ICS CCS Y 42

> T/GDCQMA 体 标 准

才

T/GDCQMA 00X-20XX

化妆品用原料 忍冬花提取物

Cosmetic Ingredients - Lonicera Japonica (Honeysuckle) Flower Extract

征求意见稿

202X - XX- XX 发布

202X - XX- XX 实施

广东省化妆品质量管理协会 发布

目 次

前	言		Π
引	言		Ш
1	范围	I	. 1
2	规范	5性引用文件	. 1
3		百和定义	
4		、	
		工艺要求	
		产品要求	
		~	
		外观	
		<u> </u>	
		特征性成分含量	
		水分的测定	
	5.5	溶解度的测定	. 2
	5.6	农药残留的测定	. 2
	5.7	铅的测定	. 3
		砷的测定	
		汞的测定	
		镉的测定	
	5.11	微生物指标的测定	. 3
6	检验	〕规则	. 3
	6.1	出厂检验	. 3
	6.2	型式检验	. 3
	6.3	结果判定	. 3
	6.4	采样规则	. 3
	6.5	数值修约	. 3
7	标き	云、包装、运输、贮存及保质期	3
	7.1	标志	. 3
	7.2	包装	. 4
	7.3	运输	. 4
	7.4	贮存	. 4
	7.5	保质期	. 4
附	录 A	(规范性) 绿原酸含量测定方法	.5
附	录 B	(规范性) 木犀草苷含量测定方法	. 7

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。

本文件由甘肃省药品检验研究院提出。

本文件由广东省化妆品质量管理协会归口。

本文件起草单位: ……。

本文件主要起草人: ……。

引 言

近年来,化妆品的安全性问题日益受到国家和消费者的重视,新规的出台将化妆品安全作为重点 监管方向,旨在保障产品质量和消费者使用安全,推动行业健康发展。忍冬花又名金银花,是忍冬科 半常绿缠绕灌木,自古以来就被誉为清热解毒的良药。其提取工艺、活性成分含量(如绿原酸、木犀 草苷)以及安全性指标(如微生物、重金属残留)是影响其质量的关键因素。然而,由于缺乏统一的 原料标准,市场上忍冬花提取物的质量参差不齐,影响了产品的安全性和功效性。

目前,行业内尚未制定统一的原料标准,导致各企业的技术要求差异较大,产品质量难以保障。 因此,建立完善的团体标准至关重要,既能指导企业规范生产,又能提升产品质量,保障消费者权益,同时为监管部门提供科学依据,推动忍冬花提取物在化妆品领域的更广泛应用。

基于以上原因,特立项制定《化妆品用原料 忍冬花提取物》团体标准,为忍冬花提取物的生产和质量控制提供统一的技术规范,明确提取工艺、理化指标、有害物质、微生物指标等方面的要求,有助于化妆品用原料忍冬花提取物的规范生产与品质保障。

本文件附录A与附录B所示内容为特征性成分绿原酸和木犀草苷的具体测定方法。

化妆品用原料 忍冬花提取物

1 范围

本文件规定了忍冬花提取物的术语与定义、技术要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及保质期。

本文件适用于以忍冬花为原料,经提取、分离、纯化制得的化妆品用忍冬花提取物。

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 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 39665 含植物提取物类化妆品中55种禁用农药残留量的测定

《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)

《中华人民共和国药典》(2025年版)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

忍冬花提取物(Lonicera japonica (honeysuckle) flower extract),是以忍冬科(Lonicera japonica)植物忍冬(Lonicera japonica Thunb.)的干燥花蕾或带初开的花为原料,经提取、分离、纯化等工艺制取的适用于化妆品的忍冬花提取物。

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物基源及来源

忍冬科(Lonicera japonica)植物忍冬(Lonicera japonica Thunb.)的干燥花蕾或带初开的花。

4.1.2 工艺过程

本文件适用于以忍冬花为原料,经提取、分离、纯化制得的化妆品用忍冬花提取物。

4.2 产品要求

忍冬花提取物的感官、理化、有害物质及微生物指标应符合表1要求。

T/GDCQMA 00X-20XX

表1 感官、理化、有害物质及微生物指标

检测项目			指标要求	
and the land	外观	Į	浅棕黄色至棕黄色固体粉末	
感官指标	气味		气微香	
	特征性成分含量(%)	绿原酸	≥0.7	
rm /1, 445.4=		木犀草苷	≥0.03	
理化指标	水分 (%)		≤10.0	
	溶解性		易溶于水	
	农药残留		应符合化妆品相关国家标准规定	
	铅 (Pb) / (mg/kg)		≤10	
有害物质	砷 (As) / (mg/kg)		≤2	
	汞 (Hg) / (mg/kg)		≤1	
	镉 (Cd) / (mg/kg)		≪5	
	菌落总数 (CFU/g)		≤1000	
	霉菌与酵母菌总数 (CFU/g)		≤100	
微生物指标	金黄色葡萄球菌		不得检出	
	耐热大肠菌群		不得检出	
	铜绿假单胞菌		不得检出	

5 检验方法

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/T6682规定的一级水。

5.1 外观

取适量试样于比色管中,在室温和非阳光直射下目测观察。

5.2 气味

取适量样品(约1g~5g)置于洁净玻璃皿或滤纸上,轻轻扇动使气味散发。

5.3 特征性成分含量

绿原酸含量按照附录A的方法进行检测,木犀草苷含量按照附录B的方法进行检测。

5.4 水分的测定

按《中华人民共和国药典》(2025年版)第四部通则0832水分测定法第二法(烘干法)进行。

5.5 溶解度的测定

按《中华人民共和国药典》(2025年版)第四部凡例,取样品1g,应能在1mL~10mL纯化水中溶解。

5.6 农药残留的测定

宜按GB/T 39665规定的方法进行检测。

5.7 铅的测定

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)中规定的方法进行检测。

5.8 砷的测定

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)中规定的方法进行检测。

5.9 汞的测定

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)中规定的方法进行检测。

5.10 镉的测定

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)中规定的方法进行检测。

5.11 微生物指标的测定

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)中规定的方法进行检测。

6 检验规则

6.1 出厂检验

6.1.1 出厂检验项目为4.2表1中规定的感官指标、绿原酸含量、木犀草苷含量、铅、汞、砷、镉、菌落总数、霉菌和酵母菌总数。

6.1.2 产品出厂前应由生产商的按产品的质量要求逐批进行取样、检验,检验合格方可出厂。

6.2 型式检验

每年不得少于一次型式检验。型式检验的项目为4.2表1中规定的全部项目,有下列情况之一时,也 应进行型式检验;

- a) 当原料、工艺和设备发生重大改变时;
- b) 产品首次投产或停产6个月以上恢复生产时;
- c) 生产场所改变时;
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求。

6.3 结果判定

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中有关规定进行,对产品进行两份采样,分别装入两个洁净、干燥的取样瓶中密封、贴上标签,一瓶供检验,另一瓶作留样备查。

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

T/GDCQMA 00X-20XX

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)、生产商名称、生产商地址、净含量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

置常温避光处密闭保存,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)

绿原酸含量测定方法

A.1 方法提要

本方法检出限为 $0.0037~\mu g$,定量限为 $0.011~\mu g$ 。若取 0.2~g 样品,定容体积为 10~m L 时,检出浓度为 $18.5~\mu g/g$,定量浓度为 $55~\mu g/g$ 。

A.2 试剂和耗材

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.2.1 乙腈,色谱纯。
- A.2.2 甲醇,色谱纯。
- A.2.3 磷酸, 优级纯。
- A.2.4 0.4% % 0.4% % 0.4% % 0.4% 的 0.4
- A.2.5 50%甲醇溶液:取甲醇、一级水等体积混合,摇匀,即得。
- A.2.6 绿原酸标准储备液:精密称取绿原酸标准品适量 10 mg (精确到 0.00001 g),置于 10 mL 容量瓶中,用 50 %甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,即得浓度为 1 mg/mL 的绿原酸标准储备液。

A.3 仪器和设备

- A.3.1 高效液相色谱仪(二极管阵列检测器)。
- A.3.2 分析天平(感量: 0.00001g和 0.0001g)。
- A.3.3 涡旋振荡仪。
- A.3.4 超声波清洗器。
- A.3.5 高速离心机。

A.4 分析步骤

A.4.1 绿原酸标准系列溶液的配制

精密移取绿原酸标准储备液 0.2mL、0.4mL、0.6mL、2mL、4 mL 至 10 mL 容量瓶中,用 50 %甲醇溶液稀释成浓度为 20mg/L、40mg/L、60mg/L、200mg/L、400 mg/L 的绿原酸标准系列溶液。

A.4.2 样品处理

准确称取样品 0.2~g(精确到 0.001~g),置于 10~mL 具塞比色管中,加入 50~%甲醇溶液 8~mL,涡旋振荡 30~s,使试样与提取溶剂充分混匀,超声提取 30~min,静置至室温,用 50~%甲醇溶液定容至 10~mL,摇匀,以 4000~r/min 离心 5~min。上清液经 $0.45~\mu m$ 滤膜过滤(必要时取上清液适量用 50~%甲醇溶液稀释),取滤液作为待测溶液。

A.4.3 液相色谱条件

色谱柱: C18, 4.6mm×250mm×5 μm。

流动相:流动相 A (0.4%磷酸溶液)+流动相 B (乙腈)。

流动相洗脱程序见表A.1

表A. 1 流动相洗脱程序

	- 170 - 1710 - 171 T 171 T 171	
时间 (min)	流动相 A	流动相 B
0	95	5
5	95	5

表 A.1(续)

时间 (min)	流动相 A	流动相 B
10	87	13
30	87	13

检测波长: 327 nm;

进样量: 10 µL;

柱温: 25 ℃;

流速: 1.0 mL/min。

A.4.4 定量测定

取绿原酸标准系列溶液分别进样,进行色谱分析,以标准系列溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其线性相关系数应大于 0.99。取待测溶液进样,进行色谱分析,根据保留时间和紫外光图谱定性,测得峰面积,根据标准曲线得到待测溶液中绿原酸的浓度,按 A.5 中的公式计算样品中绿原酸的含量。

A.5 样品中绿原酸含量测定:

A.5.1 样品中绿原酸的含量按下列公式计算:

$$\omega = \frac{D \times \rho \times V}{m \times 10^6} \times 100$$

式中:

ω ——试样中待测组分的质量分数,单位为百分比(%);

ρ——从标准曲线上得到待测组分的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品取样量,单位为克(g);

D——稀释倍数(不稀释则取1)。

计算结果取两位有效数字;在重复条件下两次独立测试结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

A.5.2 回收率和精密度

回收率为85%~110%,相对标准偏差小于5%(n=6)。

附录 B (规范性)

木犀草苷含量测定方法

B.1 方法提要:

本方法检出限为 $0.0048~\mu g$,定量限为 $0.0144~\mu g$ 。若取 0.4~g 样品,定容体积为 25~mL 时,检出浓度为 $15~\mu g/g$,最低定量浓度为 $45~\mu g/g$ 。

B.2 试剂和耗材

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.2.1 乙腈,色谱纯。
- B.2.2 磷酸, 优级纯。
- B.2.3 无水乙醇,分析纯。
- B.2.4 70%乙醇溶液: 取无水乙醇、水按体积比7:3混合,摇匀。
- B.2.5 0.4 %磷酸溶液: 量取磷酸 4.7 mL, 加一级水至 $1000 \, \text{mL}$, 混匀,制成浓度为 $0.4 \, \%$ 的磷酸水溶液。
- B.2.6 木犀草苷标准储备液:精密称取木犀草苷对照品 10.0 mg(精确到 0.00001 g)于 20 mL 容量瓶中,用 70 %乙醇溶液稀释并定容至刻度,即得浓度为 500 mg/L 的木犀草苷标准储备液。

B.3 仪器和设备

- B.3.1 高效液相色谱仪(二极管阵列检测器)。
- B.3.2 分析天平(感量: 0.00001g 和 0.0001g)。
- B.3.3 涡旋振荡仪。
- B.3.4 超声波清洗器。
- B.3.5 高速离心机。

B.4 分析步骤

B.4.1 木犀草苷标准系列溶液的配制

精密移取木犀草苷标准储备液(500 mg/L)适量,以 70 %乙醇溶液稀释,配制得到木犀草苷浓度为 2.5mg/L、6.25mg/L、12.5mg/L、25mg/L、50 mg/L 的木犀草苷标准系列溶液。

B.4.2 样品处理

准确称取样品 0.4 g(精确到 0.001 g), 置具塞锥形瓶中,精密加入 70 %乙醇溶液 25 mL,称定重量,超声处理 30 分钟,放冷,用 70 %乙醇溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

B.4.3 液相色谱条件

色谱柱: 苯基硅烷键合硅胶柱, 4.6mm×250mm×5μm。

流动相:流动相A(乙腈)+流动相B(0.4%磷酸溶液)。

流动相洗脱程序见表 B. 1

表 B. 1 流动相洗脱程序

时间	流动相 A	流动相 B
0	8	92
5	8	92
15	20	80
35	20	80

表 B. 1 (续)

时间	流动相 A	流动相 B
45	30	70
47	8	92

检测波长: 350 nm;

进样量: 20 µL;

柱温: 30 ℃;

流速: 0.8 mL/min。

B.4.4 定量测定

取木犀草苷标准系列溶液分别进样,进行色谱分析,以标准系列溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其线性相关系数应大于 0.99。取待测溶液进样,进行色谱分析,根据保留时间和紫外光图谱定性,测得峰面积,根据标准曲线得到待测溶液中木犀草苷的浓度,按 B.5 中的公式计算样品中木犀草苷的含量。

B.5 样品中木犀草苷含量测定:

B.5.1 样品中木犀草苷的含量按下列公式计算:

$$\omega = \frac{D \times \rho \times V}{m \times 10^6} \times 100$$

式中:

ω ——试样中待测组分的质量分数,单位为百分比(%);

ρ——从标准曲线上得到待测组分的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品取样量,单位为克(g);

D——稀释倍数(不稀释则取1)。

D——稀释倍数(不稀释则取1)。

计算结果取两位有效数字;在重复条件下两次独立测试结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

B.5.2 回收率和精密度

回收率为85%~110%,相对标准偏差小于5%(n=6)。