

团 体 标 准

T/CAFFCI XXXX—XXXX

化妆品用原料
水解蚕丝 (Hydrolyzed silk)

Cosmetic ingredients-Hydrolyzed silk

(征求意见稿)

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。

2018 - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国香料香精化妆品工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由上海相宜本草化妆品股份有限公司提出。

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：上海相宜本草化妆品股份有限公司、湖州新天丝生物技术有限公司、北京东方淼森生物科技有限公司。

本标准主要起草人：吕智、刘丹、鲁维聪、顾洁、王改香、张敏彦、杨雪峰

“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这些专利的责任。”

化妆品用原料

水解蚕丝（Hydrolyzed silk）

1 范围

本标准规定了水解蚕丝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及保质期。
本标准适用于水解蚕丝粉末。其主要成分为多肽。

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 6679 固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

GB/T13531.4-2013 化妆品通用检测方法

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 2015 年版 四部

3 产品的 INCI 名称、活性成分名称

水解蚕丝的INCI名称：Hydrolyzed silk

活性物：小分子蚕丝多肽

4 要求

水解蚕丝的理化、卫生指标应符合表1要求。

表1 水解蚕丝的理化、卫生指标

项目	指标	
理化性质	外观	白色粉末
	气味	有特征气味
	鉴别（茚三酮反应）	呈阳性
	氮含量（%）	≥7.0

卫生指标	铅 (Pb) (mg/kg)	符合《化妆品安全技术规范 (2015 年版)》的规定
	汞 (Hg) (mg/kg)	
	砷 (As) (mg/kg)	
	镉 (Cd) (mg/kg)	
	菌落总数 (CFU/g)	
	霉菌及酵母菌总数 (CFU/g)	
	金黄色葡萄球菌	
	耐热大肠杆菌群	
	铜绿假单胞菌	

5 试验方法

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/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。

5.1 外观

在非直射阳光条件下, 取样品进行目测。

5.2 气味

5.2.1 试剂与仪器

- a) 评香试条;
- b) 敞口烧杯;
- c) 水解蚕丝标准品: 每种产品都应有独自的标准品,标准品从以前生产的、并经过产品安全部门接受的产品中取样;
- d) 药匙。

5.2.2 操作过程

用药匙取适量试样, 置于敞口烧杯中, 用评香试条沾取, 由 2-3 人嗅其气味, 并于水解蚕丝标准品对照, 评测产品气味。

5.3 鉴别的测定

采用茚三酮反应鉴别。

5.3.1 试剂和仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 茚三酮: 分析纯;
- b) 无水丙酮: 分析纯;
- c) 0.5% 茚三酮溶液: 称取0.5g茚三酮置于100ml容量瓶中, 用无水丙酮定容。
- d) 定性滤纸: R=9cm;

- e) 100ml容量瓶;
- f) 滴管;
- g) 烘箱;
- h) 电子天平: 感量0.001g

5.3.2 操作过程

取一片定性滤纸, 用滴管滴上2滴试样溶液(如试样是液体, 即可直接使用; 如是固体, 需配成1-10%的溶液), 放入烘箱烘干, 取出后, 滴上2滴0.5%茚三酮溶液, 烘干。显紫色, 则证明试样溶液中存在氨基酸。

5.4 氮含量的测定

本方法测定的是水解蚕丝中氮的含量。照蛋白质含量测定法(第一法凯氏定氮法)(《中国药典》2015版四部)测定。

5.4.1 试剂与仪器

试验中所用的试剂和仪器如下:

- a) 浓硫酸: 分析纯;
- b) 盐酸标准溶液: 0.1mol/L;
- c) 硼酸溶液: 20g/L; 称取20g硼酸加水溶解后稀释成1000ml
- d) 氢氧化钠溶液: 400g/L; 称取40g氢氧化钠加水溶解后放冷, 并稀释至100ml
- e) 溴甲酚绿-甲基红指示剂: 1g/L溴甲酚绿乙醇溶液和1g/L甲基红乙醇溶液按5:2混合;
- f) 混合催化剂: 硫酸钾: 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)=4.5:0.5 (g:g) (凯氏定氮仪配带, 片状);
- g) 50ml量筒;
- h) 250ml锥形瓶;
- i) 10ml酸式滴定管;
- j) 电子天平: 感量0.0001g;
- k) 消化炉;
- l) 凯氏定氮仪蒸馏单元。

5.4.2 操作过程

5.4.2.1 消化

称取0.3-0.5g左右试样(含氮量约30-40mg)置于干燥的消化管中, 同时做空白, 沿管壁缓缓加入10mL浓硫酸, 小心摇匀后加入一片混合催化剂, 然后置于消化炉中, 升温至200℃, 保持30min, 若有泡沫至泡沫完全停止, 瓶内物质完全碳化, 加强火力继续升温至400℃, 至消化管中碳化物全无, 保持0.5-1h至溶液呈蓝绿色且澄清透明, 取下放冷。

5.4.2.2 蒸馏

打开冷凝水管, 开启蒸馏装置, 首先放入空消化管清洗管路, 然后设置样品蒸馏程序, 加水100mL, 氧化钠溶液30mL, 蒸汽100%, 蒸馏时间5min, 向锥形瓶中预先加入20mL硼酸溶液, 用来接受馏出液, 蒸馏结束取下锥形瓶。

5.4.2.3 定氮

在5.7.2.2的锥形瓶中加入3滴溴甲酚绿-甲基红指示剂，用0.1mol/L盐酸滴定溶液由绿色变为灰红色为终点，记录消耗盐酸体积为 V_2 ，同时做空白试验，消耗盐酸体积为 V_1 。

注：若蒸馏时，消化管内溶液未变成褐色，可加大碱液至50mL，或增长蒸馏时间，若无效可能需减少样品加入量或其他原因。

5.4.3 结果计算

试样中氮含量 W （以氮计），数值以%表示，按下式计算：

$$W(\%) = (V_2 - V_1) \times C \times 0.01401 \times 100 / m$$

式中：

V_1 —滴定空白时所消耗盐酸标准溶液体积，mL；

V_2 —滴定样品时所消耗盐酸标准溶液体积，mL；

c —盐酸标准滴定溶液浓度，mol/L；

0.01401—氮的毫摩尔质量，g/mmol；

m —称取试样质量，g。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示。

5.5 铅的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版规定的方法检验。

5.5 汞的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版规定的方法检验。

5.6 砷的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版规定的方法检验。

5.7 镉的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版规定的方法检验。

5.8 微生物指标的测定

按照《化妆品安全技术规范》2015版微生物检验方法测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

由生产厂质量检验部门取样检验。外观、气味、鉴别、氮含量、菌落总数、霉菌和酵母菌总数、金黄色葡萄球菌、耐热大肠杆菌群、铜绿假单胞菌为出厂检验项目。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、生产日期或批号、净重、执行标准编号。

6.2 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 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。

6.4 采样按 GB/T6678 和 GB/T6680 中有关规定进行，采样量 40g，分别装入两个洁净、干燥的玻璃瓶中，密封、贴上标签，一瓶供检验，另一瓶作留样备查。

6.5 检验结果的判定按 GB/T8170 数值修约值比较法进行。

6.6 使用单位有权按照本标准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，仲裁分析时应按本标准规定的试验方法和检验规则进行。

7 标志、包装、运输、贮存及保质期

7.1 标志

产品销售包装图示标志应按 GB/T191 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。

7.2 包装

产品采用适宜包装，每个包装单元根据用户要求包装。

7.3 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。

7.4 贮存

应常温存放在通风、干燥、阴凉的仓库内，应防火。

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。