



中华人民共和国国家标准

GB/T 29666—2013

化妆品用防腐剂 甲基氯异噻唑啉酮 和甲基异噻唑啉酮与氯化镁及硝酸镁 的混合物

Cosmetic preservatives—Mixture of methylchloroisothiazolinone and
methylisothiazolinone with magnesium chloride and magnesium nitrate

2013-09-06 发布

2014-02-15 实施

中华人民共和国国家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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香精香料化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准主要起草单位：上海轻工业研究所有限公司、上海市日用化学工业研究所、北京桑普生物化学技术有限公司、上海家化联合股份有限公司、北京宝洁技术有限公司、完美(中国)有限公司。

本标准参与起草单位：广东省日化商会、上海日用化学品行业协会。

本标准主要起草人：胡梅、陈逸君、沈敏、李静、施文娟、王寒洲、贺锐、黄瑞娟、裘瑛、武晓剑、康薇。

化妆品用防腐剂 甲基氯异噻唑啉酮 和甲基异噻唑啉酮与氯化镁及硝酸镁 的混合物

1 范围

本标准规定了化妆品用防腐剂甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮与氯化镁及硝酸镁的混合物的要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输和贮存、保质期。

本标准适用于以甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮作为活性物,以硝酸镁及反应生成的少量氯化镁作为稳定剂的化妆品用防腐剂。该防腐剂以 N,N'-二甲基二硫代二丙酰胺为主要原料,经氯化环化制得。

2 规范性引用文件

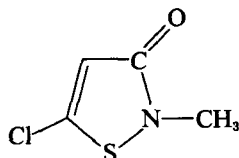
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 13531.1 化妆品通用检验方法 pH值的测定
- GB/T 13531.4 化妆品通用检验方法 相对密度的测定
- 化妆品卫生规范(2007年版)

3 化学组分

该产品中包含的化学组分如下:

- a) 甲基氯异噻唑啉酮(简称 MCI)
化学名称:5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮
化学结构式:

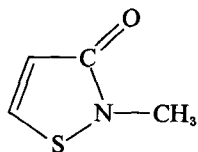


分子式: C_4H_4ClNOS 相对分子质量: 149.59(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS 号: 26172-55-4

- b) 甲基异噻唑啉酮(简称 MI)
化学名称: 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮

化学结构式:



分子式: C_4H_5NOS

相对分子质量: 115.15(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS 号: 2682-20-4

c) 硝酸镁

分子式: $Mg(NO_3)_2$

相对分子质量: 148.31(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS 号: 10377-60-3

d) 氯化镁

分子式: $MgCl_2$

相对分子质量: 95.21(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS 号: 7786-30-3

e) 水

分子式: H_2O

相对分子质量: 18.02(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS 号: 7732-18-5

4 要求

4.1 性状

本品为无色至浅黄色澄清透明液体,具有轻微的特征性气味。

4.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项目	指标
色度(Hazen)	≤ 100
pH	1.5~5.0
相对密度(20 ℃)	1.17~1.21
活性物总含量/%	1.35~1.65
活性物组成比例 MCI : MI	2.6 : 1~3.4 : 1
汞/(mg/kg)	≤ 1
砷/(mg/kg)	≤ 2
铅/(mg/kg)	≤ 10

5 试验方法

5.1 总则

除非另有规定,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

5.2 色度的测定

按 GB/T 605 的规定测定。

5.3 pH 值的测定

按 GB/T 13531.1 的直测法测定。

5.4 相对密度的测定

按 GB/T 13531.4 的密度瓶法测定。

5.5 活性物总含量的测定

5.5.1 方法提要

利用 5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮和 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮两种物质在高效液相色谱固定相上吸附和解吸速度的差异对其进行分离,经紫外检测器检测,计算其总含量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 甲醇(色谱纯)。

5.5.2.2 水(GB/T 6682 一级水)。

5.5.2.3 甲基氯异噻唑啉酮对照品,纯度不小于 98%。

5.5.2.4 甲基异噻唑啉酮对照品,纯度不小于 98%。

5.5.3 仪器和设备

实验室常规仪器和配有紫外检测器的高效液相色谱仪。

5.5.4 色谱条件

色谱柱:C18 柱,250 mm×4.6 mm;

流动相:甲醇:水=55:45(体积比);

流速:0.8 mL/min;

检测波长:275 nm;

进样量:10 μL;

柱温:室温。

5.5.5 分析步骤

5.5.5.1 标准工作溶液的制备

标准工作溶液的制备如下:

- a) MCI 标准贮备液:称取 MCI 标准样品约 0.1 g(精确至 0.000 2 g),加适量的甲醇溶解,溶液定量转移至 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。临用前配制。
- b) MI 标准贮备液:称取 MI 标准样品约 0.1 g(精确至 0.000 2 g),加适量的甲醇溶解,溶液定量转移至 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。临用前配制。
- c) 标准工作溶液:取 5 个 100 mL 容量瓶,每个容量瓶中分别加入 MCI 标准贮备液 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL,以及 MI 标准贮备液 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL,用流动相稀释至刻度,摇匀备用。稀释后各点 MCI 和 MI 标准样品质量的数值分别为 m_{MCI1} 和 m_{MI1} , m_{MCI2} 和 m_{MI2} , m_{MCI3} 和 m_{MI3} , m_{MCI4} 和 m_{MI4} , m_{MCI5} 和 m_{MI5} , 单位: g。取校准曲线各点注入高效液相色谱仪,绘制峰面积与质量校准曲线。甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮标准物质的液相色谱图参见附录 A。

5.5.5.2 样品测定

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀备用。将样品溶液注入高效液相色谱仪中,测定峰面积,从标准曲线中查得样品溶液中 MCI、MI 的质量。

5.5.6 结果的计算

5.5.6.1 MCI 的含量

MCI 的含量以质量分数 w_{MCI} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{MCI} = \frac{m_{MCI}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_{MCI} ——由校准曲线查得的样品中 MCI 的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

5.5.6.2 MI 的含量

MI 的含量以质量分数 w_{MI} 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{MI} = \frac{m_{MI}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_{MI} ——由校准曲线查得的样品中 MI 的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

5.5.6.3 活性物总含量

活性物的总含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_1 = w_{MCI} + w_{MI} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_{MCI} ——试样中 MCI 的质量分数;

w_{MI} ——试样中 MI 的质量分数。

5.5.7 允许差

取平行测得结果的算术平均值为测定结果。平行测得结果的绝对差值不大于 0.04%。

5.6 活性物组成比例(MCI/MI 质量分数比)的测定

活性物组成比例按式(4)计算:

$$MCI/MI = \frac{w_{MCI}}{w_{MI}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_{MCI} ——试样中 MCI 的质量分数；

w_{MI} ——试样中 MI 的质量分数。

5.7 汞的测定

按《化妆品卫生规范》(2007 年版)第三部分 卫生化学检验方法 二 汞之第一法冷原子吸收法测定。

5.8 砷的测定

按《化妆品卫生规范》(2007 年版)第三部分 卫生化学检验方法 三 砷之第一法氢化物原子荧光光度法测定。

5.9 铅的测定

按《化妆品卫生规范》(2007 年版)第三部分 卫生化学检验方法 四 铅之第一法火焰原子吸收分光光度法测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.2 产品按本标准出厂检验合格后方能出厂,并附产品合格证。

6.2 出厂检验项目

色度、pH、相对密度、活性物总含量和活性物组成比例。

6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品生产的试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如原料、工艺、环境有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 正式生产时,应每一年进行一次型式检验;
- d) 产品停产超过半年后,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时;
- g) 仲裁检验或客户有合同要求时。

6.3.2 型式检验的项目为本标准第 4 章规定的全部技术要求。

6.4 组批与检验

每生产一釜的产品为一批。生产厂的质量监督检验部门应按本标准的规定逐批进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

6.5 采样

采样应符合 GB/T 6678—2003 中均匀物料的采样规定,按其 7.6 的规定确定采样单元数。

采样时先充分搅匀,用玻璃管或聚乙烯塑料管插入釜深的三分之二处采样,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封,瓶上贴标签,注明:生产厂家、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶备查。

6.6 检验结果判定

检验结果中如有一项指标不符合本标准要求指标值时,应重新从两倍量的包装单元中采样进行复验,复验后仍未达到相应的指标值时,则判定该批产品或该次型式检验产品为不合格。

7 包装、标志、运输和贮存、保质期

7.1 包装

本产品应采用无毒、无害、坚固的容器包装,或根据客户要求包装。

7.2 标志

产品包装物上应有产品名称、生产单位名称和地址、生产批号或生产日期、有效期、净含量、产品质量符合标准的证明及标准编号。

本产品具有腐蚀性,当与眼睛、皮肤接触时会造成灼伤、过敏,产品包装上还应标注如下内容的安全性提示:“使用中要防止本产品与皮肤及眼睛直接接触。若不慎接触,应立即用水冲洗干净,以免引起刺激或不适。”

7.3 运输和贮存

运输过程中要防止倒置、重压、日晒、雨淋。

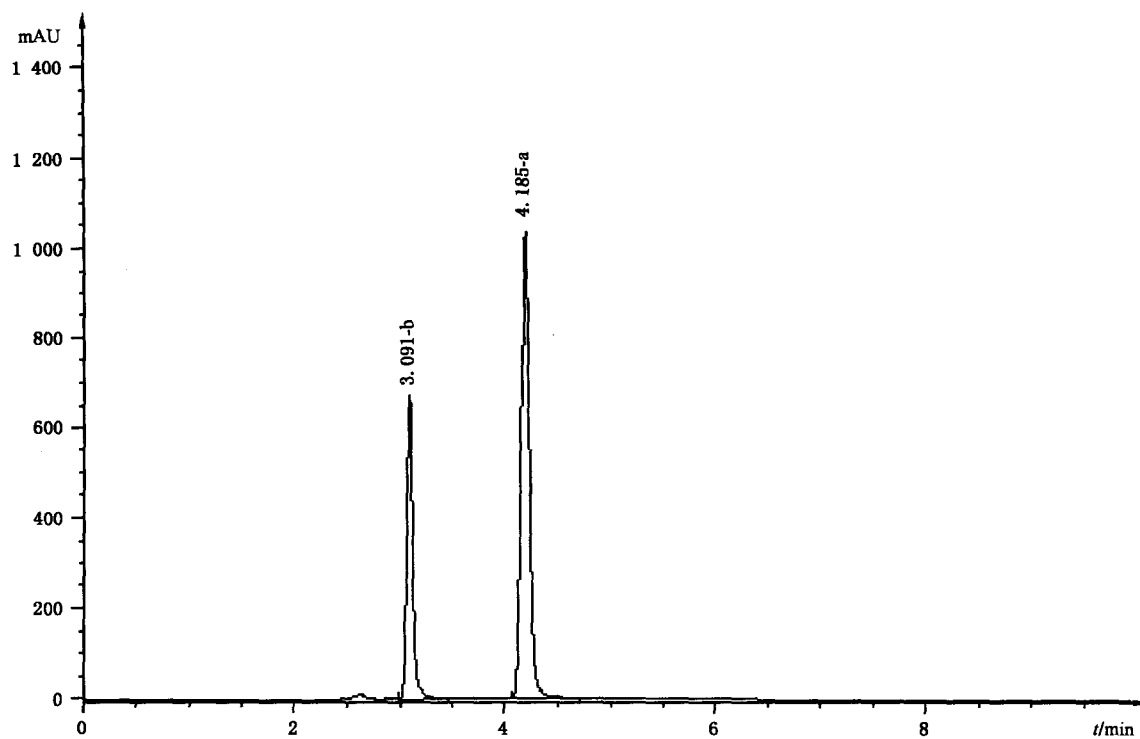
本产品应贮存于通风、清洁、避光、阴凉、干燥处,密闭保存,防止受热。

7.4 保质期

在符合规定的运输和贮存条件下,产品在包装完整和未经启封的情况下,保质期按销售包装标注执行。

附录 A
(资料性附录)

甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮标准物质的液相色谱图



说明:

a——甲基氯异噻唑啉酮;

b——甲基异噻唑啉酮。

图 A.1 甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮的标准物质液相色谱图