清洁护理用品工业协会。

本文件主要起草人：陈杨英、刘文玉、肖梅、叶婷婷、陈健芬、陈万金、龙植沛、毛建林、何炳梁、钟锡基、刘婧、何琪莹、刘庆刚、高鹰、谢柳青、张海。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2008年首次发布为 GB 22114—2008；
- 本次为第一次修订。

牙膏用保湿剂 甘油和聚乙二醇

1 范围

本文件规定了牙膏用保湿剂中甘油(丙三醇)和聚乙二醇的要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输、贮存、保质期等。

本文件适用于作为牙膏用保湿剂甘油和相对分子质量在 200~8 000 的聚乙二醇。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 191 包装储运图示标志
- 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/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 6680 液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 13216 甘油试验方法
- GB/T 35919 口腔清洁护理用品分类和术语
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 定量包装商品计量监督管理办法(国家质量监督检验检疫总局令〔2005〕第 75 号)
- 中华人民共和国药典 2015 版(四部)

3 术语和定义

GB/T 35919 界定的术语和定义适用于本文件。

4 要求

4.1 甘油

甘油感官指标、理化指标和有毒物质限量指标应符合表 1、表 2 的要求。

4.2 聚乙二醇

聚乙二醇感官指标、理化指标和有毒物质限量指标应符合表 3、表 4 的要求。

表 1 甘油的感官指标和理化指标

项目		指标	
		皂化法或水解法	发酵法
感官指标	外观(透明度)	透明,无悬浮物和沉淀	
	气味	无异味	
	色泽(Hazen)	≤30	≤20
理化指标	丙三醇含量(质量分数)/%	≥98.0	≥95.0
	密度(20℃)/(g/mL)	≥1.255 9	≥1.248 1
	氯化物(质量分数,以 Cl 计)/%	≤0.01	≤0.001
	硫酸化灰分(质量分数)/%	≤0.01	
	酸度或碱度/(mmol/100 g)	≤0.10	
	皂化当量/(mmol/100 g)	≤1.0	—
	铁盐(以 Fe 计)/(mg/kg)	—	≤2

表 2 甘油的有毒物质限量指标

项目		指标
有毒物质限量	二甘醇和相关化合物(质量分数)/%	≤1.0(指二甘醇和相关杂质含量的总和,单一杂质的含量分别≤0.1)
	重金属含量(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤5
	砷含量(以 As 计)/(mg/kg)	≤2

表 3 聚乙二醇的感官指标和理化指标

项目		指标
感官指标	外观	无色或几乎无色、澄清的黏稠液体,或半透明蜡状软物,或白色蜡状固体薄片或颗粒状粉末
理化指标	平均分子量	200~8 000
	pH 值	4.0~7.5
	灼烧残渣(质量分数)/%	≤0.1

表 4 聚乙二醇的有毒物质限量指标

项目		指标
有毒物质限量	乙二醇、二甘醇和三甘醇(质量分数)/%	≤0.25(平均分子量 400 以下,乙二醇和二甘醇总和)
		≤0.1(平均分子量 400 及 400 以上,各项)
	环氧乙烷/(mg/kg)	≤1

表 4 聚乙二醇的有毒物质限量指标（续）

项目		指标
有毒物质限量	二氧六环/(mg/kg)	≤10
	甲醛/(mg/kg)	≤30
	重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤5
	砷含量(以 As 计)/(mg/kg)	≤2

4.3 净含量

牙膏用保湿剂包装产品的净含量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的要求。

5 试验方法

5.1 总则

本文件所用的试剂和水,除特殊规定外,均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的水。

本文件中滴定分析用的标准溶液、杂质测定用的标准溶液、试验方法所用的制剂和制品,除特殊规定外,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

5.2 牙膏用甘油试验方法

5.2.1 外观

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.2 气味

按 GB/T 13216 的规定进行。



5.2.3 色泽

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.4 丙三醇含量

简化法按 GB/T 13216 中密度法(甘油含量的测定)进行测定;仲裁法按 GB/T 13216 中滴定法(甘油含量的测定)进行测定。

5.2.5 密度

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.6 氯化物

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.7 硫酸化灰分

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.8 酸度或碱度

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.9 皂化当量

按 GB/T 13216 的规定进行。

5.2.10 铁盐

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)通则 0807 方法进行。

5.2.11 二甘醇和相关化合物

5.2.11.1 仪器

气相色谱:配有火焰离子化检测器,色谱柱为 G43[6% 氰丙基苯基-94% 对甲基聚硅氧烷(质量分数)](0.53 mm×30 m×3 μm)弹性石英毛细管柱,进样口衬管类型为内卷杯状。

色谱程序设置如下:色谱柱初始温度为 100 ℃,进样后,温度以 7.5 ℃/min 的速度升高至 220 ℃,并保持 4 min。进样口的温度保持在 220 ℃,检测器温度保持在 250 ℃。载气为氦气。分流比为 10:1,柱流量:5 mL/min。

分辨液进样后,按测定法项下规定的条件记录色谱峰响应,色谱图中二甘醇和甘油两峰的分离度不应低于 7.0。标准液重复进样,记录色谱峰面积,其相对标准差不应超过 15%。

5.2.11.2 试剂

5.2.11.2.1 甘油和二甘醇:色谱纯

5.2.11.2.2 分辨液

精确称取色谱纯二甘醇和甘油,用水溶解,定量稀释,必要时用水逐级稀释,制成二甘醇和甘油浓度均约为 0.5 mg/mL 的溶液。

5.2.11.2.3 标准液

精确称取二甘醇,用水溶解,定量稀释,必要时逐级稀释,制成二甘醇浓度约为 0.05 mg/mL 的溶液。

5.2.11.2.4 供试液

精确称取甘油 5.00 g 至 100 mL 容量瓶,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.2.11.3 测试步骤

将相同体积(约 0.5 μL)的标准液和供试液分别进样,记录色谱图,测量所有峰面积。按式(1)计算甘油样品中二甘醇含量(w_1):

$$w_1 = \frac{\rho_s \times r_u}{\rho_u \times r_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——二甘醇的质量分数, %;

ρ_s ——标准液中二甘醇的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ_u ——供试液中甘油样品的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 r_u ——供试液色谱中二甘醇的峰面积;
 r_s ——标准液色谱中二甘醇的峰面积。

按式(2)计算在甘油样品中其他杂质(不含溶剂峰)含量(w_2):

$$w_2 = \frac{r_i}{r_s} \times 100$$

.....(2)

式中:
 w_2 ——甘油样品中其他杂质(不含溶剂峰)含量的质量分数,%;
 r_i ——从待测溶液中得到的每一种杂质的峰面积;
 r_s ——从测试溶液中获得的所有峰面积的总和。

5.2.12 砷

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)通则 0822 方法进行。

5.2.13 重金属

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)通则 0821 方法进行。

5.3 牙膏用聚乙二醇试验方法



5.3.1 外观

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)药用辅料,根据聚乙二醇相应标识分子量,按文件项下对应的规定方法进行检测。

5.3.2 平均分子量

根据样品不同规格按表 5 进行取样,其他按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)药用辅料,根据聚乙二醇相应标识分子量,按文件项下对应规定的“平均分子量”方法进行检测。

表 5 不同分子量聚乙二醇取样量表

品名	称样量 g	品名	称样量 g
聚乙二醇 200	1.0	聚乙二醇 1000	3.0
聚乙二醇 300	1.2	聚乙二醇 1500	4.5
聚乙二醇 400	1.2	聚乙二醇 4000	12.0
聚乙二醇 600	1.6	聚乙二醇 6000	12.5

5.3.3 pH 值

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)药用辅料,根据聚乙二醇相应标识分子量,按文件项下对应的“酸度”方法进行检测。

5.3.4 乙二醇、二甘醇和三甘醇

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)药用辅料,根据聚乙二醇相应标识分子量,按文件项下对应的“乙二醇、二甘醇、三甘醇”方法进行检测。

5.3.5 灼烧残渣

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)通则 0841 的规定进行。

5.3.6 二氧六环及环氧乙烷——气相色谱法

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)药用辅料,根据聚乙二醇相应标识分子量,按文件项下对应的“环氧乙烷和二氧六环”方法进行检测。

5.3.7 甲醛

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)药用辅料,根据聚乙二醇相应标识分子量,按文件项下对应的“甲醛”方法进行检测。

5.3.8 重金属

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)通则 0821 第一法的规定进行。

5.3.9 砷

按《中华人民共和国药典》2015 版(四部)通则 0822 第一法的规定进行。

5.4 净含量

牙膏用保湿剂包装产品净含量按照 JJF 1070 的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

甘油出厂检验项目为感官指标和理化指标、二甘醇和相关化合物要求。

聚乙二醇出厂检验项目为感官指标和理化指标、有毒物质限量指标要求。

6.1.2 型式检验

本文件技术要求中所规定的全部项目为型式检验项目,正常情况下每三个月进行一次型式检验。
在以下情况下应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺时;
- b) 主要原料有变化时;
- c) 停产又恢复生产时;
- d) 国家质量监督机构或需方提出进行型式检验要求时。

6.1.3 接收检验

需方有权按照供需双方所签合同的有关条款及本文件的规定,对所收到产品进行验收,验收应在货到之日起的 15 天内完成。

6.2 组批与抽样规则

6.2.1 以一次交货的同规格产品为一批。

6.2.2 产品应先由生产企业质检部门按本文件规定检验合格,出具检验报告方可出厂,收货单位按本文件验收。

6.2.3 甘油、聚乙二醇的采样按照 GB/T 6678、GB/T 6679、GB/T 6680 执行,采样量不少于 500 g。

6.3 判定规则

试验结果如不符合标准要求时,应重新采样复验,复验结果仍不符合要求时,则整批产品作不合格品处理。

6.4 存样和样本保留

每批验收产品需保留样品作存样,样本保留 30 d。

7 包装、标志、运输、贮存和保质期

7.1 包装

本产品为高洁度口腔清洁护理用品用原料,应保证容器清洁,可选用内涂铁桶、聚乙烯塑料桶、聚乙烯塑料方罐、内衬聚乙烯塑料袋的集装箱、镀锌铁桶、不锈钢制的桶或槽车灌装等包装。

包装应执行 GB/T 191 的规定。



7.2 标志

包装产品应有明显的标志,内容包括:产品名称、生产厂名、厂址、商标、生产批号或生产日期、保质期、净重、采用标准编号等。

7.3 运输

产品不应与有毒有害物质混运,搬运时注意小心轻放,避免包装桶变形或破裂。

7.4 贮存

本产品应贮存于通风干燥的仓库内,不宜露天堆放,应避免包装物积尘、积水,不应与有毒、有害或其他污染物品混放,贮存期间应做到先进先出尽量缩短库存期。

7.5 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存条件下,自生产之日起保质期至少为 12 个月,按销售包装实际标注方式执行。