



实用分析测试技术丛书

SHIYONG FENXI CESHI JISHU CONGSU

化妆品与洗涤剂产品的

分析检测

● 主编 屈小英 谢音 陈一先



科学技术文献出版社

《实用分析测试技术丛书》

号 081 字 登 录 (京)

化妆品与洗涤剂产品的分析检测

主 编 屈小英 谢 音 陈一先

科学技术文献出版社

Scientific and Technical Documents Publishing House

北 京

图书在版编目(CIP)数据

化妆品与洗涤剂产品的分析检测/屈小英,谢音,陈一先主编.-北京:科学技术文献出版社,2009.3

(实用分析测试技术丛书)

ISBN 978-7-5023-6281-2

I. 化… II. ①屈… ②谢… ③陈… III. ①化妆品-检验 ②洗涤剂-检验
IV. TQ658 TQ649.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 004543 号

出 版 者 科学技术文献出版社
地 址 北京市复兴路 15 号(中央电视台西侧)/100038
图书编务部电话 (010)51501739
图书发行部电话 (010)51501720,(010)51501722(传真)
邮 购 部 电 话 (010)51501729
网 址 <http://www.stdph.com>
E-mail:stdph@istic.ac.cn
策 划 编 辑 孙江莉
责 任 编 辑 孙江莉
责 任 校 对 唐 炜
责 任 出 版 王杰馨
发 行 者 科学技术文献出版社发行 全国各地新华书店经销
印 刷 者 富华印刷包装有限公司
版 (印) 次 2009 年 3 月第 1 版第 1 次印刷
开 本 787×1092 16 开
字 数 334 千
印 张 15
印 数 1~4000 册
定 价 29.00 元

© 版权所有 违法必究

购买本社图书,凡字迹不清、缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责调换。

总 序

《实用分析测试技术丛书》是我国第一套以现代实用分析化学与技术为主题的著作,丛书内容几乎涉及到实用分析技术的各个方面,并具有浓郁的时代气息。近三十多年来,分析化学及分析测试技术发展非常迅速,信息量非常大。本书作者们花费大量精力和时间,广泛地收集和整理了国内外的大量文献资料,对现代分析技术及检测方法作了较全面的整理和系统归类。

本丛书主题清晰,内容面广,分析技术先进,方法新颖,实用性强。同时,丛书对实用分析技术所涉及的物理、化学、仪器分析方法和测试技术作了恰到好处的介绍,并注重理论与实践的结合,力求操作规程和实验手续易于实施,这不仅丰富了不同层次专业技术人员的理论学习,而且极大地方便了广大的分析工作者和实际应用部门。无疑,本丛书对促进我国分析测试技术的创新以及国民经济的发展是十分有益的。

武汉大学化学与分子科学学院
分析科学研究中心

胡胜水

前 言

随着科技的发展和社会的进步,化妆品与洗涤剂已成为人们生活的必需品。并且随着化妆品和洗涤剂工业的发展,特别是随着人民生活水准的提高,不仅化妆品的需求量与日俱增,而且对化妆品和洗涤剂的质量、作用 and 安全性等方面的要求也愈来愈高。为了防止化妆品和洗涤剂对人体健康产生危害,确保使用安全,世界各国都非常重视对化妆品和洗涤剂质量的检测和管理。目前,许多国家都把化妆品、食品和药品列为同类需要特别管理的产品,我国也于1987年颁布了国家标准,对化妆品和洗涤剂的卫生 and 安全性作了规定。

为了更好地了解化妆品与洗涤剂的质量情况和检验技术,我们在参阅多种书籍和标准的基础上编写了此书。

本书主要论述化妆品和洗涤剂的组成、分类及化妆品和洗涤剂的理化性能、卫生指标、安全评价和产品的检验方法和操作步骤等内容。可供化工和轻工企业的分析检验人员、技术管理及生产等领域的工作人员参考使用,对需要了解化妆品与合成洗涤剂的质量及检验技术的广大消费者,尤其是对经常使用化妆品的女士,也具有一定的阅读价值。

在本书的编写过程中,参考了较多的专业书籍和文献资料,均列于书后,在此谨向参考文献中的多位作者表示衷心的感谢。

由于作者水平和经验有限,书中难免有不妥之处,恳请读者和专家批评指正。

编者

目 录

第 1 章 绪论	(1)
1.1 化妆品与洗涤产品分析检验的任务	(1)
1.2 化妆品与洗涤剂分类	(1)
1.2.1 化妆品的分类	(1)
1.2.2 洗涤产品分类	(2)
1.3 化妆品与洗涤剂分析检验技术内容简介	(2)
1.3.1 感官指标检验	(2)
1.3.2 理化指标检验	(2)
1.3.3 卫生指标检验	(3)
1.3.4 化妆品安全评价	(3)
第 2 章 化妆品常规检验	(4)
2.1 感官检验	(4)
2.1.1 色泽	(4)
2.1.2 香型	(4)
2.1.3 外观	(4)
2.2 化妆品理化指标检验	(5)
2.2.1 化妆品 pH 值检验	(5)
2.2.2 化妆品浊度检验	(6)
2.2.3 化妆品相对密度检验	(6)
2.2.4 化妆品稳定性检测	(8)
2.3 化妆品的微生物检验	(8)
2.3.1 样品的采集与制备	(8)
2.3.2 细菌总数的测定	(10)
2.3.3 粪大肠菌群的检验	(12)
2.3.4 绿脓杆菌的测定	(14)
2.3.5 金黄色葡萄球菌的测定	(16)

2.4	化妆品中有害物质检验	(18)
2.4.1	汞含量测定	(18)
2.4.2	砷的测定	(20)
2.4.3	铅的测定	(24)
2.4.4	甲醇的测定	(31)
2.5	化妆品安全评价	(32)
2.5.1	皮肤刺激试验	(33)
2.5.2	眼刺激性试验	(34)
2.5.3	皮肤变态反应试验(皮肤过敏性试验)	(35)
2.5.4	皮肤光毒和光变态反应试验(皮肤光敏性试验)	(36)
2.5.5	人体激发斑贴试验和试用试验	(38)
2.6	化妆品中防腐剂的检测	(39)
2.6.1	硫柳汞和苯基汞——薄层色谱法	(39)
2.6.2	3,4,4'-三氯二苯脲	(41)
2.6.3	卤代酚	(43)
2.6.4	异丙基甲酚——HPLC法	(49)
2.6.5	丙酸和硼酸——薄层色谱法	(51)
2.6.6	吡啶硫酮锌	(52)
2.6.7	苯甲酸、水杨酸、山梨酸、脱氢醋酸及对羟基苯甲酸酯——HPLC法	(55)
2.6.8	2-苯氧基乙醇等22种防腐剂——高效液相色谱法检测	(58)
第3章	化妆品产品检验	(62)
3.1	皮肤用化妆品	(62)
3.1.1	洗面奶(膏)	(62)
3.1.2	润肤膏霜	(64)
3.1.3	润肤乳液	(66)
3.1.4	香水、花露水	(68)
3.1.5	香粉、爽身粉、痱子粉	(70)
3.1.6	化妆粉块	(72)
3.1.7	化妆水	(73)
3.2	唇膏、指甲油	(75)
3.2.1	唇膏	(75)
3.2.2	指甲油	(76)
3.3	毛发用品	(78)
3.3.1	洗发膏	(78)
3.3.2	洗发液	(79)
3.3.3	护发素	(82)

3.3.4	发油	(84)
3.3.5	发乳	(86)
3.3.6	发用摩丝	(88)
3.3.7	定型发胶	(90)
3.3.8	染发剂	(91)
3.3.9	冷烫液	(94)
3.4	芦荟制品	(98)
3.4.1	芦荟制品的定义	(99)
3.4.2	芦荟制品的分类	(99)
3.4.3	化妆品芦荟产品的感官指标、理化指标	(99)
3.4.4	化妆品芦荟产品的感官指标、理化指标的检验	(104)
3.5	防晒化妆品的功效评价	(111)
3.5.1	SPF 值人体测定法	(111)
3.5.2	吸光度法	(115)
3.5.3	SPF 仪器测定法	(116)
第4章	合成洗涤剂的检验	(118)
4.1	合成洗涤剂的常规检验	(118)
4.1.1	洗衣粉中水分及挥发物含量的测定——烘箱法	(118)
4.1.2	洗衣粉中活性氧含量的测定——滴定法	(118)
4.1.3	粉状合成洗涤剂颗粒度的测定	(120)
4.1.4	合成洗涤剂中总五氧化二磷含量的测定——柠檬酸喹啉重量法	(121)
4.1.5	合成洗涤剂发泡力的测定——Ross-Miles 法	(122)
4.1.6	合成洗涤剂中总活性物含量的测定	(124)
4.1.7	手洗及餐具用合成洗涤剂中总活性物含量的测定	(126)
4.1.8	合成洗涤剂用 4A 沸石的分析	(127)
4.1.9	合成洗涤剂中酶活力的测定	(130)
4.1.10	表面活性剂和洗涤剂——阴离子活性物的测定——直接两相滴定法	(135)
4.1.11	非离子表面活性剂——聚乙二醇含量和非离子活性物(加成物)含量的测定——Weilbull 法	(139)
4.1.12	合成洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定——离子交换柱色谱法	(142)
4.1.13	合成洗涤剂去污力的测定	(145)
4.1.14	合成洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定——离子交换法	(147)
4.1.15	合成洗涤剂表观密度的测定	(149)
4.2	合成洗涤剂产品检验	(151)
4.2.1	低磷无磷洗衣粉的检验	(151)
4.2.2	通用水基金属净洗剂	(154)

4.2.3	洗衣膏	(160)
4.2.4	洗衣粉	(162)
4.2.5	洗手液	(166)
4.2.6	沐浴剂	(177)
4.2.7	衣料用液体洗涤剂	(179)
4.2.8	餐具用洗涤剂	(179)
第5章	肥皂的检验	(193)
5.1	肥皂的质量标准	(193)
5.1.1	香皂的质量标准	(193)
5.1.2	洗衣皂的质量标准	(196)
5.2	肥皂的理化指标检验	(198)
5.2.1	肥皂中游离苛性碱含量的测定	(198)
5.2.2	肥皂中总游离碱含量的测定	(199)
5.2.3	肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定	(200)
5.2.4	肥皂中水分和挥发物含量的测定	(205)
5.2.5	肥皂中乙醇不溶物含量的测定	(206)
5.2.6	肥皂中氯化物含量的测定	(207)
5.2.7	肥皂中不皂化物和未皂化物含量的测定	(209)
5.2.8	肥皂中磷酸盐含量的测定	(210)
5.2.9	发泡力的测定	(211)
附录1	化妆品产品包装外观要求	(212)
附录2	洗涤剂样品分样法	(215)
附录3	化妆品组分中限用防腐剂	(218)
	参考文献	(226)

第 1 章 绪 论

1.1 化妆品与洗涤产品分析检验的任务

随着科学技术的发展和社会的进步,人民的生活水平有了极大提高,消费观念也发生了新的变化,化妆品与洗涤剂已经成为人们生活的必需品。

化妆品是清洁和美化人体皮肤、面部、毛发等部位的日常用品。它能修饰容貌,遮盖某些缺陷,美化面容;可以培养人们讲究卫生的习惯,有益于人们的身体健康。

洗涤用品是指洗涤物体时,能改变水的表面活性、提高去污效果的一类物质。

化妆品与洗涤剂是与人的皮肤、眼睛、口唇等部位直接接触的物质,人们对其的要求不仅是有效性,而且强调其安全性。而产品的有效性和安全性,即产品的质量要通过分析检验提供的数据与信息来确定。所以化妆品与洗涤剂分析检验的任务是利用化学分析、仪器分析、生化分析、物性测试等手段来确定化妆品与洗涤剂的化学成分与含量、去污力、安全性、卫生指标、理化指标等是否符合国家规定的质量标准。

1.2 化妆品与洗涤剂的分类

1.2.1 化妆品的分类

化妆品的分类方法很多,按化妆品功能分类可分为几种:

(1) 清洁类

用于皮肤的有洗面奶、卸妆水(乳)、清洁霜(蜜)、面膜、磨砂膏、去死皮膏、浴液等。

用于毛发的有洗发液、洗发膏、剃须膏等。

用于指甲的有洗甲水等。

用于口唇的有唇部卸妆液等。

(2) 护理类

用于皮肤的有护肤霜(膏)、化妆水(露)、营养霜、防晒霜、按摩油等。

用于毛发的有护发素、发乳、发油、发蜡、摩丝等。

用于指甲的有护甲水、指甲硬化剂等。

用于口唇的有润唇膏等。

(3) 美容修饰类

用于皮肤的有粉底、胭脂、隔离霜、遮盖霜、眼影膏、眉笔、香水等。

用于毛发的有定型摩丝、发胶、染发剂、烫发剂、睫毛膏、生发剂、脱毛剂等。

用于指甲的有指甲油等。

1.2.2 洗涤产品的分类

所谓洗涤产品是指以去污为目的而设计配制的产品。

严格地说,洗涤产品可分为皂类洗涤剂和合成洗涤剂两大类。皂类洗涤剂(肥皂)是指至少有8个碳原子的脂肪酸或混合的碱性盐类(无机的或有机的)的总称。根据其用途可分为家用和工业用两类,家用皂又分为洗衣皂、香皂、特种皂等。

合成洗涤剂的主要原料是通过化学合成而得到的,人们为了区别于天然洗涤剂,把由人工合成的洗涤用品统称为合成洗涤剂。合成洗涤剂由活性成分和辅助成分构成。活性成分(表面活性剂)是合成洗涤剂在洗涤过程中去除污垢的主要成分。作为辅助成分的有助剂、抗沉淀剂、荧光增白剂、酶、填充剂等。各种辅助成分在洗涤过程中辅助和提高活性成分的去污作用,改良洗涤剂的某些性质,使产品能得到满意的使用效果。合成洗涤剂可以分为洗衣粉、洗衣膏和液体洗涤剂等。合成洗涤剂由于性能优越、使用方便,其发展速度很快,已成为洗涤用品中的主要产品,在数量上和品种上都远远超过了肥皂。合成洗涤剂按用途分类可分为家庭日用和工业用两大类。家庭日用又分为服装用、厨房用、硬表面(木制家具、玻璃制品、塑料制品、瓷砖、地板等)用和洗发沐浴用等。

1.3 化妆品与洗涤剂分析检验技术内容简介

由于化妆品与洗涤剂的种类繁多、组成复杂,测定的方法多种多样,所以化妆品与洗涤剂分析检验的内容很多,一般主要有下面几方面的内容。

1.3.1 感官指标检验

化妆品与洗涤剂的感官指标是指其外观、形态、色泽、气味、香型浊度、颗粒度等情况,这些都是产品的重要指标,与产品的质量有内在关系,消费者常以感官指标来评价产品质量的优劣。国家标准对化妆品和洗涤剂都制定了相应的感官指标和检验方法。

1.3.2 理化指标检验

理化指标是指产品在生产制作时的物理、化学指标。理化指标是各种产品的基本检验项目,产品是否合格,主要看是否符合国家标准规定的各项理化指标。化妆品的理化指标通常有pH值、黏度、相对密度及稳定性;合成洗涤剂的理化指标有活性物含量、磷酸盐含量、发泡力、去污力等;肥皂的理化指标有脂肪物含量、干皂含量、氯化物含量、游离碱含量等。这些指标直接影响产品的质量,是化妆品和洗涤剂的主要检验内容。

1.3.3 卫生指标检验

卫生指标通常指对有害物质的检测及对微生物的检测。化妆品中有害物质的检测通常是指对汞、砷、铅及有机甲醇的检验；而微生物则是对菌群种类及其数量的检测。

微生物是化妆品在生产、贮存和使用过程中受污染所致。这些微生物不仅影响化妆品的外观物理指标，更会有损产品的内在质量，使人体健康受到危害。所以化妆品的微生物污染是影响我国化妆品产品质量和安全性的一个重要因素。随着科学技术和社会经济的发展，消费者的产品安全意识增强，化妆品防腐问题越来越受到重视，因此对化妆品进行微生物检验是不可缺少的。

我国颁布的化妆品卫生标准，公布了一系列微生物检验标准方法，包括化妆品微生物标准检验方法——总则、细菌总数测定、粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄葡萄球菌五项标准。这些标准的实施，使我国化妆品的微生物污染状况有了明显改善。

化妆品中有害物质的检测通常是指对汞、砷、铅及有机甲醇的检测。国家标准《化妆品卫生标准》对化妆品中有害物质作了严格的限量规定。有害物质超过规定限量指标的化妆品被视为违规产品，一律禁止在市场销售。任何一种有害物质的检测都有一定的限量，如微量汞不得超过 $1 \mu\text{g/g}$ ，铅限量在 $40 \mu\text{g/g}$ 等等。

1.3.4 化妆品安全评价

化妆品是天天使用，甚至连续数年乃至十几年使用的化学用品，其安全性尤为重要，不允许有影响健康的任何副作用。评价化妆品安全性的方法涉及卫生学、毒理学和物理学等学科领域，而人体接触化妆品的主要部位是皮肤，由于化妆品的性能或使用者的身体素质等原因，皮肤有时也会发生化妆品中毒的现象。

为了保证化妆品的安全性，防止化妆品对人体产生近期和可能潜在的危害，各国都制定了化妆品的相关法规。我国也制定了国家标准——《化妆品安全性评价程序和方法》GB 7919—1987，标准中规定了化妆品的安全性评价程序。

安全性评价是通过对化妆品进行毒性检测、刺激性检测、过敏性检测及致病突变检测等项目来实施的。

毒性检测分急性毒性试验、亚急性毒性试验、慢性毒性实验及光毒性实验等等。毒性测试可运用微生物、培养细胞、动物实验以及以人体作为研究对象。化妆品毒性试验通常选择皮肤黏膜局部作用的方法，以判断化妆品的质量是否达标。

化妆品的刺激性一般表现在皮肤表面及人体眼睛部位，为保证化妆品使用的舒适与安全，化妆品的刺激性测试是非常重要的检测项目。刺激性测试分皮肤刺激性测试和眼部刺激性测试。

化妆品对人体可能会产生过敏性反应，过敏性反应属于一种迟发性变态反应，涉及人体的免疫系统。所以化妆品的过敏性测试也是安全性试验的重要指标。

致病突变检测是通过致病突变实验来进行的。病理突变是指因长期使用毒性化妆品，致使孕妇胎儿畸形，人体器官结构受损，基因、染色体畸变等严重毒副现象。致使突变的实验方法通常有鼠伤寒沙门氏菌回复突变试验，这是一种基因突变体外型试验，此方法可预测化妆品是否存在致突变因素，是一种较好的预警试验方法。

第2章 化妆品常规检验

化妆品的常规检验是评估卫生和安全的重要指标,其内容包括感官检验、理化指标、卫生指标、安全性及功效性等。

2.1 感官检验

感官检验是指通过眼、鼻、耳的辨别力对产品进行的质量检验。这种检验方法比较简单迅速、不需检验仪器和试剂,有时用照片和标准板作比较。但只有在对产品的生产过程和质量要求比较了解后,才能准确而迅速地鉴别出来。由于此项检验主观性较强,应选择有一定生产知识和经验、责任心强的人员承担感官质量检验工作。化妆品的感官指标检验有下面几方面内容。

2.1.1 色泽

多数化妆品都对色泽有一定要求,要求能符合规定的色泽。检验时用目视在室内无阳光直射处进行观察,色泽应符合规定色泽。色泽变深或间隔有深色斑点,是质变的标志。颜色变化一般是由霉菌和细菌引起的。霉菌的孢子一般都带有色素,有些细菌菌落和酵母也呈现颜色。

2.1.2 香型

每一种化妆品都有其规定香型,香味是配制时添加的香精所致。检验时要用嗅觉鉴定,香气应纯正,无异味,符合规定的香型。

2.1.3 外观

化妆品有很多种类,如有膏类、霜类、乳液类、粉类、水类和香波类化妆品。不同种类的化妆品对外观的要求不同,如膏状化妆品应膏体细腻,均匀无杂质、无粗颗粒;乳剂化妆品要求均匀、无杂质沉淀,或无杂质微有沉淀,无乳粒过粗或油水分层现象;水剂化妆品要求清晰透明,无杂质或微有沉淀;粉状化妆品要求颗粒细小、均匀,滑爽、不结块等。检验时在非阳光直射下目测检验,外观应符合指标要求,各类化妆品都不应有出水、变色、变味、霉变、发胀和刺激皮肤的现象。

2.2 化妆品理化指标检验

化妆品的使用对象是人体的表面皮肤及其衍生的附属器官(毛发、指甲等),人体的皮肤有其特殊的生理特点,能否适应和接受化妆品的使用与化妆品的物理化学性质有直接联系,如化妆品的 pH 值、浊度、相对密度和稳定性。这些性质的检验即为化妆品的理化指标检验。

2.2.1 化妆品 pH 值检验

正常皮肤表面呈弱酸性,其 pH 值约为 5.0~6.5,皮肤表面的弱酸环境主要由皮肤的代谢产物如乳酸、氨基酸、游离脂肪酸等酸性物质造成的。为使皮肤表面的皮脂膜不受伤害,通常应有效控制化妆品的 pH 值,常用的皮肤用化妆品的 pH 应控制在微酸性(<7)。

头发用化妆品的 pH 值跨度相对较大。一般的洗发、护发或烫发产品,其 pH 值可控制在 4.0~9.5;若为染发产品,则其染剂的 pH 值可能在 8.0~11.0,而氧化剂的 pH 值可能在 2.0~5.0。表 2-1 列出了一些化妆品 pH 值的质量指标。

表 2-1 化妆品的 pH 值指标范围

化妆品	pH 值指标范围
洗发液	4.0~8.0
护发素	2.5~7.0
洗发膏	≤9.8
雪花膏	4.0~8.5
香脂	5.0~8.5
香粉、爽身粉、痱子粉	4.5~9.5
粉饼	6.0~9.0
唇膏	≤7
染发剂	染剂 8.0~11.0 氧化剂 2.0~5.0

pH 值的测试方法有:pH 试纸法、比色法和电位法,最常用的是电位法,其准确度很高,它是通过测量浸入化妆品中的玻璃电极和参考电极之间的电位差来测定化妆品的 pH 值。国标就是采用电位法进行 pH 值测定。其测定方法如下:

1. 试剂

- ①实验室用水:三级水,其中电导率小于等于 $14 \mu\text{S}/\text{cm}$,用前煮沸冷却。
- ②从常用的缓冲溶液中选取两种用来校准 pH 计,它们的 pH 值应尽可能接近试样预期的 pH 值。缓冲溶液要用上述三级水配制。

2. 仪器

- ①pH 计:包括温度补偿系统,精度 0.002 以上。
- ②玻璃电极、甘汞电极或复合电极。

3. 分析步骤

(1) 试样的制备

①稀释法:准确称取样品1份,加入经过煮沸冷却后的实验室用水10份,加热至40℃,并不断搅拌至均匀,冷却至规定温度,待用。

如为含油量较高的产品,可加热至70~80℃,冷却后去除油块待用;粉状产品可沉淀过滤后待用。

②直测法(不适用于粉类、油膏类化妆品及油包水型乳化体):将适量包装容器中的样品放入烧杯中待用,或将小包装去盖后直接将电极插入其中。

(2) 校正

按照仪器的使用说明校正pH计。选择两个标准缓冲溶液,在规定的温度下进行校正,或在温度补偿系统下进行校正。

(3) 测定

电极、洗涤用水和标准缓冲溶液的温度须调至规定的温度,彼此间温度越接近越好,或同时调节至室温校正。

仪器校正后,先用规定的水清洗电极,然后用滤纸吸干。将电极小心插入试样中,使电极浸没,待pH值读数稳定后,记录读数,读毕,须彻底清洗电极。

(4) 分析结果

pH值的结果以多次(最少三次)测量的平均值表示。

2.2.2 化妆品浊度检验

1. 仪器

①温度计(分度值 ± 0.2 ℃)。

②玻璃试管($\phi 2$ cm \times 13 cm; $\phi 3$ cm \times 15 cm)。也可使用磨口凝固点测定管。

2. 检验步骤

在烧杯中放入冰块或冰水,或者其他的低于测定温度5℃的适当的冷冻剂。

取试样一份,倒入预先烘干的 $\phi 2$ cm \times 13 cm玻璃试管中,样品高度为试管长度的1/3。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 $\phi 3$ cm \times 15 cm的试管,使装有样品的试管位于套管的中间,注意不要使两支试管的底部相接触。将试管置于加了冷冻剂的烧杯中冷却,使试样温度逐步下降,观察到达规定温度时的试样是否清晰。

重复测定一次,观察两次结果是否一致。

3. 结果判定

在规定温度时,试样仍与原样的清晰程度相等,则该试样通过在规定温度下的浊度检验。检验结果为清晰,不浑浊,两次结果应一致。

2.2.3 化妆品相对密度检验

物质在温度 t_2 时一定体积的密度与同体积的蒸馏水在温度 t_1 时的密度之比,记为 $D_1^{t_2}$,称

为该物质的相对密度。相对密度没有单位。

实际上物质的相对密度就是指物质和蒸馏水分别在温度 t_2 和 t_1 时,等体积质量之比。因此有:

$$D_{t_1}^{t_2} = \frac{m_{t_2}}{m_{t_1}}$$

这里 m_{t_2} 是一定体积的物质在温度 t_2 时的质量,而 m_{t_1} 是等体积的蒸馏水在温度 t_1 时的质量。实际上物质的相对密度通常采用的常为: D_{20}^{20} , D_4^{20} 及 D_{15}^{15} 等。国际标准相对密度是指 D_{20}^{20} , 即物质的温度和等体积蒸馏水的温度都为 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

液态化妆品的相对密度的检验方法如下:

1. 仪器

密度瓶、恒温水浴、密度计、温度计、量筒。

2. 测定步骤

化妆品相对密度的测定有两种方法,密度瓶法和密度计法。

(1) 密度瓶法

①水的测定:依次用铬酸洗液、蒸馏水、乙醇、乙醚仔细洗净密度瓶,干燥至恒重,准确称量空密度瓶质量。用刚经过煮沸而冷却至比规定温度(t_1)低约 $2\text{ }^\circ\text{C}$ 的蒸馏水装满密度瓶,插入温度计,然后将密度瓶置于规定温度的恒温水浴中,保持 20 min ,用滤纸擦去毛细管溢出的水,盖上小帽,并擦干密度瓶外部的水,准确称量其质量。按下式计算水的质量:

$$m = m_1 - m_0$$

式中: m ——水在规定温度 t_1 时的质量, g;

m_1 ——水和密度瓶质量之和, g;

m_0 ——空密度瓶质量, g。

②试样的测定:将试样小心地加到洁净干燥的密度瓶中,插入温度计,然后将密度瓶置于规定温度(t_2)的恒温水浴中,保持 20 min ,用滤纸擦去毛细管溢出的水,盖上小帽,并擦干密度瓶外部的水,准确称量其质量。按下式计算试样的质量:

$$m' = m_2 - m_0$$

式中: m' ——试样在规定温度 t_2 时的质量, g;

m_2 ——水和密度瓶质量之和, g;

m_0 ——空密度瓶质量, g。

③相对密度的计算:试样的相对密度按下式计算:

$$D_{t_1}^{t_2} = \frac{m'}{m}$$

如试样和蒸馏水的规定温度均 $20\text{ }^\circ\text{C}$, 则 $D_{t_1}^{t_2}$ 即为 D_{20}^{20} 。

若要将 D_{20}^{20} 换算成 D_4^{20} , 换算公式为 $D_4^{20} = D_{20}^{20} \times 0.99823$

以两次测定结果的平均值作为最后结果。

(2) 密度计法

密度计是一根两头都封闭的玻璃管,它的末端是一个玻璃球,球内灌满了铅砂。当测比水

密度小的液体时,下部玻璃球装少量水银、多量铅;测比水密度大的液体时,下部玻璃球装多量水银、少量铅。圆球上面的玻璃管上有表示液体相对密度或浓度的刻度。

①水的测定:将蒸馏水置于洁净干燥的量筒中,再将量筒置于规定温度(t_1)的恒温水浴中,保持 20 min,待蒸馏水达到规定温度后,将依次用乙醇、乙醚擦干净后的密度计慢慢放入水中。密度计要立在中央,不可与筒壁接触。密度计上若无温度计,需另悬挂温度计于水中,温度计不可触及密度计。当温度稳定后,以目平视,读取密度计刻度杆与水面相切的刻度(按弯月面的上边缘从上到下读出刻度),即水在 t_1 °C 时的密度 ρ_1 。

②试样的测定:将样品加入到洁净干燥的量筒中,恒温(t_2),按上述方法测定试样在 t_2 °C 时的密度 ρ_2 。(注意:浮于液面上的刻度杆上不得粘有化妆品)

③相对密度的计算

$$D_{t_1}^{t_2} = \frac{\rho_2}{\rho_1}$$

以两次测定结果的平均值作为最后结果。

2.2.4 化妆品稳定性检测

耐寒、耐热性是膏霜、乳液和液状化妆品基本且十分重要的稳定性指标。各类化妆品的剂型不同,其稳定性试验的操作也不同,一般是将化妆品放置在高温电热恒温箱或低温的冰箱中,保持一段时间后,观察其是否有分层、浮油现象和色泽有无变化。

一般化妆品稳定性评价的实验条件为:

①在 40 °C 下存放 1 个月、3 个月、6 个月,分别观察其稳定性;

②在 -5 °C 及 40 °C 下循环存放 3 次,分别每次存放 24 h,即在 -5 °C 存放 24 h 后,在室温下存放 24 h,再放入 40 °C 恒温箱中存放 24 h,依次循环 3 次,观察其稳定性;

③在 -5 °C 下存放一周,观察其稳定性;

④在 300 r/min 下离心 1 h(乳液),3000 r/min 下离心 30 min、10000 r/min 下离心 10 min,观察其稳定性。

2.3 化妆品的微生物检验

我国颁布的化妆品卫生标准,是我国化妆品的卫生法规,公布了一系列微生物检验标准方法,包括化妆品微生物标准检验方法——总则、细菌总数测定、粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌五项标准。

2.3.1 样品的采集与制备

在国标中对样品的采集与制备进行了规范。

1. 样品的采集

(1)所采集的样品,应具有代表性,一般视每批化妆品数量大小随机抽取相应数量的包装单位。检验时,应分别从两个包装单位以上的样品中共取 10 g 或 10 mL。包装量小的样品,