

团 体 标 准

T/GDAQ XXXX—2024

桂花单离香料 (超临界二氧化碳塔板式分离萃取法)

Osmanthus fragrances (supercritical carbon dioxide tower plate mode extraction and separation method)

(征求意见稿)

(本草案完成时间: 2024.08.23)

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。

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

广东省质量协会 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 分类 1

5 技术要求 1

 5.1 原辅料要求 1

 5.2 感官指标 2

 5.3 理化指标 2

 5.4 特征成分含量 2

 5.5 净含量 2

6 试验方法 2

 6.1 感官指标 2

 6.2 理化指标 3

 6.3 特征成分含量 3

 6.4 净含量 3

7 检验规则 3

 7.1 原辅料入库检验 3

 7.2 组批 3

 7.3 抽样方法 3

 7.4 出厂检验 3

 7.5 型式检验 3

 7.6 判定规则 4

8 标签、标志、包装、运输、储存及保质期 4

 8.1 标签、标志 4

 8.2 包装 4

 8.3 运输 4

 8.4 储存 4

 8.5 保质期 4

附录 A（规范性） 特征成分含量测定方法 5

 A.1 仪器 5

 A.2 操作条件 5

 A.3 测定方法 5

 A.4 结果表示 5

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。

本文件由普萃超临界（广东）高新技术有限公司提出。

本文件由广东轻工职业技术学院大学、广东省粤科标准化研究院与广东省质量协会联合归口。

本文件起草单位：普萃超临界（广东）高新技术有限公司、华彬力美科技（湖北）有限公司、广东轻工职业技术学院大学、广东省粤科标准化研究院、广东省质量协会、XXX

本文件主要起草人：

桂花单离香料 (超临界二氧化碳塔板式分离萃取法)

1 范围

本文件规定了桂花单离香料的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输、储存及保质期。

本文件适用于以桂花为原料，经干燥、超临界二氧化碳（CO₂）塔板式萃取分离、精制或不精制工艺制得的化妆品、日用化学品用桂花单离香料。

注1：所有原辅料均为食品级。

注2：超临界二氧化碳（CO₂）塔板式萃取分离法指在超临界状态下以二氧化碳（CO₂）为溶剂，利用其高渗透性和高溶解能力，通过塔板式萃取分离装置来提取分离混合物的方法。

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 1886.228 食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化碳
GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
GB 5009.75 食品安全国家标准 食品添加剂中铅的测定
GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定
GB 5749 生活饮用水卫生标准
GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB/T 11540 香料 相对密度的测定
GB/T 11538—2006 精油 毛细管柱气相色谱分析通用法
GB/T 14454.2 香料 香气评定法
GB/T 14454.4 香料 折光指数的测定
GB/T 14454.5 香料 旋光度的测定
GB/T 14455.5 香料 酸值或含酸量的测定
GB/T 14455.6 香料 酯值或含酯量的测定
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

桂花单离香料按性状分以下两种：

- 膏状半固体香料；
- 油状液体香料。

5 技术要求

5.1 原辅料要求

- 5.1.1 桂花应新鲜、清洁、无霉变、无非桂花类夹杂物，并符合 GB 2762、GB 2763 的要求。
- 5.1.2 加工用水应符合 GB 5749 的要求。
- 5.1.3 二氧化碳应符合 GB 1886.228 的要求。

5.2 感官指标

感官指标应符合表1的要求。

表1 感官指标

指标	要求
色泽	橘黄色
状态	膏状半固体或油状液体
香气	浓郁的桂花香气

5.3 理化指标

理化指标应符合表2的要求。

表2 理化指标

指标	要求	
	膏状半固体香料	油状液体香料
相对密度 (25 ℃/25 ℃)	—	0.866 2~0.930 0
折光指数 (25 ℃)	—	1.456 0~1.488 0
旋光度 (25 ℃)	—	-12.0~-0.5
酸值 (以KOH计) / (mg/g)	—	≤20.0
酯值 (以KOH计) / (mg/g)	≥40.0	≥50.0
重金属 (以Pb计) / (mg/kg)	≤10.0	≤10.0
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤1.0	≤1.0

5.4 特征成分含量

特征成分含量应符合表3的要求。

表3 特征成分含量

特征成分	含量	
	膏状半固体香料	油状液体香料
β-二氢紫罗兰酮 /%	0.255~9.550	2.295~9.150
β-紫罗兰酮 /%	0.487~6.158	0.693~3.158
丙位癸内酯 /%	0.901~3.118	1.008~3.182

5.5 净含量

应符合JJF 1070的规定。

6 试验方法

6.1 感官指标

6.1.1 色泽和状态

将试样置于比色管内，用目测法观察。

6.1.2 香气

按GB/T 14454.2的规定。

6.2 理化指标

6.2.1 相对密度

按GB/T 11540的规定。

6.2.2 折光指数

按GB/T 14454.4的规定。

6.2.3 旋光度

按GB/T 14454.5的规定。

6.2.4 酸值

按GB/T 14455.5的规定。

6.2.5 酯值

按GB/T 14455.6的规定。

6.2.6 重金属（以Pb计）

按GB 5009.75的规定。

6.2.7 总砷（以As计）

按GB 5009.76的规定。

6.3 特征成分含量

按附录A的规定。

6.4 净含量

按JJF 1070的规定。

7 检验规则

7.1 原辅料入库检验

原辅料应经生产单位质检部门按要求进行验收，合格后方可入库使用。

7.2 组批

以同一生产线、同一批投料、同一规格生产的产品为一批。

7.3 抽样方法

每批的包装单位为1个~2个时，全抽；3个~100个时随机抽取其中2个；100个以上时增加部分再抽取3%。用取样器从每个包装单位中均匀抽取试样50 mL~100 mL，将所抽取的试样全部置于混样器内充分混匀，分别装入两个清洁、干燥、密闭的惰性容器中，避光保存。容器上贴标签，注明生产单位名称、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期，一瓶作检验用，另一瓶留样。

7.4 出厂检验

每批产品应进行出厂检验，检验合格后，出具合格证书或报告，方可出厂。出厂检验项目为感官、酸值和净含量。

7.5 型式检验

型式检验项目包括理化指标、特征成分含量和净含量。正常生产时，每半年应进行一次型式检验；有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；

- b) 更换主要设备时;
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- d) 原料产地或供货商发生变化时;
- e) 停产三个月以上恢复生产时;
- f) 质量监督机构提出要求时。

7.6 判定规则

检验项目全部符合本文件要求时,判该批产品为合格品;检验项目除重金属指标外有不符合本文件要求的,可2倍量抽样进行该项目的复检,复检后仍不符合本文件要求的,判为不合格品;重金属指标不符合本文件要求的,则判定该批产品不合格,且不得复检。

8 标签、标志、包装、运输、储存及保质期

8.1 标签、标志

产品的标签应注明:产品名称、生产单位名称和地址、批号、净含量、生产日期和保质期、执行标准号。产品的外包装箱图示标志应符合GB/T 191的规定。

8.2 包装

宜采用玻璃制品或金属制品进行包装,包装材料应清洁、干燥、卫生、无毒无害,封口应紧密,不应泄露;外包装采用瓦楞纸箱,应符合GB/T 6543的要求。

8.3 运输

8.3.1 运输工具、车辆应清洁卫生、干燥。

8.3.2 运输过程中应有遮盖物,应防雨防晒,严禁与有毒有害和有异味的物品混运。

8.3.3 搬运时应小心轻放,轻拿轻放,严禁摔撞、重压、倒置。

8.4 储存

8.4.1 成品应储存于阴凉、干燥、通风的仓库内,不得露天堆放。

8.4.2 成品应离地 10 cm 以上、离墙 20 cm 以上存放,避免污染,远离火源。

8.5 保质期

在符合 8.4 的储存条件,且包装完整、未经启封的情况下,保质期为 24 个月。

附 录 A
(规范性)
特征成分含量测定方法

A.1 仪器

A.1.1 气相色谱仪

应符合GB/T 11538—2006中5.1的规定。

A.1.2 毛细管柱

应采用长为60 m, 内径为0.25 mm的毛细管柱; 应使用聚乙二醇或改性聚乙二醇作为固定相。

A.1.3 检测器

应采用氢火焰离子化检测器。

A.2 操作条件

测定时应满足以下操作条件:

- 膜厚: 0.25 μm ;
- 色谱炉温度: 先 70 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 2 min, 然后从 70 $^{\circ}\text{C}$ 线性升温至 220 $^{\circ}\text{C}$, 速率为 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 最后在 220 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 20 min;
- 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- 检测器温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- 载气: 氮气;
- 载气流速: 0.7 mL/min。

A.3 测定方法

按GB/T 11538—2006中10.4的规定。

A.4 结果表示

按GB/T 11538—2006中11.4的规定。

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 分类 1

5 技术要求 1

 5.1 原辅料要求 1

 5.2 感官指标 2

 5.3 理化指标 2

 5.4 特征成分含量 2

 5.5 净含量 2

6 试验方法 2

 6.1 感官指标 2

 6.2 理化指标 3

 6.3 特征成分含量 3

 6.4 净含量 3

7 检验规则 3

 7.1 原辅料入库检验 3

 7.2 组批 3

 7.3 抽样方法 3

 7.4 出厂检验 3

 7.5 型式检验 3

 7.6 判定规则 4

8 标签、标志、包装、运输、储存及保质期 4

 8.1 标签、标志 4

 8.2 包装 4

 8.3 运输 4

 8.4 储存 4

 8.5 保质期 4

附录 A（规范性） 特征成分含量测定方法 5

 A.1 仪器 5

 A.2 操作条件 5

 A.3 测定方法 5

 A.4 结果表示 5

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。

本文件由普萃超临界（广东）高新技术有限公司提出。

本文件由广东轻工职业技术学院大学、广东省粤科标准化研究院与广东省质量协会联合归口。

本文件起草单位：普萃超临界（广东）高新技术有限公司、华彬力美科技（湖北）有限公司、广东轻工职业技术学院大学、广东省粤科标准化研究院、广东省质量协会、XXX

本文件主要起草人：

桂花单离香料 (超临界二氧化碳塔板式分离萃取法)

1 范围

本文件规定了桂花单离香料的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输、储存及保质期。

本文件适用于以桂花为原料，经干燥、超临界二氧化碳（CO₂）塔板式萃取分离、精制或不精制工艺制得的化妆品、日用化学品用桂花单离香料。

注1：所有原辅料均为食品级。

注2：超临界二氧化碳（CO₂）塔板式萃取分离法指在超临界状态下以二氧化碳（CO₂）为溶剂，利用其高渗透性和高溶解能力，通过塔板式萃取分离装置来提取分离混合物的方法。

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 1886.228 食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化碳
GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
GB 5009.75 食品安全国家标准 食品添加剂中铅的测定
GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定
GB 5749 生活饮用水卫生标准
GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB/T 11540 香料 相对密度的测定
GB/T 11538—2006 精油 毛细管柱气相色谱分析通用法
GB/T 14454.2 香料 香气评定法
GB/T 14454.4 香料 折光指数的测定
GB/T 14454.5 香料 旋光度的测定
GB/T 14455.5 香料 酸值或含酸量的测定
GB/T 14455.6 香料 酯值或含酯量的测定
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

桂花单离香料按性状分以下两种：

- 膏状半固体香料；
- 油状液体香料。

5 技术要求

5.1 原辅料要求

- 5.1.1 桂花应新鲜、清洁、无霉变、无非桂花类夹杂物，并符合 GB 2762、GB 2763 的要求。
- 5.1.2 加工用水应符合 GB 5749 的要求。
- 5.1.3 二氧化碳应符合 GB 1886.228 的要求。

5.2 感官指标

感官指标应符合表1的要求。

表 1 感官指标

指标	要求
色泽	橘黄色
状态	膏状半固体或油状液体
香气	浓郁的桂花香气

5.3 理化指标

理化指标应符合表2的要求。

表 2 理化指标

指标	要求	
	膏状半固体香料	油状液体香料
相对密度（25℃/25℃）	—	0.866 2~0.930 0
折光指数（25℃）	—	1.456 0~1.488 0
旋光度（25℃）	—	-12.0~-0.5
酸值（以KOH计）/（mg/g）	—	≤20.0
酯值（以KOH计）/（mg/g）	≥40.0	≥50.0
重金属（以Pb计）/（mg/kg）	≤10.0	≤10.0
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤1.0	≤1.0

5.4 特征成分含量

特征成分含量应符合表3的要求。

表 3 特征成分含量

特征成分	含量	
	膏状半固体香料	油状液体香料
β-二氢紫罗兰酮 /%	0.255~9.550	2.295~9.150
β-紫罗兰酮 /%	0.487~6.158	0.693~3.158
丙位癸内酯 /%	0.901~3.118	1.008~3.182

5.5 净含量

应符合JJF 1070的规定。

6 试验方法

6.1 感官指标

6.1.1 色泽和状态

将试样置于比色管内，用目测法观察。

6.1.2 香气

按GB/T 14454.2的规定。

6.2 理化指标

6.2.1 相对密度

按GB/T 11540的规定。

6.2.2 折光指数

按GB/T 14454.4的规定。

6.2.3 旋光度

按GB/T 14454.5的规定。

6.2.4 酸值

按GB/T 14455.5的规定。

6.2.5 酯值

按GB/T 14455.6的规定。

6.2.6 重金属（以Pb计）

按GB 5009.75的规定。

6.2.7 总砷（以As计）

按GB 5009.76的规定。

6.3 特征成分含量

按附录A的规定。

6.4 净含量

按JJF 1070的规定。

7 检验规则

7.1 原辅料入库检验

原辅料应经生产单位质检部门按要求进行验收，合格后方可入库使用。

7.2 组批

以同一生产线、同一批投料、同一规格生产的产品为一批。

7.3 抽样方法

每批的包装单位为1个~2个时，全抽；3个~100个时随机抽取其中2个；100个以上时增加部分再抽取3%。用取样器从每个包装单位中均匀抽取试样50 mL~100 mL，将所抽取的试样全部置于混样器内充分混匀，分别装入两个清洁、干燥、密闭的惰性容器中，避光保存。容器上贴标签，注明生产单位名称、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期，一瓶作检验用，另一瓶留样。

7.4 出厂检验

每批产品应进行出厂检验，检验合格后，出具合格证书或报告，方可出厂。出厂检验项目为感官、酸值和净含量。

7.5 型式检验

型式检验项目包括理化指标、特征成分含量和净含量。正常生产时，每半年应进行一次型式检验；有下列情况之一时应进行型式检验：

a) 产品定型投产时；

- b) 更换主要设备时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- d) 原料产地或供货商发生变化时；
- e) 停产三个月以上恢复生产时；
- f) 质量监督机构提出要求时。

7.6 判定规则

检验项目全部符合本文件要求时，判该批产品为合格品；检验项目除重金属指标外有不符合本文件要求的，可2倍量抽样进行该项目的复检，复检后仍不符合本文件要求的，判为不合格品；重金属指标不符合本文件要求的，则判定该批产品不合格，且不得复检。

8 标签、标志、包装、运输、储存及保质期

8.1 标签、标志

产品的标签应注明：产品名称、生产单位名称和地址、批号、净含量、生产日期和保质期、执行标准号。产品的外包装箱图示标志应符合GB/T 191的规定。

8.2 包装

宜采用玻璃制品或金属制品进行包装，包装材料应清洁、干燥、卫生、无毒无害，封口应紧密，不应泄露；外包装采用瓦楞纸箱，应符合GB/T 6543的要求。

8.3 运输

- 8.3.1 运输工具、车辆应清洁卫生、干燥。
- 8.3.2 运输过程中应有遮盖物，应防雨防晒，严禁与有毒有害和有异味的物品混运。
- 8.3.3 搬运时应小心轻放，轻拿轻放，严禁摔撞、重压、倒置。

8.4 储存

- 8.4.1 成品应储存于阴凉、干燥、通风的仓库内，不得露天堆放。
- 8.4.2 成品应离地 10 cm 以上、离墙 20 cm 以上存放，避免污染，远离火源。

8.5 保质期

在符合 8.4 的储存条件，且包装完整、未经启封的情况下，保质期为 24 个月。

附 录 A
(规范性)
特征成分含量测定方法

A.1 仪器

A.1.1 气相色谱仪

应符合GB/T 11538—2006中5.1的规定。

A.1.2 毛细管柱

应采用长为60 m, 内径为0.25 mm的毛细管柱; 应使用聚乙二醇或改性聚乙二醇作为固定相。

A.1.3 检测器

应采用氢火焰离子化检测器。

A.2 操作条件

测定时应满足以下操作条件:

- 膜厚: 0.25 μm ;
- 色谱炉温度: 先 70 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 2 min, 然后从 70 $^{\circ}\text{C}$ 线性升温至 220 $^{\circ}\text{C}$, 速率为 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 最后在 220 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 20 min;
- 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- 检测器温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- 载气: 氮气;
- 载气流速: 0.7 mL/min。

A.3 测定方法

按GB/T 11538—2006中10.4的规定。

A.4 结果表示

按GB/T 11538—2006中11.4的规定。
