

中华人民共和国轻工行业标准

QB 1994—94

浴 液

1 主题内容与适用范围

本标准规定了浴液的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。
本标准适用于以表面活性剂和调理剂调制而成的具有清洁皮肤和滋润皮肤作用的浴液产品。

2 引用标准

GB 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法
GB 7916 化妆品卫生标准
GB 9986 餐具洗涤剂试验方法
GB/T 13173.1 洗涤剂样品分样法
QB 938 阴离子表面活性剂生物降解度试验方法
QB 939 非离子表面活性剂生物降解度试验方法

3 产品分类

3.1 产品分类

浴液产品按其组分分为Ⅰ型浴液和Ⅱ型浴液,按其使用对象又分为成人用品和儿童用品。

Ⅰ型浴液是以合成表面活性剂为主的浴液产品。

Ⅱ型浴液是以脂肪酸盐为主的浴液产品。

3.2 产品标记

产品标记示例:

- a. Ⅰ型浴液标记为“Ⅰ型浴液 QB 1994”;
- b. 儿童用Ⅱ型浴液标记为“Ⅱ型浴液 QB 1994 儿童用品”。

4 技术要求

4.1 浴液产品所使用的原料要求

4.1.1 浴液产品配方中所用表面活性剂的生物降解度应不低于 80%。

4.1.2 浴液产品配方中所用色素和香料必须符合 GB 7916 的规定。

4.2 浴液产品物理化学指标

浴液产品的物理化学指标必须符合表 1 的要求。

表 1

项 目		指 标
外观		无异物的均匀液体
气味		无异味,符合规定香型
总活性物含量, %	I 型	≥ 12.0
	II 型	≥ 18.0
pH 值(25℃, 1:10 溶液)	I 型	5.5~7.5
	II 型	5.5~10.0, 儿童用品 5.5~8.5
耐热稳定性		40℃, 24h。无沉淀、分离和变色现象
耐寒稳定性		-5℃, 24h。无沉淀、分离和变色现象
甲醇含量, mg/g		≤ 1
砷含量(以 As 计), mg/kg		≤ 3
重金属含量(以 Pb 计), mg/kg		≤ 20

4.3 浴液产品的瓶装质量要求

浴液产品瓶装质量的允许偏差应符合表 2 的规定。

表 2

瓶装质量规格, g	允许的最大偏差, %	瓶装质量规格, g	允许的最大偏差, %
≤ 200	-2.5	301~500	-1.5
201~300	-2.0	>500	-1.0

5 试验方法

分析中应使用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

5.1 外观

取适量样品置于 D20mm×120mm 干燥洁净的试管内, 装样高度约 80mm, 在非直射光线条件下进行观察, 按技术要求进行评判。

5.2 气味

用辨香纸蘸取适量样品, 以嗅觉按技术要求进行评判。

5.3 总活性物含量的测定

在一般情况下, 浴液产品的总活性物含量按 5.3.1 条的规定进行。当浴液产品配方中含有不溶于乙醇的表面活性剂组分时, 或客商订货合同书中规定有总活性物含量检测结果不包括水助溶剂(指甲苯或二甲苯的磺酸盐及尿素等物质)时, 则总活性物含量按 5.3.2 条的规定进行。

5.3.1 乙醇萃取法

5.3.1.1 方法概要

95%以上的乙醇能溶解洗涤剂组分中的表面活性剂及部分氯化钠, 而不能溶解其他无机盐。先以无水乙醇萃取浴液试验份(无水乙醇用量应保证混合液中乙醇的含量达到 95%以上), 无机盐则析出。过滤分离, 从乙醇萃取液中分别测定出乙醇溶解物含量和氯化钠含量, 计算试验份总活性物含量。本方法测定结果包括浴液配方组分中所有能溶解于乙醇的表面活性剂、调理剂和水助溶剂, 不包括不溶于乙醇的表面活性剂。

5.3.1.2 试剂

a. 95%乙醇(GB 679), 新煮沸后冷却, 酸度应小于 0.2mmol/L。如酸度大于 0.2mmol/L, 应中和后蒸馏。

- b. 无水乙醇(GB 678),新煮沸后冷却。
- c. 氢氧化钠(GB 629),0.5mol/L 溶液。
- d. 硝酸(GB 625),0.5mol/L 溶液。
- e. 硝酸银(GB 670),0.1mol/L 标准溶液。
- f. 酚酞(GB 10729),10g/L 溶液。
- g. 铬酸钾(HG3—918),50g/L 溶液。

5.3.1.3 仪器

- a. 抽滤瓶,500mL。
- b. 玻璃过滤坩埚:孔径 16~30 μ m,约 30mL。
- c. 烧杯,150mL 和 250mL。
- d. 量筒,50mL。
- e. 水浴锅,能控制温度于 50℃ 与沸腾状态两种。
- f. 干燥器,内盛变色硅胶或其他干燥剂。

5.3.1.4 取样

按 GB/T 13173.1 的规定制备和贮存样品。

5.3.1.5 测定程序

a. 试验份

称取 2g 均匀样品,称准至 0.001g,置于 150mL 烧杯中。

b. 乙醇溶解物含量的测定

加入 50mL 无水乙醇,置于水浴锅上加热至微沸,加热过程中需用玻璃棒不断地搅拌,使内溶物溶解。移开烧杯,静置沉降,倾倒上层澄清液通过玻璃过滤坩埚进行抽滤,滤液收集在 500mL 抽滤瓶中,尽可能将乙醇不溶物留在烧杯中。再以温热的(约 40~50℃)95%乙醇重复洗涤抽滤三次,每次用 95%乙醇 20mL。

小心将乙醇溶液(滤液及洗液)由抽滤瓶转入已恒重的 250mL 烧杯中,用少量温热的 95%乙醇洗涤抽滤数次,洗液合并入已恒重的 250mL 烧杯中。置烧杯于沸腾水浴锅上(杯底不可接触水浴锅中的水)蒸去乙醇。然后将烧杯放入 105 $\pm$ 2℃ 的烘箱内干燥 2.5h,移入干燥器中冷却 30min 后称量(m_1)。试验份乙醇溶解物的质量百分含量(X_1)按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中: m_1 ——乙醇溶解物的质量,g;

m ——试验份的质量,g。

c. 乙醇溶解物中氯化物含量的测定。

用 80mL 蒸馏水溶解烧杯中的乙醇溶解物,加入酚酞溶液 3 滴,如呈红色,则以 0.5mol/L 硝酸溶液中和至红色刚好退去;如不呈红色,则以 0.5mol/L 氢氧化钠溶液中和至微红色,再以 0.5mol/L 硝酸溶液回滴至红色刚好退去,然后加入 50g/L 铬酸钾指示剂 2mL,用 0.1mol/L 硝酸银标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色。试验份乙醇溶解物中氯化物(以 NaCl 计)的质量百分含量(X_2)按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{V \times c \times 0.0585}{m} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中: V ——耗用硝酸银标准溶液的体积,mL;

c ——硝酸银标准溶液的浓度,mol/L;

0.0585——氯化钠的毫摩尔质量,g/mmol;

m ——试验份的质量,g。

5.3.1.6 结果计算

样品中总活性物的质量百分含量(X_s)按式(3)计算。

$$X_s = X_1 - X_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： X_1 ——试验份乙醇溶解物的质量百分含量，%；

X_2 ——试验份乙醇溶解物中氯化物的质量百分含量，%。

总活性物含量的两次平行测定之差应不超过 0.3%。以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.3.2 三氯甲烷萃取法

5.3.2.1 方法概要

三氯甲烷能溶解洗涤剂中的所有表面活性剂，而不溶解无机盐（包括氯化钠）。溶液试样经干燥脱水后用三氯甲烷反复萃取，收集萃取物，驱尽三氯甲烷，即可得试验份总活性物含量。本方法试验结果包含溶液配方组分中的全部表面活性剂和调理剂，不包括水助溶剂。

5.3.2.2 试剂

- a. 三氯甲烷(GB 682)。
- b. 丙酮(GB 686)。

5.3.2.3 仪器

- a. 索氏抽提器, 250mL。
- b. 烧杯, 50mL。
- c. 量筒, 100mL。
- d. 水浴锅, 能控制沸腾状态。
- e. 烘箱, 能控制温度于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- f. 快速滤纸。

快速滤纸筒的制备：将一大张快速滤纸裁成如图 1 所示的纸片，顺着箭头指向，一边卷，一边把梯形长底边折向 $\phi 30\text{mm} \times 150\text{mm}$ 圆柱体的一个端面，使其形成一个有底的 $\phi 30\text{mm} \times 80\text{mm}$ （内部尺寸）的筒体（每卷完一圈，底部折边处垫进一张 $\phi 25\text{mm}$ 的滤纸圆片，共垫进 2~3 张），最后将 45° 的尖角插进相近的折边内，轻轻抽出圆柱体。小心向滤纸筒内放入 15~20mm 厚的干燥的酸洗石棉（切不可沾附纸筒的筒口和外壁）或剪碎的滤纸，并使其形成一个凹形面，将滤纸筒放于 50mL 烧杯中，待称量样品之用。

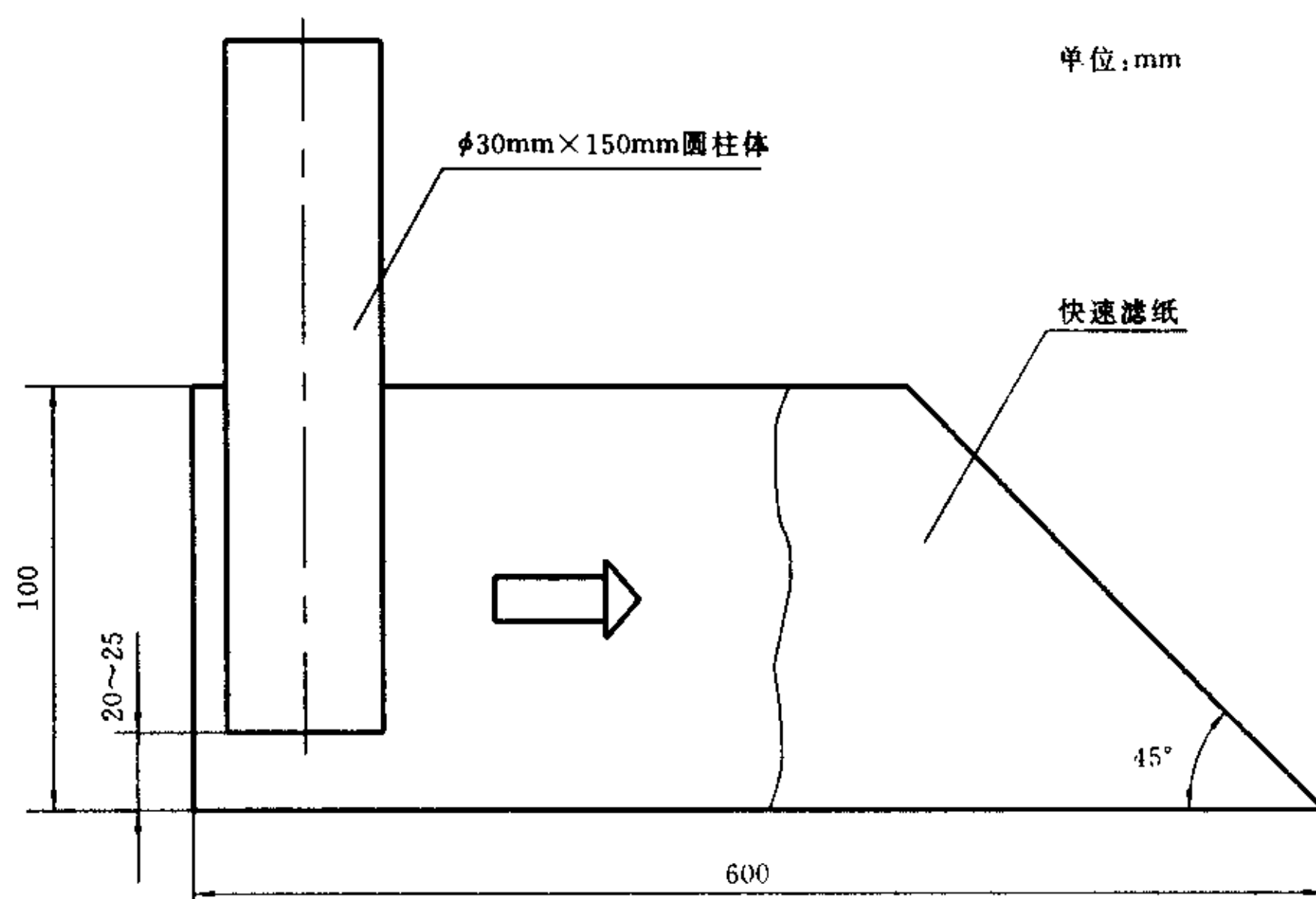


图 1

5.3.2.4 取样

按 GB/T 13173.1 的规定制备和贮存样品。

5.3.2.5 测定程序

a. 试验份

称取 2g 均匀样品,称准至 0.001g,置于滤纸筒内的酸洗石棉或碎滤纸上(尽可能滴加在凹形面的中心部位,不能沾及滤纸筒壁);

b. 三氯甲烷的萃取操作

安全措施:三氯甲烷的挥发性强,且有毒,故其萃取过程应在通风柜中进行。

将试验份连同烧杯一起放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱内烘 1.5h,取出,将滤纸筒小心放入索氏抽提器中,接上已恒重的抽提器的烧瓶,分数次向滤纸筒内加完 150mL 三氯甲烷(注意,每次都不使其溢出滤纸筒),接好回流冷凝器,在水浴锅上(烧瓶底不接触沸腾水)加热回流 2h(以第一次萃取液虹吸至烧瓶为计时起点,控制 6~8min 虹吸一次的萃取速度)。弃去滤纸筒,回收三氯甲烷。待烧瓶内容物蒸干时,加 3mL 丙酮,待蒸去丙酮后,将烧瓶放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱内烘 2h 取出,在干燥器内冷却 30min,称量(m_2)。再于烘箱内干燥 30min,冷却,称量,重复操作至恒重(相继两次称量之差小于 3mg)。

5.3.2.6 结果计算

试验份总活性物的质量百分含量(X_b)按式(4)计算。

$$X_b = \frac{m_2}{m} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中: m_2 ——三氯甲烷溶解物的质量, g;

m ——试验份的质量, g。

总活性物的两次平行测定结果之差应不超过 0.3%。以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.4 pH 值的测定

按 GB 6368 的规定进行。测试温度为 25°C 。用新煮沸并冷却的蒸馏水配制试样 1:10 溶液,即 1 份(g)试样和 10 份(mL)蒸馏水,混匀,测定。

5.5 耐热稳定性试验

5.5.1 仪器

- a. 温度计,分度 0.2°C 。
- b. 恒温箱,能控制温度于 $40 \pm 1^\circ\text{C}$ 。
- c. 试管, $D20\text{mm} \times 120\text{mm}$ 。

5.5.2 试验程序

将样品分别倒入两支干燥洁净的试管内,装料高度约 80mm,塞上干净的软木塞,其中一支放入预先调控在 $40 \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温箱内,24h 后取出,待恢复至室温后与另一支试管中的样品进行比较,按技术要求进行评判。

5.6 耐寒稳定性试验

5.6.1 仪器

- 温度计,分度 0.2°C 。
- 冰箱:能控制温度于 $-5 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 试管, $D20\text{mm} \times 120\text{mm}$ 。

5.6.2 试验程序

将样品分别倒入两支干燥洁净的试管内,装料高度约 80mm,塞上干净的软木塞,其中一支放入预先调控在 $-5 \pm 2^\circ\text{C}$ 的冰箱内,24h 后取出,待恢复至室温后与另一支试管中的样品进行比较,按技术要求进行评判。

5.7 甲醇含量的测定

按 GB 9986 第 8 条的规定进行。

5.8 砷含量的测定

按 GB 9986 第 9 条的规定进行。在按第 9.2 条砷斑法测定时,用 5.0g 样品,3mL 砷标准使用溶液,按规定程序测定。

5.9 重金属含量的测定

按 GB 9986 第 10 条的规定进行。测定时用 5.0g 样品,2mL 铅标准使用溶液,按规定程序测定。

5.10 表面活性剂生物降解度的测定

浴液产品配方中所用表面活性剂的生物降解度的测定按 QB 938 和 QB 939 的规定进行。

5.11 瓶装质量的测定

5.11.1 仪器

架盘天平,称量范围 1 000g,精度 0.1g。

5.11.2 试验程序

取 10 瓶样品,用架盘天平逐一称量,并记录。然后倒出瓶内样品,用清水洗净瓶体,待晾干后称量,并记录。

5.11.3 计算

产品平均瓶装质量(X_3)按式(5)计算。

$$X_3 = \frac{m_3 - m_4}{10} \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_3 —— 10 瓶试样毛重质量总和, g;

m_4 —— 10 瓶试样的空瓶质量总和, g。

产品瓶装质量的偏差(X_d)按式(6)计算。

$$X_d = \frac{X_3 - m_0}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中: X_3 —— 产品平均瓶装质量, g;

m_0 —— 产品的瓶装质量规格, g。

计算结果,按数值修约规则进行修约,保留一位小数。

5.11.4 产品瓶装质量的评判

瓶装质量偏差符合表 2 规定时,则判产品的瓶装质量符合瓶装质量要求。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验:本标准第 4 章,除 4.1 条中表面活性剂生物降解度的测定和 4.2 条中的甲醇含量、砷含量和重金属含量外,其余指标项目均为出厂检验项目。产品出厂交付验收和质量监督机构进行监督检查时必须检验全部出厂检验项目。

6.1.2 型式检验:型式检验包括本标准第 4 章规定的全部指标项目。在下列情况下必须进行型式检验。

- a. 当原料、配方和工艺等方面有重大变化且可能影响产品质量和性能时;
- b. 在出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- c. 在长期停产后再恢复生产时;
- d. 在正常生产情况下,每半年必须进行一次型式检验;
- e. 在收货方要求进行型式检验时和国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.2 组批与抽样规则

6.2.1 产品按批交付和抽样检验。由一次交付的同一牌号、同一规格的产品组成交付批。

6.2.2 产品须经生产厂出厂检验合格并出具产品合格证,方可出厂。收货单位凭产品合格证验收。必要时可按下述规定进行抽样检验。

6.2.3 以箱为单位,根据批量的大小,按表3的规定确定样本大小,在交货地点随机抽取样箱。

表 3

批 量	样 本 大 小
≤ 15	2
16~50	3
51~150	5
151~500	8
> 500	13

6.2.4 验收产品的小包装时,应检查样箱中全部小包装,合格判定率¹⁾为10%。为检查瓶装质量,从样箱中随机抽取10瓶样品。验收物理化学指标时,从每箱中任取相同的瓶数,摇匀倒出,收集在一干燥洁净的容器中,使收集的总量不少于3kg,搅匀,分装三个干燥洁净的密封容器中,并封签。标签上应注明产品名称、类型、批号(或生产日期)、抽样日期、生产厂名及双方抽样人签名等项目。交收双方各执一份进行检验,第三份由交货方保管,备仲裁检验之用,其保管期不超过一个月。

注:1) 合格判定率是判定批产品合格所允许的最大不合格品率。本处是指渗漏瓶数、漏贴商标和标志不清的瓶数与样品总瓶数的百分数。

6.3 判定规则

6.3.1 检验结果按修约值比较法判定合格与否。如一次检验不合格,应再取双倍数量的样品对不合格的项目进行复验。复验合格,应予收货。

6.3.2 交收双方因检验结果不同而不能取得协议时,可商请仲裁检验,以仲裁检验结果为最后依据。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 产品小包装所用塑料瓶或玻璃瓶上,应有如下标志:

- a. 产品名称及商标;
- b. 产品执行的标准(包括类型);
- c. 产品批号或生产日期,产品的保质期;
- d. 产品的瓶装质量规格;
- e. 生产厂的厂名、厂址和邮政编码;
- f. 使用说明及必要的注意事项。

7.1.2 产品大包装纸箱上应有如下标志:

- a. 产品名称及商标;
- b. 产品所执行的标准(包括类型);
- c. 产品批号或生产日期;
- d. 瓶装质量规格及装箱瓶数;
- e. 货箱毛重、箱体尺寸及体积;
- f. 有防水防潮、小心轻放和防止倒置等文字或标记;
- g. 生产厂的厂名、厂址和邮政编码。

7.2 包装

7.2.1 小包装的要求

产品用塑料瓶或玻璃瓶小包装。

瓶盖必须拧紧,不得有漏液沾污瓶身和瓶盖。

瓶身与瓶盖上印刷或粘贴的标签,应放置端正,粘贴牢靠,图案和字迹应清晰完整。如标签上印有条形码,其条幅比例、数码和颜色等均应符合我国条形码的有关规定。

7.2.2 大包装的要求

产品用双瓦楞双折盖纸箱大包装,箱内再用小纸箱中包装或用纸板间隔。

大包装纸箱上印刷或粘贴的标签,应放置端正,粘贴牢靠,图案和字迹应清晰完整,若印有条形码,其条幅比例、数码和颜色等均应符合我国条形码的有关规定。

瓶装产品在包装箱中必须排列整齐,不得有缺瓶现象,封箱应严实可靠。

包装箱内应放有产品合格证。

7.3 运输

产品在运输时应轻装轻卸,不得倒置,避免日晒雨淋,严禁在箱上踩踏和堆放重物。

7.4 贮存

7.4.1 产品应贮存在温度不高于 40℃和不低于-10℃的通风干燥的场所。

7.4.2 产品在堆放时必须用木垫垫离地面至少 20cm。堆垛离内墙至少 20cm,离外墙至少 50cm,避免接近水源和暖气装置,堆箱不得倒置,严禁在堆垛上踩踏和放置重物,堆垛净高应不超过 2m。

7.4.3 在本标准规定的运输和贮存条件下,在包装完整未经启封的情况下,产品的保质期为十八个月。

附加说明:

本标准由中国轻工总会质量标准部提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心技术归口。

本标准由广州市浪奇实业股份有限公司和广东省江门市肥皂厂负责起草。

本标准主要起草人沈征玲、徐梅娟、黄守德、谭婉莲。

本标准非等效采用英国标准 BS 1545—1990《液体香皂》。