

ICS 71.100.40
分类号: Y43
备案号: 22716-2008

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2318—2007
代替 QB/T 2318—1997*

本标准与 ISO 11173

本标准等同采用 ISO 11173

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

本标准与 GB/T 2318

牙膏用羧甲基纤维素钠

Carboxymethylcellulose sodium for toothpaste

2007-12-03 发布

2008-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 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—1997《牙膏用羧甲基纤维素钠》的修订。

本标准与QB/T 2318—1997相比，主要变化如下：

- 增加了感官的鉴别指标及检测方法；
- 增加了重金属指标及检测方法；
- 增加了黑点数指标及检测方法；
- 增加了霉菌与酵母菌总数、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌、粪大肠菌群指标及检测方法；
- 修改了鉴别测试方法；
- 修改了指标名称代替度为取代度；
- 修改了黏度指标；
- 修改了取代度指标；
- 修改了砷指标；
- 修改了铁指标；
- 修改了菌落总数指标；
- 增加了中华人民共和国卫生部《化妆品卫生规范》的引用；
- 增加了净含量指标，并按照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》执行。

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、张家港三惠化工有限公司。

本标准主要起草人：杨力江、王芸、邹斌、刘海山、闫青松。

本标准自实施之日起，代替原中国轻工总会发布的轻工行业标准QB/T 2318—1997《牙膏用羧甲基纤维素钠》。

本标准于1997年首次发布，本次为第一次修订。

QB/T 681—1991

QB/T 682—1991

QB/T 683—1991

QB/T 684—1991

QB/T 685—1991

QB/T 686—1991

QB/T 687—1991

QB/T 688—1991

QB/T 689—1991

QB/T 690—1991

QB/T 691—1991

QB/T 692—1991

QB/T 693—1991

QB/T 694—1991

QB/T 695—1991

QB/T 696—1991

QB/T 697—1991

QB/T 698—1991

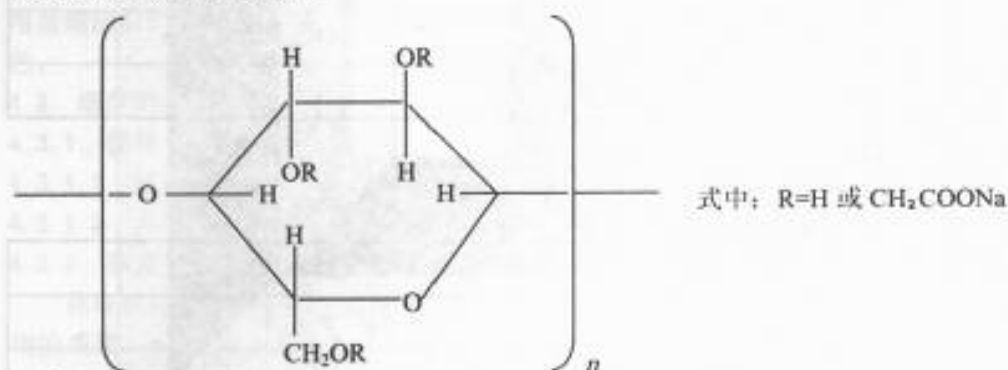
QB/T 699—1991

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、检验规则和标志、包装、运输、贮存、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。该产品在牙膏中用作增稠剂，其结构式如下：



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

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 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—1988 化学试剂 砷测定通用方法（砷斑法）

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 8170 数值修约规则

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 9735—1988 化学试剂 重金属测定通用方法

GB/T 9739—1988 化学试剂 铁测定通用方法

JF 1070—2005 定量包装商品净含量计量检验规则

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，目视无杂质
理化指标	鉴别测试	应通过
	细度 (250 μ m 试验筛通过率) / %	98
	黏度 (2%水溶液) / (mPa·s)	50
	取代度	0.2~1.5
	pH	6.5~8.5

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 杂质、微生物指标

项 目		要 求
杂质指标	水分 / %	\leq 7.0
	氯化物 (以 NaCl 计) 含量 / %	\leq 3.0
	重金属 (以 Pb 计) 含量 / (mg/kg)	\leq 15
	砷 (As) 含量 / (mg/kg)	\leq 3
	铁 (Fe) 含量 / %	\leq 0.02
	黑点数 / (个/g)	\leq 8
微生物指标	菌落总数 / (CFU/g)	\leq 500
	霉菌与酵母菌总数 / (CFU/g)	\leq 100
	大肠菌群 / g	不应检出
	铜绿假单胞菌 / g	不应检出
	金黄色葡萄球菌 / g	不应检出

3.3 净含量

包装产品的净含量应符合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、试验方法所用试剂和制品，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

试样通过目视鉴定应符合感官要求。

4.2 鉴别测试

4.2.1 试剂

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

4.2.1.2 硫酸。

4.2.1.3 氯化钡溶液: 12%。

4.2.1.4 盐酸。

4.2.2 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。

4.2.3 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。

4.3 细度的测试

4.3.1 仪器

4.3.1.1 试验筛: 筛孔尺寸为 250 μ m (60 目)。

4.3.1.2 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。

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

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

4.4.1.1 旋转式黏度计: 测量精度等于或优于 10mPa·s。

4.4.1.2 烘箱: 精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

4.4.1.3 量口瓶: 200mL。

4.4.1.4 恒温水浴: 精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

4.4.2 测定步骤

称取经 105 $^\circ\text{C}$ 烘箱干燥 2h 的试样 2.00g, 置于 200mL 量口瓶中, 加入 98.0g 水, 放置 5h~10h, 在放置过程中充分搅拌使试样全部溶解均匀。将试样溶液放入恒温水浴内, 使试样溶液温度控制在 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$, 然后用旋转式黏度计于 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 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

4.5.1.1 砂芯玻璃过滤坩埚：G2或G3。

4.5.1.2 扁型称量瓶：直径40mm。

4.5.1.3 烘箱：精度±1℃。

4.5.1.4 干燥器。

4.5.1.5 瓷坩埚：40mL。

4.5.1.6 马弗炉：精度±5℃。

4.5.1.7 烧杯：250mL。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 无水乙醇。

4.5.2.2 硫酸标准溶液 0.1mol/L。

4.5.2.3 氢氧化钠标准溶液 0.1mol/L。

4.5.2.4 甲基红指示液：1g/L。

4.5.3 测定步骤

称取试样约 1.5g（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，连续洗滤五次。最后再用无水乙醇洗滤一次。然后将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 20mL～25mL 瓷坩埚中，再将称量瓶称量，两次质量之差即为计算时的试样质量。先把瓷坩埚在电炉上炭化完全，至没有黑色为止，再把瓷坩埚置于高温炉内从室温开始升温灼烧，当温度升至（700±25）℃时，即断开高温炉电源，待温度低于 200℃后，取出瓷坩埚，冷却后把坩埚至于 250mL 烧杯内，加水至约 100mL，准确加入 50mL 硫酸标准溶液，加热，缓缓沸腾 10min，加 2～3 滴甲基红指示液，稍冷，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*，按公式(2)式计算。

$$B = \frac{c_1 V_1 - c_2 V_2}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

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萄糖单元上的羧甲基的平均数目，按公式（3）式计算。

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

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——纤维素葡萄糖酐单元的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
 0.080——纤维素的葡萄糖酐单元每置换上1mmol羧甲基钠(CH₂COONa)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,配有玻璃电极和参比电极。

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 水分的测定

4.7.1 仪器

4.7.1.1 扁形称量瓶:直径40mm。

4.7.1.2 烘箱:精度±1℃。

4.7.1.3 干燥器。

4.7.1.4 天平:精确至0.001g。

4.7.2 测定步骤

称取试样3g~5g(称准至0.001g),置于事先已在105℃烘箱中干燥恒重已知质量的扁形称量瓶中,放入105℃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。

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

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0.35%,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

4.8.1.1 天平:精确至0.001g。

4.8.1.2 锥形瓶:250mL。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 硝酸银标准溶液:0.1mol/L。

4.8.2.2 过氧化氢溶液：30%。

4.8.2.3 无水乙醇。

4.8.2.4 铬酸钾溶液：5%。

4.8.2.5 氢氧化钠溶液：1%。

4.8.2.6 硝酸溶液：5mL浓硝酸，溶于100mL水中。

4.8.2.7 酚酞指示液：1g/L。

4.8.3 测定步骤

称取试样1g(精确至0.001g)，置于250mL锥形瓶中，加入少量无水乙醇润湿，并迅速加入150mL水，5mL过氧化氢溶液，加热至试样全部溶解并缓和煮沸10min，冷却至室温，加入2滴酚酞指示液。如显红色，用稀硝酸溶液中和至刚好显无色；如显无色，则先滴加1%氢氧化钠溶液至显红色，再用稀硝酸溶液中和至刚好显无色，然后加入2mL铬酸钾溶液，用硝酸银标准溶液滴定至刚刚出现砖红色沉淀。滴定时注意剧烈摇荡。

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。

$$X_3 = \frac{0.05844 \times c \times V}{m} \times 100 \quad (5)$$

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——NaCl的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔(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 重金属含量的测定

按GB/T 9733—1988的方法测定。

4.10 砷含量的测定

通常可按GB/T 608.1—1988的方法测定；仲裁检验则按《化妆品卫生规范》进行。

4.11 铁含量的测定

按GB/T 9739—1988的方法测定。

4.12 黑点数的测定

4.12.1 仪器

4.12.1.1 平面玻璃：10cm×10cm。

4.12.1.2 40目筛：4纸。

4.12.2 测定步骤

称取试样20g，充分混匀，平铺在干净无污痕的白纸上，用洁净的平面玻璃压平(试样与玻璃的接触面积为100cm²)，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，并记数)，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 。

4.12.3 结果的表示和计算

试样中的黑点含量 X ，按公式(6)计算。

$$X = \frac{N}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

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)。

4.13 微生物指标

按《化妆品卫生规范》进行。

4.14 净含量检验

净含量检验按 JJF 1070—2005 中规定的方法检验。

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应超过生产厂每班的产量。按物料单元数目按 GB/T 6678—2003 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取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

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) 较长时间停产后再恢复生产时;
- 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,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—2000 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

本产品运输或贮存时，应放在清洁、干燥的场所，不应与有毒物质混装，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

在符合本标准包装和储运的条件下，产品自生产之日起保质期为二年。