

ICS 71.100.40
Y 43



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

牙膏用保湿剂 甘油和聚乙二醇

Humectants for toothpastes Glycerin and macrogol

（报批稿）

（本稿完成日期：2007 年 8 月 1 日）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国质量监督检验检疫总局

中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准表 1 和表 2 中的黑体字部分为强制性条款，其余为推荐性条款。

本标准是在参考了美国药典（USP30/NF25）的基础上，结合牙膏行业的具体情况编制而成。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国牙膏蜡制品标准化中心归口。

本标准负责起草单位：国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心、北京宝洁技术有限公司、柳州两面针股份有限公司、美晨集团股份有限公司、上海白猫股份有限公司上海牙膏厂、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、广州高露洁棕榄有限公司、联合利华（中国）有限公司。

本标准主要起草人：邹斌、叶婷婷、马萱。

本标准于 年 月 日首次发布。

牙膏用保湿剂 甘油和聚乙二醇

1 范围

本标准规定了牙膏用保湿剂中甘油和聚乙二醇的要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输、贮存等。

本标准适用于作为牙膏用保湿剂甘油和聚乙二醇。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 13216.2—1991 甘油试验方法 透明度的测定

GB/T 13216.3—1991 甘油试验方法 气味的测定

GB/T 13216.4—1991 甘油试验方法 色泽的测定（Hazen 单位 铂-钴色度）

GB/T 13216.5—1991 甘油试验方法 20℃时密度的测定

GB/T 13216.6—1991 甘油试验方法 甘油含量的测定

GB/T 13216.7—1991 甘油试验方法 氯化物的限量试验

GB/T 13216.8—1991 甘油试验方法 硫酸化灰分的测定（重量法）

GB/T 13216.9—1991 甘油试验方法 酸度或碱度的测定（滴定法）

GB/T 13216.10—1991 甘油试验方法 皂化当量的测定

GB/T 13216.13—1991 甘油试验方法 还原性物质的试验

JJF1070—2005 定量包装商品净含量计量检验规则

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令[2005]第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》

中华人民共和国药典 2005 年版（二部）

3 要求

3.3 甘油

甘油感官指标、理化指标和有毒物质限量指标应符合表 1 要求。

表 1

项目		指标	
		皂化法	发酵法
感官指标	外观（透明度）	透明，无悬浮物和沉淀	
	气味	无异味	
	色泽（Hazen） ≤	30	20
理化指标	丙三醇含量 / % ≥	98.0	95.0
	密度（20℃） / （g/mL） ≥	1.2559	1.2481
	氯化物（以 Cl 计） / % ≤	0.01	0.001
	硫酸化灰分 / % ≤	0.01	
	酸度或碱度 / （mmol/100g） ≤	0.10	
	还原性物质	无沉淀或无银镜反应	—
	皂化当量 / （mmol/100g）	1.0	—
	铁盐（以 Fe 计） / （mg/kg） ≤	—	2
有毒物质限量	二甘醇和相关化合物 / % ≤	1.0 (指二甘醇和相关杂质含量的总和, 其他单一杂质的含量分别 ≤0.1)	
	重金属含量（以 Pb 计） / （mg/kg） ≤	5	
	砷含量（以 As 计） / （mg/kg） ≤	2	

3.2 聚乙二醇

聚乙二醇感官指标、理化指标、有毒物质限量指标应符合表 2 要求。

表 2

项目		指标
感官指标	外观	无色或几乎无色、澄清的粘稠液体，或半透明蜡状软物，或白色蜡状固体薄片或颗粒状粉末
理化指标	平均分子量	200~8000
	pH	4.0~7.5
	灼烧残渣 / %	0.2
有毒物质限量	二甘醇和乙二醇 / % ≤	0.25 (两者总和)
	重金属 (以铅计) / （mg/kg） ≤	5
	砷 / （mg/kg）	3

3.3 净含量

牙膏用保湿剂包装产品的净含量应符合 JJF1070—2005 的规定。

4 试验方法

本标准所用的试剂和水，除特殊规定外，均为分析纯试剂和符合 GB/T6682 规定的水。

本标准中滴定分析用的标准溶液、杂质测定用的标准溶液、试验方法所用的制剂和制品，除特殊规定外，均按 GB/T601、GB/T602 和 GB/T603 的规定制备。

4.1 牙膏用甘油试验方法

4.1.1 外观

按 GB/T 13216.2 的规定进行。

4.1.2 气味

按 GB/T 13216.3 的规定进行。

4.1.3 色泽

按 GB/T 13216.4 的规定进行。

4.1.4 丙三醇含量

按 GB/T 13216.6 的规定进行。

4.1.5 密度

按 GB/T 13216.5 的规定进行。

4.1.6 氯化物

按 GB/T 13216.7 的规定进行。

4.1.7 硫酸化灰分

按 GB/T 13216.8 的规定进行。

4.1.8 酸度或碱度

按 GB/T 13216.9 的规定进行。

4.1.9 还原性物质

按 GB/T 13216.13 的规定进行。

4.1.10 皂化当量

按 GB/T 13216.10 的规定进行。

4.1.11 铁盐

按中华人民共和国药典（2005 年版）（二部）附录ⅧG 的规范进行。

4.1.12 二甘醇和相关化合物

4.1.12.1 仪器

气相色谱：配有火焰离子化检测器，色谱柱为 G43（6% 氰丙基苯基—94%对甲基聚硅氧烷，物质的量百分数）（0.53mm× 30m× 3 μm）弹性石英毛细管柱，进样口衬管类型为内卷杯状。色谱程序设置如下：色谱柱初始温度为 100℃，进样后，温度以 7.5℃/min 的速度升高至 220℃，并保持 4min。进样口的温度保持在 220℃，检测器温度保持在 250℃。载气为氦气。分流比为 10:1，线速度：38cm/s。分辨液进样后，按测定法项下规定的条件记录色谱峰响应，色谱图中二甘醇和甘油两峰的分离度不应低于 7.0。标准溶液重复进样，记录色谱峰面积，其相对标准差不应超过 15%。

4.1.12.2 试剂

a) 甘油和乙二醇：色谱纯；

b) 分辨液：精确称取色谱纯二甘醇和甘油，用水溶解，定量稀释，必要时用水逐级稀释，制成二甘醇和甘油浓度均约为 0.5 mg/mL 的溶液；

c) 标准液：精确称取二甘醇，用水溶解，定量稀释，必要时逐级稀释，制成二甘醇浓度约为 0.05 mg/mL 的溶液；

d) 供试液：精确称取甘油约 5g 至 100 mL 容量瓶，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.1.12.3 测试步骤

将相同体积（约 0.5 μL）的标准液和供试液分别进样，记录色谱图，测量所有峰面积。按式（1）计算甘油样品中二甘醇含量（ C_I ）：

$$C_I = \frac{C_S \times r_u}{C_U \times r_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C_I ——二甘醇含量，%；

C_S ——标准液中二甘醇的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

C_U ——供试液中甘油样品的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

r_u ——供试液色谱中二甘醇的峰面积；

r_s ——标准液色谱中二甘醇的峰面积。

按式（2）计算在甘油样品中其他杂质（不含溶剂峰）含量（ C_2 ）：

$$C_2 = \frac{r_i}{r_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C_2 ——甘油样品中其他杂质（不含溶剂峰）含量，%；

r_i ——从待测溶液中得到的每一种杂质的峰面积；

r_s ——为从测试溶液中获得的所有峰面积的总和。

4.1.13 砷

按中华人民共和国药典（2005 年版）（二部）附录ⅧJ 中的二乙基二硫代氨基甲酸银法的规定进行。

4.1.14 重金属

按中华人民共和国药典（2005 年版）（二部）附录ⅧH 中的第一法的规定进行。。

4.2 聚乙二醇

4.2.1 外观

按中华人民共和国药典（2005 年版）（二部）《聚乙二醇》方法的规定进行。

4.2.2 平均分子量

4.2.2.1 主要仪器

耐热压力瓶。

4.2.2.2 试剂

a) 邻苯二甲酸酐溶液：将 49.0 g 邻苯二甲酸酐放入棕色瓶中，溶于新蒸馏的或从新开封的瓶中取出的 300 mL 的吡啶，用力振荡直至彻底溶解。加入 7 g 咪唑，小心摇动至溶解，使用前静置 16h。

b) 聚乙二醇供试液：小心地将 25.0 mL 的邻苯二甲酸酐溶液放入干燥耐热的压力瓶中。加入精确称量的聚乙二醇样品，其质量约为预期平均分子量的 1/160。盖好瓶塞，用布包将压力瓶严密包裹起来。

c) 氢氧化钠：0.5 mol/L。

4.2.2.3 测定步骤

将瓶子浸于 96℃-100℃ 水浴中，水浸没瓶子的深度与压力瓶中液体的高度齐平。5min 后从水浴中取出瓶子，不打开包裹，摇动 30s 混匀。继续水浴加热 30min，取出后冷却至室温。将压力瓶从布袋中取出，小心地打开瓶盖，释放压力，加入 10 mL 水，充分摇动。静置 2 min，加入 0.5 mL 酚酞：吡啶为 1+100 的溶液，用 0.5 mol/L 氢氧化钠滴定到初次出现持续 15s 的粉红色，记录消耗的滴定液的体积，记做 S 。用同样方法用 25.0 mL 的邻苯二甲酸酐溶液中和其中的吡啶做空白测定，记录消耗的 0.5 mol/L 氢氧化钠的体积，记做 B 。

4.2.2.4 平均分子量的计算

按式（3）计算样品中聚乙二醇的平均分子量(M)：

$$M = \frac{2000 \times W}{N \times (B - S)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

M ——聚乙二醇的平均分子量；

W ——制备供试液所用的聚乙二醇质量，单位为克（g）；

B ——空白所消耗的 0.5 mol/L 氢氧化钠量，单位为毫升（ml）；

S ——样本所消耗的 0.5 mol/L 氢氧化钠量，单位为毫升（ml）；

N ——氢氧化钠溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）。

4.2.3 pH

按中华人民共和国药典（2005 年版）（二部）附录ⅧH 的规定进行。。

4.2.4 二甘醇和乙二醇

4.2.4.1 平均分子量低于 450 的聚乙二醇样品中的二甘醇和乙二醇含量测定

4.2.4.1.1 主要仪器

气相色谱：配备有火焰离子探测器，填充不锈钢 3mm×1.5m 色谱柱由承载 12%山梨醇的未经处理的硅藻土填充。载气为氮气或其他适合的惰性气体，流速 50mL/min。柱温保持在 140℃，进样口温度保持在 250℃，火焰离子化探测器的温度保持在 280℃。

4.2.4.1.2 试剂

- a) 二甘醇和乙二醇：色谱纯；
- b) 标准液：用色谱纯二甘醇和乙二醇配制标准溶液，两者浓度均为 500 μg/mL；
- c) 供试液：将精确称量的约 4g 的聚乙二醇置于 10 mL 容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀。

4.2.4.1.3 测定步骤

将 2.0 μL 标准液进样，记录其色谱图，调整操作条件使峰高不低于 100mm。测定第一色谱峰（乙二醇）和第二色谱峰（二甘醇）的峰高，分别记为 P_1 和 P_2 。将 2.0 μL 供试液进样，在同样操作条件下记录其色谱图。测定第一色谱峰（乙二醇）和第二色谱峰（二甘醇）的峰高，分别记为 p_1 和 p_2 。

4.2.4.1.4 二甘醇和乙二醇含量的计算

样品中乙二醇的含量（ C_3 ）按式（4）计算：

$$C_3 = \frac{c_1 \times p_1}{P_1 \times W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- C_3 ——乙二醇的含量，%；
- c_1 ——标准液中的乙二醇浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- p_1 ——供试液乙二醇峰高，单位为毫米（mm）；
- P_1 ——标准液乙二醇峰高，单位为毫米（mm）；
- W ——试验中所用乙二醇的质量，单位为毫克（mg）。

样品中二甘醇的含量（ C_4 ）按式（5）计算：

$$C_4 = \frac{c_2 \times p_2}{P_2 \times W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- C_4 ——二甘醇的含量，%；
- c_2 ——标准液中的二甘醇浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- p_2 ——供试液二甘醇峰高，单位为毫米（mm）；
- P_2 ——标准液二甘醇峰高，单位为毫米（mm）；
- W ——试验中所用二甘醇的质量，单位为毫克（mg）。

4.2.4.2 平均分子量高于 450 低于 1000 的聚乙二醇样品中的二甘醇和乙二醇含量测定

4.2.4.2.1 主要仪器

- a) 蒸馏瓶;
- b) 分光光度计。

4.2.4.2.2 试剂

- a) 硝酸: 0.25mol/L;
- b) 硝酸铈铵:将 6.25 g 硝酸铈铵溶于 100 mL 0.25mol/L 硝酸溶液, 配制三天内使用;
- c) 标准液:将 62.5 mg 二甘醇置于 25 mL 容量瓶中, 并用新蒸馏的乙腈和水等体积混合的溶液溶解二甘醇并稀释至刻度, 混匀;
- d) 供试液:在 250 mL 蒸馏瓶中, 将 50.0g 聚乙二醇溶于 75 mL 二苯醚。如遇到结晶, 可预热溶液使结晶溶解。在 1mm~2mm 汞柱的压力下缓慢蒸馏, 蒸馏液收集到有 1mL 刻度的 100mL 接收容器中, 直至收集到 25 mL 蒸馏液后蒸馏停止。向蒸馏液中加入 20.0mL 水, 用力振荡, 再静置分层。冰浴该混合物使二苯醚凝固并分离固液两相。过滤分离的得到的水层, 收集滤液。用 5.0 mL 冰水洗涤二苯醚, 过滤洗涤液并收集。将滤液和洗涤液混合入一个 25 mL 容量瓶, 加水稀释至刻度, 摇匀, 如有必要, 可将溶液加热至室温。在有玻璃塞的 125 mL 锥形瓶中, 将该溶液与 25.0mL 新蒸馏的乙腈混合均匀。

4.2.4.2.3 测试步骤

分别移取 10.0 mL 标准液和供试液到装有 15.0 mL 的硝酸铈铵溶液的 50mL 的烧瓶中, 混匀。2min~5 min 内, 使用 1cm 比色皿, 最大吸收波长 450 nm 的分光光度计同时测定两种溶液的吸光度。空白对照为含 15.0 mL 的硝酸铈铵溶液和 10.0 mL 新蒸馏的乙腈与水等体积的混合物的溶液。供试液的吸光度不应超过标准液, 即乙二醇和二甘醇的总含量不应超过 0.25%。

4.2.5 灼烧残渣

按中华人民共和国药典(2005 年版)(二部)附录 VIII N 的规定进行。

4.2.6 重金属

按中华人民共和国药典(2005 年版)(二部)附录 VIII H 中的第一法的规定进行。

4.2.7 砷

按中华人民共和国药典(2005 年版)(二部)附录 VIII J 中的二乙基二硫代氨基甲酸银法的规定进行。

4.3 净含量指标

牙膏用保湿剂包装产品净含量按照 JJF1070—2005 的规定进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

5.1.1 出厂检验

甘油出厂检验项目为感官指标和理化指标、“二甘醇和相关化合物”要求。

聚乙二醇出厂检验项目为感官指标和理化指标、“二甘醇和乙二醇”要求。

5.1.2 型式检验

本标准技术要求中所规定的全部项目为型式检验项目, 正常情况下每三个月进行一次型式检验。在以下情况下须进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺时;
- b) 主要原料有变化时;

- c) 停产又恢复生产时;
- d) 国家质量监督机构或需方提出进行型式检验要求时。

5.1.3 接收检验

需方有权按照供需双方所签合同的有关条款及本标准的规定,对所收到产品进行验收,验收应在货到之日起的 15d 内完成。

5.2 组批与抽样规则

5.2.1 以一次交货的同规格产品为一批。

5.2.2 产品应先由生产企业质检部门按本标准规定检验合格,出具检验报告方可出厂,收货单位按本标准验收。

5.2.3 甘油、聚乙二醇的采样按照 GB/6678 执行,采样量不少于 500g。

5.3 判定规则

试验结果如不符合标准要求时,应重新采样复验,复验结果仍不符合要求时,则整批产品作不合格品处理。

5.4 存样和样本保留

每批验收产品需保留样品作存样,样本保留 30d。

6 包装、标志、运输、贮存

6.1 包装

本产品为高洁度口腔用品,应保证容器清洁,可选用内涂铁桶、聚乙烯塑料桶、聚乙烯塑料方罐、内衬聚乙烯塑料袋的集装箱、镀锌铁桶、不锈钢制的桶或槽车灌装等包装。

包装应执行 GB191 的规定。

6.2 标志

包装产品应有明显的标志,内容包括:产品名称、生产厂名、厂址、商标、生产批号或生产日期、保质期、净重、采用标准编号等。

6.3 运输

产品不应与有毒有害物质混运,搬运时注意小心轻放,避免包装桶变形或破裂。

6.4 贮存

本产品应贮存于通风干燥的仓库内,不宜露天堆放,应避免包装物积尘、积水,不得与有毒、有害或其它污染物品混放,贮存期间应做到先进先出尽量缩短库存期。