

T/GDCA

广东省化妆品学会团体标准

T/GDCA 001—2024

化妆品用原料 羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，
S 构型）

Cosmetic ingredients-Hydroxypropyl tetrahydropyrantriol

（工作组讨论稿）

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

广东省化妆品学会 发布

化妆品用原料 羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S 构型）

1 范围

本文件规定了羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S 构型）的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及保质期。

本文件适用于通过以玉米芯等为原料经酶法或化学水解并精制得到的D-木糖为原料，通过化学或生物化学手段合成的羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S 构型），该组分是玻色因的主要成分，主要用于各类化妆品中，作为皮肤调理剂、保湿剂、紧致抗皱剂等使用。

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
《化妆品安全技术规范》
《中华人民共和国药典》
《化妆品安全评估技术导则》

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本信息

- 4.1 化学名称：(2S, 3R, 4S, 5R)-2-((S)-2-羟基丙基)-吡喃-3, 4, 5-三醇，(2S, 3R, 4S, 5R)-2-((S)-2-hydroxypropyl) tetrahydro-2H-pyran-3, 4, 5-triol
- 4.2 化妆品原料名称：羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S 构型）
- 4.3 INCI 名称：HYDROXYPROPYLTETRAHYDROPYRANTRIOL
- 4.4 分子式： $C_8H_{16}O_5$
- 4.5 分子量：192.211
- 4.6 CAS 号：868156-46-1
- 4.7 化学结构式见图 1

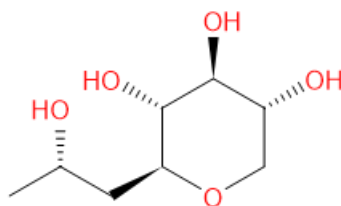


图1 羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S 构型）化学结构式

5 技术要求及试验方法

5.1 感官指标

应符合表1规定。

表1 感官指标及试验方法

项目	指标
外观	白色粉末，无肉眼可见外来杂质
气味	具有本品特征性气味，无显著异味

5.2 标志性成分指标

应符合表2规定。

表2 标志性成分指标及试验方法

项目	指标
羟丙基四氢吡喃三醇（β，S 构型） 面积归一化法纯度/%	≥99.0
羟丙基四氢吡喃三醇（β，S 构型） 面积外标法含量/%	≥95.0

5.3 理化指标

应符合表3规定。

表3 理化指标及试验方法

项目	指标
水分/%	≤5.0
D-木糖/%	不得检出
乙醇/%	≤0.5
乙酸乙酯/%	≤0.5
pH（1%水溶液）	6.5-7.5
硼酸和硼酸盐/%	不得检出
炽灼残渣/%	≤0.2
电导率/（μs/cm）	≤500

表3 理化指标及试验方法（续）

项目	指标
汞（mg/Kg）	≤1
铅（mg/Kg）	≤10
镉（mg/Kg）	≤5
砷（mg/Kg）	<2

5.4 微生物指标

应符合表4规定。

表4 微生物指标及试验方法

项目	指标
菌落总数，CFU/g	符合《化妆品安全技术规范》
霉菌和酵母菌，CFU/g	符合《化妆品安全技术规范》
耐热大肠菌群，CFU/g	符合《化妆品安全技术规范》
金黄色葡萄球菌/g	符合《化妆品安全技术规范》
铜绿假单胞菌/g	符合《化妆品安全技术规范》

5.5 安全评估要求

应符合《化妆品安全评估技术导则》的要求。

6 试验方法

6.1 感官指标

取试样适量，置于培养皿中，在自然光下观察其外观，嗅其气味。

6.2 标志性成分指标

依据附录A的规定进行检测。

6.3 理化指标

6.3.1 水分

参照《中华人民共和国药典》2020年版 四部 0832 水分测定法第二法（烘干法）进行测定。

6.3.2 D-木糖

依据附录B的规定进行检测。

6.3.3 乙酸乙酯

依据附录C的规定进行检测。

6.3.4 乙醇

依据附录D的规定进行检测。

6.3.5 pH

取本品适量配置成1%水溶液，参照《化妆品安全技术规范》2015年版 第四章 理化检验方法 1.1 pH值测定法，直接测定。

6.3.6 硼酸和硼酸盐

依据《化妆品安全技术规范》第四章 理化检验方法3.7硼酸和硼酸盐的规定进行检验。

6.3.7 炽灼残渣

依据《中华人民共和国药典》四部 附录0841炽灼残渣检查法的规定进行检验。

6.3.8 电导率

依据附录E的规定进行检测。

6.3.9 汞、铅、砷、镉

按照《化妆品安全技术规范》第四章 1.2汞；1.3铅；1.4砷；1.5镉规定的方法进行检验。

6.4 微生物指标

依据《化妆品安全技术规范》第五章微生物检验方法的规定进行检验。

7 检验规则

7.1 出厂检验

由生产厂质量检验部门取样检验。出厂检验项目包括外观、气味、羟丙基四氢吡喃三醇纯度和含量、电导率/(us/cm)、pH、炽灼残渣、硼酸和硼酸盐、乙酸乙酯、乙醇和D-木糖，生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。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、有效日期、净重、执行标准编号。

7.2 型式检验

型式检验每年不应少于1次。型式检验的项目为技术要求中的汞、铅、镉、砷、菌落总数、霉菌和酵母菌、耐热大肠菌群、金黄色葡萄球菌和铜绿假单胞菌9项项目，具体如技术要求项中表1~表4备注所示。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；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求。

7.3 检验结果若有1项不符合标准要求，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。

7.4 采样按GB/T 6678和GB/T 6680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。

7.5 检验结果的判定按GB/T 8170规定的数值修约值比较法进行。

7.6 使用单位有权按照本文件的检验规则和试验方法对所收到的该产品进行验收，如有异议需在收到产品15天内向生产厂提出；当供需双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规定的试验方法和检验规则进行。

8 标志、包装、运输、贮存及保质期

8.1 标志

产品销售包装图示标志应按GB/T 191规定执行，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。

8.2 包装

产品根据用户要求包装。

8.3 运输

本产品属于非危险品，任何运输工具可采用，在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

8.4 贮存

应贮存在卫生、干燥、避光处。

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的情况下，保质期为两年。

附录 A
(资料性)
羟丙基四氢吡喃三醇测定方法

A.1 方法提要

试样经95%乙醇溶解稀释，过滤，高效液相色谱法测定，纯度和含量分别用面积归一化法和外标法计算。

A.2 试剂、材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为GB/T 6682规定的一级水。

A.3 仪器

A.3.1 高效液相色谱仪：配有蒸发光散射检测器；

A.3.2 电子天平：感量0.00001g。

A.4 分析步骤

A.4.1 样品前处理

准确称取混合均匀的样品10mg，置于25mL容量瓶中，用95%乙醇溶解并定容，摇匀，作为供试样液。过0.45μm有机过滤膜，取滤液作为待测供试样液。

A.4.2 标准溶液的配制

准确称取羟丙基四氢吡喃三醇标准品（PANPHY，99.5%）10mg，置于25 mL容量瓶中，用95%乙醇溶解并定容，摇匀，得浓度为0.398 mg/mL的羟丙基四氢吡喃三醇标准储备液。过0.45 μm有机过滤膜，取滤液作为待测标准溶液。

A.4.3 色谱条件

色谱条件可参照表A.1。

色谱条件

项目	参数		
设备	岛津 LC-20A		
色谱柱	ShimNex HE NH ₂ XAmide (4.6 mm ×250 mm, 5μm)		
检测器	蒸发光散射检测器 (ELSD)		
洗脱梯度	时间 (min)	甲醇 (A, %)	乙腈 (B, %)
	0.0	0	100
	20.00	20	80
	20.10	0	100
	29.00	0	100

表 A. 1 色谱条件（续）

项目	参数
流速	1. 0mL/min
柱温	35℃
进样量	10 μ L
蒸发室温度	40~50℃
飘移管温度	40~50℃
空气流速	1. 6mL/min

A. 4. 4 测定

取待测溶液（A. 4. 1）、标准工作液（A. 4. 2）进样，进行色谱分析。

A. 5 分析结果的表述

A. 5. 1 计算

A. 5. 1. 1 纯度计算

纯度计算见表A. 1。

$$\omega = \frac{A_0}{A_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：
ω——羟丙基四氢吡喃三醇的纯度，%；
A₀——样品中羟丙基四氢吡喃三醇峰面积；
A₁——样品中峰面积总和。

A. 5. 1. 2 含量计算

$$W = \frac{S_1 \times C_0 \times V}{S_0 \times M \times (1 - \alpha)} \dots\dots\dots (A. 2)$$

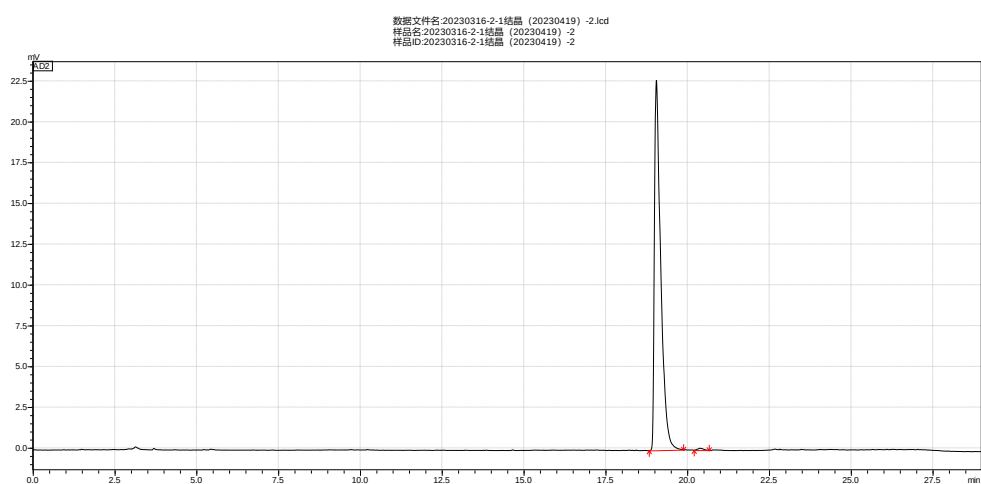
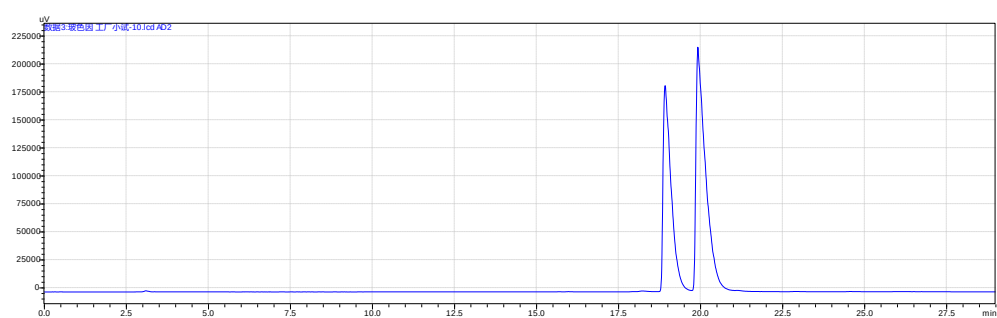
式中：
W——羟丙基四氢吡喃三醇的含量，%；
S₀——标准储备液的峰面积；
S₁——样品的峰面积；
C₀——标准储备液的浓度，mg/mL；
V——样品的定容体积，mL；
M——样品的称样量，mg；
α——样品的干燥失重。

A. 5. 2 精密度与回收率

回收率为90%~115%，相对标准偏差小于10%，符合2020年版药典9101分析方法验证指导原则规定的80% - 115%的要求，表明该方法具有良好的准确度。

A. 6 图谱

图谱见图A. 1。（补充混合构型）

图A.1 图谱（羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S））图A.2 混合构型羟丙基四氢吡喃三醇图谱（左峰：羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，S）；右峰：羟丙基四氢吡喃三醇（ β ，R））

附录 B
(资料性)
D-木糖测定方法

B.1 方法提要

试样经水溶解稀释，过滤，高效液相色谱法测定，仅定性分析。

B.2 试剂、材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为GB/T 6682规定的一级水。

B.3 仪器

B.3.1 高效液相色谱仪：配有蒸发光散射检测器；

B.3.2 电子天平：感量0.00001g。

B.4 分析步骤

B.4.1 样品前处理

准确称取混合均匀的样品20mg，置于50mL容量瓶中，用水溶解并定容，摇匀，作为供试样液。过0.45μm有机过滤膜，取滤液作为待测供试样液。

B.4.2 标准溶液的配制

准确称取D-木糖对照品（源叶生物，BR，99%）20mg，置于50 mL容量瓶中，用水溶解并定容，摇匀，得D-木糖对照储备液。过0.45 μm有机过滤膜，取滤液作为待测对照溶液。

B.4.3 色谱条件

色谱条件可参照表B.1。

色谱条件

项目	参数		
设备	岛津 LC-20A		
色谱柱	ShimNex HE NH ₂ XAmide (4.6 mm ×250 mm, 5μm)		
检测器	蒸发光散射检测器（ELSD）		
等度梯度	时间（min）	水（A，%）	乙腈（B，%）
	0.0 ~ 30	15	85
流速	1.0mL/min		
柱温	40℃		
进样量	10 μL		
蒸发室温度	50℃		
飘移管温度	40~50℃		
空气流速	1.2mL/min		

B.4.4 测定

取待测溶液（B.4.1）、标准工作液（B.4.2）进样，进行色谱分析。

B.5 分析结果的表述

B.5.1 定性分析

D-木糖的保留时间为9.926min，色谱图如图B.1所示。

B.5.2 精密度与回收率

回收率为90%~115%，相对标准偏差小于10%，符合2020年版药典9101分析方法验证指导原则规定的80% - 115%的要求，表明该方法具有良好的准确度。

B.6 图谱

图谱见图B.1和图B.2，分别为D-木糖和溶剂水的色谱图。

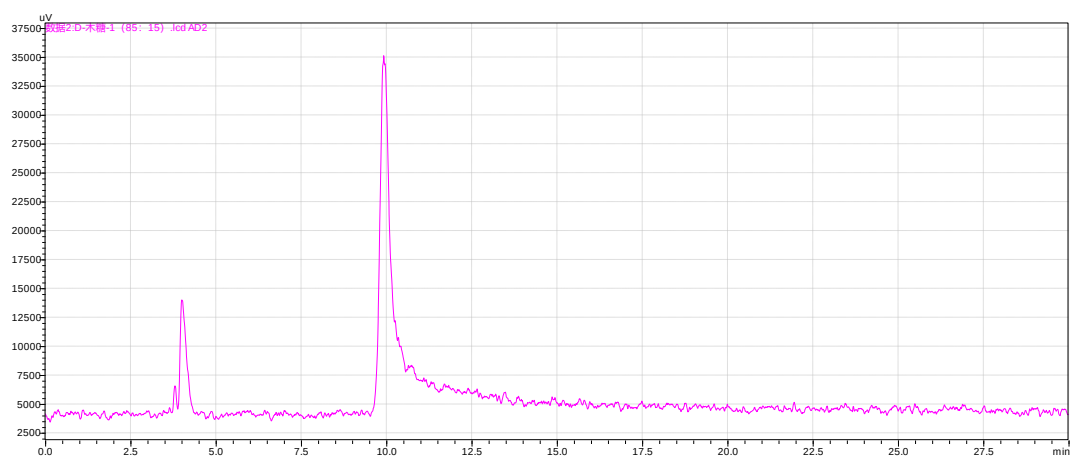


图 B.1 图谱 D-木糖

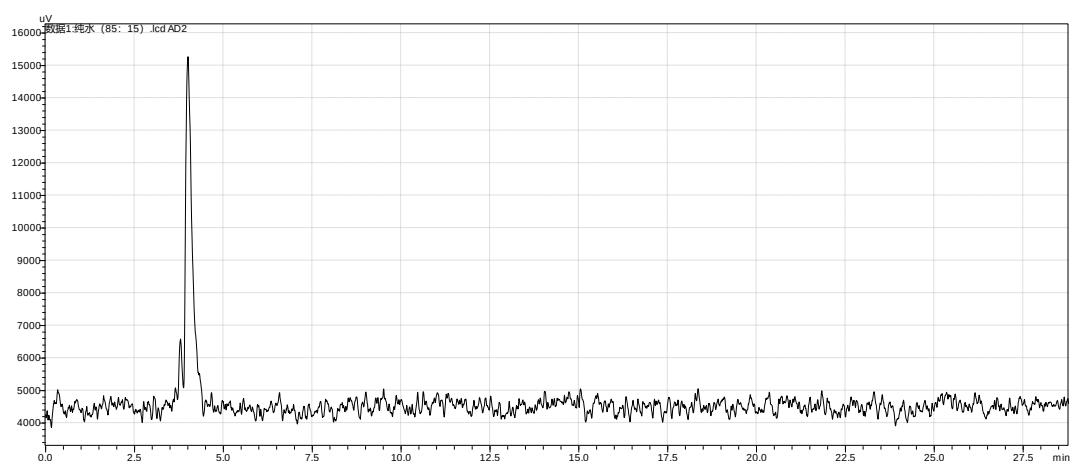


图 B.2 图谱 溶剂水

附录 C (资料性) 乙醇残留测定方法

C.1 乙醇残留

取本品适量，依气相色谱法检查。

C.2 色谱条件

C.2.1 检测器：氢火焰离子检测器 (FID)；

C.2.2 色谱柱：石英毛细管柱，30m×0.32mm×0.25μm；

C.2.3 载气：N₂；

C.2.4 样品流路温度：85℃；

C.2.5 传输线温度：105℃；

C.2.6 柱温：初始温度50℃，保留4min，以15℃/min升至200℃，全部程序时间20min；

C.2.7 检测器温度：200℃；

C.2.8 分流比：10:1；

C.2.9 尾吹：N₂ 35mL/min，H₂ 35mL/min，空气 400 mL/min。

C.3 对照品溶液制备

取无水乙醇 (AR) 约0.5g，精密称定，置100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为储备液。在20ml顶空瓶中加储备液1mL，加水4mL，备用。

C.4 供试品溶液制备

取本品约0.1g精密称定，置20ml顶空瓶中，加水5mL溶解，待测。

C.5 系统适用性试验

理论版数按乙醇峰计算应不低于2000。

C.6 测定

将对照品、供试品分别放入顶空进样器中，进样。按外标法以峰面积计算 (式C.1) 含量。

$$\text{残留乙醇(\%)} = \frac{A_x \times W_r}{A_r \times W_x \times 100} \times 100 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

A_r——对照品中乙醇峰面积；

A_x——供试品中乙醇峰面积；

W_r——对照品的称取量，g；

W_x——供试品的称取量，g。

附录 D (资料性) 乙酸乙酯残留测定方法

D.1 乙酸乙酯残留

取本品适量，依气相色谱法检查。

D.2 色谱条件

D.2.1 检测器：氢火焰离子检测器 (FID)；

D.2.2 色谱柱：石英毛细管柱，30m×0.32mm×0.25μm；

D.2.3 载气：N₂；

D.2.4 样品流路温度：85℃；

D.2.5 传输线温度：105℃；

D.2.6 柱温：初始温度50℃，保留4min，以15℃/min升至200℃，全部程序时间20min；

D.2.7 检测器温度：200℃；

D.2.8 分流比：10:1；

D.2.9 尾吹：N₂ 35mL/min，H₂ 35mL/min，空气 400 mL/min。

D.3 对照品溶液制备

取乙酸乙酯 (AR) 约0.5 g，精密称定，置100 mL量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为储备液。在20mL顶空瓶中加储备液1mL，加水4mL，备用。

D.4 供试品溶液制备

取本品约0.1g精密称定，置20 mL顶空瓶中，加水5 mL溶解，待测。

D.5 系统适用性试验

理论版数按乙酸乙酯峰计算应不低于2000。

D.6 测定

将对照品、供试品分别放入顶空进样器中，进样。按外标法以峰面积 (式D.1) 计算含量。

$$\text{残留乙酸乙酯}(\%) = \frac{A_x \times W_r}{A_r \times W_x \times 100} \times 100 \dots\dots\dots (D.2)$$

式中：

A_r——对照品中乙酸乙酯峰面积；

A_x——供试品中乙酸乙酯峰面积；

W_r——对照品的称取量，g；

W_x——供试品的称取量，g。

附 录 E
(资料性)
电导率测定方法

E.1 电导率测定

使用电导率仪，采用直接测定法。

E.2 供试品溶液的配制

取本品适量，用新沸放冷的纯净水配置成10%的水溶液，两份，100mL/份，作为供试溶液。

E.3 空白溶液的配制

取新沸放冷的纯净水100mL作为空白溶液。

E.4 测定

将供试品溶液与空白溶液置均置于 $35^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的水浴锅中保温1小时后，缓缓搅拌，用事先校准好的电导率仪测定。先用空白溶液冲洗电极3次后，测定空白溶液的电导率并记录。取出电极，再用供试品溶液冲洗电极3次后，测定供试品溶液的电导率并记录。

$$K = \frac{K_1 + K_2}{2} - K_0$$

式中：

K：本品的电导率， $\mu\text{S}/\text{cm}$ ；

K_1 ：第一份供试品溶液的电导率测定值；

K_2 ：第二份供试品溶液的电导率测定值；

K_0 ：空白溶液的电导率测定值。