

团 体 标 准

T/CAFFCI 39—2020

化妆品用原料 硬脂醇甘草亭酸酯

-Stearyl glycyrrhetinate

2020-09-10 发布

2020-10-10 实施

中国香料香精化妆品工业协会 发 布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 基本信息 1

4 技术要求..... 2

5 试验方法..... 3

6 检验规则..... 9

7 标志、包装、运输、贮存、保质期..... 10

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国香料香精化妆品工业协会提出。

本标准由中国香料香精化妆品工业协会归口。

本标准起草单位：甘肃泛植制药有限公司、兰州大学、海南京润珍珠生物技术股份有限公司、无限极（中国）有限公司、上海相宜本草化妆品股份有限公司、中检科（北京）生物技术有限公司、利施（上海）化妆品有限公司。

本标准主要起草人：陈保华、陈国宝、程康、邓建军、甘亮、高颖、顾洁、胡流云、李才广、李向阳、刘沛溢、吕智、苏宁、王勇、徐建纯、闫妍、张凤凤、赵富虎。

化妆品用原料 硬脂醇甘草亭酸酯

1 范围

本标准规定了化妆品用硬脂醇甘草亭酸酯的基本信息、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、保质期。

本标准适用于原料为甘草（豆科植物甘草*Glycyrrhiza uralensis* Fisch、胀果甘草*Glycyrrhiza inflata* Bat及光果甘草*Glycyrrhiza glabra* L），经提取加工纯化所得甘草亭酸（又称甘草次酸）进一步酯化衍生所得产品硬脂醇甘草亭酸酯，主要用于各类化妆品中作为皮肤舒缓剂。

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，仅所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 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 实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实验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

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）

定量包装商品计量监督管理办法（国家质量监督检验检疫总局令第 75 号）

3 基本信息

化学名称：硬脂醇甘草亭酸酯

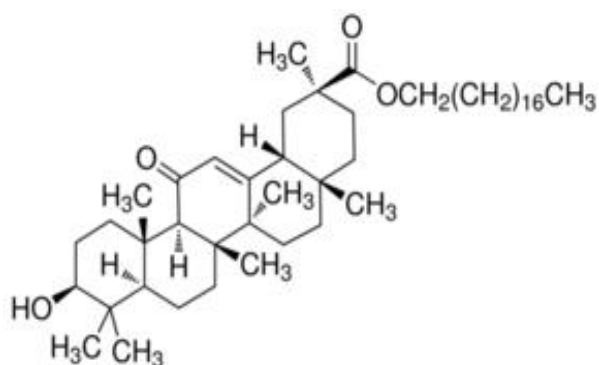
化学结构式

INCI 名称：Stearyl Glycyrrhetinate

分子式：C₄₈H₈₂O₄

分子量：723.17

CAS 号：13832-70-7



4 技术要求

4.1 感官、理化指标

应符合表1的规定。

表 1 感官、理化指标

项目		要求
感官指标	性状	本品为白色-带黄白色的结晶性粉末，几乎无臭
鉴别试验	甘草亭酸鉴别	应呈正反应
	硬脂基鉴别	碱解后己烷萃取层丙酮结晶处理熔点为54-61℃。
理化指标	熔点	℃ 70.0-77.0
	干燥失重/%	≤ 1.0
	炽灼残渣/%	≤ 0.10
	含量（HPLC 面积归一法）/%	≥ 98.0

4.2 杂质、卫生指标

应符合表2规定。

表 2 杂质、卫生指标

项目		要求
杂质指标	乙醇溶解性	无色澄清
	甘草亭酸	≤0.0003（氢氧化钾中和滴定法）
	氯化物/%	≤ 0.05
	硫酸盐/%	≤ 0.15
卫生指标	铅/(mg/kg)	≤ 10
	镉/(mg/kg)	≤ 5
	砷/(mg/kg)	≤ 2
	汞/(mg/kg)	≤ 1
	菌落总数（CFU/g）	≤ 500
	霉菌与酵母菌总数（CFU/g）	≤ 100
	耐热大肠菌群（g）	不得检出
	铜绿假单胞菌（g）	不得检出
	金黄色葡萄球菌（g）	不得检出

4.3 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》规定。

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

原始样品经充分混匀后作为试验样品（简称试样）。

5.2 感官指标判定

外观性状：在非直射阳光条件下，取样品进行目测。

5.3 鉴别测试

5.3.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器：

- a) 硫酸；
- b) 香兰素-乙醇试液：称取 1.0g香兰素（精确至0.1g）加95%乙醇100ml溶解；
- c) 氢氧化钾-乙醇试液：按GB/T 603方法配置；
- d) 水；
- e) 95%乙醇；
- f) 己烷；
- g) 无水硫酸钠；
- h) 丙酮；
- i) 电子天平：感量值0.0001g；
- j) 10ml玻璃试管；
- k) 恒温搅拌水浴锅；
- l) 100ml单口烧瓶；
- m) 玻璃冷凝管；
- n) 250ml梨型分液漏斗；
- o) 三角漏斗；
- p) 毛细管；
- q) 橡皮圈；
- r) 1号温度计；
- s) 250ml玻璃烧杯；
- t) 三用紫外分析灯；
- u) 量筒；
- v) 电冰箱。

5.3.2 操作过程

5.3.2.1 甘草亭酸鉴别

取试样0.0010g置于玻璃试管中，用量筒称取硫酸3ml加入玻璃试管，在恒温搅拌水浴锅中加热5分钟后，得溶液（1）用波长360nm附近的紫外灯照射时，发出黄色的荧光。

向溶液（1）中加入香兰素-乙醇试液2ml时，液体呈深红紫色。

5.3.2.2 硬脂基鉴别

另取试样1.0g置于单口烧瓶中，加入氢氧化钾-乙醇试液20ml，装上回流冷却器（k、l、m），在恒温搅拌水浴锅中于70–80℃下，加热6小时。冷却后，用水10ml和95%乙醇10ml转移到分液漏斗中，加入己烷50ml，摇荡混合后静置，分取己烷层。再同样操作2次，将得到的己烷层水洗，然后加无水硫酸钠5g，摇荡混合后用三角漏斗过滤，滤液置于单口烧瓶中，在恒温搅拌水浴锅上蒸发干涸后，加丙酮10ml，加热溶解，冷却使产生结晶，过滤。再同样操作2次，测定所得结晶的熔点（5.3.2.3）为54–61℃。

5.4 熔点测定

将结晶小心加热尽可能在低温溶解，使用长度约120mm两端开口的毛细管吸入试料至高度约10mm（注意勿使气泡进入毛细管），不使内容物从毛细管流出，将毛细管在10℃以下放置24小时，再在电冰箱中冰冷（–5至–10℃）状况下放置2小时以上。将内容物的位置用橡皮圈固定在1号温度计水银球的中央外侧，放入装有水的250ml烧杯中，使内容物上端在水面下10mm位置，将水不断搅拌加温（恒温搅拌水浴锅），到达预计熔点低5℃的温度时，减慢加热速度，以每分钟上升1℃的速度继续加热。当毛细管中的试料上浮时，读取温度计作为熔点。

5.4.1 仪器

- a) 毛细管显微熔点仪；
- b) 毛细熔点管；
- c) 研钵；
- d) 玻璃管：长约0.8m；
- e) 玻璃板；
- f) 基准品：萘。

5.4.2 操作方法

5.4.2.1 样品处理

将试样放入研钵研细，取一支或数支清洁、干燥的毛细熔点管，将其开口端插入样品中，装入样品。取一长约0.8米的干燥玻璃管，直立于玻璃板上，将装有试样的熔点管在其中投落至少20次，使熔点管内样品紧缩至3–4mm高。

5.4.2.2 仪器校正和测定

以萘（基准品）为对照样品，对毛细管显微熔点仪进行验证，验证无误后，设定升温程序。68℃开始每分钟升温0.5℃，进行熔点测定。

5.5 干燥失重的测定

5.5.1 仪器

试验中所用的仪器如下：

- a) 电子天平：感量0.0001g；
- b) 称量瓶；
- c) 五氧化二磷；
- d) 真空干燥器。

5.5.2 操作方法

称取试样1.0g（m，精确至0.0001g）平铺于恒重的称量瓶中（ m_1 ），并将瓶盖取下置于称量瓶旁（或将瓶盖半开），放入内置五氧化二磷的真空干燥器中，室温减压干燥6小时，称重（ m_2 ）。

5.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_1 按公式计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

式中:

m_1 —干燥前试样加称量瓶的质量, 单位为克(g);

m_2 —干燥后试样加称量瓶的质量, 单位为克(g);

m —试样质量的数值, 单位为克(g)。

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果(保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%。

5.6 炽灼残渣的测定

5.6.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 硫酸;
- b) 高温炉;
- c) 电子天平(感量0.0001g);
- d) 坩埚。

5.6.2 操作过程

用高温炉将坩埚炽灼至恒重, 精密称定后, 称取1.0g(精确至0.0001g)干燥后的样品(m_5), 置已炽灼至恒重的坩埚中, 缓缓炽灼至完全炭化, 放冷; 加硫酸0.5~1ml使湿润, 低温加热至硫酸蒸气除尽后, 在700~800℃炽灼使完全灰化, 移置干燥器内, 放冷, 精密称定后(m_3), 再在700~800℃炽灼至恒重(恒重, 除另有规定外, 系指供试品连续两次炽灼后称重的差异在0.3mg以下的重量; 炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼30分钟后进行。), 即得(m_4)。

5.6.3 结果计算

炽灼残渣以质量分数 w_2 按下式计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100\%$$

式中:

m_3 —灼烧后坩埚加灰分的质量, 单位为克(g);

m_4 —坩埚的质量, 单位为克(g);

m_5 —试样的质量, 单位为克(g)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%。

5.7 硬脂醇甘草亭酸酯含量(HPLC)法

试样经95%乙醇溶解, 过滤, 用高效液相色谱仪测定, 面积归一法计算含量。

5.7.1 试剂、材料和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 95%乙醇;
- b) 乙腈: 色谱级;
- c) 乙酸铵: 色谱级;
- d) 水: 符合GB/T 6682一级水规定;
- e) 0.45 μm 滤膜 (有机相);
- f) 高效液相色谱仪: 配有紫外检测器或二极管阵列检测器;
- g) 电子天平: 感量0.0001 g;
- h) 10mmol/L乙酸铵溶液: 称取0.770g乙酸铵 (精确至0.001g), 用水溶解定溶至1000ml;
- i) 100ml容量瓶;
- j) 流动相配置: 乙腈: 10mmol/L乙酸铵溶液=85:15 (v/v), 混匀, 并经0.45 μm 滤膜 (有机相) 过滤, 充分脱气;
- k) 标准试样溶液: 称取试样0.020g (精确至0.0001g), 置100ml容量瓶中, 加95%乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液作为供试品溶液。

5.7.2 参考色谱条件

色谱柱: 苯基己基柱, 250mm $\times$ 4.6mm, 5 μm , 或等效分离效果的色谱柱;
流动相: 乙腈:10mmol/L的乙酸铵溶液=85:15;
检测波长: 250nm;
流速: 1.0 ml/min;
柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$;
进样量: 20 μL 。

5.7.3 测定与计算

5.7.3.1 溶剂峰的确证

在5.7.2的色谱条件下, 精密量取经0.45 μm 滤膜过滤的95%乙醇20 μL , 注入高效液相色谱仪分析, 确定溶剂峰。并以此为依据确定供试品起始积分时间。

5.7.3.2 供试品测定与计算

在5.7.2的色谱条件下, 精密量取供试品溶液20 μL , 注入高效液相色谱仪分析。供试品从溶剂峰后的起始积分时间开始积分, 采用面积归一化法计算主峰面积占溶剂峰之外的所有成分峰面积百分数来标识含量。

5.8 乙醇溶解性

5.8.1 试剂和器材

- a) 电子天平: 感量0.01g;
- b) 50ml比色管;
- c) 95%乙醇。

5.8.2 操作过程

称取试样0.20g置于50ml比色管中, 加入乙醇30ml溶解, 液体几乎无色澄明。

5.9 甘草亭酸

5.9.1 试剂和仪器

- a) 氯仿;
- b) 95%乙醇;
- c) 氯仿和95%乙醇混合溶液: 将预先中和的氯仿和95%乙醇按1:1 (w/w) 混合。
- d) 酚酞指示液: 按GB/T 603方法配置;
- e) 氢氧化钾-乙醇试液: 按GB/T 601方法配置;
- f) 稀盐酸;
- g) 50ml比色管;
- h) 电子天平: 感量0.01g。

5.9.2 操作过程

称取试样1.0g, 加入等容量的预先中和的氯仿和95%乙醇混合溶液10ml, 酚酞指示液3滴, 氢氧化钾-乙醇液0.4ml时, 溶液呈红色。

5.10 氯化物的测定

5.10.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 0.0165g/L标准氯化钠溶液: 按GB/T 602进行配置和标定;
- b) 17.5g/L硝酸银试液: 称取17.5g (精确至0.001g) 硝酸银于烧杯, 加水适量溶解后至容量瓶定容至100ml, 摇匀。置于具塞的棕色试剂瓶中, 注意避光保存;
- c) 硝酸;
- d) 稀硝酸: 取硝酸10.5ml置于100ml容量瓶, 加水稀释定容至100ml, 即得。本液含HNO₃应为9.5%~10.5%;
- e) 氯仿;
- f) 95%乙醇;
- g) 电子天平: 感量0.001g;
- h) 50ml纳氏比色管;
- i) 100ml容量瓶;
- j) 1000ml容量瓶;
- k) 带塞棕色试剂瓶。

5.10.2 操作过程

5.10.2.1 对照液制备

取氯仿10ml置于50ml纳氏比色管, 加入95%乙醇30ml, 再分别加入标准氯化钠溶液10ml和硝酸银试液1ml, 摇匀静置10分钟。

5.10.2.2 供试液制备

称取试样0.20g于50ml纳氏比色管, 依次加入氯仿10ml, 乙醇30ml溶解, 再分别加入稀硝酸3ml和硝酸银试液1ml, 放置10分钟时, 与对照液进行浑浊度比较不得更浓。

5.11 硫酸盐的测定

5.11.1 试剂及仪器

试验中所用的试剂和仪器如下：

- a) 25%氯化钡溶液：称取氯化钡25g（精确至0.001g）于100ml烧杯中，加水溶解使成100ml后置于100ml容量瓶定容，即得；
- b) 乙酸；
- c) 稀乙酸：取乙酸60ml于1000ml容量瓶中，加水稀释定容至1000ml，即得；
- d) 氯仿；
- e) 95%乙醇；
- f) 0.181g/L标准硫酸钾溶液：称取硫酸钾0.181g（精确至0.0001g）于1000ml容量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得（每1ml相当于100 μg 的 SO_4^{2-} ）；
- g) 50ml纳氏比色管；
- h) 1000ml容量瓶；
- i) 100ml容量瓶
- j) 100ml烧杯；
- k) 电子天平：感量0.0001g。

5.11.2 操作过程

5.11.2.1 对照液制备

称取标准硫酸钾1.5ml置于50ml纳氏比色管，分别依次加入氯仿10ml、乙醇30ml、水4ml、稀醋酸1ml和氯化钡试液2ml，摇匀。

5.11.2.2 供试液制备

称取试样0.10g（精确至0.0001g），分别加入氯仿10ml、乙醇30ml溶解，再加入水4ml，稀醋酸1ml和氯化钡试液2ml，摇匀，与对照液进行浑浊度比较不得更浓。

5.12 铅的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版铅的测定第一法 石墨炉法原子吸收光谱法的规定进行。

5.13 镉的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版镉的测定第一法 石墨炉法原子吸收光谱法的规定进行。

5.14 砷的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版砷的测定第一法 氢化物原子荧光光度法的规定进行

5.15 汞的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版汞的测定 第一法 氢化物原子荧光光度法或第二法 汞分析仪法的规定进行

5.16 微生物指标的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版中规定的方法检验。

5.17 净含量检验

净含量检验按JJF1070《定量包装商品净含量计量检验规则》中规定的方法进行检验。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

本标准技术要求中的感官指标、鉴别试验、理化指标、杂质指标、卫生指标为出厂检验项目。

6.1.2 型式检验

本标准技术要求中所规定的全部项目为型式检验项目，正常情况下每三个月进行一次型式检验。出现以下情况也应进行型式检验：

- (a) 更新关键生产工艺时；
- (b) 主要原料有变化时；
- (c) 停产6个月以上又恢复生产时；
- (d) 国家质量监督机构或用户提出进行型式检验要求时；
- (e) 相应法律法规发生改变时。

6.1.3 接受检验

顾客有权按照供需双方所签订合同的有关条款及本标准的规定，对所收到的化妆品用硬脂醇甘草亭酸酯进行验收，验收应在货到之日起的15日内完成。

6.2 组批与抽样规则

6.2.1 以一次交货的同规格产品为一批

6.2.2 产品应先由生产企业质检部门按本标准规定检验合格，出具检验报告方可出厂，收货单位按本标准验收。

6.2.1 抽样

6.2.1.1 每个检验批的产量不得超过生产厂每班的产量。据物料单元数目按 GB/T6678 的规定确定采样单位数，选定采样单位后，打开包装一次采取微生物检验用样及其他检验用样。

6.2.1.2 采样：微生物检验用样的采样按无菌操作要求进行；其他检验用样将采样器插入采样单元料层的 3/4 处采取样品，取出不少于 100g 的样品，采出的样品迅速混匀，经缩分后分装于清洁、干燥的容器中，微生物检验用样的制样按无菌操作要求进行。样品容器应粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、生产批号、采样日期和采样者姓名。样品一份用于检验，另一份保存三个月备查。待检样品应置室温阴凉、干燥密闭保存。

6.3 判定规则

检验结果按照GB8170修约至规定位数，对照限定值确定检验的产品是否可以通过验收。检验结果如不符合要求时，应重新自两倍的包装中采样复验，复验结果仍不符合要求时，则整批产品作不合格品处理。

6.4 仲裁

如交收双方对产品检验结果发生异议时，双方可协商解决，必要时，可共同选定仲裁结构按本标准检验裁定。

6.5 存样和样本保留

每批验收产品需保留样品作存样，样本保留至保质期满后半年。

7 标志、包装、运输、贮存、保质期

7.1 标志

包装容器上都应贴有牢固明显的标志，内容包括：产品名称、生产厂名、厂址、商标、生产批号或生产日期、净重等。

7.2 包装

本产品要求用内有一层食品级聚乙烯塑料袋，外包装用瓦楞纸箱或纸板桶，也可与用户协商确定。

7.3 运输

本产品在装卸、运输过程中应放在清洁、干燥的场所，不得与有毒物混装、混运或一起存放。

7.4 贮存

本品应避光、密封贮存

7.5 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存条件下，自生产之日起保质期至少为5年，超过保质期可重新检验，检测结果符合本标准要求的，产品仍可使用。