

团 体 标 准

T/ZGKSL 016-2023

化妆品用原料 高纯麦角硫因

Cosmetic ingredients high-purity Ergothioneine

2023-09-21 发布

2023-09-21 实施

中 国 抗 衰 老 促 进 会 发 布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分子式、CAS 号、相对分子质量、化学结构式	1
5 技术要求	2
6 试验方法	2
7 检验规则	4
8 标志、包装、运输、贮存、保质期	5
附 录 A（规范性）高效液相色谱法检测麦角硫因含量	6
附 录 B（资料性）麦角硫因对照品高效液相色谱图	8

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。

本文件由中国抗衰老促进会化妆品产业分会提出。

本文件由中国抗衰老促进会化妆品产业分会归口。

本文件起草单位：华熙生物科技股份有限公司，北京国妆科创自然科学研究院集团有限公司，北京工商大学，山东省日化行业协会，广东省化妆品质量管理协会，山东北方美谷化妆品研究院，山东省药科学院，广州海诗生物科技有限公司，瀛珈生物科技(上海)有限公司，广州茜如玉生物科技有限公司，兰研有限公司。

本文件主要起草人：陆震，付杰，曾艳艳，曲文杰，任月辉，田昕，程伟，录驰冲，吕建伟，徐泽兵，王领，孟祥璟，殷传江，赵继华，张茜，许晓兰。

化妆品用原料 高纯麦角硫因

1 范围

本文件规定了化妆品用原料麦角硫因的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以葡萄糖、酵母粉、蛋白胨为原料，经由大肠杆菌等工程菌株发酵、纯化、结晶后制成的麦角硫因的生产、检验和销售。

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 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
《化妆品安全技术规范》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 麦角硫因 (L-(+)-Ergothioneine, EGT)

麦角硫因（化学名称为巯基组氨酸三甲基内盐）是一种组氨酸的硫脲衍生物，其咪唑环含有一个硫原子，中文别名为(S)- α -羧基-N,N,N-三甲基-2-巯基-1H-咪唑-4-乙酰胆碱内盐。

3.2 高纯麦角硫因(High-purity Ergothioneine)

高纯麦角硫因指含量（以干基计）不低于95%的麦角硫因。

4 分子式、CAS 号、相对分子质量、化学结构式

4.1 分子式

$C_9H_{15}N_3O_2S$

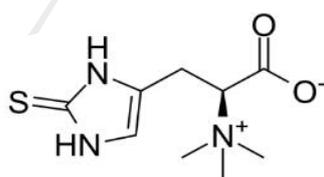
4.2 CAS 号

497-30-3

4.1 相对分子质量

229.30

4.2 化学结构式



5 技术要求

5.1 感官要求

白色或类白色粉末，具有特征性气味。

5.2 理化指标

麦角硫因的理化指标应符合表1的规定。

表 1 麦角硫因的理化指标

项目	指标
麦角硫因含量（以干基计）/%	≥99.0 一级
	≥95.0 二级
pH值	5.0~8.0
干燥失重/%	≤2.0
灰分/%	≤0.2
比旋光度（c=1%，H ₂ O）/°	$[\alpha]_{589nm}^{25℃} \geq +122$
鉴别	供试品保留时间与参比品色谱峰保留时间的相对偏差应≤1.0%。

5.3 卫生指标

麦角硫因的卫生指标应符合表2的规定。

表 2 麦角硫因的卫生指标

项目	指标
铅/（mg/kg）	≤10
砷/（mg/kg）	≤2
汞/（mg/kg）	≤1
镉/（mg/kg）	≤5
菌落总数/（CFU/g）	≤100
霉菌、酵母菌总数/（CFU/g）	≤50
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

6 试验方法

6.1 一般要求

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682三级或以上的水。试剂溶液未指明用何种溶剂配制时，均使用指用水配制。

6.2 感官

取供试品适量，置于干净玻璃皿中，在自然光下目视观察，嗅其气味。

6.3 含量

按照附录A进行试验。

6.4 pH值

按《化妆品安全技术规范》规定的方法检验。

6.5 干燥失重

6.5.1 仪器

卤素水份测定仪（精度 0.01 g）。

6.5.2 测定

取供试品约1.00 g，置于卤素水分测定仪托盘内。110 °C测定15 min，结果计为 h_s 。

6.6 灰分

按GB 5009.4方法进行测定。

6.6.1 试验步骤

取供试品约1.00 g，置于炽灼至恒重的坩埚内，精密称量。将盛有供试品的坩埚置于电炉上，低温加热碳化，使得供试品碳化完全，不冒烟为止，放冷至室温后，移至箱式电阻炉内，在（550±25）°C炽灼4 h，冷却至200 °C后取出，放置干燥器中冷却至室温后精密称其重量，重复炽灼，直至恒重。

6.6.2 记录

记录炽灼的温度、时间、供试品量、坩埚、灰分及坩埚内的恒重数据。

6.6.3 结果计算

供试品的灰分计算：

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m_2 - m_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

X——为供试品灰分，%；

m_1 ——为残渣及坩埚重，单位为克（g）；

m_0 ——为空坩埚重，单位为克（g）；

m_2 ——为供试品及坩埚重，单位为克（g）。

6.7 比旋光度

6.7.1 仪器

自动旋光仪。

6.7.2 供试液的制备

精密称取供试品1.00 g置于100 mL锥形瓶中加水溶解，将锥形瓶置于磁力搅拌器上搅拌，至完全溶解为均一透明溶液后停止，转移到100 mL容量瓶中定容至刻度，混合均匀，即得浓度为1%的供试品液。

6.7.3 测定

先用水充分洗涤旋光管，并将其充满水，在25 °C的水浴下平衡后，测定旋光度，作为空白；

再取试样溶液，洗涤测定管3次，并用该溶液充满测定管（不得有气泡），在相同条件下，测定旋光度 α ，三次测定，取平均值。

6.7.4 结果计算

供试品的比旋光度计算：

$$[\alpha]_{589nm}^{25^{\circ}C} = \frac{\alpha \times 100}{W \times L \times (1 - h_s)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- [α]——为试样比旋光度，单位为度平方厘米每克 ($^{\circ} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)；
- α ——为试样检测旋光度，单位为度 ($^{\circ}$)；
- 100——为试样定容体积，单位为毫升 (mL)；
- W——为样品称样量，单位为克 (g)；
- L——为旋光管长度，单位为分米 (dm)；
- h_s ——为样品干燥失重，%。

6.8 铅、砷、汞、镉

按《化妆品安全技术规范》规定的方法检验。

6.9 菌落总数

按《化妆品安全技术规范》规定的方法检验。

6.10 霉菌和酵母菌

按《化妆品安全技术规范》规定的方法检验。

6.11 耐热大肠菌群、铜绿假单胞菌和金黄色葡萄球菌

按《化妆品安全技术规范》规定的方法检验。

7 检验规则

7.1 批次

产品按批检验，以一次投料生产的产品为一批。

7.2 抽样

按GB/T 6679规定进行，将所抽样品混合均匀后分成2份，其中1份用于检查，另1份留样备查。

7.3 出厂检验

每批产品应由生产企业的质量检验部门按本标准检验合格，并附合格证明后方可出厂。出厂检验项目应包括性状、气味、含量、pH值、比旋光度、灰分、干燥失重和菌落总数。

7.4 型式检验

7.4.1 型式检验项目为本标准中规定的全部项目。

7.4.2 有下列情况之一时，应进行型式检验：

- 原辅料有较大变化时；
- 更改关键工艺和设备时；
- 停产6个月以上恢复生产时；
- 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；
- 国家质量监督机构按有关规定需要抽检时。

7.5 判定规则

- 检验项目全部符合本标准的规定，判该批产品为合格产品；
- 微生物指标如有一项不符合本标准规定的要求时，即判该批产品为不合格；

——除微生物指标外，其他项目检验结果如有一项及以上为不合格，应在同批产品中加倍抽样复检，以复检结果为准。若复检项目仍有一项不合格，则判该批产品为不合格品。

8 标志、包装、运输、贮存、保质期

8.1 标志

包装标志应符合GB/T 191的规定。

8.2 包装

本产品可采用聚乙烯塑料袋/瓶加双层铝箔袋/瓶包装等方式，包装材料应卫生、无毒、无害、密封、防潮，应按标示的净重包装。

8.3 运输

产品在运输过程中应轻搬轻放，防止日晒、雨淋。

8.4 贮存

密封，遮光，阴凉干燥处。

8.5 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情况下，保质期按销售包装标注执行。

附 录 A

(规范性)

高效液相色谱法检测麦角硫因含量

A.1 原理

麦角硫因在254 nm下有最大吸收峰，经色谱分离后，通过配有紫外检测器的高效液相色谱仪测定，以峰面积计算麦角硫因的含量。

A.2 仪器

电子天平，精度0.1 mg；
高效液相色谱仪，配有紫外检测器。

A.3 试剂

麦角硫因标准品（Sigma-Aldrich， $\geq 99\%$ ）；
乙腈：色谱纯。

A.4 溶液配制

A.4.1 2%乙腈水溶液的制备：

量取20 mL色谱级乙腈，用水定容至1 L。配好的溶液使用前需经孔径0.22 μm 微孔滤膜过滤，超声波脱气15 min。

A.4.2 标准曲线制备：

精密称取麦角硫因标准品10 mg于100 mL容量瓶中，加水溶解并定容至刻度作为储备液。分别精密量取麦角硫因标准品储备液0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL，加水溶解并定容至10 mL，得到不同浓度的标准品溶液，进样前经0.22 μm 微孔滤膜过滤。标准品储备液可置于4 $^{\circ}\text{C}$ 保存，用前需恢复至室温后再使用。

A.4.3 供试品溶液（平行制备2份）：精密称取供试品50.0 mg（精确至0.1 mg）于100 mL容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，混匀，吸取5 mL该溶液移至50 mL容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，用少量水溶解完全后，定容至刻度，混合均匀。进样前经0.22 μm 微孔滤膜过滤。

A.5 色谱参考条件

色 谱 柱：AQ-C18（4.6 \times 250 mm，填料粒径5 μm ），或等效色谱柱；
流 动 相：2%乙腈水溶液；
流 速：1.0 mL/min；
检测波长：254 nm；
进 样 量：20 μL ；
柱 温：30 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.6 标准曲线的测定

按照 A.4.2 中条件取不同浓度的标准品溶液进行色谱分析，记录色谱峰的保留时间和峰面积。系统启动开始进样，每个标准品样品需要重复操作三次，取平均值。以麦角硫因浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

A.7 供试品的测定

取 A.4.3 供试品溶液进行色谱分析，记录色谱峰的保留时间和峰面积，供试品液与标准品溶液的保留时间应保持一致。根据标准曲线计算出相应的麦角硫因的浓度。

A.8 结果计算

样品中麦角硫因的含量 (X) 按下式计算, 计算结果保留四位有效数字:

$$X(\%) = \frac{C_0}{W_s/V_s \times 1000 \times (1-h_s)} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

C_0 ——为根据麦角硫因标准曲线计算出的供试品溶液中麦角硫因的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

W_s ——为供试品称样量, 单位为毫克 (mg);

V_s ——为供试品溶解后定容体积, 单位为毫升 (mL);

h_s ——为供试品干燥失重, %。

A.9 结果报告

平行测定结果相对偏差不得大于2.0%, 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

附录 B

(资料性)

麦角硫因对照品高效液相色谱图

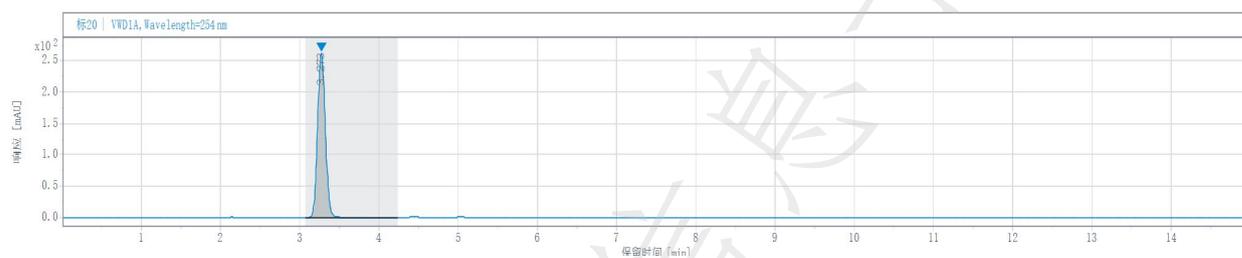


图 B.1 麦角硫因对照品高效液相色谱图