

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:41851—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4533—2013

---

### 化妆品用硫酸钡

Barium sulphate for cosmetic use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院、广东省汕头市质量计量监督检测所、重庆新世纪化工有限公司。

本标准主要起草人：弓创周、姚庆伟、申静、夏俊玲、许淑娥。

# 化妆品用硫酸钡

## 1 范围

本标准规定了化妆品用硫酸钡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于化妆品用硫酸钡。该产品用于化妆品中用作防晒剂,可起遮盖、物理性防晒、吸收紫外线的作用。

## 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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 19077.1—2008 粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则

GB/T 21058—2007 无机化工产品中汞含量测定的通用方法 无火焰原子吸收光谱法

GB/T 23768—2009 无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定的通用方法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷含量测定的通用方法 砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

## 3 分子式和相对分子质量

分子式:BaSO<sub>4</sub>

相对分子质量:233.36(按2011年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:白色粉末。

4.2 化妆品用硫酸钡按本标准的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
硫酸钡( $\text{BaSO}_4$ ) $w/\%$	$\geq 97.0$
105℃挥发物 $w/\%$	$\leq 0.2$
水溶物 $w/\%$	$\leq 0.3$
铅(Pb) $w/\%$	$\leq 0.001$
汞(Hg) $w/\%$	$\leq 0.0003$
镉(Cd) $w/\%$	$\leq 0.0003$
砷(As) $w/\%$	$\leq 0.0003$
粒径分布(小于 $2\mu\text{m}$ ) $w/\%$	$\geq 99.0$
白度	$\geq 95$

## 5 试验方法

### 5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

### 5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

### 5.3 外观判别

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上或烧杯中用目视法判定外观。

### 5.4 硫酸钡含量测定

#### 5.4.1 方法提要

将试样与碳酸钠和碳酸钾的混合物在高温下熔融,硫酸钡转化成碳酸钡,用盐酸将碳酸钡溶解生成氯化钡,然后用重量法测定硫酸钡含量。

#### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 熔融混合物:将无水碳酸钠和碳酸钾按 1+1 混合。

5.4.2.2 无水碳酸钠溶液:2 g/L。

5.4.2.3 硫酸溶液:1+9。

5.4.2.4 盐酸溶液:1+4。

5.4.2.5 氨水溶液:1+1。

5.4.2.6 氯化钡溶液:120 g/L。

5.4.2.7 硝酸银溶液:17 g/L。

5.4.2.8 甲基橙指示液:1 g/L。

#### 5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 铂坩埚:带盖。

5.4.3.2 高温炉:温度能控制  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 5.4.4 分析步骤

称取约 1 g 按 5.5 干燥的试料,精确至 0.000 2 g,置于已加入 4 g 熔融混合物的铂坩埚中,混匀,然后再覆盖 4 g 熔融混合物,盖上坩埚盖子,置于高温炉内,于  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  下熔融 40 min,取出冷却。

在 250 mL 烧杯中,用 100 mL~150 mL 热水浸取熔融物,用包橡皮头的玻璃棒将白色熔融物全部转移至烧杯中。加热煮沸至熔融物松散,静置片刻,用慢速定量滤纸先将上层清液过滤,然后以热的碳酸钠溶液用倾析法洗涤不溶物,并将其转移至滤纸上,继续洗至无硫酸根为止(检验方法:取 2 mL 滤液,加 2 滴盐酸溶液和 0.5 mL 氯化钡溶液,10 min 后溶液应保持透明),弃去滤液。

用 30 mL 热的盐酸溶液分六次加到漏斗内溶解沉淀,滤液收集在 500 mL 烧杯中,每加一次盐酸溶液后用热水洗涤一次,盐酸溶液全部加完后,用热水洗涤漏斗上的滤纸至无氯根为止(检验方法:取 2 mL 滤液,加 0.5 mL 硝酸银溶液,5 min 后应保持透明)。加 2 滴~3 滴甲基橙指示液于滤液中,用氨水中和至恰成淡黄色,加 2 mL 盐酸溶液,最后加水调整溶液体积为 400 mL。

将溶液加热至沸,在搅拌下以均匀速度加入 20 mL 热硫酸溶液,控制在 2 min~2.5 min 内加完,盖好烧杯,将烧杯置于沸水浴上保持 2 h 或放置过夜,用慢速定量滤纸过滤,沉淀以热水洗涤至滤液无氯根为止(检验方法同前)。将沉淀连同滤纸置于已于 800 °C ± 25 °C 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚内,干燥、灰化,并在高温电炉内于 800 °C ± 25 °C 下灼烧至质量恒定。

#### 5.4.5 结果计算

硫酸钡含量以硫酸钡( $\text{BaSO}_4$ )的质量分数  $w_1$  计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——瓷坩埚和沉淀物质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

### 5.5 干燥减量测定

#### 5.5.1 方法提要

试料在 105 °C ± 2 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,根据试料干燥前后的质量,计算干燥减量。

#### 5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 称量瓶:  $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

#### 5.5.3 分析步骤

用已于 105 °C ± 2 °C 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱中,在 105 °C ± 2 °C 条件下干燥至质量恒定。此干燥后的试料用于硫酸钡的测定。

#### 5.5.4 结果计算

干燥减量以质量分数  $w_2$  计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

### 5.6 水溶物含量

#### 5.6.1 方法提要

试样溶解于水中,经加热、搅拌、过滤后,取一定量的滤液蒸发,烘干至质量恒定,根据烘干后残留物

的量,确定水溶物的含量。

## 5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 瓷蒸发皿:150 mL。

5.6.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

## 5.6.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,用少量水润湿。加 200 mL 无二氧化碳的水,在不断搅拌下加热煮沸 5 min。迅速冷却至室温后,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用中速定量滤纸干过滤,弃去最初的 20 mL 滤液。用移液管移取 100 mL 滤液,置于已在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下干燥至质量恒定的瓷蒸发皿中,在沸水浴上蒸发至干。移入电热恒温干燥箱,在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下干燥至质量恒定。

## 5.6.4 结果计算

水溶物含量以质量分数  $w_3$  计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m \times 100/250} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——残留物和瓷蒸发皿质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——瓷蒸发皿质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

## 5.7 铅含量测定

### 5.7.1 方法提要

见 GB/T 23768—2009 第 4 章。

### 5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

### 5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

### 5.7.4 分析步骤

#### 5.7.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 25 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中。加少量水润湿,加 50 mL 盐酸溶液,在搅拌下煮沸 10 min,冷却。全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始的 20 mL 滤液,保留滤液。用于铅、镉含量的测定。

#### 5.7.4.2 标准曲线的绘制

用移液管分别移取铅标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL,置于 50 mL 容量瓶中,分别加 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将仪器调至最佳工作状态,以水调零,于 283.3 nm 处,测定标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度,以铅的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

#### 5.7.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验溶液即在 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 的盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

然后测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,再根据测得的吸光度,分别从标准曲线上查出相应的铅的质量。

### 5.7.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)质量分数  $w_A$  计,按公式(4)计算:

$$w_A = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_1$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.000 2 %。

## 5.8 汞含量测定

### 5.8.1 方法提要

在酸性溶液中,离子状态的汞经还原剂还原成原子态的元素汞蒸气,通过气流带出汞,在波长 253.7 nm 处,用原子吸收分光光度计测定其吸光度。

### 5.8.2 试剂

5.8.2.1 硫酸:优级纯。

5.8.2.2 汞标准溶液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的汞标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

5.8.2.4 其余同 GB/T 21058—2007 第 3.4 条。

### 5.8.3 仪器、设备

同 GB/T 21058—2007 第 3.5 条。

### 5.8.4 分析步骤

#### 5.8.4.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中。加少量水润湿,加 25 mL 硫酸。在搅拌下煮沸 10 min,冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始的 20 mL 滤液,保留滤液。

#### 5.8.4.2 空白试验溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 的硫酸,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.8.4.3 标准曲线的绘制

打开仪器,并将仪器性能调至最佳状态,然后分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 汞标准溶液,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,并立即盖紧还原瓶,通入载气,从仪器读数显示最高点测得其吸收值。

从每个标准参比溶液的吸收值中减去标准空白溶液的吸收值,以汞的质量(mg)为横坐标,对应的吸收值为纵坐标绘制标准曲线。

#### 5.8.4.4 测定

用移液管分别移取试验溶液和空白试验溶液各 10 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,以下按照 5.8.4.3,从“分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,……”开始进行操作,测得吸收值,从标准曲线上查出相应的汞的质量。

## 5.8.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)质量分数  $w_5$  计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.000 05 %。

## 5.9 镉含量测定

## 5.9.1 方法提要

见 GB/T 23768—2009 第 4 章。

## 5.9.2 试剂

## 5.9.2.1 盐酸溶液:1+1。

## 5.9.2.2 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的镉标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 5.9.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

## 5.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镉空心阴极灯。

## 5.9.4 分析步骤

## 5.9.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取镉标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL,置于 50 mL 容量瓶中,分别加 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将仪器调至最佳工作状态,以水调零,于 228.8 nm 处,测定标准溶液。

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度,以镉的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

## 5.9.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A(5.7.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验溶液即在 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

然后测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,再根据测得的吸光度,分别从标准曲线上查出相应的镉的质量。

## 5.9.5 结果计算

镉含量以镉(Cd)质量分数  $w_6$  计,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m_1$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料(5.7.4.1)质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.000 05 %。



## 5.10 砷含量测定

### 5.10.1 方法提要

同 GB/T 23947.2—2009 中的第 3 章。

### 5.10.2 试剂

同 GB/T 23947.2—2009 中的第 6 章。

### 5.10.3 仪器、设备

同 GB/T 23947.2—2009 中的第 7 章。

### 5.10.4 分析步骤

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ , 置于锥形瓶或广口瓶中, 加 50 mL 水, 充分搅拌。以下操作按 GB/T 23947.2—2009 第 8.2 条规定“加 6 mL 盐酸溶液……”进行测定。溴化汞试纸所呈砷斑颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取 3 mL 砷标准溶液, 与试样同时同样处理。

## 5.11 粒径分布测定

### 5.11.1 方法提要

同 GB/T 19077.1—2008 中第 4 章。

### 5.11.2 试剂

六偏磷酸钠溶液:  $2\text{ g/L}$ 。

### 5.11.3 仪器、设备

5.11.3.1 激光粒度测定仪: 量程  $0.02\text{ }\mu\text{m} \sim 2\,000\text{ }\mu\text{m}$ ; 精度  $\pm 1\%$ ; 检测角度  $0^\circ \sim 135^\circ$ 。

5.11.3.2 超声波分散仪。

### 5.11.4 分析步骤

#### 5.11.4.1 试样溶液的制备

称取约  $0.1\text{ g}$  试样, 置于 100 mL 烧杯内, 加入约 20 mL 六偏磷酸钠溶液, 在超声波分散仪中振荡约 3 min。

#### 5.11.4.2 测定

按仪器说明书规定的程序开启仪器, 将试样放入被测器皿中, 按照仪器的测定程序进行测定, 其结果由计算机进行数据处理。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次测定结果均应符合仪器精度要求。

## 5.12 白度测定

### 5.12.1 方法提要

将试样用压样器制成白板, 与用氧化镁白度标样制成的白板比较, 在白度仪上测白度值。

### 5.12.2 仪器、设备

5.12.2.1 白度仪: 同 GB/T 23774—2009 第 4.1 条的规定。

5.12.2.2 标准白板: 同 GB/T 23774—2009 第 4.2 条的规定。

### 5.12.3 分析步骤

取一定量的试样放入压样器中, 压制成表面平整、无纹理、无斑点、无污点的试样板。每批产品需压制 3 件试样板。

按仪器的使用说明预热稳定仪器, 调零, 用工作标准白板调校仪器。将试样板置于仪器上测定试样的白度。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.5。

## 6 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目, 应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料, 基本相同的生产条件, 连续生产或同一班组生产的同一级别的化妆品用硫

酸钡为一批。每批产品不超过 2 t。

**6.3** 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间根据生产企业需求确定。

**6.4** 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

**6.5** 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

## **7 标志、标签**

**7.1** 化妆品用硫酸钡包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用硫酸钡”字样、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

**7.2** 每批出厂的化妆品用硫酸钡产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用硫酸钡”字样、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

## **8 包装、运输、贮存**

**8.1** 化妆品用硫酸钡内包装采用聚乙烯薄膜袋或铝塑复合薄膜袋,外包装采用纸箱、纸桶或塑料桶包装。每袋净含量 5 kg、10 kg 或 25 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

**8.2** 化妆品用硫酸钡运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮和曝晒。严禁与有毒有害物品及其他污染物品混运。

**8.3** 化妆品用硫酸钡应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内。严禁与有毒有害物品及其他污染物品混贮。

**8.4** 化妆品用硫酸钡在符合本标准规定的包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。