

ICS 71. 060. 20
G 13
备案号：56406—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5041—2016

化妆品用氢氧化钠

Sodium hydroxide for cosmetic use

2016-10-22 发布

2017-04-01 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氯碱分技术委员会（SAC/TC63/SC6）归口。

本标准起草单位：锦西化工研究院有限公司、云南盐化股份有限公司、德州实华化工有限公司、万华化学（烟台）氯碱热电有限公司、青岛海晶化工集团有限公司。

本标准主要起草人：陈沛云、李富荣、吴融权、汤建宁、李英丽、郎需霞。

化妆品用氢氧化钠

1 范围

本标准规定了化妆品用氢氧化钠的要求，采样，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于化妆品用氢氧化钠。

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 190 危险货物包装标志

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 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 5009.74—2003 食品添加剂中重金属含量限量试验

GB/T 5009.76 食品添加剂中砷的测定

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 7698 工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB/T 15915 包装容器 固碱钢桶

GB/T 22651 工业用氢氧化钠 汞含量的测定 分光光度法

3 分子式和相对分子质量

分子式：NaOH。

相对分子质量：40.00（按2013年国际相对原子质量）。

4 要求

4.1 外观：固体产品为白色，有光泽。液体产品为无色、透明、稠状液体。

4.2 固体产品应符合表1的要求。

HG/T 5041—2016

表 1 对固体产品的要求

项 目	指 标
总碱量(以 NaOH 计) w/%	98.0~100.5
碳酸钠(Na ₂ CO ₃) w/%	≤ 2.0
砷(As) w/%	≤ 0.000 3
重金属(以 Pb 计) w/%	≤ 0.000 5
不溶物及有机杂质	通过试验
汞(Hg) w/%	≤ 0.000 01

4.3 液体产品应符合表 2 的要求。

表 2 对液体产品的要求

项 目	指 标
总碱量(以 NaOH 计)(按氢氧化钠的标示值折算) w/%	98.0~103.5
碳酸钠(Na ₂ CO ₃)(按氢氧化钠的标示值折算) w/%	≤ 2.0
砷(As) w/%	≤ 0.000 3
重金属(以 Pb 计) w/%	≤ 0.000 5
不溶物及有机杂质	通过试验
汞(Hg) w/%	≤ 0.000 01

5 采样

5.1 批次

相同材料、相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的产品为一批。用户以收到的产品为一批。

5.2 液体产品

液体产品按 GB/T 6680 的规定采取有代表性的样品。将样品混匀，装于聚乙烯样品瓶中。样品量不少于 500 mL。

生产企业可在充分混匀的成品贮槽取样口采取有代表性的样品进行检验。当对产品质量有异议时，应按 GB/T 6680 的规定采取有代表性的样品。

5.3 固体产品

5.3.1 袋装的固体产品按 GB/T 6678 规定的采样单元数采样。采样时，宜用 GB/T 6679 规定的适宜的采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 2/3 处迅速采取有代表性的样品。将样品混匀，装于聚乙烯样品瓶中。样品量不少于 500 g。

生产企业可在包装线上采取有代表性的样品进行检验。当对产品质量有异议时，应按 GB/T 6678 规定的采样单元数采样为准。

5.3.2 铁桶包装的固体产品按该批总桶数的 5 % 抽样，小批量时不得少于 3 桶。采样时，顺桶竖接口处剖开桶皮，将氢氧化钠劈开，自上、中、下三处迅速采取有代表性的样品。将所取样品装于聚乙

烯样品瓶中。样品量不少于 500 g。

生产企业可在包装前采取有代表性的熔融样品进行检验。当对产品质量有异议时，应以破桶采样为准。

5.4 样品标签

将采取的样品密封。样品瓶上应贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、采样日期及采样人姓名等。

6 试验方法

6.1 安全提示

本样品是强碱以及试验中使用的强酸具有腐蚀性，操作时应小心。如溅到皮肤上立即用大量水冲洗。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，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。

6.3 外观

自然光下目视观察。

6.4 鉴别试验

6.4.1 强碱性反应

本品的水溶液能离解出 OH⁻，呈强碱性反应。

6.4.2 钠离子的鉴别

6.4.2.1 仪器和设备

顶端烧制有铂丝的玻璃棒。

6.4.2.2 操作步骤

用洁净的铂丝，以盐酸润湿后，在火焰上燃烧至无色。蘸取试样，在无色火焰中燃烧，火焰即呈鲜黄色。

6.5 总碱量的测定

6.5.1 原理

试样溶液以溴甲酚绿-甲基红为指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至终点，根据盐酸标准滴定溶液的消耗量确定总碱量。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 盐酸标准滴定溶液：c(HCl)=1 mol/L。

HG/T 5041—2016

6.5.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

6.5.3 仪器

6. 5. 3. 1 一般实验室仪器。

6.5.3.2 单刻度吸量管: 50 mL, A类。

6.5.3.3 滴定管: 50 mL, 有 0.1 mL 的分度值, A 类。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 试样溶液制备

用已知质量的称量瓶迅速称取 30 g±1 g 固体氢氧化钠样品或 50 g±1 g 液体氢氧化钠样品（精确至 0.01 g），置于已盛有约 300 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中，加水，溶解。冷却至室温，稀释至刻度，摇匀，将试样溶液移入清洁、干燥的聚乙烯塑料瓶中。此为试样溶液 A。

6.5.4.2 测定

用单刻度移液管移取 50 mL 试样溶液 A, 注入 250 mL 锥形瓶中, 加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液, 用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸 2 min, 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。

6.5.5 结果计算

6.5.5.1 总碱量以氢氧化钠 (Na(OH)) 质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{(V_1 / 1\,000)cM_1}{m_1(50 / 1\,000)} \times 100 \text{ \%} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

V_1 ——滴定总碱量消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m_1 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

M_1 — 氢氧化钠 (NaOH) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=40.00$)。

6.5.5.2 以相对于标示值的质量分数表示的液体氢氧化钠的总碱量（以 NaOH 计）的质量分数以 w_2 计，按公式（2）计算：

式中：

b——液体氢氧化钠的浓度的标示值。

平行测定结果的绝对值之差不超过下列数值：0.2%。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.6 碳酸钠质量分数的测定

按 GB/T 7698 的规定进行。

以相对于标示值的质量分数表示的液体氢氧化钠的碳酸钠 (Na_2CO_3) 质量分数以 w_3 计, 按公式 (3) 计算:

式中：

w_3 ——按 GB/T 7698 测定的碳酸钠质量分数；

b ——液体氢氧化钠的浓度的标示值。

平行测定结果的绝对值之差不超过下列数值：0.1%。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.7 砷质量分数的测定

称取 $10.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 固体氢氧化钠试样或相当于 $10.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ (以实测的液体氢氧化钠质量分数折算) 100% 氢氧化钠的液体试样，加入约 20 mL 水溶解或稀释。缓慢滴加 1+1 盐酸溶液中和至中性 (用 pH 试纸指示)。冷至室温后，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此为试样溶液 B。

用移液管移取 10 mL 试样溶液 B，置于定砷瓶中，以下按 GB/T 5009.76 规定的砷斑法进行测定。

用移液管移取 3 mL 砷标准溶液 (1 mL 溶液含有 $1 \mu\text{g}$ 砷) 作为标准，以下按 GB/T 5009.76 规定的砷斑法进行测定。

6.8 重金属质量分数的测定

用移液管移取 20 mL 试样溶液 B 于 50 mL 比色管中，加入 1 滴酚酞指示液，以氨水溶液 (1+1) 调至粉红色，以下按 GB/T 5009.74—2003 第 6 章进行测定。

用移液管移取 10 mL 铅标准溶液 (1 mL 溶液含 $1 \mu\text{g}$ 铅) 作为标准，以下按 GB/T 5009.74—2003 第 6 章进行测定。

必要时，用分光光度计在 420 nm 处测定吸光度比色。

6.9 不溶物和有机杂质的测定

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 固体氢氧化钠试样，溶于 100 mL 水中。此溶液是完全清亮、无色的。

6.10 汞质量分数的测定

6.10.1 双硫腙分光光度法 (仲裁法)

按 GB/T 22651 的规定进行。

6.10.2 冷原子吸收分光光度法

6.10.2.1 原理

试料中的汞，用高锰酸钾氧化成 2 价汞离子。过量的氧化剂用盐酸羟胺还原，2 价汞离子由氯化亚锡还原成汞，用空气或氮气作载气携带汞蒸气通过测量池，用冷原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪在 253.7 nm 波长处测定其吸光度。

6.10.2.2 试剂

6.10.2.2.1 硫酸溶液：490 g/L。

6.10.2.2.2 高锰酸钾溶液：40 g/L。

6.10.2.2.3 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

6.10.2.2.4 氯化亚锡盐酸溶液：100 g/L。

称取 25 g 氯化亚锡，溶于 50 mL 热的盐酸中，冷却后移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

HG/T 5041—2016

6.10.2.2.5 碘溶液：2.5 g/L。

6.10.2.2.6 汞标准溶液：0.1 mg/mL。

称取0.135 g氯化汞，溶解于25 mL盐酸中，然后转移至1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.2.7 汞标准溶液：0.1 μg/mL。

移取一定量的汞标准溶液（见6.10.2.2.6），用1+105盐酸溶液准确稀释至相应的体积，摇匀。此溶液使用时现配。

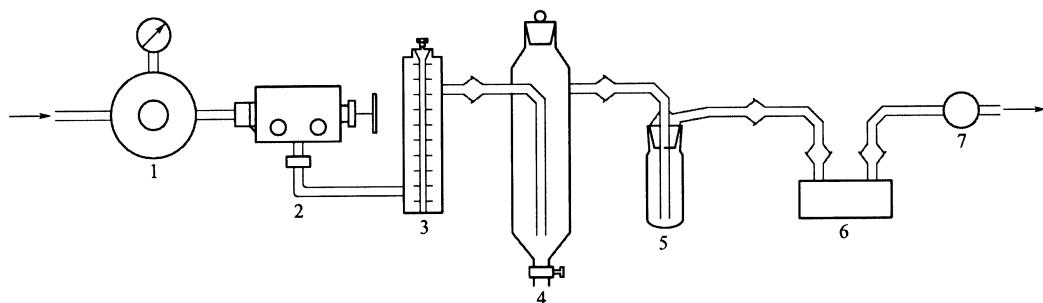
6.10.2.3 仪器

6.10.2.3.1 一般实验室仪器。

6.10.2.3.2 滴瓶：体积约30 mL。

6.10.2.3.3 原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪：具低压汞灯或空心阴极灯。

6.10.2.3.4 吹气（或吸气）测定系统装置：如图1所示。



说明：

1 稳压器；

2 针形阀；

3 流量计：0 L/min~2.5 L/min；

4 洗气瓶：体积约为100 mL，标示有50 mL体积的刻度，而且具有磨口塞和底端排液管，尺寸如图2所示；

5 安全瓶：体积为100 mL（也可用装有高氯酸镁的干燥管更换此安全瓶，此时测量池无需用灯泡或径向加热器加热）；

6 测量池：长度应适当（1 cm或10 cm），两端窗口应为石英玻璃，用以透过波长约253.7 nm的紫外光（为防止蒸气凝结，必要时可用灯泡或径向加热器稍微加热测量池）；

7 吸收器：内盛碘溶液，用以吸收排出气中的汞蒸气。

图1 吹气（或吸气）测定系统装置示意图

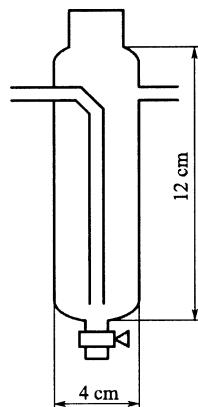


图2 洗气瓶示意图

6. 10. 2. 4 分析步骤

6. 10. 2. 4. 1 标准曲线绘制

取 6 个 50 mL 烧杯，按表 3 分别加入汞标准溶液（见 6.10.2.2.7），再分别依次加入 20 mL 水、1 mL 硫酸溶液和 0.5 mL 高锰酸钾溶液。盖上表面皿，加热煮沸数秒钟。冷却至室温，逐滴加入盐酸羟胺溶液，使紫红色褪尽。

表 3 加入汞标准溶液的体积及相应的汞的质量

汞标准溶液的体积/mL	相应的汞的质量/ μg
0	0
0.5	0.05
1.0	0.1
2.0	0.2
3.0	0.3
4.0	0.4

按图1所示连接整套测汞装置。如使用原子吸收分光光度计，则把测量池置于光路中。依原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪的使用说明将仪器调整至最佳工作状态，通入空气或氮气，调节其流量为1 L/min。

将每一标准溶液做如下处理：将溶液全部移入洗气瓶中，用水准确稀释至 50 mL 标线处，加入 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液，迅速盖上瓶塞，测定溶液的吸光度。

从每一标准溶液的吸光度值减去不加汞标准溶液的空白溶液的吸光度值，得到相应的吸光度值差。以汞的质量 (μg) 为横坐标、相应的吸光度值差为纵坐标绘制标准曲线或回归一元线性方程。

6. 10. 2. 4. 2 测定

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 固体氢氧化钠试样或相当于 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 100% 氢氧化钠的液体试样，置于 100 mL 烧杯中，溶于 20 mL 水中，滴加 10 mL 硫酸溶液，加入 0.5 mL 高锰酸钾溶液，盖上表面皿，加热煮沸数秒钟，再冷却至室温。如果试样中的汞含量较高，应做适当稀释，取部分稀释液添加 1 mL 硫酸溶液做汞含量的测定。

按照与测定标准溶液相同的仪器条件与操作步骤，测定试样溶液的吸光度。

根据试样溶液的吸光度值从标准曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中汞的质量。

6.10.2.5 结果计算

汞 (Hg) 质量分数 w_4 , 按公式 (4) 计算:

$$w_5 = \frac{m_3 \times 10^{-6}}{m_2} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

m_2 —试样的质量的数值，单位为克 (g)；

m_3 ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的汞的质量的数值，单位为微克 (μg)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 25 %。

6.10.3 含汞废液的处理

将含汞废液收集于约 50 L 的容器中，当废液大约 40 L 时依次加入 400 mL 400 g/L 氢氧化钠溶液。

HG/T 5041—2016

液、100 g 硫化钠 ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)，摇匀。10 min 后，缓慢加入 400 mL 30 % 过氧化氢溶液，充分混合。放置 24 h 后，将上部清液排入废水中，沉淀物转入另一容器中，由专人进行汞的回收。

7 检验规则

7.1 检验分类与检验项目

7.1.1 出厂检验

本标准规定的外观、总碱量、砷、重金属、不溶物及有机杂质为出厂检验项目，应逐批检验。

7.1.2 型式检验

本标准全部检验项目为型式检验项目。正常生产情况下，每季度至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 关键生产工艺发生变化；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

7.2 判定和复验规则

7.2.1 判定规则

7.2.1.1 产品质量指标采用 GB/T 8170 规定的“修约值比较法”进行判定。

7.2.1.2 产品应由生产企业的质量检验部门按标准规定进行检验，依据检验结果与标准要求对产品做出质量判定，并提供质量证明。

7.2.1.3 产品出厂时，每批产品应附有质量证明或产品合格证，内容包括生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、批量、产品质量符合本标准的证明、执行标准号，并加盖质检章。

7.2.2 复验规则

检验结果如有一项指标不符合本标准要求，应重新自同批产品中双倍采样进行复验。复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求，则该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品包装容器上应有牢固、清晰的标志，内容包括企业名称、生产地址、产品名称、“化妆品用”字样、净含量、批号或生产日期、危险化学品许可证号、卫生许可证号和本标准编号，以及 GB 190 规定的“腐蚀品”标志、GB/T 191 规定的“向上”和“怕湿”标志、GB 15258 规定的安全标签。

8.2 包装

8.2.1 液体产品用专用容器装运，并保持清洁。

8.2.2 片状、粒状、块状等固体产品用包装袋包装，内袋宜用聚乙烯、聚丙烯薄膜袋，外袋宜用聚乙烯、聚丙烯编织袋或牛皮纸袋，每袋净含量为 25 kg。也可采用供需双方协商的适宜包装。包装袋及封口应保证产品在正常贮运中不污染、不泄漏。

8.2.3 铁桶包装的固体产品按 GB/T 15915 的规定执行，每桶净含量为 200 kg。

8.3 运输和贮存

8.3.1 产品在运输过程中防止撞击，不得与酸性物质和有毒、有害物品混运。

8.3.2 产品应贮存在阴凉、干燥处，避免破损、污染、受潮及与酸性物质接触。

8.3.3 产品保质期为 1 年。逾期检验合格，仍可继续使用。

9 安全

氢氧化钠产品具有强腐蚀性，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，接触人员应配戴防护眼镜和胶皮手套等劳动保护用具。
