

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41853—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4535—2013

化妆品用硫酸钠

Sodium sulfate 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。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、四川省川眉芒硝有限责任公司、广东省汕头市质量计量监督检测所、湖南衡阳新澧化工有限公司。

本标准主要起草人：丁灵、雍建国、陈敏、刘建、弓创周、邹华容。

化妆品用硫酸钠

1 范围

本标准规定了化妆品用硫酸钠的要求、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钠。该产品因具有清火消肿等外用功能作为增稠剂用于护肤品中,还可利用其杀菌和去除角质的作用用于洗浴产品中。

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 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

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 7918.2—1987 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定

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 23947.2—2009 无机化工产品中砷含量测定的通用方法 第2部分:砷斑法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

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:无水硫酸钠 Na_2SO_4

十水合硫酸钠 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:无水硫酸钠:142.05(按 2011 年国际相对原子质量)

十水合硫酸钠:322.21(按 2011 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:无水硫酸钠为无色或白色结晶颗粒或粉末;十水合硫酸钠为无色透明或白色半透明均匀粒状晶体,无肉眼可见杂质。

4.2 化妆品用硫酸钠按本标准规定的试验方法检测,应符合表 1 中的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	无水硫酸钠(Na ₂ SO ₄)	十水合硫酸钠(Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O)	
硫酸钠(以干基计 Na ₂ SO ₄)w/%	≥	99.0	99.0
干燥减量 w/%	≤	0.5	51.0~57.0
汞(Hg)w/%	≤	0.000 1	0.000 1
铅(Pb)w/%	≤	0.001	0.000 5
砷(As)w/%	≤	0.001	0.000 5
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤	0.070	0.035
pH(50 g/L 水溶液, 25 ℃)		6~8	6~8
细菌总数/(CFU/g)	≤	1 000	1 000

5 试验方法

5.1 警示

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。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,在白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 硫酸钠含量的测定

5.4.1 方法提要

用水溶解试料后,在酸性条件下,加入氯化钡,与试液中的硫酸根离子生成硫酸钡沉淀,经过滤、烘干、灰化、灼烧、称量计算含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 氯化钡溶液($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):122 g/L。

5.4.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

5.4.2.4 慢速定量滤纸。

5.4.3 仪器和设备

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

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

5.4.4 分析步骤

称取约 10 g 于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解。过滤到 500 mL 容量瓶中,用水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。冷却,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,保留此溶液用于氯化物含量的测定。

用移液管移取 25 mL 试验溶液置于 500 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液,270 mL 水,加热至微沸。在搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液,时间约需 1.5 min。继续搅拌并微沸 2 min~3 min,然后盖上表面

皿,保持微沸 5 min。再把烧杯放到沸水浴上保持 2 h。将烧杯冷却至室温,用慢速定量滤纸过滤。用温水洗涤沉淀至无氯离子为止(取 5 mL 洗涤液,加 5 mL 硝酸银溶液混匀,放置 5 min 不出现浑浊)。将沉淀连同滤纸转移至已于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干后,在电炉上低温灰化,然后在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

5.4.5 结果计算

硫酸钠含量以硫酸钠(Na_2SO_4)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.6086}{m \times 25/500} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中:

m_1 ——灼烧后硫酸钡及瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.6086——硫酸钡换算为硫酸钠的系数。

取两次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 干燥减量的测定

5.5.1 仪器和设备

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

5.5.2 分析步骤

用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶称取 1 g~2 g 试样,精确至 0.000 2 g,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.5.3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶和试样的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量瓶和试样的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,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为:无水硫酸钠不大于 0.2 %,十水硫酸钠不大于 1 %。

5.6 汞含量的测定

5.6.1 方法提要

试样经硫酸溶解后,酸性溶液中的离子状态的汞,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。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硫酸:优级纯。

5.6.2.2 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。

5.6.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

5.6.2.4 其余同 GB/T 21058—2007 第 3.4 条。

5.6.3 仪器、设备

同 GB/T 21058—2007 第 3.5 条。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 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。搅拌使其全部溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.4.2 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。

5.6.4.3 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、0.50 mL、1.00 mL、2.00 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。

5.6.4.4 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 5.6.4.3,从“分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,……”开始进行操作,测得吸收值。从标准曲线上查出试验溶液和空白试验溶液的汞的质量。

5.6.4.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

m ——试样质量的数值,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 0.000 03 %。

5.7 铅含量的测定

5.7.1 试剂

5.7.1.1 三氯甲烷。

5.7.1.2 盐酸。

5.7.1.3 硝酸。

5.7.1.4 氢氧化钠溶液:250 g/L。

5.7.1.5 吡咯烷二硫代甲酸铵溶液(APDC):20 g/L;

溶解 2.0 g 吡咯烷二硫代甲酸铵(APDC)于 100 mL 水中,用前过滤沉淀物。

5.7.1.6 铅(Pb)标准溶液:0.01 mg/mL;

用移液管移取 1 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。

5.7.1.7 水:符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

5.7.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

5.7.3 分析步骤

5.7.3.1 玻璃仪器的清洗

均以硝酸溶液(1+2)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

5.7.3.2 铅标准溶液的制备

移取 5.00 mL 铅标准溶液置于 150 mL 烧杯中,加入 1 mL 盐酸。加热煮沸 5 min,冷却,用水稀释至 100 mL。用氢氧化钠溶液调整溶液 pH 为 1.0~1.5(用精密 pH 试纸检验)。将此溶液转移至 250 mL 分液漏斗中,用水稀释至约 200 mL。加 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液,混合。用三氯甲烷萃取两次,每次加入 20 mL,收集萃取液(即有机相)于 50 mL 烧杯中,在蒸汽浴上蒸发至干(此操作必须在通风橱中进行),于残渣中加入 3 mL 硝酸,继续蒸发至近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水,加热直至溶液体积约 3 mL~5 mL。转移至 10 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.3.3 试验溶液的制备

称取试样(无水硫酸钠 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$,十水合硫酸钠 $10.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$),置于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 水,加 1 mL 盐酸。盖上表面皿加热煮沸 5 min,冷却。用水稀释至 100 mL。用氢氧化钠溶液调节溶液 pH 值为 1.0~1.5(用精密 pH 试纸检验)。以下操作同 5.7.3.2 中“将此溶液转移至 250 mL 分液漏斗中……转移至 10 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀”。

5.7.3.4 测定

选用空气-乙炔火焰,于波长 283.3 nm 处,用水调零,测定铅标准溶液和试验溶液的吸光度。试验溶液的吸光度不应大于铅标准溶液的吸光度。

5.8 砷含量的测定

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于锥形瓶或广口瓶中,用水稀释至约 60 mL。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。

用移液管移取砷标准溶液:无水硫酸钠 10 mL、十水硫酸钠 5 mL,与试样同时同样处理。

5.9 氯化物含量的测定

5.9.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 中的第 3 章。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.2 硝酸溶液:1+15。

5.9.2.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

5.9.2.4 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]\approx 0.005\text{ mol/L}$ 。

5.9.2.5 溴酚蓝指示液:0.4 g/L。

5.9.2.6 二苯基偶氮碳酰肼指示液:5 g/L。

5.9.2.7 标准终点比对溶液;

于 250 mL 锥形瓶中加入 100 mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(5.9.2.1)至黄色,再滴加氢氧化钠溶液至恰呈蓝色,滴加硝酸溶液(5.9.2.2)至黄色,过量 2 滴。加入 1 mL 二苯基偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液于微量滴定管中滴定至紫红色。此溶液现用现配。

5.9.3 仪器

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

5.9.4 分析步骤

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加水至 100 mL,加 3 滴溴酚蓝指示液。如溶液呈蓝色,则滴加硝酸溶液(5.9.2.2)至溶液变黄并过量 1 mL,如溶液呈黄色,则滴加 40 g/L 氢氧化钠溶液至溶液变为蓝色,再滴加硝酸溶液(5.9.2.2)至溶液变黄并过量 1 mL。加 1 mL 二苯基偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用硝酸汞标准滴定溶液滴定。溶液变为与标准终点比对溶液相同的紫红色即为终点。

注:将滴定后的含汞废液保留起来,处理方法参见附录 A。

5.9.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{c(V-V_0)M \times 10^{-3}}{m \times 50/500} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——制备标准终点比对溶液时消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 0.005 %。

5.10 pH 的测定

5.10.1 方法原理

同 GB/T 23769—2009 第 3 章。

5.10.2 试剂

同 GB/T 23769—2009 中的 6.3、6.5。

5.10.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中。加 50 mL 无二氧化碳的水溶解,用无二氧化碳的水稀释至 100 mL,混匀。

以下步骤按 GB/T 23769—2009 中的 8.2 和 8.3 进行测定。

5.11 细菌总数

细菌总数的测定按 GB 7918.2—1987 中规定进行。

6 检验规则

6.1 本标准要求的规定的全部项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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类别的化妆品用硫酸钠为一批,每批产品不超过 20 t。

6.3 按 GB/T 6678 中规定的采样技术确定采样单元数。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、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定。

6.4 生产厂应保证每批出厂的化妆品用硫酸钠产品都符合本标准的要求。

6.5 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。

6.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 化妆品用硫酸钠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、类型、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”标志。

7.2 每批出厂的化妆品用硫酸钠都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、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 化妆品用硫酸钠内包装袋采用食品级聚乙烯塑料袋,外包装为塑料编织袋包装,或根据用户要求

进行包装。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相当的其他方式封口,外袋采用缝包机缝合,缝合牢固,无漏缝或跳线现象。每袋净含量 25 kg,也可根据用户要求的规格进行包装。

8.2 化妆品用硫酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止包装损坏,防止雨淋、受潮或防风化。

8.3 化妆品用硫酸钠应贮存在干燥、清洁、阴凉的库房。不露天堆放,避免日晒雨淋,防止受潮或风化。

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

附 录 A
(资料性附录)
含汞废液处理方法

为了防止含汞废液的污染,建议将汞量法测定氯化物后所得的废液进行处理。

A.1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 处理步骤

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液达约 40 L 时依次加入 400 g/L 氢氧化钠溶液 400 mL, 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 30 %过氧化氢溶液 400 mL,充分混合,防止 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。

上述操作中所用试剂均为工业级。
