

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41854—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4536—2013

化妆品用聚合氯化铝

Poly aluminium chloride 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。

本标准起草单位：深圳市中润水工业技术发展有限公司、焦作市爱尔福克化工有限公司、山东中天泽净水材料有限公司、嘉善绿野环保材料厂、中海油天津化工研究设计院、宁波顺帆净水剂有限公司、南通市华清净水材料有限公司、蓝保(厦门)水处理科技有限公司。

本标准主要起草人：李润生、许志远、刘庆硕、俞明华、赵美敬、张德明、王龙庆、吕奋勇。

化妆品用聚合氯化铝

1 范围

本标准规定了化妆品用聚合氯化铝的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于在化妆品工业中主要用作收敛剂、止汗剂的化妆品用聚合氯化铝。

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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

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判定

GB 15892—2009 生活饮用水用聚合氯化铝

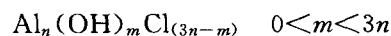
GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

3 示性式



4 分类

化妆品用聚合氯化铝按照产品形态分为液体、固体两类。

5 要求

5.1 外观:液体为无色或微黄色透明液体,固体为白色或微黄色粉末,无嗅。

5.2 化妆品用聚合氯化铝按本标准规定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	
	液体	固体
氧化铝(Al_2O_3) $w/\%$	≥ 23.0	46.0
密度(20℃)/(g/cm^3)	≥ 1.30	—
盐基度 $w/\%$	78~85	78~85
pH(10 g/L 溶液)	3.5~5.0	3.5~5.0
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.025	0.05
不溶物 $w/\%$	≤ 0.10	0.3
铁(Fe) $w/\%$	≤ 0.005	0.010
砷(As) $w/\%$	≤ 0.0001	0.0002
铅(Pb) $w/\%$	≤ 0.0005	0.0010
镉(Cd) $w/\%$	≤ 0.0001	0.0002
汞(Hg) $w/\%$	≤ 0.00001	0.00002
铬(Cr) $w/\%$	≤ 0.0005	0.0010

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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—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。

6.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 氧化铝含量的测定

6.4.1 氯化锌返滴定法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚,在 $\text{pH} \approx 3$ 时加入过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,与铝离子络合,然后用氯化锌标准滴定溶液返滴定。

6.4.1.2 试剂

6.4.1.2.1 硝酸溶液:1+12。

6.4.1.2.2 氨水溶液:1+1。

6.4.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.4.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 5.5$);

称取 272 g 乙酸钠(三水)溶于水中,加入 19 mL 冰醋酸,用水稀释至 1 000 mL。

6.4.1.2.5 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。

6.4.1.2.6 百里酚蓝溶液:1 g/L 乙醇溶液。

6.4.1.2.7 二甲酚橙指示液:5 g/L。

6.4.1.2.8 无二氧化碳的水。**6.4.1.3 分析步骤**

称取约 4 g 液体试样或 2 g 固体试样,精确至 0.000 2 g。用无二氧化碳的水溶解,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。若稀释液浑浊,用中速滤纸干过滤,此溶液为试验溶液 A,用于氧化铝含量及盐基度的测定。

移取 10.00 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硝酸溶液,煮沸 1 min,冷却至室温后,准确加入 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,加入 3 滴~4 滴百里酚蓝溶液,用氨水溶液中和至试验溶液从红色到黄色,煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈5.5),2 滴~4 滴二甲酚橙指示液,加约 50 mL 水,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色,即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

6.4.1.4 结果计算

氧化铝含量以氧化铝(Al_2O_3)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)/1000]cM}{m \times 10/250} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铝($1/2\text{Al}_2\text{O}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=50.97$)。

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:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

6.4.2 硫酸铜返滴定法**6.4.2.1 方法提要**

在 pH≈4.3 时使乙二胺四乙酸二钠(EDTA)与铝离子络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液返滴过量乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液。

6.4.2.2 试剂

6.4.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.2.2 氨水溶液:1+1。

6.4.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.3);

称取 42.3 g 无水乙酸钠溶于水,加入 80 mL 冰醋酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.4.2.2.4 氧化铝标准溶液:1 mL 溶液含氧化铝(Al_2O_3)1.00 mg;

称取 0.529 3 g 高纯金属铝,精确至 0.000 2 g,置于 200 mL 聚乙烯杯中,加 20 mL 水,3 g 氢氧化钠,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加入 10 mL,使其透明,冷却,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.2.2.5 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4) \approx 0.025 \text{ mol/L}$;

6.4.2.2.5.1 配制:称取 6.3 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加入 2 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.4.2.2.5.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定:

移取 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 100 mL,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.3),煮沸 2 min,加 5 滴~6 滴 PAN 指示液,趁热以硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液为蓝紫色。

6.4.2.2.5.3 每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积(mL)的数值,以 K 表示,按公式(2)计算:

$$K = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——移取乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时所消耗的硫酸铜标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.4.2.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.025 \text{ mol/L}$;

6.4.2.2.6.1 配制:称取 9.4 g 乙二胺四乙酸二钠置于 1 000 mL 烧杯中,加约 200 mL 水,加热溶解,冷却,用水稀释至 1 000 mL。

6.4.2.2.6.2 标定:移取 25.00 mL 氧化铝标准溶液和 25.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 100 mL,将溶液加热至约 $70^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$,用氨水溶液调节 pH 至 3.5~4.0(用精密 pH 试纸检验)。加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 4.3$),煮沸 2 min,加 5 滴~6 滴 PAN 指示液,趁热以硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液为蓝紫色。

6.4.2.2.6.3 计算:乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液对氧化铝标准溶液的滴定度以 $T_{\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EDTA}}$ (mg/mL)表示,按公式(3)计算:

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EDTA}} = \frac{\rho V_3}{V_4 - KV_5} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ ——氧化铝(Al_2O_3)标准溶液浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——移取氧化铝标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——加入乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

K ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积的数值;

V_5 ——滴定时所消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为(mL)。

6.4.2.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示液:2 g/L 乙醇溶液。

6.4.2.3 分析步骤

移取 10.00 mL 试验溶液 A(6.4.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液,煮沸 1 min,准确加入 35.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液,加水至约 100 mL,加热至约 $70^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$,用氨水溶液调节 pH 至 3.5~4.0(用精密 pH 试纸检验),加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 4.3$),煮沸 2 min,加 5 滴~6 滴 PAN 指示液,趁热以硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液为蓝紫色。

6.4.2.4 结果计算

氧化铝含量以氧化铝(Al_2O_3)的质量分数 w_1 计,按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EDTA}}(V_6 - KV_7)/1000}{m \times 10/250} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EDTA}}$ ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液对氧化铝标准溶液滴定度的准确数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_6 ——加入乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_7 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

K ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积的数值;

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:液体产品不大于

0.1 %；固体产品不大于 0.2 %。

6.5 密度的测定

6.5.1 方法提要

同 GB/4472—2011 第 4.3.3.1 条。

6.5.2 仪器、设备

同 GB/T 4472—2011 第 4.3.3.2 条。

6.5.3 分析步骤

将液体聚合氯化铝试样注入清洁、干燥的量筒内，不得有气泡。将量筒置于 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中。待温度恒定后，将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中，其下端应离筒底 2 cm 以上，不能与筒壁接触，密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 2 分度～3 分度，待密度计在试样中稳定后，读出密度计弯月面下缘的刻度（标有弯月面上缘刻度的密度计除外），即为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时试样的密度。

6.6 盐基度的测定

6.6.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液，以氟化钾掩蔽铝离子，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.5\text{ mol/L}$ 。

6.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.5\text{ mol/L}$ 。

6.6.2.3 氟化钾溶液：500 g/L；

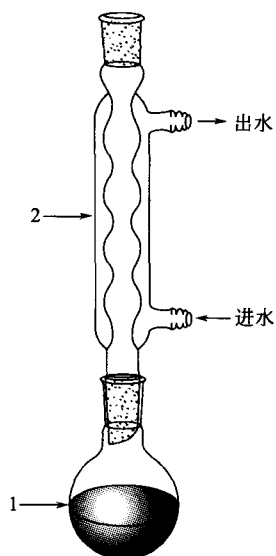
称取 500 g 氟化钾，加入 200 mL 无二氧化碳的水溶解后，用水稀释至 1 000 mL。加入 2 滴酚酞指示液，并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色，滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

6.6.2.4 酚酞指示液：10 g/L 乙醇溶液。

6.6.2.5 无二氧化碳的水。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 回流装置如图 1 所示：



1——磨口圆底烧瓶；

2——磨口玻璃球形冷凝管。

图 1 回流装置图

6.6.3.2 可控加热搅拌反应器。**6.6.4 分析步骤**

移取 20.00 mL 试验溶液 A(6.4.1.3),置于 250 mL 磨口圆底烧瓶中,准确加入 20.00 mL 盐酸标准溶液,接上磨口玻璃球形冷凝管,使用可控加热搅拌反应器加热煮沸回流 2 min,冷却至室温。全部转移至塑料烧杯中,加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀。加入 5 滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色,即为终点。同时用无二氧化碳的水进行空白试验。

空白试验除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

6.6.5 结果计算

盐基度以 w_2 计,按公式(5)计算:

$$w_2 = \frac{[(V_0 - V)/1000]c}{m(w_1/100) \times (20/250) \times (0.5293/M)} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——按 6.4 条测得的氧化铝含量的数值,以%表示;

M ——铝(1/3Al)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=8.993$);

0.5293—— Al_2O_3 折算成 Al 的系数。

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 2.0%。

6.7 pH 的测定**6.7.1 试剂**

无二氧化碳的水。

6.7.2 仪器、设备

酸度计:精度为 0.02 pH 单位。

6.7.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加入适量的约 25℃ 的无二氧化碳的水,待试样溶解后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB/T 23769—2009,8.3 中的规定进行测定。

6.8 硫酸盐含量的测定**6.8.1 方法提要**

试样中加入硝酸溶液加热分解,加入乙醇溶液,在 80℃ 恒温水浴中加热,加入硝酸铅溶液生成硫酸铅沉淀,加入乙酸-乙酸铵缓冲溶液、Cu-PAN 指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,计算硫酸根含量。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 硝酸溶液:1+12。

6.8.2.2 95%乙醇。

6.8.2.3 硝酸铅溶液:17 g/L。

6.8.2.4 乙醇溶液:20%。

6.8.2.5 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH4~5)。

6.8.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。

6.8.2.7 Cu-PAN 混合指示液;

称取 1 g 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)和 11 g 乙二胺四乙酸铜钠(EDTA-CuNa_2),将其混合后,取

1 g 混合物溶于 100 mL 70 % 的乙醇溶液中,使用上层清液。

6.8.3 仪器、设备

6.8.3.1 恒温水浴。

6.8.3.2 微量滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

6.8.4 分析步骤

称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入适量的水使其全部溶解。加入 2 mL 硝酸溶液,在电炉上加热煮沸 10 min。将烧杯置于恒温水浴中,缓慢加入 30 mL 95 % 乙醇和 10 mL 硝酸铅溶液,生成硫酸铅白色沉淀,在恒温水浴中保温约 10 min,使沉淀完全。用中速定量滤纸过滤,用乙醇溶液洗涤烧杯和沉淀 3 次~4 次。将滤纸连同沉淀一起放入 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH4~5),加热使沉淀完全溶解,趁热加入 Cu-PAN 混合指示液,将溶液保持在 80 °C~100 °C 条件下,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定溶液由红色变成黄色,即为终点。

保存滴定后的废液,按规定处理后进行排放。

6.8.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO₄)的质量分数 w_3 计,按公式(6)计算:

$$w_3 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)的标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M——硫酸根(SO₄)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=96.04);

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液体产品不大于 0.001 %,固体产品不大于 0.005 %。

6.9 不溶物含量的测定

6.9.1 方法提要

将试样溶解于 pH 2~3 的水中,将不溶物过滤,置于电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,计算其不溶物含量。

6.9.2 仪器、设备

6.9.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 100 °C~105 °C。

6.9.2.2 玻璃砂坩埚:孔径 5 μm~15 μm。

6.9.2.3 pH2~3 的水溶液;

取 1 000 mL 的水,边搅拌边加入约 22 mL 0.5 mol/L 的盐酸溶液,调节 pH 至 2~3(用酸度计测量)。

6.9.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

6.9.3 分析步骤

称取约 5 g 液体试样或 3 g 固体试样,精确至 0.001 g,置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL pH 2~3 的水溶液充分搅拌,使试样溶解。用已于 100 °C~105 °C 条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用 pH2~3 的水溶液洗涤 1 次后(约 10 mL),用水洗涤至无 Cl⁻(用硝酸银溶液检验)。将玻璃砂坩埚和不溶物置于 100 °C~105 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.9.4 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_4 计,按公式(7)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,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:液体样品不大于 0.03%,固体样品不大于 0.1%。

6.10 铁含量的测定

6.10.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.10.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.10.3 仪器、设备

分光光度计:配有 4 cm 的比色皿。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006,6.3 中的规定,使用 4 cm 比色皿,绘制铁含量为 10 μg~100 μg 工作曲线。

6.10.4.2 测定

称取约 5 g 液体试样或 3 g 固体试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、10 mL 盐酸溶液,加热溶解。冷却后,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

移取 25.00 mL 滤液,置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006,6.4 中的规定从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.10.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,按公式(8)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0)/1000}{m \times 25/250} \times 100 \% \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,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大于 0.001%。

6.11 砷含量的测定

6.11.1 DDTC 银法(仲裁法)

同 GB 15892—2009 第 5.6.1 条。

6.11.2 砷斑法

6.11.2.1 方法提要

同 GB 15892—2009 第 5.6.2.1 条。

6.11.2.2 试剂

6.11.2.2.1 硫酸溶液:1+1;

6.11.2.2.2 其他试剂同 GB 15892—2009 第 5.6.2.2 条。

6.11.2.3 仪器、设备

同 GB 15892—2009 第 5.6.2.3 条。

6.11.2.4 分析步骤

称取约 10.00 g±0.01 g 液体试样或 5.00 g±0.01 g 固体试样,置于 100 mL 蒸发皿中,加入 10 mL 硫酸溶液,在沸水浴上蒸至近干。冷却,以热水溶解(如有不溶物应过滤除去),全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 10.00 mL 上述试验溶液,置于定砷器的广口瓶中,在另一定砷器的广口瓶中,准确加入 1.00 mL 砷标准溶液。以下按 GB 15892—2009,5.6.2.4 中的规定从“分别稀释至 70 mL……”开始进行操作。

6.12 铅含量的测定**6.12.1 方法提要**

同 GB 15892—2009 第 5.7.1 条。

6.12.2 试剂

6.12.2.1 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.12.2.2 其他试剂同 GB 15892—2009 第 5.7.2 条。

6.12.3 仪器、设备

同 GB 15892—2009 第 5.7.3 条。

6.12.4 分析步骤

称取约 5 g 液体试样或 3 g 固体试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 水、10 mL 硝酸溶液,盖上表面皿,煮沸 1 min,冷却后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B,用于铅含量、镉含量和铬含量的测定。

取 5 个 50 mL 容量瓶,分别加入 5.00 mL 试验溶液 B,并依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB 15892—2009,5.7.4.2 中的规定从“用微量进液装置……”开始进行操作。

6.12.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_6 计,按公式(9)计算:

$$w_6 = \frac{(\rho \times 50 / 1\,000) / 1\,000}{m \times 5 / 100} \times 100 \% \dots\dots\dots (9)$$

式中:

ρ ——从曲线外延所得的试验溶液中铅浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

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 0.000 05 %。

6.13 镉含量的测定**6.13.1 方法提要**

同 GB 15892—2009 第 5.8.1 条。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.13.2.2 其他试剂同 GB 15892—2009 第 5.8.2 条。

6.13.3 仪器、设备

同 GB 15892—2009 第 5.8.3 条。

6.13.4 分析步骤

取 5 个 50 mL 容量瓶,分别加入 5.00 mL 试验溶液 B(6.12.4),并依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 镉标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB 15892—2009,5.8.4 中

的规定从“用微量进液装置……”开始进行操作。

6.13.5 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数 w_7 计,按公式(10)计算:

$$w_7 = \frac{(\rho \times 50 / 1\,000) / 1\,000}{m \times 5 / 100} \times 100 \% \dots\dots\dots (10)$$

式中:

ρ ——从曲线外延得的试验溶液中镉浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

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 0.000 05 %。

6.14 汞含量的测定

6.14.1 分光光度法(仲裁法)

6.14.1.1 方法提要

同 GB 15892—2009 第 5.9.1.1 条。

6.14.1.2 试剂

同 GB 15892—2009 第 5.9.1.2 条。

6.14.1.3 仪器、设备

同 GB 15892—2009 第 5.9.1.3 条。

6.14.1.4 分析步骤

称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样,精确至 0.000 2 g。以下按 GB 15892—2009,5.9.1.4.1 中的规定从“放入回流冷凝装置的烧瓶中……”开始进行操作。

6.14.1.5 结果计算

同 GB 15892—2009 第 5.9.1.5 条。

6.14.1.6 允许差

同 GB 15892—2009 第 5.9.1.6 条。

6.14.2 冷原子吸收法

同 GB 15892—2009 第 5.9.2 条。

6.15 铬含量的测定

6.15.1 方法提要

用原子吸收分光光度法,在波长 357.9 nm 处以空气-乙炔火焰测定铬原子的吸光度,求出铬含量。

6.15.2 试剂

6.15.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.15.2.2 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.15.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.15.3 仪器、设备

6.15.3.1 原子吸收分光光度计。

6.15.3.2 铬空心阴极灯。

6.15.4 分析步骤

6.15.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 容量瓶,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在仪器的最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,以水调零,测其吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以铬浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐

标,绘制工作曲线。

6.15.4.2 试样的测定

按工作曲线的相同仪器条件,以水调零,测定试验溶液 B(6.12.4)的吸光度,从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铬的浓度。

6.15.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_8 计,按公式(11)计算:

$$w_8 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100 / 1\,000}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铬浓度的数值,单位为毫克每升,(mg/L);

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铬浓度的数值,单位为毫克每升,(mg/L);

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 0.000 05 %。

7 检验规则

7.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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聚合氯化铝为一批。每批产品液体不超过 10 t,固体不超过 5 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

7.3.1 液体化妆品用聚合氯化铝的采样方法:对于桶装液体产品,采样时应将采样器深入桶内,从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封;对于用贮罐车装运的液体产品,应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

7.3.2 固体化妆品用聚合氯化铝的采样方法:将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样,每袋所采样品不少于 100 g,将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。也可采用自动分样器进行采样。

7.3.3 瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类型、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,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要求时,则整批产品为不合格。

7.5 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。

8 标志、标签

8.1 化妆品用聚合氯化铝包装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“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的化妆品用聚合氯化铝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、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 化妆品用聚合氯化铝采用以下包装形式:

9.1.1 固体采用塑料编织袋包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用塑料编织袋,外袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳牢固缝合。每袋净含量 20 kg、25 kg 或根据用户要求协商确定包装形式和净含量。

HG/T 4536—2013

9.1.2 液体采用聚乙烯塑料桶包装,采用双层桶盖,内盖扣严,外盖旋紧。每桶净含量 25 kg、50 kg 或根据用户要求协商确定。

9.2 化妆品用聚合氯化铝在运输过程中应有遮盖物,包装桶不得倒置、碰撞,保持包装的密封性,防止日晒、雨淋、受潮。

9.3 化妆品用聚合氯化铝应贮存在阴凉、通风的库房。防止日晒、雨淋、受潮。

9.4 化妆品用聚合氯化铝在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起液体产品保质期不少于 12 个月,固体产品保质期不少于 12 个月。
