

团 体 标 准

T/FDCA 001—2021

替代T/FDCA 001—2018

化妆品包装材料中可迁移荧光增白剂的测定

Determination of migratable fluorescent whitening agents in cosmetic packaging materials

2021-01-28 发布

2021-01-28 实施

福建省日用化学品商会 发 布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 测试方法概述.....	1
5 试剂.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 试验步骤.....	2
8 结果判定.....	3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2020 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由福建省日用化学品商会（FDCA）提出并归口。

本标准起草单位：嘉文丽（福建）化妆品有限公司、泉州市倍斯豪日用品有限公司。

本标准主要起草人：林建平、苏国勇、陈琳琳。

本标准本文件为及其所代替文件的版本为 T/FDCA 001-2018。

化妆品包装材料中可迁移荧光增白剂的测定

1 范围

本标准规定了化妆品包装材料中可迁移性荧光增白剂的定性检测方法。
本标准适用于化妆品包装材料中可迁移性荧光增白剂的测定。

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 27741 纸和纸板 可迁移性荧光增白剂的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可迁移荧光增白剂 migratable fluorescent whitening agents

在规定试验条件下,化妆品包装材料中可迁移荧光增白剂转移到提取溶液中的部分。

4 测试方法概述

用碱性提取液(乙腈、水和三乙胺的体积比为 40:60:1)超声提取化妆品包装材料试样中的荧光增白剂,经定性滤纸过滤,将滤液置于比色管中,在波长 365 nm 的紫外分析仪中,观察试样滤液是否有荧光现象,以此来定性试样中是否有可迁移性荧光增白剂。

5 试剂

除非另有规定,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的三级水。所用试剂和材料在紫外灯下应无荧光现象。

5.1 乙腈(C_2H_3N)。

5.2 三乙胺($C_6H_{15}N$)。

5.3 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$)。

5.4 碱性提取液:按乙腈-水-三乙胺(40+60+1)混合,混匀即可。

5.5 荧光增白剂 OB 标准品($C_{28}H_{18}N_2O_2$): 2,2-(4,4'-二苯乙烯基)双苯并恶唑, CAS 号 1533-45-5,纯度 $\geq 99.0\%$ 。

6 仪器和设备

- 6.1 暗箱式三用紫外分析仪：波长 365 nm。
- 6.2 剪刀。
- 6.3 超声波清洗器。
- 6.4 棕色容量瓶：100 mL。
- 6.5 分析天平：精度分别为 0.001 g 和 0.0001 g。
- 6.6 锥形瓶：100 mL。
- 6.7 比色管：20 mL。
- 6.8 玻璃漏斗。
- 6.9 烧杯：100 mL。
- 6.10 定性滤纸。

注：所有直接接触试样的仪器与设备在紫外灯下应无荧光现象。

7 试验步骤

7.1 标准工作液配制

7.1.1 标准储备液 1 (50 $\mu\text{g/mL}$)：准确称取 OB 标准品约 0.0050 g (精确到 0.0001 g) 于 100 mL 烧杯中，加入 25 mL 乙酸乙酯，将烧杯置于超声波中超声溶解后，转移至 100 mL 棕色容量瓶中，并用乙酸乙酯定容至刻度，摇匀备用。

注：在-18 $^{\circ}\text{C}$ 以下于黑暗处保存，有效期为90天。

7.1.2 标准储备液 2 (5 $\mu\text{g/mL}$)：准确移取 10.0 mL 标准储备液 1 于 100 mL 棕色容量瓶中，并用乙酸乙酯定容至刻度，摇匀备用。

注：在-18 $^{\circ}\text{C}$ 以下于黑暗处保存，有效期为90天。

7.1.3 标准工作液 (0.20 $\mu\text{g/mL}$)：准确移取 4.0 mL 标准储备液 2 于 100 mL 棕色容量瓶中，用碱性提取液 (5.4) 定容至刻度，摇匀备用。

注：于4 $^{\circ}\text{C}$ 左右避光保存，有效期为15天。

7.2 取样

取样过程应戴洁净无荧光现象的塑料或乳胶手套，避免试样受到污染。

7.3 试样制备

7.3.1 对于与化妆品内容物直接接触的试样，如塑料瓶、内盖、袋 (纸袋、塑料袋、复合袋)、盒 (塑纸盒、塑料盒)、软管 (塑料软管、复合软管) 等，从试样中随机取 5 个同批次的产品。

7.3.2 对于需要确证实验的试样，称取 10.000 g（精确到 0.001 g），剪成约 5 mm×5 mm 的小块，备用。如不能立即检测，应装在干净的聚乙烯塑料袋中，在室温下避光保存。

7.4 荧光增白剂的直接测定

将试样置于紫外分析仪暗箱中，接通电源，打开 365 nm 光源开关。观察试样是否有明显的蓝色或紫色荧光。如试样出现多处不连续小斑点状荧光，或试样有荧光现象但不明显时，则需继续执行 7.5 操作步骤，进行确证实验。

7.5 荧光增白剂的确证

7.5.1 试样溶液的制备

准确称取剪成小块的试样 2.0 g（精确至 0.001 g）于 100 mL 烧杯中，于避光状态下（要求照度小于 20 Lux）加入 100 mL 碱性提取液（5.4），于 50 °C 下超声提取 40 min。提取结束后冷却至室温，将提取液通过装有定性滤纸的玻璃漏斗过滤到 100 mL 锥形瓶中。每个试样进行两次平行测定。

7.5.2 空白试验

以 2.0 g 水代替试样，其余操作按照 7.5.1 步骤进行。

7.5.3 荧光增白剂的测定

分别取 10 mL 标准工作液、试样溶液及空白溶液于 20 mL 比色管中，将比色管置于紫外分析仪暗箱中，接通电源，打开 365 nm 光源开关。观察试样溶液是否比空白溶液有明显的蓝色或紫色荧光。

8 结果判定

荧光增白剂的直接测定实验：如果 5 个样品中有任何 1 个呈现出荧光现象，则判定该试样中有可迁移荧光增白剂，否则判定该试样中无可迁移荧光增白剂。

荧光增白剂的确证实验：如果试样的平行试验均无明显荧光现象，则判定该试样中无可迁移荧光增白剂，如平行试验均有明显荧光现象，则判定该试样中有可迁移荧光增白剂。

如果平行试验的试样溶液与 0.20 μg/mL 标准工作液对比时，只有一个试样溶液的荧光现象明显，则需要重新进行平行试验，如重新试验后平行试验均无明显荧光现象，则判定该试样中无可迁移荧光增白剂，否则判定该试样中有可迁移荧光增白剂。