



中华人民共和国国家标准

GB 27599—2011

化妆品用二氧化钛

Titanium dioxide for cosmetic use



2011-12-05 发布

2012-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第 5 章中的重金属、砷、铅、汞四项指标和第 8 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:上海江沪钛白化工制品有限公司、中海油天津化工研究设计院、江苏河海纳米科技股份有限公司、河南佰利联化学股份有限公司。

本标准主要起草人:谢益元、王昭元、郭永欣、范国强、徐斌海、陈建立。



化妆品用二氧化钛

1 范围

本标准规定了化妆品用二氧化钛的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于主要作为化妆品原料的二氧化钛粉体。

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—2008 包装储运图示标志

GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料

GB/T 5009.74—2003 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7917.1—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 汞

GB/T 7917.2—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 砷

GB/T 7917.3—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 铅

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9086—2007 用于色度和光度测量的标准白板

GB/T 19591—2004 纳米二氧化钛

3 分子式和相对分子质量

分子式: TiO_2

相对分子质量: 79.87(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类与分型

4.1 分类

化妆品用二氧化钛分为两类: I 类: 未经过表面处理; II 类: 经过表面处理。

4.2 分型

化妆品用二氧化钛 I 类分为锐钛型(A)和金红石型(R)。

化妆品用二氧化钛 II 类分为普通锐钛型(A)、普通金红石型(R)和纳米金红石型(NR)。

4.3 分规格

II 类各型分为亲水和亲油两个规格。



5 要求

5.1 外观:白色粉末。

5.2 化妆品用二氧化钛应分别符合表 1 和表 2 要求:

表 1 I 类产品的要求

项 目		指 标	
		锐钛型(A)	金红石型(R)
二氧化钛(TiO ₂),w/%	≥	98	98
干燥减量,w/%	≤	0.5	0.5
灼烧失量,w/%	≤	0.5	0.5
水溶物,w/%	≤	0.5	0.3
重金属(以 Pb 计),w/%	≤	0.002 0	0.002 0
砷(As),w/%	≤	0.000 5	0.000 5
铅(Pb),w/%	≤	0.001 0	0.001 0
汞(Hg),w/%	≤	0.000 1	0.000 1
pH		6.5~8.5	6~8
白度,Wh	≥	90	90
细度(<45 μm),w/%	≤	0.1	0.1

表 2 II 类产品的要求

项 目		指 标					
		普通锐钛型(A)		普通金红石型(R)		纳米金红石型(NR)	
		亲水	亲油	亲水	亲油	亲水	亲油
二氧化钛(TiO ₂),w/%	≥	90	90	90	85	70	75
干燥减量,w/%	≤	2	1	1	1	协议	协议
灼烧失量,w/%	≤	3	6	5	10	协议	协议
水溶物,w/%	≤	2	—	2	—	协议	—
重金属(以 Pb 计),w/%	≤	0.002 0	0.002 0	0.002 0	0.002 0	0.002 0	0.002 0
砷(As),w/%	≤	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
铅(Pb),w/%	≤	0.001 0	0.001 0	0.001 0	0.001 0	0.001 0	0.001 0
汞(Hg)w/%	≤	0.000 1	0.000 1	0.000 1	0.000 1	0.000 1	0.000 1
pH ^a		6.5~9.5	—	6.5~9.5	—	6.5~9.5	—
白度,Wh	≥	90	90	90	90	90	90
细度(<45 μm),w/%	≤	0.1	—	0.1	—	—	—
平均晶粒度/nm	≤	—	—	—	—	100	100
紫外线透过率/%	≤	—	—	协议	协议	协议	协议
表面处理剂 ^b		协议	协议	协议	协议	协议	协议

^a 如用户对亲油规格产品的 pH 值有要求,可根据产品实际情况协商确定。

^b 产品出厂时应标示产品所用表面处理剂的类型。

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,避免与明火接触。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

6.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 鉴别试验

6.4.1 试剂

6.4.1.1 硫酸。

6.4.1.2 过氧化氢溶液:20%。

6.4.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,加 5 mL 硫酸,慢慢加热,直至硫酸出现烟雾,冷却。小心谨慎的用水稀释到 100 mL,过滤。然后取约 5 mL 滤液,加入数滴过氧化氢溶液,滤液出现橙红色。

6.5 晶型测定

6.5.1 仪器

X 射线衍射仪:X 射线发生器功率可达(40 kV/40 mA)。

6.5.2 分析步骤

将样品按 X 射线衍射仪要求压片后进行测定。调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内达到最大值,角度范围从 20° ~ 80° ,通过观察测定晶面特征衍射峰的位置(锐钛型 25° 左右,金红石型 27° 左右)来判断样品的晶型。

6.6 二氧化钛含量的测定——铝还原法

6.6.1 方法提要

同 GB/T 1706—2006 中 7.1.1。

6.6.2 试剂和材料

同 GB/T 1706—2006 中 7.1.2。

6.6.3 仪器、设备

同 GB/T 1706—2006 中 7.1.3。

6.6.4 分析步骤

称取 0.20 g ± 0.01 g 按 6.7 干燥后的试样,精确至 0.000 2 g,以下同 GB/T 1706—2006 中 7.1.4.3。

6.6.5 结果计算

同 GB/T 1706—2006 中 7.1.5。

6.7 干燥减量测定

同 GB/T 1706—2006 中 7.2,干燥 3 h。保留试料用于灼烧失量测定。

6.8 灼烧失量测定

6.8.1 仪器、设备

高温炉:温度能控制在 800 °C ± 25 °C。

6.8.2 分析步骤

称取约 2 g 按 6.7 干燥后的试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 800 °C ± 25 °C 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于高温电炉中在 800 °C ± 25 °C 下灼烧至质量恒定。

6.8.3 结果计算

灼烧失量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试料和瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试料和瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——灼烧前试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

6.9 水溶物含量测定

同 GB/T 1706—2006 中 7.3。

6.10 重金属含量的测定

6.10.1 方法提要

同 GB/T 5009.74—2003 中第 2 章。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸溶液:1+19。

6.10.2.2 乙酸溶液:1+19。

6.10.2.3 其他试剂同 GB/T 5009.74—2003 第 3 章。

6.10.3 仪器、设备

同 GB/T 5009.74—2003 中第 4 章。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 试验溶液 A 的制备

称取 $10.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸溶液,加热至沸,再缓缓地煮沸 15 min。用离心分离使不溶物沉降。用定性滤纸过滤上层清液,再用 10 mL 热水洗涤烧杯和残渣,反复洗涤 3 次。最后用 10 mL~15 mL 的热水冲洗滤纸,将收集的滤液和洗液冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。将此溶液作为试验溶液 A,保留此溶液用于重金属、砷、铅和汞的测定。

6.10.4.2 测定

移取 10 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 纳氏比色管中,加入一滴酚酞指示液,滴加氨水溶液至呈微红色,加 2 mL 乙酸溶液,用水稀释至 50 mL,作为检测溶液,以下按 GB/T 5009.74—2003 中第 6 章操作。

标准比色溶液是:移取 2 mL 铅标准溶液(1 mL 溶液含有 0.01 mg Pb),置于 50 mL 纳氏比色管中,与试样同时同样处理。

6.11 砷含量的测定

移取 10 mL 试样溶液 A(6.10.4.1),其他操作同 GB/T 7917.2—1987 中第 1 章。

6.12 铅含量的测定

移取 10 mL 试验溶液 A(6.10.4.1),其他操作同 GB/T 7917.3—1987 中第 1 章。

6.13 汞含量的测定

移取 1 mL 试验溶液 A(6.10.4.1),其他操作同 GB/T 7917.1—1987 中第 5 章。

6.14 pH 值的测定

同 GB/T 1706—2006 中 7.8。

6.15 白度的测定

6.15.1 仪器、设备

6.15.1.1 白度计:带有标准白度板和工作白度板,分度值 0.2。

6.15.1.2 标准白度板:符合 GB/T 9086—2007 规定的粉体标准白板或无光泽的陶瓷标准白板。

6.15.1.3 工作标准白度板:符合 GB/T 9086—2007 规定的有光泽的陶瓷标准白板。

6.15.2 分析步骤

用定期标定过的标准白度板校正工作标准白度板。用工作标准白度板将白度仪调整至工作状态,将试样均匀地置于粉末皿中,使试样面超过粉末皿约 2 cm。用光洁的玻璃板覆盖在试样的表面上,压



紧试样,并稍加旋转,移去玻璃板;或用恒压粉体压样器压样。沿水平方向观察试样表面,应无凹凸不平、疵点和斑痕异常情况。

将试样皿置于仪器台上,测定亨特白度值(Wh),读准至0.1;将试样皿在仪器台上旋转90°,测定白度值,读准至0.1;再旋转90°,测定白度值,读准至0.1。三次读数结果极差不得大于0.5。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于1。

6.16 细度的测定

细度($\leq 45\ \mu\text{m}$)测定同 GB/T 1706—2006 中 7.4。



6.17 平均晶粒度测定

6.17.1 仪器

X射线衍射仪:综合稳定度优于1%,测角仪精度优于0.001°。

6.17.2 分析步骤

同 GB/T 19591—2004 中 5.6。

6.18 紫外线透过率测定

紫外线透过率测定方法可按协议方法操作。

7 检验规则

7.1 本标准要求中规定的全部项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的化妆品用二氧化钛为一批,每批产品不超过10 t。

7.3 按 GB/T 6679 中的规定确定采样单元数。采样时将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、型号、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 化妆品用二氧化钛包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用二氧化钛”字样、类别、型号、规格、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的化妆品用二氧化钛都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用二氧化钛”字样、类别、型号、规格、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号及标志、卫生许可证号和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 化妆品用二氧化钛内包装采用聚乙烯薄膜袋或铝塑复合薄膜袋,外包装采用纸箱、纸桶或塑料桶包装。每袋净含量 5 kg、10 kg 或 25 kg。用户对包装有特殊要求时,可供需协商。
- 9.2 化妆品用二氧化钛在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,包装不应受到污损。运输工具应清洁、干燥;不应与有毒有害物品及其他污染物品混运。
- 9.3 化妆品用二氧化钛应贮存在干燥库房处,防止雨淋、受潮。不应与有毒有害物品及其他污染物品混贮。
- 9.4 化妆品用二氧化钛在符合标准包装、运输、贮存条件下,自出厂之日起保质期不少于 24 个月。

