
揭阳职业技术学院

Jieyang Vocational & Technical College

教 案

系（部）： 化学工程系

讲授课程： 化妆品质量检验技术

任课教师： 林壮森

专业班级： 化妆品技术 241、241（3+）

授课学期： 2025-2026 学年第 2 学期

揭阳职业技术学院化学工程系

2026 年 3 月

“化妆品质量检验技术”课程综述

一、本课程的主要内容

本课程是化妆品技术专业的一门核心课程，主要介绍化妆品检验基本知识与技能，化妆品原料、生产过程及成品的检验与质量控制，化妆品禁限用成分的检验；化妆品的企业产品质量跟踪和政府监管。

每个检测项目的内容包括检测原理、所需试剂和仪器、检测步骤、结果处理、注意事项等方面。

二、本课程与其他课程的关系

化妆品质量检验技术课程的开设以学生先修基础化学、分析化学、仪器分析、化妆品微生物检验技术等课程为基础，同步配合洗涤剂与化妆品生产技术为学生后续学习化妆品质量检验实训、职业技能训练、综合实训等课程以及顶岗实习服务。

三、本课程的现状

化妆品质量检验技术是化妆品技术专业的核心课程，是分析化学在洗涤剂、化妆品等日化工业上的应用，是指导洗涤剂、化妆品生产、科研的重要工具。原料的选择、流程控制、新产品试制、成品检验、三废处理及利用等都必须依赖分析结果做依据。化妆品质量检验技术是研究洗涤剂、化妆品等日化产品及其生产过程中中间体成分分析的理论及分析方法、检测技术。

四、本课程的发展

化妆品质量检验技术课程的发展方向是：（1）分析方法趋向微量、灵敏、专属、简易、快速和自动化；（2）检测技术趋向于定量化；（3）色谱分析、光谱分析及两谱联用技术的发展；（4）分析技术、数学方法与计算机技术相结合。

授课日期

教案编号

01

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 241、241 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第一章：化妆品技术法规及行业标准		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 2 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 ()；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1、掌握化妆品质量检验的定义、分类 2、认识化妆品质量检验在精细化学品工业中的作用。 3、了解化妆品质量检验的发展趋势。 4、掌握化妆品质量检验的一般程序，初步了解精细化学品分析的基本方法原理。		
教学重点	1、化妆品质量检验的定义、分类。 2、化妆品质量检验的一般程序		
教学难点	1、化妆品质量检验的基本方法原理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 ()；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>)；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>)；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 ()		
教学过程 时间安排	化妆品质量检验的含义、分类；精细化学品分析的发展。(1 学时) 化妆品质量检验的基本程序、精细化学品分析方法。(1 学时)		
思考题			
作 业			
教学后记			

第一章：化妆品技术法规及行业标准(2 学时)

化妆品质量检验技术是化妆品技术专业的一门核心课程，本课程总学时 90，每周 5 学时。其中理论学时 54，实训学时 36。

课程考核方法：由平时成绩和期末考试成绩组成，其中平时成绩由课堂考勤、作业、实验报告组成，占总成绩 30%，期末考试采取闭卷方式，期末考试成绩占总成绩 70%。

课程学习方法：化妆品质量检验技术依靠实验数据得出结论，是一门以实验为基础的科学，在学习过程中一定要理论联系实际，掌握精细化学品分析的基本理论，基本方法和基本操作，加强实验基本操作技能的训练，培养严谨、求实的实验作风和科学态度，树立准确的“量”的概念，提高应用理论知识分析和解决实际问题的能力，提高综合素质，为学习后续课程打下基础。

第一节：化妆品基本概念

法规名称	《化妆品卫生监督条例》	《消费品使用说明化妆品通用标签》 GB 5296.3—2008	《化妆品卫生规范》2007 年版
颁布单位	国务院批准、卫生部颁布	原国家技术监督局	国家卫生部
颁布日期	1989 年 9 月 26 日	2008 年 6 月 17 日	2007 年 1 月 4 日
执行日期	1990 年 1 月 1 日	2009 年 10 月 1 日	2007 年 7 月 1 日
对化妆品的定义	以涂擦、喷洒或者其他类似的方法，散布人体表面任何部位（皮肤、毛发、指甲、口唇等），以达到清洁、消除不良气味、护肤、美容和修饰目的的日用化学工业产品	以涂抹、喷洒或其他类似方式，施于人体表面任何部位（皮肤、毛发、指甲、口唇等），以达到清洁、芳香、改变外观、修正人体气味、保养、保持良好状态目的的产品	化妆品是指以涂擦、喷洒或者其他类似的方法，散布于人体表面任何部位（皮肤、毛发、指甲、口唇等）以达到清洁、消除不良气味、护肤、美容和修饰目的的日用化学产品

化妆品的管理分类：

1. 《化妆品卫生监督条例》对化妆品的分类
2. (质监)生产许可证-规定对化妆品的分类
3. 我国国家标准对化妆品的分类

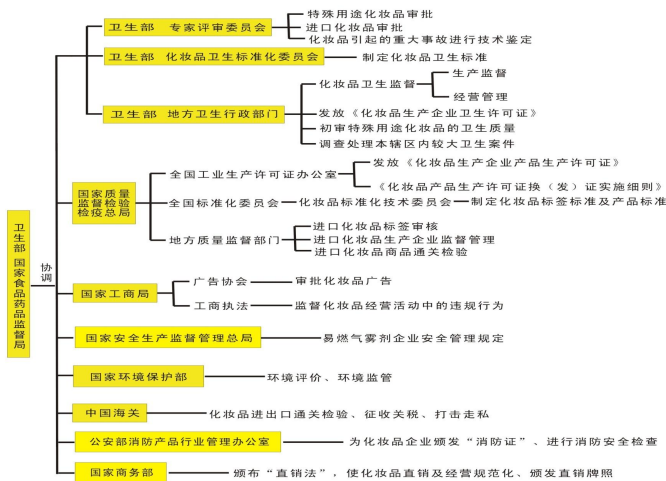
功能 部位	清洁类化妆品	护理类化妆品	美容/修饰类化妆品
皮肤	洗面奶 卸妆水（乳） 清洁霜（蜜） 面膜 花露水 痱子水 爽身粉 浴液	护肤膏霜、乳液 化妆水	粉饼 胭脂 眼影 眼线笔（液） 眉笔 香水 古龙水
毛发	洗发液 洗发膏 剃须膏	护发素 发乳 发油/发蜡 焗油膏	定型摩丝/发胶 染发剂 烫发剂 睫毛液（膏） 生发剂 脱毛剂
指甲	洗甲液	护甲水（霜） 指甲硬化剂	指甲油
口唇	唇部卸妆液	润唇膏	唇膏 唇彩 唇线笔

第二节：我国目前的化妆品管理体系

我国化妆品管理体系的主要特点：“行政许可，政府监管”

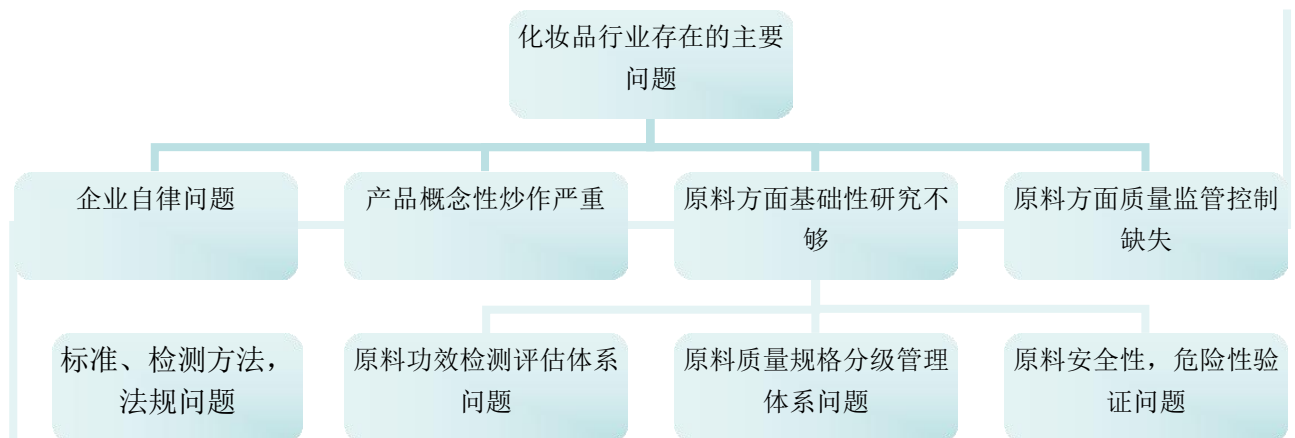
化妆品质量安全管理的要求：化妆品原料的要求、化妆品生产过程的要求、化妆品中重金属、卫生化学指标和微生物含量的要求以及对化妆品标签功效性宣传进行限制。

我国化妆品管理机构：国家市场监督管理总局



化妆品监督管理示意图

2. 我国化妆品行业存在的主要问题



第三节：化妆品的技术法规与标准

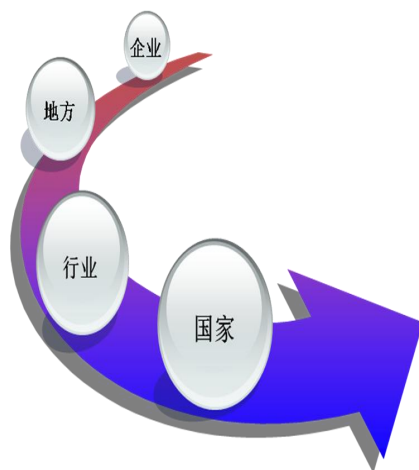
技术法规与技术标准

技术法规：是指强制执行的涉及产品的特性、加工程序、生产方法，也包括可以适用的管理性规定的文件。

标准：是由公认机构批准、反复地或不断使用的，并非强制性执行的技术文件。

化妆品的技术法规（特别是技术标准）主要由卫生部“化妆品卫生标准委员会”，质检总局 国家标准化委员会下的“全国香料香精化妆品标准化技术委员会”制定。他们根据各自的章程，不定期地召开会议，研究国内外法规现状和企业技术进步状况，定制和修改相应规范或标准，然后交有关国家机关审批公布。

我国标准的分类：按使用范围分四种



ICS 71.100.70
分类号: Y42
备案号: 19937-2007

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 1685-2006
代替 QB/T 1685-1993

ICS

DB34

安徽省地方标准

DB34/T 321—2003

化妆品产品包装外观要求

Requirements of packaging appearance for cosmetic products

安徽省奶牛饲料安全使用标准

2006-12-17 发布

2007-08-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

2003-04-09 发布

2003-04-09 实施

安徽省质量技术监督局 发布

化妆品卫生化学检验方法标准修订进程:

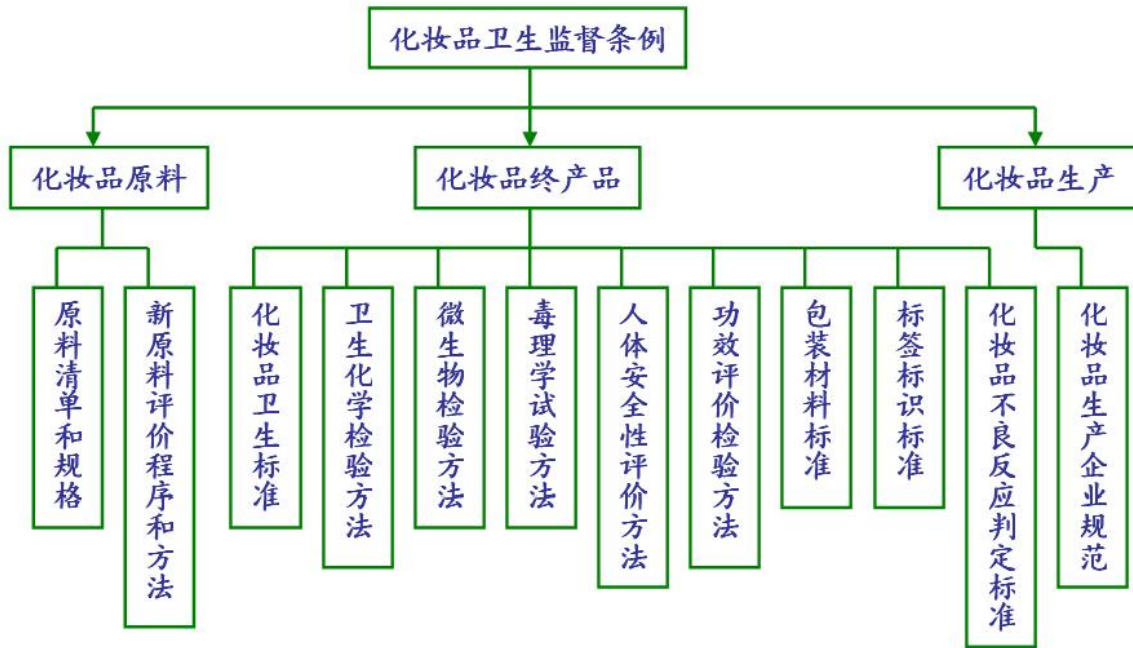
87 标准: 铅、汞、砷、甲醇 (4 项)

02 规范: pH、镉、锶、总氟、总硒、性激素、二硫化硒、硼酸和硼酸盐、甲醛、巯基乙酸、氢醌、苯酚、防晒剂、防腐剂、染发剂、氮芥、斑蝥素、 α -羟基酸 (21 项)

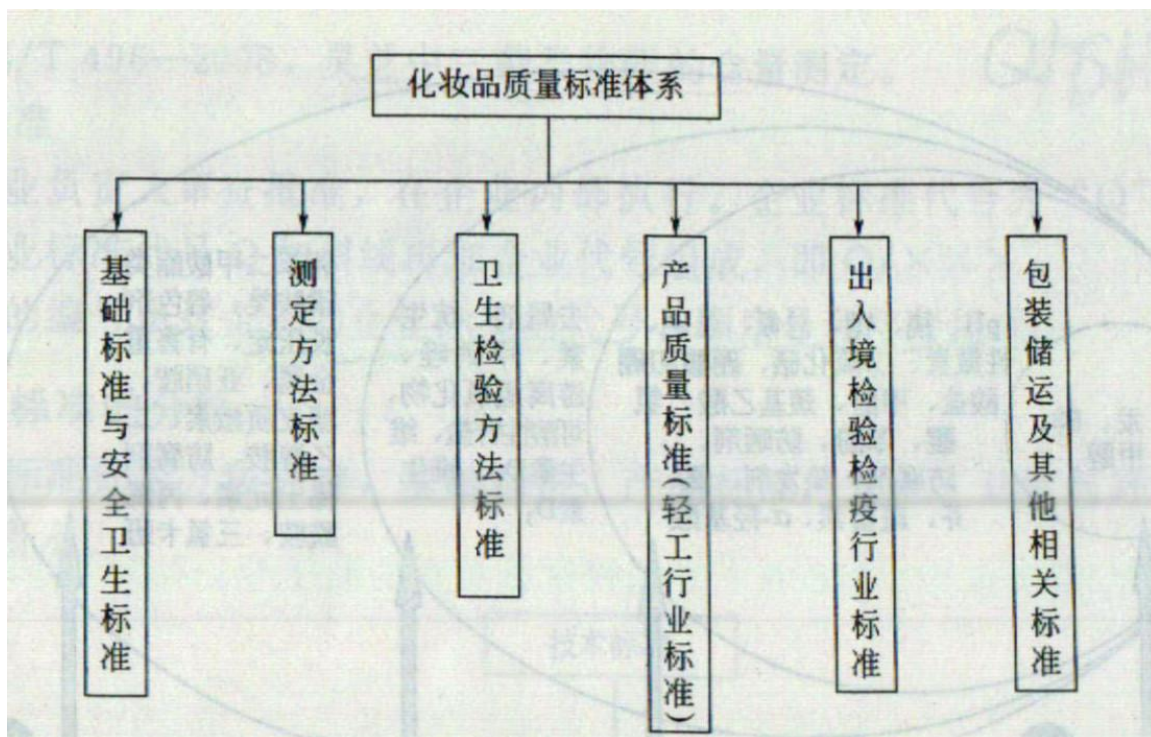
07 规范: 去屑剂、抗生素、甲硝唑、游离氢氧化物、可溶性锌盐、维生素 D₂、维生素 D₃ (27 项)

08 标准: 邻苯二甲酸酯类、磺胺类、着色剂长压定、有害重金属、亚硝胺、糖皮质激素、二乙醇胺、防腐剂、稀土元素、丙烯酰胺、三氯卡班 (40 项)

化妆品卫生标准体系:



化妆品质量标准体系:



我国现行的化妆品标准目录

功能 部位	清洁类化妆品	护理类化妆品	美容/修饰类化妆品
----------	--------	--------	-----------

皮肤	洗面奶(膏)QB/T 1645-2004 面膜 QB/T 2872-2007 花露水 QB/T 1858.1-2006 香粉、爽身粉、痱子粉 QB/T 1859-2004 洗手液 QB/T 2654-2004 沐浴剂 QB 1994-2004 透明皂 QB/T 1913-2004 香皂 QB/T 2485-2008	化妆水 QB/T 2660-2004 润肤乳液 QB/T 2286-1997 润肤膏霜 QB/T1857-2004 护肤啫喱 QB/T 2874-2007 防晒化妆品(制定中) 精油类化妆品(制定中)	香水、古龙水 QB/T 1858-2004 化妆粉块 QB/T 1976-2004 化妆笔(制定中)
毛发	洗发液、洗发膏 QB/T 1974-2004	护发素 QB/T 1975-2004 发乳 QB/T 2284-1997 发油 QB/T 1862-1993 发蜡 QB/T 4076-2010 焗油膏(发膜) QB/T4077-2010 发油/发蜡 焗油膏	定型摩丝(制定中) 定型发胶(制定中) 染发剂 QB/T 1978-2004 睫毛膏(制定中)
指甲	洗甲液	护甲水(霜) 指甲硬化剂	指甲油 QB/T 2287-1997
口唇	牙膏 GB 8372-2008 牙粉 QB/T 2932-2008 功效型牙膏 QB 2966-2008	润唇膏(制定中) 口腔清洁护理液 QB/T 2945-2008	唇膏 QB/T 1997-2004 唇彩(制定中)

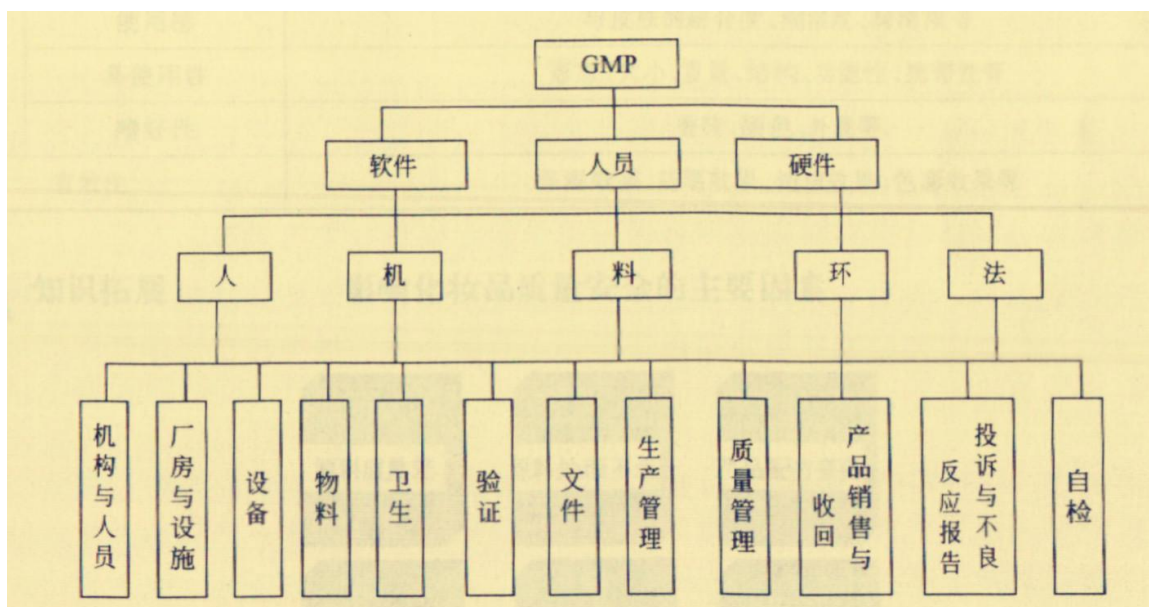
第四节：化妆品质量管理体系

ISO (国际标准化组织) 质量管理体系

ISO 标准号	国家标准号	内容
ISO 9000	GB/T 19000—2008	质量管理体系 基础和术语
ISO 9001	GB/T 19001—2008	质量管理体系 要求
ISO 9004	GB/T 19004—2008	质量管理体系 业绩改进指南
ISO 9011	GB/T 19011-2003	质量和(或)环境管理体系审核指南

GMP (良好生产操作规范)

过程为基础的质量管理体模式图：PDCA



实施 GMP 主要作用

1. 降低产品制造过程中人为的错误
2. 防止产品在制造过程中污染或质量劣变
3. 建立健全的自主性质量保证体系

化妆品 GMPC 现状:

目前化妆品质量问题主要表现为细菌总数超标、添加有害物质和 PH 值超标等，而这些问题在一定程度上是可以避免发生的。化妆品 GMPC（即《化妆品产品的良好生产规范—顾客的健康保护》，简称 GMPC）管理系统的目标就是，通过对生产流程中的每项工作、每个环节和每道程序都进行高标准的要求，消除和防止产品在制造过程中的质量缺陷，避免化妆品产品对使用者的潜在危险，从而保证人们使用安全有效的化妆品产品，保护消费者利益。

而且，实施 GMPC 标准将成为化妆品生产企业生存和发展的基础，企业只有通过 GMPC 认证，其产品才能获得通向国际市场的“准入证”。化妆品 GMPC 认证，最早是由美国和欧洲对市场上销售的化妆品强制制定的法规指令，它以对顾客的健康保护为出发点，要求对在美国和欧盟市场上销售的化妆品，无论在国内生产还是从国外进口，都必须符合美国联邦化妆品法规或欧盟化妆品指令，即实施 GMP 认证，以确保消费者的健康。因此是否通过欧盟的化妆品 GMPC 或美国 FDA 认证，将成为国内化妆品生产企业迈向国际化道路的重要指标。

化妆品良好生产规范 GMPC（包括）：质量体系、采购、生产、分包生产、质量管理。

作业：P12:4、6、7

授课日期			教案编号	02
课程名称	化妆品质量检验技术		专业班级	化妆品 241、241 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术			
授课题目	第 2 章 化妆品质量检验概述			
授课学时	2 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3 节 () ; 其它 ()			
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()			
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解检验数据处理相关知识 ● 熟悉标准物质、标准溶液和普通溶液标签和浓度表示方法 ● 熟悉精细化学品的采样方法 ● 掌握标准溶液和普通溶液的配制和标准溶液的标定方法 			
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能正确使用物质浓度的表示方法 ● 能进行标准溶液和普通溶液的配制 ● 能进行标准溶液的标定 			
教学难点				
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()			
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()		
	无 ()			
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()			
教学过程 时间安排	溶液配制的基础知识 (2 学时) 数据处理基础、精细化工产品的采样 (2 学时)			
思考题				
作 业	P23 (3)			
教学后记				

第2章 化妆品质量检验概述（2学时）

第一节：化妆品的质量特性与安全现状

质量特性		具体表现
安全性		无皮肤刺激、无过敏现象；无经口毒性、无异物混入、无破损
稳定性		无变质、无变色、无变臭、无微生物污染
使用性	使用感	与皮肤的融合度、潮湿度、润滑度等
	易使用性	形态、大小、重量、结构、功能性、携带性等
	嗜好性	香味、颜色、外观等
有效性		保湿效果、防晒效果、清洁效果、色彩效果等

影响化妆品的质量安全主要因素：原料质量差、原料处理不当、产品配方变更、生产工艺变更、交叉污染、清洁不当、人为因素、加入错误成分、维修保养不当

近年来化妆品安全质量事件

案例一：2006年9月，中国国家质量监督检验检疫总局验出SK-II化妆品含有禁用物质铬及钨0.77至2ppm后向社会通报，并就此事致函日本政府主管部门及驻华使馆，要求日方有关部门加强对输华化妆品的管理，保证输华化妆品符合中国国家标准的要求。

案例二：近几年，市场上出现了一种叫做“一洗黑”的洗发新产品。这一类洗发水大都宣传是纯天然植物制使用后头发很快就能变黑，安全又方便。近日，央视披露其中内幕，多个品牌的“一洗黑”洗发水实际上就是添加但未标明加入了“对苯二胺”（可致癌）的染发剂，甚至还有“三致”（致癌、致突变、致畸）物质“间苯二胺”。

案例三：美国消保团体“安全化妆品运动联盟”发布消息，销往中国及其他部分国家的强生婴儿洗发产品中仍含有两种潜在的致癌物质——二恶烷及可释出甲醛的成分Quaternium-15。但在丹麦、芬兰等北欧国家，以及日本和英国等产品标准更高的国家和地区，强生已调整了洗头水配方。

案例四：2009年4月2日，据韩国《中央日报》报道，保宁制药和Babyra等著名婴儿用品制造企业所生产的婴幼儿爽身粉中，被发现含有1级致癌物质石棉。这涉及了中国市场上非常有名的进口产品德国NUK婴儿爽身粉。根据我国卫生行政部门关于化妆品的有关规定，石棉为化妆品中的禁用物质。

不合格化妆品对人体造成的损害

- (1) 化妆品接触性皮炎
- (2) 化妆品光感性皮炎
- (3) 化妆品皮肤色素异常
- (4) 化妆品痤疮

- (5) 化妆品毛发损害
- (6) 化妆品指甲损害

第二节：化妆品中常见的有害物质

化妆品常见的有害物质：

有机物、重金属、有害微生物

化妆品中使用的有害有机物：

色素、防腐剂、香料

对苯二胺、双氧水（染发剂）

氢醌（漂白霜、雀斑霜）

曲酸（防腐、防氧化）

牙膏（三氯甲烷）

消炎杀菌化妆品（四环素）

抗炎祛痘类化妆品（糖皮质激素、雌激素、雄激素、孕激素）

化妆品中使用的有害重金属：

铅、铬、铝、汞、砷

化妆品中使用的有害微生物：

大肠杆菌、霉菌、病原菌、致病真菌

按不同化妆品中容易出现有害物质的情况分：

1. 清洁用化妆品中常见的有害物质
2. 护肤类化妆品中常见的有害物质
3. 彩饰类化妆品中常见的有害物质
4. 美发用化妆品中常见的有害物质
5. 芳香类化妆品中常见的有害物质
6. 特殊用途化妆品中常见的有害物质

按不同化妆品中容易出现有害物质

美发和护发产品中的刺激性物质和性质

类别	所含物质	性质
洗发剂	烷基苯磺酸钠-去污剂	导致皮肤干燥、粗糙
	间苯二酚-防腐剂	对皮肤和黏膜有刺激作用，常引发湿疹和皮炎
护发剂	酒精	对皮肤、黏膜有刺激性
染发剂	对苯二胺	刺激性接触性皮炎
烫发剂	巯基乙酸、巯基乙酸单甘油酯	刺激性接触性皮炎，变态反应

按不同化妆品中容易出现有害物质

特殊用途化妆品中的刺激性物质和性质

类别	常见有害物质及性质
育发（生发）化妆品	均有刺激作用，有的产品含有刺激性很强的斑蝥酊，极易引起刺激性或过敏性皮炎
脱毛化妆品	有些配方中含有巯基乙酸钙和金属硫化物对皮肤的刺激性很强；白降汞、硫醇可引发变应性接触性皮炎
除臭化妆品	有些配方中含有的羟基苯磺酸锌、乌洛托品以及甲醛等对皮肤均具有明显的致敏和刺激作用。
祛斑化妆品	有些配方中违法添加的氢醌和氢醌单苄醚可致皮肤过敏。
防晒化妆品	配方中往往含有过多的紫外线吸收剂，在紫外线照射下可生成有刺激性的物质，常引起光毒性可光敏性皮炎。 配方中含有的颜料、香料及防腐剂也可使使用者皮肤局部发生色素沉着。
健美化妆品	有些美乳类化妆品中含有激素类药物，可能带来内分泌紊乱或皮肤过敏、色素沉着。

第三节：化妆品质量检验概述

化妆品质量检验的任务：

利用化学分析、仪器分析、生化分析、物性测试等手段来确定化妆品的卫生指标、理化指标、禁限用物质化学成分与含量、安全性等是否符合国家规定的质量标准

化妆品质量检验的类型：

1.企业自检

- a.常规检验（企业工厂实验室）
- b.研究性质的检验
- c.卫生安全性检验

2.监督检验

- a.化妆品卫生许可及监督检验
- b.化妆品生产许可及监督检验
- c.出入境检验检疫

企业化妆品质量检验

1. 检验管理

企业制度管理制度，设立监督部门，质量管理部门是完全独立机构，检验记录
企业制定检测标准，委托合法单位进行委托检测

2. 检验方法的选择

无合适的方法，则直接采用行业标准或国家标准分析方法

3. 原料检验

样品的取样方法，样品取样 2 份

4. 半成品和成品检验

质量控制和生产密切配合，时间是个重要因素，批号

5. 包装材料检验

6. 灌装试验

7. 存样试验

8. 市场检验

a. 定期对各地区市场上销售的产品进行抽样检查，及时了解和控制市场上产品的质量情况。

b. 定期访问营业员及征求消费者对产品的质量意见，作为改进产品质量的重要参考，以及对质量控制的某种依据

c. 检验退货产品

化妆品质量检验的基本原则

1. 质量原则

2. 安全原则

3. 快速原则

4. 可操作原则

5. 经济原则

检验技术操作的一般要求：

(1) 检验方法中所采用的名词及单位制，均应该符合国家规定的标准要求。

(2) 检验方法中所使用试剂均为分析纯，所使用水为纯度能满足分析要求的蒸馏水或其他相当纯度的水，除非特别声明。

(3) 检验中所用计量器具必须按国家规定及规程计量和校正。

(4) 称取量取精度要求用数值的有效数位表示。

(5) 检验有关要求如下：

① 检验时必须做空白试验 空白试验是指除不加样品外采用完全相同的分析试剂和用量，进行平行操作所得的结果。用于扣除样品中试剂本底和计算检验方法的检出限。

② 检验时必须做平行试验。

(6) 检验方法的选择：同一检验项目，如有两个或两个以上检验方法时，可根据不同条

件选择使用。但必须以国家标准方法（GB）方法的第一法为仲裁方法。

(7) 采样必须注意样品的生产日期、批号、代表性和均匀性。

(8) 一般样品在检验结束后，应保留 1 个月，以备需要时复查。

国际标准单位（表 1）

量的名称	单位名称	单位符号
长度	米	m
面积	米 ²	m ²
体积	米 ³	m ³
质量	千克（公斤）	kg
密度	千克/米 ³	kg/m ³
时间	秒	s
电流	安[培]	A
热力学温度	开[尔文]	K
物质的量	摩[尔]	mol
发光强度	坎[德拉]	cd

国际单位制的辅助单位（表 2）

平面角	弧度	rad
立体角	球面度	sr

国际单位制中具有专门名称的导出单位（表 3）

频率	赫[兹]	Hz
力；重力	牛[顿]	N
压力，压强	帕[斯卡]	Pa
能量；功；热	焦[耳]	J
功率；辐射通量	瓦[特]	W
电荷量	库[仑]	C
电位；电压；电动势	伏[特]	V
电容	法[拉]	F
电阻	欧[姆]	Ω
电导	西[门子]	S

第四节：化妆品检验规则

基本术语：

1. 常规检验项目
2. 非常规检验项目
3. 适当处理
4. 样本
5. 单位产品

检验分类：

- 1.交收检验（出厂检验）
 - 2.型式检验（每年不得少于一次）
 - (1) 当原料、工艺、配方有重大改变时；
 - (2) 化妆品首次投产或停产 6 个月以上恢复生产时；
 - (3) 生产场所改变时；
 - (4) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。
- 型式检验包括常规检验和非常规检验项目
- 1.组批规则：
 - 2.抽样方案：
 - (1) 包装外观要求检验按 GB/T 2828.1-2012 中二次抽样方案随机抽取单位产品。
 - (2) 包装外观要求的检验项目和不合格分类表
 - (3) 喷液不畅等破坏性检验项目用 GB/T 2828.1（仲裁抽样方案）中特殊检验水平 S-3，不合格百分数的接收质量限（AQL）为 2.5 的一次抽样方案。
- 抽样方法：
- 1.感官、理化指标、净含量、卫生指标的样本
 - 2.包装外观要求检验的样本
- 3.型式检验
- 判定和复检规则：
- 1.感官、理化指标、净含量、卫生指标的检验
 - 2.包装外观要求检验
- 包装外观要求的检验和不合格分类：

检验项目	B 类不合格瓶	C 类不合格瓶
印刷、标贴	印刷不清晰、易脱落。标签有错贴、漏贴、倒贴	除 B 类不合格以外的外观缺陷，见 QB/T 1685
瓶	冷爆、裂痕、泄漏、毛刺（毛口）、瓶与盖滑牙和松脱	
盖	破碎、裂纹、漏放内盖、铰链断裂	
袋	封口开口、穿孔、漏液、不易开启、胀袋	
软管	封口开口、漏液、盖与软管滑牙和松脱	
盒	毛口、开启松紧不适宜、镜面和内容物与盒粘接脱落、严重瘪听	
喷雾罐	罐体不平整、裂纹	
铰管	管体毛刺（毛口）、松紧不适宜、旋出或推出不灵活	
化妆笔	笔杆开胶、漆膜开裂、笔套配合松紧不适宜	
喷头	破损、裂痕、组配零部件不完整	不端正、不清洁

外盒	错装、漏装、倒装	除 B 类不合格以外的外观缺陷，见 QB/T 1685
----	----------	-----------------------------

转移规则：

包装外观要求检验的转移规则

作业：

1.合格化妆品的质量特性；2.化妆品中常见的有害物质

授课日期

教案编号

03

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 241、241 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第3章 分析工作的质量保证		
授课学时	2节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解密度、熔点、沸点、折射率、水分、色度、pH值、电导率等常用项目的检验方法 ● 熟悉各常用项目的检验方法的原理 ● 掌握各常用项目的检验方法的步骤 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能进行检验样品的制备 ● 能进行相关溶液的配制 ● 能根据待检样品的类型和要求选用合适的方法 ● 能按照标准方法对待检样品的常用项目进行检验 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能根据待检样品的类型和要求选用合适的方法 能按照标准方法对待检样品的常用项目进行检验 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	密度、水分的测定 (2学时) 色度、pH的测定 (2学时) 闪点和燃点、灰分的测定 (2学时)		
思考题			
作 业			
教学后记			

第3章 分析方法的质量保证（2学时）

第一节：质量保证

类别	定义
质量保证	QA 是指为保证某一产品、过程或服务能满足规定的质量要求所必须的有计划、有系统的全部活动
质量控制	QC 对物质进行质量检验，并随之产生一系列工作质量管理

质量保证（目的）：保证检验数据的精密性、准确性、有代表性和完备性而采取的活动总和。

质量保证（主要环节）：预防、评价、校正

标准操作程序 SOP (Standard Operation Procedure) 结合本实验室的条件，为本实验室使用的某一常规工作或测试方法编写的详细步骤，以指导技术人员的操作符合质量保证的要求。

质量保证规划可以直接用 SOP 来监督和审核、SOP 也可以作为标准，以对照科技人员的操作是否符合 SOP 的要求。

质量保证规划可以直接用 SOP 来监督和审核、SOP 也可以作为标准，以对照科技人员的操作是否符合 SOP 的要求。

针对：医药、食品、化妆品等进行的安全评价实验而制定的规范

软件管理：人员组织机构、实验方案、实验操作规程、记录档案

硬件管理：实验实施、仪器、设备

第二节：分析方法的评价和选择

检出限：在给定的置信度内可从样品中检出待测物质的最小浓度或最小值，高于空白值。

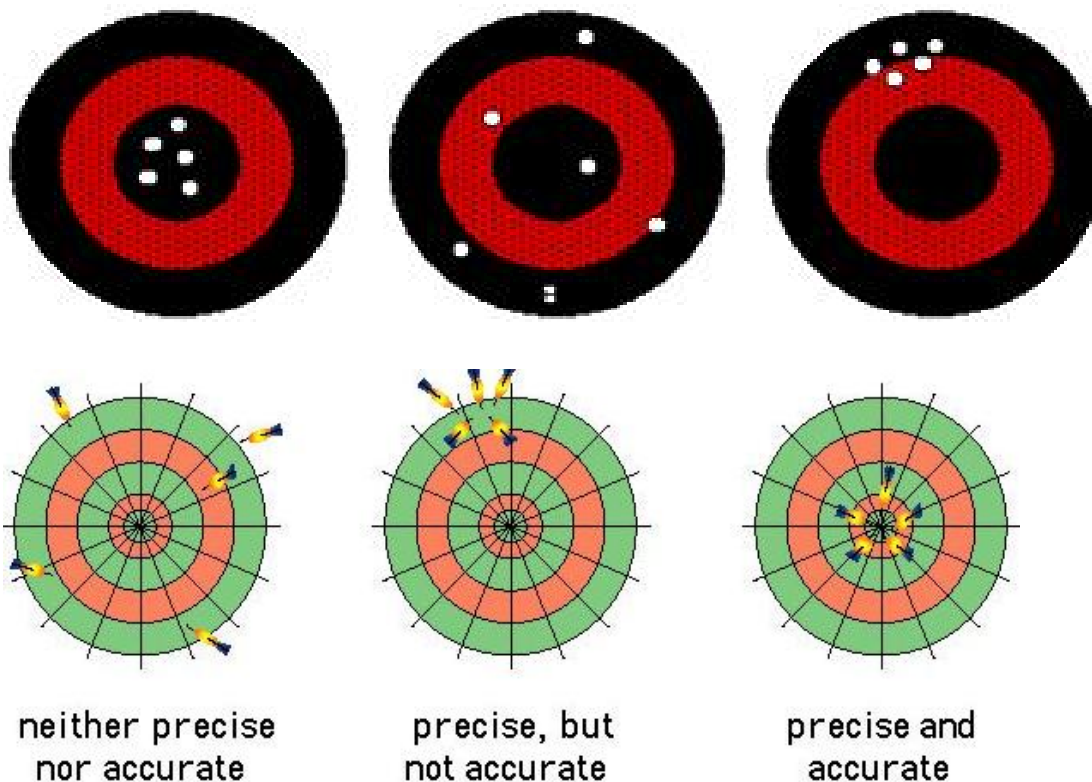
1. 仪器检出限
2. 方法检出限

测定限：为定量范围的两端，分别为测定上限与测定下限，随精密度要求不同而不同。

精密度是准确度的基础

准确度与精密度的关系

1. 准确度高，要求精密度一定高
但精密度好，准确度不一定高
2. 准确度反映了测量结果的正确性
精密度反映了测量结果的重现性



准确度	精密度	
误差	偏差	
绝对误差 $\delta = x - u$ 或 $\delta = \bar{x} - u$	平均偏差	标准偏差
相对误差 $\delta/u = (x - u)/u \times 100\%$	相对平均偏差	相对标准偏差

分析方法选择因素：

- 1、物质：物质的性质、组分的含量、干扰情况

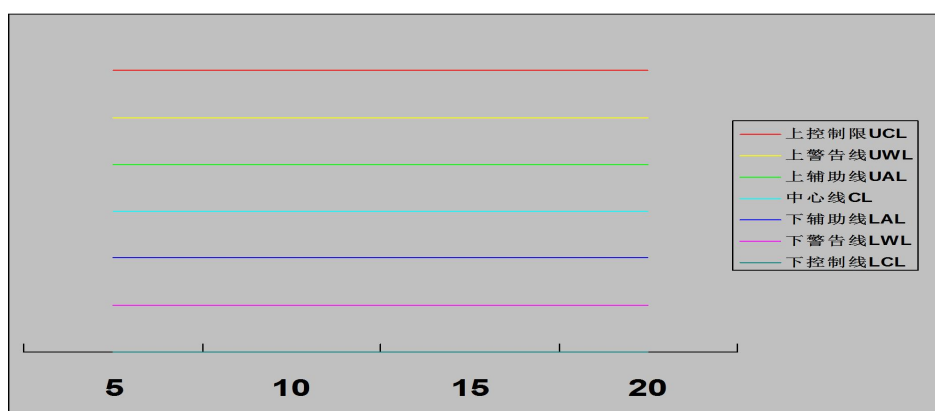
- 2、分析方法：准确度、灵敏度、选择性、适用范围
- 3、用户：用户对分析结果的要求和对分析费用承受度
- 4、成本：时间、人力、设备、消耗品

第三节：分析质量的监控与评价

误差的分类、检验与对策

误差	特点	原因	检验与对策	
系统误差	单向性、重复性、可测性	方法误差	改变或校正方法	对照试验，加样回收试验
		仪器误差	校准仪器	
		试剂误差	提高试剂、水的纯度，空白试验	
		操作误差	加强训练	
偶然误差	服从统计规律	难以控制，无法避免的偶然因素	增加测定次数，对测定数据做统计处理，正确表达结果的精密度	

质量控制图：



质量控制图的评价

- (1) 检测点位于中心线附件，上下警告限之间的区域
- (2) 检测点超出上下警告限，但在上下控制限之间的区域
- (3) 检测点位于上下控制限之外
- (4) 如果 7 点连续下降或上升

- (5) 连续 7 点在中心一侧
- (6) 数据点屡屡接近控制限

第四节：实验室质量控制

分析质量控制应贯穿从样品采取开始到出具检验报告为止的全过程

人-设施、设备、环境-检验实验室管理-原材料-分析方法

分析质量控制的内容：

实验室工作条件的质量控制-实验室内质量控制-计量认证-实验室间质量控制

Exercise:

1. QA 和 QC 的定义
2. 熟悉公式相对平均偏差和相对标准偏差
3. 质量控制图的评价

授课日期

教案编号

04

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 241、241 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 4 章：通用物理参数的检测		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 ()；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1、熟悉通用物理参数的检测项目 2、理解通用物理参数的检测方法 3、熟悉通用物理参数检测的一般程序。 4、掌握通用物理参数的检测技术		
教学重点	1、通用物理参数的检测项目 2、通用物理参数的检测方法 3、通用物理参数检测的一般程序。 4、通用物理参数的检测技术		
教学难点	1、通用物理参数的检测方法原理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>)；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>)；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 ()		
教学过程 时间安排	相对密度、熔点、凝固点、黏度、色度的测定 (2 学时) 折射率、旋光度、电导率、pH、水分和挥发分的测定 (2 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 4 章 通用物理常数的测定

4.1 相对密度的测定

密度是物质的一个重要物理常数，尤其是对有机化合物而言，根据其密度值，可以区分化学组成类似的化合物、鉴定液态化合物的纯度，定量分析单一溶质溶液的浓度。

4.1.1 密度测定的原理

在分析测试工作中，经常用来表述和需要测量的有关物质密度的物理量有如下三种。

1. 密度 (ρ)

密度 (density)，符号为 ρ 。定义为物质的质量除以体积，单位为 kg/m^3 ，分析中常用其分数单位 g/cm^3 ，对于液体物质更习惯于表达为 g/mL 。其数学表达式为：

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2-1)$$

2. 相对密度 (d)

要直接准确测定物质的密度是比较困难的，因此，常采用测定相对密度的方式来测定密度。

相对密度 (relative density)，符号为 d 。定义为物质的密度与参比物质的密度在对两种物质所规定的条件下的比，单位为一。其数学表达式为：

$$d_i^t = \frac{\rho_i}{\rho_s} \quad (2-2)$$

式中： ρ ——密度，下标 i 指待测物质， s 指参比物质；

d_i^t ——待测物质 i 的密度与参比物质 s 的密度在规定温度 t 的比。

因为物质的密度通常是指 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 的值，参比物质通常是纯水，测量时待测物质与参比物质的体积相等，故式 (2-2) 可改写为：

$$d_{20}^{20} = \frac{\rho_{20,i}}{\rho_{20}(\text{H}_2\text{O})} = \frac{m_i}{m(\text{H}_2\text{O})} \quad (2-3)$$

$$\text{故} \quad \rho_{20,i} = d_{20}^{20} \cdot \rho_{20}(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m_i}{m(\text{H}_2\text{O})} \cdot \rho_{20}(\text{H}_2\text{O}) \quad (2-4)$$

式中： m_i 、 $m(\text{H}_2\text{O})$ ——体积完全相等的待测物质 i 与参比物质纯水的质量；

$\rho_{20}(\text{H}_2\text{O})$ —— $20\text{ }^\circ\text{C}$ 时水的密度。

实际上，水的密度 $\rho(\text{H}_2\text{O})$ 也是随温度不同而变化的（如表 2-1 所示）。所以，在实际应用中，为了便于比较，常规定以 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 时纯水的密度为基准，即：

$$d_4^t(\text{H}_2\text{O}) = \frac{\rho_t(\text{H}_2\text{O})}{\rho_4(\text{H}_2\text{O})} \quad (2-5)$$

所以，待测物质的密度 $\rho_{20,i}$ 也应是 与 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 时纯水的密度相比较而言的。如果不是在 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 而是在温度为 t 时测量的，或者要求温度为 t 时的密度值，则可写为：

$$d_4^t(i) = \frac{m_i}{m(\text{H}_2\text{O})} \cdot d_4^t(\text{H}_2\text{O}) \quad (2-6)$$

表 2-1 不同温度下水的密度与相对密度

温度 $t/^\circ\text{C}$	密度 $\rho_t/(\text{g/cm}^3)$	相对密度 $d_4^t(\text{H}_2\text{O})$	温度 $t/^\circ\text{C}$	密度 $\rho_t/(\text{g/cm}^3)$	相对密度 $d_4^t(\text{H}_2\text{O})$
0	0.999 839 6	0.999 867	17	0.998 772 8	0.998 801
4	0.999 972 0	1.000 000	18	0.998 593 4	0.998 621
5	0.999 963 7	0.999 992	19	0.998 403 0	0.998 431
6	0.999 939 9	0.999 968	20	0.998 201 9	0.998 230
7	0.999 901 1	0.999 929	21	0.997 990 2	0.998 018
8	0.999 847 7	0.999 876	22	0.997 768 3	0.997 796
9	0.999 780 1	0.999 808	23	0.997 536 3	0.997 564

10	0.999 698 7	0.999 727	24	0.997 294 4	0.997 322
11	0.999 603 9	0.999 632	25	0.997 042 9	0.997 071
12	0.999 496 1	0.999 524	26	0.996 781 8	0.996 810
13	0.999 375 6	0.999 404	27	0.996 511 3	0.996 539
14	0.999 242 7	0.999 271	28	0.996 231 6	0.996 259
15	0.999 097 7	0.999 126	29	0.995 943 0	0.995 971
16	0.998 941 0	0.998 969	30	0.995 645 4	0.995 673

3. 堆积密度

堆积密度是指待测物料的质量除以在规定时间内物料自由下落堆积而成的体积，其数学表达式与密度相同，常用单位为 g/mL。

堆积密度这个量一般只用于对物料粒度有规定要求的化工类固体产品，如离子交换树脂、洗衣粉等。

4.1.2 密度的测定方法

液体、固体和气体物料有时都要测定密度，在此只介绍液体密度的测定方法。

1. 密度瓶法

(1) 测定原理

密度瓶法测定液体密度的原理是：在同一温度下，用蒸馏水标定密度瓶的体积，然后用同体积待测样品的质量，计算其密度。密度瓶法测定相对密度是较精确的方法之一。

测定时的温度通常规定为 20 °C，有时由于某种原因，也可能采用其他温度值。若如此，则测定结果应标明所采用的温度。

(2) 仪器

1) 密度瓶：密度瓶因形状和容积不同而有各种规格。常用的规格分别是 50 mL、25 mL、10 mL、5 mL、1 mL，形状一般为球形。比较标准的是附有特制温度计、带磨口帽的小支管密度瓶，见图 2-1 所示。

2) 烘箱式恒温箱。

3) 恒温水浴：温度控制在 (20.0 ± 0.1) °C。

4) 温度计：分度值 0.1 °C。

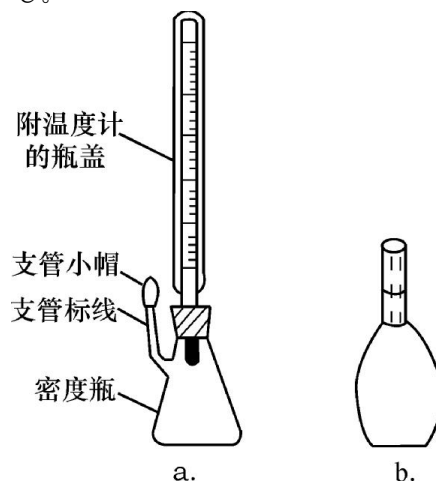


图 2-1 密度瓶

(3) 测定步骤

精确称取清洁、干燥的密度瓶质量 m_0 ，然后装满新煮沸并冷却至 15 °C 左右的蒸馏水，插入温度计（瓶内应无气泡），浸于 (20.0 ± 0.1) °C 恒温水浴中，保持 30 min 后，取出，用滤纸擦干溢出支管外的水，盖上小帽，擦干密度瓶外的水，称其质量 m_1 。

倒出蒸馏水，用乙醇、乙醚洗涤密度瓶，干燥后，按上述方法装入样品，称其质量为 m_2 。

(4) 结果计算

样品的相对密度 d_{20}^{20} 和密度 ρ_{20} 结果按式(2-7)、(2-8)计算:

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (2-7)$$

$$\rho_{20} = d_{20}^{20} \cdot \rho_{20}(H_2O) \quad (2-8)$$

式中: m_0 ——密度瓶质量, g

m_1 ——密度瓶及水质量, g

m_2 ——密度瓶及样品质量 g

通常, 化学手册上记载的相对密度多为 d_4^{20} , 为了便于比较物料的相对密度, 必须将测得的 d_{20}^{20} , 换算为以1.0000作标准, 按式(2-9)计算:

$$d_4^{20} = d_{20}^{20} \times 0.99823 \quad (2-9)$$

(5) 注意事项

1) 向密度瓶内注入水时不得带起气泡。

2) 装水与装试样前, 空密度瓶的质量, 一般应相等, 如有差别, 则应采用相应的 m_0 值。

2. 密度计法

密度计法是测定液体相对密度最便捷而又实用的方法, 只是准确度不如密度瓶法。密度计是根据阿基米德原理为依据制作的。当密度计浸入液体中时, 受到自下而上的浮力作用, 浮力的大小等于密度计排开的液体质量。随着密度计浸入深度的增加, 浮力逐渐增大, 当浮力等于密度计自身质量时, 密度计处于平衡状态。

密度计在平衡状态时浸没于液体的深度取决于液体的密度。液体密度愈大, 则密度计浸没的深度愈小; 反之, 液体密度愈小, 则密度计浸没的深度愈深。密度计就是依此来标度的。

密度计种类多, 精度、用途和分类方法各不相同, 常用的有标准密度计、实验室用密度计、实验室用酒精计、工作用酒精计、工作用海水密度计、工作用石油密度计和工作用糖度计等。

(1) 测定原理

密度计的测定原理是: 由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

(2) 仪器

1) 密度计: 分度值为0.001 g/mL(见图2-2所示)。密度计是一支封口的玻璃管, 中间部分较粗, 内有空气, 放在液体中, 可以浮起。下部装有小铅粒形成重锤, 使密度计直立于液体中。上部较细, 管内有刻度标尺, 可以直接读出相对密度值。有的密度计的刻度标尺上同时有以波美度($^{\circ} \text{Bé}$)为计量单位的刻度, 有的则以特殊要求的计量单位(例如糖度、酒度)为刻度。

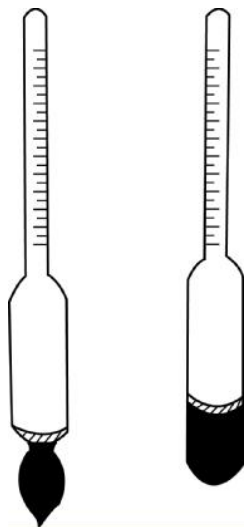


图 2-2 密度计

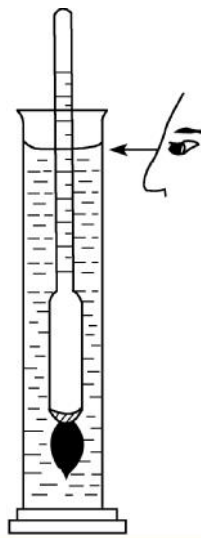


图 2-3 密度计使用方法

- 2) 恒温水浴：温度控制在 $(20.0 \pm 0.1) ^\circ\text{C}$ 。
- 3) 温度计：分度值 $0.1 ^\circ\text{C}$ 。
- 4) 玻璃量筒：(250~500) mL。

(3) 测定步骤

1) 在恒温 ($20 ^\circ\text{C}$) 下测定：将待测定相对密度的样品小心倾入清洁、干燥的玻璃量筒中 (圆筒应较密度计高大些)，不得有气泡，将量筒置于 $20 ^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中。待温度恒定后，将密度计轻轻插入试样中，如图 2-3 所示。样品中不得有气泡，密度计不得接触筒壁及筒底，密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 (2~3) 分度。待密度计停止摆动，水平观察，读取待测液弯月面的读数，即为 $20 ^\circ\text{C}$ 下试样的密度。

2) 在常温 (t) 下测定：按上述操作，在常温下进行。

(4) 结果计算

常温 t 时测定试样的密度 ρ_t 按式 (2-10) 计算。

$$\rho_t = \rho_t' + \rho_t' \cdot \alpha(20 - t) \quad (2-10)$$

式中： ρ_t —— 常温 t 时，试样的密度；

ρ_t' —— 温度为 t 时，密度计的读数值；

α —— 密度计的玻璃体胀系数，一般为 $0.000\ 025 / ^\circ\text{C}$ ；

t —— 测定时的温度值。

如果将 t 时测定试样的密度 ρ_t 换算为 $20 ^\circ\text{C}$ 时的密度 ρ_{20} ，可按式 (2-11) 计算。

$$\rho_{20} = \rho_t + k(t - 20) \quad (2-11)$$

式中： k —— 为试样密度的温度校正系数，可根据查表或由不同液态化工产品实测求得。

(5) 注意事项

- 1) 向量筒中注入待测液体时应小心地沿筒壁缓慢注入，切忌冲起气泡。
- 2) 如不知待测液体的密度范围，应先用精度较差的密度计试测。测得近似值后再选择相应量程范围的密度计。
- 3) 如密度计本身不带温度计，则恒温时需另用温度计测量液体的温度。
- 4) 放入密度计时应缓慢、轻放，切记勿使密度计碰及量筒底，也不要让密度计因下沉过快，而将上部沾湿太多。

3 韦氏天平法

韦氏天平法的准确度较密度瓶法差，但测定手续简单快速，其读数精度能达到小数后第四位。

1) 测定原理

在水和被测样中，分别测量“浮锤”的浮力，由游码的读数计算出试样的相对密度。

2) 仪器

(1) 韦氏天平：结构见图 2-4 所示。其垂直支柱高度可调，不等臂横梁短臂的末端有一个尖端 S，当它与支架上固定的一尖端 S' 恰好对准时，表明天平安装调整完毕。天平梁的长臂分成 10 等份，并用数字 (1~10) 依次表示。横梁上与这些分度对应处都做成细切口，用来放置小游码，一组游码共 4 个 (分别为 1, 0.1, 0.01 和 0.001)。第 10 个分度有一小钩。

(2) 恒温水浴：温度控制在 $(20.0 \pm 0.1) ^\circ\text{C}$ ；

(3) 温度计：分度值 $0.1 ^\circ\text{C}$ 。

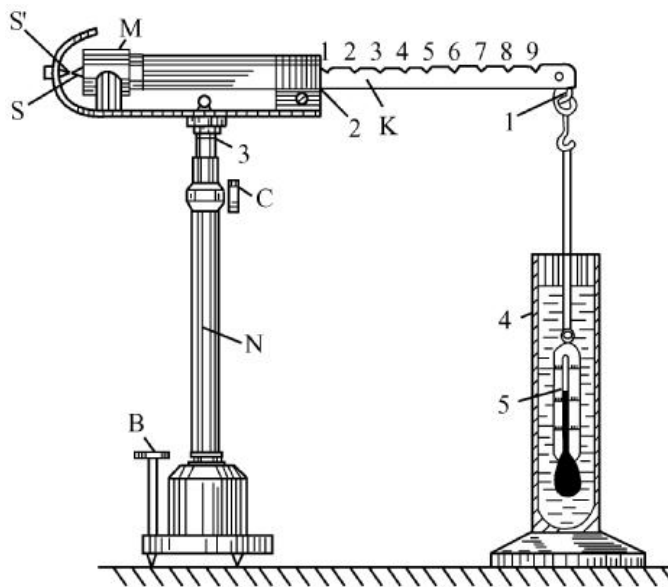


图 2-4 韦氏天平结构图

M. 平衡锤；K. 横梁；N. 支柱；C. 夹环；B. 调节螺旋；S、S'. 尖端；
1. 挂钩；2. 插头；3. 轴杆；4. 玻璃杯；5. 具有温度计的浮锤

3) 操作步骤

(1) 将韦氏天平安装好，浮锤通过细铂丝挂在小钩上，旋转调整螺丝，使两个指针对正为止。

(2) 向玻璃筒缓慢注入预先煮沸并冷却至 $20 ^\circ\text{C}$ 的蒸馏水，将浮锤全部浸入水中，不得带入气泡，把玻璃筒置于 $(20.0 \pm 0.1) ^\circ\text{C}$ 恒温水浴中恒温 20 min 以上，待温度一致时，通过调节天平的游码，使天平梁平衡，记录游码总值。

(3) 取出浮锤，干燥后在相同温度下，用待测试样同样操作。

4) 结果计算

试样的密度 ρ_{20} 按式 (2-12) 计算：

$$\rho_{20} = \frac{n_1}{n_2} \rho_{20}(\text{H}_2\text{O}) \quad (2-12)$$

式中： n_1 ——在水中游码的读数(游码总值)；

n_2 ——在被测试样中游码的读数(游码总值)；

$\rho_{20}(\text{H}_2\text{O})$ —— $20 ^\circ\text{C}$ 时水的密度，为 $0.992 20 \text{ g/cm}^3$ 。

5) 注意事项

操作时要特别注意：因韦氏天平所配置的游码的质量是由浮锤体积决定的，所以每台天平都有与自己相应配套浮锤和一套游码，切不可用其它的浮锤或游码相互代替。

2.6 水分的测定

水分是化工产品分析的重要项目之一。化工产品中的水分，以吸附水和化合水两种状态存在。

吸附水包括吸附于产品的表面由分子间力形成的吸附水及充满在毛细管成巨大孔隙中的毛细管水。附着在物质表面的水，较易蒸发，一般在常温下，通风干燥一定时间，当物质中的水分和大气的湿度达到平衡，即可以除去，这部分水分又算之为外在水分。吸附在物质内部毛细孔中的水则较难蒸发，必须在比水的沸点较高的温度(如 102 °C~105 °C)下，干燥一定时间，才能除去。这部分水算之为内在水分。吸附水与物质的性质，样品的细度及大气的湿度有关。

化合水包括结晶水和结构水。结晶水以 H₂O 分子状态结合于物质的晶格中，但是稳定性较差，当加热至 300 °C，即可以分解逸出。结构水则以化合状态的氢氧基存在于物质的晶格中，并结合得十分牢固，必须在(300~1000)°C的高温，才能分解逸出。

化工产品中水分的测定，通常有烘干法、卡尔·费休法和蒸馏法等。

2.6.1 烘干法

烘干法是测定固体化工产品中吸附水含量的通用方法，适用于稳定性好的无机化工产品、化学试剂、化肥等产品中水分含量的测定。

1. 测定原理

在一定的温度下，将试样烘干恒量，然后测定试样减少的质量。

2. 仪器

(1) 带盖的称量瓶；

(2) 烘箱：灵敏度能控制在±2 °C，装有温度计，温度计插入烘箱的深度应使水银球与待测定试样在同一水平面上。

(3) 干燥器：内装适当的干燥剂(如硅胶、五氧化二磷等)。

3. 测定步骤

(1) 试样称取

称取充分混匀、具有代表性的试样，操作中应避免试样中水分的损失或从空气中吸收水分。根据被测试样中水分的含量来确定试样的质量(g)，参见表 2-5。称取一定的试样(称准至 0.0001 g)，置于预先在(105~110)°C下于干燥至恒重的称量瓶中。

表 2-3 被测试样用量

水分含量 (w/%)	试样量 (m/g)
0.01~0.1	不少于 10
0.1~1.0	10~5
1.0~10	5~1
>10	1

(2) 测定

将盛有试样的称量瓶的盖子稍微打开，置于(105~110)°C的烘箱中，称量瓶应放在温度计水银球的周围。烘干 2 h 之后，将瓶盖盖严，取出称量瓶，置于干燥器内，冷却至室温(不少于 30 min)，称量。再烘干 1 h，按上述操作，取出称量瓶，冷却相同时间，称量，直至恒量(所谓恒量即两次连续操作其结果之差不大于 0.000 2 g)。

取最后一次测量值作为测定结果。

4. 测定结果的表达

用质量分数 $w(\text{H}_2\text{O})$ 表示的水分含量，按式 (2-27) 计算。

$$w(\text{H}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \quad (2-22)$$

式中： m ——试样的质量；

m_1 ——称量瓶及试样在干燥前的质量；

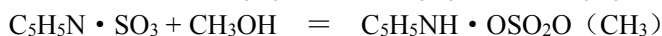
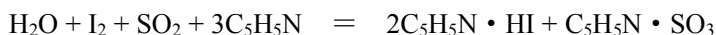
m_2 ——称量瓶及试样在干燥后的质量。

2.6.2 卡尔·费休法

卡尔·费休法是一种非水溶液氧化-还原滴定测定水分的化学分析法，是一种迅速而又准确的水分测定法，被广泛应用于多种化工产品的水分测定。

1. 测定原理

存在于样品中的任何水分（游离水或结晶水）与已知滴定度的卡尔·费休试剂（碘、二氧化硫、吡啶和甲醇组成的溶液）进行定量反应，反应式为



以合适的溶剂溶解样品（或萃取出样品的水），用卡尔·费休试剂滴定，即可测出样品中的水的含量。

滴定终点用“永停”法或目测法确定。

2. 试剂

(1) 甲醇：含水量 $w(\text{H}_2\text{O}) \leq 0.05\%$ ，当试剂含水量超过时，放置过夜，吸取上层清液使用。

(2) 乙二醇甲醚：含水量 $w(\text{H}_2\text{O}) \leq 0.05\%$ ，当试剂含水量超过时，按上述甲醇脱水法脱水。

(3) 吡啶：含水量 $w(\text{H}_2\text{O}) \leq 0.05\%$ ，当试剂含水量超过时，按上述甲醇脱水法脱水。

(4) 碘。

(5) 二氧化硫：钢瓶装二氧化硫或用浓硫酸分解饱和无水亚硫酸钠溶液制得的二氧化硫，均需经脱水干燥处理。二氧化硫发生装置如图 2-19。

(6) 4A 分子筛：在 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 焙烧 2 h，于干燥器（不得放干燥剂）中冷却至室温。

(7) 卡尔·费休试剂：量取 670 mL 甲醇或乙二醇甲醚于 1 L 干燥的磨口棕色瓶中，加入 85 g 碘，盖紧瓶塞，振摇至碘全部溶解，加入 270 mL 吡啶，摇匀，于冰水浴中冷却，缓缓通入二氧化硫，使增重达 65 g 左右，盖紧瓶盖，摇匀，于暗处放置 2 h 以上。

用乙二醇甲醚代替甲醇配制的卡尔·费休试剂，可用于含活泼羰基的化合物中水分的测定，试剂的稳定性也可得到改善。

(8) 水标准溶液： $\rho(\text{H}_2\text{O}) = 20\text{ g/L}$ 。准确称取 2.0 g 水，置于盛有约 50 mL 上述甲醇的充分干燥的 100 mL 容量瓶中，用同样甲醇稀释到刻度，混匀，用此溶液标定卡尔·费休试剂。参照目测法或直接电量法中的标定方法。

(9) 水标准溶液： $\rho(\text{H}_2\text{O}) = 2\text{ g/L}$ 。准确称取 1.0 g 水，置于盛有约 100 mL 上述甲醇的充分干燥的 500 mL 容量瓶中，用同样甲醇稀释到刻度，混匀。此溶液与卡尔·费休试剂体积之间的对应值参照电量返滴定法中的测定方法测得。

(10) 硅酮润滑脂（润滑磨砂玻璃接头用）

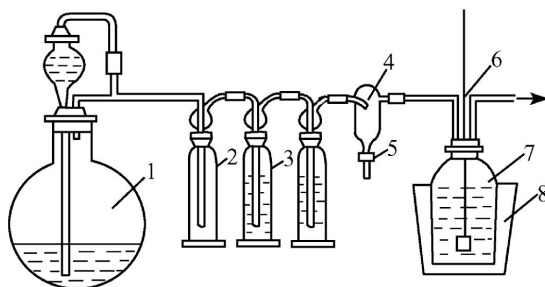


图 2-19 二氧化硫发生装置

1. 二氧化硫气体发生器；2. 空洗气瓶；3. 浓硫酸洗气瓶；4. 分离器；5. 接水泵；
6. 温度计；7. 盛有甲醇、碘、吡啶溶液的吸收瓶；8. 冰浴

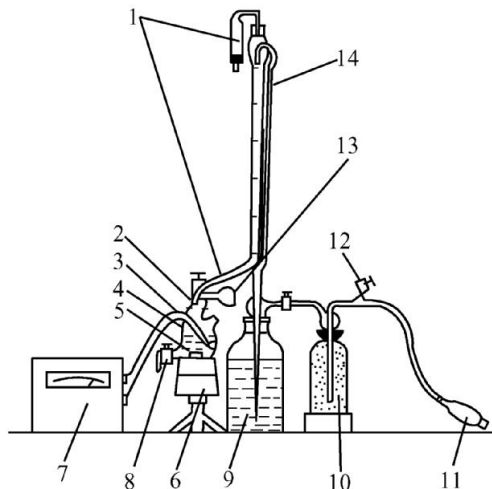


图 2-20 直接滴定法仪器装置

1. 填充干燥剂的保护管；2. 球磨玻璃接头；3. 铂电极；4. 滴定容器；5. 外套玻璃或聚四氟乙烯的软钢棒；
6. 电磁搅拌器；7. 终点电量测定装置；8. 推汇嘴；9. 装卡尔·费休试剂的试剂瓶；10. 填充干燥剂的干燥瓶；
11. 双连接橡皮球；12. 螺旋夹；13. 塞青霉素瓶塞（作进样口）；14. 25mL 自动滴定管（分度值 0.05mL）

3. 仪器装置

所有使用的玻璃仪器均需在控制 130 °C 烘箱中预先干燥 30 min，然后在有干燥剂的干燥器中冷却和储存。

滴定装置如图 2-20 所示，由以下各部分组成：

- (1)自动滴定管：25 mL，分度值为 0.05 mL。
- (2)反应瓶。
- (3)铂电极，见图 2-21 所示。
- (4)电磁搅拌器。
- (5)电流表。
- (6)磨口棕色玻璃贮瓶。
- (7)终点电测装置：线路方框图见图 2-22 所示。目测法时可省略。

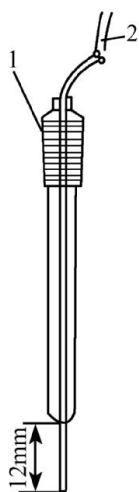


图 2-21 铂电极

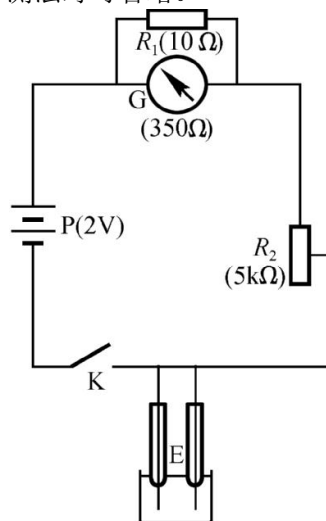


图 2-22 终点电测装置线路图

1. 12/12 锥形磨口玻璃接头;
2. 铜线 (一根用塑料套绝缘)

P. 电池; E. 铂电极; G. 电流计

4. 测定步骤

(1) 终点的确定

用“永停”法确定终点，其原理为：在浸入溶液中的两铂电极间加一电压，若溶液中有水存在，则阴极极化，两电极之间无电流通过。滴定至终点时，溶液中同时有碘及碘化物存在，阴极去极化，溶液导电，电流突然增加至一最大值并稳定 1 min 以上，此时即为终点。

无色的样品也可用目测法确定终点。滴定至终点时，因有过量碘存在，溶液由黄色变为棕黄色。

(2) 卡尔·费休试剂的标定

在反应瓶中加入一定体积（浸没铂电极）的甲醇，在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。加 5 mL 甲醇，滴定至终点并记录卡尔·费休试剂滴定的用量（ V_1 ），此为水标准溶液的溶剂空白。加 5 mL 水标准溶液，滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量（ V_2 ）。卡尔·费休试剂的滴定度按式（2-23）计算。

$$T = \frac{m}{V_1 - V_2} \quad (2-23)$$

式中： T ——卡尔·费休试剂的滴定度；

m ——加入水标准溶液中水的质量；

V_1 ——滴定溶剂空白时消耗卡尔·费休试剂的体积；

V_2 ——滴定标准溶液时消耗卡尔·费休试剂的体积。

(3) 样品中水分的测定

在反应瓶中加一定体积（浸没铂电极）的甲醇或产品标准中所规定的样品溶剂，在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。迅速加入产品标准中规定数量的样品，滴定至终点并记录卡尔·费休试剂滴定的用量（ V_1 ）。样品中水的质量分数 $w(H_2O)$ 按式（2-24）或式（2-25）计算：

$$w(H_2O) = \frac{V_1 \times T}{m} \quad (2-24)$$

$$w(H_2O) = \frac{V_1 \times T}{V_2 \times \rho} \quad (2-25)$$

式中： V_1 ——滴定样品时消耗卡尔·费休试剂的体积，mL；

T ——卡尔·费休试剂的滴定度，g/mL；

m ——加入样品的质量，g；

V_2 ——加入液体样品的体积，mL；

ρ ——液体样品的密度，g/mL。

2.6.3 共沸蒸馏法

蒸馏法采用了一种有效热交换方式，水分可被迅速移去，测定速度较快，设备简单经济，管理方便，准确度能满足常规分析的要求。蒸馏法有多种型式。应用最广的蒸馏法是共沸蒸馏法。

1. 测定原理

化工产品中的水分与甲苯或二甲苯共同蒸出，收集馏出液于接收管内，读取水分的体积，即可计算产品中的水分。

2. 试剂

甲苯或二甲苯：取甲苯或二甲苯，先以水饱和后，分去水层，进行蒸馏，收集馏出液备用。

3. 仪器

水分蒸馏测定器：如图 2-23 所示。

4. 操作步骤

称取适量样品（估计含水 2 mL~5 mL），放入 250 mL 锥形瓶中，加入新蒸馏的甲苯（或二甲苯）75 mL，连接冷凝管与水分接收管，从冷凝管顶端注入甲苯，装满水分接收管。

加热慢慢蒸馏，使每秒钟得馏出液两滴，待大部分水分蒸出后，加速蒸馏约每秒钟 4 滴，当水分全部蒸出后，接收管内的水分体积不再增加时，从冷凝管顶端加入甲苯冲洗。如冷凝管壁附有水滴，可用附有小橡皮头的铜丝擦下，再蒸馏片刻至接收管上部分及冷凝管壁无水滴附着为止，读取接收管水层的容积。

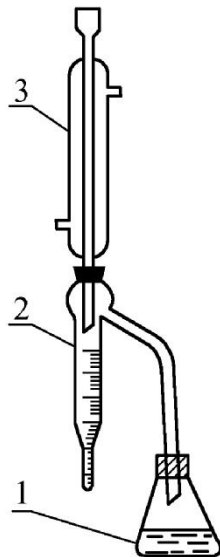


图 2-23 水分蒸馏测定器

1. 250mL 锥形瓶；2. 水分接收管，有刻度；3. 冷凝管

5. 结果计算

按式 (2-31) 计算水分的含量 $w(H_2O)$ 。

$$w(H_2O) = \frac{V}{m} \times \rho \quad (2-26)$$

式中： V ——接收管内水的体积，mL；

ρ ——水的密度，g/mL。

m ——样品的质量，g。

6. 注意事项

(1) 选用的溶剂必须与水不互溶，20 °C 时相对密度小于 1，不与样品发生化学反应，水和溶剂混合的共沸点要分别低于水和溶剂的沸点，如苯的沸点为 80.4 °C，纯水沸点为 100 °C，而苯与水混合溶液共沸点为 69.13 °C。

(2) 仪器必须清洁而干燥，安装要求不漏气。

(3) 用标样做对照实验。

2.7 色度的测定

产品的色度是指产品颜色的深浅。物质的颜色是产品重要的外观标志，也是鉴别物质的重要性质之一。产品的颜色与产品的类别和纯度有关。例如纯净的水在水层浅的时候为无色，深时为浅蓝绿色；水中如含有杂质，则出现一些淡黄色甚至棕黄色。无论是白色固体或无色的液体化工产品，它们的颜色总有不同程度的差别，因此，检验产品的颜色可以鉴定产品的质量并指导和控制产品的生产。色度的测定方法很多，主要有加德纳色度标准法、铂-钴色度标准法和罗维明比色计法等。

2.7.1 铂-钴色度标准法

液体化工产品的色度的检测按国家标准规定采用铂-钴色度标准法。

色度的单位为黑曾（Hazen），1 黑曾单位是指每升溶液中含有 1 mg 的以氯铂酸（ H_2PtCl_6 ）形式存在的铂和 2 mg 氯化钴（ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）的铂-钴溶液的色度。

这种方法适用于测定透明或稍带接近于参比的铂-钴色号的液体化工产品的颜色，这种颜色特征通常为“棕黄色”。不适用于易炭化的物质的测定。

1. 测定原理

按一定的比例，将氯铂酸钾、氯化钴配成盐酸性水溶液，并制成标准色列，将样品的颜色与标准铂-钴比色液的颜色目测比较，即可得到样品的色度，以黑曾（铂-钴）颜色单位表示结果。

由于 pH 值对色度有较大影响，所以在测定色度的同时，应测量溶液的 pH 值。

2. 仪器

- (1) 分光光度计；
- (2) 比色管：容积 50 mL 或 100 mL，在底部以上 100 mm 处有刻度标记。一套比色管的玻璃颜色和刻度线高应相同。

3. 试剂

- (1) 六水合氯化钴（ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）；
- (2) 氯铂酸钾（ K_2PtCl_6 ）；
- (3) 盐酸。

4. 测定步骤

(1) 标准比色母液的制备（500 黑曾单位）。准确称取 1.000 g 六水合氯化钴和 1.245 g 的氯铂酸钾于烧杯中，用水溶解后，移入 1000 mL 容量瓶中，加入 100 mL 盐酸，用水稀释到刻度，摇匀，即得标准比色母液。标准比色母液可以用分光光度计以 1 cm 的比色皿按表 2-4 所列波长进行检查，其吸光度应在表中所示范围之内。

表 2-4 500 黑曾单位铂-钴标准液吸光度允许范围

波长, λ/nm	430	450	480	510
吸光度, A	0.110~0.120	0.130~0.145	0.105~0.120	0.055~0.065

(2) 标准铂-钴对比溶液的配制。在 10 个 500 mL 及 14 个 250 mL 的两组容量瓶中，分别加入表 2-5 所示数量的标准比色母液，用水稀释到刻度。标准比色母液和稀释溶液放入带塞棕色玻璃瓶中，置于暗处密封保存。标准比色母液可以保存 6 个月，稀释溶液可以保存 1 个月。

(3) 测定样品的色度。向一支 50 mL 或 100 mL 比色管中注入一定量的样品，使注满到刻度处；向另一支比色管中注入具有类似样品颜色的标准铂-钴对比溶液，使注满到刻度处。比较样品与铂-钴对比溶液的颜色。比色时在日光或日光灯照射下正对白色背景，从上往下观察，避免侧面观察，确定接近的颜色。

表 2-5 标准铂-钴对比溶液的配制

500 mL 容量瓶		250 mL 容量瓶	
标准比色母液的体积 V/mL	相应颜色，黑曾（Hazen） 铂-钴色号	标准比色母液的体积 V/mL	相应颜色，黑曾（Hazen） 铂-钴色号

5	5	30	60
10	10	35	70
15	15	40	80
20	20	45	90
25	25	50	100
30	30	62.5	125
35	35	75	150
40	40	87.5	175
45	45	100	200
50	50	125	250
		150	300
		175	350
		200	400
		225	450

5. 测定结果的表达

样品的颜色以最接近于样品的标准铂-钴对比溶液的黑曾（铂-钴）颜色单位表示。如果样品的颜色与任何标准铂-钴对比溶液不相符合，则根据可能估计一个接近的铂-钴色号，并描述观察到的颜色。

2.7.2 加德纳色度标准法

加德纳色度标准法广泛应用于干性油、清漆、脂肪酸、聚合脂肪酸和树脂溶液等色泽较深的液体，在一般化工产品中有时也用此法，但用得不多。

加德纳色度标准按色泽的深浅分为 18 色号，色度标准又分固体色度标准和液体色度标准。测定时，试样与色度标准对照，从而确定其为某号色度的色泽。

1. 加德纳固体色度标准法

(1) 原理

加德纳固体色度标准分为 18 色号，各个色号应符合规定的彩度坐标和高度透光率。

(2) 仪器

加德纳比色仪：包括 18 个色号的色度标准玻璃片、玻璃管（内径 10.65 mm、外高 114 mm）、规定光源等。

(3) 测定步骤

将试样倾入试样玻璃管中（如试样有沉淀物，应过滤），放入比色仪中与色度标准玻璃对比，确定与试样最接近的色度标准号，并报告结果。不考虑色相的差异。

(4) 测定结果的表达

如需精确测定，可报告为与某号色度标准相符，或报告为浅于或深于某号色度标准；如试样的色泽在两个色号之间，如在 5 和 6 色号之间，可报告为 5, 5+, 6- 或 6 号色，需视实际情况和要求而定。

2. 加德纳液体色度标准法

1) 原理

加德纳液体色度标准也分 18 个色号，系由氯铂酸钾的盐酸溶液和氯化钴-氯化铁的盐酸溶液（铁-钴色度标准）作为标准。也有用重铬酸钾的硫酸溶液作为标准的。

2) 试剂

(1) 氯铂酸钾溶液：根据需要准确称取一定量的分析纯氯铂酸钾（ K_2PtCl_6 ），加入 $c(HCl) = 0.1 \text{ mol/L}$ 的盐酸溶液（见表 2-8）。

表 2-8 加德纳色度标准溶液的配制

加德纳色度标准号	色度坐标号		每 1000 mL 盐酸 (0.1 mol/L) 中 氯铂酸钾的质量, m/g	铁—钴色度标准溶液			每 100 mL 浓硫酸中重铬酸钾的质量, m/g
	X	Y		氯化铁溶液, V/mL	氯化钴溶液, V/mL	$\phi = 1:17$ 的盐酸, V/mL	

1	0.3190	0	0.550				0.0039
2	0.3241	0.3344	0.865				0.0048
3	0.3315	0.3456	1.330				0.0071
4	0.3433	0.3632	2.080				0.0112
5	0.3578	0.3820	3.035				0.0205
6	0.3750	0.4047	4.225				0.0322
7	0.4022	0.4360	6.400				0.0384
8	0.4179	0.4535	7.900				0.0515
9	0.4338	0.4648		3.8	3.0	93.2	0.0780
10	0.4490	0.4775		5.1	3.6	91.2	0.164
11	0.4836	0.4805		7.5	5.3	87.2	0.250
12	0.5082	0.4639		10.8	7.6	81.6	0.380
13	0.5395	0.4451		16.6	10.0	73.4	0.572
14	0.5654	0.4295		22.2	13.3	64.5	0.763
15	0.5870	0.4112		29.4	17.6	53.0	1.041
16	0.6060	0.3933		37.8	22.8	39.4	1.280
17	0.6275	0.3725		51.8	25.6	23.1	2.220
18	0.6475	0.3525		100.0	0.0	0.0	3.00

(2) 氯化钴溶液：取 1 份纯氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 与 3 份 $\phi(\text{HCl})=1:17$ 的盐酸溶液混匀。

(3) 氯化铁溶液：取约 5 份氯化铁 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 与 1.2 份 $\phi(\text{HCl})=1:17$ 的盐酸溶液混匀。调整至准确色度，使其相当于新鲜制备的每 100 mL 浓硫酸中含有 3.00 g 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 的溶液的颜色。

(4) 铁-钴色度标准溶液：按表 2-8 取试剂 2) 和 3) 加 $\phi(\text{HCl})=1:1$ 的盐酸溶液配制。

3) 测定步骤

在比色管内 (内径 10.65mm, 外高 114mm) 中, 各注入试液和色度标准溶液, 在 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下并在相同背景白光下, 进行对比。

4) 测定结果的表达

试样的色泽以最接近的一个加德纳色度标准的色号报告结果。例如, 结果报告为 4 号, 即表示试样与加德纳色度标准 4 号最接近。

2.7.3 罗维明比色计法

罗维明比色计法常用于油脂等化工产品的测定。

1、测定原理

罗维明比色计法是利用光线通过标准颜色的玻璃片及油槽, 以肉眼比出与油脂色泽相近或相同的玻璃片色号, 测定结果按玻璃片上标明的总数表示。

2、仪器

罗维明比色计: 其结构示意图见图 2-24, 由深浅不同的红、黄、蓝三种标准颜色玻璃片, 两片接近标准白色的碳酸镁反光片, 两只具有蓝玻璃滤光片的 60 W 奥司莱 (Osrain) 灯泡和观察管等组成。玻璃片放在可开动的暗箱中供观察用。在检验油脂的色泽时, 蓝玻璃片很少使用, 主要是用红色和黄色两种。此两种玻璃片一般标有如下不同深浅颜色的号码, 号码愈大, 颜色愈深。

黄色: 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 35.0, 50.0, 70.0。

红色：0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0, 11.0, 12.0, 16.0, 20.0。

所有玻璃片，每9片分装在一个标尺上，全部标尺同装于一个暗盒中，可以任意拉动标尺调整色泽。碳酸镁反光片将灯光反射入玻璃片和试样上，此片用久后要变色，可取下用小刀刮去一薄层后继续使用。

油槽用无色玻璃制成，有不同长度的数种规格，其长度必须非常准确，常用的是 133.35 mm 和 25.4 mm 两种，有时也用到 50.8 mm 或其它长度的，视试样色泽的深浅而定。在用 133.35 mm 的油槽观察时，若红色标准超过 40 时，改用 25.4 mm 油槽。在报告测定结果时，应注明所用槽长度尺寸。所有油槽厚度一致，形状见图 2-25。

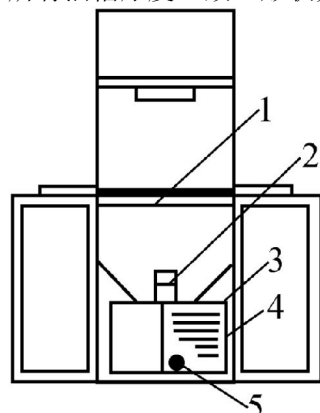


图 2-24 罗维明比色计结构示意图
1-反光计；2-玻璃油槽；3-内装奥司莱灯泡；
4-标准颜色玻璃片；5-观察管

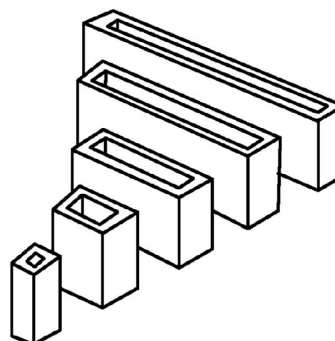


图 2-25 油槽形状

3、测定步骤

将澄清透明或经过滤的油脂样品注入适当长度的洁净油槽中，小心放入比色计内，切勿使手指印等污物粘附在油槽上。关闭活动盖，仅露出玻璃片的标尺及观察管。样品若是固态或在室温下呈不透明状态的液体，应在不超过熔点 10 °C 的水浴上加热，使之熔化后再进行比色。

比色时，先将黄色玻璃片固定后再打开灯，然后依次配入不同号码的红色玻璃片进行比色，直至玻璃片的颜色和样品的颜色完全相同或相近为止。黄色玻璃片可参考使用红色玻璃片的深浅来决定。

例如：棉子油、花生油：红色在 1.0~35，黄色可用 10.0；红色在 3.5 以上，黄色可用 70.0。牛油及脂肪酸：红色在 1.0~3.5，黄色可用 10.0；红色在 3.5~5.0，黄色可用 35.0；红色高于 5.0，黄色可用 70.0。豆油：红色 1.0~3.5，黄色可用 10；红色高于 3.5，黄色可用 70.0。椰子油及棕榈油：红色 1.0~3.9，黄色可用 6.0；红色高于 3.9，黄色可用 10.0。

如果油脂带有绿色，用红、黄两种玻璃片不能将样品的颜色调配到一致时，可用蓝色玻璃片调整。

4. 测定结果的表达

测定结果以红、黄和蓝色玻璃片的总数表示，注明使用的油槽长度。

5、注意事项

- (1) 配色时若色泽与样品不一致，可取最接近的稍深的色值。
- (2) 配色时，使用的玻璃片数应尽可能少。如黄色 35.0，不能以黄 15 和黄 20 的玻璃片配用。

2.8 pH 值的测定

溶液的 pH 值 (pH value) 的测定，在分析测试工作中占有很重要的地位，因为溶液 pH 值是很多化学反应顺利进行的重要条件之一，很多测试工作要在严格控制 pH 值条件下才能成功完

成。

pH 值是溶液中氢离子浓度的负对数值，公式表示如下：

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+] \quad (2-27)$$

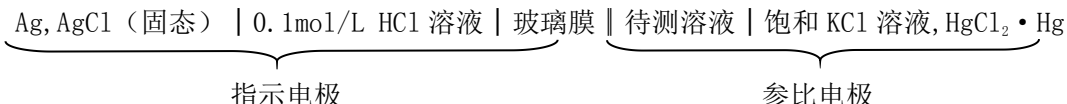
测定 pH 值的方法有比色法、酸度计测定法、pH 基准试剂法和电位滴定法，比色法就是用 pH 试纸进行比色对照，该法简便易行，但准确度不高，不适用于测定浑浊、有色的样品。

在通常的测定中，用酸度计测定溶液的 pH 值，是最简便、实用而又准确的方法。在此主要介绍酸度计测定法。

2.8.1 测定 pH 的原理

用酸度计测定溶液的 pH 值，其理论依据是根据能斯特（Nernst）方程式。

用一支指示电极和一支参比电极共同浸入待测溶液中组成一个原电池，电池的组成为：



通过原电池将溶液 pH 值转化为电位。25 °C 时，每相差一个 pH 值单位，产生 59.1 mV 的电位差，如式（2-32）所示。

$$E = K - 0.591\text{pH} \quad (2-28)$$

式中的 K 是一个不确定的常数，包含了指示电极、参比电极的电位和膜与待测溶液的界面电位对电动势的总贡献，在同样操作条件下， K 值保持不变。

所以，为了利用上述关系中的 K 值，可先用已知 pH 值的标准缓冲溶液，测定电池的电动势 E ，即可求出 K 。然后在相同条件下（即 K 值保持不变），测量由待测溶液构成的电池的电动势，就可算出待测溶液的 pH 值。

利用酸度计实际测定时，仪器上设有定位旋钮，当将电极插入标准缓冲溶液时，只要旋动定位旋钮，使仪器正好显示出该标准缓冲溶液的 pH 值。由此可见，测定操作中的“定位”，其实就是确定 K 值，但并不具体求出 K 的数值，而只是将其确定，并在测定待测溶液时保持 K 值不变。

由此可见，待测溶液的 pH 值是以标准溶液的 pH 值为基准的。因此，标准缓冲溶液的 pH 值的准确与否，直接影响着测定结果的准确性。

pH 值可直接从仪表的刻度上读数。温度差异引起的变化可通过仪器上的温度补偿装置加以校正。

2.8.2 测定仪器

1. 酸度计

经常也称为 pH 计。型号很多，不同型号的酸度计其测定原理相同，基本配置相似，仅测量精度、显示方式和外形结构有所差异。

2. 电极

酸度计的核心是参比电极和指示电极。参比电极常用的是饱和甘汞电极，指示电极常用的是玻璃电极。而近年来的酸度计则多将二者合一，制成复合电极，使用更为方便。

(1) 玻璃电极

玻璃电极的结构见图 2-26 所示。电极的电位随待测溶液的 pH 值改变而改变。玻璃电极的主要部分是一个玻璃球，球的下部是厚度为 0.2 mm 的玻璃薄膜。该薄膜只对 H^+ 离子有选择性，由于 H^+ 离子的迁移，在膜的两边就产生电位差。

(2) 甘汞电极

甘汞电极的结构见图 2-27 所示。它在一定温度下有固定的电极电位（25 °C 时，其值为 0.245 V），与被测溶液的 pH 值无关。

(3) 复合玻璃电极

复合玻璃电极是由玻璃电极和甘汞电极组合而成的。两个电极安装在两个同心的玻璃管中，从外表上看好象是一个电极，见图 2-28 所示。

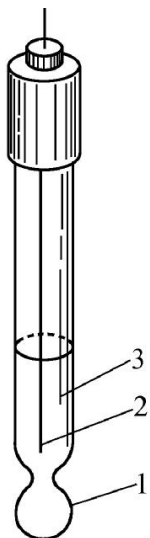


图 2-26 玻璃电极
1-玻璃膜； 2-Ag-AgCl 电极
3-0.1mol/L 的 HCl

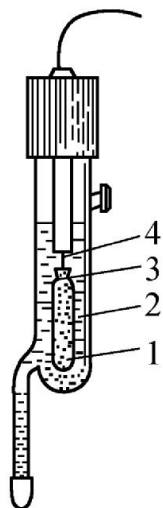


图 2-27 饱和甘汞电极
1- Hg₂Cl₂； 2- Hg
3-KCl； 5-铂丝

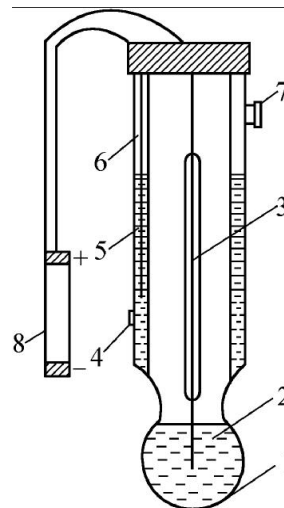
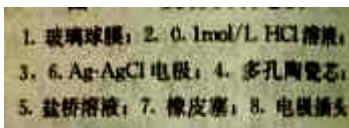


图 2-28 复合玻璃电极



图中多孔陶芯是复合玻璃电极的主要部件之一，直径为 2 mm。当将复合玻璃电极浸入溶液中时，多孔陶芯就把溶液和参比电极接通，与饱和 KCl 溶液一起，共同起到盐桥的作用。玻璃电极和参比电极用导线与电极插头 8 接通。玻璃电极与插头下端相接，是负极；参比电极与插头上端相接，是正极。两极间的电动势由于玻璃球泡的作用，随溶液的 pH 值的变化而变化。复合玻璃电极上的小口 7，用于补充盐桥溶液。

2.8.3 试剂

校正用标准缓冲溶液：标准缓冲溶液可按表 2-7 要求配制，称取规定量的试剂溶于 25 °C 水中，转移到 1 L 容量瓶中，加水至刻度线。所用水应为两次蒸馏水，用前应煮沸数分钟，赶走二氧化碳，冷却后使用。配好的溶液储于聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶中，有效期 30 d。不同温度下标准缓冲溶液的 pH 值见表 2-8。

表 2-7 标准缓冲溶液的配制

标准缓冲溶液	pH 值(25 °C)	1 L 溶液所含试剂规定量	试剂的热处理要求
草酸盐溶液	1.68	12.71 g 四草酸氢钾，溶于水，稀释至 1 L。	
酒石酸盐溶液	3.56	用外消旋酒石酸氢钾在 25 °C 时，剧烈振荡至饱和。	
苯二甲酸盐溶液	4.01	10.21 g 邻苯二甲酸氢钾	105 °C 干燥至质量恒定
磷酸盐溶液	6.86	3.39 g 磷酸二氢钾+3.53g 磷酸氢二钠	(110~130) °C 烘干 2h
硼酸盐溶液	9.18	3.80 g 硼砂	
氢氧化钙溶液	12.45	在 25 °C 时，氢氧化钙的饱和溶液	

表 2-8 不同温度时标准缓冲溶液的 pH 值

温度 / °C	标准缓冲溶液的 pH 值					
	草酸盐溶液	酒石酸盐溶液	苯二甲酸盐溶液	磷酸盐溶液	硼酸盐溶液	氢氧化钙溶液
0	1.67		4.01	6.98	9.40	13.42
5	1.67		4.01	6.95	9.39	13.31
10	1.67		4.00	6.92	9.33	13.00
15	1.67		4.00	6.90	9.27	12.81
20	1.68		4.00	6.88	9.22	12.63

25	1.68	3.56	4.01	6.86	9.18	12.45
30	1.69	3.55	4.01	6.85	9.14	12.30
35	1.69	3.55	4.02	6.84	9.10	12.14
40	1.69	3.55	4.03	6.84	9.07	11.98

2.8.4 测定步骤

1. 按照 pH 计说明书的要求进行操作，启动仪器，预热 10 min。
 2. 制备两种 pH 标准缓冲溶液，其中一种的 pH 值大于并接近待测溶液的 pH 值，另一种小于并接近待测溶液的 pH 值
 3. pH 计校正。将温度补偿旋钮调至标准溶液的温度处，依次用上述两种标准溶液作两点定位。将电极和塑料杯用水冲洗干净后，再用标准缓冲溶液冲洗 2 次~3 次，用滤纸吸干。注入 70 mL 标准溶液于塑料杯中，插入电极，校正仪器刻度。
 4. 样品的测定。小心移开校正液，先用水冲洗电极，再用试液洗涤电极。调节试液的温度至 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。将酸度计的温度补偿旋钮调至 25°C 。测定试液的 pH 值。
- 为了测得准确的结果，可将试液分成几份，重复操作，直到 pH 读数至少稳定 1 min 为止。

2.8.5 注意事项

1. 新的玻璃电极在使用之前，必须先在水中或 $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 的盐酸溶液中浸泡一昼夜以上，不用时，也最好浸泡在水中。
2. 玻璃电极的玻璃膜极易损坏，使用时应特别小心，玻璃膜不可沾有油污，若已沾有油污，可先浸入乙醇，再浸入乙醚或四氯化碳中，然后再浸入乙醇，最后用水冲洗干净。
3. 甘汞电极使用前必须检查一下毛细管，并保证其畅通。使用时，应把加氯化钾溶液处的小橡皮塞拔去，以保持毛细管有足够的液位压差，使少量的氯化钾溶液从毛细管中流出。不用时应将小橡皮塞塞上，再把电极下端的橡皮帽套上。并注意观察甘汞电极内溶液，应有少许氯化钾结晶存在，以证明其确为饱和溶液。

2.11 闪点和燃点的测定

石油产品、有机溶剂及其制品（如油漆）的闪点或燃点，是它们的重要特性指标。不仅关系到产品的质量，也影响到产品的贮存、运输的安全性能。

闪点（flash point）是指在规定的条件下，石油产品、有机溶剂及其制品被加热到它们的蒸气与空气的混合气发生闪火的最低温度，用符号 $t_{\text{fl,p}}$ 表示。

当上述混合气能被火焰点火器点燃、并至少能持续燃烧 5 s 时的最低温度，则称为燃点（fire point），用符号 $t_{\text{fl,p}}$ 表示。

测定闪点的方达有闭口杯法，适于测定闪点在 100°C 以下的流动液体；开口杯法，适于测定闪点在 $(100 \sim 300)^\circ\text{C}$ 之间的润滑油和深色石油产品。测定油漆用溶剂油的闪点应使用闭口杯法。

2.11.1 闭口杯法

1. 测定原理

在专用闭口闪点测定仪中，试样在连续搅拌下，以慢速升温，观测实验火焰引起试样上的蒸气闪火时的最低温度，即为实测的闭口闪点，再作修正即得 101.3 kPa 大气压下的闭口闪点。

2. 仪器设备

- 1) 闭口闪点测定仪：如图 2-31 所示。

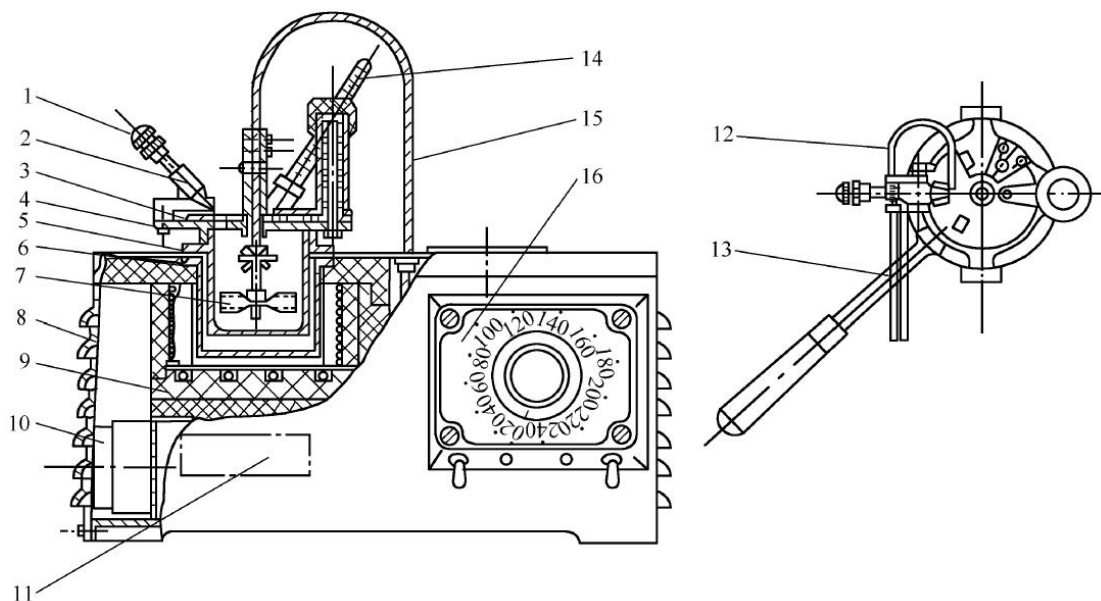


图2-31 闭口闪点测定仪

1. 点火器调节螺丝；2. 点火器；3. 滑板；4. 油杯盖；5. 油杯；6. 浴套；7. 搅拌桨；8. 壳体；9. 电炉盘；
10. 电动机；11. 名牌；12. 点火臂；13. 油杯手柄；14. 温度计；15. 传动软轴；16. 开关箱

2) 温度计：专用水银温度计，量程（-7~100）℃，最小分度值为1℃。

3) 防护屏：用镀锌铁皮制成，内壁涂成黑色，高（55~65）cm，宽度以能三方围着闭口闪点测定器而又方便操作为适宜，作挡风和避光使用。

④点火用燃料：通常为液化石油气。

⑤气压表：经检定合格。

3. 准备工作

1) 测定温度（室温）的控制：（20±5）℃。

2) 试样的脱水。若试样澄清透明，并经水分定性试验判断不含水分后，可直接测试；若试样含水，必须进行脱水。通常是往样品中加入无水硫酸钠，移上层清液供试验。

3) 油杯的清洗。油杯要用无铅汽油洗涤干净，再用冷空气（冷风）吹干。

4) 加试样。加样前油杯和空气浴都不得高于25℃。试样注入油杯时，杯中试样要装满到环形标记处。然后盖上清洁、干燥的杯盖。插入温度计，并将油杯放入空气浴中。

5) 安放好防护屏。

4. 步骤

1) 测定试验时的实际大气压。

2) 接通电源，启动搅拌器，开通电炉。调节电炉加热速度，不断地搅拌试样，升温速度控制为1℃/min。

3) 开通电炉的同时，引燃点火器。实验火焰应调整为接近球形，直径约为（3~4）mm。试样温度到达预期闪点前10℃时暂停搅拌，扭动滑板及点火器控制柄，使滑板滑开，将点火器伸入油杯上，点火试验一次。点火时，使火焰在0.5s内降到杯内含蒸汽的空间，停留1s即离开，并回到原位。如看不到闪燃现象，立即使滑板重新盖着油杯口，恢复搅拌。对于闪点低于104℃的样品，温度每升高1℃点火1次；对于闪点高于104℃的样品，温度每升高2℃点火1次。每次点火时，均应暂停搅拌，试验后应立即恢复搅拌。

当在试样液面点火第一次看到闪燃现象时，立即记录温度计示值，作为闪点的实测结果。继续点火试验，如果仍有闪燃现象，则第1次记录的闪点温度有效。否则无效，应更换试样重

新测定，测定结果以整数计。

每个试样均须作平行测定。平行测定结果的差值不得超过 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5. 测定结果

试样在101.3 kPa大气压力时的闭口杯法闪点 $t_{\text{fl.p}}$ 按式 (2-38) 计算。

$$t_{\text{fl.p}} = t_{\text{fl.p}}' + \Delta t \quad (2-38)$$

式中： $t_{\text{fl.p}}'$ ——实测的闭口杯法闪点， $^{\circ}\text{C}$ ；

Δt ——闭口杯法闪点修正值（见表2-12）。

表2-12 闭口杯法闪点修正值

大气压力 p / kPa	修正值 Δt / $^{\circ}\text{C}$
107.0~103.2	-1
99.4~95.6	1
95.5~91.7	2
91.6~87.8	3
87.7~84.0	4

(6) 注意事项

- 1) 测定仪器应放置在避风和光线较暗处，以便观察闪燃现象。
- 2) 样品杯需用无铅汽油或适宜的有机溶剂充分洗净并吹干后才能使用。
- 3) 试样水分含量超过0.05%时，必须预先脱水。
- 4) 向试样杯中注入试样时，注意不要洒在杯外壁，也不要溅在杯内壁刻度标记线以上的杯壁上。
- 5) 整个试验过程中。除了进行点火试验时暂停搅拌外，一定不要停止搅拌。

2.11.2 开口杯法

1. 测定原理

将试样装入内坩埚中到规定的刻度线。先迅速升温，然后缓慢升温，接近闪点时，恒速升温。在规定的温度间隔，用一个小的点火火焰按规定方式通过试样表面。点火器火焰使试样表面上的蒸气产生闪燃时最低的试样温度，即为开口杯法观测闪点。继续试验，直到用点火器火焰使试样表面上的蒸气点燃并至少持续燃烧5 s时，试样的最低温度即为开口杯法观测燃点。

2. 仪器装置

开口杯法测定闪点的装置如图2-32所示。其核心是内外两个坩埚，配以相应的温度计，加热源及支架等附件。外坩埚装入经过煅烧的细砂，使细砂表面距内坩埚的口部边缘约72 mm，并使内外坩埚底部之间的砂层厚度保持(5~8) mm。加热热源可用煤气、电炉，但测定闪点在200 $^{\circ}\text{C}$ 以上的试样时，必须使用电炉。

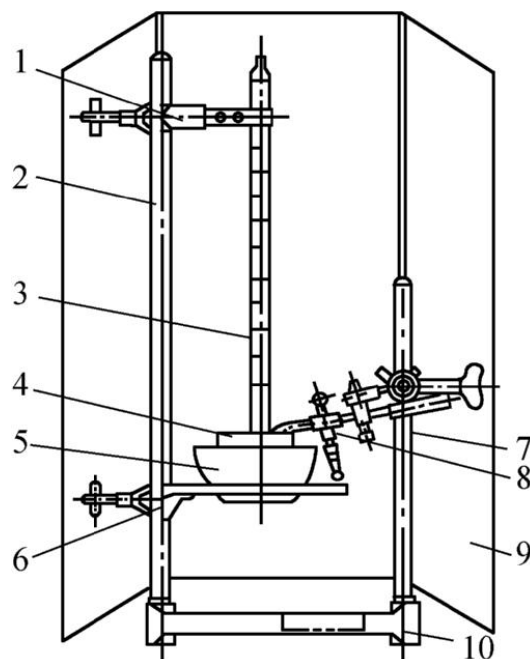


图 2-32

3. 测定步骤

1) 闪点的测定

① 将待测试样装入内坩埚，不要溅出，液面以上的坩埚内壁也不得粘有试样。装入的样品量规定如下：闪点小于或等于 $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的样品，样品量液面距坩埚口部边缘为 12 mm （即坩埚内壁下刻线处）；闪点高于 $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的样品，样品量液面距坩埚口部边缘为 18 mm （即坩埚内壁上刻线处）。

② 将装好样品的内坩埚小心地按要求置于外坩埚中。外坩埚中先装入厚度为 $(5\sim 8)\text{ mm}$ 的细砂。放好内坩埚后，再用细砂小心填充两坩埚间缝隙直至规定的高度。然后将坩埚平稳放在支架上的铁环中（或电热板上）。将温度计垂直地固定于温度夹上，其水银球泡应位于内坩埚中央，距坩埚底与液面的距离大致相等。

③ 加热坩埚，使试样温度逐渐升高，当温度达到预计闪点前约 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，调节加热速度，使试样温度能在达到闪点前约 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时以 $(4\pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度升温。

④ 点火试验。当试样温度达到预计闪点前约 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，将点火器的火焰移到距试样液面 $(10\sim 14)\text{ mm}$ 处，在该处水平面上沿坩埚内径直线移动。从坩埚一边移到另一边的时间为 $(2\sim 3)\text{ s}$ 。试样温度每升高 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，应重复一次点火试验。

⑤ 记录观测闪点。当液面上方最初出现蓝色闪燃火焰时，立即记录温度计示值，此即观测闪点值 $t_{\text{fl,p}}'$ ，同时记录大气压力。

2) 燃点的测定

如需要测定燃点，可在测定闪点之后，继续加热样品，升温速度仍维持 $(4\pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。当样品温度达到预计燃点前 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，将点火器的火焰移到距试样液面 $(10\sim 14)\text{ mm}$ 处，在该处水平面上沿坩埚内径直线移动。从坩埚一边移到另一边的时间为 $(2\sim 3)\text{ s}$ 。试样温度每升高 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，应重复一次点火试验。

当试样蒸气接触点火器火焰后立即着火并能持续燃烧不少于 5 s ，立即记录温度计示值，此即观测燃点值 $t_{\text{cp,p}}$ ，同时记录大气压力。

4. 结果报告

测量得到的观测闪点或观测燃点，需经修正，换算为标准压力下的值，才能报告分析结果。大气压力低于 99.3 kPa 时，修正值的计算公式与式 (2-38) 一致，但修正值 Δt 见表 (2-13)

所示。

表2-13 闭口杯法闪点修正值 Δt

实测压力	p/kPa	72.0	74.6	77.3	80.0	82.6	85.3	88.0	90.6	93.3	96.0	98.6
观测闪点 或观测然 点 / $^{\circ}\text{C}$	100	9	9	8	7	6	5	4	3	2	2	1
	125	10	9	8	8	7	6	5	4	3	2	1
	150	11	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1
	175	12	11	10	9	8	6	5	4	3	2	1
	200	13	12	10	9	8	7	6	5	4	2	1
	225	14	12	11	10	9	7	6	5	4	2	1
	250	14	13	12	11	9	8	7	5	4	3	1
	275	15	14	12	11	10	8	7	6	4	3	1
	300	16	15	13	12	20	9	7	6	4	3	1

注：观测闪点高于 300°C 时，也按 300°C 计算。计算结果仅精确到 1°C 。

将压力对闪点的影响修正后，将结果修约到整数位，作为测定的结果。

开口杯法测定闪点、闪点时，至少也要作两次重复测定。当同一操作者重复测定两次结果之差符合下列规定时，则取两次结果的平均值作为报告结果。

闪点 $\leq 150^{\circ}\text{C}$ 两次结果之差 $\leq 4^{\circ}\text{C}$
 $> 150^{\circ}\text{C}$ $\leq 6^{\circ}\text{C}$
 燃点 $\leq 6^{\circ}\text{C}$

5. 注意事项：

- ①内坩埚需用溶剂油洗涤后，在煤气灯上加热，以除尽粘附的溶剂油，待冷至室温后使用。
- ②试样含水若大于 0.1% ，必须脱水。可在试样中加入新煅烧并冷至室温的食盐、硫酸钠或无水氯化钙。闪点低于 100°C 的试样，脱水时不必加热，其他试样允许加热至 $(60\sim 80)^{\circ}\text{C}$ 。
- ③点火器的火焰应预先调至 $(3\sim 4)\text{mm}$ 。
- ④要正确区分试样蒸汽的闪火与点火器火焰的闪光。为此，除应事先将测定装置安放于避风且光线较暗处外。如闪燃现象仍不明显，必须在试样温度升高 2°C 时继续点火证实。

2.12 灰分的测定

灰分是化工产品和食品的一项常规指标。灰分是指样品经高温灼烧后残留下来的无机物又称矿物质（氧化物或无机盐类）。灰分的分类如下：水溶性灰分：K, Na, Mg, Ca；水不溶性灰分：泥砂, Fe, Al 盐；酸不溶性灰分：泥砂, SiO_2 ；水溶性灰分反映的是可溶性的钾、钠、钙、镁等的氧化物和盐类的含量。水不溶性灰分反映的是污染的泥沙和铁、铝等氧化物及碱土金属的碱式磷酸盐的含量。酸不溶性灰分反映的是污染的泥沙和食品中原来存在的微量氧化硅的含量。一般是测定总灰分的含量，总灰分包含了以上几种灰分。

2.12.1 测定原理

把一定量的样品经炭化后放入高温炉内灼烧，使有机物质被氧化分解，以二氧化碳、氮的氧化物及水等形式逸出，而无机物质以硫酸盐、磷酸盐、碳酸盐、氯化物等无机盐和金属氧化物的形式残留下来，这些残留物即为灰分，称量残留物的重量即可计算出样品中总灰分的含量。

2.12.2 材料与仪器

1. 试剂和材料

- 1) 乙酸镁 ($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)：分析纯。
- 2) 乙酸镁溶液 (80g/L)：称取8.0g乙酸镁 (3.1) 加水溶解并定容至100mL，混匀。
- 3) 乙酸镁溶液 (240g/L)：称取24g乙酸镁 (3.1) 加水溶解并定容至100mL，混匀。

2. 仪器和设备

马弗炉、分析天平（感量：0.1mg）、石英坩埚或瓷坩埚、干燥器、电热板、水浴锅。

2.12.3 分析步骤

1. 坩埚的灼烧

取大小适宜的石英坩埚或瓷坩埚置马弗炉中，在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灼烧0.5h，冷却至 200°C 以下后，取出，放入干燥器中冷却30min，准确称量，并重复灼烧至前后两次称量相差不超过0.5mg为恒重。

2. 称样

灰分大于10 g/100g 的试样称取2g~3g，精确至0.0001g；灰分小于10 g/100g 的试样称取3g~10g，精确至0.0001g。

3. 测定

液体和半固体试样应先在沸水浴上蒸干。固体或蒸干后的试样，先在电热板上以小火加热使试样充分炭化至无烟，然后置于马弗炉中，在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧4h。冷却至 200°C 以下后，取出，放入干燥器中冷却30min，在称量前如灼烧残渣有炭粒时，向试样中滴入少许水湿润，使结块松散，蒸干水分再次灼烧直至无炭粒即灰化完全，准确称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过0.5mg为恒重。

2.12.4 结果计算

按式（2-39）计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100 \quad (2-39)$$

式中： X_1 ——试样中灰分的含量，单位为克每百克（g/100g）；

m_1 ——坩埚和灰分的质量，单位为克（g）；

m_2 ——坩埚的质量，单位为克（g）；

m_3 ——坩埚和试样的质量，单位为克（g）。

含量 $\geq 10\text{g}/100\text{g}$ 时，保留三位有效数字，含量 $< 10\text{g}/100\text{g}$ 时，保留二位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

授课日期			教案编号	05
课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 241、241 (3+)	
教材名称	化妆品质量检验技术			
授课题目	第5章 通用化学参数的检测			
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4节			
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()			
教学目的	了解油脂的类型、功能和对产品质量的影响 熟悉油脂理化检验项目 掌握油脂理化检验项目的常规检验方法			
教学重点	能进行检验样品的制备 能进行相关溶液的配制 能根据油脂的种类和检验项目选择合适的方法 能按照标准方法对油脂相关项目进行检验, 给出正确结果			
教学难点	能根据油脂的种类和检验项目选择合适的方法 能按照标准方法对油脂相关项目进行检验, 给出正确结果			
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()			
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()		
	无 ()			
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()			
教学过程 时间安排	油脂物理性能的测定 (2学时) 酸值、皂化值的测定 (2学时)			
思考题				
作业				
教学后记				

第3章 油脂的检验

滴定分析法是将一种已知准确浓度的试剂溶液即标准溶液，通过滴定管滴加到待测组分的溶液中，直到标准溶液和待测组分恰好完全定量反应为止。这时加入标准溶液物质的量与待测组分的物质的量符合反应式的化学计量关系，然后根据标准溶液的浓度和所消耗的体积，算出待测组分的含量。这一类分析方法称为**滴定分析法**。滴加的溶液称为**滴定剂**，滴加溶液的操作过程称为**滴定**。当滴加的标准溶液与待测组分恰好定量反应完全时的一点，称为**化学计量点**。

通常利用指示剂颜色的突变或仪器测试来判断化学计量点的到达，而停止滴定操作的一点称为**滴定终点**。实际分析操作中滴定终点与理论上的化学计量点常常不能恰好吻合，它们之间往往存在很小的差别，由此而引起的误差称为**终点误差**。

滴定分析法是分析化学中重要的一类分析方法，它常用于测定含量 $\geq 1\%$ 的常量组分。此方法快速，简便，准确度高，在生产实际和科学研究中应用非常广泛。

滴定分析法主要包括酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法及沉淀滴定法等。

2.1 滴定反应的条件与滴定方式

一、滴定反应的条件

适用于滴定分析法的化学反应必须具备下列条件。

- (1) 反应必须定量地完成
- (2) 反应速度要快
- (3) 能用比较简便的方法确定滴定终点。

二、滴定方式

1. 直接滴定法：用标准溶液直接进行滴定，利用指示剂或仪器测试指示化学计量点到达的滴定方式，称为**直接滴定法**。

2. 返滴定法：通常是在待测试液中准确加入适当过量的标准溶液，待反应完全后，再用另一种标准溶液返滴剩余的**第一种标准溶液**，从而测定待测组分的含量，这种方式称为**返滴定法**。

3. 置换滴定法：此方法是先加入适当的试剂与待测组分定量反应，生成另一种可被滴定的物质，再用标准溶液滴定反应产物，然后由滴定剂消耗量，反应生成的物质与待测组分的关系计算出待测组分的含量，这种方法称为**置换滴定法**。

4. 间接滴定法：某些待测组分不能直接与滴定剂反应，但可通过其他的化学反应，间接测定其含量。

2.2 基准物质和标准溶液

一、基准物质

能用于直接配制或标定标准溶液的物质，称为**基准物质**，也称**标准物质**。

基准物质应符合下列要求。

- (1) 物质必须具有足够的纯度，其纯度要求 $\geq 99.9\%$ ，通常用基准试剂或优级纯物质；

- (2) 物质的组成应与化学式相符合；
- (3) 试剂性质稳定；
- (4) 基准物质的摩尔质量应尽可能大，这样称量的相对误差就较小。

能满足上述求的物质称为基准物质。

二、标准溶液的配制

配制标准溶液的方法一般有两种，及直接法和间接法。

1. 直接法

化学性质稳定纯度高的化合物，都可以直接配制为标准溶液。

2. 间接法

易挥发且纯度不高的物质不能直接配制为标准溶液，需要常用间接法。即先配制近似于所需浓度的溶液，然后用基准物质或另一种标准溶液来标定它的准确浓度。

授课日期	教案编号		05
课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 241、241 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第4章 香料和香精的检验		
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解香料和香精油脂的类型、功能和对产品质量的影响 ● 熟悉香料和香精理化检验项目 ● 掌握香料和香精理化检验项目的常规检验方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能进行检验样品的制备 ● 能进行相关溶液的配制 ● 能根据香料、香精的种类和检验项目选择合适的分析方法 ● 能按照标准方法对香料和香精相关项目进行检验，给出正确结果 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能根据香料、香精的种类和检验项目选择合适的分析方法 能按照标准方法对香料和香精相关项目进行检验，给出正确结果 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	香料理化性质的测定 (2学时) 日用香精的检验 (2学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第4章 香料和香精的检验

4.2 香料的理化性质测定

香料的应用性能在很大程度上决定其理化性质，通过理化性质的测定可以了解香料的质量和应 用性能的好坏。而表示香料理化性质的参数很多，有相对密度、折光指数、旋光度、熔点、冻点、 沸程、不溶性、油溶性、醇溶性、蒸发后残留物、pH 值、酸值、酯值、羰基化合物含量、酚含量等。 其中相对密度、折光指数、旋光度、熔点、冻点（凝固点）、沸程、pH 值等通用项目的测定方法已 在第2章进行了详细介绍，在此仅介绍几个代表性的理化性质的测定方法。

4.2.1 乙醇中溶解度的测定

单离或合成香料在乙醇中的溶解度是指：在规定温度下，1 mL 或 1 mg 的香料全部溶解于一定 浓度的乙醇水溶液时所需该乙醇水溶液的体积。

通过测定香料在乙醇水溶液中的溶解度，可以判断精油中萜类含氧化合物和萜烯的相对比例， 进而可以判断精油的质量。

1. 试剂

乙醇的水溶液：常用的乙醇水溶液的体积分数分别为 50 %、55 %、60 %、65 %、70 %、75 %、 80 %、85 %、90 %、95 %等。各种浓度的溶液可按表 4-2 用体积分数为 95%的乙醇与蒸馏水配置而 成。

表 4-2 乙醇和水混合液的配制

乙醇质量分数 /%	加入蒸馏水 体积 /mL	混合液相对密度 d_{20}^{20}	乙醇质量分数 /%	加入蒸馏水 体积 /mL	混合液相对密度 d_{20}^{20}
50	95.8	0.9316-0.9321	75	29.5	0.8740-0.8746
55	77.9	0.9214-0.9218	80	20.9	0.8605-0.8611
60	62.9	0.9105-0.9119	85	13.3	0.8461-0.8467
65	50.2	0.8990-0.8995	90	6.4	0.8303-0.8310
70	39.1	0.8869-0.8874	95	0.0	0.8124-0.8132

2. 仪器

- (1) 量筒：10 mL 或 20 mL，具磨砂玻璃塞，分刻度为 0.1 mL。
- (2) 移液管：1 mL。
- (3) 分析天平：精度为 0.000 1 g。
- (4) 温度计：分刻度为 0.1 °C 或 0.2 °C。

3. 测定步骤

准确量取或称取 1 mL 或 1 g 试样，置于量筒中，按规定温度在水浴中保温，用滴管缓缓地逐滴 加入一定浓度的乙醇水溶液，每次加入后均须摇匀，加入至溶液澄清时记录加入的乙醇溶液的毫升 数。

或按产品标准中溶解度的规定，一次加入规定浓度及体积的乙醇水溶液，保温并振摇片刻，如 能得到澄清溶液，即作为合格。

4. 结果的表示

香料在乙醇中溶解度可表示为：1 mL 或 1 g 香料溶解在____mL 体积分数为____%的乙醇中。

5. 注意事项

(1) 溶解度的测定常用乙醇作溶剂，如用其它溶剂时应在有关产品标准中指出。

(2) 在测定时，如加入某种浓度的乙醇溶液到 10 mL 时，尚不能得到澄清溶液，可试用浓度较高的乙醇溶液重新进行试验。

4.2.2 酸值或酸价的测定

精油的酸值 (A.V.) 是指：中和 1g 精油中游离酸所需氢氧化钾的质量 (mg)。

酸值是精油的一个重要的性能指标，通过酸值的测定可以了解精油的质量。一般来讲，精油中游离酸的含量很小，但若加工不当或贮存时间过久，由于精油成分分解、水解或氧化，都会使其游离酸的含量增大，香料的品质也就下降。

测量精油酸值的基本原理和步骤及结果表达与油脂酸值的测定基本一致，在此就不详述了，但测定时应注意以下几个方面。

1. 如果用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液测定酸值时用量超过 10 mL，则需减少试样重作，或改用 0.5 mol/L 氢氧化钠标准溶液来滴定。

2. 在测定醛类产品的酸值时，则掌握到粉红色呈现即为终点，因为活泼的醛类基团在滴定时极易被氧化成酸。

3. 对于色泽较深的试样可多加中性乙醇稀释。

4. 在测定甲酸酯类（如甲酸香叶酯、甲酸苄酯）的酸值时，由于该类化合物遇碱极易水解，使酸值偏高，因此测定此类试样时应保持在冰水浴中进行滴定。

5. 在测定水杨酸酯类的酸值时要用 50% 乙醇代替 95% 乙醇，并用酚红作指示剂。

6. 平行测定结果允许误差要求如下：酸值在 10 以下为 0.2；酸值在 10 以上为 0.5。

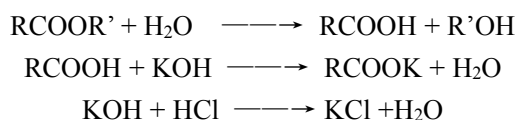
4.2.3 酯值或含酯量的测定

香料的酯值 (E.V.) 是指：中和 1g 精油中的酯在水解时产生酸所需氢氧化钾的质量 (mg)。

酯值与酸值一样都是香料重要的性能指标，通过酯值的测定可以了解香料产品的质量。

1. 测定原理

在规定的条件下，用标准氢氧化钾乙醇溶液加热水解酯类香料，然后用标准酸溶液滴定过量的碱。反应式如下：



2. 试剂

(1) 中性分析乙醇或中性精制乙醇：体积分数为 95%。

(2) 氢氧化钾乙醇溶液： $c_{\text{KOH}} = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

(3) 氢氧化钠标准溶液： $c_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

(4) 酚酞指示剂。

(5) 盐酸标准溶液： $c_{\text{HCl}} = 0.5 \text{ mol/L}$ ；或硫酸标准溶液： $c_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0.25 \text{ mol/L}$ 。

3. 仪器

(1) 皂化瓶：耐酸玻璃制成，容量为 150 mL，具有冷凝管或长约 1 m、直径约 10 mm 的空气冷凝管。

(2) 滴定管：50 mL；移液管 25 mL；分析天平；沸水浴。

4. 测定步骤

称取适量试样（精确至 0.000 2 g）于 150 mL 皂化瓶中，加入 5 mL 体积分数为 95 % 的乙醇和两滴酚酞指示剂，滴加氢氧化钠溶液中和游离酸，用移液管准确加入 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液，连接空气冷凝管或冷凝器，在沸水浴上回流 1 h。

冷却至室温，取下空气冷凝管或冷凝器，加入 5~10 滴酚酞指示剂，用盐酸（或硫酸）标准溶液滴定至粉红色消失为止（如皂化后色泽较深，滴定前可加 50 mL 蒸馏水稀释），记录消耗酸的体积。同时不加试样按上述步骤进行空白试验。

平行试验结果的允许误差为 0.5 %。

5. 结果计算

(1) 香料的酯值 (E.V.) 按式 (4-1) 计算。

$$E.V. = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} \quad (4-1)$$

式中： V_0 ——空白试验所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

V_1 ——滴定试样所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

c ——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

m ——试样的质量；

56.1——KOH 的摩尔质量，g/mol。

(2) 香料含酯量的质量分数 w 按式 (4-2) 计算。

$$w = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times Mr}{10m} \quad (4-2)$$

式中： Mr ——酯相对摩尔质量，g/mol。

4.2.4 羰基化合物含量的测定

醛、酮类羰基化合物是天然精油的重要芳香成分，羰基化合物含量的多少对精油的香气特征具有重要影响。香料中羰基化合物含量的测定方法很多，常用的有：中性亚硫酸钠法、盐酸羟胺法、游离羟胺法等等，本节仅介绍国标第一法——中性亚硫酸钠法。

1. 测定原理

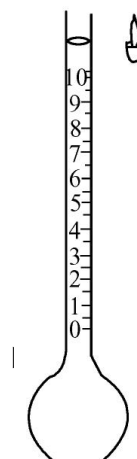
中性亚硫酸钠法测定羰基化合物含量的基本原理是：用中性亚硫酸钠溶液与醛或酮在沸水浴中发生加成反应释放出氢氧化钠，逐渐用酸中和释放的氢氧化钠使酮反应完全。比较反应前后精油的体积，可计算出精油中羰基化的含量。

2. 试剂

(1) 中性亚硫酸钠饱和溶液。以酚酞为指示剂，在澄清的亚

醛或
酮

硫酸



钠饱和溶液中加入亚硫酸氢钠溶液（30%）使呈中性。在使用时新鲜配制并过滤。

- (2) 乙酸溶液：质量比为 1 : 1。
- (3) 酚酞指示剂：质量分数为 1 % 的乙醇溶液。

3. 仪器

- (1) 醛瓶：如图 4-1，150 mL，瓶颈上有（0~10）mL 刻度，分刻度为 0.1 mL。
- (2) 移液管：10mL。
- (3) 沸水浴。

4. 测定步骤

用移液管移取经过滤的试样 10 mL 注入醛瓶中，加入 75 mL 中性亚硫酸钠饱和溶液，振摇使之混合。加入 2 滴酚酞指示剂，随即置于沸水浴中加热，并不断振荡。当粉红色显现时，加入数滴乙酸溶液，使瓶内混合液的粉红色褪去，重复加热振荡。当粉红色不再显现时，加入数滴酚酞指示剂，继续加热 15 min。如不再显现粉红色，取出冷却至室温。如仍有粉红色显现，则再加热振荡并滴加乙酸溶液至粉红色褪去。取出冷却至室温。当油层与溶液完全分开后，加入一定量的中性亚硫酸钠饱和溶液，使油层全部上升至瓶颈刻度处，读取油层的体积（mL）。

5. 结果计算

醛或酮含量的体积分数 φ 按式（4-3）计算。

$$\varphi = \frac{V - V_1}{V} \quad (4-3)$$

式中： V ——试样的体积，mL；
 V_1 ——油层的体积，mL。

6. 注意事项

- (1) 如试样中含有金属杂质，则将试样摇匀后取约 50 mL，再加入约 0.5 g 酒石酸，搅和静置后过滤备用。
- (2) 如有油滴粘附瓶壁时，可将瓶置于掌心快速旋转或轻敲瓶壁，使油滴全部上升至瓶颈。
- (3) 冷却至室温时，有时会发现少量亚硫酸盐加成物从溶液中沉淀出来，而且往往留存在油层和溶液层之间，这样使读数发生困难。可用滴管沿细颈内壁滴加几滴水，以使油层和溶液层分离清晰。
- (4) 平行试验结果的允许误差为 1 %。

4.2.5 含酚量的测定

酚羟基是要发香基团之一，酚含量的多少对香料的香气品质有着直接影响。

1. 测定原理

把已知容量的香料与强碱作用，使酚类物质转化为可溶性的酚盐，然后测量未被溶解的香料的体积，即可计算出含酚量的体积百分含量。由于酚的钾盐比钠盐更易溶解，固测定时用氢氧化钾效果更好。

2. 试剂

- (1) 酒石酸：粉末状。
- (2) 氢氧化钾溶液：质量分数为 5%，不含氧化硅和氧化铝。
- (3) 二甲苯：加适量氢氧化钾溶液于分液漏斗中，振摇，分层后取上层二甲苯备用。

3. 仪器

1. 醛瓶：125 mL 或 150 mL，颈长约 15 cm，具 10 mL 刻度和 0.1 mL 分刻度。刻度的零线应稍高于园柱形颈部的底处，园柱形壁和垂直颈部构成的角度为 30°。
2. 移液管：2 mL、10 mL；锥形瓶：100mL；分液漏斗：250mL。

4. 测定步骤

(1) 试样处理：酚类精油往往色泽较深，测定前需进行脱色处理。方法是，取 10 mL 以上精油，按每 50 g 精油加 1 g 酒石酸的比例加入酒石酸粉末，充分振荡，过滤后干燥备用。

(2) 试样测定：用移液管吸取 10 mL 经处理的试样于醛瓶中，加入 75 mL 氢氧化钾溶液，在沸水浴中加热 10 min，并至少振摇 3 次。然后，沿瓶壁缓缓加入氢氧化钾溶液，再加热 5 min，使未溶解的油层完全上升到醛瓶有刻度的颈部。为了便于分离附着在壁上的油滴，可用两手旋转醛瓶和轻敲瓶壁。静置、分层，冷却至室温，读取油层的体积。

如发现有一定量的乳浊液不能分层，可用移液管加入 2 mL 二甲苯，用玻璃棒搅拌乳化层，静置分层。如乳液消失，可读取油层的体积。如乳液仍不消失，可在最初振摇前加入 2 mL 二甲苯重复试验。在后两种情况下，应从读数中减去 2 mL 二甲苯的体积。

5. 结果计算

香料含酚量的体积分数 φ 按式(4-4)计算，平行测定结果允许误差为 1%。

$$\varphi = \frac{V - V_1}{V} \quad (4-4)$$

式中：V——试样体积，mL；

V_1 ——试样未被溶解部分的体积，mL。

4.3 日用香精的检验

日用化学品种类繁多，用途、用法和形态各不相同，配方组成和性能也千差万别。为了满足不同产品的加香要求，日化用香精产品可分为三大类型：

- (1) 化妆品用香精：包括膏霜、香水、花露水、香粉、发油、腊用香精等。
- (2) 内用香精：包括牙膏、唇膏、餐具洗涤剂、风油精制品用香精等。
- (3) 外用香精：包括香皂、护发素、洗涤用品、洗衣粉及其它加香产品用香精。

由于香精是由若干种香料及其它添加剂的混合物，即便是同一香型的香精，也可以有数十种不同的配方。因此，香精的检验很难制定一个统一的标准。香精的质量标准一般都是由生产厂家自行拟定的企业标准。但在拟定企业标准时，必须遵循表 4-3 的香精技术要求。

表 4-3 香精的技术要求

指标名称	化妆品用香精	内用香精	外用香精	备注
色泽	符合同一型号标样			标样的确定、认可和保存等均由国
香气	符合同一型号标样的特征香气			

折光指数 (20℃)	$n_{\text{标样}} \pm 0.005$			家主管部门审发, 并定期更换。
相对密度 (25℃)	$D_{\text{标样}} \pm 0.008$			
重金属 (以 Pb 计), mg/kg	≤ 10	—		
含砷量 (As), mg/kg	≤ 5	≤ 3	—	
pH 值	≤ 8			

日化用香精的质量检验一般包括：色泽、香气、折光指数、相对密度、重金属限量（以 Pb 计）、含砷量、pH 值、乙醇中的溶解度等，检验标准及检验方法一般引用香料的检验方法。对化妆品用香精，还要按照化妆品卫生标准要求对禁用物质和限用物质的检验。在此仅介绍重金属限量（以 Pb 计）、含砷量的测定。

4.3.1 重金属（以 Pb 计）的测定

香料香精的应用范围日益扩大，使得人们接触香料香精的机会日益增多。许多香料香精产品在使用时直接与人的皮肤接触或直接入口，所以香精产品的安全性尤为重要，重金属含量就是其中的一个重要指标。

1. 测定原理

在酸性（pH3~4）条件下，试样中的重金属离子与硫化氢作用，生成棕黑色物质，与同法处理的铅标准溶液比较，做限量试验。

2. 试剂

- (1) 氨水：体积比为 1：3 的溶液。
- (2) 冰乙酸溶液：质量分数为 30% 的溶液。
- (3) 酚酞指示剂：质量分数为 10% 的乙醇溶液。
- (4) 饱和 H₂S 水溶液。将 H₂S 气体通入脱 CO₂ 的新鲜蒸馏水中至饱和为止。该溶液必须现配现用。
- (5) 铅标准贮备液： $\rho(\text{Pb})=0.1 \text{ g/L}$ 。准确称取 0.160 g 分析纯 Pb(NO₃)₂ 溶于蒸馏水中，加入 1 mL 硝酸，依入 1 L 容量瓶中，加蒸馏水稀释至刻度。有效期 2 个月。
- (6) 铅标准使用溶液： $\rho(\text{Pb})=0.01 \text{ g/L}$ 。使用前，用移液管准确吸取 10 mL 标准贮备液于 100 mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。该溶液必须使用前新鲜配制。

3. 仪器

- (1) 分析天平、蒸发皿、马弗炉。
- (2) 纳氏比色管：50 mL，配套的 2 只比色管。

4. 测定步骤

- (1) 标准色溶液的配制：用移液管取 2 mL 铅标准使用液，加入 50 mL 纳氏比色管中，用量筒加入 0.5 mL 乙酸溶液，加水稀释至 25 mL，再加入 10 mL 饱和 H₂S 溶液后，摇匀，于暗处静置 10 min。
- (2) 试样的测定：称取 2 g 试样（精确至 0.1 g）置于 50 mL 蒸发皿中，于沸水浴上蒸干，先用小火炭化，然后于 550℃ 灰化。

冷却后，加 0.5 mL 乙酸溶液，溶解后加 20 mL 蒸馏水（必要时过滤）。置于 50 mL 纳氏比色管中，加 1 滴酚酞指示剂，用氨水溶液调至淡红色，加 0.5 mL 乙酸溶液，加水至 25 mL，加入 10 mL 饱和 H₂S 水溶液，摇匀，在暗处放置 10 min。

用目视比色法比较试样溶液和标准色溶液的颜色，若 10 min 内试样颜色不深于标准色溶液颜色，

则试样重金属含量（以 Pb 计）即为合格。

4.3.2 含砷（As）量的测定

砷及其化合物都具有很强的毒性，在日用化学品中必须严格控制其含量。

1. 测定原理

先以 KI、 SnCl_2 将五价 As 还原为三价 A。然后，与新生态氢（由锌粒与酸作用生成）作用生成砷化氢，砷化氢使溴化汞试纸产生黄色至橙色的色斑。最后比较试样砷斑和标准砷斑的颜色，判断试样的含砷量是否合格。

2. 试剂

(1) 盐酸：体积比为 1：1 的溶液。将 1 体积盐酸慢慢加入 1 体积蒸馏水中，搅拌均匀，冷却后备用。

(2) 氧化镁。

(3) 硝酸镁溶液：质量分数为 10 %。

(4) KI 溶液：质量分数为 15 %。

(5) 盐酸溶液： $\rho(\text{SnCl}_2)=40\text{g/L}$ 。称取 40.0g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，置于干燥烧杯中，加 40mL 盐酸溶解，再用盐酸稀释至 100mL。

(6) 无砷锌粒。

(7) 乙酸铅棉花。称取 5.0 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 和 15 g NaOH，溶于 80 mL 蒸馏水中，稀释至 100 mL。将脱脂棉浸入该乙酸铅溶液中，湿透取出，除去多余溶液，晾干，保存于密闭瓶中。

(8) 砷标准贮备液： $c(\text{As})=0.1\text{ mg/mL}$ 。称取 0.1320 g As_2O_3 （已于硫酸干燥器中干燥至恒重），溶于 1.2 mL 温热的 NaOH 溶液中，移入 1 L 容量瓶中，加蒸馏水稀释至刻度。

(9) 砷标准使用液： $c(\text{As})=0.001\text{ mg/mL}$ 。使用前用移液管准确移取 10.0 mL 砷标准贮备液于 1 L 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀备用。

(10) 溴化汞试纸。将剪成直径 10 cm 的圆形滤纸片 5 % 溴化汞乙醇溶液中浸渍 1 h 以上，保存于冰箱中备用。使用前取出于暗处晾干。

3. 仪器

(1) 测砷装置：见图 4-2，两套。玻璃测砷管上部装有乙酸铅棉花，下部插入橡皮塞中，使小孔恰好在橡皮塞下露出。溴化汞试纸固定于玻璃测砷管上端平面与玻璃帽下端平面之间。

(2) 分析天平、沸水浴、马弗炉、干燥器。

(3) 蒸发皿：50 mL 瓷质蒸发皿。

4. 测定步骤

(1) 试样砷斑的制备

称取 1 g 香精试样（精确至 0.1 g）置于 50 mL 蒸发皿中，加 1 g 氧化镁及 5 mL 硝酸镁溶液（同

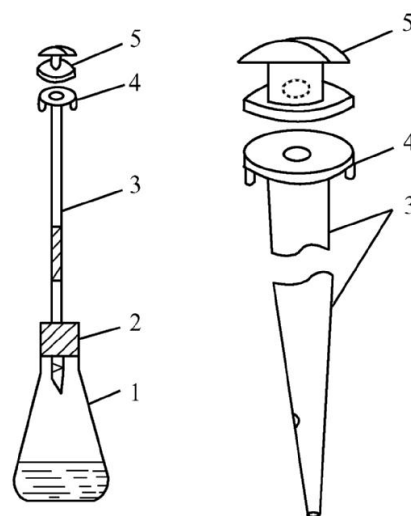


图 4-2 测砷装置图

1-10mL 锥形瓶； 2-橡皮塞；
3-测砷管； 4-管口； 5-玻璃帽

时取同量的氧化镁及硝酸镁溶液作空白)，在水浴上蒸干后，用小火加热炭化，再于（500~600）℃灼烧至灰化完全。

冷却后，加少量水，再加盐酸溶液并溶解残渣，加水至总体积为 23 mL。移入锥形瓶中，加 5 mL 盐酸、5 mL 碘化钾溶液及 5 滴氯化亚锡溶液，摇匀后，在室温静置 10 min。

加 2 g 无砷金属锌，立即将已装好的乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上，于（25~30）℃暗处放置 1 h，溴化汞试纸即产生色斑，即试样砷斑。

（2）标准砷斑的制备

用移液管取 3 mL 砷标准使用液，按上述同样的方法进行处理即得标准砷斑。

（3）比色

用目视法比较试样砷斑和标准砷斑颜色，若试样砷斑颜色不深于标准砷斑颜色，则试样中含砷量符合标准，记录比色结果。

授课日期	教案编号		06
课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 241、241 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第6章 样品的取样和前处理		
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 2节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解表面活性剂的类型、功能和对产品质量的影响 ● 熟悉表面活性剂理化检验项目 ● 掌握表面活性剂理化检验项目的常规检验方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能进行检验样品的制备 ● 能进行相关溶液的配制 ● 能根据表面活性剂的种类和检验项目选择合适的分析方法 ● 能按照标准方法对表面活性剂相关项目进行检验，给出正确结果 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能根据表面活性剂的种类和检验项目选择合适的分析方法 能按照标准方法对表面活性剂相关项目进行检验，给出正确结果 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	表面活性剂的基本性能试验 (2 学时) 表面活性剂的类型鉴别 (2 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 5 章 表面活性剂的检验

5.1 表面活性剂的基本性能试验

5.1.1 表面活性剂发泡力的测定

泡沫是表面活性剂的基本特征之一。泡沫与表面活性剂的许多用途相关，如泡沫灭火器、泡沫浮选、泡沫钻井液等。表面活性剂泡沫性能的测定方法有搅动法、气流法、倾注法等。国际标准（ISO 696-1975）和国家标准（GB/T 7462-94）中采用的是罗氏泡沫仪的测定方法。下面介绍表面活性剂发泡力的测定方法（改进 Ross-Miles 法）。本方法参照 GB/T 7462-1994，适用于所有的表面活性剂。然而测量易于水解的表面活性剂溶液的发泡力，不能给出可靠的结果，因为水解物聚集在液膜中，并影响泡沫的持久性。也不适用于非常稀的表面活性剂溶液发泡力的测定。

1. 方法原理

使 500 mL 表面活性剂溶液从 450 mm 高度流到相同溶液的液体表面之后，测量得到的泡沫体积。

2. 仪器设备

(1) 泡沫仪：由分液漏斗、计量管、夹套量筒及支架部分组成。见图 5-1 至图 5-4。

1) 分液漏斗：容量 1 L，其构成为有一个球形泡与长 200 mm 的管子相连接，管的下端有一旋塞。分液漏斗梗在旋塞轴心线以上 150 mm 处带一刻度，供在试验中指示流出量的下限。在分液漏斗旋塞轴线下 40 mm 处严格地垂直于管的长度切断管子的下端。图 5-1。

2) 计量管：不锈钢材质，长 70 mm，内径 (1.9 ± 0.02) mm，壁厚 0.3 mm。管子的两端用精密工具车床垂直于管的轴线精确地切割。计量管压配入长度为 $(10 \sim 20)$ mm 的钢或黄铜安装管，安装管的内径等于计量管的外径，外径等于分液漏斗的玻璃旋塞的底端管外径。计量管上端和安装管上端应在同一平面上，用一段短的厚橡皮管（真空橡皮管）固定安装管，使得安装管的上端和玻璃旋塞的底端管相接触。如图 5-2。

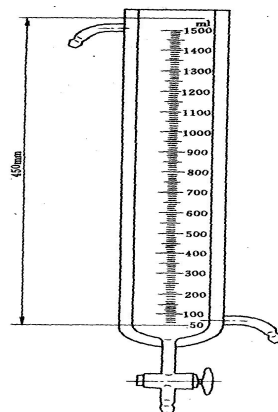
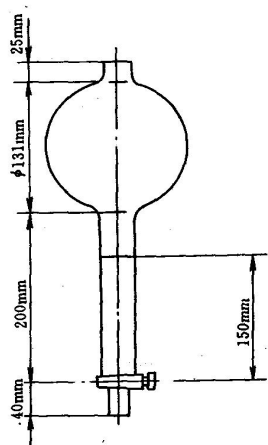
3) 夹套量筒：容量 1.3 L，刻度分度 10 mL。由壁厚均匀的耐化学腐蚀的玻璃管制成，管内径 (65 ± 1) mm，下端缩成半球形，并焊接一梗管直径 12 mm 的直孔标准锥形旋塞，塞孔直径 6 mm。下端 50 mL 处刻一环形标线，由此线往上按分度 10 mL 刻度，直至 1300 mL 刻度，容量准确度应满足 (1300 ± 13) mL。距 50 mL 标线以上 450 mm 处刻一环形标线，作为计量管下端位置标记。量筒外焊接外径约 90 mm 的夹套管，如图 5-3。

4) 支架：使分液漏斗和量筒固定在规定的相对位置，并保证分液漏斗流出液对准量筒中心，如图 5-4。

(2) 刻度量筒：500 mL。

(3) 容量瓶：1000 mL。

(4) 恒温水浴：带有循环水泵，可控制水温于 (50 ± 0.5) °C



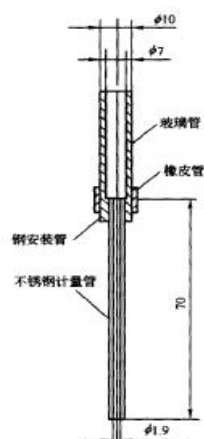


图 5-1 分液漏斗图

图 5-2 计量管装配图

图 5-3 夹套量筒

3. 检验步骤

(1) 仪器的清洗

彻底清洗仪器是试验成功的关键。试验前尽可能将所有玻璃器皿与铬酸硫酸混合液接触过夜。然后用水冲洗至没有酸，再用少量的待测溶液冲洗。

将安装管和计量管组件在乙醇和三氯乙烯的共沸混合物蒸气中保持 30 min, 然后用少量待测溶液冲洗。

对同一产品相继间的测量，用待测溶液简单冲洗仪器即可，如需要除去残留在量筒中的泡沫时，不管用什么方法来完成，随后都要用待测溶液冲洗。

(2) 仪器的安装

用橡皮管将恒温水浴的出水管和回水管分别连接至夹套量筒夹套的进水管（下）和出水管（上），调节恒温水浴温度至 $(50 \pm 0.5) ^\circ\text{C}$ 。

安装带有计量管的分液漏斗，调节支架，使量筒的轴线和计量管的轴线相吻合，并使计量管的下端位于量筒内 50 mL 溶液的水平面上 450 mm 标线处。

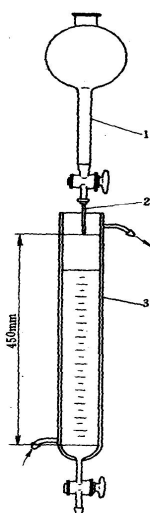


图 5-4 仪器装配示意图

1-分液漏斗, 2-计量管, 3-夹套量筒

(3) 待测样品溶液的配制

将待测样品，按其工作浓度或其产品标准中规定的试验浓度配制溶液。配制溶液先调浆，然后

用所选择的已预热至 50 °C 的水溶解。必须很缓慢地混合，不搅拌，以防止泡沫形成，保持溶液于 (50±0.5) °C，直至试验进行。

稀释用水可用鼓泡法制备经空气饱和的蒸馏水或用 3 mmol/L 钙离子 (Ca²⁺) 硬水。

在测量时溶液的时效，应不少于 30 min，不大于 2 h。

(4) 灌装仪器

将配制的溶液沿着内壁倒入夹套量筒至 50 mL 标线，不使在表面形成泡沫。也可用灌装分液漏斗的曲颈漏斗来灌装。

第一次测定时，将部分试液灌入分液漏斗至 150 mm 刻度处，并将计量管的下端浸入保持 (50±0.5) °C 的盛有试液的小烧杯中，用连接到分液漏斗顶部的适当抽气器吸引液体。这是避免在旋塞孔形成气泡的最可靠方法。将小烧杯放在分液漏斗下面，直到测定开始。

为了完成灌装，用 500 mL 刻度量筒量取 500 mL 保持在 (50±0.5) °C 的试液倒入分液漏斗，缓慢进行此操作。为了避免生成泡沫，可用一专用曲颈漏斗，使曲颈的末端贴在分液漏斗的内壁上来倾倒试液。为了随后的测定，将分液漏斗放空至旋塞上面 (10~20) mm 的高度。仍将分液漏斗放在盛满 (50±0.5) °C 的试验溶液的烧杯中，再用试验溶液灌装分液漏斗至 150 mm 刻度处，然后，如上所述，再次倒入 500 mL 保持在 (50±0.5) °C 的试验溶液。

(5) 测定

使溶液不断地流下，直到水平面降至 150 mm 刻度处，记录流出时间。流出时间与观测的流出时间算术平均值之差大于 5 % 的所有测量应予忽略，异常的长时间表明在计量管或旋塞中有空气泡存在。在液流停止后 30 s、3 min 和 5 min，分别测量泡沫体积（仅仅泡沫）。

如果泡沫的上面中心处有低洼，按中心和边缘之间的算术平均值记录读数。

进行重复测量，每次都要配制新鲜溶液，取得至少 3 次误差在允许范围的结果。

4. 检验结果

以所形成的泡沫在液流停止后 30 s、3 min 和 5 min 的体积 (mL) 来表示结果，必要时可绘制相应的曲线。以重复测定结果的算术平均值作为最后结果。重复测定结果之间的差值不超过 15 mL。

5.1.2 表面活性剂表面张力及界面张力的测定

表面张力是液体的，尤其是表面活性剂水溶液的一种基本性质。表面张力是指由自由表面能引起的沿液面表面作用在单位长度的力，在数值上同单位表面上的自由表面能相等。表面张力是反映表面活性剂表面活性大小的一个重要物化性能指标。

溶液的表面测定条件非常敏感，即使微小的变动也容易影响表面张力的测定。为了测得可靠的表面张力，测定前必须注意以下几点：首先，必须在液面不振动的干净环境中操作。例如，水面易与尘埃、油气接触而污染，瞬间约可变化 10 mN/m。其次，要正确控制温度，测定体系尽可能密闭。这样，因蒸发引起的液面浓缩和温度不稳可被抑制到最小范围。水的表面张力 ($\gamma_{\text{H}_2\text{O}}$) 与温度

(t) 有如下关系：

$$\gamma_{\text{H}_2\text{O}} = 75.680 - 0.138t - 0.356 \times 10^{-3}t^2 + 0.47 \times 10^{-6}t^3$$

所以希望温度变化控制在 ±0.1 °C 以内。再者，应该注意水的精制纯化，除去所含的痕量表面活性杂质等，以达到表面研究所必要的试剂纯度。此外，表面活性剂溶液的表面张力达到平衡的时间可从数分钟到数小时，因此必须根据实验的目的选择合适的方法。最好在一段时间内多次测量，以得到表面张力对时间的曲线，由曲线的平坦位置，确定表面达平衡的时间。

测定表面张力的方法很多，有用平板、U 形环或圆环拉起液膜法、毛细管法、最大气泡压力法、滴体积法、悬滴法等。我国国标中，则规定了圆环拉起膜法及滴体积法测定表面张力的方法，在此

介绍圆环拉起液膜法。

1. 方法原理

将圆环放在一只测量杯中待测的表面活性剂溶液中，当拉起环时，有一作用力垂直作用于圆环上，测量垂直作用于圆环，使圆环从此表面脱离所需要的最大力。

本方法参照 QB/T 1323-1991，用圆环拉起液膜测定含一种或几种表面活性剂的水溶液或有机溶液表面张力。可测定表面活性剂和洗涤剂溶液的表面张力，也适用于纯溶液或溶液的表面张力。

2. 仪器设备

(1)表面张力计：由水平平台、测力计和仪表组成。

1)水平平台：用微调螺丝可使其垂直上下移动；装有千分尺能估计 0.1 mm 的垂直位移。

2)测力计：能连续测量作用于测量单元上的力，并具有至少 0.1 mN/m 的准确度。

3)仪表：用于指示或记录测力计测量值。

装置应防震避风。整个仪器要用天平罩保护起来，这有利于减小温度变化和尘埃污染。

(2)铂铱环：铂铱丝直径 0.3 mm。环的周长通常为 (40~60) mm，用一铂丝铰形环固定在悬杆上 (见图 5-5)。

(3)测量杯：玻璃制品，内径至少 8 cm。对于纯液体的测定，理想的测量杯是矩形平行六面体小皿，边长至少 8 cm；这种形状有利于用洁净的玻璃棒或聚四氟乙烯板刮净液体表面。

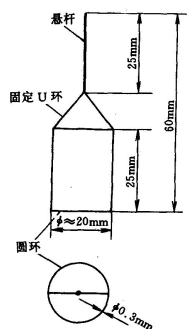


图 5-5 铂铱环

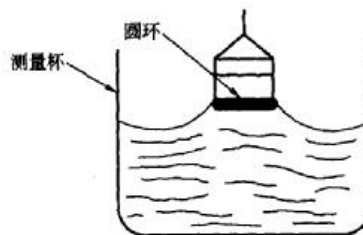


图 5-6 用圆环测定

3、试剂

蒸馏水：二级水，注意防止污染。

4、检验步骤

(1)表面活性剂溶液的配制

取一定量的表面活性剂样品，配成试样溶液，溶液的温度要保持一定，温度变化应在 0.5 °C 之内。配制表面活性剂溶液时应注意：

1)配制测定溶液用作溶剂的水应是重蒸馏水，20 °C 时水的表面张力至少 71 mN/m。软木塞和橡皮塞决不能用于制备蒸馏水的蒸馏装置接口中，或用来塞盛水的容器。

2)溶液的温度应精确保持在 ±0.5 °C 之内。（注：在临界温度点，如在克拉夫特温度，环氧乙烷缩合物的混浊温度等附近进行的测定，常由于误差大而失败。最好在高于克拉夫特温度或低于环氧乙烷缩合物的混浊温度下进行）。

3)因溶液表面张力随时间而变化，表面活性剂的性质、纯度、浓度和吸附倾向，在这些变化中都起着特殊的作用，很难建议一个标准时效周期，所以需要在一段时间内进行几次测量，作出表面张力对时间的函数曲线，求出其水平部分的位置，即可得到溶液达到平衡状态的时效，能将表面张力值作为时间的函数记录下来的自动化仪器非常适合于这种测量。

4) 溶液表面对于大气尘埃或附近溶剂的蒸气污染非常敏感, 所以不要在进行测定的房间里处理挥发性物质。

5) 建议用移液管从大量液体的中心吸取待测液体的试验份, 因为表面可能易受不溶性粒子或尘埃的污染。

(2) 清洗仪器

如果污垢(如聚硅酮)不能被硫酸铬酸液、磷酸或过硫酸钾硫酸溶液除去, 则可用甲苯、四氯乙烯或氢氧化钾甲醇溶液预洗测量杯。如果不存在这种污垢, 或者这种污垢已被清洗, 则用热的硫酸铬酸洗液洗涤测量杯, 然后用浓磷酸(83%~92%)洗涤, 最后用重蒸馏水冲洗至中性。测量前, 用待测液冲洗几次。要避免触摸测量元件和测量杯内表面。

(3) 校正仪器

可用两种方法进行校正:

1) 用一系列已知质量的游码, 放在圆环上, 调节测力计使其平衡, 记录下刻度盘读数。绘游码质量/刻度盘读数曲线图, 该曲线在测力计测量范围内为直线, 求出直线的斜率。该法操作时间较长, 但是非常精确。仪器读出值表面张力 γ 按式(5-1)计算, 单位为 mN/m。

$$\gamma = \frac{m \times g}{b} \quad (5-1)$$

式中: m ——游码的质量, g;

b ——圆环的周长, $b = 4\pi r$, m;

r ——圆环的半径, m;

g ——重力加速度, m/s^2 。

2) 用已知准确表面张力的纯物质。调好张力, 如需要, 按测量步骤进行操作, 直至观察到读数与校正液体的已知值相符。这种方法快速。一些纯有机液体的表面张力值列于表 5-2。

表 5-1 与空气接触的水的表面张力 (mN/m)

温度/°C	表面张力	温度/°C	表面张力	温度/°C	表面张力	温度/°C	表面张力
-10	77.10	15	73.48	24	72.12	50	67.90
-5	76.40	16	73.34	25	71.96	60	66.17
0	75.62	17	73.20	26	71.82	70	64.41
+5	74.90	18	73.50	27	71.64	80	62.60
10	74.20	19	72.89	28	71.47	90	60.74
11	74.07	20	72.75	29	71.31	100	58.84
12	73.92	21	72.60	30	71.15		
13	73.78	22	72.44	35	70.35		
14	73.64	23	72.28	40	69.55		

表 5-2 纯有机液体与空气的表面张力 (20°C)

液 体	表面张力/(mN·m ⁻¹)	密度(20°C)/(g·m ⁻³)	沸点/°C
甘油	63.4	1.260	290
二碘甲烷	50.76	3.325	180
喹啉	45.0	1.095	237
苯甲醛	40.04	1.050	179
溴代苯	36.5	1.499	155
乙酰乙酸乙酯	32.51	1.025	180
邻二甲苯	30.10	0.880	144
正辛醇	27.53	0.825	195
正丁醇	24.6	0.810	117
异丙醇	21.7	0.785	82.3

(4) 测量

1) 张力计水平调节：在平台上放一水准仪，调节仪器底板上的调节螺丝，直至平台成水平。

2) 测定：将盛有待测液的测量杯放在平台上，并处于圆环的下方。升起平台用液体表面作镜子，观察几乎与液体表面接触的圆环的像。检查圆环的周边是否水平。

升高平台使圆环刚一接触液面即被拉入液体。继续升高平台至测力计再一次处于平衡。因圆环浸入液体时，扰乱了表面层的排列，需要等几分钟后再次测定。

缓慢降低平台直至测力计稍微失去平衡。然后，调节施加于测力计的力以及平台的位置，随着圆环的周边处于液体自由表面上，测力计恢复平衡。

用微调螺杆降低平台，同时调节施加于测力计的力，使测力计始终保持平衡，直至连接圆环和液体表面的“膜”破碎，仔细注意施加在“膜”碎裂瞬间时的力。

5、结果计算

试液的表面张力 γ 按式 (5-2) 计算，单位为 mN/m。

$$\gamma = f \times F / (4 \pi r) \quad (5-2)$$

式中： F ——当连接圆环与液体表面的“膜”破裂瞬间，或“膜”较低的弯月面脱离的瞬间施加于张力计的力， $F = k \times g \times$ 刻度盘读数，mN；

r ——圆环的半径，m；

k ——校正曲线斜率，g/刻度；

g ——重力加速度，m/s²；

f ——校正因子，因在“膜”破裂前的瞬间，或“膜”的弯月面底部脱离前的瞬间，圆环的内部和外部弯月面之间不是完全对称的（见图 5-6），应考虑作用在圆环上表面张力的方向。 f 值取决于圆环的半径，铂铱丝的粗细，待测液体的密度，以及“膜”破裂前的瞬间或“膜在自由表面上升高的液体的体积。

5.2 表面活性剂的类型鉴别

表面活性剂品种繁多，对未知的表面活性剂首先需要快速、简便、有效地确定其离子型，即确定阴离子、阳离子、非离子及两性表面活性剂，是非常必要。下面我们介绍几种表面活性剂离子类型的鉴别方法。

5.2.1 泡沫特征试验

这个试验可以初步鉴定存在的表面活性剂的类型，可以和下面其他试验联合应用。具体操作步骤如下。

在一支沸腾管中，用几毫升水摇动少量醇萃取物，如果生成泡沫，表示存在表面活性剂。加 2~3 滴稀盐酸溶液，摇动，如果泡沫被抑制，表示在其他表面活性剂中存在肥皂；如果泡沫保持，表

示存在除肥皂外的表面活性剂。若在这种情况下加热至沸，并沸腾几分钟，如果泡沫消失，并形成脂肪层，表示存在易水解阴离子洗涤剂（烷基硫酸盐或烷基醚硫酸盐）；如果泡沫保持，表示存在不易水解的阴离子洗涤剂（烷基（芳基）磺酸盐）、阳离子或非离子表面活性剂，或其混合物。

5.2.2 亚甲基蓝-氯仿试验

亚甲基蓝是水溶性染料，但阴离子表面活性剂与亚甲基蓝可形成可溶于氯仿的蓝色络合物，从而使蓝色从水相转移到氯仿相。利用该性质可定性定量分析阴离子表面活性剂。

(1) 溶液的配制

1) 亚甲基蓝溶液：将 6.8 g 浓硫酸缓慢地注入约 50 mL 水中，待冷却后加亚甲基蓝 0.03 g 和无水硫酸钠 50 g，溶解后加水稀释至 1 L。

2) 阴离子表面活性剂溶液： $\rho_B = 0.5 \text{ g/L}$

(2) 检验步骤

移取 5 mL 试样于在带玻璃塞的试管中，加入 10 mL 亚甲基蓝溶液和 5 mL 氯仿，塞上塞子充分振荡后静置分层，观察两层颜色。如氯仿层呈蓝色，表示有阴离子表面活性剂存在。

因为试剂是酸性的，如果存在肥皂的话，则已经分解成脂肪酸，所以肥皂不能被检出。

如果水层的颜色较深，则表明存在阳离子表面活性剂，因为试剂是酸性的，两性表面活性剂通常呈（微弱的）阳性结果。

如果水层呈乳状，或两层基本呈同一颜色则表明有非离子表面活性剂存在。如果有疑问，可用 2mL 水代替试样溶液进行对照试验。硝酸盐、磷酸盐等无机盐不会产生干扰。

本试验的改良方法是在 5 mL 试样溶液中加入 10 mL 亚甲基蓝溶液和 5 mL 氯仿，将混合物振荡（2~3）min，然后使其分层，观察两层颜色，若氯仿层呈蓝色的话，则表明存在阴离子表面活性剂。再加入试样溶液，则氯仿层产生更深的蓝色。

5.2.3 混合指示剂颜色反应

(1) 溶液配制

混合指示剂溶液参照 GB 5173-1985。

(2) 检验步骤

将少量试样溶于水中，分成两份，把一份溶液的 pH 值调节到 1，另一份 pH 调节到 11，然后各加 5mL 混合指示剂溶液和 5 mL 氯仿，振荡后静置分层，观察氯仿层的颜色。氯仿层都显粉红色时，表示存在阴离子表面活性剂。非离子表面活性剂和磺基甜菜碱显阴性（无色）。甲基牛磺酸烷基酯、肥皂和肌氨酸盐在碱性条件下显粉红色，在酸性条件下显阴性。烷基甜菜碱在碱性条件下显蓝色，在酸性条件下显阴性。季铵盐阳离子表面活性剂都显蓝色。氧化胺、氧肟酸季铵盐和叔胺及其卤化物在酸性条件下显蓝色，在碱性条件下显阴性。

5.2.4 磺基琥珀酸酯试验

在大约 1 g 试样的醇萃取物中加入过量 $\rho(\text{KOH}) = 30 \text{ g/L}$ 的氢氧化钾乙醇溶液，并沸腾 5 min。过滤沉淀（琥珀酸钾），用乙醇洗涤并干燥。将部分沉淀与等量的间苯二酚混合，加 2 滴浓硫酸，在小火焰上加热至混合物变黑，立即冷却并溶于水中，用稀氢氧化钠溶液使呈碱性。若产生强的绿色荧光，则表示存在磺基琥珀酸酯。

5.2.5 溴酚蓝试验

(1) 溶液配制

溴酚蓝溶液：将 $c(\text{乙酸钠}) = 0.2 \text{ mol/L}$ 的乙酸钠溶液 75 mL、 $c(\text{乙酸}) = 0.2 \text{ mol/L}$ 的乙酸 95mL 和 $\rho(\text{溴酚蓝}) = 1 \text{ g/L}$ 的溴酚蓝乙醇溶液 20mL 混合，调节 pH 值至 3.6~3.9。

(2) 操作步骤

调节 10 g/L 试样溶液至 pH 值为 7, 加 2~5 滴试样溶液于 10 mL 溴酚蓝试剂溶液中, 若呈现深蓝色, 则表示存在阳离子表面活性剂。两性长链氨基酸和烷基甜菜碱(内铵盐)呈现轻微蓝色和紫色荧光。非离子表面活性剂呈阴性, 而且在与阳离子表面活性剂共存时并不产生干扰。低级胺亦呈阴性。

5.2.6 浊点试验

浊点法适用于聚氧乙烯类表面活性剂的粗略鉴定。浊点测定法未必敏锐, 也就是说, 在其他物质共存时会受到影响, 当存在少量阴离子表面活性剂时会使浊点上升或受抑制。无机盐共存时会使浊点下降。

制备 10 g/L 试样溶液, 将试样溶液加入试管内, 边搅拌边加热, 管内插入 (0~100) °C 温度计一支。如果呈现浑浊, 逐渐冷却到溶液刚变透明时, 记下此温度即为浊点。若试样呈阳性, 则可推定含有中等 E0 数的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。如加热至沸腾仍无浑浊出现, 可加入食盐溶液 ($\rho = 100 \text{ g/L}$), 若再加热后出现白色浑浊, 则表面活性剂是具有高 E0 数的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。

如果试样不溶于水, 且常温下就出现白浊, 那么在试样的醇溶液中再加入水, 要是仍出现白浊, 则可推测为低 E0 数的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。

5.2.7 硫氰酸钴盐试验

硫氰酸钴铵试剂溶液: 将 174 g 硫氰酸铵与 28 g 硝酸钴共溶于 1 L 水中。

滴加硫氰酸钴铵试剂溶液于 5 mL $\rho = 10 \text{ g/L}$ 的试样溶液中, 放置, 观察溶液颜色, 若呈现蓝色的话, 则表示存在聚氧乙烯型非离子表面活性剂。呈现红色至紫色为阴性。阳离子表面活性剂呈同样的阳性反应。

5.2.8 氧肟酸试验

(1) 溶液配制

- 1) 盐酸羟胺溶液: 在 15 mL 水中溶解 7 g 盐酸羟胺, 并加入 78 g 2-甲基戊二醇-2,4。
- 2) 盐酸醇溶液: 将 44 mL 2-甲基戊二醇-2,4 和 4 mL $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/L}$ 盐酸混合。
- 3) 氢氧化钾醇溶液: 在 20 mL 水中溶解 3.3 g 氢氧化钾, 并加入 45 g 2-甲基戊二醇-2,4。
- 4) 氯化亚铁溶液: $\rho(\text{FeCl}_2) = 100 \text{ g/L}$ 。

(2) 检验步骤

在 0.1 g 无水试样中加入 1 mL 盐酸羟胺溶液, 加热使溶解或分散, 冷却后, 加入氢氧化钾醇溶液或盐酸醇溶液, 直至刚果红试纸呈酸性。将其温和地煮沸 3 min 后冷却, 加入 2 滴氯化亚铁溶液, 紫色或者深红色表示存在脂肪酰烷醇胺非离子表面活性剂。应注意脂肪酰烷醇胺硫酸盐也呈现同样反应。

授课日期

教案编号

07

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 7 章 化学分析法在化妆品质量检验当中的应用		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解合成洗涤剂的类型、功能和对产品质量的影响 ● 熟悉合成洗涤剂理化检验项目 ● 掌握合成洗涤剂理化检验项目的常规检验方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能进行检验样品的制备 ● 能进行相关溶液的配制 ● 能根据合成洗涤剂的种类和检验项目选择合适的分析方法 ● 能按照标准方法对合成洗涤剂相关项目进行检验，给出正确结果 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 能根据合成洗涤剂的种类和检验项目选择合适的分析方法 能按照标准方法对合成洗涤剂相关项目进行检验，给出正确结果 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	液体洗涤剂的检验 (4 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 6 章 合成洗涤剂的检验

6.2 液体洗涤剂的检验

液体洗涤剂是合成洗涤剂中的一个大类，合成洗涤剂中产量最大的是洗衣粉，发展最快的是液体洗涤剂。由于液体洗涤剂在品种、性能、生产工艺等方面较固体洗涤剂有很多优点，因此国内外生产企业竞相开发。

液体洗涤剂是以水或其他有机溶剂作为基料的洗涤用品，它具有表面活性剂溶液的特性。一般将具有洗涤作用的液体产品称为液体洗涤剂。按照用途或功能分为餐具液体洗涤剂、织物液体洗涤剂、洗发香波和皮肤清洁剂以及硬表面清洗剂。

餐具液体洗涤剂和衣料用液体洗涤剂的物理化学性能见表 6-3、表 6-4。

表 6-3 手洗餐具用洗涤剂的理化指标

项 目	指 标
外观	不分层，无悬浮物或沉淀
气味	符合规定香型，无异味
稳定性	(40±1)℃恒温 24h，不分层；(-3~-10)℃恒温 24h，恢复到 15~25℃，无结晶，无沉淀
总活性物含量，%	≥ 15
pH 值(25℃, 1%溶液)	4.0~10.5
去污力	不小于标准餐具洗涤剂
荧光增白剂	不得检出
甲醇, mg/g	≤ 1
甲醛, mg/g	≤ 0.1
砷(1%溶液中以砷计), mg/kg	≤ 0.05
重金属(1%溶液中以铅计), mg/kg	1

注：本表中黑体字为强制性指标。

表 6-4 衣料用液体洗涤剂的物理化学指标 (QB/T 1224-2007)

项目	指标		
总活性物含量/%	普通型 ≥ 12	浓缩型 ≥ 25	
pH (25° C, 0.1%溶液)	≤ 10.5		
规定污布的去污力 ^a	A 级	B 级	C 级
	三种污布的去污力 ≥ 标准粉去污力	二种污布的去污力 ≥ 标准粉去污力	一种污布的去污力 ≥ 标准粉去污力
a. 试验溶液浓度：标准粉为 0.2%，普通型试样为 0.3%，浓缩型试样为 0.2%。 规定的污布：JB-01、JB-02、JB-03；各级产品应通过 JB-01 污布。			

6.2.1 液体洗涤剂的稳定性试验

按 GB 9985—2000 标准感观指标，液体产品稳定性于 $(-3\sim-10)$ °C 的冰箱中放置 24 h，取出恢复至室温时观察无结晶，无沉淀； (40 ± 1) °C 的保温箱中放置 24 h，取出立即观察不分层，不混浊，且不改变气味。液体洗涤剂的稳定性试验分低温稳定性及高温稳定性试验两种。

1. 低温稳定性试验

将液体洗涤剂倒入洁净的 60 mL 无色透明玻璃磨口试剂瓶中，加塞。置于 (-5 ± 2) °C 冰箱中，24h 取出，恢复到 $(15\sim 25)$ °C，观察外观，应不分层，无沉淀。

2. 高温稳定性试验

将液体洗涤剂倒入洁净的 60 mL 无色透明玻璃磨口试剂瓶中，加塞。置于 (40 ± 2) °C 冰箱中，24 h 取出，恢复到 $(15\sim 25)$ °C，观察外观，应不分层，无沉淀。

6.2.2 液体洗涤剂的 pH 值的检验

液体洗涤剂的 pH 值按照 GB 6368-1993 表面活性剂的 pH 值测定来进行，以样品的 1 % 水溶液 25 °C 时进行测定，具体测定方法见本书第 2 章 2.8 介绍。

6.2.3 液体洗涤剂的发泡力的测定

液体洗涤剂的发泡力测定按 GB 7462-1994 表面活性剂的发泡力测定来进行。用 $c=2.5$ mmol/L 的 Ca^{2+} 硬度的水配制样品的 0.25 % 溶液，用罗氏泡沫仪按表面活性剂发泡力的测定方法测定。

6.2.4 液体洗涤剂总活性物含量的测定

在一般情况下，餐具洗涤剂产品的总活性物含量按“乙醇萃取法”测定。当餐具洗涤剂产品配方中含有不完全溶于乙醇的表面活性剂组分时，则按“三氯甲烷萃取法”测定。若产品配方中含有尿素，乙醇萃取法的总活性物含量应将尿素扣除；三氯甲烷萃取法则应对定量后的萃取物进行尿素测定并予以扣除。织物液体洗涤剂总活性物含量的测定则按粉状洗涤剂活性物含量测定，参照 GB/T 13173.2-2000 来进行。

1. 乙醇萃取法

与粉状洗涤剂活性物含量测定方法一致。

2. 三氯甲烷萃取法

(1) 方法原理

三氯甲烷能溶解洗涤剂中所有表面活性剂而不溶解无机盐。样品经干燥脱水后，用三氯甲烷反复萃取，收集萃取物，驱除三氯甲烷，烘干、称量。但是如果洗涤剂中含有尿素也能被部分溶解，因此必须用定量的溶解物测定尿素含量并予以扣除方为真正的总活性物含量。样品在偏酸性条件下，所含尿素被尿素酶分解为铵盐，用酸滴定，由此计算尿素含量。

(2) 仪器设备

索氏抽提器：250 mL；烧杯：100 mL；量筒：50 mL；抽滤瓶：500 mL；玻璃过滤漏斗：G4 40 mL；玻璃三角漏斗： $\phi 5\text{cm}$ ；碘量瓶：250 mL；具塞滴定管：10 mL。

(3) 试剂

1) 三氯甲烷、丙酮、甲苯。

- 2) 尿素酶: 0.5 g 以下可将 0.25 g 尿素于 (40~45) °C 在 1 h 内完全分解。
 3) 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。
 4) 甲基橙水溶液: $\rho(\text{甲基橙}) = 1 \text{ g/L}$ 。

(4) 检验步骤

1) 餐具洗涤剂中总活性物含量的测定: 称取均匀样品 2 g (称准至 0.001 g) 于 100 mL 烧杯中, 置 (105±2) °C 烘箱中, 2 h 后取出, 冷却至室温, 加入 50 mL 三氯甲烷置 50 °C 水浴上加热使之完全溶解, 将烧杯取下冷却至室温, 静置沉降, 倾倒上层清液至玻璃过滤漏斗进行抽滤, 滤液收集于 500 mL 抽滤瓶中, 尽可能将不溶物留在烧杯中, 再以 (40~50) °C 的三氯甲烷重复洗涤抽滤三次, 每次用 20 mL 三氯甲烷。

小心将三氯甲烷溶液由抽滤瓶通过三角漏斗转入已恒重的底瓶中, 用少量温热的三氯甲烷将溶解物转移完全, 将底瓶接好索氏抽提器在水浴锅上回收溶剂, 待底瓶内容物蒸干时, 加 3mL 丙酮, 待丙酮完全蒸发后, 将底瓶放入 (105±2) °C 烘箱内烘 2 h 取出, 放在干燥器内冷却 30 min, 称量。重复操作至恒重 (两次相继称重之差小于 3 mg)。

2) 餐具洗涤剂中尿素含量的测定

称取均匀样品 0.5 g (称准至 0.001 g) 于碘量瓶中, 加入 50 mL 蒸馏水溶解, 加入 1 滴甲基橙指示剂, 用盐酸中和至橙色 (不计量), 加入 0.2 g 粉碎较细的尿素酶立即加塞, 用 1~2 滴甲苯封口, 并用塑料纸、橡皮筋包好 (以防产生的压力冲启瓶盖), 置 50 °C 水浴中不时摇晃, 30 min 后取出冷却。最后用 $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 的盐酸标准溶液滴定至如同中和时出现的橙色。同时做一空白试验。

(5) 结果计算

- 1) 试样中活性物质量分数 ω_1 按式 (6-9) 计算

$$\omega_1 = m_1/m \quad (6-9)$$

式中: m_1 ——三氯甲烷溶解物, g;

m ——试验份的质量, g。

活性物的平行测定结果之差应不超过 0.3 %。以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

- 2) 试样中尿素质量分数 ω_2 按式(6-10)计算

$$\omega_2 = (V_1 - V_0) \times c \times 3 / m \quad (6-10)$$

式中: V_1 ——样品消耗 0.1 mol/L 盐酸标准溶液体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗 0.1 mol/L 盐酸标准溶液体积, mL;

c ——0.1 mol/L 盐酸标准溶液的浓度, mL;

m ——试验份质量, g。

尿素含量的平行测定结果之差应不超过 0.1 %, 以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

- 3) 试样中总活性物质量分数按式 (6-11) 计算

$$\omega = \omega_1 - \omega_2 \quad (6-11)$$

安全措施: 三氯甲烷挥发性强且有毒, 故操作过程应在通风柜中进行。

6.2.5 餐具液体洗涤剂去污力测定

1. 去油率法 (仲裁法)

(1) 方法概要

使标准人工污垢均匀附着于载玻片上, 用规定浓度的餐具洗涤剂溶液在规定条件下洗涤后, 测定污垢的去除百分率。本方法适用于各种配方的餐具洗涤剂。

(2) 仪器设备

- 1) 架盘天平、分析天平、电磁加热搅拌器、镊子、高型烧杯。
- 2) RHLQ-II型立式去污测定机及相应全套设备。
- 3) 温度计： $0^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ ， $0^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 。
- 4) 显微镜用载玻片： $2\text{mm}\times 76\text{mm}\times 26\text{mm}$ 。
- 5) 搪瓷盘： $300\text{mm}\times 400\text{mm}$ 。

(3) 试剂

- 1) 盐酸水溶液：体积比为1:6。
- 2) 氢氧化钠水溶液： $\rho(\text{NaOH})=50\text{ g/L}$ 。
- 3) 硬水：称取16.7 g氯化钙和24.7 g硫酸镁配制10 L，约为2 500 mg/L硬水。使用时取1 L冲至10 L即为250 mg/L硬水。硬水标定按GB/T 6367-1997进行。
- 4) 单硬脂酸甘油酯、牛油、猪油、精制植物油、乙氧基化烷基硫酸钠(C_{12-15})70型、烷基苯磺酸钠。
- 5) 无水氯化钙、无水乙醇、尿素、硫酸镁。

(4) 检验步骤

1) 人工污垢的制备

混合油配方：以牛油、猪油、植物油质量比为0.5:0.5:1配制，并加入其总质量5%的单硬脂酸甘油酯，此即为人工污垢（置冰箱冷藏室中保质期6个月）。

将人工污垢置电炉上加热至 180°C ，搅拌保持此温度10 min，将烧杯移至电磁搅拌器搅拌，自然冷却至所需温度备用。涂污温度推荐参考：当室温为 20°C 时，需油温 80°C ；室温为 25°C 时，需油温 45°C ；当室温低于 17°C 或高于 27°C 时，试验不宜进行，需要在空调间进行。必要时应使用附冷冻装置的立式去污机。

2) 污片的制备

将载玻片上沿画出10 mm线，以示涂污限制在此线以下；将载玻片下沿画出5 mm线，以示擦拭多余油污限制在此线以下。

3) 新购载玻片需要在洗涤剂溶液中煮沸15 min后，清水洗涤至不挂水珠再置酸性洗液中浸泡1 h后，清水漂洗及蒸馏水冲洗，置干燥箱干燥后备用。

4) 标准餐具洗涤剂的配制

称取烷基苯磺酸钠14份，乙氧基化烷基硫酸钠1份，无水乙醇5份，尿素5份，加水至100份，混匀，用盐酸或氢氧化钠调节pH至7~8，备用。

5) 涂污

将洁净的载玻片以四片为一组置称量架上，用分析天平精确称重（准确至1 mg）为 m_0 ，将称重后的载玻片逐一夹于晾片架上，夹子应夹在载玻片上沿线以上，将晾片架置搪盘内准备涂污。

待油污保持在确定的温度时，逐一将载玻片连同夹子从晾片架上取下，手持夹子将载玻片浸入油污中至10 mm上沿线以下（1~2）s，缓缓取出，待油污下滴速度变慢后，挂回原来晾片架上依次制备污片。油污凝固后，将污片取下用滤纸或脱脂棉将污片下沿5 mm内底边及两侧多余的油污擦掉，再用镊子夹沾有石油醚的脱脂棉擦拭干净。室温下晾置4 h后，在称量架上用分析天平精确称量为 m_1 。此时每组污片上污量应保证 $(0.5\pm 0.05)\text{ g}$ 。

6) 试验程序

将已知涂污量的载玻片插入对应的洗涤架内准备洗涤。

将去污机接通电源，洗涤温度设置为 30°C ，回转速度设置为160 r/min，洗涤时间设置为3 min。

称取5.00 g待测试样于2 500 mL硬水中，摇匀后，分别量取800 mL试液于立式去污机的三个洗涤桶中，待试液温度升至 30°C 时，迅速将已知重量的污片连同洗涤架对应地放入洗涤桶内，当最后一只洗涤架放入洗涤桶后开始计浸泡时间，同时迅速将搅拌器装好，浸泡1 min时，启动去污机，开始洗涤，3 min时，机器自动停机，迅速将搅拌器取下，取出洗涤架，将洗后污片逐一夹挂

在原来的晾片架上，挂晾 3 h 后将污片置相应称量架称量为 m_2 。

(5) 结果表示

1) 去油率 ω 按式 (6-12) 计算。

$$\omega = (m_1 - m_2) / (m_1 - m_0) \quad (6-12)$$

式中： m_0 ——涂污前载玻片质量，g；

m_1 ——涂污后载玻片质量，g；

m_2 ——洗涤后污片的质量，g。

2) 去污力判断

若被测餐具洗涤剂的去油率不小于标准餐具洗涤剂的去油率，则该餐具洗涤剂的去污力判为合格，否则为不合格。

三组结果的相对平均偏差 $\leq 5\%$ 。

(6) 注意事项

1) 每批试验应为标准餐具洗涤剂准备三组污片，为每一个待测试样各准备三组污片。

2) 由于涂污条件不同会对去油率测定结果带来影响，故同一批涂污的载玻片无论能够设置多少待测试样，必须带三组测定标准餐具洗涤剂加以对照。

2. 泡沫位法

(1) 方法概要

将一定量的人工污垢涂在盘子上，在规定浓度的餐具洗涤剂溶液中洗涤，由于洗下的污垢能消除洗涤液的泡沫，每一种洗涤剂溶液能洗净的盘子个数（即污垢量）与其去污力有关，以表面泡沫层消失至一半作为洗涤的终点，洗盘的个数作为去污能力和评价。本方法不适用于低泡型餐具洗涤剂的去污力测定。

(2) 仪器设备

1) 架盘天平：感量 0.1 g，最大称量 100 g。

2) 架盘天平：感量 0.2 g，最大称量 200 g。

3) 白色搪瓷盆：上口直径 45 cm，容积 8 L。

4) 白色瓷菜盘（大、中、小三种）：大盘外径约为 250 mm，盘底涂污部分直径约为 190 mm；中盘外径约为 200 mm，盘底涂污部分直径约为 140 mm；小盘外径约为 160 mm，盘底涂污部分直径约为 100 mm。

5) 猪棕油漆刷：38 mm 和 102 mm。

6) 下口瓶：5 000 mL；烧杯：150 mL；量筒：1 000 mL；细口瓶：5 000 mL；秒表。

(3) 试剂

全脂奶粉、小麦粉、新鲜鸡蛋。

(4) 检验步骤

1) 人工污垢的配制

人工污垢的配方如下：混合油 15%，小麦粉 15%，全脂奶粉 7.5%，新鲜全鸡蛋液 30%，蒸馏水 32.5%。

根据需要涂污盘子个数确定配制污垢量，按上述配方比例称取各组份需要的量。

先将新鲜鸡蛋去壳置烧杯中，搅拌均匀备用，将小麦粉和全脂奶粉混合均匀，将混合油置烧杯中加热至 (50~60) °C 熔化，将混合均匀的小麦粉和全脂奶粉转入熔化的混合油的烧杯中搅拌，再将鲜蛋液分数次加入烧杯中搅拌均匀，最后分数次将水加入烧杯中，搅拌成细腻的人工污垢，作涂污使用（现用现配）。

2) 涂污

将配制好的污垢和 38 mm 猪棕油漆刷置 200 g 架盘天平称量后，用减量法控制污垢量逐个涂污

于盘子上。大盘涂污量为 4 g，中盘涂污量为 2 g，小盘涂污量为 0.8 g。若以大盘为单位，则 1 个中盘相当于 0.5 个大盘，一个小盘相当于 0.2 个大盘。

涂污时用猪棕油漆刷蘸上人工污垢均匀地涂于盘子内凹下的中心面上，涂污后于室温放置过夜备用。

3) 去污试验

用架盘天平称取餐具洗涤剂样品 4.0 g，用 1 000 mL 硬水溶解，洗入搪瓷盆中，另将 1 000 mL 硬水倒入下口瓶中（下口瓶的出口管下面部分预先用同样的硬水充填并放出多余的水至放不出为止）。然后将盆中洗涤剂溶液加热到一定温度，使二者混合后的温度刚好为 25 °C（如：原来水温 15 °C，则加热到 35 °C）。将搪瓷盆置于下口瓶下面，使出口管流出的水恰能对准盆中央。打开出口管使 1 000 mL 硬水流入盆中冲击起泡，1 000 mL 硬水下落时间约为 45 s。将盘子逐个浸入洗涤溶液中，用 102 mm 猪棕油漆刷刷洗，先顺时针刷五次，再逆时针刷五次，如此重复一次后，涂于盘子上的污垢大部分被洗下，最后再将未能洗下部分洗掉。洗后取出盘子沥干数秒钟，每个盘子总的洗刷时间为 30 s。随即刷洗第二个，第三个……，直至液面泡沫层覆盖面积消失一半为止。注意：快到终点时应用中盘和小盘来洗。记下总的洗盘个数，并折算出大盘个数。用同样程序测定标准餐具洗涤剂的人工洗盘数。

(5) 去污力结果判定

若被测餐具洗涤剂样品洗盘数不少于标准餐具洗涤剂洗盘数，该洗涤剂的去污力判为合格，否则判为不合格。

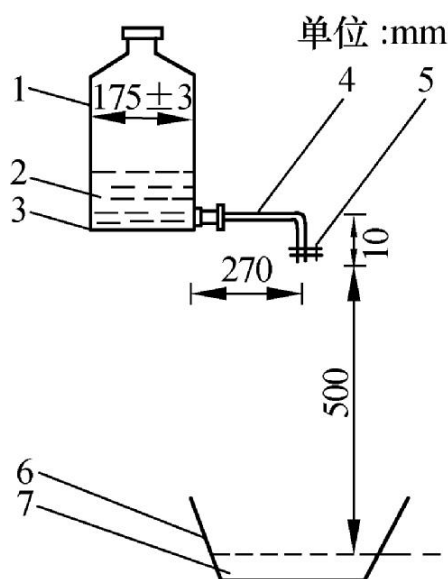


图 6-4 冲击起泡装置

1-5000 mL 下口瓶；2-1000 mL 硬水；3-放不出来的底水；

4-玻璃管（内径 6 mm）；5-弹簧夹；6-搪瓷盆；

7-1000 mL 硬水加 3.0 g 餐具洗涤剂试样

6.2.6 液体洗涤剂重金属的测定

液体洗涤剂中铅、砷等元素含量的测定与香精中铅、砷的测定方法一致，详细测定原理和测定步骤参见第 4 章中有关内容。

6.2.7 液体洗涤剂中荧光增白剂限量的测定

1. 方法原理

无荧光滤纸在蒸馏水、规定浓度的试样溶液和荧光增白剂溶液中浸渍、漂洗、晾干后，在紫外光照射下，比较、确认有无荧光。

2. 仪器设备

- (1) 紫外分析仪器或紫外灯：波长 365 nm，带有反射护光罩，灯管至照射面距离为 100 mm。
- (2) 恒温水浴锅。
- (3) 暗室或暗箱。
- (4) 定量滤纸：中速，裁成 25 mm×55 mm 矩形片。
- (5) 晾干盘：用塑料板制成，分若干小格，适合放置矩形滤纸片。

3. 试剂

(1) 33 号荧光增白剂规格：二苯乙烯三嗪型。外观：呈微黄色均匀粉末；荧光强度：100±5；含水量：不大于 5 %；色调：青光。

(2) 荧光增白剂标准溶液：质量浓度为 0.1 mg/L。精确称取 33 号荧光增白剂 0.01 g（精确至 0.001 g），用蒸馏水加热充分溶解后，完全移入 500 mL 棕色容量瓶中定容，混匀，放暗处，即为 20 mg/L 荧光增白剂溶液。

移取质量浓度为 20 mg/L 荧光增白剂溶液 25.0 mL 于 500 mL 棕色容量瓶中，用水定容混匀，即得质量浓度为 1 mg/L 的荧光增白剂溶液。

移取质量浓度为 1 mg/L 的荧光增白剂溶液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水定容混匀，即得质量浓度为 0.1 mg/L 的荧光增白剂标准使用液。

4. 检验步骤

称取餐具洗涤剂样品 2.0 g 于 150 mL 烧杯中，用蒸馏水溶解并稀释至 100 mL 制成质量分数为 2 % 的试液。分别移取蒸馏水和质量浓度为 0.1 mg/L 的荧光增白剂使用液各 100 mL，置于另外两个洁净的 150 mL 烧杯内，将烧杯同时置于 40 °C 恒温水浴中，待溶液温度升到 40 °C 时，在每个烧杯内放入两张滤纸片（预先用铅笔在纸角上编号）。保持 40 °C，浸渍 30 min，然后将滤纸片用洁净的玻棒挑起（注意不要将滤纸片弄破），在烧杯边缘上沥干约 1 min 后，分别放入 100 mL 40 °C 的蒸馏水中漂洗 5 min，如此重复漂洗一次后，用玻棒取出滤纸，按顺序摆放在洁净的晾干盘中，避光晾干。次日在暗室或暗箱中用紫外分析仪或紫外灯在 365 nm 下观测，比较样品试液、空白液及 0.1 mg/L 荧光增白剂标准使用溶液浸渍过的滤纸片。

5. 结果评判

如果试样溶液浸渍过的滤纸较标准使用溶液浸渍过的滤纸荧光弱，则视为该餐具洗涤剂中的荧光增白剂未检出，判为合格；否则为不合格。

6.2.8 液体洗涤剂甲醇含量的测定

1. 仪器设备

- (1) 气相色谱仪
 - 1) 柱管：内径 3 mm~4 mm，长 2 m~3 m 的不锈钢柱或玻璃柱。
 - 2) 固定相：180 μm~315 μm 的高分子多孔微球，如 PoraPak Q, GDX103 等。
 - 3) 检测器：氢焰离子化检测器。
 - 4) 记录仪：满量程 10 mV 以下，记录纸有效幅宽 150 mm 以上，记录笔速度满量程 2 s 以内，

记录纸速度 10 mm/min 以上。

5) 载气; 氮气。

(2) 进样品用微型注射器: 容量为 10 μ L。

(3) 皂膜流量计。

(4) 容量瓶: 100 mL, 1 L; 移液管: 2 mL、10 mL; 烧杯: 50 mL。

2. 试剂

(1) 异丙醇、无水乙醇。

(2) 甲醇标准溶液: 称取无水甲醇 10.0 g (精确至 0.001 g) 于 50 mL 烧杯中, 加水 20 mL~30 mL, 转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 混匀。

用移液管取上述溶液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度混匀。再用移液管取此稀释液 10.0 mL 于 50 mL 烧杯中, 用移液管准确加入 2.0 mL 异丙醇, 充分搅匀后, 将此溶液储备于一具塞容器中, 作为本试验的标准溶液。

(3) 试验溶液: 称取餐具洗涤剂 10.0 g, 用移液管准确加入 2.0 mL 异丙醇, 充分搅匀后, 作为试验溶液。

3. 检验步骤

(1) 色谱仪设定

注射口温度: 150 $^{\circ}$ C; 柱温: (110~130) $^{\circ}$ C;
检测器温度: 150 $^{\circ}$ C; 载气流速: 约 40 mL/min。

(2) 色谱仪性能调整

注射 (1~2) μ L 标准溶液于色谱仪中, 并记录其图谱。

适当调整柱温及载气流速, 并注意改变色谱仪记录衰减, 使甲醇及异丙醇的色谱峰能充分分开 (见图 6-5), 异丙醇峰高在记录纸幅宽的 (50~90) % 之间, 半宽在 10 mm 以上。

(3) 标准溶液的分析

按色谱仪设定的条件注射标准溶液, 记录色谱图。分析中要记录衰减的切换 (一般甲醇出峰的记录衰减为异丙醇出峰时记录衰减的三十二分之一)。

(4) 试验溶液的分析

分析方法及条件与标准溶液完全相同。

4. 结果评判

分析完毕后, 测量甲醇及异丙醇的峰面积, 并将二者换算至相同衰减。将试验溶液得到的甲醇/异丙醇峰面积比, 与标准溶液所得到的比值进行比较, 如样品之比值小于或等于后者, 则认为合格。

5. 注意事项

(1) 本方法只适用于不含异丙醇的液体餐具洗涤剂, 对其它餐具洗涤剂应根据本方法的原理进行必要的变更。

(2) 不含异丙醇的粉状餐具洗涤剂可用一定量的水溶解后, 参照此法进行测定, 但要记录稀释倍数。

(3) 含异丙醇的液体餐具洗涤剂应选用其他参照物进行测定。



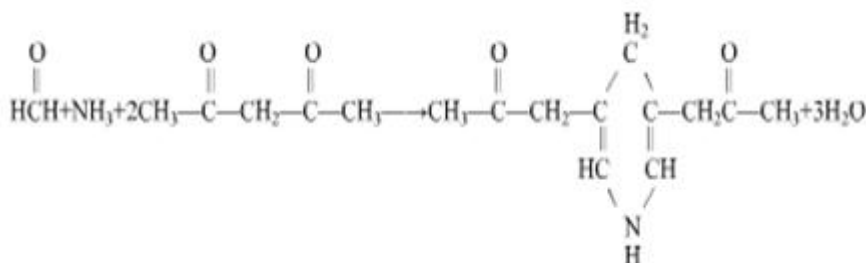
图 6-5 液体餐具洗涤剂甲醇含量测定的 GC 图例
1-甲醇; 2-乙醇; 3-异丙醇 (在 6min 处衰减由 1 变为 32)

6.2.9 液体洗涤剂甲醛含量的测定

本方法规定了餐具洗涤剂中甲醛含量的测定。如果有甲醛给予体存在则不适用。

1. 方法原理

甲醛与乙酰丙酮在乙酸铵存在下反应生成黄色的络合物，反应式如下。用分光光度计在波长 410nm 处测定该络合物吸光度。



2. 仪器设备

- (1) 水浴：可控制在 $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。
- (2) 分光光度计：波长范围 360 nm~800 nm，配有光径长度为 10 mm 的比色池。
- (3) 容量瓶：50 mL，100 mL，250 mL，500 mL，1000 mL。

3. 试剂

- (1) 盐酸溶液： $c(\text{KCl}) = 1.0 \text{ mol/L}$ 。
- (2) 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 1.0 \text{ mol/L}$ 。
- (3) 硫代硫酸钠标准溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$ 。
- (4) 碘标准溶液： $c(1/2\text{I}_2) = 0.1000 \text{ mol/L}$ 。
- (5) 冰乙酸、甲醛、乙酸铵、异丙醇、乙酰丙酮、
- (6) 淀粉指示液： $\rho(\text{淀粉}) = 10 \text{ g/L}$ 。
- (7) 乙酰丙酮试剂的配制：溶解 75 g 无水乙醇铵于约 200 mL 水中，加入 1.0 mL 乙酰丙酮和 1.5 mL 冰乙酸，用水稀释至 500 mL，混匀。注：此试剂必须现用现配。
- (8) 参比试剂：按乙酰丙酮试剂的配制制备，但不加乙酰丙酮。
- (9) 甲醛贮存溶液：称取质量分数为 $(37 \sim 40)\%$ 的甲醛约 5 g（称准至 0.001 g）定量转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水定容并混匀，此溶液在冰箱中可保存两月。

储备液中所含甲醛 (HCHO) 准确浓度按下法标定：移取 10.00 mL 上述溶液至 250 mL 碘量瓶中，加入 25.00 mL 碘标准溶液，加 10 mL 氢氧化钠溶液，加塞混匀于暗处放置 15 min，加入 11 mL 盐酸溶液于暗处放置 15 min，然后用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量碘，溶液呈草黄色时，加入 1 mL 淀粉指示剂，继续用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液蓝色刚好褪去。记录消耗硫代硫酸钠的体积。

注：1 mL 的 0.1000 mol/L 碘标准溶液相当于 1.5 mg 的甲醛。

(10) 甲醛工作溶液：移取 20.00 mL 的甲醛贮存溶液至 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。移取此溶液 5.00 mL 至 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

1.00 mL 此溶液约含 $8 \mu\text{g}$ 甲醛，用表达式 $(25 - V) \times 0.6$ 表示，单位为微克/毫升 ($\mu\text{g/mL}$)。式中的 V 为消耗硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升 (mL)。

若硫代硫酸钠和碘的标准溶液浓度不恰好为 0.1000 mol/L，则表达式为：

$$(25.00 \times c_1 - V \times c_2) \times 0.6 / 0.1000 \quad (6-13)$$

式中： c_1 ——碘标准溶液浓度，mol/L；

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液浓度，mol/L。

4. 检验步骤

(1) 标准曲线

分别移取 0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 一系列甲醛工作溶液至 50 mL 容量瓶中，在每只容量瓶中补水至 25 mL，再分别加入 15.0 mL 乙酰丙酮试剂，混匀。

在另一 50 mL 容量瓶中加入 25 mL 水，加入 15.0 mL 乙酰丙酮试剂，混匀，制备一空白溶液。

将容量瓶置 $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ 水浴中反应 10 min 后，取出冷却至室温，用异丙醇定容，混匀。用分光光度计以 10 mm 比色池，以空白溶液作仪器调零，于波长 410 nm 处测定此系列溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标，溶液中甲醛质量（微克）为横坐标绘制标准曲线。

(2) 称样量

称取适量样品（称准至 0.001 g）于 100 mL 容量瓶中，可按表 6-5 称样。

表 6-5 试验份质量

甲醛含量, mg/g	试验份质量, g
1.0	1.0
0.50	2.5
0.25	5.0
0.10	10.0

(3) 测定

在称有试样的 100 mL 容量瓶中加水至刻度，混匀。移取此溶液 10.00 mL 至 50 mL 容量瓶中，加入 15.0 mL 乙酰丙酮试剂，混匀。

对于有颜色的试样，为了消除颜色干扰，应使用如下制备的参比溶液（无颜色试样则不必）。

移取另一份此溶液 10.00 mL 到另一容量瓶中，加入 15.0 mL 参比试剂，混匀。

同时按标准曲线所述制备一空白溶液，以此进行仪器调零，按标准曲线程序中“加入 15.0 mL 乙酰丙酮试剂……”测定吸光度（有参比液的试样，应求出净吸光度）。从标准曲线查得相应的甲醛的质量（微克）。

5. 结果计算

餐具洗涤剂中游离甲醛质量分数 ω 按式 (6-14) 计算，单位为毫克/克 (mg/g)。

$$\omega = c \times 5 / m \quad (6-14)$$

式中： c ——从标准曲线查得的甲醛质量， μg ；

m ——试样的质量，g。

同一试样平行测定之差不得超过平均值的 2.5%。

授课日期 _____ 教案编号 09

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第9章 化妆品原料的检验		
授课学时	2节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解化妆品原料的分类 ● 熟悉国家对化妆品原料的监管 ● 掌握企业化妆品原料的管理 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品原料的分类 ● 企业化妆品原料的管理 		
教学难点	企业化妆品原料的管理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	化妆品原料概述 (2 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第9章 化妆品原料概述

作为产品的最初环节，原料的安全决定了化妆品的安全性。

由于目前绝对大部分企业是以供货商出具的原料检验报告作为依据，不具备对原料中所含有害物质完备验证的手段，难免使产品出现质量问题

第一节 化妆品原料的分类

化妆品是由各种原料组成的，按其来源可分为人工合成和天然原料两大类。

按其用途和性能可分为基质原料和辅助原料两大类。

基质原料

主要包括：

 油脂和胶类（蜡质）原料

 粉质原料

 溶剂类原料。

辅助原料

辅助原料主要包括乳化剂、防腐剂、抗氧化剂、收敛剂、粘合剂、香精、色素等。

第二节 国家对化妆品原料的监管

一、政府对化妆品安全监管有二个基本原则：（1）对消费者健康有害的化妆品必须被拒之门外。（2）如果使用的化妆品有潜在危险，消费者必须得到警示

二、一般而言，为达到以上目的，一个国家政府会选择如下三种模式：采取化妆品上市前注册与发放许可证模式——由政府进行安全评估、审批；企业必须先上报相关技术资料，送样检测，以得到政府注册，被批准进入市场。这样实际上化妆品安全的主要责任在政府部门。

仅仅采取化妆品市场监管模式——即产品的生产和销售不需通过审批，生产经营者可以将化妆品直接投放市场。但政府部门有权在任何必要

时对上市产品执行监管检验。这样行业，企业必须自律，自己对产品安全负责。政府则有权要求任何对公众有害的化妆品撤出市场，并进行相应惩罚。

采取化妆品上市前注册审批和市场监管相结合综合模式——化妆品上市前必须在监管部门注册，而且监管部门也会定期/不定期从市场抽样检测。

第三节 企业化妆品原料管理

检查验证一般内容

- 1、检验；
- 2、观察；
- 3、工艺验证；
- 4、提供合格证明文件；
- 5、抽样代表性；
- 6、检验仪器的精度

授课日期

教案编号

10

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 10 章 化妆品基质原料的检验		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解化妆品基质原料的检测项目 ● 掌握化妆品基质原料的检测项目的原理 ● 熟悉化妆品基质原料的检测方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品基质原料的检测项目的原理 ● 化妆品基质原料的检测方法 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品基质原料的检测项目的原理 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	化妆品油质、粉质原料的检验 (2 学时) 化妆品胶质、溶剂原料的检验 (2 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 10 章 化妆品基质原料的检验

第一节 油质原料检验项目

- (1) 动物性油脂：牛油、猪油、水貂油、海龟油、蛋黄油
- (2) 植物性油脂：大豆油、椰子油、棕榈油、花生油、芝麻油、棉籽油、橄榄油、蓖麻油、杏仁油
- (3) 蜡类：棕榈蜡、木蜡、小烛树蜡、蜂蜡、鲸蜡、羊毛蜡
- (4) 合成酸和酯类：硬脂酸、十六醇、十八醇、单硬脂酸甘油酯、单硬脂酸乙二醇酯、棕榈酸异丙酯、肉豆蔻异丙酯

油脂原料的质量指标和重要检测项目

GB 15680—2009

表 3 棕榈油质量指标

项 目	质量指标	
	棕榈原油	成品棕榈油
熔点/℃	33~39	
色泽(罗维朋比色槽 133.4 mm)	—	黄 30 红 3.0
透明度	—	50℃澄清、透明
水分及挥发物/%	≤ 0.20	0.05
不溶性杂质/%	≤ 0.05	0.05
酸值(以氢氧化钾计)/(mg/g)	≤ 10.0	0.20
过氧化值/(mmol/kg)	—	5.0
铁/(mg/kg)	≤ 5.0	—
铜/(mg/kg)	≤ 0.4	—
注 1: 划有“—”者不做检测。 注 2: 黑体部分指标强制。		

6.1 透明度检验

将盛试样的比色管放入规定温度(棕榈油 50 ℃,棕榈液油 40 ℃,棕榈超级液油 40 ℃,棕榈硬脂 80 ℃)的水浴锅中,静置 24 h。按 GB/T 5525 执行。

6.2 气味、滋味检验

按 GB/T 5525 执行。

6.3 色泽检验

将试样置于适当的温度下使其完全成液态,按 GB/T 22460 执行。

6.4 相对密度检验

按 GB/T 5526 执行。

6.5 折光指数检验

按 GB/T 5527 执行。

6.6 水分及挥发物检验

按 GB/T 5528 执行。

6.7 不溶性杂质检验

按 GB/T 15688 执行。

6.8 酸值检验

按 GB/T 5530 执行。

6.9 碘值检验

按 GB/T 5532 执行。

6.10 皂化值检验

按 GB/T 5534 执行。

6.11 不皂化物检验

按 GB/T 5535.1~5535.2 执行。

6.12 过氧化值检验

按 GB/T 5538 执行。

6.13 熔点测定

按 ISO 6321 执行。

6.14 脂肪酸组成检验

按 GB/T 17376~17377 执行。

6.15 油脂试样制备

按 GB/T 15687 执行。

6.16 卫生指标检验

按 GB/T 5009.37 执行。

第二节 粉质原料检测项目

粉类是组成香粉、爽身粉、胭脂和牙膏、牙粉等化妆品的基质原料。一般是不溶于水的固体,经研磨成细粉状,主要起遮盖、滑爽、吸收、吸附及增加摩擦等作用。包括天然产的滑石粉、高岭土等粉类原料;钛白粉、氧化锌等氧化物;碳酸钙、碳酸镁等不溶性盐,以及硬脂酸的镁、锌盐等。

粉质原料重点注意: **重金属 !!!**

粉末状化妆品: 爽身粉、香粉、粉饼、

唇膏、胭脂、眼影

遮盖、滑爽、附着、吸收、延展

无机粉质原料

有机粉质原料

其它粉质原料

粉质原料的质量指标和重要检测项目

第三节 胶质原料检测项目

胶质原料大都是水溶性的高分子化合物，在化妆品中可产生许多重要功能，因此是化妆品的重要原料。化妆品中的水溶性高分子化合物主要分为天然的与合成的两大类。

第四节 溶剂原料检测项目

水：去离子水

醇：乙醇、异丙醇、戊醇、

酮：丙酮、丁酮

酯、醚：二乙醇乙醚、乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙酸戊酯

芳香族溶剂：甲苯、二甲苯、邻苯二甲酸二乙酯

授课日期

教案编号

11

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 11 章 香料香精的检验		
授课学时	2 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解香料香精的分类和使用情况 ● 了解香料香精的管理和相关标准 ● 香料香精的检测方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 香料香精的检测方法 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 香料香精的检测方法 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	香料香精的检验 (2 学时)		
思考题			
作 业			
教学后记			

第 11 章 香料香精的检验

香精是赋予化妆品一定的香气，带给使用者优雅舒适感。几乎所有化妆品都使用香精，所以香精是化妆品的主要基质原料之一。化妆品中香精的测定常用的方法是乙醚萃取法。

1. 基本原理

利用香精混溶于乙醚的原理，用乙醚将香精从试样中提取出来，除去醚后称重，以此得到香精的含量。

2. 试剂

- (1) 乙醚、无水硫酸钠
- (2) 氯化钠溶液：饱和氯化钠溶液加入等容量蒸馏水。

3. 测定步骤

准确称取 (20~50) g 待测试样 (精确至 0.000 2 g) 于 1 L 的梨形分液漏斗中，再加入 300 mL 氯化钠溶液。然后加入 70 mL 乙醚，振摇，静置分层，共进行 3 次萃取，将三次乙醚萃取液一起置于一个 1 L 的梨形分液漏斗中，加入 200 mL 氯化钠溶液，振摇洗涤，静置分层，弃去氯化钠溶液，将乙醚萃取液转移至 500 mL 具塞锥形瓶中，加入 5 g 无水硫酸钠，振摇，干燥脱水。将溶液过滤至干燥洁净的 300 mL 烧杯中，用少量乙醚淋洗锥形瓶，将淋洗液并入烧杯中，将烧杯置于 50 ℃ 水浴中蒸发。待溶液蒸发至 20 mL 时，将溶液转移至一预先称重的 50 mL 烧杯中，继续蒸发至除去乙醚，将烧杯置于干燥器中，抽真空减压至 (6.67×10^3) Pa，放置 1 h，称重。

4. 结果计算

乙醚萃取物的质量分数 w 按式 (8-1) 计算。

$$w = (m_1 - m_0) / m \quad (8-1)$$

式中： m_0 ——烧杯质量，g；

m_1 ——烧杯和乙醚萃取物的质量，g；

m ——试样质量，g。

5. 注意事项

- (1) 本方法适用于香水、古龙水和花露水等化妆品。
- (2) 平行试验的结果允许误差为 0.5 %。

授课日期

教案编号

12

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 12 章 表面活性剂的检验		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解表面活性剂的分类和使用情况 ● 了解表面活性剂的相关标准 ● 掌握表面活性剂基本性能、定性、定量检测项目的原理和检测方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 掌握表面活性剂基本性能、定性、定量检测项目的原理和检测方法 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 掌握表面活性剂基本性能、定性、定量检测项目的原理和检测方法 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	表面活性剂的分类和使用情况、相关标准 (1 学时) 表面活性剂基本性能、定性、定量检测项目的原理和检测方法 (3 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 12 章 表面活性剂的检验

表面活性剂分子由亲水基和疏水基两部分组成。具有亲油（疏水）和亲水（疏油）两个部分的两亲分子，能吸附在两相界面上，呈单分子排列使溶液的表面张力降低，它不仅具有洗涤去污作用，而且具有润湿、乳化、增溶、起泡、柔软、抗静电、杀菌等多种性能，是日常生活和工业生产不可缺少的产品。

表面活性剂的品种十分繁多，性质差异，除与烃基的大小、形状有关外，主要与亲水基的不同有关。因而表面活性剂按亲水基可分为两大类：离子型和非离子型表面活性剂。表面活性剂溶于水时，凡能离解成离子的称离子型表面活性剂；凡不能离解成离子的称非离子型表面活性剂。而离子型表面活性剂又分为阴离子型、阳离子型和两性离子型表面活性剂。另外，还有含氟、硅、硼等特殊表面活性剂，一般按其亲油基分类。每类特种表面活性又可进一步分为阳离子、阴离子、非离子及两性离子表面活性剂。

表面活性剂是一类具有特殊性质的专用化学品，其分析除对照产品各级质量标准的测定项目外，尚需要作性能分析、理化性能分析等。从分析方法讲，随着表面活性剂合成工业和应用的发展，其分析方法也不断充实，日趋完善。经典的化学分析法已相当成熟，进入标准化和规范化阶段。本章介绍表面活性剂的性能、类型及定量分析。

12.1 表面活性剂的基本性能试验

12.1.1 表面活性剂发泡力的测定

泡沫是表面活性剂的基本特征之一。泡沫与表面活性剂的许多用途相关，如泡沫灭火器、泡沫浮选、泡沫钻井液等。表面活性剂泡沫性能的测定方法有搅动法、气流法、倾注法等。国际标准（ISO 696-1975）和国家标准（GB/T 7462-94）中采用的是罗氏泡沫仪的测定方法。下面介绍表面活性剂发泡力的测定方法（改进 Ross-Miles 法）。本方法参照 GB/T 7462-1994，适用于所有的表面活性剂。然而测量易于水解的表面活性剂溶液的发泡力，不能给出可靠的结果，因为水解物聚集在液膜中，并影响泡沫的持久性。也不适用于非常稀的表面活性剂溶液发泡力的测定。

1. 方法原理

使 500 mL 表面活性剂溶液从 450 mm 高度流到相同溶液的液体表面之后，测量得到的泡沫体积。

2. 仪器设备

(1) 泡沫仪：由分液漏斗、计量管、夹套量筒及支架部分组成。见图 5-1 至图 5-4。

1) 分液漏斗：容量 1 L，其构成为有一个球形泡与长 200 mm 的管子相连接，管的下端有一旋塞。分液漏斗梗在旋塞轴心线以上 150 mm 处带一刻度，供在试验中指示流出量的下限。在分液漏斗旋塞轴线下 40 mm 处严格地垂直于管的长度切断管子的下端。图 5-1。

2) 计量管：不锈钢材质，长 70 mm，内径 (1.9 ± 0.02) mm，壁厚 0.3 mm。管子的两端用精密工具车床垂直于管的轴线精确地切割。计量管压配入长度为 $(10 \sim 20)$ mm 的钢或黄铜安装管，安装管的内径等于计量管的外径，外径等于分液漏斗的玻璃旋塞的底端管外径。计量管上端和安装管上端应在同一平面上，用一段短的厚橡皮管（真空橡皮管）固定安装管，使得安装管的上端和玻璃旋塞的底端管相接触。如图 5-2。

3) 夹套量筒：容量 1.3 L，刻度分度 10 mL。由壁厚均匀的耐化学腐蚀的玻璃管制成，管内径 (65 ± 1) mm，下端缩成半球形，并焊接一梗管直径 12 mm 的直孔标准锥形旋塞，塞孔直径 6 mm。下端 50 mL 处刻一环形标线，由此线往上按分度 10 mL 刻度，直至 1300 mL 刻度，容量准确度应满足 $(1300 \pm$

13) mL。距 50 mL 标线以上 450 mm 处刻一环形标线，作为计量管下端位置标记。量筒外焊接外径约 90 mm 的夹套管，如图 5-3。

4) 支架：使分液漏斗和量筒固定在规定的相对位置，并保证分液漏斗流出液对准量筒中心，如图 5-4。

(2) 刻度量筒：500 mL。

(3) 容量瓶：1000 mL。

(4) 恒温水浴：带有循环水泵，可控制水温于 $(50 \pm 0.5) ^\circ\text{C}$

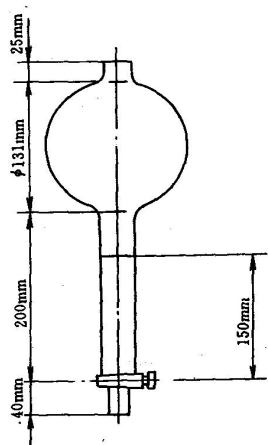


图 5-1 分液漏斗图

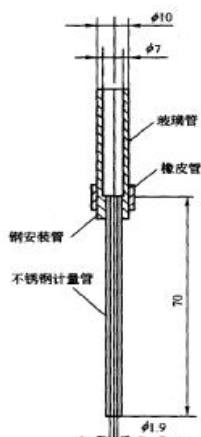


图 5-2 计量管装配图

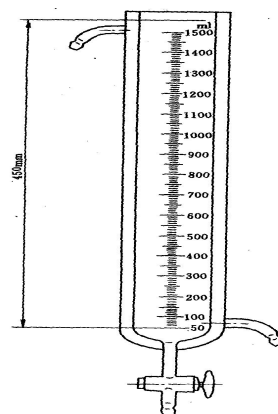


图 5-3 夹套量筒

3. 检验步骤

(1) 仪器的清洗

彻底清洗仪器是试验成功的关键。试验前尽可能将所有玻璃器皿与铬酸硫酸混合液接触过夜。然后用水冲洗至没有酸，再用少量的待测溶液冲洗。

将安装管和计量管组件在乙醇和三氯乙烯的共沸混合物蒸气中保持 30 min，然后用少量待测溶液冲洗。

对同一产品相继间的测量，用待测溶液简单冲洗仪器即可，如需要除去残留在量筒中的泡沫时，不管用什么方法来完成，随后都要用待测溶液冲洗。

(2) 仪器的安装

用橡皮管将恒温水浴的出水管和回水管分别连接至夹套量筒夹套的进水管（下）和出水管（上），调节恒温水浴温度至 $(50 \pm 0.5) ^\circ\text{C}$ 。

安装带有计量管的分液漏斗，调节支架，使量筒的轴线和计量管的轴线相吻合，并使计量管的下端位于量筒内 50 mL 溶液的水平面上 450 mm 标线处。

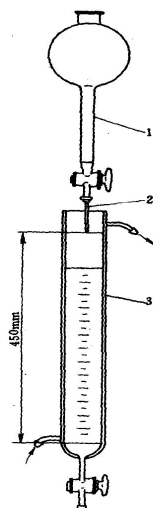


图 5-4 仪器装配示意图

1-分液漏斗, 2-计量管, 3-夹套量筒

(3) 待测样品溶液的配制

将待测样品, 按其工作浓度或其产品标准中规定的试验浓度配制溶液。配制溶液先调浆, 然后用所选择的已预热至 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水溶解。必须很缓慢地混合, 不搅拌, 以防止泡沫形成, 保持溶液于 $(50 \pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, 直至试验进行。

稀释用水可用鼓泡法制备经空气饱和的蒸馏水或用 3 mmol/L 钙离子 (Ca^{2+}) 硬水。

在测量时溶液的时效, 应不少于 30 min , 不大于 2 h 。

(4) 灌装仪器

将配制的溶液沿着内壁倒入夹套量筒至 50 mL 标线, 不使在表面形成泡沫。也可用灌装分液漏斗的曲颈漏斗来灌装。

第一次测定时, 将部分试液灌入分液漏斗至 150 mm 刻度处, 并将计量管的下端浸入保持 $(50 \pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的盛有试液的小烧杯中, 用连接到分液漏斗顶部的适当抽气器吸引液体。这是避免在旋塞孔形成气泡的最可靠方法。将小烧杯放在分液漏斗下面, 直到测定开始。

为了完成灌装, 用 500 mL 刻度量筒量取 500 mL 保持在 $(50 \pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的试液倒入分液漏斗, 缓慢进行此操作。为了避免生成泡沫, 可用一专用曲颈漏斗, 使曲颈的末端贴在分液漏斗的内壁上来倾倒试液。为了随后的测定, 将分液漏斗放空至旋塞上面 $(10 \sim 20)\text{ mm}$ 的高度。仍将分液漏斗放在盛满 $(50 \pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的试验溶液的烧杯中, 再用试验溶液灌装分液漏斗至 150 mm 刻度处, 然后, 如上所述, 再次倒入 500 mL 保持在 $(50 \pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的试验溶液。

(5) 测定

使溶液不断地流下, 直到水平面降至 150 mm 刻度处, 记录流出时间。流出时间与观测的流出时间算术平均值之差大于 5% 的所有测量应予忽略, 异常的长时间表明在计量管或旋塞中有空气泡存在。在液流停止后 30 s 、 3 min 和 5 min , 分别测量泡沫体积 (仅仅泡沫)。

如果泡沫的上面中心处有低洼, 按中心和边缘之间的算术平均值记录读数。

进行重复测量, 每次都要配制新鲜溶液, 取得至少 3 次误差在允许范围的结果。

4. 检验结果

以所形成的泡沫在液流停止后 30 s 、 3 min 和 5 min 的体积 (mL) 来表示结果, 必要时可绘制相应的曲线。以重复测定结果的算术平均值作为最后结果。重复测定结果之间的差值不超过 15 mL 。

5.1.2 表面活性剂表面张力及界面张力的测定

表面张力是液体的，尤其是表面活性剂水溶液的一种基本性质。表面张力是指由自由表面能引起的沿液面表面作用在单位长度的力，在数值上同单位表面上的自由表面能相等。表面张力是反映表面活性剂表面活性大小的一个重要物化性能指标。

溶液的表面测定条件非常敏感，即使微小的变动也容易影响表面张力的测定。为了测得可靠的表面张力，测定前必须注意以下几点：首先，必须在液面不振动的干净环境中操作。例如，水面易与尘埃、油气接触而污染，瞬间约可变化 10 mN/m。其次，要正确控制温度，测定体系尽可能密闭。这样，因蒸发引起的液面浓缩和温度不稳可被抑制到最小范围。水的表面张力 ($\gamma_{\text{H}_2\text{O}}$) 与温度 (t) 有如下关系：

$$\gamma_{\text{H}_2\text{O}} = 75.680 - 0.138t - 0.356 \times 10^{-3}t^2 + 0.47 \times 10^{-6}t^3$$

所以希望温度变化控制在 ± 0.1 °C 以内。再者，应该注意水的精制纯化，除去所含的痕量表面活性杂质等，以达到表面研究所必要的试剂纯度。此外，表面活性剂溶液的表面张力达到平衡的时间可从数分钟到数小时，因此必须根据实验的目的选择合适的方法。最好在一段时间内多次测量，以得到表面张力对时间的曲线，由曲线的平坦位置，确定表面达平衡的时间。

测定表面张力的方法很多，有用平板、U形环或圆环拉起液膜法、毛细管法、最大气泡压力法、滴体积法、悬滴法等。我国国标中，则规定了圆环拉起膜法及滴体积法测定表面张力的方法，在此介绍圆环拉起液膜法。

1. 方法原理

将圆环放在一只测量杯中待测的表面活性剂溶液中，当拉起环时，有一作用力垂直作用于圆环上，测量垂直作用于圆环，使圆环从此表面脱离所需要的最大力。

本方法参照 QB/T 1323-1991，用圆环拉起液膜测定含一种或几种表面活性剂的水溶液或有机溶液表面张力。可测定表面活性剂和洗涤剂溶液的表面张力，也适用于纯溶液或溶液的表面张力。

2. 仪器设备

(1) 表面张力计：由水平平台、测力计和仪表组成。

- 1) 水平平台：用微调螺丝可使其垂直上下移动；装有千分尺能估计 0.1 mm 的垂直位移。
- 2) 测力计：能连续测量作用于测量单元上的力，并具有至少 0.1 mN/m 的准确度。
- 3) 仪表：用于指示或记录测力计测量值。

装置应防震避风。整个仪器要用天平罩保护起来，这有利于减小温度变化和尘埃污染。

(2) 铂铱环：铂铱丝直径 0.3 mm。环的周长通常为 (40~60) mm，用一铂丝铰形环固定在悬杆上（见图 5-5）。

(3) 测量杯：玻璃制品，内径至少 8 cm。对于纯液体的测定，理想的测量杯是矩形平行六面体小皿，边长至少 8 cm；这种形状有利于用洁净的玻璃棒或聚四氟乙烯板刮净液体表面。

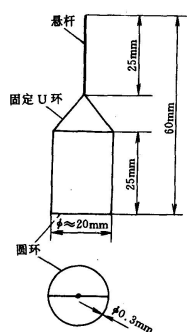


图 5-5 铂铱环

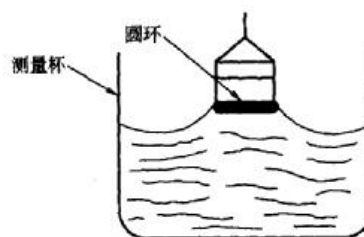


图 5-6 用圆环测定

3、试剂

蒸馏水：二级水，注意防止污染。

4、检验步骤

(1)表面活性剂溶液的配制

取一定量的表面活性剂样品，配成试样溶液，溶液的温度要保持一定，温度变化应在 0.5 °C 之内。配制表面活性剂溶液时应注意：

1) 配制测定溶液用作溶剂的水应是重蒸馏水，20 °C 时水的表面张力至少 71 mN/m。软木塞和橡皮塞决不能用于制备蒸馏水的蒸馏装置接口中，或用来塞盛水的容器。

2) 溶液的温度应精确保持在 ±0.5 °C 之内。（注：在临界温度点，如在克拉夫特温度，环氧乙烷缩合物的混浊温度等附近进行的测定，常由于误差大而失败。最好在高于克拉夫特温度或低于环氧乙烷缩合物的混浊温度下进行）。

3) 因溶液表面张力随时间而变化，表面活性剂的性质、纯度、浓度和吸附倾向，在这些变化中都起着特殊的作用，很难建议一个标准时效周期，所以需要在一段时间内进行几次测量，作出表面张力对时间的函数曲线，求出其水平部分的位置，即可得到溶液达到平衡状态的时效，能将表面张力值作为时间的函数记录下来的自动化仪器非常适合于这种测量。

4) 溶液表面对于大气尘埃或附近溶剂的蒸气污染非常敏感，所以不要在进行测定的房间里处理挥发性物质。

5) 建议用移液管从大量液体的中心吸取待测液体的试验份，因为表面可能易受不溶性粒子或尘埃的污染。

(2)清洗仪器

如果污垢（如聚硅酮）不能被硫酸铬酸液、磷酸或过硫酸钾硫酸溶液除去，则可用甲苯、四氯乙烯或氢氧化钾甲醇溶液预洗测量杯。如果不存在这种污垢，或者这种污垢已被清洗，则用热的硫酸铬酸洗液洗涤测量杯，然后用浓磷酸（83 %~92 %）洗涤，最后用重蒸馏水冲洗至中性。测量前，用待测液冲洗几次。要避免触摸测量元件和测量杯内表面。

(3)校正仪器

可用两种方法进行校正：

1) 用一系列已知质量的游码，放在圆环上，调节测力计使其平衡，记录下刻度盘读数。绘游码质量/刻度盘读数曲线图，该曲线在测力计测量范围内为直线，求出直线的斜率。该法操作时间较长，但是非常精确。仪器读出值表面张力 γ 按式（5-1）计算，单位为 mN/m。

$$\gamma = \frac{m \times g}{b} \quad (5-1)$$

式中： m ——游码的质量，g；

b ——圆环的周长， $b = 4\pi r$ ，m；

r ——圆环的半径，m；

g ——重力加速度， m/s^2 。

2) 用已知准确表面张力的纯物质。调好张力，如需要，按测量步骤进行操作，直至观察到读数与校正液体的已知值相符。这种方法快速。一些纯有机液体的表面张力值列于表 5-2。

表 5-1 与空气接触的水的表面张力（mN/m）

温度/°C	表面张力	温度/°C	表面张力	温度/°C	表面张力	温度/°C	表面张力
-10	77.10	15	73.48	24	72.12	50	67.90
-5	76.40	16	73.34	25	71.96	60	66.17
0	75.62	17	73.20	26	71.82	70	64.41
+5	74.90	18	73.50	27	71.64	80	62.60
10	74.20	19	72.89	28	71.47	90	60.74
11	74.07	20	72.75	29	71.31	100	58.84
12	73.92	21	72.60	30	71.15		
13	73.78	22	72.44	35	70.35		
14	73.64	23	72.28	40	69.55		

表 5-2 纯有机液体与空气的表面张力 (20°C)

液 体	表面张力/(mN·m ⁻¹)	密度(20°C)/(g·m ⁻³)	沸点/°C
甘油	63.4	1.260	290
二碘甲烷	50.76	3.325	180
喹啉	45.0	1.095	237
苯甲醛	40.04	1.050	179
溴代苯	36.5	1.499	155
乙酰乙酸乙酯	32.51	1.025	180
邻二甲苯	30.10	0.880	144
正辛醇	27.53	0.825	195
正丁醇	24.6	0.810	117
异丙醇	21.7	0.785	82.3

(4) 测量

1) 张力计水平调节：在平台上放一水准仪，调节仪器底板上的调节螺丝，直至平台成水平。

2) 测定：将盛有待测液的测量杯放在平台上，并处于圆环的下方。升起平台用液体表面作镜子，观察几乎与液体表面接触的圆环的像。检查圆环的周边是否水平。

升高平台使圆环刚一接触液面即被拉入液体。继续升高平台至测力计再一次处于平衡。因圆环浸入液体时，扰乱了表面层的排列，需要等几分钟后再次测定。

缓慢降低平台直至测力计稍微失去平衡。然后，调节施加于测力计的力以及平台的位置，随着环的周边处于液体自由表面上，测力计恢复平衡。

用微调螺杆降低平台，同时调节施加于测力计的力，使测力计始终保持平衡，直至连接圆环和液体表面的“膜”破碎，仔细注意施加在“膜”碎裂瞬间时的力。

5、结果计算

试液的表面张力 γ 按式 (5-2) 计算，单位为 mN/m。

$$\gamma = f \times F / (4 \pi r) \quad (5-2)$$

式中： F ——当连接圆环与液体表面的“膜”破裂瞬间，或“膜”较低的弯月面脱离的瞬间施加于张力计的力， $F = k \times g \times$ 刻度盘读数，mN；

r ——圆环的半径，m；

k ——校正曲线斜率，g/刻度；

g ——重力加速度，m/s²；

f ——校正因子，因在“膜”破裂前的瞬间，或“膜”的弯月面底部脱离前的瞬间，圆环的内部和外部弯月面之间不是完全对称的（见图 5-6），应考虑作用在圆环上表面张力的方向。 f 值取决于圆环的半径，铂铱丝的粗细，待测液体的密度，以及“膜”破裂前的瞬间或“膜”在自由表面上升高的液体的体积。

5.2 表面活性剂的类型鉴别

表面活性剂品种繁多，对未知的表面活性剂首先需要快速、简便、有效地确定其离子型，即确定阴离子、阳离子、非离子及两性表面活性剂，是非常必要有。下面我们介绍几种表面活性剂离子类型的鉴别方法。

5.2.1 泡沫特征试验

这个试验可以初步鉴定存在的表面活性剂的类型，可以和下面其他试验联合应用。具体操作步骤如下。

在一支沸腾管中，用几毫升水摇动少量醇萃取物，如果生成泡沫，表示存在表面活性剂。加2~3滴稀盐酸溶液，摇动，如果泡沫被抑制，表示在其他表面活性剂中存在肥皂；如果泡沫保持，表示存在除肥皂外的表面活性剂。若在这种情况下加热至沸，并沸腾几分钟，如果泡沫消失，并形成脂肪层，表示存在易水解阴离子洗涤剂（烷基硫酸盐或烷基醚硫酸盐）；如果泡沫保持，表示存在不易水解的阴离子洗涤剂（烷基（芳基）磺酸盐）、阳离子或非离子表面活性剂，或其混合物。

5.2.2 亚甲基蓝-氯仿试验

亚甲基蓝是水溶性染料，但阴离子表面活性剂与亚甲基蓝可形成可溶于氯仿的蓝色络合物，从而使蓝色从水相转移到氯仿相。利用该性质可定性定量分析阴离子表面活性剂。

(1) 溶液的配制

1) 亚甲基蓝溶液：将6.8 g浓硫酸缓慢地注入约50 mL水中，待冷却后加亚甲基蓝0.03 g和无水硫酸钠50 g，溶解后加水稀释至1 L。

2) 阴离子表面活性剂溶液： $\rho_B = 0.5 \text{ g/L}$

(2) 检验步骤

移取5 mL试样于在带玻璃塞的试管中，加入10 mL亚甲基蓝溶液和5 mL氯仿，塞上塞子充分振荡后静置分层，观察两层颜色。如氯仿层呈蓝色，表示有阴离子表面活性剂存在。

因为试剂是酸性的，如果存在肥皂的话，则已经分解成脂肪酸，所以肥皂不能被检出。

如果水层的颜色较深，则表明存在阳离子表面活性剂，因为试剂是酸性的，两性表面活性剂通常呈（微弱的）阳性结果。

如果水层呈乳状，或两层基本呈同一颜色则表明有非离子表面活性剂存在。如果有疑问，可用2 mL水代替试样溶液进行对照试验。硝酸盐、磷酸盐等无机盐不会产生干扰。

本试验的改良方法是在5 mL试样溶液中加入10 mL亚甲基蓝溶液和5 mL氯仿，将混合物振荡（2~3）min，然后使其分层，观察两层颜色，若氯仿层呈蓝色的话，则表明存在阴离子表面活性剂。再加入试样溶液，则氯仿层产生更深的蓝色。

5.2.3 混合指示剂颜色反应

(1) 溶液配制

混合指示剂溶液参照 GB 5173-1985。

(2) 检验步骤

将少量试样溶于水中，分成两份，把一份溶液的pH值调节到1，另一份pH调节到11，然后各加5 mL混合指示剂溶液和5 mL氯仿，振荡后静置分层，观察氯仿层的颜色。氯仿层都显粉红色时，表示存在阴离子表面活性剂。非离子表面活性剂和磺基甜菜碱显阴性（无色）。甲基牛磺酸烷基酯、肥皂和肌氨酸盐在碱性条件下显粉红色，在酸性条件下显阴性。烷基甜菜碱在碱性条件下显蓝色，在酸性条件下显阴性。季铵盐阳离子表面活性剂都显蓝色。氧化胺、氧肟酸季铵盐和叔胺及其卤化

物在酸性条件下显蓝色，在碱性条件下显阴性。

5.2.4 磺基琥珀酸酯试验

在大约 1 g 试样的醇萃取物中加入过量 ρ (KOH) = 30 g/L 的氢氧化钾乙醇溶液，并沸腾 5 min。过滤沉淀（琥珀酸钾），用乙醇洗涤并干燥。将部分沉淀与等量的间苯二酚混合，加 2 滴浓硫酸，在小火焰上加热至混合物变黑，立即冷却并溶于水中，用稀氢氧化钠溶液使呈碱性。若产生强的绿色荧光，则表示存在磺基琥珀酸酯。

5.2.5 溴酚蓝试验

(1) 溶液配制

溴酚蓝溶液：将 c (乙酸钠) = 0.2 mol/L 的乙酸钠溶液 75 mL、 c (乙酸) = 0.2 mol/L 的乙酸 95 mL 和 ρ (溴酚蓝) = 1 g/L 的溴酚蓝乙醇溶液 20 mL 混合，调节 pH 值至 3.6~3.9。

(2) 操作步骤

调节 10 g/L 试样溶液至 pH 值为 7，加 2~5 滴试样溶液于 10 mL 溴酚蓝试剂溶液中，若呈现深蓝色，则表示存在阳离子表面活性剂。两性长链氨基酸和烷基甜菜碱（内铵盐）呈现轻微蓝色和紫色荧光。非离子表面活性剂呈阴性，而且在与阳离子表面活性剂共存时并不产生干扰。低级胺亦呈阴性。

5.2.6 浊点试验

浊点法适用于聚氧乙烯类表面活性剂的粗略鉴定。浊点测定法未必敏锐，也就是说，在其他物质共存时会受到影响，当存在少量阴离子表面活性剂时会使浊点上升或受抑制。无机盐共存时会使浊点下降。

制备 10 g/L 试样溶液，将试样溶液加入试管内，边搅拌边加热，管内插入 (0~100) °C 温度计一支。如果呈现浑浊，逐渐冷却到溶液刚变透明时，记下此温度即为浊点。若试样呈阳性，则可推定含有中等 E0 数的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。如加热至沸腾仍无浑浊出现，可加入食盐溶液 (ρ = 100 g/L)，若再加热后出现白色浑浊，则表面活性剂是具有高 E0 数的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。

如果试样不溶于水，且常温下就出现白浊，那么在试样的醇溶液中再加入水，要是仍出现白浊，则可推测为低 E0 数的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。

5.2.7 硫氰酸钴盐试验

硫氰酸钴铵试剂溶液：将 174 g 硫氰酸铵与 28 g 硝酸钴共溶于 1 L 水中。

滴加硫氰酸钴铵试剂溶液于 5 mL ρ = 10 g/L 的试样溶液中，放置，观察溶液颜色，若呈现蓝色的话，则表示存在聚氧乙烯型非离子表面活性剂。呈现红色至紫色为阴性。阳离子表面活性剂呈同样的阳性反应。

5.2.8 氧肟酸试验

(1) 溶液配制

- 1) 盐酸羟胺溶液：在 15 mL 水中溶解 7 g 盐酸羟胺，并加入 78 g 2-甲基戊二醇-2,4。
- 2) 盐酸醇溶液：将 44 mL 2-甲基戊二醇-2,4 和 4 mL c (HCl) = 12 mol/L 盐酸混合。
- 3) 氢氧化钾醇溶液：在 20 mL 水中溶解 3.3 g 氢氧化钾，并加入 45 g 2-甲基戊二醇-2,4。
- 4) 氯化亚铁溶液： ρ (FeCl₂) = 100 g/L。

(2) 检验步骤

在 0.1 g 无水试样中加入 1 mL 盐酸羟胺溶液，加热使溶解或分散，冷却后，加入氢氧化钾醇溶

液或盐酸醇溶液，直至刚果红试纸呈酸性。将其温和地煮沸 3 min 后冷却，加入 2 滴氯化亚铁溶液，紫色或者深红色表示存在脂肪酰烷醇胺非离子表面活性剂。应注意脂肪酰烷醇胺硫酸盐也呈现同样反应。

5.3 表面活性剂定量分析

5.3.1 阴离子表面活性剂定量分析

1. 直接两相滴定法

本方法参照 GB/T 5173-1995，适用于分析烷基苯磺酸盐、烷基磺酸盐、烷基硫酸盐、烷基羟基硫酸盐、烷基酚硫酸盐、脂肪醇甲氧基及乙氧基硫酸盐和二烷基琥珀酸酯磺酸盐，以及每个分子含一个亲水基的其他阴离子活性物的固体或液体产品。不适用于有阳离子表面活性剂存在的产品。

(1) 方法原理

在水和三氯甲烷的两相介质中，在酸性混合指示剂存在下，用阳离子表面活性剂氯化苜苏鎇滴定，测定阴离子活性物的含量。

阴离子活性物和阳离子染料生成盐，此盐溶解于三氯甲烷中，使三氯甲烷层呈粉红色。滴定过程中水溶液中所有阴离子活性物与氯化苜苏鎇反应完，氯化苜苏鎇取代阴离子活性物-阳离子染料盐内的阳离子染料（溴化底米鎇），因溴化底米鎇转入水层，三氯甲烷层红色褪去，稍过量的氯化苜苏鎇与阴离子染料（酸性蓝-1）生成盐，溶解于三氯甲烷层中，使其呈蓝色。

(2)、仪器设备

- 1) 具塞玻璃量筒：100 mL；
- 2) 滴定管：25 mL 和 50 mL；
- 3) 容量瓶：250 mL、500 mL 和 1 000 mL；
- 4) 移液管：25 mL。

(3) 试剂

- 1) 三氯甲烷。
- 2) 硫酸溶液： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=245 \text{ g/L}$
- 3) 硫酸标准溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{ mol/L}$
- 4) 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$
- 5) 月桂基硫酸钠标准溶液： $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na})=0.004 \text{ mol/L}$ 。

所用月桂基硫酸钠用气液色谱法测定，其中小于 C_{12} 的组分应小于 1.0 %，使用前如需干燥，温度应不超过 60 °C。检验月桂基硫酸钠的纯度并同时配制标准溶液。

① 月桂基硫酸钠纯度的测定

称取 $(2.5 \pm 0.2) \text{ g}$ 月桂基硫酸钠（试剂级），称准至 1 mg，放入具有磨砂颈的 250 mL 圆底玻璃烧瓶中，准确加入 25 mL $c = 0.5 \text{ mol/L}$ 硫酸标准溶液，装上水冷凝管，将烧瓶置于沸水浴上加热 60 min。在最初的 (5~10) min 溶液会变稠并易于强烈发泡，对此可将烧瓶撤离热源和旋摇烧瓶中内容物的办法予以控制。再经 10 min，溶液会变清，停止发泡，再移至电热板上加热回流 90 min。移去热源，冷却烧瓶，先用 30 mL 95 % 的乙醇接着用水小心冲洗冷凝管。加入数滴酚酞溶液，用 $c = 0.5 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠标准溶液滴定。

用氢氧化钠标准溶液滴定 25mL 硫酸标准溶液，进行空白试验。

月桂基硫酸钠的纯度 P 按式 (5-3) 计算，单位为 mmol/g。

$$P = (V_1 - V_0) c_1 / m_1 \quad (5-3)$$

式中： P ——月桂基硫酸钠的纯度，mmol / g；

V_0 ——空白试验耗用氢氧化钠溶液的体积，mL；

V_1 ——试样耗用氢氧化钠溶液的体积, mL;

c_1 ——氢氧化钠溶液的浓度, mol/L;

m_1 ——月桂基硫酸钠的质量, g。

② $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na})=0.004$ mol/L 的月桂基硫酸钠标准溶液的配制

称取 1.14~1.16 g 月桂基硫酸钠, 称准至 1 mg, 并溶解于 200 mL 水中, 移入 1000 mL 容量瓶内, 用水稀释至刻度。溶液的浓度 $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na})$ 按式 (5-4) 计算, 单位为 mol/L。

$$c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na}) = m_2 \times P / 1000 \quad (5-4)$$

式中: m_2 ——月桂基硫酸钠的质量, g;

P ——月桂基硫酸钠的纯度, mmol/g。

6) $c(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2) = 0.004$ mol/L 的氯化苜苏鎊标准溶液

氯化苜苏鎊化学名为苜基二甲基-2[2-4(1,1,3,3-四甲丁基)苜氧-乙氧基]-乙基氯化铵单水合物, 分子式为 $(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2)$ 。

另外, 如果没有此试剂时, 可以用其他阳离子试剂, 如十六烷基三甲基溴化铵或十二烷基二甲基苜基氯化铵。但仲裁时只用氯化苜苏鎊。

① 标准溶液的配制

称取 (1.75~1.85) g 氯化苜苏鎊 (称准至 1 mg), 溶于水并定量转移至 1 000 mL 容量瓶内, 用水稀释至刻度。

② 标准溶液的标定

用移液管移取 25.0 mL 月桂基硫酸钠标准溶液至具塞量筒中, 加 10 mL 水, 15 mL 三氯甲烷, 10 mL 酸性混合指示剂溶液。

用氯化苜苏鎊溶液滴定。开始时每次加入约 2 mL 滴定溶液后, 塞上塞子, 充分振摇, 静置分层, 下层呈粉红色。继续滴定并振摇, 当接近滴定终点时, 由于振荡而形成的乳状液较易破乳。然后逐滴滴定, 充分振摇。当三氯甲烷层的粉红色完全退去, 变成淡灰蓝色时, 即达到终点。

氯化苜苏鎊溶液的浓度 $c(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2)$ 按式 (5-5) 计算, 单位为 mol/L。

$$c(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2) = c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na}) \times 25 / V_2 \quad (5-5)$$

式中: $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na})$ ——月桂基硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——滴定时耗用氯化苜苏鎊溶液的体积, mL。

7) 酚酞乙醇溶液: $\rho(\text{酚酞})=10\text{g/L}$ 。

8) 混合指示剂: 由阴离子染料 (酸性蓝-1) 和阳离子染料 (溴化底米鎊或溴化乙啶鎊) 配制。

① 贮存液的配制

称取 (0.5±0.005) g 溴化底米鎊或溴化乙啶鎊于一个 50 mL 烧杯内, 再称 (0.25±0.005) g 酸性蓝-1 于另一个 50 mL 烧杯中, 均称准至 1 mg。

向每一烧杯中加 (20~30) mL 体积分数为 10 % 的热乙醇, 搅拌使其溶解。将两种溶液转移至同一个 250 mL 容量瓶内, 用 10 % 乙醇冲洗烧杯, 洗液并入容量瓶, 再稀释至刻度。

② 酸性混合指示剂溶液

吸取 20 mL 贮存液于 500 mL 容量瓶中, 加 200 mL 水, 再加入 20 mL $\rho=245$ g/L 的硫酸, 用水稀释至刻度并混合。避光贮存。

表 5-3 是按相对分子量 360 计算的取样量, 可作参考。

表 5-3 按相对分子量 360 计算的取样量

样品中活性物含量, %	取样量, g
15	10.0
50	5.0
45	3.2
60	2.4

80	1.8
100	1.4

(4) 检验步骤

- 1) 称取含有 (3~5) mmol 阴离子活性物的实验室样品, 称准至 1 mg, 放入 150 mL 烧杯内。
- 2) 测定: 将试样份溶于水, 加入数滴酚酞溶液, 并按需要用氢氧化钠溶液或硫酸溶液中和到呈淡粉红色。定量转移至 1 000 mL 的容量瓶中, 用水稀释到刻度, 混匀。

用移液管移取 25 mL 试样溶液至具塞量筒中, 加 10 mL 水, 15 mL 三氯甲烷和 10 mL 酸性混合指示剂溶液, 按氯化苜苏鎇溶液滴定步骤滴定至终点。

(5) 结果的表示

阴离子活性物的质量分数 w 按式 (5-6) 计算。

$$w = 4 \times V_3 \times c_3 \times M_B / m_3 \quad (5-6)$$

阴离子活性物含量 m_B 按式 (5-7) 计算, 单位为 mmol/g。

$$m_B = 4 \times V_3 \times c_3 / m_3 \quad (5-7)$$

式中: m_3 ——试样质量, g;

M_B ——阴离子活性物的平均摩尔质量, g/mol;

c_3 ——氯化苜苏鎇溶液的浓度, mol/L;

V_3 ——滴定时所耗用的氯化苜苏鎇溶液体积, mL。

对一样品, 由同一分析者用同一仪器, 两次相继测定结果之差应不超过平均值的 1.5 %。对同一样品, 在两个不同的实验室中, 所得结果之差不超过平均值的 3 %。

2. 亚甲基蓝分光光度法

(1) 方法原理

用三氯甲烷萃取阴离子表面活性剂与亚甲基蓝所形成的复合物, 然后用分光光度法定量阴离子表面活性剂。

(2) 仪器设备

分光光度计: 波长 (360~800) nm, 具有 30 mm 比色池。

(3)、试剂

1) 阴离子表面活性剂标准溶液: 称取相当于 1 g 阴离子表面活性剂 (100 %) 的参照物 (准称至 1 mg), 用水溶解并转移至 1 L 容量瓶中, 然后稀释至刻度, 混匀, 该溶液为 $\rho=1$ g/L 的表面活性剂溶液。移取此溶液 10.0 mL, 用水稀释至 1 L, 该溶液阴离子表面活性剂浓度为 0.01 g/L。

2) 亚甲基蓝溶液: 称取 0.1 g 亚甲基蓝, 用水溶解并稀释至 100 mL, 移取 30 mL 溶液于 1 L 容量瓶中, 加入 6.8 mL 浓硫酸及 50 g 磷酸二氢钠水合物 ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 溶解后用水稀释至 1 L。

3) 三氯甲烷。

4) 磷酸二氢钠洗涤液: 将 6.8 mL 浓硫酸及 50 g 磷酸二氢钠溶于水中, 稀释至 1 L。

(4) 检验步骤

1) 标准曲线的绘制

取一系列含有 (0~150) μg 阴离子表面活性剂的标准溶液作为试验溶液, 于 250 mL 分液漏斗中加水至总量 100 mL, 然后按下列 2) 的程序进行萃取和测定吸光度, 绘制阴离子表面活性剂含量 (mg/L) 与吸光度的标准曲线。

2) 试样中阴离子表面活性剂含量的测定

准确移取适量体积的试样溶液于 250 mL 分液漏斗中, 加水至总量 100 mL (应含阴离子表面活性剂 10 μg ~100 μg), 然后用 $c=0.1$ mol/L 的硫酸溶液或 $c=0.1$ mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7。加入 25 mL 亚甲基蓝溶液, 摇匀后加入 20 mL 三氯甲烷, 振荡 30 s, 静置分层, 若水层中

蓝色褪尽，则应再加入 10 mL 亚甲基蓝溶液，再振荡，静置分层。

将三氯甲烷层放入另一 250 mL 分液漏斗中（注意勿将界面絮状物随同三氯甲烷层带出），重复萃取 3 次。

合并三氯甲烷萃取液于一分液漏斗中，加入 50 mL 磷酸二氢钠洗涤液振荡 30 s，静置分层，将三氯甲烷层通过洁净的脱脂棉过滤至 100 mL 容量瓶中，再加入 10 mL 三氯甲烷于分液漏斗中，振荡 30 s，静置分层，将三氯甲烷层经脱脂棉过滤至容量瓶中，再以少许三氯甲烷淋洗脱脂棉，然后用三氯甲烷稀释到刻度，混匀，同时做空白试验。用 30 mm 比色池，以空白试验的三氯甲烷萃取液作参比，用分光光度计于波长 650 nm 测定试样三氯甲烷萃取液的吸光度。将测得试样吸光度与标准曲线比较，得到相应表面活性剂的量，以毫克每升（mg/L）表示。

5.3.2 阳离子表面活性剂定量分析

本方法参照 GB 5174—1985，用直接两相滴定法测定。该法适用于分析长链季铵化合物、月桂胺盐和咪唑啉盐等阳离子活性物。适用于水溶性的固体活性物或活性物水溶液。若其含量以质量百分含量表示，则阳离子活性物的分子量必须已知，或预先测定。

1. 方法原理

与 GB/T 5173—1995 直接两相滴定法测定阴离子活性物一致。用试样溶液滴定一定量的月桂基硫酸钠标准溶液。

2. 仪器设备

具塞玻璃量筒：100 mL；滴定管：25 mL 或 50 mL；容量瓶：1000 mL；移液管：10 mL。

3. 试剂

- (1) 三氯甲烷。
- (2) 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ mol/L}$
- (3) 月桂基硫酸钠标准溶液： $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na}) = 0.004 \text{ mol/L}$
- (4) 酸性混合指示剂溶液。

4. 检验步骤

称取约 5 g 试样（称准到 1 mg）。溶于 100 mL 水中，移入 1000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

用移液管吸取 10 mL 月桂基硫酸钠标准溶液至具塞量筒中，加 10 mL 水、15 mL 三氯甲烷和酸性混合指示剂溶液。在滴定管中注满试样溶液。用试样溶液滴定月桂基硫酸钠溶液，每次加入试样溶液后，塞住塞子，充分振摇，静置分层，下层应呈粉红色。当接近滴定终点时，振摇而形成的乳状液较易破乳，然后逐滴滴定，充分振摇，当三氯甲烷层的粉红色完全退去，变成淡灰蓝色时，即达终点。记录滴定所耗用的试样溶液毫升数。

耗用的试样溶液体积至少 10 mL，若少于 10 mL，则应调整相应的试样量后重新试验。

5、结果的表示

阳离子活性物的质量分数 w 按式（5-8）计算。

$$w = M \times c \times 1000 / (V \times m) \quad (5-8)$$

式中： M ——阳离子活性物的摩尔质量，g/mol；

c ——月桂基硫酸钠溶液的摩尔浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

V ——滴定耗用试样溶液的体积, mL。

对同一样品, 由同一分析者用同一仪器, 两次相继测定结果之差应不超过平均值的 1.5 %。对同一样品, 在两个不同的实验室中, 所得结果之差应不超过平均值的 3 %。

5.3.3 非离子表面活性剂的定量分析

1. 硫氰酸钴分光光度法

该法适用于聚乙氧基化烷基酚、聚乙氧基化脂肪醇、聚乙氧基化脂肪酸酯、山梨糖醇脂肪酸酯含量的测定。

(1) 方法原理

非离子表面活性剂与硫氰酸钴所形成的络合物用苯萃取, 然后用分光光度法定量非离子表面活性剂。

(2) 仪器设备

1) 紫外分光光度计: 具有 10 mm 石英比色池, 波长 322 nm。

2) 离心机: 转速 (1000~4000) r/min。

(3) 试剂

1) 硫氰酸钴铵溶液: 将 620 g 硫氰酸铵(NH_4CNS)和 280 g 硝酸钴 [$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 溶于少许水中, 再稀释至 1 L, 然后用 30 mL 苯萃取两次后备用。

2) 非离子表面活性剂标准溶液: 称取相当于 1 g 非离子表面活性剂 (100 %) (正月桂基聚氧乙烯醚) ($\text{EO}=7$), 称准至 1 mg, 用水溶解, 转移至 1 L 容量瓶中, 稀释至刻度, 该溶液中非离子表面活性剂浓度为 1 g/L。移取 10.0 mL 上述溶液于 1 L 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 混匀, 所得稀释液非离子表面活性剂浓度为 0.01 g/L。

3) 苯、氯化钠。

(4) 检验步骤

1) 标准曲线的绘制

取一系列含有 (0~4000) μg 非离子表面活性剂的标准溶液作为试验溶液于 250 mL 分液漏斗中。加水至总量 100 mL, 然后按下列 2) 规定程序进行萃取和测定吸光度, 绘制非离子表面活性剂含量 (mg/L) 与吸光度标准曲线。

2) 试样中非离子表面活性剂含量的测定

准确移取适量体积的试样溶液于 250 mL 分液漏斗中, 加水至总量 100 mL (应含非离子表面活性剂 0 μg ~ 3000 μg), 再加入 15 mL 硫氰酸钴铵溶液和 35.5 g 氯化钠, 充分振荡 1 min, 然后准确加入 25 mL 苯, 再振荡 1 min, 静止 15 min, 弃掉水层, 将苯放入试管, 离心脱水 10 min (转速 2000 r/min), 然后移入 10 mm 石英比色池中, 用空白试验的苯萃取液做参比, 用紫外分光光度计于波长 322 nm 测定试样苯萃取液的吸光度。

将测得的试样吸光度与标准曲线比较, 得到相应非离子表面活性剂的量, 以毫克每升 (mg/L) 表示。

2. 泡沫体积法.

本方法参照标准 GB/T 15818-1995 附录 B, 适用于脂肪酰二乙醇胺类非离子表面活性剂含量的测定。

(1) 方法原理

本方法是将试样溶液，在一定条件下振荡，根据生成的泡沫体积定量非离子表面活性剂。

(2) 仪器设备

具塞量筒：100 mL，分度值 1 mL。

(3) 试剂

基础培养基溶液：参照标准 GB/T 15818-1995。

(4) 操作步骤

1) 标准曲线绘制

用培养基溶液将待试月桂酰二乙醇胺非离子表面活性剂配制成 1 mg/L, 3 mg/L, 5 mg/L, 7 mg/L, 10 mg/L 的标准溶液，然后各取 50 mL 按下列程序测定泡沫体积，同时做空白试验。标准溶液的泡沫体积减去空白试验的泡沫体积，得到净泡沫体积，绘制浓度 (mg/L) 与净泡沫体积的标准曲线。

2) 非离子表面活性剂含量的定量

将 50 mL 试样溶液放入 100 mL 具塞量筒中，用力上下振摇 50 次（每秒约 2 次），静置 30 s 后，观测净泡沫体积，重复上述操作，取两次测定结果的平均值。

将测得的净泡沫体积查标准曲线，得相应月桂酰二乙醇胺表面活性剂样品溶液的浓度 (mg/L)。

5.3.4 两性表面活性剂的定量分析

两性表面活性剂的定量分析有磷钨酸法、铁氰化钾法、高氯酸铁法、碘化铋络盐螯合滴定法、电位滴定法等。

1. 磷钨酸法

(1) 方法原理

在酸性条件下甜菜碱类两性活性剂和苯并红紫 4B 络合成盐。这种络盐溶在过量的两性表面活性剂中，即使酸性，在苯并红紫 4B 的变色范围也不呈酸性色。两性表面活性剂在等电点以下的 pH 溶液中呈阳离子性，所以同样能与磷钨酸定量反应，并生成络盐沉淀，而使色素不显酸性色。

用磷钨酸滴定含苯并红紫 4B 的两性活性剂盐酸酸性溶液时，首先和未与色素结合的两性活性剂络合成盐，继而两性表面活性剂-苯并红紫 4B 的络合物被磷钨酸分解，在酸性溶液中游离出色素，等电点时呈酸性色。

(2) 仪器设备

移液管：10 mL；容量瓶：500 mL，1000 mL；滴定管；25 mL。

(3) 试剂

1) 盐酸溶液：浓度为 0.1 mol/L 和 1 mol/L 的溶液；

2) 硝基苯；

3) 苯并红紫 4B 指示剂：0.1 g 苯并红紫 4B 溶于 100 mL 水中。

4) 磷钨酸标准溶液： $c = 0.02 \text{ mol/L}$

(4) 检验步骤

用移液管吸取 10 mL 含 (0.2~2) % 有效成分的两性活性剂溶液，加 3 滴指示剂，用 0.1 mol/L 盐酸调 pH 值为 2~3。加 5~6 滴硝基苯作滴定助剂，摇匀，用磷钨酸标准溶液滴定至浅蓝色为终点。由此滴定值求出两性活性剂的浓度。

对未知分子量的样品，重新移取 10 mL 同一试样，加 1 mL $c = 1 \text{ mol/L}$ 盐酸及 0.5 g 氯化钠，待氯化钠溶解后，加入滴定量 1.5 倍的磷钨酸标准溶液，使生成络盐沉淀。用干燥称重的 G_1 漏斗过滤，用 50 mL 水洗净容器和沉淀后，于 60 °C 真空干燥至恒重，称得最终沉淀量。

(5) 结果计算

两性离子活性剂的质量分数 w 及未知两性离子摩尔质量 M_B' 按式 (5-9)、(5-10) 计算。

$$w = V \times c \times M_B / m \quad (5-9)$$

$$M_B' = [m_P - (V \times c \times 959.3)] / (V \times c) \quad (5-10)$$

式中： V ——滴定用的磷钨酸溶液量，mL；

c ——磷钨酸溶液浓度，mmol/L；

m_P ——络盐沉淀质量，mg；

M_B ——两性表面活性剂相对分子质量；

m ——10 mL 样品溶液中样品质量，mg；

959.3——磷钨酸的摩尔质量，g/mol。

2. 比色法

(1) 方法原理

如果存在甜菜碱氧肟酸盐，则可以与铁离子试剂反应生成红色铁络合物，即可用于定性鉴定，也可用于定量分析。

(2) 试剂

1) 铁离子试剂：溶解含 0.4 g 铁的氯化铁于 5 mL 浓盐酸中，加入 5 mL 质量分数为 70 % 高氯酸，在通风柜里蒸发至干。用水稀释残渣至 100 mL。将 10 mL 此液与 1 mL 70 % 高氯酸溶液混合，用乙醇稀释至 100 mL。

2) 乙醇：体积分数为 95 %。

(3) 检验步骤

1) 绘制标准曲线：用纯氧肟酸盐在 250 mL 水中制备含 0.30 g 氧肟酸基团 (-CONHON) 的溶液作贮备液。分别吸取 1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 贮备液于 5 只 250 mL 容量瓶中，分别用水稀释至 5 mL。再分别加入 5 mL 铁离子试剂，用乙醇稀释至刻度。以铁离子试剂作参比，用 1 cm 比色池，在 520 nm 处测定吸光度。绘制氧肟酸基团毫克数-吸光度曲线。

2) 测定：制备含 0.1 g 氧肟酸基团的试样水溶液。吸取 5 mL 此液于 250 mL 容量瓶中，加入 5 mL 铁离子试剂，用乙醇定容。以铁离子试剂作参比，用 1 cm 比色池，在 520 nm 处测定吸光度。根据标准曲线计算测定结果。

授课日期

教案编号

13

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 13 章 着色剂的检验		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解化妆品用着色剂的分类 ● 掌握颜料的检测原理及方法 ● 掌握染料的检测原理和方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 颜料的检测原理及方法 ● 染料的检测原理和方法 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 颜料的检测原理及方法 ● 染料的检测原理和方法 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	化妆品用着色剂的分类 (1 学时) 颜料、染料的检测原理和方法 (3 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 13 章 着色剂的检验

9.2 颜料的检验

颜料是粉状不溶于水、油、树脂等介质的具有保护和装饰作用的有色物质，简单说来，颜料分为无机颜料和有机颜料。无机颜料主要包括炭黑及铁、钡、锌、镉、铅和钛等金属的氧化物和盐，有机颜料可以分为单偶氮、双偶氮、色淀、酞菁、喹吖啶酮及稠环颜料等几种结构类型。无机颜料耐晒、耐热性能好，遮盖力强，但色谱不十分齐全，着色力低，色光鲜艳度差，部分金属盐和氧化物毒性较大。而有机颜料结构多样，色谱齐全，色光鲜艳纯正，着色力强，但耐光、耐气候性和化学稳定性较差，价格较贵。由于无机颜料与有机颜料的不同特点，决定了它们应用领域上的差别。

颜料的应用主要包括涂料、油墨、塑料、橡胶、皮革涂饰、造纸、陶瓷、纺织、建筑、工艺美术、医疗及化妆品等，常以分散状态应用于上述制品中，使其呈现出各种色彩。随着科技的进步和社会的发展，颜料的应用日趋广泛，且新的用途还在不断增加，产品性能也受到广泛的关注。

为了评价颜料产品的性能，要用许多试验方法，从不同角度对产品进行考察，并尽量用数值表示，这些数值称为颜料产品的技术指标，它们是作为生产和使用双方验收产品及质量监督的依据。用颜料产品的主要技术指标所规定的数值综合起来表示颜料产品的性能，称为颜料产品标准。它具有统一性、科学性、约束性和可行性。颜料产品检测是用规定的试验方法来评价颜料产品的性能，对所生产的产品进行质量检测。不同的颜料产品由于组成、用途不同，对颜料性能要求也有所不同。颜料产品技术性能指标一般包括表面性能、稳定性能等几个方面。

本节重点介绍颜料通用项目的检验方法。

13.1 颜料颜色

1. 方法原理

用标准颜料的颜色与一般样品的颜色进行比较、以试样的颜色差异程度来表示颜料颜色。

2. 仪器和试剂

- (1) 调刀：钢制楔形刀身的调墨刀；
- (2) 底材：无色透明的玻璃板，最小面积 $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ ；
- (3) 吸管：容量 1 mL 的注射器；
- (4) 天平：精确至 1 mg 或更高的精确度；
- (5) 自动研磨机：磨砂玻璃板直径为 $(180\sim 250)\text{ mm}$ ，在研磨机上施加高达 1 kN 可变的已知力，玻璃板的转速为 $(70\sim 120)\text{ r/min}$ 。（自动研磨机玻璃板最好有冷却水，如没有冷却水，必须注意在研磨过程中不应产生温度变化。）
- (6) 湿膜制备器：适用于并排地涂上一个或三个膜，湿膜厚度 $100\text{ }\mu\text{m}$ 。
- (7) 精制亚麻仁油：密度为 $(0.926\sim 0.933)\text{ g/mL}$ ；颜色（格氏管）： ≤ 6 ；透明度： $(15\sim 20)\text{ }^\circ\text{C}$ 时无沉淀；灰分： $\leq 0.02\%$ ；酸值： $\leq (5\sim 7)\text{ mg/g}$ ；皂化值： $188\sim 195$ ；不皂化物： $\leq 1.5\%$ 。

3. 检验步骤

(1) 颜料分散体的制备：称取试验颜料 $(0.5\sim 2.0)\text{ g}$ （准确至 1 mg ），把试样放在自动研磨机清洁的下层玻璃板上，用吸管吸取一定量的精制亚麻仁油加入，用调刀的刀尖将颜料和精制亚麻仁油充分混合。把浆状物铺展成约 50 mm 宽的条带，该条带大约在下层玻璃板边缘到中心的中间处，并将调刀粘有的混合物尽可能地抹擦在研磨机上层玻璃板上，合上研磨机板，施加约 1 kN 的力进行

研磨,每遍 50 转,研磨四遍。每研磨一遍后用调刀将两板上的浆状物收集在一起,再铺展成宽 50 mm 的条带。并将调刀在上层板上抹净。研磨结束后,再加入少量精制亚麻仁油,用调刀调和以得到合适的稠度。合上研磨机板,再研磨 25 转,从板上取下浆状物,贮存于合适的容器中备用。取相同量的标准样品,以相同的方法制备浆状物。如果发现研磨机施加的力和研磨转数不合适可作调整。但试样和标准样品必须在相同条件下进行。(2) 颜色的比较:将制得的试样及标准样品的浆状物以同一方向铺展在底材上,用湿膜制备器制成宽不小于 25 mm,接触边长不小于 40 mm 的不透明条带,涂后立即在散射日光或标准光源下,观察不透明条带的表面,或经有关双方商定通过玻璃比较两种浆的颜色差异。经有关双方商定,也可用一合适的测色仪来比较颜色。

5. 检验结果

试验结果以试样的颜色差异程度来表示。颜色差异的评级分为:近似、微、稍、较四级。其中,微、稍、较之后需列入色相及鲜、暗的评语。白色颜料以优于、等于或差于标准样品及加上色相进行评定。

9.2.2 遮盖力

1. 方法原理

遮盖力(X)是指颜料和调墨油研磨成色浆,均匀地涂刷于黑白格玻璃板上,使黑白格恰好被遮盖的最小颜料用量,以 g/m^2 表示。

2. 仪器和试剂

- (1) 调墨刀:长 178mm,宽(7~18) mm;
- (2) 平磨机;
- (3) 其他设备与涂料遮盖力测定所用的仪器一致。
- (4) 调墨油:用纯亚麻仁油,粘度:(140~160) $\text{mPa}\cdot\text{s}$ / 25°C 或 (38~42) s / 25°C (涂-4 粘度计); 酸值:不大于 7 mg / g; 颜色:不大于 7 (铁钴比色计)。

4. 检验步骤

称取试样(3~5) g (准确至 0.2 g),参照表 9-14 称取调墨油,取其总量的 1/2~1/3 置于平磨机下层的磨砂玻璃面上,用调墨刀调匀,加 5.0 MPa 压力,进行研磨,每 25 转或 50 转调和一次,调和四次共 100 转或 200 转,加入剩余的调墨油,用调墨刀调匀,放入容器内备用。然后,用刷涂法测定颜料的遮盖力。

9.2.3 吸油量

1. 方法原理

在定量的粉状颜料中,逐步将油滴入其中,使其均匀调入颜料,直至滴加的油恰能使全部颜料浸润并不碎不裂粘在一起的最低油量,即为颜料吸油量。可用体积 / 质量或质量 / 质量表示。

我国 GB 5211-2003 中规定用颜料样品在规定条件下吸收精制亚麻仁油量作为吸油量指标。吸油量是颜料在涂料应用中的重要指标。吸油量大的颜料比吸油量小的颜料在保持同样稠度时耗费的涂料多。

2. 仪器和试剂

- (1) 平板:磨砂玻璃或大理石制,尺寸不小于 300 mm × 400 mm;

(2) 调刀：钢制，锥形刀身，长约 140 mm~150 mm，最宽处为 20 mm~25 mm，最窄处不小于 12.5mm；

(3) 滴定管：容量 10 mL，分度值 0.05 mL；

(4) 精制亚麻仁油：酸值为 (5.0~7.0) mg / g。

4. 检验步骤

(1) 根据不同颜料吸油量的范围，建议按表 9-11 规定称取适量的试样。

表 9-11 取样量与吸油量的关系

吸油量, mL/100g	试样质量, g	吸油量, mL/100g	试样质量, g
≤10	20	30~50	5
10~30	10	50~80	2
		>80	1

(2) 将试样置于平板上，用滴定管滴加精制亚麻仁油，每次加油量不超过 10 滴，加完后用调刀压研，使油渗入受试样品，继续以此速度滴加至油和试样形成团块为止。从此时起，每加一滴后需用调刀充分研磨，当形成稠度均匀的膏状物，恰好不裂不碎，又能粘附在平板上时，即为终点。记录所耗油量，全部操作应在 (20~25) min 内完成。

5. 检验结果

吸油量 A 以每 100 g 产品所需油的体积或质量表示，分别用式 9-18 或式 9-19 计算：

$$A = 100V/m \quad (9-18)$$

$$A = 93V/m \quad (9-19)$$

式中： V — 所需油的体积，mL；

m — 试样的质量，g；

93— 精制亚麻仁油的密度乘以 100。

报告结果准确到每 100g 颜料所需油的体积或质量。

9.2.4 水溶物含量

1. 方法原理

在颜料制造过程中产生一定量的可溶性杂质（如硫酸盐、氯化物等）混入颜料成品中。水溶物的存留破坏涂膜对底材的保护作用，甚至对底材造成腐蚀。水溶物含量是指颜料样品在水中可溶物的质量分数。GB/T 5211.1—2003、GB/T 5211.2—2003 分别规定了冷萃取法和热萃取法测定颜料产品中水溶物的测定方法。

2. 仪器和试剂

(1) 250 mL 容量瓶、蒸发皿、慢速滤纸或玻璃滤器、烘箱、干燥器、分析天平、100 mL 移液管等常规实验仪器。

(2) 蒸馏水： pH 值为 6~7 的二次蒸馏水。

3. 检验步骤

(1) 热萃取法

称 (2~20) g 样品，准确至 0.01 g，置于一烧杯中。将烧杯中的试样用几毫升水润湿（如颜料在水中难以分散，可滴加少许水调浆润湿，如颜料不溶于乙醇，可加几毫升乙醇进行润湿）。加 200

mL 刚煮沸过的二次蒸馏水后搅拌，煮沸 5 min，如颜料高度分散，则可根据颜料品种选用合适的絮凝剂（按产品标准规定），迅速冷却到室温，移入容量瓶中。用水稀释至刻度，充分摇匀，经滤纸或玻璃滤器反复过滤，直至滤液清澈。

在水浴上用预先称量过的蒸发皿蒸发 100 mL 清澈滤液至干，移入 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干至恒重。

(2) 冷萃取法

称 $(2 \sim 20)$ g 样品，准确至 0.01 g，置于一烧杯中。将烧杯中的试样用几毫升水润湿（如颜料在水中难以分散，可滴加少许水调浆润湿，如颜料不溶于乙醇，可加几毫升乙醇进行润湿）。加 200 mL 刚煮沸并冷却的二次蒸馏水后，在室温下连续搅拌 1 h。移入容量瓶中。以下操作同热萃取法。

4. 检验结果

样品中水溶物含量的质量分数 w 按式(9-20)计算，取两次测定的平均值，报告试验结果到一位小数。

$$w = 2.5 m_1 / m_0 \quad (9-20)$$

式中： m_0 — 试样的质量，g；

m_1 — 水溶物的质量，g。

9.2.5 耐水性

1. 方法原理

颜料和水接触后，由于颜料微溶于水，会造成水的沾色，颜料的耐水性即是指颜料对抗水解而造成水沾色的性能。

2. 仪器

- (1) 天平：感量 0.001 g；
- (2) 试管：容量 25 mL，带磨口塞；
- (3) 电动振荡器：振荡频率 (280 ± 5) 次 / min，振荡幅度 (40 ± 2) mm；
- (4) 细孔坩埚：容量 25 mL；
- (5) 抽滤瓶：容量 125 mL；
- (6) 慢速滤纸；
- (7) 比色皿：厚度 0.5 cm，高度 6.4 cm；
- (8) 比色架：比色架应有两个孔，恰好插入两支比色皿，背景为白色；
- (9) 沾色灰色分级卡；

3. 检验步骤

(1) 试液的制备

1) 使用冷水

称取颜料样品 0.5 g，称准至 0.001 g，放入试管中，加入 20 mL 经煮沸并冷却至常温的蒸馏水，盖紧磨口塞，水平固定在振荡器上，振荡 5 min。取下，静置 30 min。倒入铺设 3 层滤纸的细孔坩埚中，真空抽滤直至得到清澈滤液。

2) 使用热水

称取颜料样品 0.5 g，称准至 0.001 g，放入试管中，加入 20 mL 沸腾的蒸馏水，充分润湿颜料后，在沸腾的水浴中加热 10 min。取出，冷却至室温，倒入铺设 3 层滤纸的细孔坩埚中，真空抽滤直至得到清澈滤液。

(2) 沾色级别的评定。

将蒸馏水和制得的清澈滤液分别注满两比色皿，将两比色皿分别置入比色架孔中，在朝北自然光照下，入射光与被观察物成 45° 角，观察方向垂直于被观察物表面，对照沾灰色分级卡以目测评定沾色级别。

4. 检验结果

评定的沾色级别直接用来表示颜料的耐水性，最好为 5 级，最差为 1 级。滤液的沾色程度介于两级之间时，以 4~5，3~4，2~3，1~2 表示。平行试验所得级别应相同。

9.2.6 耐酸性

1. 方法原理

颜料和酸溶液接触后，由于颜料和酸作用，会造成酸溶液的沾色和颜料本身的变色，颜料的耐酸性即是指颜料对抗酸的作用而造成酸溶液的沾色和颜料变色的性能。

2. 仪器和试剂

- (1) 灰色分级卡（沾色灰色分级卡，褪色灰色分级卡）
- (2) 其余同 9.2.5 耐水性中的使用的仪器。
- (3) 盐酸：质量分数为 2 %；

3. 检验步骤

(1) 试液和滤饼的制备

称取两份颜料样品，每份 0.5 g，称准至 0.001 g，分别放入两支试管中，其中一支加入 20 mL 蒸馏水，另一支加入 20 mL 盐酸溶液。放置 5 min 后，盖紧磨口塞，水平固定在电动振荡器上，振荡 5 min，取下，分别倒入铺设 3 层滤纸的细孔坩埚中，真空抽滤直至得到清澈滤液。留在坩埚中的即为滤饼。

(2) 沾色和变色级别的评定

将 2% 盐酸溶液和制得的清澈滤液分别注满比色皿，对照沾色灰色分级卡，以目视评定滤液的沾色级别。

分别取出过滤后两坩埚中的滤饼，放在白瓷板上，压上无色玻璃，用上述相同的方法对照褪色灰色分级卡，以目视评定颜料的变色级别。

4. 检验结果

颜料的耐酸性用滤液的沾色级别、滤饼的变色级别或同时用滤液的沾色级别和滤饼的变色级别表示。滤液沾色，滤饼变色最好为 5 级，最差为 1 级。滤液的沾色程度介于两级之间时可用 4~5，3~4，2~3，1~2 表示。滤饼的变色程度介于两级之间时则用 4/5，3/4，2/3，1/2 表示。如同时表示滤液的沾色程度和滤饼变色程度的级别时，则表示为 A[B]，A 表示滤液的沾色级别，B 表示滤饼的变色级别。例如某颜料滤液沾色为 5 级，变色为 4/5，则表示为 5[4/5]。平行试验所得级别应相同。

9.2.7 耐碱性

1. 方法原理

颜料和碱溶液接触后，由于颜料和碱作用，会造成溶液的沾色和颜料本身变色，颜料的耐碱性即是指颜料对抗碱的作用而造成碱溶液沾色和颜料变色的性能。

2. 仪器和试剂

- (1) 所用的仪器与耐酸性试验一致。
- (2) 氢氧化钠：2%溶液；

3. 检验步骤

(1) 试液和滤饼的制备

称取两份颜料样品，每份 0.5 g，称准至 0.001 g，分别放入试管中，其中一支加入 20 mL 蒸馏水，另一支加入 20 mL 氢氧化钠溶液，盖紧磨口塞，水平固定在电动振荡器上，振荡 5 min，取下，分别倒入铺设 3 层滤纸的细孔坩埚中，真空抽滤直至得到清澈滤液。留在坩埚中的即为滤饼。如果用滤纸过滤不能得到清澈滤液，可采用其他方式过滤，如玻璃滤器等。

(2) 沾色和变色级别的评定

将质量分数为 2 % 的氢氧化钠溶液和制得的清澈滤液分别注满比色皿，对照沾色灰色分级卡以目视评定滤液的沾色级别。

将滤饼放在白瓷板上，压上无色玻璃，对照褪色灰色分级卡以目视评定颜料的变色级别。

5. 检验结果

颜料的耐碱性用滤液的沾色级别、滤饼的变色级别或同时用滤液的沾色级别和滤饼的变色级别表示。颜料的耐碱性最好为 5 级，最差为 1 级。滤液的沾色程度介于两级之间时用 4~5, 3~4, 2~3, 1~2 表示。滤饼的变色程度介于两级之间时用 4/5, 3/4, 2/3, 1/2 表示。如同时表示滤液的沾色程度及滤饼的变色程度级别时，则表示为 A (B)，A 表示滤液沾色级别，[B]表示滤饼变色级别。

9.2.8 耐光性

1. 方法原理

将颜料研磨于一定的介质中，制成样板，与日晒牢度蓝色标准同时在规定的光源下曝晒一定时间后，比较其变色程度，以“级”表示。

2. 仪器设备

- (1) 电热鼓风机、调墨刀、漆刷或喷枪、马口铁板、100 目铜丝布、黑厚卡纸、书写纸、(0~100) μm 刮板细度计、1.5 kw 氙灯日晒机；
- (2) 天平：感量 0.2 g、0.0004 g；
- (3) 小砂磨机：电机转速：2800 r/min；容器：内径 65 mm，高 115 mm；玻璃珠：直径 (2~3) mm；
- (4) 日晒牢度蓝色标准 (GB 730-65)；
- (5) 染色牢度褪色样卡 (GB 250-64)；
- (6) 天然日晒玻璃框：以厚约 3 mm 均匀无色的窗玻璃和木框构成，木框四周有小孔，使空气流通，并不受雨水和灰尘的影响，曝晒试样与玻璃间距为 (20~50) mm。

3. 主要试剂

- (1) 椰子油改性醇酸树脂：颜色：不大于 8 (铁钴比色计)；粘度：25℃时 (20~60) s (涂-4 粘度计)；酸值：不大于 7.5 mg/g；固体含量：(48~52)%。
- (2) 三聚氰胺甲醛树脂：颜色：不大于 1 (铁钴比色计)；粘度：25℃时 (60~90) s (涂-4 粘度计)；酸值：不大于 2 mg/g；固体含量：(58~62)%。

- (3) 涂料用金红石型二氧化钛；
- (4) 铅锰钴催干剂；
- (5) 二甲苯。

4. 检验步骤

(1) 试样的制备

参照表 9-12 和表 9-13, 根据颜料品种和所需冲淡倍数, 按次序称取椰子油改性醇酸树脂、颜料、冲淡剂和玻璃珠, 放入容器内, 加入适量二甲苯, 搅拌均匀并砂磨至细度 30 μm 以下, 再加入所需的三聚氰胺甲醛树脂及树脂质量 0.2% 的铅锰钴催干剂, 搅拌均匀, 用 100 目铜丝布过滤, 以二甲苯调节至适宜制板粘度。

表 9-12 有机颜料

冲淡倍数	颜料, g	冲淡剂, g	椰子油改性醇酸树脂, g	三聚氰胺甲醛树脂, g	玻璃珠, g
本色	10	--	60	30	120
1 倍	5	5	60	30	120
20 倍	1.2	23.8	50	25	120
100 倍	0.25	24.75	50	25	120

表 9-13 无机颜料

冲淡倍数	颜料, g	冲淡剂, g	椰子油改性醇酸树脂, g	三聚氰胺甲醛树脂, g	玻璃珠, g
本色	25	--	50	25	120
1 倍	12.5	12.5	50	25	120
20 倍	1.2	23.8	50	25	120

(2) 制板

将马口铁板用 0 号砂纸打磨, 用二甲苯清洗并用绸布擦干。将试样刷涂或喷涂在已处理好的马口铁板上, 置于无灰尘处, 使其流平半小时, 放入 100 $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干半小时, 取出冷却至室温备用。

(3) 耐光试验

1) 日晒牢度机法

把制备好的样板和《日晒牢度蓝色标准》样卡用黑厚卡纸内衬书写纸遮盖一半, 放入日晒机, 晒至《日晒牢度蓝色标准》中的 7 级褪色到相当于《染色牢度褪色样卡》的 3 级时即为终点, 将其取出, 放于暗处半小时后评级。

2) 天然日光曝晒法

按日晒牢度机法将样板和《日晒牢度蓝色标准》样卡同时置于天然日晒玻璃框中, 晒架与水平面呈当地地理纬度角朝南曝晒, 注意框边阴影不落于样板或蓝色标准样卡上, 并经常擦除玻璃上的灰尘, 阴雨停止曝晒, 日晒终点同日晒牢度机法。

(4) 评级方法

在散射光线下观察试样变色程度, 并与蓝色标准样卡的变色程度对比。

5. 检验结果

如果试样和蓝色标准样卡的某一级相当, 则其耐光等级为该级; 如果变色程度介于二级之间, 则其耐光等级为二者之间, 如 3~4 级, 5~6 级。耐光性以 8 级最好, 1 级最差。色光的变化可加注

深、红、黄、蓝、棕、暗等。颜料的耐光性评级以本色的样板为主，冲淡样板为参考。

9.2.9 耐溶剂性

1. 方法原理

颜料和溶剂接触后，由于某些颜料溶于溶剂，会造成溶剂的沾色，颜料的耐溶剂性即是指颜料对抗溶剂的溶解而造成溶剂沾色的性能。

2. 仪器设备

- (1) 坩埚式玻璃滤器（5号，容量为30 mL）；
- (2) 沾色灰色分级卡；
- (3) 其他仪器与耐酸性试验一致。

3. 检验步骤

(1) 试液的制备

称取颜料样品 0.5 g，称准至 0.001 g，置于试管中，加入 20 mL 溶剂，塞紧管塞，水平固定在电动振荡器上振荡 1 min，取下，倒入玻璃滤器，真空抽滤直至得到清澈滤液，收集滤液，以溶剂稀释至 20 mL，摇匀备用。

(2) 沾色级别的评定

将溶剂和制得的清澈滤液分别注满比色皿，对照沾色灰色分级卡，目视评定滤液的沾色级别。

4. 检验结果

评定的沾色级别直接用以表示颜料的耐溶剂性，最好为 5 级，最差为 1 级。沾色级别介于两级之间时，以 4~5、3~4、2~3、1~2 表示。平行试验所得级别应相同。

9.2.10 耐热性

1. 方法原理

以颜料干粉在一定温度下，经过规定时间后，与原样比较色泽的差异来评价耐热性，以温度（℃）表示。

2. 仪器和试剂

- (1) 箱形电阻炉、平磨机、刮片、30 mL 坩埚、1 mL 注射器；
- (2) 电热鼓风箱：灵敏度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ；
- (3) 天平：感量 0.01 g；
- (4) 调墨刀：长 178 mm，宽（7~18）mm；
- (5) 画报印刷纸：重量 100 g / m²。
- (6) 调墨油：纯亚麻仁油制，粘度：25℃时（2600~2800）mPa·s / 25℃；颜色：不大于 8（铁钴比色计）；酸值：不大于 8 mg / g。

4. 检验步骤

(1) 耐热性的测定

调整烘箱或箱形电阻炉至所需测定温度（测试温度在 200℃以下每隔 20℃为一档，200℃以上每隔 50℃为一档）。把盛有 2.5 g 颜料粉末的坩埚迅速放入烘箱或箱形电阻炉内，到达规定的耐

热温度后计算时间, 半小时后取出放入干燥器中, 冷却至室温。用注射器抽取 2 mL 调墨油, 把颜料和油放置于平磨机的下层磨砂玻璃面上, 用调刀调匀, 分别制备成试样与未经耐热样品的色浆。

(2) 评定方法

用调墨刀分别挑取少许试样和未经耐热样品的色浆, 涂于画报印刷纸上, 两个色浆平行间隔距离约为 15 mm, 用刮片均匀刮下。在散射光线下, 立即观察墨色的色泽变化。

5. 检验结果

以不变色的一档温度为该试样的耐热温度。

9.2.11 筛余物含量

1. 方法原理

筛余物是指颜料通过一定孔径筛子后, 不能通过筛子的大粒子和机械杂质。筛余物对颜料分散过程产生影响且破坏研磨设备, 所以筛余物含量是颜料加工过程中必须控制的指标。GB/T 1715-1979 规定颜料通过一定孔径的筛子后, 剩余物质量与试样质量的百分比为颜料筛余物。

2. 仪器和试剂

(1) 筛子: 内径 65 mm~70 mm, 高 35 mm~40 mm, 或内径 75 mm~80 mm, 高 50 mm~55 mm;

(2) 中楷羊毛笔: 毫长 25 mm~30 mm ;

(3) 天平: 感量 0.01 g, 0.0002 g;

(4) 电热鼓风箱: 灵敏度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$;

(5) 95%乙醇: 化学纯。

3. 检验步骤

(1) 湿筛法

称取试样 10 g (准确至 0.01 g, 有机颜料称重 2 g~3 g), 放入用乙醇润湿过的按产品标准规定已恒重的筛内, 再用乙醇将试样润湿, 手持筛子的上端将筛浸入水中, 用中楷羊毛笔轻轻刷洗, 直至在水中无颜料颗粒。再用蒸馏水冲洗两次, 用乙醇冲洗一次。最后放入 $(105 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温烘箱中烘干至恒重。

(2) 干筛法

称取试样 10 g (准确至 0.01 g), 放入按产品标准规定的已知质量的筛内。手持筛子的上端轻轻摇动, 用中楷羊毛笔将颜料轻轻刷下, 直至在白纸上无色粉为止。然后将剩余物连同筛子一起称量 (准确至 0.000 2 g)。

4. 检验结果

筛余物分数 w 按式(9-21)计算。

$$w = (m_1 - m_2) / m \quad (9-21)$$

式中: m — 试样的质量, g;

m_1 — 空筛和剩余物的质量, g;

m_2 — 空筛的质量, g。

湿筛法中平行测定结果的相对误差不大于 10 %, 干筛法中不大于 15 %, 取平均值为测定结果。

9.3 染料的检验

染料是与染色对象有一定亲和力，可通过适当方法上染固着，并具有一定色牢度的色素。染料常用分类方法有两种。一种是根据染料含有的共同的基本结构或共同基团等化学结构分类，例如，偶氮染料是含有偶氮基的染料，蒽醌染料是含有蒽醌结构的染料等；另一种分类方法是按染料的应用方法和性能分类。我国 GB/T 6686-1986《染料分类》中规定染料按其应用方法和性能分成直接染料、硫化染料、还原染料、反应染料、显色染料、酸性染料、媒介染料、分散染料、阳离子染料、荧光增白剂、溶剂染料、颜料、食用染料、皮革染料等 14 类。另外，染料除按其应用方法和性能分类以外，还有激光染料、热敏染料、压敏染料、成色剂及增感染料等。

下面介绍染料通用检验方法。

9.3.1 染料水分的测定

根据各类染料及染料中间体的性质，染料水分测定方法有溶剂抽提法、烘干法、真空干燥法三种。前两种方法已在第 2 章 2.6 中进行了详细介绍，在此只介绍真空干燥法。

1. 方法原理

真空干燥法是利用在真空条件下，试样干燥前后的质量差与样品质量的百分比测定水分含量。

2. 仪器设备

分析天平、真空干燥器。

3. 检验步骤

用质量恒定的扁形称量瓶称取磨细的试样 5 g~10 g（称准至 0.000 1 g），置于放硫酸（或灼烧过的氯化钙）的真空干燥器中，以真空度为（93.10~94.43） kPa 抽真空干燥至质量恒重。

4. 检验结果

样品中水分的质量分数 $w(\text{H}_2\text{O})$ 均按式(9-22)计算：

$$w(\text{H}_2\text{O}) = (m_2 - m_1) / m \quad (9-22)$$

式中： m_2 — 干燥前称量瓶和试样质量，g；

m_1 — 干燥后称量瓶和试样质量，g；

m — 试样质量，g。

9.3.2 染料筛分细度的测定

1. 方法原理

染料筛分细度以样品在规定网目的标准筛上振动过筛后的残余物的质量分数表示。

2. 仪器设备

分析天平、筛子、羊毛排笔。

3. 检验步骤

称取 10 g 试样（称准至 0.05 g），在规定网目的标准筛上振动过筛，然后用羊毛排笔轻刷至放在筛子下面的白纸上，在半分钟内无细粒落下为止。称量筛子上的残余染料（称准至 0.05 g）。

4. 检验结果

样品中残余物质量 w 按式(9-23)计算:

$$w = m_1 / m_2 \quad (9-23)$$

式中: m_1 — 过筛后残余物质量, g;

m_2 — 试样质量, g。

9.3.3 染料中不溶物含量的测定

1. 方法原理

使染料充分溶解在适宜溶剂中, 然后用过滤器过滤, 充分洗涤后, 用称量法测定不溶物含量。

2. 仪器和试剂

(1) 分析天平、G₃ 过滤器、烘箱、干燥器。

(2) 乙酸、乙醇和盐酸为分析纯;

(3) 硫化钠溶液: $\rho = 50$ g/L;

(4) 氢氧化钠溶液: $\rho = 200$ g/L。

3. 检验步骤

(1) 染料溶解

称取试样 1 g (准确至 0.000 1 g) 于 800 mL 烧杯中, 不同类型的样品分别按下述方法溶解。

水溶性染料: 加入 600 mL 热蒸馏水溶解 (如系碱性染料, 则先加入少许乙酸) 并加热至沸 (不适宜煮沸的染料则在产品标准中另行规定)。

硫化染料: 加入 250 mL 预先澄清过的硫化钠溶液, 加热至沸, 保持 10 min, 使染料充分溶解, 再用蒸馏水稀释 1 倍。

色酸: 用少许乙醇将其润湿, 加入 35 mL 氢氧化钠溶液, 搅拌均匀, 再加入 400 mL 蒸馏水, 加热至沸, 保持 5 min, 使其充分溶解。

色基: 加盐酸 20 mL, 搅拌均匀后再加入 500 mL 沸蒸馏水, 使色基充分溶解。

(2) 过滤

将染料溶液在质量恒定的 G₃ 过滤器上趁热过滤。必要时可真空吸滤。

(3) 洗涤

不同类型的样品分别按下述方法洗涤:

水溶性染料: 用热蒸馏水 (80℃~90℃) 洗涤至洗液无色为止。

硫化染料: 先用 2% 硫化钠溶液充分洗涤, 再用蒸馏水洗涤至洗液无色, 并不含有硫离子为止 (洗液滴在乙酸铅试纸上不变色)。

色酸: 用热蒸馏水 (80℃~90℃) 洗涤至洗液中滴入酚酞指示剂无色为止。

色基: 用 80℃~90℃ 热蒸馏水洗涤至洗液中无氯离子为止 (滴加硝酸银溶液不发生沉淀)。

(4) 干燥与称量

将过滤器卸下, 放入 (100~105)℃ 烘箱中烘至质量恒定, 在干燥器中冷却至室温, 称量 (准确至 0.000 1 g)。

4. 检验结果

染料不溶物的质量分数 ω 按式(9-24)计算:

$$\omega = (m_2 - m_1) / m \quad (9-24)$$

式中: m — 试样质量, g;

m_1 — 过滤器的质量, g;

m_2 — 过滤器及不溶物的质量, g。

9.3.4 水溶性染料溶解度的测定

1. 方法原理

在指定温度下, 制备一组包括溶解度极限在内的已知浓度的待测染料溶液, 然后在该温度下, 采用可加热的布氏漏斗, 用滤纸对溶液进行抽滤, 并通过目测滤纸的残渣和测量过滤时间来确定溶解度的极限。

2. 仪器和试剂

- (1) 加热浴、电磁搅拌器、布氏漏斗、广口锥形烧瓶、秒表。
- (2) 水: 符合 GB / T6682—92 中三级水的规定。

3. 检验步骤

(1) 溶液的制备

所制备的染料溶液的浓度档次将按预计的该染料的溶解度极限值来选定。如表 9-14 所示。

表 9-14 染料溶液的浓度选择

预计的溶解度极限值范围, g/L	接近溶解度极限的染料浓度增加档次, g/L
1~10	1
10~50	5
50~100	10
100 以上	20

(2) 溶解度的测定

准备一定温度(不超过溶解温度)的水 200 mL, 先用少量水将一份已知量的待测染料调浆, 并移入广口锥形烧瓶中, 待完全润湿以后, 把余下的水全部倒入烧瓶中。将该溶液放入已调整至一定温度的加热浴中启动电磁搅拌器, 当该溶液达到该温度时, 在该温度继续搅拌 5 min, (总的搅拌时间大约为 10 min)。然后立即把该溶液用已预热到试验温度的布氏漏斗过滤, 调整真空度至 (3~4) kPa, (注意: 在过滤前, 摇动烧瓶使溶液混合均匀。用至少 50 mL 已达试验温度的水润湿布氏漏斗中的双层滤纸, 并在整个过滤过程中保持试验温度)。用秒表测量过滤时间, 目测放置染料溶液的烧瓶中是否有残余物存在。在规定的真空度下, 如果染液不能在 2 min 内滤下, 可在开足真空下过滤, 但此时间不得超过 2 min。在溶液过滤完以后, 开足真空度, 把滤纸脱水 1 min, 并使滤纸在室温下完全干燥, 然后进行评级。对被测染料的每一个浓度重复该操作过程。

4. 检验结果

目测评定过滤过各种已知浓度染料溶液的干燥滤纸, 当滤纸上能看到残渣时的浓度就作为溶解度极限, 有时可以通过用手指尖轻轻摩擦滤纸以发现不易看到的残渣。过滤时间也可以作为进一步评级的依据, 当过滤时间随染料浓度的增加而产生突跃时就表示已超过了溶解度极限。

9.3.5 活性染料 pH 值的测定

准确称取 1 g 试样(准确至 0.000 1 g), 溶于 100 mL 蒸馏水中, 充分搅拌至染料全部溶解。然后用酸度计测定溶液的 pH 值。具体的测定原理和测定步骤见本书第 2 章 2.8 介绍。

9.3.6 荧光增白剂白度的测定

1. 方法原理

由试样光谱幅亮度因数算出色品坐标 x_{10} 、 y_{10} 和三刺激值 Y_{10} 的值，或用白度仪直接测出试样色品坐标 x_{10} 、 y_{10} 和三刺激值 Y_{10} 的值，然后用适当的公式将这些测定值转化成白度值。

2. 试剂和材料

(1) 染料试验用纺织品试样。

3. 仪器设备

用模拟 D_{65} 光源照射试样的光谱光度计或滤色片式测色仪器。

4. 检验步骤

(1) 用光谱光度计或滤色片式测色仪测定试样的光谱幅亮度因数或三刺激值。

(2) 计算在 D_{65} 标准照明体下，对 CIE1964 补充标准色度观察者色匹配函数的 x_{10} 、 y_{10} 和三刺激值 Y_{10} 的值。

5. 检验结果

按式 9-25 计算白度值 W_{10} ：

$$W_{10} = Y_{10} + 800 (0.3138 - x_{10}) + 1700 (0.3310 - y_{10}) \quad (9-25)$$

如果需要，可按式 9-26 计算色调系数 $T_{w,10}$ ：

$$T_{w,10} = 900 (0.3138 - x_{10}) - 650 (0.3310 - y_{10}) \quad (9-26)$$

9.3.7 阳离子染料染色色光和强度的测定

1. 方法原理

目测评定染色强度是以标准样品和试样染得相等深度颜色时，用染料标次样品与试样用量的百分数表示染色强度。

2. 仪器和试剂

(1) 染缸。

(2) 染色测定的纤维用 4 g (准确至 0.01 g) 羊毛线 (或纯羊毛织物)，染色深度 0.5%，染液体积比 1 : 50。染液的配制方法见表 9-14 所示，所取体积准确至 0.1 mL。

表 9-14 染液的配制

染缸编号	1	2	3	4	5
1 g/L 标准样溶液	19	20	21	—	—
1 g/L 试样溶液	—	—	—	20	21
100 g/L 无水硫酸钠溶液	4	4	4	4	4
1%硫酸溶液	8	8	8	8	8
加水至总体积	200	200	200	200	200

3. 检验步骤

按表 9-14 配制染液后，将染液加热至 40℃，即将用沸蒸馏水浸透过的羊毛纤维投入染色，于 30 min 内使染液温度升至沸腾，续染 45 min，从加热浴中取出，继续翻动，直至染液温度降至 (50~

60) °C时将染样取出,用水洗净后干燥。评定色光和强度采用目视观测。色光测定时将染样(标样、试样)置于同一平面,织物正反面、纹路应一致。照明光线(朝北蓝天光)来自于样品的上方,入射光与染样表面成45°,观测方向大约垂直于染样表面,观测距离约为(30~50) cm。测定时染样应左右交替观测,以抵消因观测角度不同而可能对观测结果的影响。左右交替目测两块染样应似无色差或微有色差。

4. 检验结果

强度评定:目测评定染色强度是以标准样品和试样染得相等深度颜色时,染料标次样品与试样用量的质量分数表示。其测定结果应在100 %±5 % (不含5%) 范围内。

授课日期

教案编号

14

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 15 章 化妆品成品的综合检验		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 8 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解化妆品产品标准及分类 ● 熟悉化妆品产品标准具体指标 ● 掌握化妆品各类产品的检测原理及方法 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 掌握化妆品各类产品的检测原理及方法 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 掌握化妆品各类产品的检测原理及方法 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	化妆品产品标准及分类 (1 学时) ; 化妆品产品标准具体指标 (3 学时) 化妆品各类产品的检测原理及方法 (4 学时)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

第 15 章 化妆品成品的综合检验

15.1 膏霜和乳液类化妆品的质量检验

膏霜和乳液类化妆品包括雪花膏、冷霜、奶液和香粉密、润肤霜、清洁霜等。这些产品主要是由水和水溶性物质、脂质（油脂和蜡）、乳化剂等三类物质组成的乳化体，乳化体的乳化类型主要是水包油型（O/W）和油包水型（W/O），也有油包水水包油型（O/W/O）、水包油油包水型（W/O/W）等多重乳化体系。

1. 润肤膏霜的质量检验

润肤膏霜有水包油型（O/W 型）和油包水型（W/O 型）两种类型，为适用于人体皮肤的具有一定稠度的乳化型膏霜，其感官指标及理化指标见表 8-3

表 8-3 雪花膏感官指标及理化指标

指标名称		指标要求	
感官指标	香气	符合规定香型	
	外观	膏体细腻，均匀一致	
理化指标	pH 值	4.0~8.5（含有粉质雪花膏≤9.0）	
	耐热	O/W 型	(40±1) °C, 24 h, 恢复室温后膏体无油水分分离现象
		W/O 型	(40±1) °C, 24 h, 恢复室温后, 渗油率≤3%
	耐寒	(-5~-10) °C, 24 h, 恢复室温后与试验前无明显差异	

以上指标中，pH 值、耐寒、耐热等项目已在本章 8.1 和 8.2 中进行了介绍，在此仅介绍稳定性检验和乳化体类型检验。

(1) 感官检验

色泽检验及膏体检验用目测法在室内无阳光直射处观察。香气凭嗅觉鉴定。

(2) 渗油率的检验

先将恒温箱调节至 (40±1) °C，在已称量的培养皿中称取样品约 10 g（约占培养皿面积 1/4），刮平，精密称量。再将培养皿斜放在烘箱内的 15° 角架上保持 24 h 后取出，放入干燥器内冷却后再称重，如有油渗出，则将渗油部分小心揩去，留下膏体部分，然后将培养皿连同剩余的膏体部分进行称量，按式 (8-2) 计算样品渗油率 w 。

$$w = (m_1 - m_2) / m \quad (8-2)$$

式中： m ——样品质量，g；

m_1 ——24 h 失水后样品和培养皿的质量，g；

m_2 ——渗油部分揩去后，培养皿和膏体的质量，g。

(3) 乳化体类型检验

对膏霜、乳液等乳化状化妆品，必须进行乳化体类型检验。检验方法有：染料法、溶解法、导电性测定等方法。

1) 染料法

将产品涂抹在表面皿上形成约 1.6 mm 厚、面积为 6.5 m² 的薄膜，在薄膜的不同部位，分别洒上少量油性染料（如 D&C 红 No. 18）和水溶性染料（如 FD&C 蓝 No. 1），用显微镜观察染料扩展情况。如果油性染料扩展，表明乳化体为油包水型；如果水溶性染料扩展，则乳化体为水包油型。

2) 溶解法

取少量产品观察，如易与矿物油相混合为油包水型；如易与水相混合为水包油型。

3) 导电性测定法

用导线将一只 30000 Ω 、0.5 W 的电阻、供测样品用的电器触点、一只无阻氖灯（1/4 W，104 V ~120 V）和一只按钮开关串联起来，组成测定装置。将样品放在两触点之间并接通电路，如氖灯发亮，表明是水包油型，如氖灯不亮则为油包水型。此外，凡发生灯光暗淡，或在连续通电的情况下，灯才亮起来的现象通常表明是一种复合乳化体，或是乳化体正在逐渐地转化过程中。但是，如果乳化体中含有电解质，特别是当电解质浓度较高时，油包水型乳化体也会导电。

2. 润肤乳液质量检验

润肤乳液是具有流动性的水包油型化妆品。主要用于滋润人体皮肤。根据乳液的色泽、香型、包装形式的不同，可分为多种规格。润肤液的感官及理化指标见表 8-5。

表 8-5 润肤液感官指标及理化指标

指标名称		指标要求
感官指标	色泽	符合企业规定
	香气	符合企业规定
	结构	细腻
理化指标	pH 值	4.5~8.5（果酸类产品除外）
	耐热	40 $^{\circ}\text{C}$ ，24 h，恢复室温后无油水分离现象
	耐寒	(-5~-15) $^{\circ}\text{C}$ ，24 h，恢复室温后无油水分离现象
	离心试验	2000 r/min，30 min 不分层（含不溶性粉质颗粒沉淀物除外）

以上指标中，pH 值、耐寒、耐热等项目已在本章 8.1 和 8.2 中进行了介绍，在此仅介绍稳定性检验和离心试验。

(1) 感官检验

色泽：取样品在非阳光直射条件下目测。

香气：用辨香纸蘸取试样，用嗅觉进行辨别。

结构：取试样擦于皮肤上，在室内和非阳光直射条件下观察。

(2) 离心试验

在离心管中注入试样约 2/3 高度并装实，用软木塞塞好。然后，放入调节至 (38 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温培养箱内，保温 1 h 后，立即移入离心机中，并将离心机调整到 2000 r/min，30 min 后观察现象。

4. 洗面奶质量检验

洗面奶是乳液类化妆品，主要用于清洁面部皮肤，具有去除表皮污物、油脂等功能，同时有利于皮肤的柔软、润滑和生成保护层，尤其适用于干性皮肤的人使用。

根据洗面奶产品结构、添加剂的不同，洗面奶可分普通型、磨砂型和辅助功效型。洗面奶的感官及理化指标见表 8-6。

表 8-6 洗面奶感官指标及理化指标

指标名称		指标要求
感官指标	色泽	符合规定色泽
	香气	符合规定香型，无异味
	膏体	细腻，有一定的流动性
理化指标	pH 值	4.5~8.5
	耐热	(40 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ ，24 h，恢复室温无分层、变稀、变色现象
	耐寒	(-10 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ ，24 h，恢复室温无分层、泛粗、变色现象
	离心试验	2000 r/min，30 min 无油水分离（颗粒沉淀除外）
	粘度 (25 $^{\circ}\text{C}$ Pa. S)	标准值 \pm 2.0

以上指标中，pH 值、耐热、耐寒、离心试验、粘度等项目的测定方法在本章 8.1 和 8.2 中已经介绍，在此仅介绍感官检验和质量（容量）允差测定。

(1) 感官检验

- 1) 色泽：取试样与标准样在非阳光直射下，用目测对比，应与规定色泽一致。
- 2) 香气：用辨香纸蘸取样品，用嗅觉辨别，应符合规定香型，且无异味。
- 3) 膏体：取试样与标样在非阳光直射下，用目测对比，应符合规定。

(2) 质量（容量）允差

1) 质量允差

随机取样 10 瓶，用分析天平分别称得质量 m_1 、 m_2 、 m_3 …… m_{10} ，则总质量为：

$$m_{\text{总}} = m_1 + m_2 + m_3 + \dots + m_{10}$$

然后将以上样品全部倒出，洗净、烘干，分析天平分别称得空瓶质量 m'_1 、 m'_2 、 m'_3 …… m'_{10} ，则空瓶总质量为：

$$m_{\text{空}} = m'_1 + m'_2 + m'_3 + \dots + m'_{10} \quad (8-3)$$

则样品的平均质量 (\bar{m}) 为

$$\bar{m} = (m_{\text{总}} - m_{\text{空}}) / 10 \quad (8-4)$$

检查 \bar{m} 是否在允差范围内。

2) 容量允差

随机取样 10 瓶，用量筒分别加入 V_1 、 V_2 、 V_3 …… V_{10} mL 至瓶满为止，则得装满 10 瓶样品所需蒸馏水体积为：

$$V = V_1 + V_2 + V_3 + \dots + V_{10}$$

然后将以上样品全部到出，洗净、阴干，用量筒分别加入 V'_1 、 V'_2 、 V'_3 …… V'_{10} mL 的蒸馏水，则得装满 10 瓶空样品瓶所需蒸馏水体积为：

$$V' = V'_1 + V'_2 + V'_3 + \dots + V'_{10} \quad (8-5)$$

则样品的平均容量 (mL) 为：

$$V_x = (V' - V) / 10 \quad (8-6)$$

检查 V_x 是否在允差范围内。

15.2 液体洗涤类化妆品的质量分析

液体洗涤类化妆品主要包括香波、沐浴液和洁面产品等。对液体洗涤类化妆品的基本要求是必须具有去污能力、起泡能力，并具有一定护理（护发、护肤）能力。

液体洗涤类化妆品的代表产品是液体香波，本章仅对以表面活性剂为主体复配而成的、能清洁头发并保持其美观作用的发用香波。香波的感官及理化指标见表 8-7。

表 8-7 洗发香波感官、理化、卫生指标

指标名称		要求
感官指标	外观	无异物
	色泽	符合规定色泽
	香气	符合规定香型
理化指标	pH 值	4.0—8.0
	有效物含量 (%)	成人产品 ≥ 10.0 儿童产品 ≥ 8.0
	泡沫力	透明性 ≥ 100

	(40 °C,mm)	非透明性	≥50
		儿童产品	≥40
	耐热		(40±1) °C, 24 h, 恢复室温后无分离现象
	耐寒		(-5~-10) °C, 24 h, 恢复室温后无分离析水现象

以上指标中, pH 值、耐热、耐寒、粘度等项目的测定方法在本章 8.1 和 8.2 中已经介绍, 在此仅介绍感官检验和质量(容量)允差测定。

1. 感官检验

- (1) 外观、色泽: 取样品在非阳光直射条件下进行目测。
- (2) 香气: 用辨香纸蘸取样品, 用嗅觉辨别。

2. 表面活性剂类型的判断

除一些低泡表面活性剂外, 表面活性剂都具有丰富的泡沫, 试样中是否存在表面活性剂组分, 最简便的方法是取少量试样的水溶液置于有塞试管中, 盖上塞子, 剧烈摇动后观察是否有泡沫产生, 如果有泡沫产生, 即可认为试样含有表面活性剂组分。若需进一步区别试样含有肥皂或其它类型的表面活性剂, 可于上述试样水溶液中加入(2~3) mL 稀盐酸溶液, 再次摇动, 观察泡沫是否消失。如果泡沫消失, 试样只含有肥皂而无其它类型的表面活性剂; 如果泡沫依然保留, 表明有其它类型的表面活性剂存在。

如果泡沫继续保持, 则表明有烷基(芳基)磺酸盐离子型表面活性剂、阳离子型或非离子型表面活性剂, 或表面活性剂的混合物存在。

3. 泡沫力的测定

泡沫力的测定采用罗氏-米尔法。

将超级恒温仪预热至(40±1) °C, 使罗氏泡沫仪在(40±1) °C 恒温。称取香波 2.5 g 样品, 加入 150 mg/kg 硬水 100 mL, 再加入蒸馏水 900 mL。加热至(40±1) °C 搅拌, 使样品均匀溶解。用 200 mL 定量漏斗吸取部分样液沿泡沫仪管壁冲洗一下。然后取样液放入泡沫仪底部对准刻度至 50 mL, 再用 200 mL 漏斗吸取样液。固定漏斗中心位置, 放下样液。过 5 min 记下泡沫高度。

4. 表面活性剂含量的测定

表面活性剂是洗发香波的主要成分, 它的含量决定洗发香波的质量, 国产洗发香波按原轻工部颁标准, 表面活性剂含量要求大于 10%。其测定方法有乙醇溶解法, 对甲基苯胺法和阳离子快速滴定法等。本文主要介绍国家标准方法——乙醇溶解法。该方法的原理是利用洗发香波中的表面活性剂能溶解于乙醇中与不溶解物分离, 但其中氯化物也能随之溶解, 因此, 应测出乙醇溶液溶解的氯化物, 然后由总量中减去乙醇不溶物、氯化物和水分及挥发物等成分的含量, 余下的量即是表面活性剂的含量。

详细测定原理与测定步骤见本书第 6 章 6.1.4 介绍。

15.3 指甲油的质量分析

指甲是由上皮细胞角化后重叠堆积而成的一种半透明状的硬板, 供保护手指尖用。指甲油是用来修饰和增加指甲美观的化妆用品, 染指甲已成为近代美容不可缺少的一个重要部分。指甲油的感官及理化指标见表 8-8。

表 8-8 指甲油感官及理化指标

指标名称	指标	指标名称	指标
色泽	符合企业规定	净含量允差 /g 或 mL (10 瓶平均计)	≤ 10, ±1
干燥时间 /min	≤10		
牢固度	无脱落		

1. 牢固度的检验

用指甲油笔刷蘸指甲油涂在马口铁皮上，涂一层后放置 24 h，用绣花针划成横五条、竖五条，每条距离间隔 1mm，指甲油无显著脱落现象为合格。

2. 干燥速度的检验

测定步骤：室温 20 ℃，或放置在 20 ℃恒温箱的指甲油，用指甲油笔刷蘸指甲油涂在马口铁皮上，再放置在 20 ℃的恒温箱中，干燥时间小于 15 min 为合格。

3. 抗水性的检验

因手经常要接触水，故要求指甲油有一定的抗水性。

测定步骤：取经过干燥速度检验的马口铁皮，在室温下放置 24 h 后，将马口铁皮浸入水中，指甲油涂层表面无气泡和脱落现象为合格。

4. 不挥发物的测定

拿掉指甲油瓶中的刷子，盖好瓶盖称量。将 (1.0~1.2) g 指甲油倒进质量已恒定的高 65 mm、直径 45 mm 的称量瓶中，再称量指甲油瓶，两次称量的质量差就是样品质量。打开称量瓶盖，用手转动称量瓶，使指甲油以膜状覆盖称量瓶的内壁。然后在 105 ℃烘箱中加热 2h，冷却，称量，即为不挥发物与称量瓶质量。不挥发物的质量分数 w 按式 (8-7) 计算：

$$w = (m_2 - m_1) / m \quad (8-7)$$

式中： m_1 ——空称量瓶质量，g；

m_2 ——称量瓶质量+不挥发物质量，g；

m ——样品质量，g。

大多数市售指甲油中的不挥发组分为：硝化纤维素、有机沉淀色素、无机颜料（如二氧化钛）、邻苯二甲酸二正丁酯和氨基酰芳基-甲醛树脂等。

15.4 染发剂的质量分析

目前市售染发的染发剂大多是由合成染料制得，外观上多为乳状和膏状，按类型又可分为染发膏、染发香波、染发水等。按染料分子能否进入毛发的内部，染发剂又可分为暂时性、半永久性及永久性染发剂。除染料外，在染发剂中还有表面活性剂、溶剂、分散剂、整理剂等。这类产品的检测项目主要有：外观、香气、pH 值、染色能力、氧化剂浓度、耐热、耐寒等，其指标见表 8-9。

表 8-9 染发剂感官、理化、卫生指标

指标名称		要 求					
		氧化型染发剂					非氧化型 染发剂
		染发粉			染发水	染发膏	
		单剂型	两剂型				
粉-粉型	粉-水型						
外观		符合规定要求					
香气		符合规定香型					
pH 值	染剂	7.0—11.5	4.0—9.0	7.0—11.0	8.0—11.0	7.0—11.0	4.5—8.0
	氧化剂		8.0—12.0	1.8—5.0			
染色能力		将头发染至标志规定的颜色					
氧化剂浓度 (%)		—		≤12.0			—
耐热		—				(40±1) ℃, 6 h, 恢复室温后无油水分分离现象	

耐寒	—	(-10±2) °C, 24 h, 恢复室温后无油水分离现象
----	---	--------------------------------

1. 染色能力的测定

1) 氧化型染发剂

按产品说明书中的使用方法取适量试样, 搅拌均匀, 将放置在玻璃平板上的头发用试样涂抹均匀。按产品说明书中规定的方法和停留时间, 用水漂洗干净, 晾干后在非阳光直射的明亮处观察。

2) 非氧化型染发剂

按产品说明书中的使用方法, 将放置在玻璃平板上的头发用试样涂抹均匀达到饱和状态。涂抹时应使试样均匀覆盖所有的发丝, 但又不致引起粘连。然后按产品说明书中规定的方法和停留时间, 用水漂洗干净, 晾干后在非阳光直射的明亮处观察。如产品说明书中未规定等候时间, 应停留 15min 后观察。

2. 氧化剂浓度的测定

准确称取试样约 1g 于 150mL 三角烧瓶中, 然后加 10 mL 蒸馏水和 10 mL 体积比为 1:1 的硫酸, 摇匀, 用 0.1mol/L 的高锰酸钾溶液滴定至显粉红色, 30s 不褪色为终点。氧化剂含量按式(8-8)计算。

$$\text{氧化剂含量 (\%)} = \frac{V \times c \times 0.01701}{m} \times 100 \quad (8-8)$$

式中: c ——高锰酸钾标准溶液的实际浓度, mol/L

V ——滴定所用高锰酸钾标准溶液的体积, mL

0.01701——与 1mL 高锰酸钾标准溶液[$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$]相对的用克(g)表示的双氧水的质量, 单位为 g/mmol

m ——试样的质量, g。

15.5 气雾和喷雾类化妆品的质量分析

气雾和喷雾类化妆品主要产品有发用摩丝和定型发胶。摩丝是以高分子聚合物为主要原料的发泡定型护发剂, 用于头发整理定型, 补充头发水分和油分, 修饰美化发型。发胶为胶状定发用品, 是一种透明非流动性的凝胶体, 在头发上形成胶膜, 增加头发光泽。

气雾和喷雾类化妆品主要检测项目有感官检验(外观、香气)、稳定性检验(耐热试验、耐寒试验)、通用检验(pH 值测定)、喷出率、起喷次数、泄漏试验、内压力、总固体、残留物等。

1. 泄漏试验

泄漏试验是检验气压式化妆品是否存在喷射剂外泄的问题。本试验适用于发用摩丝和定型发胶的泄漏试验。

预先将恒温水浴箱调节至 50 °C, 然后放入产品, 3 min 内以每分钟冒出气泡不超过 5 个为合格。

2. 内压力试验

内压力试验是检验气压式化妆品的瓶内压力是否超过规定压力。本试验适用于发用摩丝和定型发胶的内压力试验。

取试样一瓶, 除去帽盖套, 拔去喷头, 装上金属接管和压力表(0~1.0 MPa, 精度 1.5), 然后置于已恒温至 25 °C 水浴箱中 30 min, 将压力表朝下压, 读出指针稳定后的压力表读数。发用摩丝和定型发胶的内压力 < 0.8 MPa。

3. 喷出率试验

本试验是检验定型发胶的喷出率。

取试样一瓶称量后，按罐上标注的正确喷射方法，喷出剂液，喷毕称量，将包装罐打开倒出余液擦干净后称量空罐。按式（8-9）计算喷出率 w 。喷出率大于 95% 为合格。

$$w = (m_1 - m_2) / (m_1 - m_3) \quad (8-9)$$

式中： m_1 ——喷液前罐的质量，g；

m_2 ——喷液后罐的质量，g；

m_3 ——倒出余液后空罐的质量，g。

4. 残留物试验参照

本试验是检验发用摩丝喷完后的残留物。

按使用说明将已称量的产品内容物全部喷出，然后称量，再将包装罐打开，倒出残留物擦干净后再称量空罐。按式（8-10）计算残留物质量分数 w ，残留物小于 5% 为合格

$$w = (m_1 - m_2) / (m_3 - m_2) \quad (8-10)$$

式中： m_1 ——摩丝喷出后残留物和空罐质量，g；

m_2 ——空罐的质量，g；

m_3 ——样品和空罐的质量，g。

5. 起喷次数试验

本试验适用于检验定型发胶的起喷次数。

将泵式喷发胶按动，至开始喷出液体止，计算按动次数。小于 5 次为合格。

15.6 化妆品粉块的质量分析

化妆品粉块包括胭脂、眼影和粉饼等，一般由颜料、粉体、胶合剂和香料等混合后经压制而成的粉饼状。其感官、理化指标见表 8-10。

表 8-10 胭脂感官、理化指标

指标名称		技术要求
理化指标	涂擦性能	油块面积 ≤ 1/4 粉块面积
	跌落试验，份	破损 ≤ 1
	pH 值	6.0~9.0
	疏水性	粉质浮在水面保持 30min 不下沉
感官指标	外观	颜料和粉质分布均匀，无明显斑点
	香气	符合规定香型
	块型	表面应完整，无缺角、裂缝等缺陷

1. 涂擦性能

将试样盒打开，置于 $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的恒温箱中，保持 24 h 后取出，恢复室温后，用产品所附粉扑或粉刷在块面不断轻擦，随时吹去擦下的粉粒。每擦拭 10 次除去粉扑或粉刷上附着的粉，继续擦拭，工擦拭 100 次，观察块面的油块大小。

2. 疏水性

从粉饼表面将粉轻轻刮下，用 80 目筛子筛过，称取 0.1 g 过筛物于 100 mL 水中，观察 30min，应无下沉。

3. 跌落试验

取试样 5 份。依次将粉盒从花盒里取出，打开粉盒，再取出盒内的附件，如刷子等，然后合上粉盒。将粉盒置于 50cm 高度，粉盒底部朝下，水平地自由跌落到正方形 $(30\text{cm} \times 30\text{cm})$ 木板中央。打开粉盒观察。依次逐份记录粉盒、镜子等的破碎、脱落情况（筒装粉盒除外）、粉块碎裂情况。当出现破损不大于 1 份时则为合格。

15.7 冷烫液的质量分析

这类产品的检验指标主要有：外观、气味、pH、游离氨含量、巯基乙酸铵含量等，见表 8-11 所示。

表 8-11 冷烫液感官、理化、卫生指标

指标名称	规定			
	优级品		一级品	
	热敷型	不热敷型	热敷型	不热敷型
外观	水剂：清晰透明， 无杂质沉淀	水剂：清晰透明， 无杂质，微有沉淀	水剂：清晰透明，无杂 质沉淀	水剂：清晰透明，无杂质 沉淀
	乳剂：无杂质沉淀	乳剂：无杂质沉淀	乳剂：无杂质微有沉淀	乳剂：无杂质微有沉淀
气味	略有氨味	略有氨味	略有氨味	略有氨味
pH	8.5~9.5	8.5~9.5	8.5~9.5	8.5~9.5
游离氨浓度 (g/L)	≥8	≥8	≥8	≥8
巯基乙酸铵浓 度 (g/L)	85~139	85~139	85~139	85~13.9

1. 游离氨含量测定

用移液管吸取冷烫液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，再用移液管吸取 10 mL 放入 300 mL 锥形瓶中，加 50 mL 水，准确加入 25 mL $c(1/2H_2SO_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 的硫酸标准溶液。加热至沸 (1~2) min，冷却后加入 2~3 滴 0.1% 的溴甲酚绿-甲基红混合指示剂。用 $c(NaOH)=0.1 \text{ mol/L}$ 的氢氧化钠标准溶液滴定至溶液由红变绿为终点。

游离氨的质量浓度 $\rho(\text{NH}_3)$ 按式 (8-11) 计算。

$$\begin{aligned}\rho(\text{NH}_3) &= (25 \times c_1 - V \times c_2) \times 17.03 \times 10 / (1000 \times 10) \\ &= (25 \times c_1 - V \times c_2) \times 17.03\end{aligned}\quad (8-11)$$

式中： c_1 ——硫酸标准溶液的实际浓度，mol/L

V ——氢氧化钠标准溶液的体积，mL

c_2 ——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L

17.03——游离氨的摩尔质量，g/mol

2. 巯基乙酸铵含量的测定

精确吸取冷烫液 2 mL，置锥形瓶中，加水 60 mL，体积比为 1:10 的硫酸 10 mL，1% 的淀粉指示剂 2 mL，以 $c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 的碘标准溶液滴定至溶液呈稳定的蓝色即为终点。巯基乙酸铵质量浓度 ρ 按式 (8-12) 计算：

$$\rho = \frac{V \times c \times 109.2}{1000 \times V_0} \quad (8-12)$$

式中： V ——碘标准滴定溶液的体积，mL

c ——碘标准溶液的实际浓度，mol/L

109.2——巯基乙酸铵的摩尔质量，g/mol

V_0 ——测定所用试样体积，L

15.8 香水、花露水的质量分析

香水类化妆品包括香水、古龙水和花露水，其主要作用是散发香气，它们之间只是香精的香型

和用量、酒精的浓度等不同而已，主要成分都是香精、酒精和水等。表 8-12 列出了香水和花露水的感官指标、理化指标等。

表 8-12 香水和花露水的感官指标、理化指标

项 目		要 求
感官指标	色泽	符合规定色泽
	香气	符合规定香气
	清晰度	水质清晰，不应有明显杂质和黑点
理化指标	相对密度（20℃/20℃）	0.84~0.94
	浊度	10℃时水质清晰，不浑浊
	色泽稳定性	(48±1)℃，24h 维持原有色泽不变
卫生指标	甲醇（mg/kg）	≤2000
	铅（mg/kg）	≤40
	砷（mg/kg）	≤10
	汞（mg/kg）	≤1

以上指标中，密度、浊度和色泽稳定性已在本章 8.2 中介绍，在此仅介绍感官检验。

1. 色泽

取样于 25 mL 比色管内，在室温和非阳光直射下目测。

2. 香气

先将等量的试样和规定试样分别放在相同的容器内，然后按下列程序进行鉴定。

用（0.5~1.0）cm 宽，（10~15）cm 长的吸水纸作为评香纸，分别蘸取试样和标样约（1~2）cm（两者须接近），用嗅觉来鉴定。除辨其当时的香气外，还要鉴别其在挥发过程中的全部香气应与规定相符，无异杂气味。

3. 清晰度

原瓶在室温和非阳光直射下距观察者 30cm 处观察。

15.9 香粉、爽身粉、痱子粉

香粉系人的面部护肤品，由粉体基质、护肤物和芳香物等组成。具有抵御风沙扑打，减弱高温刺激及紫外线伤害，遮蔽或弥补面部瑕疵，芳肌等作用。爽身粉系人的体部护肤卫生品，由粉体基质、吸汗剂等组成。浴后使用，具有吸汗、爽肤、芳肌等作用。痱子粉系人的体部护肤卫生品，由粉体基质、吸汗剂、杀菌剂等组成。具有吸汗杀菌、防痱、止痱等作用。

在此，介绍适用于以粉体原料为基质，添加其他辅料成分配制而成的香粉、爽身粉和痱子粉检验的技术要求、试验方法。表 8-13 规定了三种产品的感官指标和理化指标。

表 8-13 香粉、爽身粉、痱子粉的感官指标和理化指标

指标名称		指标要求
感官指标	粉体	洁净，无明显杂质黑点
	色泽	符合规定色泽
	香气	符合规定香型
理化指标	pH 值	4.5~10.5
	细度（120 目，%）	≥95

1. 感官检验

(1) 粉体

取适量粉样，置于白色衬物上，在室内光亮处，用肉眼观察粉体。

(2) 色泽

取适量粉样，置于白色衬物上，在室内光亮处，用肉眼观察粉体。

(3) 香气

取适量粉样，涂抹在皮肤上，用鼻子嗅察。

2. 细度测定

称取约 5g 粉体，置于 120 目筛内，用软毛刷刷落粉体，称取筛出物质量。测试两次，取平均值。粉体细度 w 按式 (8-13) 计算：

$$w = m_1 / m_0 \quad (8-13)$$

式中： m_0 ——粉体质量，g

m_1 ——筛出物质量，g

15.10 特种洗手液

《特种洗手液》GB 19877.1-2005 是遵照国家卫生部有关抗菌、抑菌洗涤产品的规定，对具有抗菌、抑菌效果的洗手液提出了相应的质量要求。

特种洗手液的理化性能及微生物指标应符合表 8-13、表 8-14 规定。

表 8-13 特种洗手液的理化及卫生指标

项 目	指 标
总活性物含量/%	≥9.0
pH 值 (25℃, 1: 10 水溶液)	4.0~10.0
甲醇含量/mg/kg	≤2000
甲醛含量/mg/kg	≤500
砷含量 (以 As 计) /mg/kg	≤10
重金属含量 (以 Pb 计) /mg/kg	≤40
汞含量 (以 Hg 计) /mg/kg	≤1

表 8-14 特种洗手液的微生物指标

项 目	指 标	
	抗菌型	抑菌型
杀菌率 a (1:1 溶液, 2min) /%	≥90	—
抑菌率 a (1:1 溶液, 2min) /%	—	≥50
菌落总数/CFU/g	≤200	≤200
粪大肠菌群	不得检出	不得检出

a 指金黄色葡萄球菌 (ATCC6538) 和大肠杆菌 (8099 或 ATCC25922) 的抗菌率或抑菌率；如产品标明对真菌的作用，还需包括白色念珠菌 (ATCC 10231)。产品标识为抗菌产品时，杀菌率应≥90%，产品标识为抑菌产品时，抑菌率应≥50%。

1、样品采集

为使样品具有良好的代表性，应于同一批号三个运输包装中至少随机抽取20件最小销售包装样品，其中5件留样，5件做抑菌或杀菌性能测试，10件做稳定性测试。

2、试验菌与菌液制备

(1) 细菌:金黄色葡萄球菌(ATCC 6538), 大肠杆菌(8099或ATCC 25922),

(2) 酵母菌:白色念珠菌(ATCC 10231).

(3) 菌液制备:取菌株第3~14代的营养琼脂培养基斜面新鲜培养物(18~24 h),用5 mL 0.03 mol/L磷酸盐缓冲液(以下简称PBS)洗下菌苔,使菌悬浮均匀后用上述PBS稀释至所需浓度。

3、杀菌性能试验方法

该试验取样部位,根据被试产品生产者的说明而确定。

1) 中和剂鉴定试验

进行杀菌性能测试必须通过以下中和剂鉴定试验。

(1) 试验分组

- a) 染菌样片+5 mL PBS,
- b) 染菌样片+5 mL中和剂。
- c) 染菌对照片+5 mL中和剂。
- d) 样片+5 mL.中和剂+染菌对照片。
- e) 染菌对照片+5 mL PBS.
- f) 同批次PBS.
- g) 同批次中和剂。
- h) 同批次培养基。

(2) 评价规定

- a) 第1组无试验菌,或仅有极少数试验菌菌落生长。
- b) 第2组有较第1组为多,但较第3,4,5组为少的试验菌落生长,并符合要求。
- c) 第3,4,5组有相似量试验菌生长,并在 1×10^4 – 9×10^4 cfu/片之间,其组间菌落数误差率应不超过15%
- d) 第6–8组无菌生长。
- e) 连续3次试验取得合格评价。

2) 杀菌试验

将试验菌24 h斜面培养物用PBS洗下,制成菌悬液(要求的浓度为:用100 μ L滴于对照片上,回收菌数为 1×10^4 – 9×10^4 cfu/片)。取被试样片(2.0 cm \times 3.0 cm)和对照片(与试样同质材料,同等大小,但不含抗菌材料,且经灭菌处理)各4片,分成心组置于4个灭菌平皿内。

取上述菌悬液.分别在每个被试样片和对照片上滴加100 μ L,均匀涂布,开始计时,作用2, 5, 10, 20 min,用无菌镊分别将样片投入含5 mL,相应中和剂的试管内,充分混匀,作适当稀释,然后取其中2–3个稀释度,分别吸取0.5 mL,置于两个平皿,用凉至40–45 $^{\circ}$ C的营养琼脂培养基(细菌)或沙氏琼脂培养基(酵母菌)15 mL作倾注,转动平皿,使其充分均匀,琼脂凝固后翻转平板,35 \pm 2 $^{\circ}$ C培养48 h(细菌)或72 h(酵母菌),作活菌菌落计数。

试验重复3次,按式(8–14)计算杀菌率:

$$X_3 = (A - B)/A \times 100\% \quad (8-14)$$

式中: X_3 — 杀菌率, %;

A— 对照样品平均菌落数;

B— 被试样品平均菌落数。

4、溶出性抗(抑)菌产品抑菌性能试验方法

将试验菌24 h斜面培养物用PBS洗下,制成菌悬液(要求的浓度为:用100 μ L滴于对照样片上或5 mL样液内,回收菌数为 1×10^4 – 9×10^4 cfu/片或mL)。取被试样片(2.0 cm \times 3.0 cm)或样液(5 mL)和对照样片或样液(与试样同质材料,同等大小,但不含抗菌材料,且经灭菌处理)各4片(置于灭菌平皿内)或4管。

取上述菌悬液,分别在每个被试样片或样液和对照样片或样液上或内滴加100 μ L,均匀涂布/混合。开始计时,作用2, 5, 10, 20 min,用无菌镊分别将样片或样液(0.5 mL)投入含5 mL PBS的试管内,充分混匀,作适当稀释,然后取其中2–3个稀释度,分别吸取0.5 mL,置于两个平皿,用凉至40–45 $^{\circ}$ C的营养琼脂培养基(细菌)或沙氏琼脂培养基(酵母菌)15 mL作倾注,转动平皿,使其充分均匀,琼脂凝固后翻转平板,35 \pm 2 $^{\circ}$ C培养48 h(细菌)或72 h(酵母菌),作活菌菌落计数。

试验重复3次,按式(8-15)计算抑菌率:

$$X_4 = (A - B)/A \times 100\% \quad (8-15)$$

式中: X_4 — 抑菌率, %;

A— 对照样品平均菌落数;

B— 被试样品平均菌落数。

5、非溶出性抗(抑)菌产品抑菌性能试验方法

称取被试样片(剪成1.0 cm \times 1.0 cm大小)0.75 g分装包好。

将0.75g重样片放入一个250 mL的三角烧瓶中,分别加入70 mL PBS和5 mL菌悬液,使菌悬液在PBS中的浓度为 1×10^4 – 9×10^4 cfu/mL。

将三角烧瓶固定于振荡摇床上,以300 r/min振摇1 h。

取0.5 mL振摇后的样液,或用PBS做适当稀释后的样液,以琼脂倾注法接种平皿,进行菌落计数。

同时设对照样片组和不加样片组,对照样片组的对照样片与被试样片同样大小但不含抗菌成分,其他操作程序均与被试样片组相同,不加样片组分别取5 mL菌悬液和70 mL PBS加入一个250 mL三角烧瓶中,混匀,分别于。时间和振荡1h后,各取0.5 mL菌悬液与PBS的混合液做适当稀释,然后进行菌落计数。

试验重复3次,按式(8-16)计算抑菌率:

$$X_5 = (A - B)/A \times 100\% \quad (8-16)$$

式中: X_5 — 抑菌率, %;

A— 被试样品振荡前平均菌落数;

B— 被试样品振荡后平均菌落数。

6、稳定性测试方法

1) 测试条件

(1) 自然留样:将原包装样品置室温下至少1年, 每半年进行抑菌或杀菌性能测试。

(2) 加速试验:将原包装样品置54~57℃恒温箱内14天或37~40' 恒温箱内3个月, 保持相对湿度>75, 进行抑菌或杀菌性能测试。

2) 评价标准

产品经自然留样, 其杀菌率或抑菌率达到附录3或附录4、附录5中规定的标准值, 产品的杀菌或抑菌作用在室温下的保持时间即为自然留样时间。

产品经54 加速试验, 其杀菌率或抑菌率达到附录3或附录4、附录5中规定的标准值, 产品的杀菌或抑菌作用在室温下至少保持一年。

产品经37' 加速试验, 其杀菌率或抑菌率达到附录3或附录4, 附录5中规定的标准值, 产品的杀菌或抑菌作用在室温下至少保持二年。

15.11 特种沐浴液

《特种沐浴剂》GB 19877.2-2005 是本着符合强制性行业标准 QB 1994《沐浴剂》及国家卫生部有关抗菌、抑菌洗涤产品的规定, 对具有抗菌、抑菌效果的沐浴剂提出了相应的质量要求。

特种沐浴剂的感官及理化指标应符合 QB 1994 的要求, 其中 QB1994 的强制性条款必须符合。卫生指标应符合表 8-15 规定。

表 8-15 特种沐浴剂的卫生指标

项 目	指 标	
	抗菌型	抑菌型
杀菌率 a (1:1 溶液, 2min) /%	≥90	—
抑菌率 a (1:1 溶液, 2min) /%	—	≥50
菌落总数/CFU/g	≤200	≤200
粪大肠菌群	不得检出	不得检出

a 指金黄色葡萄球菌 (ATCC6538) 和大肠杆菌 (8099 或 ATCC25922) 的抗菌率或抑菌率; 如产品标明对真菌的作用, 还需包括白色念珠菌 (ATCC 10231)。产品标识为抗菌产品时, 杀菌率应≥90%, 产品标识为抑菌产品时, 抑菌率应≥50%。

15.12 面膜

表 8-16 面膜感官、理化、卫生指标

项目		要求			
		膏(乳)状面膜	啫喱面膜	面贴膜	粉状面膜
感官指标	外观	均匀膏体或乳液	透明或半透明凝胶状	湿润的纤维贴膜或胶状成形贴膜	均匀粉末
	香气	符合规定香气			
理化指标	PH (25℃)	3.5~8.5			5.0~10.0
	耐热	(40±1)°C 保持 24h, 恢复至室温后于实验前无明显差异		—	—

	耐寒	(-5~-10)°C 保持 24h, 恢复至室温后于实验前无明显差异	—	—
卫生指标	菌落总数/(CPU/g)	≤1000, 眼、唇部、儿童用产品≤500		
	霉菌和酵母菌总数/(CPU/g)	≤100		
	粪大肠菌群/g	不应检出		
	金黄色葡萄球菌/g	不应检出		
	绿脓杆菌/g	不应检出		
	铅/(mg/kg)	≤40		
	汞/(mg/kg)	≤1		
	砷/(mg/kg)	≤10		
	甲醇/(mg/kg)	≤2000 (乙醇、异丙醇含量之和≥10%时需测甲醇)		

1、PH 测定

1) 膏(乳)状面膜、啫喱面膜、粉状面膜

按 GB/T13531.1 的方法进行(稀释法)。

2) 面贴膜:

(1) 纤维贴膜

将贴膜中的水或黏稠液挤出,按 GB/T13531.1 中的规定的方法测定(稀释法)。

(2) 胶状成形贴膜

称取剪碎成约 5mm×5mm 试样一份,加入经煮沸并冷却的实验室用水 10 份,于 25°C 条件下搅拌 10min,取清液按 GB/T13531.1 规定方法测定。

2、耐热

1) 非透明包装产品

将试样分别装入 2 支 20mm×120mm 的试管内,高度约 80mm,塞上干净的胶塞,将一支待检的试管置于预先调节至(40±1)°C 的恒温培养箱内,24h 后取出,恢复至室温后与另一支试管的试样进行日测比较。

2) 面贴膜和透明包装产品

取 2 袋(瓶)包装完整的试样,把一袋(瓶)试样置于预先调节至(40±1)°C 的恒温培养箱内,24h 后取出,恢复至室温后,剪开面贴膜包装袋与另一袋试样进行日测比较,透明包装产品则直接与另一瓶试样进行日测比较。

8.3.13 啫喱

表 8-17 发用啫喱(水)感官、理化、卫生指标(QB/T 2873-2007)

项目		要求	
		发用啫喱	发用啫喱水
感官指标	外观	凝胶状或粘稠状	水状均匀液体
	香气	符合规定香气	
理化指标	PH(25°C)	3、5~9、0	
	耐热	(40±1°C) 保持 24h, 恢复至室温后与试验前外观无明显差异	

	耐寒	-5℃~-10℃保持 24h，恢复至室温后与试验前外观无明显差异	
	起喷次数（泵式）/次	≤10	≤5
卫生指标	菌落总数（CFU/g）	≤1000，儿童用产品≤500	
	霉菌和酵母菌总数/(CFU/g)	≤100	
	粪大肠菌落/g	不应检出	
	金黄色葡萄球菌/g	不应检出	
	绿脓杆菌/g	不应检出	
	铅/(mg/kg)	≤40	
	汞/(mg/kg)	≤1	
	砷/(mg/kg)	≤10	
	甲醇/(mg/kg)	≤2000(乙醇、异丙醇含量之和≥10%时需测甲醇)	

表 8-18 护肤啫喱感官、理化、卫生指标（QB/T 2874-2007）

项目		要求
感官指标	外观	透明或半透明凝胶状，无异物（允许添加起护肤或美化作用的粒子）
	香气	符合规定香气
理化指标	PH（25℃）	3、5~8、5
	耐热	（40±1℃）保持 24h，恢复至室温后与试验前外观无明显差异
	耐寒	-5℃~-10℃保持 24h，恢复至室温后与试验前外观无明显差异
卫生指标	菌落总数（CFU/g）	≤1000，眼、唇部、儿童用产品≤500
	霉菌和酵母菌总数/(CFU/g)	≤100
	粪大肠菌落/g	不应检出
	金黄色葡萄球菌/g	不应检出
	绿脓杆菌/g	不应检出
	铅/(mg/kg)	≤40
	汞/(mg/kg)	≤1
	砷/(mg/kg)	≤10
甲醇/(mg/kg)	≤2000（乙醇、异丙醇含量之和≥10%时需测甲醇）	

在此仅介绍起喷次数测定：取 5 瓶泵式样品，瓶身立正摆放或按使用说明操作，分别按动至开始喷出内容物为止，记录每瓶起喷次数，超过规定起喷次数的样品不大于一瓶时为合格。

授课日期 _____ 教案编号 15

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 17 章 化妆品标签标识的检验		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>) 4 节		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 了解化妆品标签标识管理办法 ● 熟悉化妆品标签必须标注的内容 ● 掌握化妆品命名规定 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品标签必须标注的内容 ● 化妆品命名规定 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品标签必须标注的内容 ● 化妆品命名规定 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	化妆品标签标识管理办法 (1 学时) ; 化妆品标签必须标注的内容 (1 学时) 化妆品命名规定 (2 学时)		
思考题			
作 业			
教学后记			

第 17 章 化妆品标签标识的检验

第一条 为了加强对化妆品标签标识的监督管理,根据《化妆品卫生监督条例》、《化妆品卫生监督条例实施细则》等有关法规文件制定本规范。

第二条 本规范适用于在中华人民共和国境内生产、销售的化妆品;生产专供出口的化妆品不适用于本规范。

本规范所称化妆品标签标识是指粘贴、连接或印刷在化妆品销售包装上,以及置于销售包装内的文字、数字、符号、图案、音像和其他材料。标签中未被覆盖的外文内容应符合本规范规定。

第三条 化妆品标签标识内容必须真实、科学、完整。化妆品企业应按照《消费品使用说明 化妆品通用标签》(GB5296.3)的要求完整标注有关内容,并对标签内容的真实性、科学性和完整性负责。

第四条 化妆品标签所标识的使用方法、使用部位、使用目的和功效等应符合化妆品定义的范畴。化妆品不得进行有效率的宣传,如"xx 例有效", "xx%有效"等类似用语。

第五条 化妆品标签应明确、完整地标识相关许可证号和批准文号,如:进口特殊用途化妆品应标明"卫妆进字(xxxx)第 xxxx 号"或"卫妆特进字(xxxx)第 xxxx 号";进口非特殊用途化妆品应标明"卫妆进字(xxxx)第 xxxx 号"或"卫妆备进字(xxxx)第 xxxx 号";国产特殊用途化妆品应标明"卫妆特字(xxxx)第 xxxx 号"和化妆品生产企业卫生许可证号(如:"卫妆准字 xx-XK-xxxx 号");国产非特殊用途化妆品应标明化妆品生产企业卫生许可证号(如:"卫妆准字 xx-XK-xxxx 号")。

不属于化妆品定义范畴的产品不得标注化妆品生产企业卫生许可证号。

第六条 化妆品标签标识的内容,例如产品名称、生产企业名称、在华责任单位(进口商或销售商)名称及地址、原产国(实际生产国)、国内实际生产地、颜色、色号、香型、防晒系数、功能等信息应与产品获得相应卫生许可批件、备案凭证、以及生产企业卫生许可证所载明的相关内容一致,并与批准时一致。

第七条 化妆品名称的标注要求

(一) 化妆品名称应符合《健康相关产品命名规定》的要求,名称原则上应包括商标名(或品牌名)、通用名和属性名。

(二) 名称标注要清晰、完整、易于辨认,不能使用易产生混淆、误导消费者或者其他不良影响的标注方式。标签中至少应有一处完整标注名称,即除商标外,名称中的文字或符号均应使用相同字体和字号,不得有间隙。

(三) 名称中不得使用有夸大功能或误导消费者的商标。

(四) 通用名应当准确、科学，可以是表明原料、主要功效成分或产品功能的文字。以原料或功效成分作为通用名时，必须是产品配方中含有的原料和成分，但仅被理解为产品颜色、光泽、或气味的词语除外，如珍珠色、水果型、玫瑰花型等。以功能作为通用名时，该功能必须是产品真实具有的功能。

(五) 属性名应当表明产品的客观形态，不得使用抽象名称。但消费者已知晓其属性的产品，可省略属性名，如：口红、胭脂、唇彩、颜彩、颊彩、发彩、眼彩、眼影、护发素、精华素、面膜、发膜、腮红、甲彩等。

(六) 同一系列的化妆品，但香型、颜色等不同时，命名如采用相同商标名、通用名和属性名，必须在产品名称后加以标识以示区别。染发类产品名称必须标注所染颜色或色号。

第八条 关于防晒化妆品防晒功能的标识

(一) 凡宣称具有防晒功能的化妆品，标签中必须标识 SPF 值；可以标识 UVA 防护功能、广谱防晒功能、PFA 值或 PA+~PA+++、防水、防汗功能或适合游泳等户外活动。所有标识的防晒功能均必须提供有效的检验依据。

(二) 防晒化妆品 SPF 值标识应符合以下规定：

1. 当所测产品的 SPF 值小于 2 时不得标识防晒效果。
2. 当所测产品的 SPF 值在 2~30 之间(包括 2 和 30)，则标识值不得高于实测值。
3. 当所测产品的 SPF 值大于 30、减去标准差后小于或等于 30，最大只能标识 SPF30。
4. 当所测产品的 SPF 值高于 30、且减去标准差后仍大于 30，最大只能标识 SPF30+。

(三) 防晒化妆品 PFA 值标识应符合以下规定：

1. 当所测产品的 PFA 实测值的整数部分小于 2 时，不得标识 UVA 防晒效果。
2. 当所测产品的 PFA 实测值的整数部分在 2~3 之间(包括 2 和 3)，可标识 PA+或 PFA 实测值的整数部分。
3. 当所测产品的 PFA 实测值的整数部分在 4~7 之间(包括 4 和 7)，可标识 PA++或 PFA 实测值的整数部分。
4. 当所测产品的 PFA 实测值的整数部分大于等于 8，可标识 PA++或 PFA 实测值的整数部分。

(四) 符合下列要求之一的防晒化妆品，可标识广谱防晒：

1. SPF 值 \geq 2，经化妆品抗 UVA 能力仪器测定 $C\geq 370\text{nm}$ 。
2. SPF 值 \geq 2，PFA 值 \geq 2。

(五) 防晒化妆品在标识防水性能时, 应标识出洗浴后的 SPF 值, 也可同时标识出洗浴前后的 SPF 值。并严格按照防水性测试结果标识防水程度:

1. 洗浴后的 SPF 值比洗浴前的 SPF 值减少超过 50% 的, 不得宣称防水性能。
2. 通过 40min 抗水性测试的, 可宣称一般抗水性能(如具有防水、防汗功能, 适合游泳等户外活动等), 所宣称抗水时间不得超过 40min。
3. 通过 80min 抗水性测试的, 可宣称具有优越抗水性, 所宣称抗水时间不超过 80min。

第九条 化妆品标签标识中若标注"经皮肤科医师或眼科医师测试"、"经过敏性测试"、"适合敏感性肌肤"、"不引起粉刺"等相关用语, 必须有相应检验数据及/或临床报告作为依据。

第十条 关于化妆品委托加工(包括分装)产品有关信息的标识

(一)委托生产加工的, 必须标注委托方名称、地址, 以及被委托方的名称和卫生许可证号。

(二)不属于委托生产加工的, 但产品所有方与实际生产加工企业不同时, 如产品所有方为总公司, 实际生产加工企业为其下属某个企业, 参照上述规定标示。

第十一条 关于警示语的标识

(一)化妆品标签上应标注必要的警示信息, 如使用条件、使用方法、注意事项、可能的不良反应等。鼓励化妆品标签上标识"本品对少数人体有过敏反应, 如有不适, 请立即停用"内容。

(二)化妆品标签上标注的使用范围和使用方法等应符合其所含原料的安全性要求。例如, 某些原料仅限用于用后冲洗掉的产品或使用中不能接触粘膜, 则含有这些原料化妆品的标签标识内容应符合这些使用限制。

(三)化妆品如含有现行《化妆品卫生规范》中规定的限用物质、限用防腐剂、限用紫外线吸收剂、限用染发剂等, 应按照《化妆品卫生规范》要求在标签上标注相应的使用条件和注意事项。

(四)育发类、染发类、烫发类、除臭类、脱毛类产品及指甲硬化剂标签上必须标注使用条件、使用方法和注意事项。染发类化妆品(暂时性染发产品除外)必须在标签上标注以下警示语:对某些个体可能引起过敏反应, 应按说明书预先进行皮肤测试;不可用于染眉毛和眼睫毛, 如果不慎入眼, 应立即冲洗;专业使用时, 应戴合适手套等相关用语。

(五)育发、美乳和健美类产品须在标签上标注:本产品功效未经卫生部检验机构验证。

(六)下列类型的化妆品应在标签上标注相应警示语:

1、压力灌装气雾剂产品:产品不得撞击;应远离火源使用;产品存放环境应干燥、通风, 温度在 50℃ 以下, 应避免阳光直晒, 远离火源、热源;产品应放在儿童接触不到处;产品用完的空罐勿刺穿及投入火中;喷雾时与皮肤保持距离, 避开口、鼻、眼, 勿在皮肤破损、发炎或瘙痒时使用。

2、泡沫浴产品:按说明使用;超量使用或长时间接触可引起对皮肤和尿道的刺激;出现皮疹、红或痒时停止使用;放在儿童拿不到的地方。

第十二条 化妆品所宣传的功能必须真实、有科学依据,并且符合化妆品定义规定的功能范畴,即清洁、消除不良气味、护肤、美容、修饰功能及特殊用途功能。不得通过宣传所用原料的功能来暗示产品实际不具有或不允许宣传的功能。普通化妆品不得宣传特殊用途化妆品功能。

第十三条 根据《化妆品卫生监督条例》等法规和标准的有关规定,化妆品标签标识内容应当真实,不得有虚假夸大、明示或暗示对疾病的治疗作用和效果的内容,不得使用医疗术语,不得对消费者产生误导,不得以"经卫生部门批准"或"卫生部门特批"等名义为产品作宣传,不得把化妆品批件或化妆品检验机构的检验报告作为标签内容。

第十四条 附件1和附件2分别例举了化妆品标签推荐功能宣称用语和禁止标注用语,但均不限于所列举内容,卫生部将不定期进行增补。

第十五条 以往发布文件与本规范不一致的,以本规范为准。本规范由卫生部负责解释。

附件1:化妆品标签标识推荐用语

在保证真实性和科学性的前提下,下列用语符合化妆品定义范畴的功能宣传:

一、清洁功能。如:清洁皮肤;清凉;清洁头皮和头发;防止、减少或去除头屑;去除肌肤表面干燥老化角质;清除阻塞毛孔的彩妆、污垢及多余油份等。

二、消除不良气味功能。如:预防异味;香气使人心旷神怡等。

三、护肤、美容、修饰功能。如:防止皮肤粗糙;滋润皮肤;使皮肤光滑;使皮肤湿润;使皮肤保持健康;增加皮肤弹性;保护皮肤防止干燥;保湿;使皮肤细腻;使皮肤柔软、有光泽;补充和保持头发的水分;使头发柔软;防止头发曲裂分叉;保持发型;塑造发型;增加头发弹性;改善头发梳理性;遮盖皮肤瑕疵;防止口唇干燥;润唇;护唇;使口唇光滑;防止皴裂;防止干裂;补充皮肤的水分;使化妆持久不易脱落;使皮肤更清爽;淡化细纹;减轻眼部皱纹、细纹;遮盖皱纹(细纹、幼纹);控油;紧致(实)肌肤;舒缓和修护肌肤;改善肤质;防止肤色暗哑;修饰眼部轮廓;修饰脸部轮廓;修饰唇形;调整肤色;令睫毛纤密、卷翘;赋予指甲持久亮丽的色彩;祛痘;抗(抑制)粉刺;抗皱;使皮肤白皙等。

四、育发、染发、烫发、脱毛、美乳、健美、除臭、祛斑、防晒等九种特殊用途功能。如:预防脱发;育发;有助于头发生长;减少脱发和断发;改变头发颜色;改变头发弯曲度;减少或消除体毛;美乳;美胸;有助于乳房健美;增加乳房皮肤弹性及张力;塑身、美体、有助于体形健美;去除腋臭;淡化色素斑;祛斑;减轻皮肤色素沉着;抑制(减少)黑色素形成;防晒;防紫外线;防水、防汗(限于防晒类产品宣传);防日晒引起的色斑;减轻日晒引起的皮肤损伤等。

附件2:化妆品标签标识禁止用语

一、 虚假夸大用语:特效;高效;全效;强效;速效;速白;一洗白;XX天见效;XX周期见效;超强;激活;全方位;全面;安全;无毒;溶脂、吸脂、燃烧脂肪;瘦身;瘦脸;瘦腿;减肥;延年益寿;提高(保护)记忆力;提高肌肤抗刺激;消除;清除;化解死细胞;去(祛)除皱纹;平皱;修复断裂弹性(力)纤维;止脱;采用新型着色机理永不褪色;迅速修复受紫外线伤害的肌肤;更新肌肤;破坏黑色素细胞;阻断(阻碍)黑色素的形成;丰乳;丰胸;使乳房丰满;预防乳房松弛下垂;改善(促进)睡眠;舒眠等。

二、 明示或暗示对疾病的治疗作用和效果:治疗;除菌;抑菌;杀菌;抗菌;灭菌;防菌;消毒;排毒;消炎;抗炎;抗敏;防敏;柔敏;舒敏;缓敏;脱敏;褪敏;改善敏感肌肤;改善过敏现象;降低肌肤敏感度;镇定;镇静;理气;行气;活血;生肌肉;补血;安神;养脑;益气;通脉;胃胀蠕动;利尿;驱寒解毒;调节内分泌;延缓更年期;补肾;祛风;生发;防癌;抗癌;祛疤;降血压;防治高血压;治疗;改善内分泌;平衡荷尔蒙;防止卵巢及子宫的功能紊乱;去除体内毒素;吸附铅汞;除湿;润燥;治疗腋臭;治疗体臭;治疗阴臭;美容治疗;消除斑点;斑立净;无斑;治疗斑秃;逐层减退多种色斑;毛发新生;毛发再生;生黑发;止脱;酒糟鼻;伤口愈合清除毒素;缓解痉挛抽搐;减轻或缓解疾病症状等。

三、 医疗术语:处方;药方;经XX例临床观察具有明显效果;丘疹;脓疱;手癣;甲癣;体癣;头癣;股癣;脚癣;脚气;鹅掌癣;花斑癣;牛皮癣;传染性湿疹;脂溢性脱发;病理性脱发;毛囊激活;伤风感冒;经痛;肌痛;头痛;腹痛;便秘;哮喘;支气管炎;消化不良;失眠;刀伤;烧伤;烫伤;疮痛;毛囊炎;皮肤感染;皮肤面部痉挛等疾病名称或症状;细菌、真菌、念珠菌、糠秕孢子菌、厌氧菌、牙孢菌、痤疮、毛囊寄生虫等微生物名称;雌性激素、雄性激素、荷尔蒙、抗生素、激素;药物;中草药;中枢神经;细胞再生;细胞增殖和分化;免疫力;患处;疤痕;关节痛;冻疮;冻伤;妊娠纹;皮肤细胞间的氧气交换;红肿;淋巴液;毛细血管;淋巴毒等。

授课日期

教案编号

15

课程名称	化妆品质量检验技术	专业班级	化妆品 231、232、 231 (3+)
教材名称	化妆品质量检验技术		
授课题目	第 18 章 化妆品包装计量检验		
授课学时	2 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ● 熟悉化妆品包装外观要求 ● 了解化妆品包装的检验 ● 掌握化妆品计量检验 		
教学重点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品包装外观要求 ● 化妆品计量检验 		
教学难点	<ul style="list-style-type: none"> ● 化妆品包装外观要求 化妆品计量检验 		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	化妆品包装外观要求 (1 学时) 化妆品计量检验 (1 学时)		
思考题			
作 业			
教学后记			

第 18 章 化妆品包装计量检验

第 1 节 化妆品包装外观要求

1 主题内容与适用范围本标准规定了化妆品产品的外观要求。

本标准适用于各类化妆品。

2 包装分类按化妆品的包装材料品种分为：瓶（包括塑料瓶、玻璃瓶）；

盖【包括外盖、内盖（塞、垫）】；

袋（包括纸袋、塑料袋、复合袋）；

软管；

盒（包括纸盒、塑料盒、铁盒）；

喷雾罐；

锭管（包括唇膏管、粉底管）；

化妆笔；

外盒包装（包括花盒、中盒、大箱）；

其它。

3 化妆品产品包装外观要求

产品包装所有材质应保证无毒、安全。

3.1 瓶

3.1.1 瓶身完整、平稳端正、光滑，厚薄基本均匀，不得有冷爆、裂痕，无明显疤痕、变形。

3.1.2 瓶口端正、光滑，不得有毛刺（毛口），螺纹等配合结构完好、端正。

3.1.3 瓶内外洁净。

3.1.4 瓶与盖配合严紧无滑牙、松脱、泄漏现象医学，教育网 搜集整理。

3.2 盖

3.2.1 内盖

3.2.1.1 完整、光滑无变形，洁净，无尘土、油污等。

3.2.1.2 与瓶及外盖配合良好，不得漏放。

3.2.2 外盖

3.2.2.1 端正、光滑，无破碎、裂纹、毛刺（毛口）及爆裂现象，色泽均匀，不得迁色，与准样品一致。

3.2.2.2 螺纹等配合结构完好。

3.2.2.3 加有电化铝或烫金的应均匀完整，色泽与标准样品一致。

3.2.2.4 翻盖类外盖翻起灵活。

3.2.2.5 盖与瓶配合严紧，无滑牙、松脱、泄漏等现象。

3.3 袋

3.3.1 不得有皱纹、划伤、空气泡，色泽与标准样品一致。

3.3.2 封口要牢固、端正，不得有开口、穿孔、漏膏（液）等现象。

3.3.3 复合袋复合牢固，镀膜均匀。

3.4 软管

3.4.1 管身光滑、整洁、厚薄均匀，无明显划痕，色泽与标准样品一致。

3.4.2 封口要牢固、不得有开口、皱折等现象。

3.4.3 盖应符合

3.2 规定要求。

3.5 盒

3.5.1 盒面光滑、端正，不得有明显露底划痕、毛刺（毛口），色泽均匀，与标准样品一致。

3.5.2 开启松紧并适宜，达到 4.2 试验要求。

3.5.3 盒内镜面、内容物与盒粘结牢固，镜面映像良好。无露底划痕及破损现象。

3.6 喷雾罐

3.6.1 罐体平整，无锈斑，焊缝平滑，主要部位无明显划伤，色泽均匀，与标准样品一致。

3.6.2 卷口平滑，不得有裂纹和变形。

3.6.3 盖应符合 3.2 要求。

3.7 锭管

3.7.1 管体端正、光滑，不得有明显划痕，色泽均匀，与标准样品一致。

3.7.2 管体配合松紧适宜，应保证膏体正常旋出或推出。

3.8 化妆笔

3.8.1 笔杆应光滑、端正，笔杆不开胶，油漆不开裂。

3.8.2 笔套表面光洁，松紧合适。

3.8.3 标志应完整，字迹清晰。

3.9 商标、说明书、盒头贴及合格证。

3.9.1 印刷商标应图案端正，套色分明，字迹清晰、牢固。

3.9.2 商标要贴牢固，不得歪斜、漏贴、倒贴、错贴，贴实后不 3.10.10 翘角、不翘边。

3.9.3 说明书印刷图面整洁，字迹清楚。

3.9.4 盒头（贴）印刷字迹、图案清楚。

3.9.5 合格证印刷字迹、图案清楚，并有厂名、检验员代号等标记。

3.10 外盒包装 (花盒、中盒、大箱

3.10.1 花盒

3.10.1.1 花盒应与中盒包装配套严紧。

3.10.1.2 花盒应洁净、端正、平整，无皱折、缺边、缺角现象。

3.10.1.3 花盒的粘合部位粘合牢固，无粘贴痕迹、开裂及相互粘边连现象，色泽均匀，与标样一致。

3.10.1.4 产品无错装、漏装、倒装现象。盒盖盖好。

3.10.1.5 产品的花盒 (含产品包装) 应注明产品的商标、品名、厂名、厂址、生产日期 (保质期) 容量或质量、许可证号，必要时须有使用说明。

3.10.2 中盒

3.10.2.1 中盒应洁净、端正、平整。

3.10.2.2 产品无错装、漏装、倒装现象。

3.10.2.3 盒头 (贴) 应端正、清楚、完整，并有品名、数量、厂名等标志。

3.10.3 大箱

3.10.3.1 大箱应洁净、端正、平滑，封箱牢固。

3.10.3.2 产品无错装、漏装、倒装现象。

3.10.3.3 大箱外的标志应清楚、完整，位置适中，并有品名、厂名、厂址、许可证号、规格、数量、毛重、体积、出厂日期、注意事项等标志。

3.11 其它

3.11.1 泵式喷雾罐，应符合 3.1 和 3.6 中相应的规定要求。

3.11.2 对产品的保质期标注，其产品质量三年以上不出问题的可以不注明。

3.11.3 执行的标准号应标注在产品或其说明书、包装物上。

4 试验方法

4.1 目测与标准比较应达到规定要求。

4.2 盒类产品松紧度试验。

4.2.1 瓶装产品容量允差幅度规定样品不可用手指强行剥开，捏住盖边，底不自动落为试验合格。

第 2 节 包装检验

包装检验是根据外贸合同、标准和其他有关规定，对进出口商品的外包装和内包装以及包装标志进行检验。

包装检验首先核对外包装上的商品包装标志(标记、号码等)是否与进出口贸易合同相符。对进口商品主要检验 外包装是否完好无损，包装材料、包装方式和衬垫物等是否符合合同规定要求。对外包装破损的商品，要另外进行验残，查明货损责任方以及货损程度。对发生残损的商品要检查其是否由于包装不良所引起。对出口商品的包装检验，除包装材料和包装方法必须符合外贸合同、标准规定外，还应检验商品内外包装是否牢固、完整、干燥、清洁，是否适于长途运输和保护商品质量、数量的习惯要求。

商检机构对进出口商品的包装检验，一般抽样或在当场检验，或进行衡器计重的同时结合进行。

第3节 计量检验

计量检验是指：在抽样检验的样本中，对每一个体测量其某个定量特性的检查方法。

质量检验的方式按质量特性值划分，可分为计数检验和计量检验。计量检验就是要测量和记录质量特性的数值，并根据数值与标准对比，判断其是否合格。这种检验在工业生产中是大量而广泛存在的。[1] 计量检验的商品，应是生产企业自检合格的商品，或流通领域销售的在保质期内的商品。计量检验时一般不考虑商品在运输、储存过程中净含量的变化。对水分流失和易挥发非密封的商品，如肥皂，香皂等，不在流通领域抽样检验，应在生产企业抽样检验。

程序

- 1、确定检验批。
- 2、检索抽样方案。
- 3、抽取样本。
- 4、检验样本。
- 5、判断检验批是否合格。