

团 体 标 准

T/GDCA 047—2024

化妆品用原料 松口蘑提取物

Cosmetic ingredients-Tricholoma matsutake extract

2024 - 07 - 31 发布

2024 - 08 - 01 实施

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。

本文件由广东省化妆品学会提出。

本文件由广东省化妆品学会归口。

本文件起草单位：稀物集（广州）生物科技有限公司、云南英格生物技术有限公司、广州寻稀生物技术有限公司、诺斯贝尔化妆品股份有限公司、广州天源生物科技有限公司、北京植物医生生物科技有限公司、广州质量监督检测研究院、广东工业大学、广东工业大学皮肤科学与化妆品技术研究院、珠海市大美湾化妆品创新研究院、珠海市国生健康科技有限公司。

本文件主要起草人：胡露、黄楚杰、李秋月、王紫琴、罗建锟、张志全、陈玉娇、潘光建、田山黎、黄亮、杜志云、杨露、李从严、郭玉梅、罗佳盈。

化妆品用原料 松口蘑提取物

1 范围

本文件规定了化妆品用原料松口蘑(*TRICHOLOMA MATSUTAKE*)提取物(松茸提取物)的术语和定义、质量要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及保质期。

本文件适用于以乙醇-水为溶剂提取制备,经浓缩和精制,最终得到的松口蘑提取物。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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

GB/T 23188 松茸

NY/T 3030 棉花中水溶性总糖含量的测定 蒽酮比色法

T/GDFDTAEC 06 灵芝类保健食品中总三萜的测定-分光光度法

《化妆品安全技术规范》

《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

松口蘑 *tricholoma matsutake*

又名松茸、松蕈。属担子菌门(*Basidiomycota*)、担子菌纲(*Basidiomycetes*)、伞菌目(*Agricales*)、口蘑科(*Tricholomataceae*)、口蘑属(*Tricholoma*)，是松栎等树木外生的菌根真菌。其子实体可供食用，是一种著名的野生食用菌。

3.2

松口蘑提取物 *tricholoma matsutake extract*

以口蘑科(*Tricholomataceae*)子实体松口蘑(*Tricholoma matsutake*)为原料,经乙醇-水为溶剂提取制备,经浓缩和精制的适用于化妆品原料的提取物。

4 质量要求

4.1 试验样品要求

松口蘑提取物应使用溶剂配制为6%的溶液,再进行高效液相色谱鉴别和质量指标测试。

4.2 鉴别

采用高效液相色谱法鉴别,方法见附录A。

4.3 质量指标

质量指标见表1。

表1 松口蘑提取物的质量指标

项目		指标
感官指标	气味	具有松口蘑特有气味
	外观	黄色至深黄色液体，久置后可能出现少量沉淀
理化指标	pH (10%水溶液)	4.0~6.5
	总三萜/ (mg/mL)	≥6.0
	总糖/ (mg/mL)	≥30.0
微生物指标	菌落总数/ (CFU/mL)	≤100
	霉菌及酵母菌总数/ (CFU/mL)	≤10
	大肠杆菌/mL	不得检出
	金黄色葡萄球菌/mL	不得检出
	铜绿假单胞菌/mL	不得检出
风险物质	铅/ (mg/kg)	<10
	砷/ (mg/kg)	<2
	汞/ (mg/kg)	<1
	镉/ (mg/kg)	<5
	甲醇/ (mg/kg)	<2000

5 试验方法

本文件所用试剂和水，在未注明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。实验中所用标准溶液、制剂及制品，参引《中华人民共和国药典》，按其规定制备。《中华人民共和国药典》方法之外的试剂配制，则参照T/GDFDTAEC 06中的方法配制。

5.1 气味

按照GB/T 23188评定。

5.2 pH 值

按照《化妆品安全技术规范》中的pH 值稀释法测定。配制样品待测溶液时，精密称取适量产品后加入新沸过并放冷的水，配制成浓度为10 %的水溶液。

5.3 总三萜

参照T/GDFDTAEC 06测定，检测方法见附录B。

5.4 总糖

参照NY/T 3030测定，检测方法见附录C。

5.5 微生物指标的测定

按照《化妆品安全技术规范》测定。

5.6 风险物质指标的测定

按照《化妆品安全技术规范》测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

由生产厂质量检验部门取样检验。气味、pH（10%水溶液）、总三萜、总糖、菌落总数、霉菌及酵母菌总数为出厂检验项目。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本文件的要求。每一批出厂的产品都应有质量证书，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。

6.2 型式检验

型式检验每年不应少于1次。型式检验的项目为质量要求中的全部项目，有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- 当原料、工艺和设备发生重大改变时；
- 产品首次投产或停产6个月以上恢复生产时；
- 生产场所改变时；
- 相关监管机构提出进行型式检验的要求时。

6.3 结果判定

检验结果若有1项不符合表1要求，应重新制双倍量的包装中取样进行复验（微生物检验除外），复验结果该项指标仍不符合标准要求，即整批产品判定为不合格。

6.4 采样规则

采样按GB/T 6678和GB/T 6680中有关规定进行，将采集的样品分别装入四个洁净、干燥的取样瓶中，每瓶采样量40 g，密封、贴上标签，两瓶供检验，两瓶作留样备查。

6.5 数值修约

检验结果的判定按GB/T 8170数值修约值比较法进行。

7 标志、包装、运输、贮存及保质期

7.1 标志

产品销售包装图示标志应按GB/T 191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

产品采用适宜要求包装，产品根据用户要求包装。

7.3 运输

产品属于非危险品，在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

7.4 贮存

室温（10~30）℃干燥处密封保存，避免阳光直射。

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
(规范性)
松口蘑提取物的鉴别方法

A.1 目的

通过高效液相色谱仪测定松口蘑提取物，建立松口蘑提取物的液相指纹图谱，为松口蘑提取物的真假鉴别和品质判断提供科学可行的方法。

A.2 原理

高效液相色谱工作时，高压泵将贮液罐的流动相经进样器送入色谱柱中，然后从检测器的出口流出，这时整个系统就被流动相充满。当欲分离样品从进样器进入时，流经进样器的流动相将其带入色谱柱中进行分离，由于样品溶液中的各组分在两相中具有不同的分配系数，在两相中作相对运动时，经过反复多次的吸附-解吸的分配过程，各组分在移动速度上产生较大的差别，被分离成单个组分依次从柱内流出，通过检测器时，样品浓度被转换成电信号传送到记录仪，数据以图谱形式展现，得到液相色谱图。

A.3 试剂和材料

高效液相色谱仪及附件；待测样品松口蘑提取物。

A.4 分析步骤**A.4.1 参数设置**

A.4.1.1 色谱柱：AQ-C₁₈柱，4.6 mm×250 mm。

A.4.1.2 波长：206 nm。

A.4.1.3 柱温：25℃。

A.4.1.4 进样量：10 μL。

A.4.1.5 流速：1.0 mL/min。

A.4.1.6 流动相：流动相 A 为 0.2%磷酸水，流动相 B 为乙腈，流动相比例见表 A.1。

表A.1 高效液相色谱流动相比例

时间/min	A相：0.2%磷酸水	B相：乙腈
0-3	80-70	20-30
3-8	70-60	30-40
8-10	60-40	40-60
10-15	40-80	60-20

A.4.2 样品制备

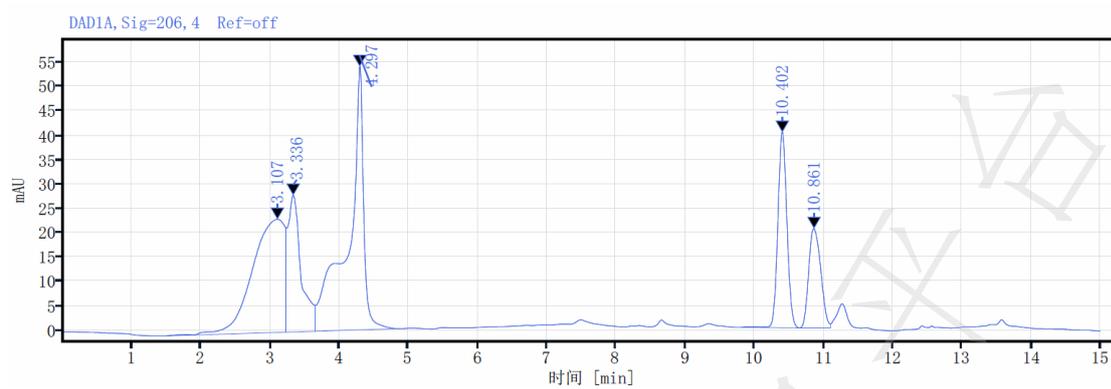
精密移取1mL松口蘑提取物置于10 mL容量瓶中，使用50%的甲醇水溶液定容于刻度线，摇匀，使用有机相过滤器(0.45 μm)滤过，即得。

A.4.3 样品测定与数据处理

保存采集样品色谱，完成样品的高效液相色谱检测。

A.5 分析结果表述和结果判定

松口蘑提取物的高效液相色谱鉴别参考图见图A.1。



图A.1 松口蘑提取物高效液相色谱鉴别参考图

附录 B (规范性) 总三萜含量测定

B.1 目的

通过测定松口蘑提取物中的总三萜含量，建立松口蘑提取物的质量标准，为松口蘑提取物的质量控制提供可行的方法。

B.2 原理

松口蘑及其制品中三萜类物质在高氯酸作用下和香草醛反应生成有色物质，以齐墩果酸为对照品，在一定的浓度范围内，其吸光度与化合物含量符合朗伯比尔定律，可测定试样中总三萜的含量。

B.3 试剂和材料

除非另有规定，本文件所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的三级水，测试样品为松口蘑提取物。

测试所用试剂如下：

- 高氯酸（ HClO_4 ）；
- 冰醋酸（ CH_3COOH ）。

B.4 溶液配制

B.4.1 对照品溶液：准确称取齐墩果酸对照品适量，加甲醇溶解定容制成约0.2 mg/mL对照品溶液。

B.4.2 待测样品溶液：精密移取0.5 mL样品置于10 mL容量瓶中，加甲醇定容至刻度，摇匀，再取1 mL定容至10 mL，摇匀，即得。

B.5 测试方法

按附表B.1将各试管编号后加入相应溶液，并按步骤操作。0~6号为标准曲线，S1、S2为检测样品。

标准曲线的绘制：以齐墩果酸的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。以0号管为空白校正，于波长546 nm处检测其他各管吸光度。样品中的总三萜含量以齐墩果酸计，以标准曲线计算样品的总三萜浓度。

表B.1 总三萜含量测定方法

试管编号	0	1	2	3	4	5	6	S1	S2
对照品溶液 (mL)	0.0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	0.0	0.0
样品溶液 (mL)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	1.0	1.0
沸水浴中挥干溶剂									
5%香草醛-冰醋酸 溶液 (mL)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
高氯酸 (mL)	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
摇匀，密塞于70℃水浴显色15 min，置冰水浴中冷却5 min。									
冰醋酸	定容至10 mL								

B.5.1 计算公式

$$C = \frac{C_0 \times 10 \times 10 \times 10}{0.5 \times 1000} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

C_0 ——样品溶液的总三萜含量 ($\mu\text{g/mL}$), 通过标准曲线计算而得。

C ——原样品浓度 (mg/mL)。

B.5.2 结果判定

取2次测试结果的算数平均值为测定, 计算结果保留至小数点后三位。在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%。

全国团体标准信息平台

附录 C (规范性) 总糖含量测定

C.1 目的

通过测定松口蘑提取物中的总糖含量，建立松口蘑提取物的质量标准，为松口蘑提取物的质量控制提供可行的方法。

C.2 原理

松口蘑及其制品中的糖在浓硫酸的作用下，可经脱水反应生成糖醛，生成的糖醛或羟基糖醛可与蒽酮反应生成蓝绿色糖醛衍生物，在一定范围内，颜色的深浅与糖含量成正比，在620nm处有特征吸收，与标准比较定量，可测定试样中总糖的含量。

C.3 试剂和材料

除非另有规定，本文件所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的三级水，测试样品为松口蘑提取物。测试所用试剂如下：

- 蒽酮 ($C_{14}H_{10}O$)；
- 硫酸 (H_2SO_4)；
- 葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6$)，使用前应于 105 °C 恒温烘干至恒重。

C.4 溶液配制

C.4.1 硫酸-蒽酮指示剂

精密称取蒽酮试剂0.2 g，移入烧杯，缓缓加入100 mL浓硫酸，用玻璃棒小心搅拌，避光保存1小时后使用。每次试验现配现用。

C.4.2 葡萄糖标准品溶液

精密称取对照品葡萄糖适量，置25 mL容量瓶中，稀释后加水至刻度，摇匀，配成浓度为0.1 mg/mL的标准葡萄糖母液(于4 °C保存)。

C.4.3 松口蘑提取物待测样品溶液

精密吸取本品1.0 mL至10 mL离心管中，加水稀释至刻度，摇匀；取上述稀释液1.0 mL至10 mL离心管中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

C.5 测试方法

按表C.1将各试管编号后加入相应溶液，并按步骤操作。0~5号为标准曲线，S1、S2为检测样品。

标准曲线的绘制：以葡萄糖的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。以0号管为空白校正，于波长620 nm处测定吸光度值。样品中的总糖含量以葡萄糖计，以标准曲线计算样品的总糖浓度。

表C.1 总糖含量测定方法

试管编号	0	1	2	3	4	5	S1	S2
对照品溶液(mL)	--	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	--	--
样品溶液(mL)	--	--	--	--	--	--	0.2	0.2
纯化水(mL)	2.0	0.8	0.6	0.4	0.2	0	0.8	0.8
硫酸-蒽酮指示剂(mL)	8.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0

立即摇匀，沸水浴10 min。

注：此处葡萄糖的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 定义为配制的对照品溶液加入表C.1中所列水、显色剂后的最终浓度。

C.5.1 计算公式

$$C = \frac{C_0 \times 10 \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{V} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

C ——样品中的总糖含量(mg/mL)。

C_0 ——样品溶液的总糖含量(μ g/mL)，通过标准曲线计算而得。

V ——取样量(mL)，此处数值为0.2。

C.5.2 结果判定

取2次测试结果的算数平均值为测定，计算结果保留至小数点后三位。在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%。