



中华人民共和国国家标准

GB/T 34820—2017

化妆品用原料 乙二醇二硬脂酸酯

Cosmetic ingredients—Glycol distearate

2017-11-01 发布

2018-05-01 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。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：上海奥利实业有限公司、广州星业科技股份有限公司、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人：江志洁、方慧静、袁明、叶建忠、沈敏、康薇、金其璋。



化妆品用原料 乙二醇二硬脂酸酯

1 范围

本标准规定了化妆品用原料乙二醇二硬脂酸酯的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以硬脂酸和乙二醇为原料通过化学合成方法制造的,应用于化妆品珠光剂的乙二醇二硬脂酸酯。

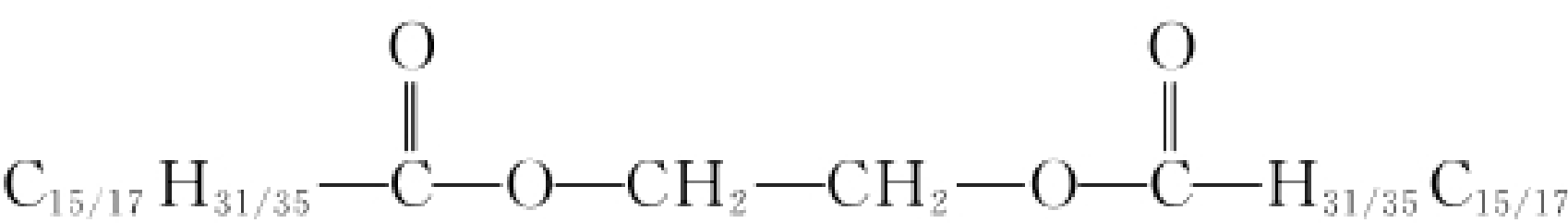
2 规范性引用文件

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 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- 化妆品安全技术规范(国家食品药品监督管理总局)

3 产品化学名称、INCI 名称、分子式、CAS 号、相对分子质量、结构式

化学名称:乙二醇二硬脂酸酯
INCI 名称:Glycol Distearate
分子式: $C_{34/38}H_{66/74}O_4$
CAS 号:91031-31-1
相对分子质量:561.33 (按 2011 年国际相对原子质量)
结构式:



4 要求

乙二醇二硬脂酸酯的理化指标和卫生指标应符合表 1 要求。

表 1 乙二醇二硬脂酸酯的理化指标和卫生指标

项 目		指 标
理化指标	外观	白色至淡黄色固体
	酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤5.0
	乙二醇含量/%	≤1.0
	干燥失重/%	≤1.0
	双酯含量/%	≥80.0
	熔点/℃	58.0~65.0
	皂化值(以 KOH 计)/(mg/g)	190.0~210.0
	碘值/(g/100 g)	≤1.0
卫生指标	汞(Hg)/(mg/kg)	≤1
	铅(Pb)/(mg/kg)	≤10
	砷(As)/(mg/kg)	≤2
	菌落总数/(CFU/g)	≤100

5 试验方法

除非另外说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。滴定用标准溶液按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 要求制备。

5.1 外观

在非直射阳光条件下,取样品进行目测。

5.2 酸值的测定

5.2.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:



- a) 无水乙醇;
- b) 1%酚酞指示剂:1 g 酚酞指示剂溶于 99 g 无水乙醇,溶解搅匀;
- c) 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液:按 GB/T 601 进行配制和标定;
- d) 电子天平:感量 0.000 1 g;
- e) 250 mL 三角烧瓶;
- f) 100 mL 量筒;
- g) 100 mL 烧杯。

5.2.2 操作

称取 15 g(精确至 0.000 1 g)样品,置于 250 mL 三角烧瓶内,加入 100 mL 无水乙醇,在另一空白三角瓶内同时加入 100 mL 无水乙醇,各加入 1 mL 1%酚酞指示剂,加热至沸腾,当溶液的温度高于 70 ℃时,用 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液滴至红色,维持 15 s 不褪色为终点。

5.2.3 结果计算

酸值 X (以 KOH 计),单位为 mg/g,按式(1)计算。

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V ——样品消耗氢氧化钾乙醇溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾乙醇溶液体积,单位为毫升(mL);
- c ——氢氧化钾乙醇标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——样品质量,单位为克(g);
- 56.1——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 1.0%。

5.3 乙二醇的测定

5.3.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 冰乙酸;
- b) 10%碘化钾:10.1 g 碘化钾(含量以 99%计),溶于 89.9 g 水中,溶解搅匀;
- c) 1%淀粉指示剂:1 g 淀粉溶于 99 g 沸水中,并冷却,取上面清液使用;
- d) 2.7 g/L 高碘酸溶液:称取 2.73 g 高碘酸(含量以 99%计)至 1 000 mL 的烧杯中,加入 200 mL 水溶解,再加入 800 mL 冰乙酸,摇匀后保存于棕色试剂瓶中;
- e) 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:按 GB/T 601 进行配制和标定;
- f) 电子天平:感量 0.000 1 g;
- g) 250 mL 碘量瓶;
- h) 100 mL 量筒;
- i) 1 000 mL 烧杯;
- j) 25 mL 移液管。

5.3.2 操作步骤

称取 0.5 g~1.0 g(精确至 0.000 1 g)样品,置于 250 mL 碘量瓶中,用移液管准确移入 25 mL 2.7 g/L 高碘酸溶液,加热使试样溶解,摇动碘量瓶使试样充分混合,用 2 mL~3 mL 的冰乙酸冲洗瓶内壁,在室温下放置 10 min,加入 20 mL 10%碘化钾溶液,立刻用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色,加入 1%淀粉指示剂 1 mL~2 mL,再滴定至溶液蓝色消失为终点。同时做空白试验。试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积与空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积之比应大于 0.78,否则应减少称样量重新测定。

5.3.3 结果计算

乙二醇含量以质量分数(X_1)表示,按式(2)计算。

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 62.07}{m \times 20} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_0 ——滴定空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);



V_1 ——滴定样品消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——样品的质量,单位为克(g);

62.07——乙二醇的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.1%。

5.4 干燥失重的测定

5.4.1 仪器

试验中所用的仪器如下:

- a) 电子天平:感量 0.000 1 g;
- b) 干燥烘箱:精度 0.1 °C;
- c) 称量瓶:40 mm×25 mm(直径×高);
- d) 干燥器。

5.4.2 操作

在恒重的称量瓶中,称取 2.0 g(精确至 0.000 1 g)样品,放入 105 °C±2 °C烘箱中,干燥 3 h,然后放入干燥器中冷却至室温,称重。



5.4.3 计算

干燥失重含量以质量分数(X_2)表示,按式(3)计算。

$$X_2 = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

G_1 ——样品在称量瓶中称重,单位为克(g);

G_2 ——烘干后在称量瓶中称重,单位为克(g);

G_0 ——称量瓶净重,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 1.4%。

5.5 双酯含量的测定

5.5.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 乙酸酐;
- b) 吡啶;
- c) 90%乙醇:90 g 无水乙醇溶于 10 g 水,溶解搅匀;
- d) 乙酰化试剂:乙酸酐:吡啶=1:4(体积比);
- e) 1%酚酞指示剂:1 g 酚酞指示剂溶于 99 g 无水乙醇,溶解搅匀;
- f) 0.5 mol/L 氢氧化钠标准溶液:按 GB/T 601 进行配制和标定;
- g) 电子天平:感量 0.000 1 g;
- h) 水浴锅;
- i) 冷凝管;
- j) 250 mL 磨口三角烧瓶;

- k) 100 mL 量筒；
- l) 5 mL 移液管。

5.5.2 操作

称取 1.5 g(精确至 0.000 1 g)样品,置于 250 mL 磨口三角烧瓶中,用移液管准确移入 5 mL 乙酰化试剂(1 : 4),连接冷凝管(为防止水分从接口处渗入,可在接口处涂少许凡士林或采用其他防水措施),打开冷却水,在 96 °C ~ 100 °C 的水浴中加热 1 h。从冷凝管上口加入 2 mL 蒸馏水,摇匀,再加热 10 min,将三角烧瓶从水浴中取出,冷却至室温,用 50 mL 90%乙醇冲洗冷凝管壁和磨砂接头及锥形瓶内壁,并收集于锥形瓶中。加入 5 滴 1%酚酞指示剂,用 0.5 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈微红色,持续 20 s 不褪色为终点。同时做空白试验。

5.5.3 结果计算

羟值 X_3 (以 KOH 计),单位为 mg/g,按式(4)计算;单酯含量以质量分数(X_4)表示,按式(5)计算;双酯含量以质量分数(X_5)表示,按式(6)计算。

$$X_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} + X \dots\dots\dots(4)$$
$$X_4 = \frac{X_3 - 18.08X_1}{1.79} \dots\dots\dots(5)$$
$$X_5 = 100\% - X_4 - X_2 - X_1 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- V_0 ——滴定空白消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——滴定试样消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 56.1 ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- X ——样品的酸值(以 KOH 计),单位为毫克每克(mg/g);
- m ——样品的质量,单位为克(g);
- X_1 ——样品中乙二醇含量,%;
- X_2 ——样品中干燥失重含量,%;
- 18.08 ——乙二醇含量转换成羟值的系数;
- 1.79 ——乙二醇单硬脂酸酯含量转换成乙二醇单硬脂酸酯羟值的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 1.0%。

5.6 熔点的测定

5.6.1 仪器

试验中所用的仪器如下:

- a) 数字熔点仪,精度 0.1 °C;
- b) 毛细管,外径 $\phi 1.4$ mm,内径 $\phi 1.0$ mm;
- c) 电子天平,感量 0.000 1 g。

5.6.2 操作

5.6.2.1 毛细管填装

取经碾压的乙二醇二硬脂酸酯粉末 0.1 g~0.2 g,堆成小堆,毛细管开口部插入,使装入少量,将毛

细管封口部朝下自由落体冲击桌面,使乙二醇二硬脂酸酯粉末填在封口部,反复多次,高度达 2 mm 即可。

5.6.2.2 测定

开启仪器电源,将预置温度设置在 55 ℃、速率设置在 1 ℃/min,温度到后将装好试样的毛细管插入仪器后,升温运行,读取读数。

5.6.3 结果计算

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.5 ℃。

5.7 皂化值的测定

5.7.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 1%酚酞指示剂:1 g 酚酞指示剂溶于 99 g 无水乙醇,溶解搅匀;
- b) 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液:按 GB/T 601 进行配制和标定;
- c) 0.5 mol/L 盐酸标准溶液:按 GB/T 601 进行配制和标定;
- d) 电子天平:感量 0.000 1 g;
- e) 水浴锅;
- f) 250 mL 磨口三角烧瓶;
- g) 100 mL 量筒;
- h) 100 mL 烧杯;
- i) 20 mL 移液管;
- j) 冷凝管。

5.7.2 操作

称取 2 g(精确至 0.000 1 g)样品,置于 250 mL 三角烧瓶中,用移液管移入 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 20 mL,然后装上冷凝管,置于水浴锅上维持微沸状态 60 min,勿使蒸汽逸出冷凝管。用少量蒸馏水(约 10 mL)冲洗冷凝管壁,趁热取下三角烧瓶,加 1%酚酞指示剂 2 滴~4 滴,以 0.5 mol/L 盐酸标准溶液滴定至红色刚消失为止。同时在相同情况下作一空白试验。

5.7.3 结果计算

皂化值 I_s (以 KOH 计),单位为 mg/g,按式(7)计算。

$$I_s = \frac{(V_0 - V) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——样品消耗盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——样品质量,单位为克(g);

56.1——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 1.0%。

5.8 碘值

5.8.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下：

- a) 四氯化碳或三氯甲烷；
- b) 冰乙酸；
- c) 氢氧化钾；
- d) 氯化碘溶液：称取 16.6 g 氯化碘(含量以 99.8%计)，溶于冰乙酸 1 000 mL 中，溶解搅匀；
- e) 1%淀粉指示剂：1 g 淀粉溶于 99 g 沸水中，冷却，取上面清液使用；
- f) 2.5 mol/L 碘化钾：称取 419.2 g 碘化钾(含量以 99%计)，并加入 2 片氢氧化钾，溶解稀释至 1 L；
- g) 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液：按 GB/T 601 进行配制和标定。
- h) 电子天平：感量 0.000 1 g；
- i) 250 mL 碘量瓶；
- j) 100 mL 量筒；
- k) 100 mL 烧杯；
- l) 25 mL 移液管。

5.8.2 测定步骤

称取 15 g(精确至 0.000 1 g)样品，置于 250 mL 碘量瓶中，加 15 mL 三氯甲烷或四氯化碳，待样品溶解后，准确移入 25 mL 氯化碘或溴化碘溶液，密塞，充分摇匀，在暗处放置 1 h，然后加入 10 mL 2.5 mol/L 碘化钾，100 mL 水，摇匀，用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定剩余的碘，滴定时注意充分摇匀，待溶液变为淡黄色，加 1%淀粉指示剂 1 mL，继续滴定到蓝色消失为终点，同时在相同条件下作一空白试验。

5.8.3 计算

碘值 W_1 以 g/100 g 表示，按式(8)计算。

$$W_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 126.9}{m \times 10}$$

.....(8)

式中：

- V_1 ——空白试验用硫代硫酸钠标液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_2 ——滴定样品耗用硫代硫酸钠标液的体积，单位为毫升(mL)；
- c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- m ——样品质量，单位为克(g)；
- 126.9——碘的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不大于 0.1%。

5.9 汞的测定

按《化妆品安全技术规范》中规定的方法检验。

5.10 铅的测定

按《化妆品安全技术规范》中规定的方法检验。



5.11 砷的测定

按《化妆品安全技术规范》中规定的方法检验。

5.12 菌落总数的测定

按《化妆品安全技术规范》中规定的方法检验。

6 检验规则

6.1 乙二醇二硬脂酸酯由生产厂质量检验部门取样检验,出厂检验项目为:外观、酸值、乙二醇、干燥失重、双酯含量、熔点、皂化值、碘值,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每一批出厂的产品都应有一定格式的质量证书,内容包括出厂检验项目、产品名称、生产厂名称、生产日期或批号、净重、执行标准编号。

6.2 型式检验每年应不少于一次。型式检验的项目为技术要求中的全部项目,有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 当原料、工艺和设备发生重大改变时;
- b) 产品首次投产或停产 6 个月以上恢复生产时;
- c) 生产场所改变时;
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.3 检验结果如有一项不符合标准要求时,应重新自双倍量的包装中取样进行复验,复验结果仍有一项指标不符合标准要求,则整批产品判为不合格。

6.4 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 中有关规定进行,采样量 300 g,分别装入两个洁净、干燥的玻璃瓶中,密封、贴上标签,一瓶供检验,另一瓶作留样备查。

6.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 修约值比较法进行。

6.6 使用单位有权按照本标准的检验规则和试验方法对所收到的该产品进行验收,如有异议需在收到产品十五天内向生产厂提出;当供需双方对产品质量发生异议时,由双方协商解决或请仲裁单位进行仲裁分析,仲裁分析时应按本标准规定的试验方法和检验规则进行。

7 标志、包装、运输、贮存、保质期



7.1 标志

产品销售包装图示标志应按 GB/T 191 执行,标注内容为:产品名称、商标(如有)、保质期(用生产日期、保质期或生产批号、限制使用日期等方式组合表示)、生产者名称、地址、净含量、执行标准号以及根据产品特点所应标注的其他内容。

7.2 包装

产品应密闭包装。

7.3 运输

本产品属于非危险品,运输工具无特殊要求,在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

7.4 贮存

应常温存放在通风、干燥、阴凉的仓库内,应防火。

7.5 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启封的情况下,保质期按销售包装标注执行。

