

团 体 标 准

T/CAFFCI 49-2021

日用纳微缓释香精

2021-11-15 发布

2021-11-15 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。

本文件负责起草单位：上海香料研究所、上海应用技术大学、广东铭康香精香料有限公司

本文件主要起草人：肖作兵、牛云蔚、周如隼、刘军华、杨斌、吴焕清、何洛强



日用纳微缓释香精

1 范围

本标准规定了日用纳微缓释香精的术语和定义、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及保质期。

本标准适用于对各种类型的日用纳微缓释香精的质量进行分析评价。

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 111540 香料相对密度的测定

GB/T 14454.2 香料香气评定法

GB/T 19077-2016 粒度分布 激光衍射法

GB/T 19627-2005 粒度分析 光子相关光谱法

GB/T 22731-2017 日用香精

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 日用纳微缓释香精

由日用香料和辅料按一定配方调制而成具有一定缓释功效的混合物,辅料需符合日化相关标准要求。

3.2 缓释香精

利用物理、化学等手段增强香精稳定性,使其具有缓慢释放效果的香精。

3.2.1 纳米缓释香精

颗粒平均粒径在100 nm以下的缓释香精。

3.2.2 纳微缓释香精

颗粒平均粒径在100 nm至1 μm范围内的缓释香精。

3.2.3 微米缓释香精

颗粒平均粒径在1 μm至100 μm范围内的缓释香精。

3.3 粒径

本标准采用球体模型假设，因此计算得到的颗粒粒度以等同球体直径表示。采用光子相关光谱法测定时，平均粒径为调谐强度；采用激光衍射法测定时，平均粒径为体积。

3.4 芯材

在缓释香精中，被囊壳所包覆的部分。

3.5 壁材

在缓释香精中，在芯材外部，起到包覆作用的囊壳。

3.6 包埋率

被壁材包埋的香精质量与最初加入需要包埋的香精初始质量的百分比。

3.7 香精含量

也称香精装载量或载香量，是指缓释香精中的香精质量与整个缓释香精质量的百分比。缓释香精中香精含量一般在10%以上。

3.8 试样

从所抽取的样品中取出供检验用的样品。

3.9 对照品

企业技术部门会同有关部门/人员对样品进行检定和评香，确定为检验用标准样品。

4 要求

4.1 原料要求

日用纳微缓释香精使用的各种香料应符合GB/T 22731-2017 日用香精的规定。

4.2 色状

符合同一型号对照品的色状要求。

4.3 香气

符合同一型号对照品的特征香气要求。

4.4 理化指标

应符合表1的规定。

表 1 理化指标

项目	纳米缓释香精	纳微缓释香精	微米缓释香精	检验方法
相对密度 (25 °C/25 °C或20 °C /20 °C)	$D_{\text{标样}} \pm 0.010$			GB/T 11540
包埋率	>70%			附录A中A.1
粒径	$\leq 100 \text{ nm}$	$\geq 100 \text{ nm}, \leq 1 \text{ }\mu\text{m}$	$\geq 1 \text{ }\mu\text{m}, \leq 100 \text{ }\mu\text{m}$	附录A中A.2
香精含量	>10%			附录A中A.1
重金属 (以Pb计) 含量/ (mg/kg)	≤ 10			GB 5009.74
砷 (以As计) 含量/ (mg/kg)	≤ 3			GB 5009.76
注: 相对密度、粒径、原液稳定性、千倍稀释液稳定性为出厂检验项目, 型式检验为全项目检验项目, 每年进行一次。				

5 检验规则

5.1 日用纳微缓释香精应由生产厂质量检验部门负责检验, 生产厂应保证出厂产品都符合本标准的要求, 每批出厂产品都应附有质量合格证书, 另外应以书面形式告知客户该香精在加香产品或指定产品中的最高用量。色状、香气、相对密度、粒径、包埋率、香精含量为出厂检验项目, 型式检验为全项目检验, 每年进行一次。

5.2 验收单位有权按照本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本标准的要求, 每一批号做一次验收, 不同批号分别验收。

5.3 取样方法: 每批的包装单位 1 个~2 个, 全抽; 3 个~100 个抽取 2 个; 100 个以上增加部分再抽取 3%。用取样器从每个包装单位中均匀抽取试样 50 mL~100 mL, 将所抽取的试样全部置于混样器内充分混匀, 分别装入两个清洁、干燥、密闭的惰性容器中, 避光保存。容器上贴标签, 注明: 生产厂名、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期, 一瓶作检验用, 另一瓶留存备查。

5.4 如验收结果中有一项指标不符合本标准要求时, 可会同生产厂重新加倍抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格, 则该批产品不能验收。

5.5 当供需双方对产品质量发生异议时, 可由双方协议解决或由法定检验机构进行仲裁。

6 标志、包装、运输、贮存、保质期

6.1 标志

产品包装外应注明: 产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期和保质期、标准编号 及相关标志, 并应符合有关部门的规定。顾客如有特殊要求, 可与生产厂另订协议。

6.2 包装

日用纳微缓释香精应装于清洁无杂味的玻璃瓶、聚乙烯硬塑料瓶或桶、镀锌铁桶、镀塑铁桶、铝桶内，或按顾客要求包装。

6.3 运输

在运输过程中应轻装轻卸，防止日晒雨淋，不得与有毒、有害物质混装、混运，并应符合有关部门的规定。

6.4 贮存

本产品应贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内，避免杂气污染，远离火源。

6.5 保质期

在符合规定的贮运条件、包装完整、未经启封的情况下，根据具体产品的特性，由生产企业确定保质期为半年至三年。



附录 A 试验方法

试验方法

A.1 包埋率、香精含量的测定方法

采用热重分析的方法对缓释香精的香精包埋率和香精含量的测定方法。

A.1.1 将制备好的缓释香精悬浊液放置在 5℃ 冰箱、静置 24 h；将制备好的缓释香精悬溶液/乳液进行冷冻干燥。

A.1.2 将得到的固形物进行过滤后，再用适当的有机溶剂洗涤沉淀三次，除掉表面未包埋的香精。

A.1.3 将洗净的固形物采用冷冻干燥机在 -56℃、24 Pa 条件下进行冷冻干燥 24 h，得到干燥的缓释香精样品 (M_1 克)。同时将壁材空白样品进行冷冻干燥以作对比。

A.1.4 准确称取大约 7 mg 干燥好的缓释香精样品，采用热重分析仪进行热重分析，温度范围从室温到 600℃，升温速率采用 10℃/min，在样品热解过程中通入高纯氮，氮气流速 20 mL/min，得到从室温到壁材分解前的热失重 $W_1\%$ 。然后，将干燥空白样品进行热重分析，得到从室温到壁材分解前的热失重 $W_2\%$ 。

A.1.5 计算二者热失重差值，即为缓释香精中的香精含量 LC ， $LC = W_1\% - W_2\%$ 。

A.1.6 计算香精的包埋率 EE ， $EE = \frac{M_1 \times LC}{M_0} \times 100\%$ ，式中 M_0 为最初加入需要包埋的香精初始质量。

A.2 粒径的测定方法

制备好的样品，经适合的介质分散后循环通过灯泡光束或其他适合光源的光路。被测粒子在光路中造成光散射，光检测器阵列捕获散射光并将其转成电信号，用微处理器对这些信号进行分析。这些信号按适当的方法进行处理换算成粒径分布。

对于粒径范围从几个纳米至大约 1 μm 的颗粒，由 GB/T 19627-2005 粒度分析 光子相关光谱法确定。对于粒径范围为 0.1 μm 至 3 mm 的颗粒，由 GB/T 19077-2016 粒度分布 激光衍射法确定。

A.3 缓释效果的表征方法

使用配有金属氧化传感器的电子鼻对缓释香精的香气及缓释性能进行表征研究。制备 2 g 样品装在 10 mL 顶空样品瓶中，并用硅橡胶盖盖住放入顶空系统的自动取样器中。每个样品瓶在 50℃ 条件下以 500 rpm 的速率振荡 6 min。以 150 mL/min 的速率携带顶层气体 2 mL 注入电子鼻中。采集速率：1 s/次、采集时间：120 s、注射体积：2000 μL。通过电子鼻传感器响应值的变化值来表征缓释香精的缓释效果。