

化妆品检测报告 化妆品检测-全

第 8 章 化妆品的检验

知识目标:

了解化妆品的类型、功能和对产品质量的影响

熟悉化妆品理化检验项目

掌握化妆品理化检验项目的常规检验方法

能力目标:

能进行检验样品的制备 能进行相关溶液的配制 能根据化妆品的种类和检验项目选择合适的分析方法 能按照标准方法对化妆品相关项目进行检验，给出正确结果

案例导入:

如果你是一名化妆品生产企业的检验人员，你公司生产了

1

一批化妆品，你如何判定该批化妆品是否合格。

课前思考题:

化妆品有哪些剂型，

化妆品对微生物有要求吗，哪些生产环节会带来微生物污染，

化妆品是指以涂抹、喷洒或其它类似方法，施于人体表面(表皮、毛发、指甲、口唇等)，起到清洁、保养、美化或消除不良气味，并对使用部位具有缓和作用的物质。一般来讲，化妆品可分为护肤化妆品、美容化妆品、发用化妆品、和专用化妆品等。

作为一种特殊的商品，化妆品的消费与一般的商品不同，它具有强烈的品牌效应，消费者更注重化妆品生产企业的形象、更注重化妆品产品的质量。具体来讲，

化妆品的质量特征离不开产品的安全性(确保长期使用的安全)、稳定性(确保长期的稳定)、有用性(有助于保持皮肤正常的生理功能和容光焕发的效果)和使用性(使用舒适、使人乐于使用)，甚至还包括消费者的偏爱性。其中最重要的安全性和稳定性必须通过微生物学和生物化学的理论及方法来保证。

8.1 化妆品检验规则及稳定性试验

8.1.1 化妆品的检验规则

2

1(基本术语

(1) 常规检验项目。指每批产品必检的项目，包括理化指标、感官指标、卫生指标中细菌总数、重量指标和外观要求。

(2) 非常规检验项目。指非逐批检验的项目，如卫生指标中除细菌总数以外的其它项目。

(3) 适当处理。指不破坏销售包装，从整批化妆品中剔除个别不合格品的挑拣过程。

(4) 样本。指每批抽样量的全体。

(5) 单位产品。指单件化妆品，以瓶、支、袋、盒为计件单位。

2(检验分类

(1) 交收检验

产品出厂前由生产厂的检验部门按产品标准逐批进行检验，符合标准方可出厂，每批出厂产品都应附有合格证。

收货方可以交货批为批量，按标准规定进行检验。

交收检验项目为常规检验项目。

(2) 型式检验

一般情况下，每年不得少于一次。有下列情形之一时，也应进行型式检验。

- 1) 当原料、工艺、配方有重大改变，可能影响产品性能时。
- 2) 产品长期停产后(6 个月以上) 恢复生产时。
- 3) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

3

- 4) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

型式检验的项目包括常规检验项目和非常规检验项目。

3(抽样

工艺条件、品种、生产日期相同的产品为一批。收货方也可按一次交货产品为一批。

(1) 交收检验抽样

包装外观检验项目的抽样按 GB/T 2828.1-2003 的二次抽样方案抽样。其中不合格(缺陷) 分类分类检查水平(IL) 、合格质量水平(AQL)见表 8-1 规定。

表 8-1 检验水平

属破坏性试验的项目按 GB/T 2828.1-2003 二次抽样方案抽样，其中 IL,S,3 , AQL,4.0 。

包装外观检验项目的内容见表 8-2 规定。

表 8-2 外观检验项目

注意:？ 该项目为破坏性试验。

感官理化指标和卫生指标检验的抽样，按检验项目随机抽取相应的样本，作各项感官理化指标和卫生指标的检验。

质量(容量) 指标检验，随机抽取 10 份单位样本，按相应的产品标准试验方法，称取其平均值。

(2) 型式检验抽样

型式检验中的常规检验项目以交收检验结果为依据，不再重复抽样。

型式检验的非常规检验项目可从任一批产品中抽取 2~3 单位样品，按产品标准规定的方法检验。

4(判定规则

(1) 交收检验判定规则

当卫生指标不符合相应标准时，该批产品即判为不合格批，不得出厂。

当感官理化指标中任一项不符合相应的产品标准时，允许对该项目指标进行复验，由供需双方共同抽样，若仍不合格，则判该批产品为不合格批，不得出厂。

当质量(容量) 指标不符合相应的产品标准时，允许进行加倍复验，仍不合格时，该批产品判为不合格批。

(2) 型式检验判定规则

型式检验中常规检验项目的判定与交收检验判定规则相同。

型式检验中的非常规检验项目中有一项不符合产品标准规定时，即判整批产品为不合格。

(3) 仲裁检验

当供需双方对产品质量发生争议时，由双方共同按本标准进行抽样检验，或委托上级质监站进行仲裁检验。

5(转移规则

5

(1) 除非另有规定，在检查开始时应使用正常检查。

(2) 从正常检查到加严检查。当正常检查时，若在连续 5 批中有 2 批经初次检查(不包括再次提交检查批) 不合格，则从下一批转到加严检查。

(3) 从加严检查到正常检查。当进行加严检查时，若连续 5 批经初次检查(不包括再次提交检查批) 合格，则从下一批检查转入正常检查。

6(检查的停止和恢复

加严检查开始后, 若不合格批数(不包括再次提交检查批) 累计到 5 批, 则暂时停止产品交收检查。

暂停检查后, 若生产方确实采取了措施, 使提交检查批达到或超过标准要求, 则经主管部门同意后, 可恢复检查。一般从加严检查开始。

7(检查后处置

质量(容量) 不合格批和 B 类不合格批, 允许生产厂经适当处理后再次提交检查。再次提交按加严抽样方案进行检查。

C 类不合格批, 生产方经适当处理后再次提交检查, 按加严抽样方案进行检查或由供需双方协商处理。

8.1.2 化妆品稳定性试验法

1(耐热试验

耐热试验是膏霜、乳液和液状化妆品重要的稳定性试验项

6

目, 如发乳、唇膏、润肤乳液、护发素、染发乳液、洗发膏、浴液、洗面奶、发用摩丝、雪花膏、香脂等产品均需进行耐热试验。

因为各类化妆品的外观形态各不相同, 所以各类产品的耐热要求和试验操作方法略有不同。但试验的基本原理相近, 即: 先将电热恒温培养箱调节到 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$, 然后取两份样品, 将其中一份置于电热恒温培养箱内保持 24 h 后, 取出, 恢复室温后与另一份样品进行比较, 观察其是否有变稀、变色、分层及硬度变化等现象, 以判断产品的耐热性能。

2(耐寒试验

同耐热试验一样, 耐寒试验也是膏霜、乳液和液状等类产品的重要的稳定性试验项目。 同样, 因为各类化妆品的外观形态各不相同, 所以各类产品的耐寒要求

和试验操作方法略有不同。但试验的基本原理相近，即：先将电冰箱调节到 $(-5 \sim -15)^{\circ}\text{C}$ ，然后取两份样品，将其中一份置于电冰箱内保持 24 h 后，取出，恢复室温后与另一份样品进行比较，观察其是否有变稀、变色、分层及硬度变化等现象，以判断产品的耐寒性能。

3(离心试验

离心试验是检验乳液类化妆品货架寿命的试验，是加速分离试验的必要检验法，如洗面奶、润肤乳液、染发乳液等均需作离心试验。其方法是：将样品置于离心机中，以

7

$(2000 \sim 4000)\text{r/min}$ 的转速试验 30 min 后，观察产品的分离、分层状况。

4(色泽稳定性试验

色泽稳定性试验是检验有颜色化妆品色泽是否稳定的试验。由于各类化妆品的组成、性状等各不相同，所以其检验方法也各不相同。如发乳的色泽稳定性试验采用紫外线照射法，香水、花露水的色泽稳定性试验采用干燥箱加热法。

8.2 化妆品通用检验方法

8.2.1 pH 值的测定

人体皮肤的 pH 值一般都在 $4.5 \sim 6.5$ ，偏酸性，这是由于皮肤表面分有皮肤和汗液，其中含有乳酸、游离氨基酸、尿酸和脂肪酸等酸性物质。根据皮肤这一生理特点，制成的膏霜类和乳液类化妆品应有不同的 pH 值，以满足不同的需要。因此，pH 值是化妆品一项重要的性能指标。

称取试样一份(精确至 0.1 g)，分数次加入蒸馏水 10 份，并不断搅拌，加热至 40°C ，使其完全溶解，冷却至此 $(25 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 或室温，待用。

如为含油量较高的产品可加热至 $(70,80)^{\circ}\text{C}$ ，冷却后去掉油块待用；粉状产品可沉淀过滤后待用。

按照 pH计说明书的要求进行 pH值测定，具体测定原理和测定步骤见本书第 2 章 2.8 介绍。

8

8.2.2 粘度的测定

流体受外力作用流动时，在其分子间呈现的阻力称为粘度(或称粘性)。粘度是流体的一个重要的物理特性，是膏霜类和乳液类化妆品的重要质量指标之一。粘度一般用旋转式粘度计测定，具体测定原理和测定步骤见本书第 2 章 2.10 介绍。

8.2.3 浊度的测定

香水、头水类和化妆水类制品或由于静止陈化时间不够部分不溶解的沉淀物尚未析出完全，或由于香精中不溶物如浸胶和净油中的含蜡量度过高，都易使产品变混浊，混浊是这些化妆品的主要质量问题之一。浊度的测定主要用目测法。

1(基本原理

目测试样在水浴或其它冷冻剂中的清晰度。

2(试剂

冰块或冰水(或其它低于测定温度 5℃ 的适当冷冻剂)

3(测定步骤

在烧杯中放入冰块或冰水，或其他低于测定温度 5℃ 的适当冷冻剂。

取试样两份，分别倒入两支预先烘干的 $\varnothing 20 \times 130$ 玻璃试管中，样品高度为试管长度的 1/3。将其中一份用串联温度计的塞子塞紧试管口，使温度计的水银球位于样品中间部分。试管外部套上另一支 $\varnothing 30 \times 150$ 的试管，使装有样品

9

的试管位于套管的中间，注意不使两支试管的底部相接触。将试管置于加有冷冻剂的烧杯中冷却，使试样温度逐步下降，观察到达到规定温度时的试样是否清晰。观察时用另一份样品作对照。

重复测定一次，两次结果应一致。

4(结果的表示

在规定温度时，试样仍与原样的清晰程度相等，则该试样检验结果为清晰，不混浊。

5(注意事项

？ 本方法适用于香水、头水类和化妆水类制品的浊度测定。

？ 不同的样品规定的指标温度不同。例: 香水 5？、花露水 10？。

8.2.4 相对密度的测定

相对密度是指一定体积的物料质量与同体积水的质量之比。它是液状化妆品的一项重要性能指标。相对密度的测定方法常用密度计法，具体测定原理和测定步骤见本书第 2 章 2.1 介绍。

8.2.5 色泽稳定度的测定

色泽是化妆品的一项重要性能指标，色泽的稳定性则是化妆品的主要质量问题之一。色泽稳定度测定的方法主要是目测法。

10

1(基本原理

比较试样加热一定温度后颜色的变化。

2(测定步骤

取试样两份分别倾入两支 $\varphi 2 \times 13$ 的试管中，试样高度约为管长的 $2/3$ ，塞上软木塞，把其中一支放入预先调节到 $(48 \pm 1)^\circ$ 的恒温箱内，1 h 后打开塞子，然后又仍旧塞好，继续放入恒温箱内，经 24 h 取出和另一份试样进行比较，颜色应无变化。

3(结果表示

在规定温度时，试样仍维持原有色泽不变，则该试样检验结果为色泽稳定，不变色。

8.2.6 香水、花露水中香精的测定

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

11

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^{-2}) 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。

$w = \frac{m_1 - m_0}{m} \quad (8-1)$

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 % 。

12

8.3 化妆品产品质量检验

8.3.1 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

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 $(40 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ ，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

13

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_o 。

$$w_o = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad (8-2)$$

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_o ——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 cm² 的薄膜，在薄膜的不同部位，分别洒上少量油溶性染料(如 D&C 红 N0(18) 和水溶性染料(如 FD&C 蓝 N0(1)，用显微镜观察染料扩展情况。如果油溶性染料扩展，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

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±1)°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

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：

16

$$m_{\text{总}} = m_1 + m_2 + m_3 + \dots + m_{10}$$

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：

$$m_{\text{空}} = m/1 + m/2 + m/3 + \dots + m/10$$

(8-3)

则样品的平均质量(g) 为

$$m = (m_{\text{总}} - m_{\text{空}}) / 10 \quad (8-4)$$

检查 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 、 $V_3 \dots V_{10}$ 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倒出，洗净、阴干，用量筒分别加入 $V_1/10$ 、 $V_2/10$ 、 $V_3/10 \dots V_{10}/10$ mL 的蒸馏水，则得装满 10 瓶空样品瓶所需蒸馏水体积为：

$$V' = V_1/10 + V_2/10 + V_3/10 + \dots + V_{10}/10$$

(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。

8.3.2 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。

17

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

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

18

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 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$, 使罗氏泡沫仪在 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 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 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 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。

8.3.3 指甲油的质量分析

19

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

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磺酰芳基- 甲醛树脂等。

8.3.4 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

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时间停留后，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时间停留后，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。

氧化剂含量(%)

$$V \times 0.01701$$

100

22

m

(8-8)

式中:; ——高锰酸钾标准溶液的实际浓度，mol/L

, ——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[(1/5KMnO₄),0.1mol/L] 相对的以克(g)表示的双氧水的质量，单位为 g,mmol m——试样的质量，g。

8.3.5 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，补充头发的水分和油分，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℃，然后放入产品，3 min 内

23

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℃ 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。

$w, (m_1, m_2), (m_1, m_3)$ (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

24

$w, (m_1, m_2), (m_3, m_2) \text{ (8-10)}$

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。

8.3.6 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

1

(涂擦性能

将试样盒打开，置于(50±1)° 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

25

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

(30cm×30cm)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(简装粉盒除外)、粉块碎裂情况。当出现破损不大于 1 份时则为合格。

8.3.7 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

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 锥型瓶中，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 $\rho(NH_3)$ 按式 (8-11) 计算。

26

$$\rho(NH_3), (25 \times c_1, V \times c_2) \times 17.03 \times 10 / (1000 \times 10) \\ , (25 \times c_1, V \times c_2) \times 17.03 \\ (8-11)$$

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 c₂ ——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，置锥型瓶中，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(1/2I₂),0.1 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:

$$\rho = \frac{V \cdot c \cdot 109.2}{1000 \cdot V_0}$$

(8-12)

1000 V₀

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

V₀——测定所用试样体积， L

8.3.8 香水、花露水的质量分析

27

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

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。

8.3.9 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

28

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

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:

$w_{,1,0}$ (8-13)

29

式中; w_0 ——粉体质量, g

w_1 ——筛出物质量, g

8.3.10 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 8-14 特种洗手液的微生物指标

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

30

或 ATCC 25922), (2) 酵母菌: 白色念珠菌(ATCC 10231).

(3) 菌液制备: 取菌株第 3

代的营养琼脂培养基斜面新鲜培养物(18 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 $1 \times 10^{-9} \sim 10^9$ 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。

4

4

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

32

的浓度为: 用 100 μ L 滴于对照片上, 回收菌数为 $1 \times 10^{-9} \sim 10^9$ 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样片上滴加 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 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ 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

:

(8-14)

式中:X3— 杀菌率, %;

A— 对照样品平均菌落数; B — 被试样品平均菌落数。

4

4

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

33

数为 1×10^4 - 9×10^8 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 $^{\circ}$ 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 ± 2℃ 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

:

(8-15)

式中:X4—抑菌率，%;

A—对照样品平均菌落数;B —被试样品平均菌落数。

4

4

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×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

34

70 mL PBS 和 5 mL 菌悬液，使菌悬液在 PBS 中的浓度为 $1 \times 10^{-9} - 9 \times 10^{-9}$ 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

:

(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。

4

4

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

35

进行抑菌或杀菌性能测试。(2) 加速试验: 将原包装样品置 54 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C 恒温箱内 14 天或 37-40 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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。

8.3.11 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。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/585130230342011120>