ICS 71.100.40
分类号：Y43
备案号：36652-2012

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2318－2012
代替 QB/T 2318－2007

口腔清洁护理用品
牙膏用羧甲基纤维素钠

Oral care and cleansing products
Carboxy methylcellulose sodium for toothpaste

2012-05-24 发布　　2012-11-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　言

本标准与美国药典USP的一致性程度为非等效。

本标准是对QB/T 2318－2007《牙膏用羧甲基纤维素钠》的修订。

本标准与QB/T 2318－2007相比，主要变化如下：

——修订了外观指标；

——增加了鉴别测试的实验方法；

——修订了黏度的实验方法；

——修订了取代度指标及实验方法；

——修订了氯化物含量指标及实验方法。增加了羟乙酸钠含量指标及实验验方法；

——修订了保质期内容要求。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国牙膏蜡制品标准化中心归口。

本标准起草单位：北京宝洁技术有限公司、威怡化工（苏州）有限公司、丹尼斯克（中国）有限公司、国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心。

本标准主要起草人：邹斌、郑伟、戴振刚、许月萍、孟玉。

本标准于1997年首次发布，本次为第二次修订。

本标准自实施之日起，代替轻工行业标准QB/T 2318－2007《牙膏用羧甲基纤维素钠》。

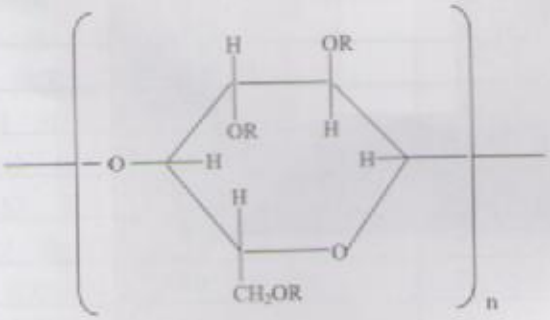
口腔清洁护理用品 牙膏用羧甲基纤维素钠

1 范围

本标准规定了牙膏用羧甲基纤维素钠的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、储运、保质期。

本标准适用于以纤维素、烧碱及氯乙酸或其钠盐制得的牙膏用羧甲基纤维素钠。该产品在牙膏中用做增稠剂。其结构式如下：

分子式：



式中：R=H 或 CH_2COONa

相对分子质量：当取代度为1时，单元相对分子质量为 242.16。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 610.1 化学试剂 砷测定通用方法（砷斑法）

GB/T 6678 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 8170 数值修约规则

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法

JJF1070－2005 定量包装商品净含量计量检验规则

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令[2005]第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》

中华人民共和国卫生部《化妆品卫生规范》

3 要求

3.1 感官、理化指标

感官、理化指标应符合表 1 的规定。

表1 感官、理化指标

项目			要求
感官指标	外观		本品为白色或微黄色纤维状粉末
理化指标	鉴别测试		应通过
	细度（250μm试验筛通过率）/%	≥	98
	黏度[1]（2%水溶液）/(mPa·s)	≥	50
	取代度		0.5~1.5
	pH		6.5~8.5
[1]当黏度值大于等于2000 mPa·s时，测定1%水溶液黏度。			

3.2 杂质、微生物指标

杂质、微生物指标应符合表2的规定。

表2

项目			要求
杂质指标	水分含量/%	≤	7.0
	氯化物（以NaCl计）+羟乙酸钠含量/%	≤	1.0
	重金属（以Pb计）含量/(mg/kg)	≤	15
	砷（As）含量/(mg/kg)	≤	3
	铁（Fe）含量/%	≤	0.02
	黑点数/（个/g）	≤	8
微生物指标	菌落总数/(CFU/g)	≤	500
	霉菌与酵母菌总数/(CFU/g)	≤	100
	粪大肠菌群/g		不得检出
	铜绿假单胞菌/g		不得检出
	金黄色葡萄球菌/g		不得检出

3.3 净含量

包装产品的净含量应符合中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令[2005]第75号的规定。

4 试验方法

本标准所用试剂和水，除特殊规定外，均为分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

本标准中滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液、试验方法所用制剂和制品，除特殊规定外，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定制备。

4.1 外观

目视鉴定试样外观。

4.2 鉴别测试

4.2.1 鉴别测试（方法一）

4.2.1.1 试剂

a) 萘酚试剂：1g萘酚（1-Naphthol）溶解于25mL甲醇中，使用时新鲜制备；

b) 硫酸；

c) 氯化钡溶液：12%；

d) 盐酸。

4.2.1.2 试样溶液

取1g试样，置于50mL温热水中，搅拌均匀，并继续搅拌至溶液澄清，冷却至室温。使用此溶液进行以下试验。

4.2.1.3 鉴别方法

取1mL试样溶液于一小试管中，加入等体积的水，滴加5滴萘酚试剂，倾斜试管小心沿管壁加入2mL硫酸，观察红紫色在两界面产生。取2mL试样溶液，加入2mL氯化钡溶液，细颗粒白色沉淀产生。用盐酸湿润铂丝，在无色火焰上灼烧至无色，再蘸取试样溶液少许，在无色火焰中燃烧，火焰即呈鲜黄色。

4.2.2 鉴别测试（方法二）

4.2.2.1 方法原理

采用傅立叶变换红外光谱鉴别。

4.2.2.2 鉴别方法

参照《中华人民共和国药典二部》附录IVC 红外分光光度法，本品的红外光吸收图谱应与标准品图谱一致。

4.3 细度的测试

4.3.1 仪器

a) 试验筛：筛孔尺寸为250μm（60目）；

b) 天平：精度0.001g。

4.3.2 测定步骤

称取试样10g（称准至0.001g），置于试验筛中，充分过筛至筛余物不能通过筛孔为止。称出筛余物的质量。

4.3.3 结果的表示和计算

以质量分数表示的细度X_1，按公式(1)计算。

$$X_1=\frac{m_1-m_2}{m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

X_1——细度，%；

m_1——试样质量，单位为克（g）；

m_2——筛余物质量，单位为克（g）。

4.3.4 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.2%，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.4 黏度的测定

4.4.1 仪器

a) 旋转式黏度计：测量精度等于或优于10mPa·s；

b) 烘箱：精度±1℃；

c) 磨口瓶：125mL；

d) 恒温水浴：精度±1℃。

4.4.2 测定步骤

称取经105℃烘箱干燥2h的试样2.00 g，置于125ml磨口瓶中，加入98.0g水，在40℃～45℃恒温水浴中溶解，每隔30min用玻璃棒搅拌一次，大约分3次搅拌使试样全部溶解均匀，然后将试样溶液放入25℃恒温水浴内2h，使试样溶液温度控制在（25±1）℃，最后用旋转式黏度计于（25±1）℃测定试样溶液的绝对黏度。

4.4.3 允许差

平行试验结果的偏差不大于5%，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.5 取代度的测定

4.5.1 仪器

a) 砂芯玻璃过滤坩埚：G2或G3；
b) 扁型称量瓶：直径40mm；
c) 烘箱：精度±1℃；
d) 干燥器；
e) 瓷坩埚或镍坩埚：40mL；
f) 马弗炉：精度±25℃；
g) 烧杯：250mL。

4.5.2 试剂

a) 无水乙醇；
b) 90%乙醇；
c) 硫酸标准溶液：c（$1/2H_2SO_4$）=0.1mol / L；
d) 氢氧化钠标准溶液 0.1mol / L；
e) 甲基红指示液：1g/L。

4.5.3 测定步骤

称取试样 1.5g 左右(准确至 0.1g)于 G2 或 G3 砂芯玻璃过滤坩埚内，加入预先加热至 50℃～70℃的 90%乙醇进行洗滤。乙醇溶液量每次均加满砂芯玻璃过滤坩埚（直到加 1 滴铬酸钾溶液和 1 滴硝酸银溶液的滤液呈砖红色，为洗涤完成），一般洗滤五次。最后再用无水乙醇洗滤一次。将洗涤后的试样转移入扁型称量瓶中，于 120℃烘箱烘 2h(烘至约 1h 时，将称量瓶内试样轻轻敲松)。烘完后，放入干燥器内冷却至室温后立即称量，迅速将此干燥样品移入 40mL 瓷坩埚（镍坩埚）中，再将称量瓶称量，两次质量之差即为计算时的试样质量。先把瓷坩埚（镍坩埚）在电炉上炭化至不冒烟，再把瓷坩埚（镍坩埚）置于马弗炉内从室温开始升温灼烧，当温度升至（700±25）℃时，保温 15min，关闭电源，待温度低于 200℃后，取出瓷坩埚（镍坩埚），冷却后把坩埚置于 250mL 烧杯内，加水至约 100mL，准确加入 50mL 硫酸标准溶液，将烧杯置于电炉上加热，缓缓沸腾 10min，加 2～3 滴甲基红指示液，冷却，用氢氧化钠标准溶液滴定至红色恰褪。

4.5.4 结果的表示和计算

每克试样所含钠(Na)的毫摩尔数B，按公(2)式计算。

$$B=\frac{c_1V_1-c_2V_2}{m} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

c_1——硫酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1——加入硫酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_2——氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——经乙醇纯化并干燥后的试样的质量，单位为克(g)。

取代度（DS）定义为置换在纤维素每个葡糖酐单元上的羧甲基的平均数目，按公（3）式计算。

$$DS=\frac{0.162B}{1-0.080B} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

B——由公式(1)式算出的每克试样所含钠（Na）的毫摩尔数，单位为毫摩尔每克（mmol/g）；

0.162——纤维素葡糖酐单元的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

0.080——纤维素的葡糖酐单元每置换上 1mmol 羧甲基钠（CH_2COONa）后质量的增加值，单位为克每毫摩尔（g / mmol）。

4.5.5 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.02，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 的测定

4.6.1 仪器

pH计：分度值不大于0.02pH单位。

4.6.2 试剂和材料

标准缓冲溶液：按 GB/T 9724 配制。

4.6.3 操作程序

称取试样1.00g，加入100g水，搅拌至均匀的胶状，作为试样溶液。用与试样溶液pH接近的标准缓冲溶液对pH计定位，然后测定试样溶液的pH。测定时试样溶液温度应在(25±1)℃的范围内。

4.6.4 结果表示

平行测定值的绝对差值不大于 0.02pH 单位，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.7 水分含量的测定

4.7.1 仪器

a) 扁形称量瓶：直径40mm；

b) 烘箱：精度±1℃；

c) 干燥器；

d) 天平：精确至0.001g。

4.7.2 测定步骤

称取试样 3g～5g（精确至 0.001g），置于事先已在（105±2）℃烘箱中干燥恒重已知质量的扁形称量瓶中，放入（105±2）℃烘箱中干燥 2h，然后取出放入干燥器中冷却至室温称量。

4.7.3 结果的表示和计算

以质量分数表示的水分X_2按公式（4）式计算。

$$X_2=\frac{m_1-m_2}{m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

X_2——水分，%；

m_1——干燥前试样质量，单位为克（g）；

m_2——干燥后试样质量，单位为克（g）。

4.7.4 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于 0.5%，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.8 氯化物的测定

4.8.1 仪器

a) 天平：精确至 0.0001g；

b) 自动滴定仪：配有一个银电极和一个双盐桥饱和电极、硫酸亚汞-硫酸钾电极；

c) 微量滴定管：10mL。

4.8.2 试剂

a) 硝酸银标准溶液：0.05mol/L；

b) 过氧化氢溶液：30%；

c） 硝酸。

4.8.3 测定步骤

称取经（105±2）℃干燥2h的试样2g（精确至0.0002g），置于250mL烧杯中，加50mL水和5mL过氧化氢，将烧杯置于电热板上，间歇地搅拌，以获得不结稠的溶液。如果20min后，溶液粘度还没有完全降解，再加5mL过氧化氢并加热直到降解完全。冷却烧杯，加100mL水和10mL硝酸，置于电位滴定仪的磁力搅拌器上，用微量滴定管加硝酸银标准溶液，滴定至电位终点。

4.8.4 结果的表示和计算

以质量分数表示的氯化物（以NaCl计）X_3，按公式（5）式计算。

$$X_3=\frac{cV\times 0.05845}{m}\times 100 \qquad \cdots\cdots (5)$$

式中：

X_3——氯化物，%；

c——硝酸银标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——滴定消耗硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试样质量，单位为克（g）；

0.05844——氯化钠的毫摩尔质量，克每毫摩尔（g / mmol）。

4.8.5 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.06%，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.9 羟乙酸钠的测定

4.9.1 仪器

a） 分光光度计；

b） 电子天平，精度0.0001g；

c） 1cm吸收池；

d） 水浴锅；

e） 容量瓶，25mL、100mL。

4.9.2 试剂

a） 浓硫酸，分析纯；

b） 羟乙酸，基准纯；

c） 丙酮，分析纯；

d） 氯化钠，分析纯；

e） 冰醋酸，分析纯；

f） 2，7-二羟基萘试液：称取2，7-二羟基萘0.1g溶于1000mL浓硫酸中，静置溶液至黄色消失。如果溶液很暗，则重新取样溶于另一供应商的浓硫酸进行配制。溶液储存于棕色瓶中，有效期1个月。

4.9.3 操作程序

4.9.3.1 样品处理

准确称取试样0.5g于100mL烧杯中，用5mL冰醋酸湿润样品，加5mL水，用玻璃棒搅拌至样品完全溶解（一般需15min）。搅拌条件下缓慢加入50mL丙酮，1g氯化钠，搅拌数分钟确保试样完全沉淀。用少量丙酮润湿滤纸，过滤样品溶液，收集滤液于100mL容量瓶中，另取30mL丙酮将样品全部转移到滤纸上并冲洗滤渣，用丙酮将滤液定容至刻度，摇匀。

4.9.3.2 羟乙酸标准溶液的配制

准确称取在室温下干燥器中干燥24h的羟乙酸0.1g，置于100mL容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度。此溶液有效期1个月。

分别取0、1.0、2.0、3.0、4.0mL上述羟乙酸标准溶液于5个100mL容量瓶中，每个容量瓶加水至总体积为5mL，再加5mL冰醋酸，然后以丙酮定容，分别记为1#，2#，3#，4#，5#。

取样品溶液和上述5个羟乙酸标准溶液各2mL，分别置于25mL容量瓶中，将瓶盖打开，置沸水浴中20min除去丙酮。冷却。每个容量瓶中先分别加入5.0mL2，7-二羟基萘试液，摇匀，接着再加入15mL2，7-二羟基萘试液，摇匀。用铝箔将容量瓶口封好，置沸水浴20min，移出冷却，用浓硫酸稀释至刻度，摇匀。

4.9.3.3 测定

用分光光度计，以1#溶液为空白，在540mm下测定标准系列溶液和样品溶液的吸光度。

4.9.3.4 结果表示

以标准溶液的浓度和吸光度作工作曲线，根据样品溶液的吸光度求出羟乙酸的质量（m，mg）。

以质量分数表示的羟乙酸钠（X_4），按公式（6）式计算：

$$X_4=\frac{12.9\times m_1}{m_0\times(100-X_2)} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

X_4——羟乙酸钠的百分含量，%；

m_1——从工作曲线上查到的羟乙酸的质量，单位毫克(mg)；

m_0——样品质量，单位为克(g)；

X_2——样品的水分含量，%；

12.9——羟基乙酸和羟乙酸钠的转换系数。

4.10 重金属含量的测定

按GB/T 9735的方法测定。

4.11 砷含量的测定

通常可按GB/T 610.1的方法测定；仲裁检验则按《化妆品卫生规范》进行。

4.12 铁含量的测试

按GB/T 9739的方法测定。

4.13 黑点数的测定

4.13.1 仪器

a) 平面玻璃：100mm×100mm；

b) 白纸：A4纸。

4.13.2 测定步骤

称取试样20.0g，充分混匀，平铺在干净无污染的白纸上，用洁净的平面玻璃压平（试样与玻璃的接触面积为100cm^2），在自然光照射下，距离试样30cm，观察试样中的杂质（包括黑点和黄点），用不锈钢小勺把里面的黑点和黄点挑出，并记录。然后再将试样重新混匀，用同样方法检测三次，记录三次观察到的杂质总数N。

4.13.3 结果的表示和计算

试样中的黑点数X_5，按公式（7）计算：

$$X_5=\frac{N}{m} \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

X_5——样品黑点数，单位为个/g；

N——三次观察试样得到的杂质总数，单位为个；

m——试样的质量，单位为克（g）。

4.14 微生物指标

按《化妆品卫生规范》进行。

4.15 净含量检验

净含量检验按 JJF1070—2005 规定进行。

5 检验规则

5.1 组批及采样

5.1.1 每个检验批的产品量不得超过生产厂每班的产量。据物料单元数目按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数，选定采样单元后，打开包装依次采取微生物检验用样及其他检验用样。

5.1.2 采样：微生物检验用样的采样按无菌操作要求进行；其他检验用样将采样器斜插入采样单元料层的 3/4 处采取样品，取出不少于 100g 的样品，采出的样品迅速混匀，经缩分后分装于清洁、干燥的容器中，微生物检验用样的制样按无菌操作要求进行。样品容器应粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、生产批号、采样日期和采样者姓名。样品一份用于检验，另一份保存三个月备查。待检样品应置室温阴凉、干燥处密闭保存。

5.2 出厂检验

5.2.1 牙膏用羧甲基纤维素钠的出厂检验由生产厂质检部门按照本标准的规定进行。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求，对每批出厂的产品出具质量证明书并注明所采用标准的编号。

5.2.2 检验项目：除鉴别以外本标准的全部检验项目。

5.3 型式检验

进行型式检验时应包括本标准规定的全部检验项目，每三个月至少进行一次型式检验，有下列情况之一时也应进行型式检验：

a) 当生产的原材料、工艺、设备、人员和环境有较大改变可能影响产品性能时；

b) 较长时间停产后恢复生产时；

c) 原材料采用新供应点时；

d) 国家质量监督机构或顾客提出进行型式检验要求时。

5.4 接收检验

顾客有权按照供需双方所签合同的有关条款及本标准的规定对所收到的牙膏用羧甲基纤维素钠进行验收。

5.5 判定规则

检验结果按 GB/T 8170 修约至规定位数，对照要求限定值确定检验的产品是否可以验收。检验结果如不符合要求时，应重新自两倍的包装中采样复验，复验结果仍不符合要求时，则整批产品不能验收。

5.6 仲裁

如交收双方对产品检验结果发生异议时，双方可协商解决，必要时，可共同选定仲裁机构按本标准检验裁定。

6 标志、包装、运输、贮存、保质期

6.1 标志

包装容器上应牢固、清晰地标明：生产厂名与厂址、产品名称与类型、商标、净含量、生产批号(或生产日期)、所采用标准的编号，并标有“牙膏用”或“牙膏级”字样以及 GB/T 191 中的“怕湿”标志。

6.2 包装

本产品要求用内有一层食品级聚乙烯袋的编织袋或纸桶包装，包装方式也可由供需双方协商确定。

6.3 运输、贮存

本产品在运输或贮存时，应放在清洁、干燥的场所，不得与有毒物质混装，混运或一起存放。本产品易吸水，因此在贮运过程中，应注意避免与水接触和避免包装破损。

6.4 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存条件下，自生产之日起保质期至少为12个月，超过保质期可重新检验，检测结果符合本标准要求时，产品仍可使用。