

团体标准

T/GDCDC 02X—2022

化妆品用 蒜提取物

Cosmetic ingredients - Aillum sativum extract

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省日化商会 发布

目 次

前言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 指标要求	3
5 试验方法	4
6 检验规则	7
7 标志、包装、运输、贮存、保质期	7
附录 A（资料性）	9

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。

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。

本文件由广东省日化商会提出。

本文件由广东省日化商会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

化妆品用 蒜提取物

1 范围

本文件规定了化妆品用蒜提取物的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于从百合科葱属植物蒜中提取的用于化妆品原料的蒜提取物,主要活性成分为蒜氨酸和多糖。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 1800 大蒜及制品中大蒜素的测定 气相色谱法
化妆品安全技术规范(2015年)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 指标要求

蒜提取物的感官、理化、有害物质及微生物指标应符合表1要求。

表1 感官、理化、有害物质及微生物指标

项目		要求
感官指标	外观	黄色粉末
	气味	具有轻微蒜臭味
理化指标	蒜氨酸含量 g/kg	≥3.0
	大蒜素 ^a mg/kg	不得检出
	粗多糖含量 g/kg	400~700
有害物质限值	铅 mg/kg	符合《化妆品安全技术规范(2015年版)》规定
	汞 mg/kg	
	砷 mg/kg	
	镉 mg/kg	

表 1 感官、理化、有害物质及微生物指标（续）

项目		要求
有害物质限值	甲醇 ^b mg/kg	符合《化妆品安全技术规范（2015年版）》规定
	二噁烷 ^c mg/kg	
	石棉 ^d mg/kg	
微生物指标	菌落总数 CFU/g或CFU/ml	符合《化妆品安全技术规范（2015年版）》规定
	霉菌和酵母菌总数 CFU/g或CFU/ml	
	金黄色葡萄球菌 /g(或ml)	
	耐热大肠菌群 /g(或ml)	
	铜绿假单胞菌 /g(或ml)	
注：a 二烯丙基二硫醚的含量不得大于0.5 mg/kg，二烯丙基三硫醚的含量不得大于0.9 mg/kg； b 配方中乙醇、异丙醇含量之和≥10%（w/w）的产品，应当检测甲醇项目； c 配方中含有乙氧基结构原料的产品，应当检测二噁烷； d 工艺中含有滑石粉原料的产品，应当检测石棉项目。		

5 试验方法

5.1 一般要求

试验所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T6682 规定的三级水。

5.2 外观

在非直射阳光条件下，取样品于比色管中进行目测。

5.3 气味

取适量样品于比色管中，嗅其气味。

5.4 蒜氨酸含量的测定

5.4.1 原理

蒜氨酸在紫外光区 214 nm 波长处有最大吸收，经磷酸溶液提取、HPLC 分离后，紫外检测器测定，外标法定量。

5.4.2 试剂

蒜氨酸含量的测定所需试剂如下：

- 甲醇：色谱纯；
- 磷酸：优级纯。

5.4.3 溶液配制

磷酸溶液（0.01%，体积分数）：准确吸取 0.10 mL 磷酸与预先加入一定量水的 1000 mL 容量瓶，稀释至刻度，经 0.22 μm 水相滤膜过滤，备用。

5.4.4 标准品

蒜氨酸标准品：HPLC，纯度 ≥ 98%。

5.4.5 标准溶液的配制

5.4.5.1 蒜氨酸标准储备液（1000 mg/L）：称取蒜氨酸标准品 10 mg（精确到 0.01 mg）于 10mL 容量瓶中，加水使溶解并稀释至刻度，摇匀，4℃ 保存，有效期为 1 个月。

5.4.5.2 标准工作溶液的制作：准确吸取一定量的蒜氨酸标准储备液，梯度稀释成浓度约为 100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、800 mg/L、1000 mg/L 的系列标准溶液供高效液相色谱仪测定。

5.4.6 色谱条件

蒜氨酸含量的测定所需色谱条件如下：

- 耐水液相色谱柱：C18 柱，250mm×4.6mm，5 μm，或性能相当者；
- 流动相：磷酸溶液/甲醇（体积比 95：5），使用前经滤膜过滤，超声；
- 流速：0.8mL/min；
- 进样量：10 μL；
- 柱温：30℃；
- 检测波长：214nm。

5.4.7 仪器和设备

蒜氨酸含量的测定所需仪器和设备如下：

- 高效液相色谱仪：配有紫外或二极管阵列检测器。
- 分析天平：感量 0.01g、0.001g 和 0.01mg。
- 超声提取器。
- 超高速离心机

5.4.8 试验步骤

5.4.8.1 试样处理

称取试样 1g（精确至 0.001g）于 100mL 三角瓶中，加入 40mL 磷酸溶液，手动振荡 1min 后超声提取 15min，使蒜粉充分溶解，静置至恢复室温，用磷酸溶液转移至 50mL 容量瓶中定容，取 10mL 溶液于 10mL 离心管中，置于超高速离心机（转速 8000 r/min）离心 15min，取 1mL 上清液用磷酸溶液稀释 2 倍¹，过 0.22 μm 水相滤膜，待测。平行做三份试验。

注1：稀释倍数可根据样品实际情况调整。

5.4.8.2 测定

取待测试样（5.4.8.1）或相应浓度的标准工作溶液（5.4.5.2）按照 5.4.6 的色谱条件进样，作单点校准或多点校准，以保留时间定性，以色谱峰面积外标法定量。待测试样和标准工作溶液中蒜氨酸的响应值应在仪器检测的线性范围内，蒜氨酸的标准物质液相色谱图见附录 A。

5.4.9 结果计算和表述

蒜提取物中蒜氨酸以质量分数（ ω ）计，单位以克每千克（g/kg）表示，按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{C_1 \times V_1 \times n}{m_1} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- C_1 ——样品测定液中蒜氨酸浓度，单位为（mg/L）；
 - V_1 ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；
 - m_1 ——样品质量，单位为克（g）；
 - n ——样品储备液稀释倍数，此方法的稀释倍数为 2（稀释倍数可根据样品实际情况调整）；
- 测定结果以三次平行测定的算术平均值表述，计算结果保留 3 位有效数字。精密度

5.4.9.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 10%。

5.4.9.2 再现性

在再现性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不大于这2个测定值的算术平均值的 15%。

5.5 大蒜素

按NY/T 1800《大蒜及制品中大蒜素的测定 气相色谱法》中规定的方法测定。

5.6 粗多糖含量的测定

5.6.1 原理

蒜粉中的多糖在硫酸作用下，先水解成单糖，并迅速脱水生成糠醛衍生物，与苯酚反应生成橙黄色溶液，在490nm处有特征吸收，与标准系列比较定量。

5.6.2 试剂和材料

粗多糖含量的测定所需试剂如下：

- 硫酸，分析纯， $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ ；
- 苯酚，分析纯，重蒸馏；
- 葡萄糖，分析纯，使用前应于 105°C 恒温烘干至恒重。

5.6.3 溶液的配制

5.6.3.1 80%苯酚溶液：称取 80g 苯酚（5.5.2）于 100mL 烧杯中，加水溶解，定容至 100mL 后转至棕色瓶中，置 4°C 冰箱中避光贮存。

5.6.3.2 5%苯酚：吸取 5mL 苯酚溶液（5.5.2），溶于 75 mL 水中，混匀，现用现配。

5.6.3.3 0.500g/L 标准葡萄糖溶液：称取 0.5g（精确至 0.001g）葡萄糖于 100mL 烧杯中，加水溶解，定容至 1000mL，置 4°C 冰箱中避光贮存，两周内有效。

5.6.4 仪器和设备

粗多糖含量测定所需仪器和设备如下：

- 可见分光光度计；
- 分析天平：感量 0.001g；
- 超声提取器。

5.6.5 试验步骤

5.6.5.1 样品待测液的提取

称取试样 1g（精确至 0.001g）于 100mL 三角瓶中，加入 30mL 蒸馏水，手动振荡 1 min 使混合均匀，置超声提取器中超声提取 15min 转移至 50mL 容量瓶中并定容。平行做三份试验。

5.6.5.2 标准曲线

分别吸取 0、0.2mL、0.4mL、0.6mL、0.8mL、1.0 mL 的标准葡萄糖工作溶液置 20mL 具塞玻璃试管中，用蒸馏水补至 1.0 mL。向试液中加入 1.0 mL 苯酚溶液，然后快速加入 5.0 mL 硫酸（与液面垂直加入，勿接触试管壁，以便与反应液充分混合），静置 10min。置于涡旋振荡器震荡充分混合。将试管放置于 30°C 水浴中反应 20min，于可见分光光度计，波长 490nm 处测吸光度值。以葡聚糖或葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，制定标准曲线。

5.6.5.3 测定

将待测样品溶液稀释 50 倍，吸取 1.00 mL 稀释液于 20mL 具塞试管中，按 5.6.5.2 步骤操作，测定吸光度，平行三次，同时做空白试验。

5.6.6 结果计算

蒜提取物中粗多糖含量以质量分数（ ω ）计，单位以克每千克（g/kg）表示，按公式（2）计算：

$$\omega = \frac{C_1 \times V_1 \times n}{m_1} \times 0.9 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C1——样品测定液中糖浓度，单位为（g/L）；

V1——样品定容体积，单位为（mL）；

m1——样品质量，单位为克（g）；

n——样品待测液稀释倍数，本方法的稀释倍数为50倍；

0.9——葡萄糖换算成葡聚糖的校正系数；

计算结果须扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，结果计算保留至小数点后一位。

5.6.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%，以大于这两个测定值的算术平均值的10%的情况不超过5%为前提。

5.7 有害物质限值

按《化妆品安全技术规范》2015版中规定的方法测定。

5.8 微生物指标的测定

按《化妆品安全技术规范》2015版中规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

生产企业以相同原料、基本相同的工艺条件、同一生产日期的产品为一批。

6.2 取样方法

在采样按GB/T6678中有关规定进行，对产品进行采样两份，密封包装，其中一份用于检验，一份用于留样。

6.3 出厂检验

6.3.1 出厂检验包括感官指标、理化指标、菌落总数、霉菌和酵母菌总数。

6.3.2 每一批出厂的产品都应有一定格式的质量证书，内容包括出厂检验项目、产品名称、生产厂名称、生产日期和批号、净重、执行标准编号。

6.4 型式检验

型式检验项目包括表1全部内容，下列情况之应进行型式检验：

- 正常生产时，应定期进行型式检验，每年不应少于1次；
- 正常生产时，原料、工艺、设备或管理等方面（包括人员素质）有较大改变，可能影响产品质量时；
- 产品首次投产或停产6个月以上恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求。

6.5 判断方法

如果检验结果有一项不符合本文件要求，应重新自双倍量的包装中取样进行复验，复验结果仍有1项指标不符合标准要求，即整批产品判定为不合格。

6.6 仲裁检验

收货单位有权按照本文件对所收到的产品进行验收；如收货方对产品质量发生异议时，由双方协商解决或请仲裁单位进行仲裁分析，仲裁分析时应按本文件检验裁定。

7 标志、包装、运输、贮存、保质期

7.1 标志

产品销售包装图示标志应按GB/T191执行，标注内容为：产品名称、商标(如有)、保质期(用生产日期、保质期或生产批号、限期使用日期等方式组合表示)、生产者名称、地址、净含量、执行标准号以及根据产品特点所应标注的其他内容。

7.2 包装

产品应装入不影响产品质量的专用清洁容器包装，密封。

7.3 运输

运输过程中保存容器向上，防火、防热、防雨淋、防受潮，搬运过程中应轻装轻卸，避免包装破损。

7.4 贮存

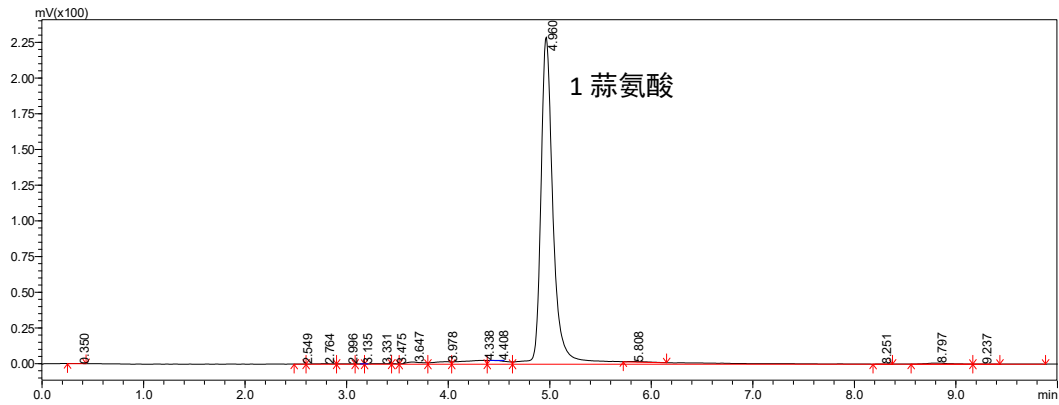
应贮存在通风、阴凉、清洁、干燥的地方，不应与有毒、有害、有腐蚀性的物品放在一起。

7.5 7.5 保质期

在符合规定的运输和贮存条件下，产品在包装完整和未启封的情况下，保质期按销售包装标注执行。

附录 A
(资料性)
标准物质色谱

图A.1给出了蒜氨酸标准物质液相色谱图，图A.2给出了大蒜素标准物质气相色谱图。



图A.1 蒜氨酸的标准物质液相色谱图

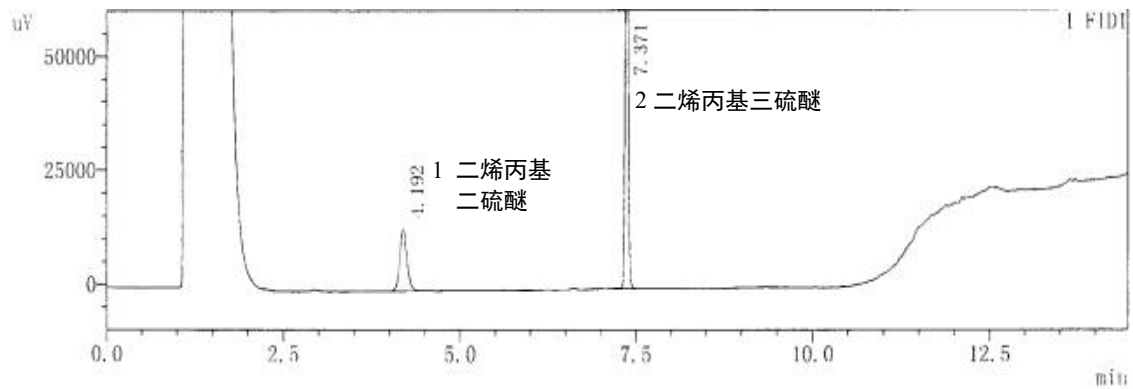


图 A.2 大蒜素的标准物质气相色谱图