

团体标准

T/CSTM 00353—2021

化妆品工业用高岭土

Kaolin clay for cosmetic industry

2021-09-10 发布

2021-12-10 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会建筑材料领域委员会（CSTM/FC03）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会建筑材料领域委员会非金属矿产品及制品技术委员会（CSTM/FC03/TC12）归口。

CSTM标准发布使用

化妆品工业用高岭土

1 范围

本文件规定了化妆品工业用高岭土的术语和定义、要求、检验方法、检验规则、运输和贮存。
本文件适用于以砂质高岭土为原料，经捣浆、水洗、干燥后制得的化妆品工业用高岭土。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 5950 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法
- GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般要求

化妆品工业用高岭土的要求应符合表1的规定。

表1 化妆品工业用高岭土要求

项目	要求
外观质量	无可见杂质，色泽均匀
水分（ω）/%	≤2.0
白度/%	≥90
碳酸盐	通过试验
铁	通过试验
硫化物	通过试验
酸溶物（ω）/%	≤3.0
灼烧减量（ω）/%	≤18.0
无机砷（As）/(mg/kg)	≤10.0
铅（Pb）/(mg/kg)	≤40.0
细度/%	≤2.0

5 检验方法

警示——本文件的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

5.1.1 除测定水分含量及有特殊要求的项目外,样品均应在 105℃~110℃下烘 2 h 并在干燥器中冷却至室温后方可称量(多水高岭土类矿物可根据样品特性适当降低烘样温度)。

5.1.2 本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

5.1.3 除非另有说明,样品称量均应精确至 0.1 mg。本文件中所指“恒重”系指两次称量之差不大于 0.2 mg。

5.1.4 除非另有说明,计算结果的百分含量表示到小数点后两位。

5.2 外观质量

采用目视检测。

5.3 样品制备

将样品在以高锰钢为内衬的圆盘粉碎机上粉碎,使全部通过孔径为 0.25 mm 的样品筛,充分混匀后以四分法缩分至最后样品为 50 g。将此样品在玛瑙研钵体中研磨,应全部通过 GB/T 6003.1—2012 中孔径 0.15 mm 的样品筛,然后充分混匀,备用。

5.4 水分的测定

5.4.1 仪器设备

5.4.1.1 搪瓷盘。

5.4.1.2 恒温干燥箱:调温范围为 0℃~200℃,控温器灵敏度不大于±2℃。

5.4.1.3 天平:感量 1 mg。

5.4.1.4 称量瓶。

5.4.1.5 干燥器。

5.4.2 测定步骤

称取约 10 g 样品,精确至 0.001 g,放入已称量的称量瓶(5.4.1.4)中,将称量瓶放入恒温干燥箱(5.4.1.2)于 105℃~110℃烘 2 h,加盖取出放入干燥器(5.4.1.5)中冷却至室温,称量,以后每烘 1 h 称量一次,直至两次称量差不大于 0.002 g 为止。

5.4.3 结果计算

水分 ω_1 按公式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_1 ——水分, %;

m_1 ——烘干前样品及搪瓷盘或称量瓶质量，单位为克（g）；

m_2 ——烘干后样品及搪瓷盘或称量瓶质量，单位为克（g）；

m ——烘干前样品质量，单位为克（g）。

试验结果为平行测定结果的算术平均值。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于0.1 %。

5.5 白度的测定

按照GB/T 5950规定进行测定。

5.6 碳酸盐的测定

5.6.1 试剂和材料

浓硫酸：密度1.84 g/mL。

5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 分析天平：感量不大于 0.01 g。

5.6.2.2 烧杯：50 mL。

5.6.3 分析步骤

称取1.0 g（精确至0.01 g）试样，置于50 mL烧杯中，加入10 mL水，混匀，边冷却边缓慢加入5 mL浓硫酸（5.6.1）。在加酸过程中，没有气泡产生，即为通过试验。

5.7 铁的测定

5.7.1 试剂和材料

水杨酸钠：固体分析纯。

5.7.2 仪器设备

5.7.2.1 分析天平：感量不大于 0.01 g。

5.7.2.2 研钵：50 mL。

5.7.3 分析步骤

称取2.0 g（精确至0.01g）试样，置于研钵内，加入10 mL水研磨均匀，加入0.5 g水杨酸钠（5.7.1），颜色不深于浅红色时，即为通过试验。

5.8 硫化物的测定

5.8.1 试剂和材料

5.8.1.1 盐酸溶液（1+3）：将1体积盐酸与3体积水混合。

5.8.1.2 乙酸铅溶液（95 g/L）：将9.5 g乙酸铅溶解于新煮过的水中，将溶液稀释至100 mL容量瓶中。

5.8.2 仪器设备

5.8.2.1 分析天平：感量不大于 0.01 g。

5.8.2.2 锥形瓶：250 mL。

5.8.2.3 中速定量滤纸。

5.8.3 分析步骤

称取约1.0 g（精确至0.01 g）试样，置于250 mL锥形瓶（5.8.2.2）中，加入25 mL水，15 mL盐酸溶液（5.8.1.1），立即用乙酸铅溶液（5.8.1.2）润湿的滤纸盖在瓶口，加热至沸，并煮沸3 min~5 min。滤纸无褐色产生，即为通过试验。

5.9 酸溶物的测定

5.9.1 试剂和材料

5.9.1.1 盐酸溶液（1+3）：将1体积盐酸与3体积水混合。

5.9.1.2 中速定量滤纸。

5.9.2 仪器和设备

5.9.2.1 电热恒温干燥箱：调温范围为0℃~200℃，控温器灵敏度不大于±2℃。

5.9.2.2 容量瓶：50 mL。

5.9.2.3 蒸发皿：50 mL。

5.9.3 分析步骤

称取约1 g（精确至0.0002 g）试样，置于烧杯中，加入20 mL盐酸溶液（5.9.1.1），搅拌，放置15 min后过滤并洗涤。滤液收集于50 mL容量瓶（5.9.2.2）中，用水稀释至刻度，摇匀。移取25 mL滤液于预先于105℃±2℃干燥至质量恒定的蒸发皿（5.9.2.3）中，蒸发至干，将蒸发皿置于105℃±2℃的电热恒温干燥箱（5.9.2.1）中干燥至质量恒定。

5.9.4 结果计算

酸溶物 ω_2 按公式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_3 \times 50}{m \times 25} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

ω_2 ——酸溶物，%；

m_3 ——干燥后残余物的质量，单位为克（g）；

50——容量瓶的体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）；

25——移取试验溶液的体积，单位为毫升（mL）。

试验结果为平行测定结果的算术平均值。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于0.2%。

5.10 灼烧减量的测定

5.10.1 仪器和设备

5.10.1.1 分析天平：感量不大于0.1 mg。

5.10.1.2 高温炉：调温范围为0℃~700℃，控温器灵敏度不大于±10℃。

5.10.1.3 瓷坩埚：50 mL。

5.10.2 分析步骤

称取约 2 g (精确至 0.0001 g) 试样, 放入预先在 600 °C 已恒重的瓷坩埚 (5.10.1.3) 中。将装有试样的坩埚放入高温炉 (5.10.1.2) 中, 将高温炉自室温逐渐升温至 600 °C, 在此温度下保持 2 h。取出坩埚, 置于干燥器中冷却 30 min。称量灼烧后的坩埚和试样质量, 反复灼烧至恒重。

5.10.3 结果计算

灼烧减量 ω_3 按公式 (3) 计算:

$$\omega_3 = \frac{m - m_4}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω_3 ——灼烧减量, %;

m ——样品质量, 单位为克 (g);

m_4 ——灼烧后残余物的质量, 单位为克 (g)。

试验结果为平行测定结果的算术平均值。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于 0.3 %。

5.11 无机砷 (As) 的测定

5.11.1 试剂

5.11.1.1 砷标准储备溶液 (100 μ g/mL): 准确称取 0.1320 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷, 溶于 5 mL 氢氧化钠溶液中。溶解后, 加入 25 mL 硫酸溶液, 移入 1000 mL 容量瓶中, 加新煮沸冷却的水稀释至刻度。

5.11.1.2 砷标准使用液 (1 μ g/mL): 临用前取 1.0 mL 砷标准储备溶液, 加 1 mL 硫酸溶液于 100 mL 容量瓶中, 加新煮沸冷却的水稀释至刻度。

5.11.1.3 硫酸溶液 (1+9): 将 1 体积硫酸与 9 体积水混合。

5.11.1.4 硫脲溶液: 50 g/L: 将 5 g 硫脲溶于 100 mL 蒸馏水中, 混匀。

5.11.1.5 盐酸溶液 (1+23): 将 1 体积盐酸与 23 体积水混合。

5.11.1.6 氢氧化钾溶液 (100 g/L): 将 100 g 氢氧化钾溶于 1000 mL 蒸馏水中, 混匀。

5.11.1.7 硫脲-抗坏血酸溶液: 称取硫脲、抗坏血酸各 25 g 溶解于 500 mL 水中。用时现配。

5.11.1.8 硼氢化钾溶液: 称取 10 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液 (4.12.1.5) 中, 过滤备用, 用时现配。

5.11.2 仪器和设备

5.11.2.1 原子荧光光度计。

5.11.2.2 电子天平: 感量为 1mg。

5.11.3 分析步骤

5.11.3.1 样品制备

称取约 10 g (精确至 0.0001 g) 试样, 置于 250 mL 烧瓶中, 加入 50 mL 盐酸溶液 (1+23) (5.11.1.5)。接上回流冷凝器, 于蒸汽浴中加热 30 min, 冷却。将溶液过滤至 100 mL 容量瓶中, 在烧瓶中保留尽可能多的不溶物, 用 30 mL 热水分三次洗涤残渣和烧瓶, 每次滤液收集至容量瓶中, 最后用 15 mL 热水洗

滤纸。将滤液冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，用于无机砷（As）和铅（Pb）的测定。同时做空白试验。

5.11.3.2 标准系列溶液制备

在 25 mL 容量瓶中依次准确加入 1 μg/mL 砷标准溶液（5.11.1.2）0 mL、0.05 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL，硫酸溶液（1+9）（5.11.1.3）硫脲溶液（5.11.1.4）各 2.5 mL，加水定容至刻度。混匀备测。

5.11.3.3 测定

设定好仪器最佳条件，逐步将炉温升至所需温度后，稳定 10 min-20 min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数稳定后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。转入试样测量，分别测定试样空白和试样。

5.11.3.4 分析结果的表述

试样中砷含量 X_1 按公式（4）计算：

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

X_1 —— 试样中砷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c —— 试样测定浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

c_0 —— 试样空白的测定浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V —— 试样总体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量，单位为克（g）；

1000 —— 换算系数。

5.11.3.5 精密度

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 15 %。

5.12 铅（Pb）的测定

5.12.1 仪器设备

5.12.1.1 原子荧光光度计。

5.12.1.2 电热板。

5.12.1.3 天平：感量为 1 mg。

5.12.2 试剂

5.12.2.1 盐酸溶液（1+1）：将 1 体积盐酸与 1 体积水混合。

5.12.2.2 草酸溶液（10 g/L）：将 1 g 草酸溶于 100 mL 蒸馏水中，混匀。

5.12.2.3 铁氰化钾溶液（100 g/L）：将 10 g 铁氰化钾溶于 100 mL 蒸馏水中，混匀。

5.12.2.4 铅标准溶液（1 μg/mL）：购买市售铅标准溶液，根据需要稀释。

5.12.3 标准系列制备

在 25 mL 容量瓶中，依次准确加入铅标准溶液（5.12.2.4）0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL，用少量水稀释后，加入 0.5 mL 盐酸溶液（1+1）（5.12.2.1）和 0.5 mL 草酸溶液（10 g/L）（5.12.2.2）摇匀，再加入铁氰化钾溶液（100 g/L）（5.12.2.3）1.00 mL，用水稀释至刻度。放置 30 min 后待测。

5.12.4 测定

设定好仪器所需的条件，待稳定20 min-30 min后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数稳定后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。转入试样测量，分别测定试样空白和试样。

5.12.5 分析结果的表述

试样中铅含量 X_2 按公式 (5) 进行计算：

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

X_2 ——试样中铅的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

c ——试样测定浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

c_0 ——试样空白的测定浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

V ——试样总体积，单位为毫升 (mL)；

m ——试样质量，单位为克 (g)；

1000 ——换算系数。

5.12.6 精密度

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10%。

5.13 细度

5.13.1 仪器和设备

5.13.1.1 电热恒温干燥箱：调温范围为室温~200℃，控温器灵敏度不大于±2℃。

5.13.1.2 电子天平：感量为1 mg。

5.13.1.3 搅拌器。

5.13.1.4 筛子 (45 μm)。

5.13.1.5 水压调节器。

5.13.1.6 喷嘴：带有1/4TT喷嘴体或等效物，接到带有90°弯头的水管线上。

5.13.1.7 蒸发皿。

5.13.1.8 洗瓶。

5.13.2 试剂

5.13.2.1 六偏磷酸钠（化学纯）。

5.13.3 分析步骤

称取在 105℃±3℃下烘干的样品 10g（精确至 0.0001g），边在搅拌器上搅拌边将称取的样品加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中。在搅拌器上搅拌 30min。将样品转移至筛子中，用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子中，用从喷嘴出来的压力为 69 kPa±7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min±15 s。冲洗时，使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上，并且在样品上方反复移动水流。将残留物从筛子冲洗到已恒重的蒸发皿中，并轻轻倒出多余的清水，在 105±3℃的烘箱中将残留物烘干至恒重，记录残留物质量。

5.13.4 分析结果的表述

细度 X_3 按公式（6）进行计算：

$$X_3 = \frac{M}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：
 X_3 ——细度，%；
 M ——残留在筛上残留物的质量，单位为克（g）；
 m ——试样质量，单位为克（g）。

6 检验规则

6.1 检验分类

- 6.1.1 化妆品工业用高岭土检验分为出厂检验与型式检验。出厂检验项目为外观质量、水分、白度、酸溶物。型式检验内容为表 1 所列全项。
- 6.1.2 有下列情况之一时，应进行型式检验：
- 产品正式投产或定型时；
 - 正常生产时，每6个月进行一次；
 - 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
 - 产品停产6个月以上恢复生产时。

6.2 组批规则

6.2.1 批的构成原则

以同一批原料，同一生产工艺连续生产的高岭土为同一批，当批量过大时，也可分成若干小批。

6.3 判定规则

- 6.3.1 批的检验指标全部符合标准要求时，则判定批合格。
- 6.3.2 检验指标中，任何一项指标不符合标准要求时，应重新抽取两倍子样，对不合格项目进行复验。若复验结果符合标准要求，仍判定批合格；若复验结果仍不符合标准要求，则判定批不合格。

7 包装、运输和贮存

7.1 包装

袋装产品可以内衬塑料薄膜的塑料编结袋、以单层塑料编结袋、涂塑袋、各种类型纸袋进行包装，不能造成显著的粉尘外漏，每袋净重50 kg±1 kg或25 kg±0.5 kg。需方如有特殊要求可按协议进行。经双方协商可由需方自备包装物进行包装或散装。

7.2 运输

化妆品工业用高岭土的运输工具的车厢、船舱应清洁卫生。运输过程中应防污染。

7.3 贮存

7.3.1 贮存场所：化妆品工业用高岭土应入库贮存。

7.3.2 贮存条件：应注意开窗通风；应有防雨措施，防止产品受潮。

CSTM标准发布使用

附录 A
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：中国建材检验认证集团咸阳有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、厦门欣意盛新材料科技有限公司、山西金宇科林科技有限公司、洛南县秦兴海泡石开发有限责任公司、漳州欣意盛节能材料有限公司。

本文件主要起草人：罗婉妮、侯彩红、张红林、胡启明、罗一、徐燕、任子杰、戴宏广、邵钢条。

CSTM标准发布使用