ICS 71.100.70
Y 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 33306—2016

化妆品用原料　D-泛醇

Cosmetic ingredients—D-panthenol

2016-12-13 发布　　2017-07-01 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

刮涂层 查真伪

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:亿帆鑫富药业股份有限公司、上海市日用化学工业研究所、北京宝洁技术有限公司、苏州世谱检测技术有限公司。

本标准主要起草人:金文究、姜伟林、余建新、汪军、沈汉军、王春霞、马田梅、白彦兵、钱茵、卢剑。

化妆品用原料　D-泛醇

1　范围

本标准规定了化妆品用原料 D-泛醇的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于由 D-泛解酸内酯(包括微生物酶法或化学法制得 D-泛解酸内酯)和 3-氨基丙醇反应制得的化妆品用原料 D-泛醇。

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 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 613　化学试剂　比旋光本领(比旋光度)测定通用方法

GB/T 614　化学试剂　折光率测定通用方法

GB/T 6283　化工产品中水分含量的测定　卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6680　液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

GB/T 9741　化学试剂　灼烧残渣测定通用方法

化妆品安全技术规范

3　化学名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和化学结构式

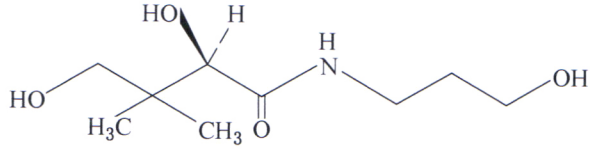
化学名称:D-(+)-2,4-二羟基-N-(3-羟丙基)-3,3-二甲基丁酰胺

CAS 号:81-13-0

分子式:$C_9H_{19}NO_4$

相对分子质量:205.25(按 2011 年国际相对原子质量)

化学结构式:



4　要求

感官、理化和卫生指标应符合表 1 的规定。

表 1　感官、理化和卫生指标

指标名称		指标要求
感官指标	外观	无色或淡黄色，粘稠吸湿性液体
	气味	具有轻微的特有气味
理化指标	鉴别	通过试验
	含量(以干基计)/%	98.0～102.0
	比旋光度(以干基计)/($[\alpha]_D^{20}$)	+29.0°～+31.5°
	折光率/($[n]_D^{20}$)	1.495～1.502
	3-氨基丙醇/%	≤1.0
	水分/%	≤1.0
	灼烧残渣/%	≤0.1
卫生指标	铅/(mg/kg)	≤10
	砷/(mg/kg)	≤2
	汞/(mg/kg)	≤1
	菌落总数/(CFU/g)	≤100
	霉菌和酵母菌总数/(CFU/g)	≤10

5　试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。本试验所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。本标准的检测结果按 GB/T 8170 规定的修约值比较法执行。

5.1　感官指标

5.1.1　外观

取试样 25 mL，置于比色管中，于自然光线下采用目测的方法观察其色泽及外观形态。

5.1.2　气味

取试样 25 mL，置于比色管中，封闭一段时间后，嗅其气味。

5.2　理化指标

5.2.1　鉴别

5.2.1.1　鉴别一(仲裁法)

5.2.1.1.1　仪器

仪器包括：

a)　电子天平：感量 0.000 1 g；

b) 滴管；
c) 烘箱；
d) 计时钟；
e) 红外光谱仪。

5.2.1.1.2 试剂

试剂包括：
a) 无水乙醇；
b) 溴化钾盐片。

5.2.1.1.3 操作程序

精密称取 50 mg 试样到 10 mL 容量瓶中，用无水乙醇溶解并且稀释至刻度，作为试样溶液。然后取上述试样溶液 0.5 mL 逐渐滴到溴化钾盐片上，在 100 ℃～105 ℃下烘该样品盐片 15 min。然后进行红外检测，所得图谱应与 D-泛醇标准红外谱图一致。

D-泛醇标准红外谱图参见图 A.1。

5.2.1.2 鉴别二

5.2.1.2.1 试剂

试剂包括：
a) 氢氧化钠溶液(1 mol/L)；
b) 硫酸铜溶液(12.5%)；
c) 盐酸溶液(1 mol/L)；
d) 盐酸羟胺；
e) 氯化铁溶液(9%)；
f) 10%试样水溶液：精密称取 1 g 试样到 10 mL 容量瓶中，用水溶解至刻度；
g) 1%试样水溶液：精密称取 0.25 g 试样到 25 mL 容量瓶中，用水溶解至刻度。

5.2.1.2.2 仪器

仪器包括：
a) 水浴锅；
b) 计时钟；
c) pH 计。

5.2.1.2.3 操作步骤

由以下两部分组成：
a) 鉴别 A

取 1 mL 10%试样水溶液加 5 mL 氢氧化钠溶液(1 mol/L)和 1 滴硫酸铜溶液(12.5%)，强烈振摇，应显深蓝色。

b) 鉴别 B

取 1 mL 1%试样水溶液加 1 mL 盐酸溶液(1 mol/L)，水浴加热 30 min，冷却，加 0.1 g 盐酸羟胺，混和，加 5 mL 氢氧化钠溶液(1 mol/L)，放置 5 min，用盐酸溶液(1 mol/L)调 pH 值至 2.5～3.0，加 1 滴氯化铁溶液(9%)，应显紫红色。

5.2.2 含量

按附录 B 规定的方法进行检验。

5.2.3 比旋光度

5.2.3.1 仪器

5.2.3.1.1 电子天平：感量 0.000 1 g。

5.2.3.1.2 旋光仪：可读准至 0.01°。

5.2.3.1.3 旋光管：其长度的测量精度为±0.1 mm。

5.2.3.1.4 容量瓶：50 mL。

5.2.3.2 操作程序

准确称取试样约 2.0 g～3.0 g(精确至 0.000 1 g)，用水溶解，转移至 50 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。按 GB/T 613 规定进行检验。按式(1)进行计算：

$$[\alpha]_D^{20}=\frac{50\times(\alpha-\alpha_0)}{L\times m\times(1-X)} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$[\alpha]_D^{20}$ ——20 ℃时，用钠光谱 D 线波长测定时试样的比旋光度，单位为度(°)；

50 ——试样稀释到 50 mL，单位为毫升(mL)；

α ——测得的旋光度，单位为度(°)；

α_0 ——水的空白旋光度，单位为度(°)；

L ——旋光管的长度，单位为分米(dm)；

m ——试样的称样量，单位为克(g)；

X ——试样的水分，%。

注：X 的值见 5.2.6 的计算结果。

5.2.4 折光率

按 GB/T 614 规定的方法测定。

5.2.5 3-氨基丙醇

按附录 C 规定的方法进行检验。

5.2.6 水分

精密称取试样 1.0 g～2.0 g(精确至 0.000 1 g)，按 GB/T 6283 中规定的方法测定。

5.2.7 灼烧残渣

精密称取试样 1.0 g～2.0 g(精确至 0.000 1 g)，按 GB/T 9741 中规定的方法测定。

5.3 卫生指标

铅、砷、汞、菌落总数、霉菌和酵母菌总数按《化妆品安全技术规范》中规定的方法检验。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本标准要求中规定的外观、气味、鉴别、含量、比旋光度、折光率、3-氨基丙醇、水分、灼烧残渣 9 个项目为出厂检验项目。出厂检验应在型式检验合格的有效期内方为有效。

6.2 型式检验

若发生下列情况之一时，应进行型式检验，型式检验项目为本标准要求中的所有项目，包括卫生指标和感官、理化指标：

a) 正常生产情况下每年应不少于一次检验；
b) 设备或工艺更改时；
c) 生产场地转移时；
d) 产品停产六个月及以上后恢复生产时；
e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.3 采样方法

按 GB/T 6680 中的规定进行采样和确定采样单元数。检验取 3 份试样，其中 1 份作试样检测，另 2 份密封后保存以备复查。

6.4 复检

若检验结果不符合本标准要求，应重新加倍取样检验，复验结果如仍有不符合本标准要求的项目，则整批产品判定为不合格品。复验结果如符合本标准要求，则整批产品判定为合格品。

7 标志、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标志

7.1.1 化妆品用原料 D-泛醇包装应采用鲜明的标签。标签的内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用原料 D-泛醇”字样、规格、净含量、商标、生产批号或生产日期、贮存条件、本标准编号。

7.1.2 每批出厂的化妆品用原料 D-泛醇，都应附有质量证明书，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用原料 D-泛醇”字样、规格、净含量、商标、生产批号或生产日期、贮存条件、保质期、生产许可证号、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7.2 包装、运输、贮存和保质期

7.2.1 包装

产品应装入适当的包装容器内，密封。每件包装量可根据用户的要求而定。包装应符合运输和贮存的规定。

7.2.2 运输

产品在运输过程中应避免日晒雨淋、受潮，搬运装卸应小心轻放，严禁碰撞，防止包装破损，严禁与有毒有害或其他有污染的物品以及具有氧化性的物质混装、混运。

7.2.3 贮存

产品应密封贮存，防止日晒、雨淋、受潮，严禁与有毒有害的物品混贮。

7.2.4 保质期

在规定的运输和贮存条件下，产品包装完整和未经启封的情况下，保质期为36个月。

附 录 A
（资料性附录）
D-泛醇标准红外谱图

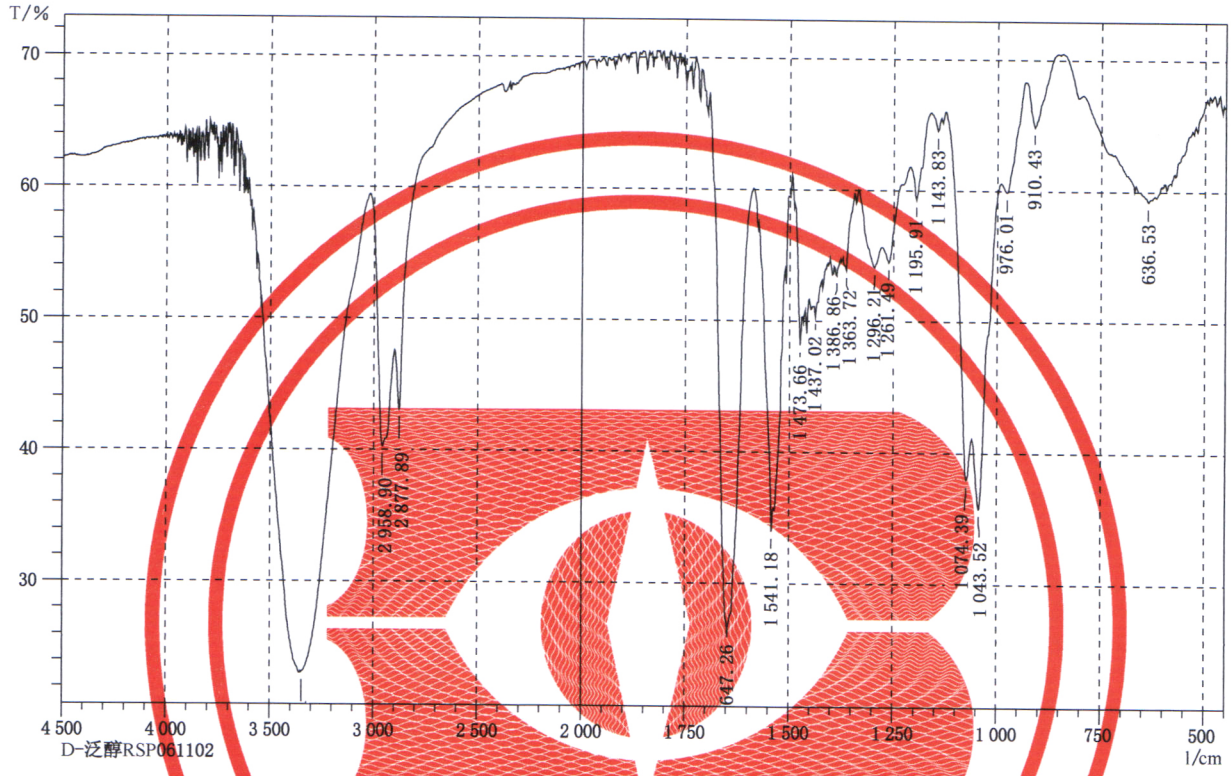


图 A.1 D-泛醇标准红外谱图

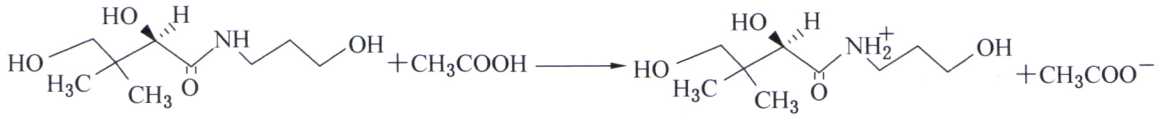
附 录 B
（规范性附录）
D-泛醇含量

B.1 方法原理

本分析方法采用非水溶液滴定法。以冰乙酸为溶剂，在过量的高氯酸-冰醋酸溶液中 D-泛醇与高氯酸参与反应，然后用结晶紫指示液作为指示剂，用邻苯二甲酸氢钾溶液滴定剩余的高氯酸，从而得出 D-泛醇消耗的高氯酸的量，再从消耗的高氯酸的量来计算出 D-泛醇的含量。

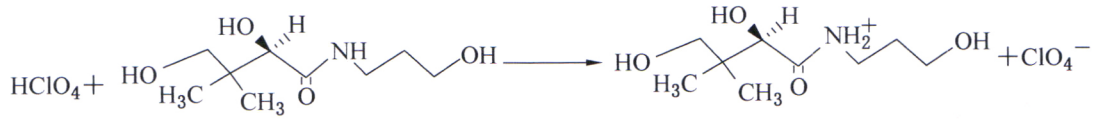
高氯酸-冰醋酸溶液中 D-泛醇与高氯酸反应式：

$$HClO_4+CH_3COOH \longrightarrow CH_3COOH_2^+ + ClO_4^-$$



$$CH_3COOH_2^+ + CH_3COO^- \longrightarrow 2CH_3COOH$$

前三步方程式合并后：



从上述反应方程式看，高氯酸把质子给了溶剂，而溶剂又把质子给了 D-泛醇，冰醋酸作为溶剂来说，并没有任何变化，只是起了质子的传递作用。

高氯酸与邻苯二甲酸氢钾反应式：

$$HOOCC_6H_4COOK+HClO_4 \longrightarrow HOOCC_6H_4COOH+KClO_4$$

B.2 仪器

B.2.1 电子天平：感量 0.000 1 g。

B.2.2 烘箱。

B.2.3 水浴锅。

B.2.4 容量瓶：1 000 mL。

B.2.5 烧瓶：250 mL。

B.2.6 移液管：50 mL。

B.2.7 配有冷凝管的回流装置。

B.2.8 滴定管。

B.3 试剂

B.3.1 高氯酸溶液：$c[HClO_4]$约 0.1 mol/L。

B.3.2 冰乙酸。

B.3.3 结晶紫指示液：取结晶紫 0.5 g，加冰醋酸 100 mL 使溶解，摇匀即得。

B.3.4 邻苯二甲酸氢钾溶液：准确称取 20.42 g(精确至 0.000 1 g) 105 ℃干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾，加冰乙酸溶解(必要时可在水浴上温热以帮助溶解，注意勿使吸收水分)，转移至 1 000 mL 容量瓶中，冷却至室温，补加冰乙酸至刻度。配制成浓度为 0.1 mol/L 的邻苯二甲酸氢钾溶液。

B.4 操作程序

准确称取试样约 0.4 g～0.6 g(精确至 0.000 1 g)，置 250 mL 烧瓶中，准确加入 50 mL 高氯酸溶液(0.1 mol/L)。装上磨口的玻璃冷凝管，加热回流 5 h。放冷，注意勿使空气中水分进入冷凝管。用冰乙酸淋洗冷凝管，洗液并入烧瓶。加 5 滴结晶紫指示液，用邻苯二甲酸氢钾溶液(0.1 mol/L)滴定至蓝绿色为终点。同时作空白。

B.5 结果计算

D-泛醇的含量 X_1(以干基计，以质量分数表示，数值以%计)，按式(B.1)计算：

$$X_1 = \frac{C \times (V_2 - V_1) \times 0.205\ 3}{m \times (1 - X)} \times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (B.1)$$

式中：

X_1 ——D-泛醇的含量，%；

C ——邻苯二甲酸氢钾溶液的浓度，单位为摩尔每升或毫摩尔每毫升(mol/L 或 mmol/mL)；

V_1 ——滴定试样消耗的邻苯二甲酸氢钾溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——滴定空白消耗的邻苯二甲酸氢钾溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

X ——试样的水分，%；

0.205 3——与 1.00 mL 高氯酸标准溶液[$c(HClO_4)=1$ mol/L]相当的以克表示的 D-泛醇的质量，单位为克每毫摩尔(g/mmoL)。

计算结果保留一位小数。

注：X 的值见 5.2.6 的计算结果。

B.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.5%，取其算术平均数为计算值。

附 录 C
（规范性附录）
3-氨基丙醇含量

C.1 仪器

C.1.1 电子天平：感量 0.000 1 g。
C.1.2 容量瓶：100 mL。
C.1.3 烧瓶：50 mL。
C.1.4 酸式滴定管。

C.2 试剂

C.2.1 无水乙醇。
C.2.2 溴麝香草酚蓝。
C.2.3 硫酸标准溶液：$c[H_2SO_4]$约 0.05 mol/L 。
C.2.4 溴麝香草酚蓝指示液：用乙醇水溶液（乙醇：水＝50：50 体积比）溶解 100 mg 溴麝香草酚蓝到 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，如有必要可以过滤。

C.3 操作程序

准确称取试样约 5.0 g～7.0 g（精确至 0.000 1 g），置 50 mL 烧瓶中，加 10 mL 水溶解，加溴麝香草酚蓝指示液 10 滴，用 0.05 mol/L 硫酸标准溶液滴定至呈黄色为终点。

C.4 结果计算

3-氨基丙醇含量按式（C.1）计算：

$$X_3 = \frac{c \times V \times 0.15}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots (C.1)$$

式中：
X_3 ——试样中 3-氨基丙醇的含量，%；
c ——硫酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升或毫摩尔每毫升（mol/L 或 mmol/mL）；
V ——滴定试样消耗的 H_2SO_4 标准溶液的量，单位为毫升（mL）；
m ——试样的质量，单位为克（g）；
0.15——与 1.00 mL 硫酸标准溶液[$c(H_2SO_4)$＝1 mol/L]相当的以克表示的 3-氨基丙醇的质量，单位为克每毫摩尔（g/mmoL）。
计算结果保留一位小数。

C.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.05%，取其算术平均数为计算值。