

## 前 言

本标准参考了 90 年代末国际芦荟科学协会(IASC)的芦荟制品标准、国际上著名芦荟制品生产厂家(如:美国的 Aloecorp 公司)的芦荟制品标准,参考了中华人民共和国的有关规定并结合我国的具体情况,在多年对芦荟制品的分析、研究基础上起草、制定的。

本标准由国家轻工业局行业管理司提出。

本标准由轻工业标准化研究所归口。

本标准起草单位:北京工商大学、国家科技部中国农村技术开发中心、轻工业标准化研究所。

本标准主要起草人:张小华、杜海燕、诸淑琴、徐曰恭、焦玉英。

## 化妆品用芦荟制品

### 1 范围

本标准规定了化妆品用芦荟制品的定义、分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于化妆品用芦荟制品。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2828—1987 逐批检查计数抽样程序及抽样表(适用于连续批的检查)

GB/T 2829—1987 周期检查计数抽样程序及抽样表(适用于生产过程稳定性的检查)

GB/T 7917.1—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 汞

GB/T 7917.2—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 砷

GB/T 7917.3—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 铅

GB/T 7918.2—1987 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定

GB/T 7918.3—1987 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群

GB/T 7918.4—1987 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌

GB/T 7918.5—1987 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

### 3 定义

本标准采用下列定义。

#### 3.1 芦荟凝胶制品

芦荟叶子剥去外皮的薄壁组织,经加工制得的液状产品。

#### 3.2 全叶芦荟制品

芦荟叶子经加工制得的液状产品。

#### 3.3 脱色芦荟制品

经脱色处理的芦荟凝胶制品或全叶芦荟制品。

#### 3.4 浓缩芦荟制品

除去部分水分,按一定比例浓缩的芦荟制品。

按 2:1 进行浓缩的芦荟制品,称为芦荟凝胶 2:1 浓缩液(或全叶芦荟 2:1 浓缩汁)……,以此类推。未浓缩的芦荟制品,称为芦荟凝胶 1:1 原液(或全叶芦荟 1:1 原汁)。

浓缩的芦荟制品经稀释补充原有水分后具有芦荟凝胶 1:1 原液(或全叶芦荟 1:1 原汁)应有的特征。

#### 3.5 喷雾干燥粉

不含填充料的芦荟凝胶制品(或全叶芦荟制品)经喷雾干燥得到的粉状产品。经稀释补充原有水分

后具有芦荟凝胶 1:1 原液(或全叶芦荟 1:1 原汁)应有的特征。

### 3.6 冷冻干燥粉

不含填充料的芦荟凝胶制品经冷冻干燥得到的粉状产品。经稀释补充原有水分后具有芦荟凝胶 1:1 原液应有的特征。

## 4 产品分类

化妆品用芦荟制品分为两大类:芦荟凝胶制品类(不含芦荟叶外皮部分)、全叶芦荟制品类(包含芦荟叶外皮部分)。

### 4.1 芦荟凝胶制品类

根据芦荟凝胶制品的形态、浓缩度等分为以下 16 类:

- a) 芦荟凝胶 1:1 原液;
- b) 脱色芦荟凝胶 1:1 原液;
- c) 芦荟凝胶 2:1 浓缩液;
- d) 脱色芦荟凝胶 2:1 浓缩液;
- e) 芦荟凝胶 4:1 浓缩液;
- f) 脱色芦荟凝胶 4:1 浓缩液;
- g) 芦荟凝胶 10:1 浓缩液;
- h) 脱色芦荟凝胶 10:1 浓缩液;
- i) 芦荟凝胶 20:1 浓缩液;
- j) 脱色芦荟凝胶 20:1 浓缩液;
- k) 芦荟凝胶 40:1 浓缩液;
- l) 脱色芦荟凝胶 40:1 浓缩液;
- m) 芦荟凝胶 200:1 喷雾干燥粉;
- n) 脱色芦荟凝胶 200:1 喷雾干燥粉;
- p) 芦荟凝胶 200:1 冷冻干燥粉;
- q) 脱色芦荟凝胶 200:1 冷冻干燥粉。

### 4.2 全叶芦荟制品类

根据全叶芦荟制品的形态、浓缩度等分为以下 14 类:

- a) 全叶芦荟 1:1 原汁;
- b) 脱色全叶芦荟 1:1 原汁;
- c) 全叶芦荟 2:1 浓缩汁;
- d) 脱色全叶芦荟 2:1 浓缩汁;
- e) 全叶芦荟 4:1 浓缩汁;
- f) 脱色全叶芦荟 4:1 浓缩汁;
- g) 全叶芦荟 10:1 浓缩汁;
- h) 脱色全叶芦荟 10:1 浓缩汁;
- i) 全叶芦荟 20:1 浓缩汁;
- j) 脱色全叶芦荟 20:1 浓缩汁;
- k) 全叶芦荟 40:1 浓缩汁;
- l) 脱色全叶芦荟 40:1 浓缩汁;
- m) 全叶芦荟 100:1 喷雾干燥粉;
- n) 脱色全叶芦荟 100:1 喷雾干燥粉。

5 技术要求

5.1 感官指标

感官指标应符合表 1~表 8 的规定。

表 1 1:1 芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	黄色液体	无色液体	黄绿色液体	无色液体
气 味	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

表 2 2:1 浓缩芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	黄色液体	无色液体	黄绿色液体	无色液体
气 味 (50%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性 (50%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

表 3 4:1 浓缩芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	琥珀色液体	无色液体	琥珀色液体	无色液体
气 味 (25%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性 (25%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

表 4 10:1 浓缩芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	有微量沉淀的琥珀色液体	灰白色液体	有微量沉淀的琥珀色液体	灰白色液体
气 味 (10%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性 (10%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

表 5 20:1 浓缩芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	有微量沉淀的黄棕色粘稠液体	淡黄色粘稠液体	有微量沉淀的棕黄色粘稠液体	淡黄色粘稠液体
气 味 (5%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性 (5%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

表 6 40:1 浓缩芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	有微量沉淀的黄棕色粘稠液体	淡黄色粘稠液体	有微量沉淀的棕黄色粘稠液体	淡黄色粘稠液体
气 味 (2.5%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性 (2.5%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

表 7 100:1 全叶喷雾干燥粉芦荟制品感官指标

项 目	指 标	
	未脱色	脱 色
外 观	棕色粉末	淡黄色粉末
气 味 (1%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)	
色泽稳定性 (1%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色	

表 8 200:1 凝胶干燥粉芦荟制品感官指标

项 目	指 标			
	喷雾干燥粉制品		冷冻干燥粉制品	
	未脱色	脱色	未脱色	脱色
外 观	棕色粉末	灰白色粉末	棕色细粉	灰白色细粉
气 味 (0.5%水溶液)	芦荟植物味(不得有异味)			
色泽稳定性 (0.5%水溶液)	暴露在紫外线灯下照射 6h,应不变色或轻微变色			

5.2 理化指标

理化指标应符合表 9~表 16 的规定。

QB/T 2488—2000

表 9 1:1 芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm)	≤0.50	≤0.10	≤1.00	≤0.20
pH	3.5~4.7			
相对密度	1.000~1.008			
总固形物,%	≥0.46		≥0.95	
钙,mg/L	9.82×10~4.48×10 <sup>2</sup>		4.48×10 <sup>2</sup> ~1.02×10 <sup>3</sup>	
镁,mg/L	2.34×10~1.18×10 <sup>2</sup>		3.30×10~2.30×10 <sup>2</sup>	
多糖,mg/L	≥6.00×10 <sup>2</sup>		≥3.00×10 <sup>2</sup>	

表 10 2:1 浓缩芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,50%水溶液)	≤0.50	≤0.10	≤1.00	≤0.20
pH(50%水溶液)	3.5~4.7			
相对密度	1.000~1.009			
总固形物,%	≥0.92		≥1.90	
钙,mg/L	1.96×10 <sup>2</sup> ~8.96×10 <sup>2</sup>		8.96×10 <sup>2</sup> ~2.04×10 <sup>3</sup>	
镁,mg/L	4.68×10~2.36×10 <sup>2</sup>		6.60×10~4.60×10 <sup>2</sup>	
多糖,mg/L	≥1.20×10 <sup>3</sup>		≥6.00×10 <sup>2</sup>	

表 11 4:1 浓缩芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,25%水溶液)	≤0.50	≤0.10	≤1.00	≤0.20
pH(25%水溶液)	3.5~4.7			
相对密度	1.001~1.011			
总固形物,%	≥1.84		≥3.80	
钙,mg/L	3.93×10 <sup>2</sup> ~1.79×10 <sup>3</sup>		1.79×10 <sup>3</sup> ~4.08×10 <sup>3</sup>	
镁,mg/L	9.36×10~4.72×10 <sup>2</sup>		1.32×10 <sup>2</sup> ~9.20×10 <sup>2</sup>	
多糖,mg/L	≥2.40×10 <sup>3</sup>		≥1.20×10 <sup>3</sup>	

QB/T 2488—2000

表 12 10:1 浓缩芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,10%水溶液)	≤0.50	≤0.10	≤1.00	≤0.20
pH(10%水溶液)	3.5~4.7			
相对密度	1.002~1.022			
总固形物,%	≥4.60		≥9.50	
钙,mg/L	9.82×10 <sup>2</sup> ~4.48×10 <sup>3</sup>		4.48×10 <sup>3</sup> ~1.02×10 <sup>4</sup>	
镁,mg/L	2.34×10 <sup>2</sup> ~1.18×10 <sup>3</sup>		3.30×10 <sup>2</sup> ~2.30×10 <sup>3</sup>	
多糖,mg/L	≥6.00×10 <sup>3</sup>		≥3.00×10 <sup>3</sup>	

表 13 20:1 浓缩芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,5%水溶液)	≤0.50	≤0.10	≤1.00	≤0.20
pH(5%水溶液)	3.5~4.7			
相对密度	1.004~1.028			
总固形物,%	≥9.20		≥19.0	
钙,mg/L	1.96×10 <sup>3</sup> ~8.96×10 <sup>3</sup>		8.96×10 <sup>3</sup> ~2.04×10 <sup>4</sup>	
镁,mg/L	4.68×10 <sup>2</sup> ~2.36×10 <sup>3</sup>		6.60×10 <sup>2</sup> ~4.60×10 <sup>3</sup>	
多糖,mg/L	≥1.20×10 <sup>4</sup>		≥6.00×10 <sup>3</sup>	

表 14 40:1 浓缩芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	凝胶类制品		全叶类制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,2.5%水溶液)	≤0.50	≤0.10	≤1.00	≤0.20
pH(2.5%水溶液)	3.5~4.7			
相对密度	1.010~1.050			
总固形物,%	≥18.4		≥38.0	
钙,mg/L	3.93×10 <sup>3</sup> ~1.79×10 <sup>4</sup>		1.79×10 <sup>4</sup> ~4.08×10 <sup>4</sup>	
镁,mg/L	9.36×10 <sup>2</sup> ~4.72×10 <sup>3</sup>		1.32×10 <sup>3</sup> ~9.20×10 <sup>3</sup>	
多糖,mg/L	≥2.40×10 <sup>4</sup>		≥1.20×10 <sup>4</sup>	

表 15 100:1 全叶喷雾干燥粉芦荟制品理化指标

项 目	指 标	
	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,1%水溶液)	≤1.00	≤0.20
pH(1%水溶液)	3.5~4.7	
水分,%	≤8.0	
钙,mg/kg	4.48×10 <sup>4</sup> ~1.02×10 <sup>5</sup>	
镁,mg/kg	3.30×10 <sup>3</sup> ~2.30×10 <sup>4</sup>	
多糖,mg/kg	≥3.00×10 <sup>4</sup>	

表 16 200:1 凝胶干燥粉芦荟制品理化指标

项 目	指 标			
	喷雾干燥粉制品		冷冻干燥粉制品	
	未脱色	脱 色	未脱色	脱 色
吸光度(400nm,0.5%水溶液)	≤0.50	≤0.10	≤0.50	≤0.10
pH(0.5%水溶液)	3.5~4.7			
水分,%	≤8.0		≤5.0	
钙,mg/kg	1.96×10 <sup>4</sup> ~8.96×10 <sup>4</sup>			
镁,mg/kg	4.68×10 <sup>3</sup> ~2.36×10 <sup>4</sup>			
多糖,mg/kg	≥1.20×10 <sup>5</sup>			

5.3 卫生指标

卫生指标应符合表 17 的规定。

表 17 芦荟制品卫生指标

项 目	指 标
铅,mg/L 或 mg/kg	≤30
汞,mg/L 或 mg/kg	≤1
砷,mg/L 或 mg/kg	≤10
细菌总数,个/mL 或个/g	≤500
粪大肠菌群	不得检出(每克或每毫升芦荟制品)
金黄色葡萄球菌	不得检出(每克或每毫升芦荟制品)
绿脓杆菌	不得检出(每克或每毫升芦荟制品)

6 试验方法

本试验所用水,未注明其他要求时,系指去离子水或蒸馏水。未指明溶液用何种溶剂配制时,均指水溶液。

所用试剂除特别注明外均为分析纯。

试验方法中的试剂未指明具体浓度时,均指市售试剂的浓度。

6.1 外观



取试样置于白色衬物上,在非直射阳光条件下,用肉眼观察。

## 6.2 气味

称取相当于 50g(精确至 0.1g)1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的芦荟试样,用水稀释至芦荟制品色泽稳定性指标规定的相应浓度。不断搅拌,使其完全溶解。在室温下,凭嗅觉检查。

## 6.3 色泽稳定性

### 6.3.1 仪器

- a) 配有石英玻璃盖的培养皿:φ8cm;
- b) 具塞比色管:25mL;
- c) 紫外线灯:20W。

### 6.3.2 试液的制备

称取相当于 50g(精确至 0.1g)1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的芦荟试样,用水稀释至芦荟制品色泽稳定性指标规定的相应浓度。不断搅拌,使其完全溶解。将该试液分作两份待用。

### 6.3.3 操作

将一份试液(6.3.2)装入具塞比色管中,用作参比。

将另一份试液(6.3.2)放入培养皿中。将培养皿放在紫外线灯下,盖上石英玻璃盖,距离 30cm 垂直照射 6h。然后,将试液转移至具塞比色管中,置于白色衬物上,在非直射阳光条件下,与参比进行比较。

## 6.4 吸光度

### 6.4.1 仪器

分光光度计。

### 6.4.2 试液的制备

称取相当于 50g(精确至 0.001g)1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的芦荟试样,用水稀释至芦荟制品吸光度指标规定的相应浓度。不断搅拌,使其完全溶解,待用。

### 6.4.3 分析步骤

用 1cm 比色皿,以去离子水调零,在 400nm 波长处测定试液(6.4.2)的吸光度。

## 6.5 pH

### 6.5.1 试剂

- a) 煮沸冷却后的去离子水,不含二氧化碳,并防止吸收二氧化碳;
- b) 从常用的缓冲溶液中选取两种以校准 pH 计。它们的 pH 应尽可能接近试样溶液预期的值。缓冲溶液用水(6.5.1a)配制。

### 6.5.2 仪器

- a) pH 计,包括温度补偿系统,精度±0.02pH;
- b) 复合电极或玻璃电极和甘汞电极。

### 6.5.3 试液的制备

称取相当于 250g(精确至 0.1g)1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的芦荟试样,用水(6.5.1a)稀释至芦荟制品 pH 指标规定的相应浓度。不断搅拌,使其完全溶解,冷却至(25±1)℃或室温,待用(若有不溶物,过滤后待用)。

### 6.5.4 分析步骤

#### 6.5.4.1 校准

按仪器的出厂说明书,校准 pH 计,使用选择的两个标准缓冲溶液在所规定的温度下校准,或在温度补偿系统下进行校准。

#### 6.5.4.2 测定

电极、洗涤用水和标准缓冲溶液或试样溶液的温度应调至(25±1)℃,彼此之间温度越接近越好,或者同时调节至室温状态下进行。

仪器校准好后,首先用水(6.5.1a)洗电极,然后再用试液(6.5.3)洗。在测量容器中加入足够体积的试液以使电极浸没,待至pH计的读数稳定1min,记录读数。另用1份新鲜试液,重复此操作。

#### 6.5.5 分析结果的表述

如两次测定结果符合允许差时,取两次测定结果的算术平均值作为结果,报告结果取小数点后第一位。

#### 6.5.6 允许差

同一样品的两次测定值之差应不大于0.1pH单位。

### 6.6 总固形物

#### 6.6.1 仪器、设备

- a) 电热恒温干燥箱:温控范围30℃~100℃,误差±2℃;
- b) 扁形称量瓶:φ5cm;
- c) 干燥器:内盛无水氯化钙。

#### 6.6.2 分析步骤

6.6.2.1 取洁净称量瓶,置于45℃~60℃电热恒温干燥箱中,加热6h,取出置于干燥器内冷却至环境温度,称量(精确至毫克),并重复干燥至恒重(前后两次质量差不超过2mg,即为恒重)。

6.6.2.2 将试样约6g加到已恒重的称量瓶中。称重(精确至毫克)后,放入电热恒温干燥箱中,在45℃~60℃条件下烘24h。迅速将样品从电热恒温干燥箱中移入干燥器中,冷却至环境温度,称重(精确至毫克)。在干燥器中放置2h后,重新称重。如果前后两次称量差值大于2mg,放入电热恒温干燥箱中继续烘6h,并重复上述自“迅速将样品从电热恒温干燥箱中移入干燥器中”起依法操作,至前后两次称量差值小于2mg,即为恒重。

#### 6.6.3 分析结果的计算

试样中总固形物含量按式(1)计算,以百分数表示。

$$X_1(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $X_1$ ——试样中总固形物含量;

$m_0$ ——称量瓶的质量,g;

$m_1$ ——称量瓶和样品的质量,g;

$m_2$ ——称量瓶和样品干燥后的质量,g。

如两次测定结果符合允许差时,取两次测定结果的算术平均值作为结果,报告结果取小数点后第二位。

#### 6.6.4 允许差

同一样品的两次测定值之差不得超过两次测定平均值的5%。

### 6.7 水分

#### 6.7.1 仪器、设备

- a) 电热恒温干燥箱:温控范围50℃~250℃,误差±2℃;
- b) 扁形称量瓶:φ5cm;
- c) 干燥器:内盛无水氯化钙。

#### 6.7.2 分析步骤

6.7.2.1 取洁净称量瓶,置于95℃~105℃干燥箱中,加热0.5h~1.0h,取出置于干燥器内冷却0.5h,称量(精确至毫克),并重复干燥至恒重(前后两次质量差不超过2mg,即为恒重)。

6.7.2.2 将研细的试样约1g放入已恒重的称量瓶中。称量(精确至毫克)后,置95℃~105℃干燥箱中,干燥2h~4h后,取出置于干燥器内冷却0.5h后称量。然后再放入95℃~105℃干燥箱中干燥约1h,取出,放干燥器内冷却0.5h后再称量。至前后两次质量差不超过2mg,即为恒重。

6.7.3 分析结果的计算

试样中水分含量按式(2)计算,以百分数表示。

$$X_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_5} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

- 式中:  $X_2$ ——试样中水分含量,%;  
 $m_3$ ——称量瓶和样品的质量,g;  
 $m_4$ ——称量瓶和样品干燥后的质量,g;  
 $m_5$ ——称量瓶的质量,g。

如两次测定结果符合允许差时,取两次测定结果的算术平均值作为结果,报告结果取小数点后第一位。

6.7.4 允许差

同一样品的两次测定值之差不得超过两次测定平均值的5%。

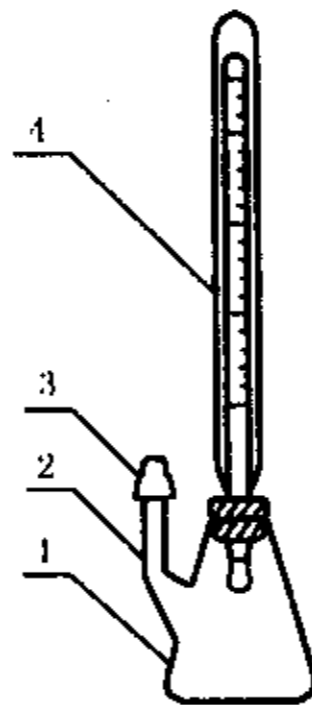
6.8 相对密度

6.8.1 方法提要

相对密度是指一物质的质量与同体积同温度纯水质量的比值,一般相对密度是指20℃时的相对密度。

6.8.2 仪器、设备

- a) 超级恒温水浴;
- b) 25mL 附温度计的比重瓶:如图1所示。



1—比重瓶;2—支管标线;3—支管上小帽;4—附温度计的瓶盖

图1 附温度计的比重瓶

6.8.3 分析步骤

取洁净、干燥已称重(精确至0.001g)的比重瓶,装满样品后,置20℃水浴中浸0.5h,使内容物的温度达到20℃,盖上瓶盖,并用细滤纸条吸去支管标线上的样品,盖好小帽后取出,用滤纸将比重瓶外擦干,置天平室内0.5h,称量(精确至0.001g)。再将样品倾出,洗净比重瓶,装满水,以下按上述自“置20℃水浴中浸0.5h”起依法操作。

比重瓶内不得有气泡,天平室内温度不得超过20℃。

6.8.4 分析结果的计算

试样的相对密度按式(3)计算。

$$X_3 = \frac{m_8 - m_6}{m_7 - m_6} \dots\dots\dots (3)$$

- 式中:  $X_3$ ——样品的相对密度;  
 $m_6$ ——比重瓶的质量,g;  
 $m_7$ ——比重瓶和水的质量,g;

$m_s$ ——比重瓶和样品的质量, g。

如两次测定结果符合允许差时,取两次测定结果的算术平均值作为结果,报告结果取四位有效数字。

### 6.8.5 允许差

同一样品的两次测定值之差不得超过两次测定平均值的 0.5%。

## 6.9 钙和镁

### 6.9.1 测定范围

本法测钙和镁的最低检测浓度分别为 0.3mg/kg 和 0.02mg/kg。

### 6.9.2 方法提要

利用钙、镁基态原子能吸收来自本金属元素空心阴极灯发射的共振线,且其吸收强度与钙、镁原子的浓度成正比。将芦荟制品消化,使钙、镁以离子状态存在于试液中。将试液导入火焰原子化器中使钙、镁离子原子化后,分别在其灵敏共振线 422.7nm 和 285.2nm 下测定其吸收度,与标准系列比较定量。二者均可用空气-乙炔火焰。

### 6.9.3 试剂

a) 硝酸:优级纯;

b) 高氯酸:优级纯;

c) 混合酸:取 5 份硝酸(6.9.3a)与 1 份高氯酸(6.9.3b)按(5+1)混合;

d) 盐酸:优级纯;

e) 氧化镧;

f) 硫氰酸钾溶液(10%);

g) 盐酸溶液 [ $c(\text{HCl})=0.2\text{mol/L}$ ]:量取盐酸(6.9.3d)16.7mL,加水至 1000mL;

h) 盐酸溶液(10%):量取盐酸(6.9.3d)277mL,加水至 1000mL;

i) 盐酸溶液(1%):量取盐酸(6.9.3d)27.7mL,加水至 1000mL;

j) 碳酸钙:光谱纯。在 105℃下烘干至恒重;

k) 钙标准储备液:称取碳酸钙(6.9.3j)24.97g,加入 10%盐酸溶液(6.9.3h)约 180mL 使其溶解,转移至 1000mL 容量瓶中,再用 0.2mol/L 盐酸溶液(6.9.3g)稀释至刻度。此标准储备溶液 1.00mL 相当于钙 10.00mg;

l) 氧化镁:光谱纯。在 105℃下烘干至恒重;

m) 镁标准储备液:称取氧化镁(6.9.3l)1.658g,用 10%盐酸溶液(6.9.3h)30mL 使其溶解,转移至 1000mL 容量瓶中,再用 1%盐酸溶液(6.9.3i)稀释至刻度。此标准溶液 1.00mL 相当于镁 1.00mg;

n) 钙、镁混合标准溶液:移取钙标准储备液(6.9.3k)20.00mL,镁标准储备液(6.9.3m)10.00mL 于 1000mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度。此标准溶液 1.00mL 含钙 200.00 $\mu\text{g}$  和镁 10.00 $\mu\text{g}$ ;

p) 镧离子溶液(5%):称取氧化镧(6.9.3e)29.32g,加入水 60mL、盐酸(6.9.3d)60mL,使其溶解,转移至 500mL 容量瓶中,再用水稀释至刻度。

### 6.9.4 仪器、设备

a) 原子吸收分光光度计(附火焰原子化器及钙、镁空心阴极灯);

b) 空气压缩机或空气钢瓶;

c) 乙炔气钢瓶;

d) 弯颈漏斗;

e) 可调式电炉;

f) 定量滤纸。

### 6.9.5 分析步骤

#### 6.9.5.1 仪器测试参数(见表 18)

表 18

仪 器 参 数	钙	镁
空心阴极灯电流强度, mA	3.0	2.0
共振线波长, nm	422.7	285.2
狭缝宽度, mm	0.2	0.2
乙炔气流量, L/min	1.1	1.4
空气流量, L/min	6.0	8.0
燃烧器高度, mm	7	6

### 6.9.5.2 样品预处理

本方法采用湿式消解法处理样品。

准确移取相当于 20.00mL 1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的液体芦荟试样,或称取相当于 20g(精确至 0.0001g) 1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的固体芦荟试样,置于 250mL 锥形瓶内。同时做试剂空白。

加入数粒玻璃珠,然后加入混合酸(6.9.3c)30mL,瓶口放一弯颈漏斗,静置过夜。第二天,在通风柜内用可调式电炉控温消煮,保持微沸状态。这时放出大量棕色二氧化氮气体。当棕色气体消失后,升高炉温,使二氧化硅脱水至冒白烟为止。如果溶液不清白,可加入硝酸 5mL 继续消煮,直至溶液变清为止。在可调式电炉上消化样品时,开始温度不宜过高,以防反应太剧烈而溅出或引起爆炸。最后要尽量赶尽高氯酸,但又不能蒸干。冷却后,加入去离子水 20mL,用定量滤纸过滤到 100mL 容量瓶内,用热的 1% 盐酸溶液(6.9.3i)洗涤锥形瓶和滤渣至无  $Fe^{3+}$  反应为止。用去离子水定容,摇匀,作样品待测溶液。

$Fe^{3+}$  的检验:将一滴滤液滴到白色瓷板凹槽内,加一滴 10% 硫氰酸钾溶液(6.9.3f),无红色产生,表示无  $Fe^{3+}$ ,沉淀已洗净。

### 6.9.5.3 钙含量的测定

移取钙、镁混合标准溶液(6.9.3n)0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00mL,试剂空白和样品待测溶液(6.9.5.2)各 10mL,分别置于数个 100mL 容量瓶内,各加入 5% 镧离子溶液(6.9.3p)2mL,加水至刻度。将仪器按规定的程序启动后,先将含钙、镁混合标准溶液 0.00mL 的标样喷入火焰,调整读数为零。然后,分别测定其他标样、空白和样品溶液。

绘制浓度-吸光度曲线,计算样品含量。

### 6.9.5.4 镁含量的测定

按 6.9.5.3 规定的方法进行,但取 2mL 空白和样品待测溶液(6.9.5.2)进行测定。

## 6.9.6 分析结果的计算

### 6.9.6.1 固体样品分析结果的计算

计算固体样品中钙、镁的含量按式(4)计算,以 mg/kg 表示。

$$X_1 = \frac{(A_1 - B_1) \times V_1 \times D_1}{m_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $X_1$ ——试样中钙或镁的含量,mg/kg;

$A_1$ ——从浓度-吸光度曲线上查得样品溶液的钙或镁浓度, $\mu\text{g/mL}$ ;

$B_1$ ——从浓度-吸光度曲线上查得试剂空白的钙或镁浓度, $\mu\text{g/mL}$ ;

$V_1$ ——待测样品溶液总体积,如按本方法为 100mL;

$D_1$ ——稀释倍数,如按本方法钙为 10、镁为 50;

$m_0$ ——称取固体样品的质量,g。

### 6.9.6.2 液体样品分析结果的计算

液体样品中钙、镁的浓度按式(5)计算,以 mg/L 表示。

$$X_s = \frac{(A_1 - B_1) \times V_1 \times D_1}{V_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中：X<sub>s</sub>——试样中钙或镁的含量，mg/L；

A<sub>1</sub>——从浓度-吸光度曲线上查得样品溶液的钙或镁浓度，μg/mL；

B<sub>1</sub>——从浓度-吸光度曲线上查得试剂空白的钙或镁浓度，μg/mL；

V<sub>1</sub>——待测样品溶液总体积，如按本方法为 100mL；

D<sub>1</sub>——稀释倍数，如按本方法钙为 10、镁为 50；

V<sub>0</sub>——移取液体样品的初始体积，mL。

如两次测定结果符合允许差时，取两次测定结果的算术平均值作为结果，报告结果取三位有效数字。

### 6.9.7 允许差

同一样品的两次测定值之差，不得超过两次测定平均值的 10%。

## 6.10 多糖

### 6.10.1 方法提要

选用乙醇提取以除去单糖、低聚糖、甙类及生物碱等干扰成分，然后用去离子水提取其中所含的多糖类成分。多糖在硫酸作用下，水解成单糖，并迅速脱水生成糠醛衍生物，与苯酚缩合成有色化合物，用分光光度法测定其多糖含量。

### 6.10.2 试剂

a) 95%乙醇；

b) 葡萄糖：优级纯；

c) 葡萄糖标准液：精确称取 105℃干燥恒重的葡萄糖(6.10.2b)100mg，置 100mL 容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度(可加几滴甲苯或几粒苯甲酸防腐)。此标准溶液 1.00mL 含葡萄糖 1.00mg；

d) 苯酚；

e) 铝片；

f) 碳酸氢钠；

g) 苯酚液：取苯酚(6.10.2d)100g，加铝片(6.10.2e)0.1g，碳酸氢钠(6.10.2f)0.05g，蒸馏收集 182℃馏分，称取此馏分 10.0g，加水 150g，置棕色瓶中备用；

h) 浓硫酸。

### 6.10.3 仪器。

分光光度计。

### 6.10.4 分析步骤

#### 6.10.4.1 样品预处理

准确移取相当于 10.00mL 1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的液体芦荟试样，或称取相当于 10g(精确至 0.0001g) 1:1 原液(或 1:1 原汁)浓度的固体芦荟试样，置于 150mL 圆底烧瓶中，用水稀释至 1:1 原液(或 1:1 原汁)的浓度。加入 9 倍体积的 95%乙醇(6.10.2a)，回流提取 1h，趁热过滤，残渣用 95%乙醇(6.10.2a)5mL 洗涤三次。将残渣连同滤纸置于烧瓶中，加水 50mL，在 60℃水浴中加热提取 30min，趁热过滤，残渣用 5mL 热水洗涤三次，洗液并入滤液，放冷后移至 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，备用。

#### 6.10.4.2 标准曲线的制备

吸取葡萄糖标准液(6.10.2c)0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50mL，分别置于 50mL 容量瓶中，加水定容。吸取上述溶液各 2.00mL，再加苯酚液(6.10.2g)1.00mL，摇匀，迅速滴加浓硫酸(6.10.2h)5.00mL，摇匀后放置 5min，置沸水浴中加热 15min，取出后冷却至室温，于 490nm 处以水作参比测吸光度，绘制标准曲线。

## 6.10.4.3 样品中多糖含量测定

吸取凝胶类或全叶类制品的样品液(6.10.4.1)2.00mL,置于10mL容量瓶中,加水定容。吸取上述溶液2.00mL,按标准曲线制备项下方法测定吸光度。另以水2.00mL,同上操作做空白。查标准曲线得样品液中葡萄糖含量( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

## 6.10.5 分析结果的计算

## 6.10.5.1 固体样品分析结果的计算

固体样品中多糖的含量按式(6)计算,以 $\text{mg}/\text{kg}$ 表示。

$$X_6 = \frac{(A_2 - B_2) \times V_2 \times D_2}{m_{10}} \dots\dots\dots (6)$$

式中:  $X_6$ ——固体试样中多糖含量(以葡萄糖计), $\text{mg}/\text{kg}$ ;

$A_2$ ——从浓度-吸光度曲线上查得样品溶液的葡萄糖浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$B_2$ ——从浓度-吸光度曲线上查得空白溶液的葡萄糖浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$V_2$ ——待测样品溶液总体积,如按本方法为100mL;

$D_2$ ——稀释倍数,如按本方法为5;

$m_{10}$ ——称取固体样品的质量,g。

## 6.10.5.2 液体样品分析结果的计算

液体样品中多糖的含量按式(7)计算,以 $\text{mg}/\text{L}$ 表示。

$$X_7 = \frac{(A_2 - B_2) \times V_2 \times D_2}{V_3} \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $X_7$ ——液体试样中多糖含量(以葡萄糖计), $\text{mg}/\text{L}$ ;

$A_2$ ——从浓度-吸光度曲线上查得样品溶液的葡萄糖浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$B_2$ ——从浓度-吸光度曲线上查得空白溶液的葡萄糖浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$V_2$ ——待测样品溶液总体积,如按本方法为100mL;

$D_2$ ——稀释倍数,如按本方法为5;

$V_3$ ——移取液体样品的初始体积,mL。

如两次测定结果符合允许差时,取两次测定结果的算术平均值作为结果,报告结果取三位有效数字。

## 6.10.6 允许差

同一样品的两次测定值之差不得超过两次测定平均值的10%。

## 6.11 卫生指标

6.11.1 铅的检验:按GB/T 7917.3检验。

6.11.2 汞的检验:按GB/T 7917.1检验。

6.11.3 砷的检验:按GB/T 7917.2检验。

6.11.4 细菌总数的检验:按GB/T 7918.2检验。

6.11.5 粪大肠菌群的检验:按GB/T 7918.3检验。

6.11.6 金黄色葡萄球菌的检验:按GB/T 7918.5检验。

6.11.7 绿脓杆菌的检验:按GB/T 7918.4检验。

## 7 检验规则

7.1 芦荟制品经检验合格并签发合格证后,方可出厂。

## 7.2 检验分类

芦荟制品检验分出厂检验和型式检验。

## 7.2.1 出厂检验

所有芦荟制品须经检验合格后方可出厂。

7.2.1.1 出厂检验项目

出厂检验包括感官指标和理化指标中规定的全部检验项目及卫生指标中规定的细菌总数。

7.2.1.2 批的组成

工艺条件、品种、规格、生产日期相同的芦荟制品为一批。

每一批号作一次检验，不同批号分别检验。

7.2.1.3 出厂检验抽样方案

采用GB/T 2828的正常检查二次抽样方案，其检查水平(IL)、合格质量水平(AQL)见表19。

表 19

项 目	检查水平(IL)	合格质量水平(AQL)
理化指标	I	6.5
感官指标		10
卫生指标	有一项不合格即判不合格	

7.2.2 型式检验

有下列情况之一时，一般应进行型式检验。

- a) 当生产原料、工艺、生产设备、管理等方面有较大变化(包括人员素质的改变),可能影响芦荟制品质量时;
- b) 长期停产后,恢复生产时;
- c) 正常生产时,每三个月应进行一次型式检验;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e) 国家质量监督机构要求进行该项检验时。

7.2.2.1 型式检验项目

型式检验包括感官指标、理化指标和卫生指标中规定的全部检验项目。

7.2.2.2 型式检验抽样方案

采用GB/T 2829的二次抽样方案，其判别水平(DL)、不合格质量水平(RQL)见表20。

表 20

项 目	判别水平(DL)	不合格质量水平(RQL)
理化指标	I	50
感官指标		80
卫生指标	有一项不合格即判不合格	

7.3 取样方法

7.3.1 固体产品

先将抽取的包件逐件拆开袋口(以能插入样杆为准)。将不锈钢制、直径15mm抽样杆子斜角插入袋内,槽口向下,俟达袋底后旋转180°,此时样品将流入槽内,将杆子抽出。每个样本采取等量样品。合并同批产品的所有样品,混合均匀。

7.3.2 液体产品

先将抽取的每个样本内芦荟制品混匀,再用直径约10mm的洁净长玻璃管从塞孔插入至桶底,从桶的整个深度采取样品,每个样本采取等量样品。合并同批产品的所有样品,混合均匀。

7.3.3 取样量

液体样品的总量不少于1500g,固体样品的总量不少于100g。

将所抽取的原始样品按上述规定的量缩分后,分装于两个洁净、干燥的磨口塞玻璃瓶内,盖紧瓶塞,



用封口蜡(或胶)封口。粘贴样品标签(它包括样品名称、批号、规格、取样日期和取样人签名),用作送样。一份供检验;另一份作为备份,冷藏保存至少6个月。

#### 7.4 判定规则

7.4.1 送检样由检验机构按本标准进行检验。

7.4.2 当卫生指标有一项不符合本标准要求时,则判该批芦荟制品不合格。

7.4.3 合格批芦荟制品由鉴定单位按批量发给质量合格证。合格证上应注明该批批号并加盖印记。

7.4.4 不合格批芦荟制品应进行100%检验,剔除不合格品后,可重新提交检验。

### 8 标志、包装、运输、贮存

#### 8.1 标志

包装标志必须标明如下内容:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名、地址;
- c) 生产日期;
- d) 有效期;
- e) 采用标准号。

#### 8.2 包装

##### 8.2.1 液体产品

可采用塑料桶包装。用于塑料容器的合成材料应无毒、无异味,不与内容物起任何反应,并符合相关的卫生标准。应能耐一定的温差,对氧气有较好的隔绝作用,并有一定的机械强度。密封性能良好。

##### 8.2.2 固体产品

可采用复合材料袋包装。复合材料袋应无毒、无异味,不与内容物起任何反应,并符合相关的卫生标准。隔绝层应不易折裂,对氧气有较好的隔绝作用。外层材料具有一定的机械强度,能耐一定的温差。

#### 8.3 运输

运输工具必须清洁、卫生。搬运时应轻拿轻放,按箭头标志堆放。严禁日晒雨淋。在运输过程中,严禁与有毒或有异味的物品混运。

#### 8.4 贮存

8.4.1 贮存于阴凉、干燥、通风的仓库中,避光保存。不得露天堆放。严禁与有毒或有异味的物品混贮。

8.4.2 符合规定的贮运条件,在包装完整、未经启封的情况下,保质期二年。