

团 体 标 准

T/CAFFCI 77—2024

化妆品用原料 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯

Cosmetic ingredients – Diethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate

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：曾诚、刘建军、刘豪、徐文立、卢忠勇、程莹、程文春、张贤达、张晶、余新启、高胜明、洪皓、翁小林、陈春宏、吴炜。



化妆品用原料 二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯

1 范围

本文件规定了化妆品用原料二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯的感官指标、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二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯。

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 22295 透明液体颜色测定方法(加德纳色度)
- 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：二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯

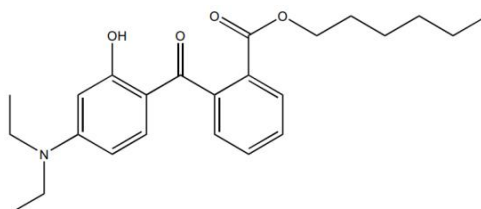
INCI名称：Diethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate

分子式： $C_{24}H_{31}NO_4$

CAS号：302776—68—7

相对分子质量：397.51

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	本品为白色至浅鲑鱼色结晶粉末，微弱气味
理化指标	鉴别（紫外-可见分光光度法）	最大吸收波长 352 nm-356 nm
	吸收系数	E_{354} : 910-940
	加德纳色度	≤ 8.2
	纯度/%	≥ 98.0

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， $n \leq 3$ 时，逐件取样； $3 < n \leq 300$ 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，鼻闻。

6.3 理化指标判定

6.3.1 紫外-可见分光光度法鉴别

6.3.1.1 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) 1 mL单标线移液管；
- e) 光程10 mm比色皿；
- f) 无水乙醇；

6.3.1.2 样品溶液配制

准确称取0.1 g样品，用无水乙醇溶解并定容至100 mL，混匀，用1 mL单标线移液管移取1 mL此溶液于100 mL容量瓶中，用无水乙醇稀释定容至刻度，混匀。

6.3.1.3 操作过程

依照《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0401 紫外-可见分光光度法执行，具体操作如下：

开启紫外-可见分光光度计，预热30min，校验仪器合格后，对空白溶液（无水乙醇）进行扫描，将样品溶液（10 μg/mL乙醇溶液）置于光程10 mm比色皿中，在波长200 nm—400 nm区间进行扫描，扣除空白后的最大吸收波长为352 nm—356 nm。

6.3.2 吸收系数测定

6.3.2.1 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) 1 mL单标线移液管；
- e) 光程10 mm比色皿；
- f) 无水乙醇；

6.3.2.2 样品溶液配制

准确称取0.1 g样品，用无水乙醇溶解并定容至100 mL，混匀，用1 mL单标线移液管移取1 mL此溶液于100 mL容量瓶中，用无水乙醇稀释定容至刻度，混匀。

6.3.2.3 操作过程

依照《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则0401 紫外-可见分光光度法执行，具体操作如下：

开启紫外-可见分光光度计，预热30min，校验仪器合格后，检测空白溶液（无水乙醇）吸光度，将样品溶液（10 μg/mL乙醇溶液）置于10 mm样品池中，在354 nm波长处测定吸光度A（仪器自动扣除空白），按照公式（1）计算吸收系数。

$$E_{354} = \frac{A \times 100}{m}$$

公式（1）

式中： E_{354} —样品吸收系数；

100—稀释倍数；

A—样品溶液在354nm波长处，10 mm的层液厚度下的吸光度；

m—样品质量, g。

6.3.3 加德纳色度测定

6.3.3.1 仪器和材料

仪器和材料如下：

- a) 色度仪：满足GB/T 22295要求；
- b) 分析天平：感量0.01 g；
- c) 烘箱；

- d) 50 mL烧杯;
- e) 比色皿。

6.3.3.2 操作过程

称取10 g-15 g样品于50 mL烧杯中,在70 °C下熔化成液体(保温时间不超过30min),将熔化后的样品转移到比色皿中,至于色度仪中进行检测。

6.3.4 纯度的测定

6.3.4.1 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) 二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准品($C_{24}H_{29}NO_4$, CAS号:302776-68-7):二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯样品在生产中经过进一步提纯得到,仅用于检测仪器与方法的适用性;
- 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。

6.3.4.2 溶液配制

溶液配制如下:

- a) 标准溶液:准确称取0.5 g二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准品于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0.5 g二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯样品于10 mL容量瓶中,用丙酮溶解并定容至刻度,混匀。

6.3.4.3 色谱条件

色谱条件如下:

- a) 色谱柱:30 m*0.25 mm*0.1 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:320 °C;
- d) 检测器温度:320 °C;
- e) 柱温:程序升温(见表2);
- f) 载气:氮气;
- g) 色谱柱流速:0.8 mL/min;
- h) 燃气(氢气)流速:45 mL/min;
- i) 空气流速:450 mL/min;
- j) 进样量:1 μ L;
- k) 分流比:62.5:1;
- l) 采集时间:30min。

表 2 柱温 程序升温

初始温度 (℃)	升温速率 (℃/min)	终止温度 (℃)	终温保持时间 (min)
150	10	320	13

6.3.4.4 系统适应性

- a) 标准溶液主峰与相邻峰分离度≥1.0;
- b) 标准溶液主峰峰面积相对标准偏差 (RSD%) ≤2.0%。

6.3.4.5 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, 用面积归一法公式 (2) 计算纯度:

$$\frac{R_U}{R_T} \times 100\%$$

式中: R_U —样品溶液中二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯峰面积;
 R_T —样品溶液中所有峰峰面积总和。

公式 (2)

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双层聚乙烯内膜袋热封包装, 外包装纸板桶或全纸桶, 每桶净含量为25kg, 或根据用户要求包装。

9.3 运输

本产品在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

9.4 贮存

干燥、通风、密封、避光、阴凉。

9.5 复验期

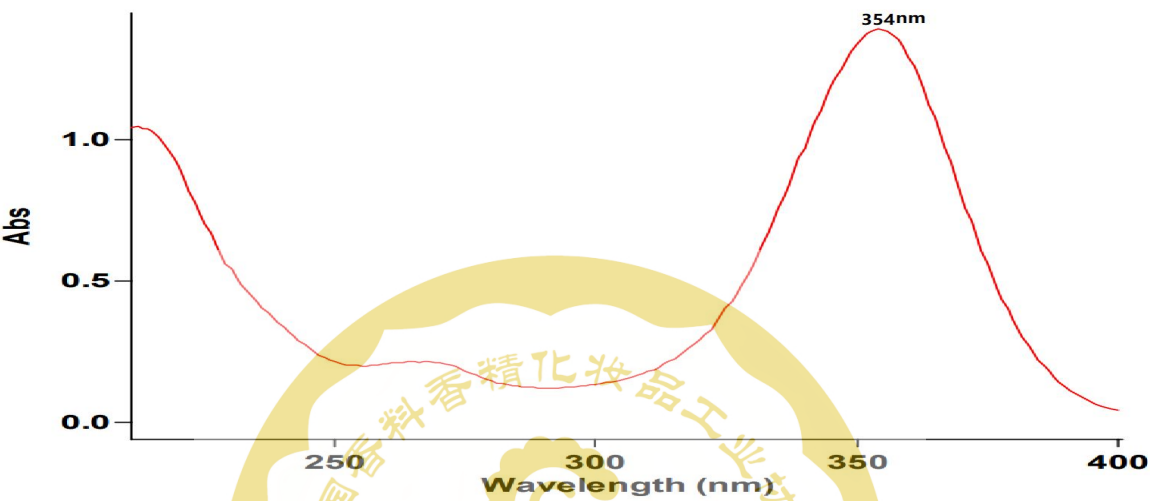
符合本标准的运输和贮存条件，包装完整、未经启封的情况下，保质期两年。



附录 A
(资料性)

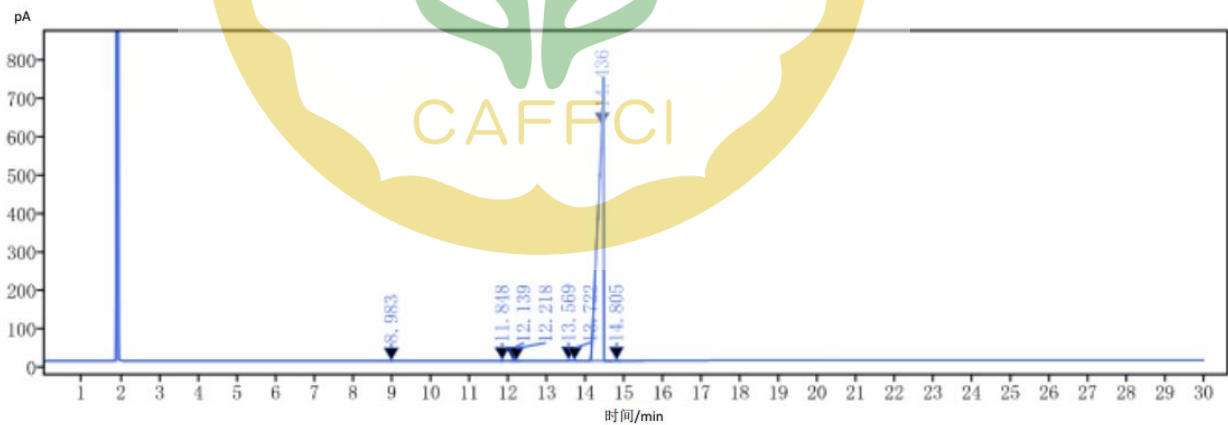
二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准物质的紫外-可见分光光度、气相色谱图谱

A.1 二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准物质紫外-可见分光光度图谱见图 A.1。



图A.1 二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准物质紫外-可见分光光度图谱

A.2 二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准物质气相色谱图谱见图 A.2。



图A.2 二乙氨基苯甲酰基苯甲酸己酯工作标准物质气相色谱图谱

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）

