ICS 71.100.40
CCS Y43

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX
代替 QB/T 2317—2012

口腔清洁护理用品 牙膏用天然碳酸钙

Oral care and cleansing products — Natural calcium carbonate for toothpastes

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

工业和信息化部标准报批公示

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QB/T 2317—2012《口腔清洁护理用品　牙膏用天然碳酸钙》，与QB/T 2317—2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)　增加了鉴别要求及其试验方法（见表 1、6.2）；

b)　更改了白度指标及其试验方法（见表 2、6.4，2012 版的表 1、4.6）；

c)　增加了细度规格并更改了细度的试验方法（见表 2、6.5，2012 版的 4.2）；

d)　增加了粒径指标及其试验方法（见表 2、6.6）；

e)　更改了碳酸钙含量指标及其试验方法（见表 2、6.9，2012 版的表 1、4.7）；

f)　更改了硫化物的指标及其试验方法（见表 2、6.12，2012 版的表 2、4.9）；

g)　更改了还原性硫的试验方法（见表 2、6.13，2012 版的表 2、4.10）；

h)　增加了铅指标及其试验方法（见表 2、6.18）；

i)　更改了铁的试验方法（见 6.14，2012 版的 4.11）；

j)　更改了重金属的试验方法（见 6.17，2012 版的 4.13）；

k)　更改了微生物的试验方法（见 6.18，2012 版的 4.15）；

l)　更改了净含量指标及其检验方法（见表 2、6.19，2012 版的 3.3、4.16）；

m)　更改了检验规则（见第 7 章，2012 版的第 5 章）；

n)　更改了产品的保质期（见 8.5，2012 版的 6.5）。

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牙膏分技术委员会（SAC/TC492/SC1）归口。

本文件起草单位：广西瑞云化工科技有限公司，广州满庭芳香料有限公司、黑龙江省轻工科学研究院、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、柳州两面针股份有限公司、上海美加净日化有限公司、好来化工(中山)有限公司、苏州市金茂日用化学品有限公司、淮安纵横生物科技有限公司淮阴分公司、江苏雪豹日化有限公司、浙江爱尚日用品有限公司、福建爱洁丽日化有限公司、苏州绿叶日用品有限公司、上海全力日用品有限公司、广州中汉口腔用品有限公司。

本文件主要起草人：黄千钧、况小东、孙东方、郑卫、莫楠、韩和平、胡永志、施裔磊、何琪莹、陈健芬、张秀英、谈红、赵国盛、陈万金、张灵艳、陆星一、钟锡基、江泓波、陈晓斌、周艺。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1997年首次发布为QB/T 2317—1997，2007年第一次修订，2012年第二次修订；

——本次为第三次修订。

工业和信息化部标准报批公示

口腔清洁护理用品 牙膏用天然碳酸钙

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了牙膏用天然碳酸钙的鉴别、感官、理化、微生物、净含量等要求，描述了相应的试验方法，规定了检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期的内容。

本文件适用于以天然方解石矿物（含充填成因的方解岩、变质成因的大理岩和沉积成因的石灰岩）为原料，经过初碎、洗选、烘干或晾晒、粉碎和包装等工序加工而成的牙膏用天然碳酸钙的生产、检验和销售。

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 610 化学试剂 砷测定通用方法
GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛
GB/T 6003.3 电成型薄板试验筛
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6682 分析实验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和判定
GB/T 8372 牙膏
GB/T 9086 用于色度和光度测量的标准白板
GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法
GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法
GB/T 19281—2014 碳酸钙分析方法
GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定的通用方法
HG/T 20547—2000 化工粉粒产品包装计量准确度规定
《化妆品安全技术规范》（国家食品药品监督管理总局）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

牙膏用碳酸钙按细度分为六类型号，分别为A型、B型、C型、D型、E型和F型：

——A 型：粒径不大于 45 μm；

——B 型：粒径不大于 38 μm；

——C 型：粒径不大于 32 μm；

——D 型：粒径不大于 25 μm；

——E 型：粒径不大于 20 μm；

——F 型：粒径不大于 16 μm；

5 技术要求

5.1 鉴别

鉴别要求符合表1规定。

表 1 鉴别

项　目	要　求
钙离子的鉴别	通过试验
碳酸根的鉴别	通过试验

5.2 感官、理化指标

感官、理化指标符合表2规定。

表 2 感官、理化指标

项目		指标
感官性状		无结粒、杂质和异味的白色粉末
白度[a] ≥	蓝光白度 W_r	92
	甘茨白度 W_g	86
细度（过筛率）/% ≥	A 型过 45 μm 筛	99.5
	B 型过 38 μm 筛	99.5
	C 型过 32 μm 筛	99.0
	D 型过 25 μm 筛	99.0
	E 型过 20 μm 筛	99.0
	F 型过 16 μm 筛	99.0
粒径（D_{50}）/ μm		供需协商
吸水量/（mL/20g）		3.8～5.0
pH（25℃，5%悬浮液）		9.0～10.0

碳酸钙含量（以干基计）/%		98.0～100.5
挥发物（105℃）/%	≤	0.20
盐酸不溶物/%	≤	0.05
硫化物（以S计）/（mg/kg）	≤	0.5
还原性硫（以S计）/（mg/kg）	≤	5
铁（以Fe计）/（mg/kg）	≤	200
砷（以As计）/（mg/kg）	≤	3
氟（以F计）/（mg/kg）	≤	100
重金属（以Pb计）/（mg/kg）	≤	15
铅（以Pb计）/（mg/kg）	≤	10
[a]供需协商选择蓝光白度或甘茨白度		

5.3 微生物指标

微生物指标符合表3的规定。

表 3 微生物指标

项 目	要 求
菌落总数（CFU/g） ≤	200
霉菌与酵母菌总数（CFU/g） ≤	100
耐热大肠菌群（CFU/g）	不得检出
铜绿假单胞菌（CFU/g）	不得检出
金黄色葡萄球菌（CFU/g）	不得检出

5.4 净含量

产品的净含量应符合HG/T 20547—2000《化工粉粒产品包装计量准确度规定》中的“表3.0.3 包装计量允许误差表”对C类物料的规定。

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，除特殊规定外，均为分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

本文件中标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、试验方法所用制剂和制品，除特殊规定外，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603之规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

试验方法如选用本文件未列入的其他方法，则应保证选用方法与本文件方法的比对试验报告以证明两种方法检验结果的一致性。

工业和信息化部标准报批公示

6.2 鉴别

6.2.1 试剂或材料

6.2.1.1 冰乙酸。
6.2.1.2 盐酸溶液：15%。
6.2.1.3 氢氧化钙溶液：3g/L。
6.2.1.4 草酸铵溶液：35g/L。
6.2.1.5 酚酞指示液：10g/L。
6.2.1.6 广泛 pH 试纸。

6.2.2 试验步骤

6.2.2.1 钙离子的鉴别

取0.5g试样加10 mL水润湿，加1～3滴酚酞指示液，滴加盐酸溶液使试验溶液转为无色且试样恰好溶解完全（用广泛pH试纸检验其pH5～6），加入草酸铵溶液即产生白色沉淀，此沉淀滴加冰乙酸不溶、继续滴加盐酸溶液可溶。

6.2.2.2 碳酸根的鉴别

取0.5g试样加5mL水润湿，加盐酸溶液即泡沸，产生的气体导入氢氧化钙溶液中即生成白色沉淀。

6.3 感官性状

取适量试样置于50mL烧杯中，在自然光下用视觉、嗅觉观察其色泽、状态和嗅味。

6.4 白度

6.4.1 原理

白度是在可见光区域内试样粉体表面比对理想漫射体的反射因数或反射比值。试样用粉体压样器压出可测量的表面，置白度计按10° 视场、D65标准照明体、0/d条件（垂直照射、积分球漫反射接收方式）测定白度。

6.4.2 标准白板

6.4.2.1 传递标准白板：无光泽陶瓷标准白板（GSB Q30001，蓝光白度 W_r≥94），符合 GB/T 9086 要求。
6.4.2.2 工作标准白板：有光泽陶瓷标准白板（GSB A67002，蓝光白度 W_r≥85），符合 GB/T 9086 要求；工作标准白板定期在其所用的白度计上用传递标准白板进行标定及校验。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 恒压粉体压样器：符合 GB/T 23774—2009 中 4.4 要求。
6.4.3.2 白度计：WSD-3C 或相当的其他型号；测试时应柔和平缓升降测试台，以免影响测量结果；黑筒用前用吸球吹净；仪器根据使用频次每 2～3 年进行 1 次返厂维修，以确保仪器状况良好。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 工作标准白板的标定及校验

6.4.4.1.1 工作标准白板的标定

工作标准白板的标定过程：

o） 白度计开机预热 10min；

p） 将传递标准白板的 X、Y、Z 标准值输入仪器，按仪器提示先用黑筒调零，再用传递标准白板调白；

q） 测定工作标准白板（固定使用方向）的 X、Y、Z 值（取两次测定的算术平均值，两次测定的时间间隔为 15s～30s。下同，其测定值仅适用于该仪器）；

r） 将测得的工作标准白板 X、Y、Z 值输入仪器，再用黑筒调零并用工作标准白板调白；

s） 复测传递标准白板的 X、Y、Z 值，复测值（取两次测定的算术平均值）应与标准值吻合良好（偏差值≤±0.20）；

t） 如传递标准白板的复测值与标准值吻合不良，则重复上述步骤至吻合良好。

6.4.4.1.2 工作标准白板的校验

已标定过的工作标准白板其后校验时，依次进行仪器预热、调零、用工作标准白板调白，再复测传递标准白板的 X、Y、Z 值，复测值如与标准值吻合良好则校验结束，否则应重新按上述步骤对工作标准白板进行标定。

6.4.4.2 试样白度测定

试样白度测定过程如下：

a） 将试样粉末用恒压粉体压样器按 GB/T 23774—2009 中 5.2 所述（改用玻璃板的光面与试样粉末接触）压制成直径、厚度和外观符合 GB/T 9086 要求的试样板；

b） 开启白度计进行预热，根据仪器提示先用黑筒调零、再用标定过的工作标准白板调白；

c） 然后将试样板逐个置白度计上测定其白度（记录 W_r、W_g 和 T_w）；

d） 连续测定时宜每隔 60min 重新对仪器调零、调白。

e） 结果表示到小数点后两位、以平行测定结果的算术平均值为准，将其修约至个位数进行检验结果的判定。W_r 或 W_g 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.60。

6.5 细度

6.5.1 原理

定量试样置规定的试验筛中，用洁净的自来水冲洗筛中试样分离出筛上物，烘干后称量筛上物从而得到试样的细度（筛下物质量分数）。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 试验筛：根据产品细度规格选用相应的金属丝编织网试验筛（GB/T 6003.1）或电成型薄板试验筛（GB/T 6003.3），仲裁检验使用电成型薄板试验筛。

6.5.2.2 漏斗。

6.5.2.3 定量滤纸：预先置（105±2）℃烘箱烘 2h 后称量（精确至 0.0001g），贮于干燥器中备用。

6.5.2.4 烘箱：控温精度±2℃。

6.5.3 试验步骤

称取5.00 g～20.00g(精确到0.01g)试样（以过筛方便并获得宜于称量的筛上物质量为度），一次或分次置试验筛中，用少许水润湿，启开自来水的水龙头放水数秒确认水质洁净，手持试验筛使筛面稍斜并旋摇试验筛、使自来水转圈冲洗筛内试样（水压、水流切勿过大以防试样溅失），至试验筛流出的水清澈为止，也可选用适用的湿法振荡筛分仪进行过筛操作；试样完成过筛操作后，用水冲净筛框内侧

并将筛上物转移至有定量滤纸（烘干并称量过）的漏斗内过滤，筛上物连同滤纸置（105±2）℃烘箱内烘2h后，取出置干燥器中冷却至室温称量（精确至0.0001g）。

6.5.4 结果计算

细度（过筛率）以筛下物的质量分数w_1计，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m + m_0 - m_1}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

m ——试样质量，单位为克（g）；

m_0——滤纸过滤前经（105±2）℃烘 2h 后的质量，单位为克（g）；

m_1——筛上物及滤纸经（105±2）℃烘 2h 后的质量，单位为克（g）。

试验结果表示到小数点后一位、以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

6.6 粒径的测定

按GB/T 19077.1的规定进行。

6.7 吸水量

6.7.1 原理

对定量试样滴加水、摇动使其形成一个润湿无浆、不易破碎的球团，所需的水量即为吸水量。

6.7.2 仪器设备

6.7.2.1 医用搪瓷杯：1000mL。

6.7.2.2 医用压舌板或一字螺丝刀。

6.7.2.3 滴定管：25mL。

6.7.3 试验步骤

称取20.00g±0.01g试样，斜置于干燥的1000mL搪瓷杯中，用滴定管向试样最厚处集中滴加0.4mL～0.5mL水，待试样吸收后摇动搪瓷杯使之形成一个球团，随后交替进行向球团加水、摇动搪瓷杯使球团滚大的操作，杯壁黏附的试样用压舌板或螺丝刀刮下，以全部试样形成一个润湿无浆、不易破碎的球团为终点，至此所加水的毫升数即为试样的吸水量。整个操作过程不应超过20min，以减少水分蒸发。

试验结果表示到小数点后一位、以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.5mL。

6.8 pH

6.8.1 仪器设备

6.8.1.1 酸度计：最大允许误差±0.01pH，配有复合 pH 电极。

6.8.1.2 温度计：分度值 0.2℃。

6.8.1.3 电磁搅拌器：配有磁力搅拌棒。

6.8.2 试验步骤

称取试样2.00g（精确至0.01g）于50mL烧杯中，加入刚煮沸并冷却至室温的水38mL，置电磁搅拌器上搅拌均匀后在搅拌状态下，用已校正好的酸度计按GB/T 9724的规定进行温度补偿及pH测定。

试验结果表示到小数点后一位，以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.2pH单位。

6.9 碳酸钙含量

6.9.1 原理

试样溶液用三乙醇胺掩蔽少量的Fe^{3+}、Al^{3+}、Mn^{2+}等离子，在pH大于12的介质中，以钙羧酸为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定Ca^{2+}，从而得到碳酸钙的含量。

6.9.2 试剂和材料

6.9.2.1 碳酸钙工作基准试剂。

6.9.2.2 盐酸溶液：20%。

6.9.2.3 三乙醇胺溶液：36%（配制后有效期不超过一周）。

6.9.2.4 氢氧化钠溶液：20%。

6.9.2.5 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液：c（EDTA）= 0.02mol/L。其标定按照下述 6.9.3 的试验步骤，用碳酸钙工作基准试剂替代试样进行，其余按照 GB/T 601 第 3 章一般规定执行。EDTA 标准滴定溶液的浓度 c（EDTA），数值以摩尔每升（mol/L）表示，按式（2）计算：

$$c_{(\mathrm{EDTA})} = \frac{m \times (25/250) \times 1000}{(V - V_0)\,M} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

m ——碳酸钙工作基准试剂称取的质量，单位为克（g）；

V ——滴定碳酸钙基准溶液所消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白溶液所消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——碳酸钙的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[M($CaCO_3$)=100.09]；

25 ——移取碳酸钙基准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

250 ——容量瓶的容积，单位为毫升（mL）；

1000——换算系数。

6.9.2.6 钙羧酸指示剂：称取 10g 于（105±2）℃下烘干 2h 的氯化钠，置研钵内，加入 0.1g 钙羧酸[即2-羟基-1-(2-羟基-4-磺酸-1-萘基偶氮)-3-萘甲酸]研细、混匀，置于密塞的棕色瓶中保存，使用期为两个月。

6.9.3 试验步骤

称取已在（105±2）℃烘至恒重的试样约0.6g（精确至0.0001g），置于烧杯中，先用少许水润湿，再缓慢加入盐酸溶液10mL，溶解后煮沸驱除二氧化碳，冷却后转入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀；用移液管移取25.00mL试样溶液于250mL锥形瓶中，依次加入20mL～30mL水、5 mL三乙醇胺溶液并摇匀，加入少量钙羧酸指示剂、摇动下滴加氢氧化钠溶液至试验溶液由蓝色变为酒红色并过量0.5mL，再用EDTA标准滴定溶液滴定至由酒红色变为纯蓝色，同时做空白实验。

6.9.4 结果计算

碳酸钙质量分数 w_2，按式（3）计算：

$$w_2 = \frac{c(V - V_0) \times M}{m \times (25/250) \times 1000} \times 100\% \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

c ——EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定试验溶液所消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白溶液所消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——碳酸钙的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(CaCO_3)$=100.09]；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

25 ——移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

250 ——容量瓶的容积，单位为毫升（mL）；

1000——换算系数。

试验结果表示到小数点后一位、以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.2%。

6.10 挥发物

按GB/T 19281—2014的规定进行。试验结果表示到小数点后两位、以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.04%。

6.11 盐酸不溶物

6.11.1 试剂和材料

6.11.1.1 盐酸溶液：20%。

6.11.1.2 硝酸银溶液：17g/L。

6.11.2 仪器设备

6.11.2.1 玻璃烧结过滤器：P16、孔径 10μm～16μm（旧牌号 G4、孔径 5μm～15μm）；洁净的玻璃烧结过滤器在（105±2）℃下烘 2h 后称量（精确至 0.0001g），贮于干燥器中备用。

6.11.2.2 烘箱：控温精度±2℃。

6.11.3 试验步骤

称取约5 g试样（精确至0.0001g）于100mL烧杯中，加入10mL水及25mL盐酸溶液，充分搅拌、溶解。用烘干并称量过的玻璃烧结过滤器抽滤，用水洗涤滤出的不溶物至无氯（向滤液滴加硝酸银溶液无乳白色沉淀出现），置（105±2）℃烘箱中烘2h后，移入干燥器中冷却至室温称量（精确至0.0001g）。

6.11.4 结果计算

盐酸不溶物的质量分数w_3，按式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

m_1——不溶物及玻璃烧结过滤器经（105±2）℃烘 2h 后的质量，单位为克（g）；

m_0——玻璃烧结过滤器预先经（105±2）℃烘 2h 后的质量，单位为克（g）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

6.12 硫化物

6.12.1 试剂和材料

6.12.1.1 盐酸溶液：20%。

6.12.1.2 硫化物标准溶液：1μg/mL。称取硫代乙酰胺（0.2343～0.2469）g，用水溶解并稀释至1000mL，摇匀后放置过夜，此为100μg/mL硫化物标准溶液储备液；吸取该溶液1.00mL，用水稀释至100mL、摇匀，此即1μg/mL硫化物标准溶液（当日用当日稀释）。

6.12.1.3 乙酸铅试纸：将白色慢性滤纸在10%乙酸铅溶液中浸湿10min取出，在无硫化氢气体中晾干，剪成合适大小，贮于棕色瓶中密闭备用（保存期不应超过一个月）。

6.12.2 仪器设备

带加液侧管的无内管定砷器（如附录A中图A.1所示）：由100mL标准磨口锥形瓶（带加液侧管）、导气管和玻璃帽组成；导气管全长约180mm，下端为中空标准磨口塞，中部玻璃管内径6.5mm、外径8.0mm，上端管口为端面磨平的联接盘，盘下带两个耳钩供固定玻璃帽用；玻璃帽下端磨平、上有弯月形凹槽，中央有孔径6.5mm的通孔与导气管相通。测试前在玻璃帽与导气管联接盘之间夹一片乙酸铅试纸盖住通气孔，再用橡皮圈将玻璃帽与联接盘固定。

6.12.3 试验步骤

称取1.00g±0.01g试样，置于定砷器中，加入25mL水润湿试样，将预先装妥乙酸铅试纸的导气管密塞于锥形瓶上、水封，打开旋塞阀将加液侧管中的盐酸溶液缓缓放出15mL至定砷器内（应适时、小心开关旋塞阀勿使瓶内气体从旋塞阀进入加液侧管而逸出），边放边摇以使试样溶解，室温静置（1.0～1.5）h，再温和加热使溶液微沸且溶液蒸汽冷凝的液珠升至导气管中部为宜，随即取下摇动、静置冷却，取出乙酸铅试纸，其显色不应深于0.5μg S标准色斑。

0.5μg S标准色斑，吸取1μg/mL硫化物标准溶液0.50mL于定砷器内，加30mL水和少许碎瓷片（以防暴沸），将预先装妥乙酸铅试纸的导气管密塞于锥形瓶上、水封，打开旋塞阀将加液侧管中的盐酸溶液缓缓放出10mL至定砷器内，以下从“室温静置（1.0～1.5）h……”起，与试样同时同样处理。

6.13 还原性硫

6.13.1 试剂和材料

6.13.1.1 无砷锌粒（每克的粒数≥6粒）。

6.13.1.2 盐酸溶液：20%。

6.13.1.3 硫化物标准溶液：1μg/mL。同6.12.1.2。

6.13.1.4 乙酸铅试纸：同6.12.1.3。

6.13.2 仪器设备

无内管定砷器：除无加液侧管外其它同6.12.2，夹乙酸铅试纸前需在导气管内疏松、均匀地装入高60mm～80mm、质量约60mg的脱脂棉。

6.13.3 试验步骤

称取1.00g±0.01g试样，置于定砷器中，加入10mL水（润湿试样）和30mL盐酸溶液，摇动使试样溶解，迅速加入0.5g无砷锌粒并随即将预先装好脱脂棉和乙酸铅试纸的导气管密塞于锥形瓶上、水封，轻轻摇匀、室温静置（1.0～1.5）h（物料反应完全、试验溶液透明约需20min），再温和加热使溶液微沸

且导气管中的脱脂棉被溶液蒸汽冷凝的液珠润湿约一半为宜，随即取下摇动、静置冷却，取出乙酸铅试纸，其显色应不深于5μg S标准色斑。

5μg S标准色斑，吸取1μg/mL硫化物标准溶液5.00mL于定砷器内，加入10mL水和0.5g无砷锌粒，迅速加入30mL盐酸溶液、以下从“并随即将预先装好脱脂棉和乙酸铅试纸的导气管密塞于锥形瓶上……”起，与试样同时同样处理，其乙酸铅试纸显色所得即为5μg S标准色斑。

6.14 铁

称取1.00g±0.01g试样，加少许水及4 mL盐酸溶液（20%）溶解试样，转入50mL容量瓶中，用水稀释至刻度并摇匀，移取该溶液10.00mL置于50mL的比色管或容量瓶中，此后按GB/T 9739所述进行稀释至约15mL及后续操作。

6.15 砷

称取1.00g±0.01g试样，置于定砷器中，加60mL水、15 mL盐酸溶液（20%）溶解试样，此后按GB/T 610所述进行加1g 碘化钾及后续操作。

仲裁按《化妆品安全技术规范》的规定进行。

6.16 氟

6.16.1 原理

仲裁法按GB/T 8372中的总氟量测定方法。也可按氟离子选择电极法进行测定，在pH 5.0～6.5及温度、离子强度一定时，氟离子选择电极、参比电极与试样溶液组成的电池其电动势仅与试样溶液的氟离子浓度有关，用离子计测量该电动势并据能斯特方程可以得到氟含量。

6.16.2 试剂和材料（塑料容器中制备和储存所有的溶液）

6.16.2.1 高氯酸溶液：26%。

6.16.2.2 柠檬酸钠溶液（$Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$）：294g/L。

6.16.2.3 氟标准溶液：0.10mg(F)/mL。

6.16.3 仪器设备

6.16.3.1 离子计：配有氟离子选择电极和参比电极，电势测量的分度值不大于 0.2mV。

6.16.3.2 电磁搅拌器：配聚四氟乙烯或聚乙烯包封的磁力搅拌棒。

6.16.4 试验步骤

将0.10mg(F)/mL氟标准溶液分别移取0.10mL和1.00mL置两只50mL塑料容量瓶中，各加3.0mL高氯酸溶液及25.0mL柠檬酸钠溶液，用水稀释至刻度并摇匀得0.20μg/mL、2.00μg/mL氟标准溶液。

称取0.50g±0.01g试样，置塑料烧杯中，加3.0mL高氯酸溶液摇动至试样全溶，转入50mL塑料容量瓶，加25.0mL柠檬酸钠溶液，用水稀释至刻度摇匀得试样溶液。

0.20μg/mL、2.00μg/mL氟标准溶液及试样溶液分别置于内有磁力搅拌棒的50 mL塑料烧杯中，于同一温度及电磁搅拌转速下，按仪器使用说明先用氟标准溶液校核离子计所配氟离子选择电极的斜率值，该值处于（50～64）mV内为正常，随即测定试样溶液的氟离子浓度。

6.16.5 结果计算

氟（以F计）的质量分数 w_4，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（5）计算：

……（5）

工业和信息化部标准报批公示

$$w_4 = \frac{c \times V/1000}{m/1000}$$

式中：

c ——试样溶液的氟离子浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

1000——换算系数。

6.17 重金属

6.17.1 原理

在弱酸-还原性介质中，试样溶液中的重金属离子与硫离子生成有色硫化物沉淀，当重金属元素含量较低时，形成稳定的暗色悬浮液，可用于重金属的目视比色法测定。

6.17.2 试剂和材料

6.17.2.1 抗坏血酸。

6.17.2.2 盐酸溶液：10%。

6.17.2.3 乙酸溶液：6%。

6.17.2.4 氨水溶液：10%。

6.17.2.5 铅标准溶液：10μg/mL；先按GB/T 602制备0.10mg/mL铅标准溶液，临用前用水稀释为10μg/mL铅标准溶液。

6.17.2.6 硫代乙酰胺溶液：①A液，硫代乙酰胺4.0g加100mL水溶解，置冰箱中冷藏备用；②B液，氢氧化钠6.0g加200mL水溶解，再加甘油200mL混匀备用；③临用前将A液、B液按1:5体积比移入比色管中摇匀，置100℃沸水浴中加热（30～60）s，取出用流水冷却3min，立即使用。

6.17.2.7 精密pH试纸：pH范围0.5～5.0。

6.17.3 试验步骤

称取1.00g±0.01g试样，置25mL比色管中用水润湿、加盐酸溶液9.0mL摇动溶解（如溶液带色，则应按比例加大称样量和盐酸溶液用量并对溶液进行干过滤，取相当于1.00g试样的滤液进行检测），再加乙酸溶液2.0mL、抗坏血酸1.0g和水至约20mL并摇匀溶解，将其pH以精密pH试纸为指示用氨水溶液调至3.0～3.5，用水稀释至25mL、摇匀，然后移入2.0mL硫代乙酰胺溶液并摇匀，置暗处放置10min，置白色面上俯视，其产生的暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是移取10μg/mL铅标准溶液1.5mL置25mL比色管中，加盐酸溶液2.0mL，以下从“再加乙酸溶液2.0mL……”开始，与试样溶液同时同样处理。

6.18 铅

按GB/T 19281—2014中3.30规定进行。

6.19 微生物

取试样悬浮液进行检验，其它按《化妆品安全技术规范》的规定进行。

6.20 净含量

按HG/T 20547—2000对C类物料的规定进行。

7 检验规则

7.1 组批、抽样和采样

7.1.1 组批

用同一批投料、相同生产条件，连续生产或同班组生产的产品为一批。

7.1.2 抽样

净含量检验按HG/T 20547—2000的规定确定抽样数目，微生物检验由供需协商确定抽样数目，其余检验按GB/T 6678的规定确定抽样数目。

7.1.3 采样

微生物检验用样的采样、制样按无菌操作要求进行；其他检验用样将采样器斜插入采样单元料层的3/4处采取样品，采出的样品经混匀、缩分等制样步骤，按每份500g分装于两只清洁、干燥的磨塞瓶或塑料袋中。样品容器应粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、生产批号及型号、采样日期和采样者姓名。样品一份用于检验，另一份保存3个月备查。样品应置室温阴凉、干燥处密闭保存。

7.2 型式检验

型式检验项目包括本文件要求规定的全部项目，正常生产情况下每三个月进行一次型式检验。有下列情形之一应进行型式检验：

a) 当生产的原材料、工艺、设备、人员和环境有较大改变可能影响产品性能时；
b) 较长时间停产后恢复生产时；
c) 原材料采用新供应商时；
d) 国家质量监督机构或顾客提出进行型式检验要求时。

7.3 出厂检验

出厂检验由生产厂质检部门按照本文件的规定进行。生产厂应保证所有出厂的产品符合本文件的要求，对每批出厂的产品出具检验报告并注明所采用标准的编号。

检验项目为感官性状、白度、细度、吸水量、pH、碳酸钙含量、挥发物、盐酸不溶物、硫化物、还原性硫、铁、砷和菌落总数，或由供需协商确定。

7.4 接收检验

顾客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的产品进行验收，验收应在货到之日算起的15日内完成。

7.5 判定规则

检验结果按GB/T 8170修约至规定位数，对照要求限定值确定检验的产品是否可以验收。检验结果如确认不符合要求：①鉴别、感官和微生物等三项指标，则整批产品不应验收；②理化指标，应重新自两倍的包装中采样复验，复验结果仍不符合要求时，则整批产品不应验收。

7.6 仲裁

如交收双方对产品检验结果发生异议时，双方可协商解决，必要时，可共同选定仲裁机构按本文件检验裁定。

8 标志、包装、运输、贮存、保质期

8.1 标志

产品的包装表面应有以下标志：产品名称、商标，生产厂名、厂址，执行的产品标准号，净含量，生产批号及型号，生产日期和保质期，以及贮运应注意的标记。图示标志按GB/T 191的规定执行。

8.2 包装

产品应用适宜的材质进行包装。包装应牢固、无泄漏、防水，适合长途运输和贮存。

8.3 运输

运输应注意轻装轻卸，不应抛掷，以防包装破损。

8.4 贮存

产品应贮存于阴凉、通风、干燥处，不宜露天堆放，堆放应离地面10cm以上，保持地面干燥。

8.5 保质期

产品在包装完好、未经启封并且符合上述要求的运输及贮存条件下，自生产之日起保质期不少于2年。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 A
（资料性）
定砷器示意图

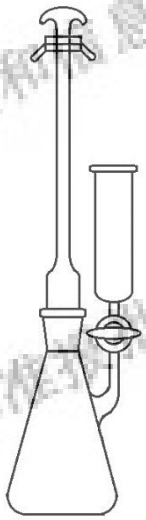

图 A.1 带加液侧管的无内管定砷器示意图

工业和信息化部标准报批公示