

团体标准

T/CAFFCI 75—2024

化妆品用原料 奥克立林

Cosmetic ingredients - Octocrylene

2024-3-14 发布

2024-3-14 实施

中国香料香精化妆品工业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国香料香精化妆品工业协会提出并归口。

本文件起草单位：黄冈美丰化工科技有限公司、湖北美凯化工有限责任公司、黄石市食品药品检验检测中心、湖北师范大学、湖北理工学院。

本文件主要起草人：刘建军、徐文立、高胜明、曾诚、刘豪、刘家富、汪璐、李益莉、陶爱荣、汪敦佳、殷国栋、王志刚、陈春宏、翁小林、万小攀。



化妆品用原料 奥克立林

1 范围

本文件规定了化妆品用原料奥克立林的感官指标、理化指标等要求，描述了相应的术语和定义、基本信息、试验方法，规定了检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期的内容。

本文件适用于采用化学合成法制备而成的，在化妆品中作为防晒剂的奥克立林。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
QB/T 1684 化妆品检验规则
JJF 1070 定量包装产品净含量计算检验规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本信息

中文名称：奥克立林

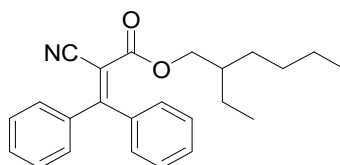
INCI名称：Octocrylene

分子式： $C_{24}H_{27}NO_2$

CAS号：6197-30-4

相对分子质量：361.48

化学结构式：



5 技术要求

感官、理化指标见表1。

表 1 感官、理化指标

项目		要求
感官指标	性状	本品为透明黄色粘性液体
理化指标	鉴别	紫外-可见分光光度法鉴别：303 nm 波长处，样品溶液吸收系数与标准品溶液吸收系数相差不超过 3.0% 气相色谱法鉴别：样品溶液主峰保留时间与标准溶液主峰保留时间一致
	相对密度（25℃）	1.045-1.055
	折光率（20℃）	1.561-1.571
	酸度/（0.1mol/L）NaOH/g	≤0.18 mL
	含量/%	95.0-105.0
	杂质/%	单个最大杂质≤0.5 总杂质≤2.0
	二苯甲酮/%	≤0.02

6 试验方法

本标准中除另外说明外，所有试剂均为分析纯，所用水符合GB/T 6682中的三级水。

6.1 采样

根据每批总件数n计算抽样件数，n≤3时，逐件取样；3<n≤300时，按 $\sqrt{n}+1$ 随机取样；n>300时，按 $\frac{\sqrt{n}}{2}+1$ 随机取样。

6.2 感官指标判定

性状：取试样在室温和非阳光直射下目测观察。

6.3 理化指标判定

6.3.1 鉴别测试

6.3.1.1 紫外-可见分光光度计鉴别

6.3.1.1.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- a) 紫外-可见分光光度计：按照《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0401 紫外-可见分光光度法对仪器进行校验；
- b) 分析天平：感量0.1 mg；
- c) 100 mL容量瓶；
- d) 2 mL单标线移液管；
- e) 光程10 mm比色皿；
- f) 甲醇；
- g) 奥克立林标准品（ $C_{24}H_{27}NO_2$ ，CAS号：302776—68—7）。

6.3.1.1.2 溶液配制

溶液配制如下：

- a) 标准溶液配制：准确称取0.125 g奥克立林标准品于100 mL容量瓶中，加甲醇稀释到刻度，混匀，用2 mL单标线移液管移取此溶液至100 mL容量瓶中，用甲醇稀释到刻度，摇匀；
- b) 样品溶液配制：准确称取0.125 g样品于100 mL容量瓶中，加甲醇稀释到刻度，混匀，用2 mL单标线移液管移取此溶液至100 mL容量瓶中，用甲醇稀释到刻度，摇匀。

6.3.1.1.3 操作过程

将样品溶液（25 $\mu\text{g/mL}$ 甲醇溶液）与标准溶液（25 $\mu\text{g/mL}$ 甲醇溶液）置于光程10 mm比色皿中，在303 nm波长处检测吸光度分别为 $A_{\text{样}}$ 和 $A_{\text{标}}$ ，计算其吸收系数相差不差过3.0%，按公式（1）（2）（3）计算结果：

样品吸光系数计算：

$$E_{\text{样}} = \frac{A_{\text{样}} \times 50}{m_{\text{样}}} \quad \text{公式（1）}$$

式中： $E_{\text{样}}$ ：样品吸收系数；

$A_{\text{样}}$ ：样品吸光度；

$m_{\text{样}}$ ：样品质量，g；

50：稀释倍数；

标准品吸光系数计算：

$$E_{\text{标}} = \frac{A_{\text{标}} \times 50}{m_{\text{标}}} \quad \text{公式（2）}$$

式中： $E_{\text{标}}$ ：标准品吸收系数；

$A_{\text{标}}$ ：标准品吸光度；

$m_{\text{标}}$ ：标准品质量，g；

50：稀释倍数；

样品与标准品吸光系数差值计算：

$$\frac{\text{公式（1）} - \text{公式（2）}}{\text{公式（2）}} \times 100\% \quad \text{公式（3）}$$

6.3.1.2 气相色谱法鉴别

6.3.1.2.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- a) 气相色谱仪：符合《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0521 气相色谱仪法要求；

- b) 分析天平：感量0.1 mg；
- c) 10 mL容量瓶；
- d) 丙酮；
- e) 奥克立林标准品（ $C_{24}H_{27}NO_2$ ，CAS号302776—68—7）；
- f) 氦气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- g) 氢气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- h) 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

6.3.1.2.2 溶液配制

溶液配制如下：

- a) 标准溶液：准确称取0.21 g奥克立林标准品于10 mL容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，混匀；
- b) 样品溶液：准确称取0.21 g样品于10 mL容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，混匀。

6.3.1.2.3 色谱条件

色谱条件如下：

- a) 色谱柱：60 m*0.32 mm*0.25 μ m，填料：二甲基聚硅氧烷（或其他类似等效色谱柱）；
- b) 检测器：FID；
- c) 进样口温度：300 $^{\circ}$ C；
- d) 检测器温度：300 $^{\circ}$ C；
- e) 柱温：程序升温（见表2）；
- f) 载气：氦气；
- g) 色谱柱流速：6 mL/min；
- h) 燃气（氢气）流量：30 mL/min；
- i) 空气流量：300 mL/min；
- j) 进样量：1 μ L；
- k) 分流比：30：1；
- l) 采集时间：60min。

表2 柱温 程序升温

初始温度 ($^{\circ}$ C)	升温速率 ($^{\circ}$ C/min)	终止温度 ($^{\circ}$ C)	终温保持时间 (min)
80	4	280	10

6.3.1.2.4 操作步骤

在6.3.5 含量的测定下记录的色谱图中，样品溶液主峰的保留时间与标准溶液主峰的保留时间一致。

6.3.2 相对密度测定

按《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0601中 第一法（比重瓶法）或第三法（振荡型密度计法）执行。

6.3.3 折光率测定

按《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0622 折光率测定法执行。

6.3.4 酸度的测定

6.3.4.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- a) 分析天平：感量 0.1 mg；
- b) 锥形瓶；
- c) 量筒；
- d) 移液管；
- e) 微量滴定管：10 mL（分度值 0.05 mL）；
- f) 乙醇；
- g) 氢氧化钠；
- h) 10 g/L 酚酞指示液：按《中华人民共和国药典》（2020 年版）第四部试液 8002 制备；
- i) 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液：按 GB/T 601 的方法配制。

6.3.4.2 操作过程

依照《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0713 脂肪与脂肪油测定法执行，具体操作如下：

取60 mL的乙醇至锥形瓶中，加入1 mL 10 g/L酚酞指示液，用0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈稳定的粉红色。称取6 g样品溶解在上述溶液中，用0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，在振摇30s后仍显淡粉色，即为终点，记录消耗的0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积，并按照公式（4）计算酸度。

6.3.4.3 结果计算

$$\text{酸度} = \frac{VC}{m \times 0.1}$$

公式（4）

式中：V—消耗的0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m—试样的质量，g；

C—氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，mol/L；

0.1—0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液，将氢氧化钠标准滴定溶液的浓度换算成倍数，mol/L。

6.3.5 含量的测定

6.3.5.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- a) 气相色谱仪：符合《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0521 气相色谱仪法要求；
- b) 液体自动进样器；
- c) 分析天平：感量0.1 mg；
- d) 10 mL容量瓶；
- e) 丙酮；
- f) 奥克立林标准品（ $C_{24}H_{27}NO_2$ ，CAS号：302776—68—7）；
- g) 氦气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- h) 氢气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- i) 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

6.3.5.2 溶液配制

溶液配制如下：

- a) 标准溶液：准确称取0.21 g奥克利林标准品于10 mL容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，混匀；
- b) 样品溶液：准确称取0.21 g样品于10 mL容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，混匀。

6.3.5.3 色谱条件

见 6.3.1.2.3.

6.3.5.3 系统适应性要求

系统适应性要求如下：

- a) 标准溶液主峰与相邻峰分离度 ≥ 1.5 ；
- b) 标准溶液主峰峰面积相对标准偏差（RSD%） $\leq 2.0\%$ 。

6.3.5.4 操作过程与计算

依照《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则 0521 气相色谱法执行进样，用公式（5）计算含量：

$$X_u = \frac{R_u}{R_s} \times \frac{C_s}{C_u} \times X_s \quad \text{公式（5）}$$

式中： X_u —样品的含量，%；

R_u —样品溶液中主峰峰面积；

R_s —标准溶液中主峰峰面积；

C_s —标准溶液浓度，mg/mL；

C_u —样品溶液浓度，mg/mL；

X_s —标准品的含量，%。

6.3.6 杂质测定

6.3.6.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- a) 气相色谱仪，符合《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0521 气相色谱仪法要求；
- b) 液体自动进样器；
- c) 分析天平，0.1 mg；
- d) 10 mL容量瓶；
- e) 丙酮；
- f) 氦气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- g) 氢气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- h) 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

6.3.6.2 样品溶液配制

准确称取0.21 g样品于10 mL容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，混匀。

6.3.6.3 色谱条件

见6.3.1.2.3。

6.3.6.4 操作过程

按照“6.3.5 含量测定”进行操作，记录样品溶液中单个最大杂质和总杂质的峰面积，用面积归一法公式（6）计算杂质峰面积占样品总峰面积百分比：

$$\frac{R_{U_{\text{杂}}}}{R_T} \times 100\% \quad \text{公式 (6)}$$

式中： $R_{U_{\text{杂}}}$ —样品溶液中单个最大杂质或总杂质峰面积；

R_T —样品溶液中所有峰峰面积总和。

6.3.7 二苯甲酮测定

6.3.7.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- 气相色谱仪，符合《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0521 气相色谱仪法要求；
- 液体自动进样器；
- 分析天平：感量0.1 mg；
- 100 mL容量瓶；
- 丙酮；
- 二苯甲酮标准品（ $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}$ ，CAS号：119-61-9）；
- 氦气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- 氢气：体积分数不小于99.999%的高纯气体；
- 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

6.3.7.2 标准溶液配制

准确称取0.05 g二苯甲酮标准品至100 mL容量瓶中，用丙酮定容至刻度，混匀。

6.3.6.3 色谱条件

见6.3.1.2.3。

6.3.7.2 操作过程及计算

在“6.3.5 含量测定”检测完成后，进一针二苯甲酮标准溶液（500 $\mu\text{g/mL}$ 丙酮溶液），确定二苯甲酮的保留时间，记录“6.3.5 含量测定”样品溶液中的二苯甲酮峰面积，用面积归一法公式（7）计算样品中二苯甲酮峰面积占样品总峰面积的百分比：

$$\frac{R_{U_{\text{二苯甲酮}}}}{R_T} \times 100\% \quad \text{公式 (7)}$$

式中： $R_{U_{\text{二苯甲酮}}}$ —样品溶液中二苯甲酮峰面积；

R_T —样品溶液中所有峰峰面积总和。

7 净含量

按JJF 1070执行。

8 检验规则

按QB/T 1684执行。

9 标志、包装、运输、贮存、保质期

9.1 标志

按GB/T 191规定执行，产品基础包装上应表明产品名称、批号、数量、生产日期、生产商、生产地址、储存期等。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

产品采用干燥洁净的高压聚乙烯塑料桶或PVF钢桶包装，每桶净含量为25 kg、200 kg、1000 kg，或根据用户要求包装。

9.3 运输

本产品运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

9.4 贮存

干燥、通风、密封、避光、室温。

9.5 保质期

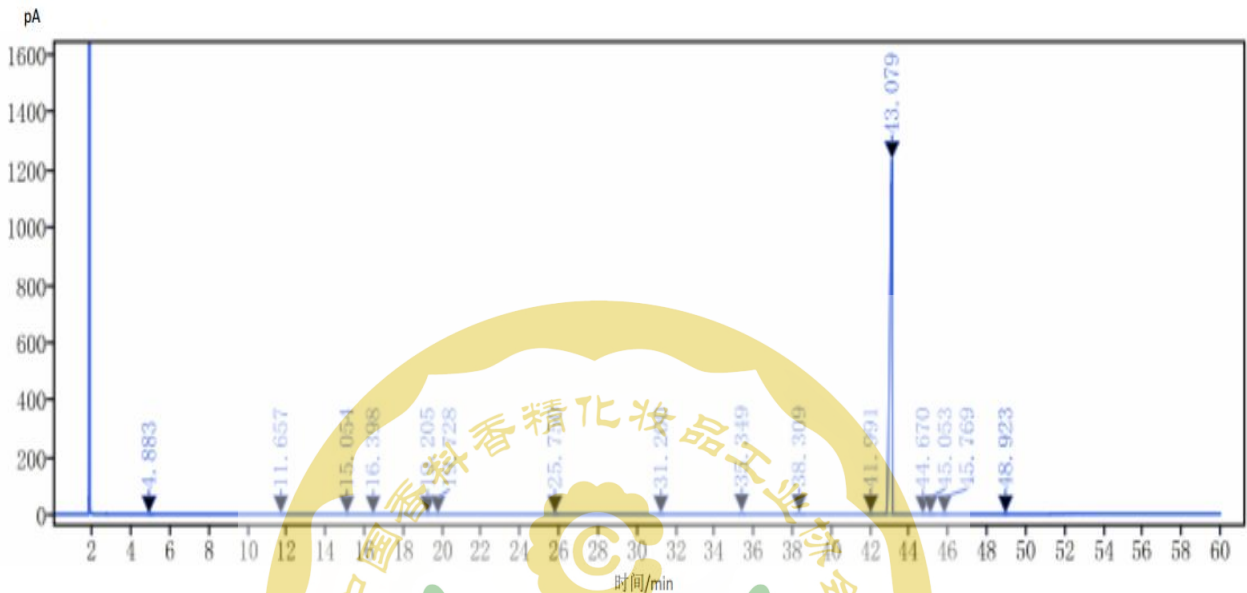
符合本标准的运输和贮存条件，包装完整、未经启封的情况下，保质期两年。



附录 A
(资料性)

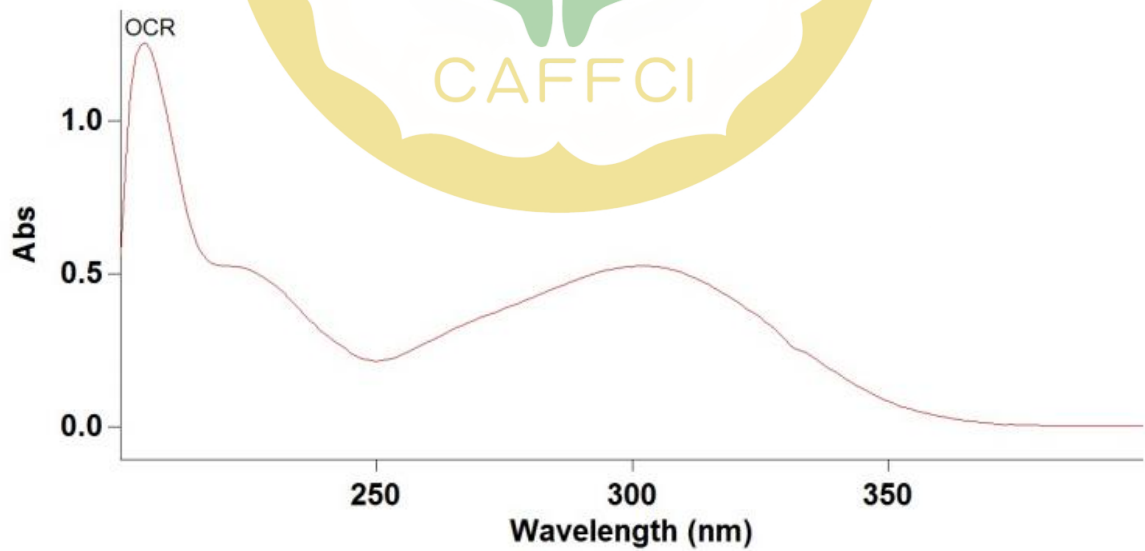
奥克利林标准品气相色谱、紫外-可见分光光度图谱和二苯甲酮标准品气相色谱图谱

A. 1 奥克利林标准品气相色谱图谱见图 A. 1。



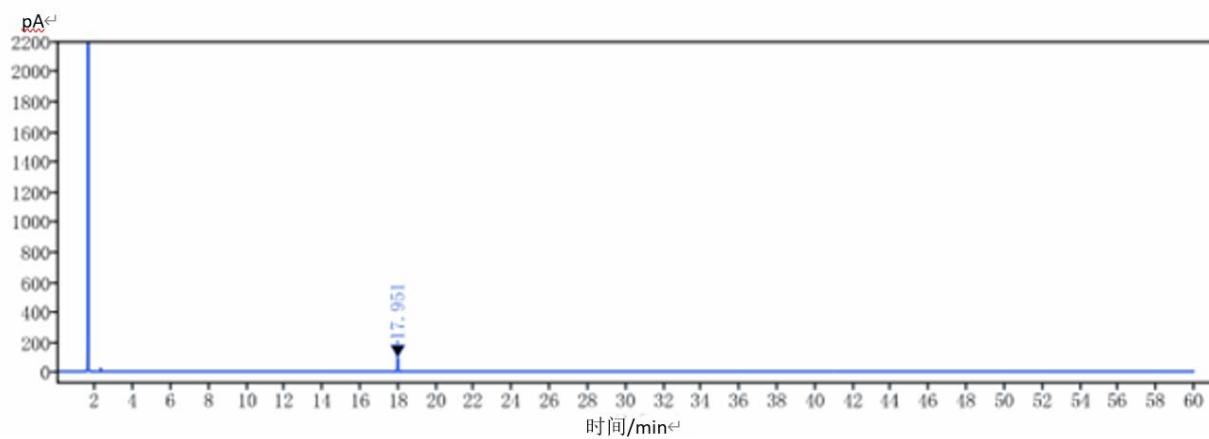
图A. 1 奥克利林标准品气相色谱图谱

A. 2 奥克利林标准品紫外-可见分光光度图谱见图 A. 2。



图A. 2 奥克利林标准品紫外-可见分光光度图谱

A.3 二苯甲酮标准品气相色谱图谱



图A.3 二苯甲酮标准品气相色谱图谱



参考文献

- [1] 《化妆品安全技术规范》（2015年版）（国家食品药品监督管理总局公告 2015 年第 268 号）
 - [2] 《中华人民共和国药典》（2020年版）
-

