

团 体 标 准

T/CAFFCI 1—2018

化妆品用原料 甘草酸二钾

Dipotassium glycyrrhizate

2018-11-30 发布

2018-12-29 实施

中国香料香精化妆品工业协会 发布

目 次

| | |
|------------------------|----|
| 前言..... | II |
| 1 范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 基本信息 | 1 |
| 4 技术要求..... | 2 |
| 5 试验方法..... | 3 |
| 6 检验规则..... | 9 |
| 7 标志、包装、运输、贮存、保质期..... | 10 |



前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国香料香精化妆品工业协会提出。

本标准由中国香料香精化妆品工业协会归口。

本标准起草单位：甘肃泛植制药有限公司、广州市科能化妆品科研有限公司、海南京润珍珠生物技术股份有限公司、兰州大学。

本标准主要起草人：赵富虎、陈保华、李才广、刘德海、吴萍萍、徐建纯、杨登亮、陈国宝。



化妆品用原料 甘草酸二钾

1 范围

本标准规定了化妆品用甘草酸二钾的基本信息、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、保质期。

本标准适用于原料为甘草（豆科植物甘草*Glycyrrhiza uralensis* Fisch、胀果甘草*Glycyrrhiza inflata* Bat及光果甘草*Glycyrrhiza glabra* L），经水浸提、硫酸（或盐酸）酸化沉淀、乙醇浸提、氨化、结晶、离子交换、调钾等工艺制得的甘草酸二钾，主要用于各类化妆品中作为皮肤调理剂。

2 规范性引用文件

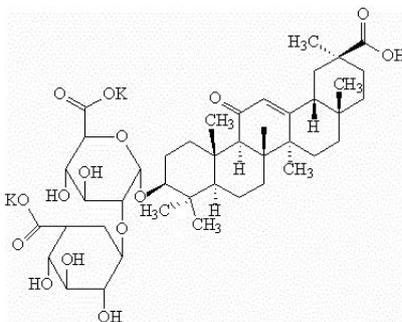
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 实验方法中所用制剂及制品的制备
- 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
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- WS-10001-(HD-0507)-2002 甘草酸二钾
- GB 1886.242-2016食品安全国家标准 食品添加剂 甘草酸铵
- 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）
- 定量包装商品计量监督管理办法（国家质量监督检验检疫总局令第75号）
- 中华人民共和国药典 2015年版 四部

3 基本信息

化学名称：甘草酸二钾

化学结构式



INCI 名称：Dipotassium Glycyrrhizate

分子式: $C_{42}H_{60}K_2O_{16}$

分子量: 899.13

CAS 号: 68797-35-3

4 技术要求

4.1 感官、理化指标

应符合表1的规定。

表1 感官、理化指标

| 项目 | | 要求 |
|------|------------|----------------------|
| 感官指标 | 性状 | 类白色至微黄色粉末, 无嗅, 有特殊甜味 |
| 鉴别试验 | (1) 甘草酸鉴别 | 应呈正反应 |
| | (2) 钾盐鉴别 | 应呈正反应 |
| 理化指标 | 干燥失重/% | ≤6 |
| | 炽灼残渣/% | 18~22 |
| | pH 值 | 5.0~6.0 |
| | 含量(以干基计)/% | ≥65.0 |

4.2 杂质、卫生指标

应符合表2规定。

表2 杂质、微生物指标

| 项目 | | 要求 |
|-------------|------------------|--------|
| 杂质指标 | 澄清度 | 澄清 |
| | 氯化物/% | ≤0.014 |
| | 硫酸盐/% | ≤0.029 |
| | 残氨/% | ≤0.006 |
| | 乙醇残留/% | ≤0.3 |
| | 色调 | ≤0.01 |
| 卫生指标 | 铅/(mg/kg) | ≤10 |
| | 镉/(mg/kg) | ≤5 |
| | 砷/(mg/kg) | ≤2 |
| | 汞/(mg/kg) | ≤1 |
| | 菌落总数/(CFU/g) | ≤100 |
| | 霉菌与酵母菌总数/(CFU/g) | ≤20 |
| | 粪大肠菌群/(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 | |

4.3 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》规定。

5 试验方法

5.1 一般规定

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/T 6682规定的三级水。实验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，参引《中华人民共和国药典》2015版四部方法的，均按《中华人民共和国药典》2015版四部的规定制备。《中华人民共和国药典》2015版四部方法外的试剂配制方法按照GB/T601、GB/T602、GB/T603方法配置标定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

原始样品经充分混匀后作为试验样品（简称试样）。

5.2 感官指标判定

外观性状：在非直射阳光条件下，取样品进行目测。

5.3 鉴别测试

5.3.1 甘草酸鉴别

5.3.1.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下：

- a) 水；
- b) 盐酸；
- c) 1g/L 2,4-二硝基苯肼乙醇试液：按GB/T603进行配制和标定；
- d) 电子天平：感量0.01g；
- e) 50ml单口烧瓶。

5.3.1.2 操作过程

称取0.2g（精确至0.01g）样品，置于50ml单口烧瓶中，加入5ml水，3ml盐酸，在常压下蒸馏，于蒸馏液中滴加2,4-二硝基苯肼乙醇试液2-3滴，产生红色沉淀。

5.3.2 钾离子

5.3.2.1 试剂及材料

- a) 盐酸；
- b) 铂丝；
- c) 蓝色的钴玻璃。

5.3.2.2 操作过程

取铂丝，用盐酸湿润后，蘸取供试样品，在无色火焰中燃烧，透过蓝色的钴玻璃，火焰即显紫色。

5.4 干燥失重的测定



5.4.1 仪器

试验中所用的仪器如下：

- a) 电子天平：感量0.0001g；
- b) 称量瓶：40mm×25mm（直径×高）；
- c) 电热恒温干燥箱：精度0.1℃；
- d) 干燥器。

5.4.2 操作过程

称取1.0g供试样品（ m ，精确至0.0001g）平铺于恒重的称量瓶中（ m_1 ），并将瓶盖取下置于称量瓶旁（或将瓶盖半开），放入105±1.0℃的电热恒温干燥箱中，干燥1小时，然后放入干燥器中冷却至室温，称重（ m_2 ）。

5.4.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_1 按公式计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

式中：

m_1 —干燥前试样加称量瓶的质量，单位为克（g）；

m_2 —干燥后试样加称量瓶的质量，单位为克（g）；

m —试样质量的数值，单位为克（g）。

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果（保留一位小数）。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%。

5.5 炽灼残渣的测定

5.5.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下：

- a) 硫酸；
- b) 高温炉；
- c) 电子天平：感量0.0001g。

5.5.2 操作过程

用高温炉将坩埚炽灼至恒重，精密称定后，称取1.0g（精确至0.0001g）干燥后的样品（ m_5 ），置于炽灼至恒重的坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷；加硫酸0.5~1ml使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在700~800℃炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷，精密称定后（ m_3 ），再在700~800℃炽灼至恒重（炽灼至恒重：除另有规定外，系指供试品连续两次炽灼后称重的差异在0.3mg以下的重量；炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼30分钟后进行。），即得（ m_4 ）。

5.5.3 结果计算

炽灼残渣以质量分数 w_2 按下式计算：

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100\%$$

式中：

m_3 —灼烧后坩埚加灰分的质量,单位为克(g);

m_4 —坩埚的质量,单位为克(g);

m_5 —试样的质量,单位为克(g)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%。

5.6 pH值的测定

5.6.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下：

- a) 无二氧化碳的水：按GB/T603进行配制和标定；
- b) pH值4.01标准缓冲液；
- c) pH值6.86标准缓冲液；
- d) 数字式精密pH计(或性能相当的pH计)，量程0~14pH单位，精密度 ± 0.01 pH单位；
- e) 电子天平：感量0.01g。

5.6.2 操作过程

5.6.2.1 pH计校正

分别用pH值4.01标准缓冲液和pH值6.86标准缓冲液，按两点法校正酸度计，或根据仪器说明书规定要求进行校正。

5.6.2.2 测量

称取0.5g试样(精确至0.01g)，加50ml新煮沸的无二氧化碳的水，搅拌均匀，调节试样溶液在常温下(20~30℃)进行测定。测定三次，取平均值。

5.7 含量的测定

5.7.1 方法提要

试样经乙腈-水溶液溶解，过滤，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。计算结果时，应以试样干基(试样质量为试样称量质量减去试样中水分质量)计甘草酸二钾($C_{42}H_{60}K_2O_{16}$)的质量分数。

5.7.2 试剂、材料和设备

试验中所用的试剂和仪器如下：

- a) 乙腈：色谱级；
- b) 水：符合GB/T6682一级水的规定；
- c) 冰乙酸：优级纯；
- d) 95%乙醇；
- e) 2%乙酸水溶液：取优级纯冰乙酸，按照体积比用去离子水稀释至2%浓度，无需滴定；
- f) 50%乙醇：取95%乙醇，按照体积比用去离子水稀释至50%浓度，无需滴定；
- g) 甘草酸铵标准品(18 β -甘草酸铵单一组分的标准品)：纯度 $\geq 90\%$ (或有HPLC标识)；
- h) 0.45 μ m滤膜(有机相)；
- i) 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器；

j) 电子天平: 感量0.00001g;

k) 真空干燥箱;

l) 流动相配置: 2%乙酸水溶液: 乙腈=3: 2 (v/v), 混匀, 并经0.45 μm滤膜(有机相)过滤, 充分脱气;

m) 标准溶液: 称取甘草酸单铵盐标准品20mg(精确至0.0001g)于100ml容量瓶中, 加50%乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 经0.45 μm滤膜(有机相)过滤, 临用前配制;

n) 标准试样溶液: 称取试样50mg(精确至0.0001g)于100ml容量瓶中, 加50%乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 经0.45 μm滤膜(有机相)过滤, 弃去初滤液, 取续滤液作为供试品溶液。

5.7.3 参照色谱条件

色谱柱: C₁₈柱, 250mm×4.6mm, 5 μm, 或性能相当者;

流动相: 2%乙酸水溶液: 乙腈=3: 2 (v/v);

检测波长: 254nm;

流速: 1.0ml/min;

柱温: 35℃;

进样量: 20 μl。

5.7.4 测定

在5.7.3 色谱条件下, 取甘草酸铵标准溶液和试样溶液分别进样, 采用面积外标法, 一点法进行定量。

5.7.5 结果计算

甘草酸二钾含量(以18β-甘草酸二钾计, 以干基计)的质量分数W₃按下式计算:

$$w_3 = \frac{V \times c_s \times A \times F}{m_6 \times (1 - w_1) \times A_s} \times f \times 100\%$$

式中:

V—试样定容体积, 单位为毫升(ml), 此处为100ml;

C_s—甘草酸铵标准溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/ml);

A—试样溶液色谱图中甘草酸铵的峰面积;

m₆—试样质量的数值, 单位为毫克(mg);

w₁—试样干燥减量的质量分数(%);

A_s—甘草酸铵标准溶液色谱图中甘草酸铵的峰面积;

F—标准品中甘草酸含量(按干燥品计算)(%);

f—甘草酸二钾分子量与甘草酸铵分子量比值1.07;

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值, 不大于算术平均值的3%。

5.8 澄清度的测定

5.8.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

a) 水;

b) 电子天平: 感量0.1g。

5.8.2 操作过程

称取试样 1.0g (精确至 0.1g), 加水 20ml 溶解后, 在非直射阳光条件下, 取样品进行目测, 溶液应澄清。

5.9 氯化物的测定

5.9.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 0.0165g/L 标准氯化钠溶液: 按 GB/T602 进行配制和标定;
- b) 17.5g/L 硝酸银试液: 称取 17.5g (精确至 0.001g) 硝酸银于烧杯中, 加水适量溶解后置容量瓶定容至 1000ml;
- c) 硝酸;
- d) 稀硝酸;
- e) 电子天平: 感量 0.0001g;
- f) 50ml 纳氏比色管;
- g) 1000ml 容量瓶;
- h) 100ml 容量瓶;
- i) 100ml 烧杯;
- j) 1000ml 烧杯;
- k) 带塞棕色试剂瓶。

5.9.2 操作过程

称取试样 0.5g (精确至 0.001g) 加水溶解使成 25ml, 再加稀硝酸 10ml, 溶液如不澄清, 应滤过; 置 50ml 纳氏比色管中, 加水使成 40ml, 摇匀, 即得供试品溶液, 另取 7.0ml 标准氯化钠溶液, 置 50ml 纳氏比色管中, 加稀硝酸 10ml, 加水使成 40ml, 摇匀, 即得对照溶液。于供试品溶液与对照溶液中, 分别加入硝酸银试液 1.0ml, 用水稀释使成 50ml, 摇匀, 在暗处放置 5 分钟, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下观察、比较, 即得。

供试品溶液如带颜色, 除另有规定外, 可取供试溶液两份, 分置 50ml 纳氏比色管中, 一份中加入硝酸银试液 1.0ml, 摇匀, 放置 10 分钟, 如显浑浊, 可反复过滤, 至溶液完全澄清, 再加标准氯化钠溶液 7.0ml 与水使成 50ml, 摇匀, 在暗处放置 5 分钟, 作为对照溶液; 另一份加入硝酸银试液 1.0ml 与水使成 50ml, 摇匀, 在暗处放置 5 分钟, 按上述方法与对照溶液比较, 即得。

5.10 硫酸盐的测定

5.10.1 试剂及仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 25% 氯化钡溶液: 称取氯化钡 25g (精确至 0.001g) 于 100ml 烧杯中, 加水溶解使成 100ml 后置于 100ml 容量瓶定容, 即得;
- b) 盐酸;
- c) 稀盐酸;
- d) 0.181g/L 标准硫酸钾溶液: 称取硫酸钾 0.181g (精确至 0.0001g) 于 1000ml 容量瓶中, 加水适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 (每 1ml 相当于 $100 \mu\text{g}$ 的 SO_4^{2-});
- e) 50ml 纳氏比色管;

- f) 1000ml容量瓶;
- g) 100ml容量瓶;
- h) 100ml烧杯;
- i) 电子天平: 感量0.001g。

5.10.2 操作过程

称取本品0.5g,加水溶解使成约40ml;溶液如不澄清,应过滤;置于50ml纳氏比色管中,加稀盐酸2ml摇匀,即得供试品溶液。另量取标准硫酸钾溶液1.5ml,置50ml纳氏比色管中,加水使成约40ml,加稀盐酸2ml,摇匀,即得对照溶液。于供试品溶液与对照溶液中,分别加入25%氯化钡溶液5ml,用水稀释使成50ml,充分摇匀,放置10分钟,同置黑色背景上,从比色管上方向下观察与对照液观察、比较,即得。

供试品溶液如带颜色,除另有规定外,可取供试溶液两份,分置50ml纳氏比色管中,一份中加25%氯化钡溶液5ml,摇匀,放置10分钟,如显浑浊,可反复滤过,至滤液完全澄清,再加规定量的标准硫酸钾溶液与水适量使成50ml,摇匀,放置10分钟,作为对照溶液;另一份中加25%氯化钡溶液5ml与水适量使成50ml,摇匀,放置10分钟,按上述方法与对照溶液比较,即得。

5.11 残氨的测定

5.11.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 标准氯化铵溶液:称取氯化铵31.5mg,置1000ml量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(每1ml相当于10 μ g的NH₄⁺);
- b) 稀盐酸:同5.10.1 c);
- c) 氧化镁;
- d) 氢氧化钠试液;
- e) 碱性碘化汞钾试液;
- f) 无氨的水:按GB/T603进行配制和标定
- g) 50ml纳氏比色管;
- h) 电热套;
- i) 500ml单口烧瓶;
- j) 玻璃直角弯头;
- k) 玻璃直形冷凝管;
- l) 尾接管;
- m) 硅胶管;
- n) 玻璃滴管;
- o) 1000ml容量瓶;
- p) 电子天平:感量0.001g。

5.11.2 操作过程

称取试样0.5g(精确至0.001g),置蒸馏瓶中,加无氨的水200ml,加氧化镁1g,加热蒸馏,流出液导入加有稀盐酸1滴与无氨的水5ml的50ml纳氏比色管中,待馏出液达40ml时,停止蒸馏,加氢氧化钠试液5滴,加无氨的水至50ml,加碱性碘化汞钾试液2ml,摇匀,放置15min,即得对照溶液。对照溶液与标准氯化铵溶液2ml比较不得更深。

5.12 乙醇残留的测定

按照《中华人民共和国药典》2015年版 四部中0861残留溶剂测定法第二法（气相色谱法）。

5.13 色调

按照《中华人民共和国药典》2015年版 四部中0401紫外-可见分光光度法在430nm波长处测定吸光度。

5.14 铅的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版铅的测定第一法 石墨炉法原子吸收光谱法的规定进行。

5.15 镉的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版镉的测定第一法 石墨炉法原子吸收光谱法的规定进行。

5.16 砷的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版砷的测定第一法 氢化物原子荧光光度法的规定进行。

5.17 汞的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版汞的测定第一法 氢化物原子荧光光度法或第二法 汞分析仪法的规定进行。

5.18 微生物指标的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015年版微生物检验方法测定。

5.19 净含量检验

净含量检验按JJF1070《定量包装商品净含量计量检验规则》中规定的方法进行检验。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

本标准技术要求中的性状、澄清度、pH值、色调、干燥失重、残氨、甘草酸二钾含量、菌落总数、霉菌和酵母菌、粪大肠菌群为出厂检验项目。

6.1.2 型式检验

本标准技术要求中所规定的全部项目为型式检验项目，正常情况下每三个月进行一次型式检验。出现以下情况也应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺时；
- b) 主要原料有变化时；
- c) 停产6个月以上又恢复生产时；
- d) 国家质量监督机构或用户提出进行型式检验要求时；
- e) 相应法律法规发生改变时。

6.1.3 接受检验

顾客有权按照供需双方所签订合同的有关条款及本标准的规定，对所收到的化妆品用甘草酸二钾进行验收，验收应在货到之后在合同约定验收日期内进行验收。

6.2 组批与抽样规则

6.2.1 以一次交货的同规格产品为一批。

6.2.2 产品应先由生产企业质检部门按本标准规定检验合格，出具检验报告方可出厂，收货单位按本标准验收。

6.2.3 抽样

6.2.3.1 每个检验批的产量不得超过生产厂每班的产量。据物料单元数目按 GB/T6678 的规定确定采样单位数，选定采样单位后，打开包装一次采取微生物检验用样及其他检验用样。

6.2.3.2 采样：微生物检验用样的采样按无菌操作要求进行；其他检验用样将采样器插入采样单元料层的 3/4 处采取样品，取出不少于 100g 的样品，采出的样品迅速混匀，经缩分后分装于清洁、干燥的容器中，微生物检验用样的制样按无菌操作要求进行。样品容器应粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、生产批号、采样日期和采样者姓名。样品一份用于检验，另一份保存三个月备查。待检样品应置室温阴凉、干燥密闭保存。

6.3 判定规则

检验结果按照 GB8170 修约至规定位数，对照限定值确定检验的产品是否可以通过验收。检验结果如不符合要求时，应重新自两倍的包装中采样复验，复验结果仍不符合要求时，则整批产品作不合格品处理。

6.4 仲裁

如交收双方对产品检验结果发生异议时，双方可协商解决，必要时，可共同选定仲裁结构按本标准检验裁定。

6.5 存样和样本保留

每批验收产品需保留样品作存样，样本保留至保质期满后半年。

7 标志、包装、运输、贮存、保质期

7.1 标志

包装容器上都应贴有牢固明显的标志，内容包括：产品名称、生产厂名、厂址、商标、生产批号或生产日期、净重等。

7.2 包装

本产品要求用内有一层食品级聚乙烯塑料袋，外包装用瓦楞纸箱或纸板桶，也可与用户协商确定。

7.3 运输

本产品装卸、运输过程中应放在清洁、干燥的场所，不得与有毒物混装、混运或一起存放。

7.4 贮存

本品应避光、密封贮存。

7.5 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存条件下，自生产之日起保质期至少为5年，超过保质期可重新检验，检测结果符合本标准要求时，产品仍可使用。



附录 A
(资料性附录)
标准物质的液相色谱图

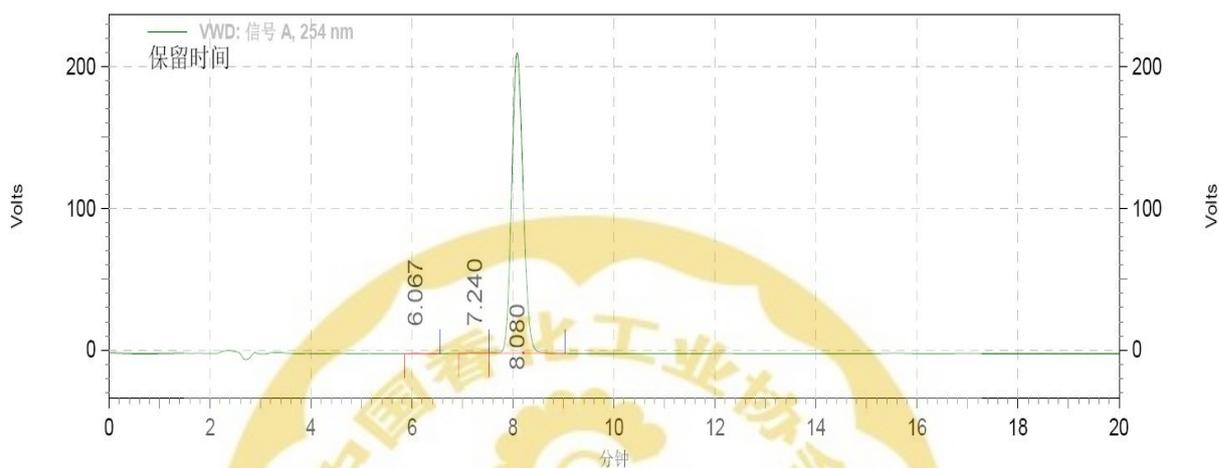


图 A.1 甘草酸二钾的标准物质液相色谱图