

T/GDCA

广东省化妆品学会团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

化妆品用原料 胶态硫

Cosmetic ingredients-colloidal sulfur



（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

广东省化妆品学会 发布

化妆品用原料 胶态硫

1 范围

本文件规定了胶态硫的基本信息、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及保质期。

本文件适用于以硫磺为原料，通过使用包裹材料对硫磺进行包裹形成稳定结构的包裹体，作为皮肤调理剂、祛痘剂等用于各类化妆品中。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 6682 分析实验室用水规格和实验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/Z 42353 Zeta电位测定操作指南
- 《化妆品安全技术规范》
- 《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

胶态硫 colloidal sulfur

使用包裹材料通过物理包裹的微粒硫磺，包裹材料包括但不限于阿拉伯树胶、黄原胶、小核菌胶、刺云实胶、胶原蛋白或其他高分子材料。胶态硫由50%-85%硫磺，15%-50%包裹材料组成。

4 质量指标

4.1 感官指标

应符合表1的规定。

表1 感官指标

项目	要求
性状	粉末
外观	浅黄色至黄色，符合规定色泽
气味	带有硫特征气味，符合规定气味

4.2 理化指标

应符合表 2 的规定。

表2 理化指标

项目	要求
干燥失重	$\leq 3\%$
硫含量	限定硫含量 $\pm 5\%$
粒径	$\leq 55 \mu\text{m}$

4.3 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表3 微生物指标

项目	要求
菌落总数, CFU/g	≤ 500
霉菌和酵母菌总数, CFU/g	≤ 100
铜绿假单胞菌, CFU/g	不得检出
金黄葡萄球菌, CFU/g	不得检出
耐热大肠菌群, CFU/g	不得检出

4.4 重金属指标

应符合表 4 的规定。

表4 重金属指标

项目	要求
铅, mg/kg	≤ 10
砷, mg/kg	≤ 2
汞, mg/kg	≤ 1
镉, mg/kg	≤ 5
铁, mg/kg	≤ 10

4.5 稳定性指标

应符合表5的规定。

表5 稳定性指标

项目	要求
包封率	30 个样本中, 1 级 $\leq$ 2 例
Zeta 电位(绝对值)	≥ 30 mV

5 实验方法

5.1 试验试剂和用水要求

本文件所用试剂和水, 在没有注明其它要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准溶液、制剂及制品。参引《中华人民共和国药典》的, 均按《中华人民共和国药典》的规定制备。《中华人民共和国药典》方法外的试剂配制方法参照GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603方法配制标定。

5.2 感官指标

取约50 g被测样品置于无色透明的容器中, 在自然光下观察色泽、性状, 鉴别气味。

5.3 干燥失重

按照《中华人民共和国药典》规定的方法测定。

5.4 硫含量测定

按照附录A规定的方法测定。

5.5 粒径测定

按照《中华人民共和国药典》三部 0982 粒度和粒度分布测定法测定样品D90的粒径分布。

5.6 微生物指标

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。

5.7 重金属指标

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。其中, 铁元素按照《中华人民共和国药典》四部 0412 电感耦合等离子体质谱法进行测定。

5.8 包封率测定

按照附录B规定的方法进行测定。

5.9 Zeta 电位

按照GB/Z 42353 中规定的方法进行测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

由生产厂质量检验部门取样检验。出厂检验项目包括性状、外观、气味、干燥失重、硫含量、菌落总数、霉菌和酵母菌总数, 生产厂应保证每批出厂的产品都符合本文件的要求。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、生产日期和批号、有效日期、净重、执行标准编号。

6.2 组批

以同一原料、同一生产线、同一班次生产的同一规格，具有同一性质质量的产品为一批。

6.3 型式检验

型式检验每年不少于1次。型式检验项目为本文件技术要求的全部项目。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- 当原料、工艺和设备发生重大改变时；
- 产品首次投产或停产 6 个月以上恢复生产时；
- 生产场所改变时；
- 相关监督管理机构提出进行型式检验的要求时。

6.4 抽样

抽样按GB/T 6678和GB/T 6680中有关规定进行，对产品进行抽样，分为两份，密封包装，一份用于检验，一份用于留样。

6.5 检验结果

检验结果的判定按GB/T 8170规定的数值修约值比较法进行。

6.6 判定规则

检验结果若有1项不符合标准要求，应重新自双倍量的包装中取样进行复验，复验结果仍有1项指标不符合标准要求，即整批产品判定为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及保质期

7.1 标志

产品销售包装图示标志应按GB/T 191规定执行，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、限期使用日期等方式组合表示）、生产厂名称、地址、净含量、执行标准编号以及根据产品特点所应标注的其他内容。

7.2 包装

应避光、避高温，包装不直接接触金属材料。

7.3 运输

运输工具应清洁、卫生、干燥，不与其他有毒、有害、有异味等物质混运，在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

7.4 贮存

应贮存在卫生、干燥、避光处。

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，保质期为两年。

附录 A

(规范性)

硫含量测定方法(氧瓶燃烧法)

A.1 原理

硫及硫的化合物在高温下与氧气反应生成二氧化硫,随后通过过氧化氢溶液吸收转化为硫酸,吸收液以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定,根据氢氧化钠的消耗量来计算硫含量。

A.2 试剂

A.2.1 过氧化氢吸收液:过氧化氢质量分数2%

A.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液:0.0979 mol/L

A.2.3 酚酞指示液:酚酞质量分数1%

A.3 实验步骤:

在PVC薄膜中心位置加垫1-2张无灰滤纸片,称取适量样品(精确至0.1 mg),滴加在小滤纸片上;用PVC薄膜完全包裹小滤纸片。外层再用无灰滤纸完全包好。燃烧瓶内加入5 mL过氧化氢吸收液和10 mL蒸馏水,并将瓶口用水润湿,急速通氧1 min(通气管应接近液面,使瓶内的空气排尽),立即用表面皿覆盖瓶口,点燃包有样品的滤纸尾部,迅速插入燃烧瓶中,用手按紧瓶塞,立即用少量水封闭瓶口;待燃烧完毕,将燃烧瓶用水冷却,并充振摇使生成的烟雾完全吸入吸收瓶中,瓶壁应呈透明状。开启瓶塞,用少量水冲洗瓶塞,铂丝部分及瓶内壁,再加入50 mL水;将燃烧瓶煮沸3 min,冷却至室温,加2滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准液滴定至溶液呈粉红色,并保持30 s。同时进行空白试验。

A.4 结果计算

$$W(S) = \frac{(V_2 - V_1) \times C \times 0.5 \times 32.1 \times 1000}{m} \times 100 \quad (\text{A.1})$$

式中:

V_2 : 空白消耗的氢氧化钠溶液体积, mL;

V_1 : 样品消耗的氢氧化钠溶液体积, mL;

C : 氢氧化钠溶液的浓度, mol/L;

m : 样品质量, g;

32.1: 硫的相对分子质量。

附录 B
(规范性)
定性测试包封率（斑贴法）

B.1 样品准备

- B.1.1 测试样品：将10 g的胶态硫，1 g的 Aristoflex silk溶于89 g的去离子水中，完全分散均匀。
B.1.2 对照样品：1%的Aristoflex silk溶液。

B.2 实验步骤

选用面积不超过50 mm²、深度约1 mm的合格斑试器材。将受试物放入斑试器小室内，用量约为0.020 g-0.025 g，对照孔为1%Aristoflex silk溶液。将加有受试物的斑试器用低致敏胶带贴敷于受试者的背部或前臂曲侧，用手掌轻压使之均匀地贴敷于皮肤上，持续24 h。分别于去除受试物斑试器后30 min（待压痕消失后）、24 h和48 h按表B.1标准观察皮肤反应。并记录观察结果。

B.3 结果判定

结果判定的皮肤封闭型斑贴试验皮肤反应分级标准见表B.1。

表B.1 皮肤封闭型斑贴试验皮肤反应分级标准

反应程度	反应等级	皮肤反应临床表现
-	0	阴性反应
±	1	可疑反应，仅有微弱红斑
+	2	弱阳性反应（红斑反应）；红斑、浸润、水肿、可有丘疹
++	3	强阳性反应（疱疹反应）；红斑、浸润、水肿、丘疹、疱疹；反应可超出受试区
+++	4	极强阳性反应（融合性疱疹反应）；明显红斑、严重浸润、水肿、融合性疱疹；反应超出受试区

B.4 试验结果判定

30个样本中，1级不良反应不超过2例，则判定为包封率符合要求。