



中华人民共和国国家标准

GB 19877.3—2005

GB 19877.3—2005

GB 19877.3—2005

A.2.2 N-(4-氯苯基)-N-(3,4-二氯苯基)脲的测定

称取试样约 1 g(精确至 0.001 g),置于 50 mL 烧杯中,加入 N,N-二甲基乙酰胺(A.1. e)10 mL 充分混合,用烧结玻璃漏斗抽滤。将 3 mL 滤液在蒸气浴或电热板上蒸干,将剩余物用乙醇 10 mL~20 mL 溶解并定量转移到 100 mL 容量瓶中,用乙醇充满至刻度并摇匀。移取 4.0 mL 此液到另一个 100 mL 容量瓶中,加入浓氨水 4.0 mL,用乙醇充满至刻度并摇匀。另称取 TCC(A.1. h)约 0.04 g(精确至 0.000 1 g),用乙醇溶解,定量转移至 1000 mL 容量瓶中,用乙醇充满至刻度摇匀。移取此液 4.0 mL 到 100 mL 容量瓶中,加浓氨水(A.1. f)4.0 mL,用乙醇充满至刻度摇匀,用分光光度计在 264 nm 处测定试样溶液、标准溶液和空白溶液的吸光度,按式(A.2)计算样品中 TCC 的质量百分含量:

$$TCC(\%) = \frac{(B_u - B_b) \times W_s \times 100}{3 \times (B_s - B_b) \times W_o} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

B_u ——试样溶液的吸光度;

B_b ——空白溶液的吸光度;

W_s ——标准物 TCC 的质量,单位为克(g);

B_s ——标准物 TCC 溶液的吸光度;

W_o ——试样的质量,单位为克(g)。

注:参看 A.2.1 中的注,所有新鲜溶液当天配制。当皂中同时含有三氯新和 TCC 时,制备三氯新标准溶液,称取 0.04 g 三氯新(精确至 0.000 1 g)(W_{s1}),用乙醇溶解,定量转移至 1000 mL 容量瓶中,用乙醇充满至刻度摇匀。移取该液 4.0 mL 至 100 mL 容量瓶中,再加入 4.0 mL 浓氨水,用乙醇充满至刻度摇匀。当其他数据测定好后,在 264 nm 处测定此三氯新溶液的吸光度(B_{s1}),皂中三氯新的吸光度(B_c)按式(A.3)计算:

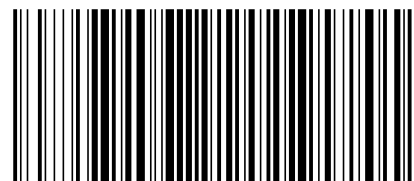
$$B_c = \frac{3 \times W_o \times Y \times (B_{s1} - B_b)}{W_{s1}} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中 Y 为 A.2.1 中测得的皂中三氯新的质量百分含量; W_{s1} 为本注中三氯新的质量。含三氯新和 TCC 的皂块中的 TCC 质量百分含量按式(A.4)计算如下:

$$TCC(\%) = \frac{(B_u - B_c - B_b) \times W_s \times 100}{3 \times (B_s - B_b) \times W_o} \dots\dots\dots (A.4)$$

特种香皂

Special toilet soaps



GB 19877.3—2005

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-26958

定价: 8.00 元

2005-09-03 发布

2006-06-01 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

附录 A
(资料性附录)
杀菌剂含量的测定

A.1 试剂及仪器

- a) 硫酸(GB/T 625),量取硫酸 60 mL 加入到 1000 mL 水中;
- b) 二氯甲烷(GB/T 16983);
- c) 无水硫酸钠(GB/T 9853),20%水溶液:称取 20 g 无水硫酸钠,溶于 80 mL 去离子水中;
- d) 95%乙醇(GB/T 679);
- e) N,N-二甲基乙酰胺;
- f) 氨水(GB/T 631);
- g) 三氯羟基二苯醚(Triclosan),简称三氯新,杀菌剂;
- h) N-(4-氯苯基)-N-(3,4-二氯苯基)脲(Triclocarban),简称 TCC,杀菌剂;
- i) 蓝色石蕊试纸;
- j) 气相色谱仪。

警示:使用有毒有害溶剂,应在通风柜中操作。

A.2 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蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

A.2.1 三氯羟基二苯醚的测定

称取试样约 1 g(精确至 0.001 g)于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 蒸馏水搅拌,直至成为均匀的浆状,定量转移至分液漏斗中,用硫酸溶液(A.1.a)酸化至石蕊试纸(A.1.i)变红,加二氯甲烷(A.1.b) 100 mL 和 20%的硫酸钠水溶液(A.1.c)20 mL,摇动 2 min 后静置分层,将有机相转移到 250 mL 烧杯中。用二氯甲烷 100 mL 和 20%的硫酸钠水溶液 20 mL 如上再萃取一次,将有机相合并到上述烧杯中,将烧杯置于 60℃的真空烘箱中(将尾气通入通风柜中),直至溶剂完全挥发,用 10 mL 乙醇(A.1.d)溶解残留物。另称取三氯新(A.1.g)约 0.02 g(精确至 0.000 1 g),用 10 mL 乙醇溶解,配成标准三氯新溶液,用程序升温气相色谱分析标准溶液和试样溶液。

按标准三氯新溶液的峰面积(A_s)和试样溶液中三氯新的峰面积(A_o),计算样品中三氯新(Y)的质量百分含量:

$$Y(\%) = \frac{W_s \times A_o \times 100}{A_s \times W_o} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

- W_s——标准物三氯新的质量,单位为克(g);
- A_o——试样溶液中三氯新的峰面积;
- A_s——标准三氯新溶液的峰面积;
- W_o——试样的质量,单位为克(g)。

注 1:乙醇随温度的变化体积膨胀系数很大,为了得到准确结果,所有乙醇、乙醇溶液和玻璃器皿,包括移液管和容器都应置于室温下,由乙醇蒸发引起的冷却以及引起的发热尽可能保持最小。

注 2:气相色谱测定参考条件——载气:氮气;流量:35 mL/min;汽化室温度:270℃;柱温:初始温度 220℃,停留 1 min,升温速率 10℃/min,最终温度 325℃,恒温 2 min;检测器温度:340℃;ECD 和 FID 双通道检测器;玻璃柱:2 m 长,内径 3 mm,柱内填充 SP2250;进样量:5 μL。

中华人民共和国
国家标准
特种香皂
GB 19877.3—2005

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.bzcs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2006 年 2 月第一版 2006 年 2 月第一次印刷
*
书号:155066·1-26958 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

表 1 特种香皂的卫生指标

项 目	指 标	
	普通型	广谱型
抑菌试验(0.1%溶液,37℃,48 h)	对金黄色葡萄球菌(ATCC 6538)无生长	对金黄色葡萄球菌(ATCC 6538)、大肠杆菌(8099 或 ATCC 25922)、白色念珠菌(ATCC 10231)均无生长

5.4 定量包装

符合 QB/T 2485 的规定。

6 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蒸馏水或去离子或纯度相当的水。

6.1 试样制备

先用分度值不低于 0.1 g 的天平称量每块质量,测得其平均实际净含量,然后通过每块的中间互相垂直切三刀分成八份,取斜对角的两份切成薄片或捣碎,充分混合,装入洁净、干燥、密封的容器内备用。

6.2 卫生指标的测定

6.2.1 细菌培养

在胰蛋白酶分解的大豆酪蛋白琼脂斜面培养基(或类似的培养基)上培养菌株,保存在 6℃~10℃ 的冰箱中,转接培养体间隔时间不得超过 14 天。为作细菌生长抑制试验,在装有胰蛋白酶分解的大豆酪蛋白肉汁培养基的试管中,保持 37℃,进行 3 次 24 h 菌株继代培养,使用最后一次的继代培养株做抑制试验。

6.2.2 培养皿的准备

取一层每毫升含 0.001 g 特种香皂的胰蛋白酶葡萄糖琼脂液于试验培养皿中,另取一层每毫升含 0.001 g 非特种香皂的胰蛋白酶葡萄糖琼脂液于对照培养皿中,加热溶液不超过 50℃,将培养皿在 37℃ 下保持 48 h,弃去被杂菌污染的培养皿。

6.2.3 抑菌试验

在 2 个消毒的试验培养皿和 2 个消毒的对照培养皿中接种 0.1 mL 菌株,与特种香皂的试验对照,每一菌株分别试验,在 37℃ 下保持 48 h,试验培养皿中不应有细菌生长,而对照培养皿中细菌的生长表明了培养的存活力。

7 检验规则

特种香皂的感官及理化指标、检验分类,产品组批与抽样规则的判定规则,大包装、小包装的检验应符合 QB/T 2485 的规定。

产品指标检验结果按修约值比较法判定合格与否,如有一项指标不合格,可重新取两倍箱样本采取样品,对不合格项复检,复检结果仍不合格,则判该批产品不合格。

交收双方因检验结果不同,如不能取得协议时,可商请仲裁检验,仲裁检验结果为最后结果。

8 标志、包装、运输、贮存

特种香皂的标志、包装、运输、贮存应符合 QB/T 2485 的规定。同时在大小包装上均应标明特种香皂的类别。

9 保质期

在 GB 19877 的本部分规定的运输和贮存条件下,在包装完整未经启封的情况下,特种香皂的保质期自生产之日起为一年以上。

前 言

本部分的 5.3 为强制性条文,其余为推荐性条文。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本部分起草单位:国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)、中国日用化学工业研究院。

本部分主要起草人:姚晨之、梁红艳、严方。