ICS 71.100.70
CCS Y 42

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

化妆品用原料 棕榈酰五肽-4

Cosmetic ingredients—Palmitoyl pentapeptide-4

报批稿

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

工业和信息化部标准报批公示

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。

本文件起草单位：浙江湃肽生物股份有限公司、上海香料研究所有限公司、珀莱雅化妆品股份有限公司。

本文件主要起草人：赵宁博、杨志刚、王辉平、李小草、李亚男。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

化妆品用原料 棕榈酰五肽-4

1 范围

本文件规定了化妆品用原料棕榈酰五肽-4的感官、理化、微生物和有害物质限量等要求、描述了相应的试验方法，规定了检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期的内容，并给出了产品化学名称、序列、CAS号、分子式、相对分子质量、结构式的信息。

本文件适用于以棕榈酸和五肽-4为起始原料，经化学法合成，再由液相纯化、冻干等工序制成的醋酸盐或三氟乙酸盐棕榈酰五肽-4粉末的生产、检验和销售。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
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试验方法
GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则
GB/T 14454.5 香料 旋光度的测定
《化妆品安全技术规范》（2015年版）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品化学名称、序列、CAS 号、分子式、相对分子质量、结构式

4.1 化学名称：N2-（1-氧代十六烷基）-L-赖氨酰-L-苏氨酰-L-苏氨酰-L-赖氨酰-L-丝氨酸。
4.2 序列：Pal-Lys-Thr-Thr-Lys-Ser-OH。
4.3 CAS 号：214047-00-4。
4.4 分子式：$C_{39}H_{75}N_7O_{10}$。
4.5 相对分子质量：802.05。
4.6 结构式见图 1。

工业和信息化部标准报批公示

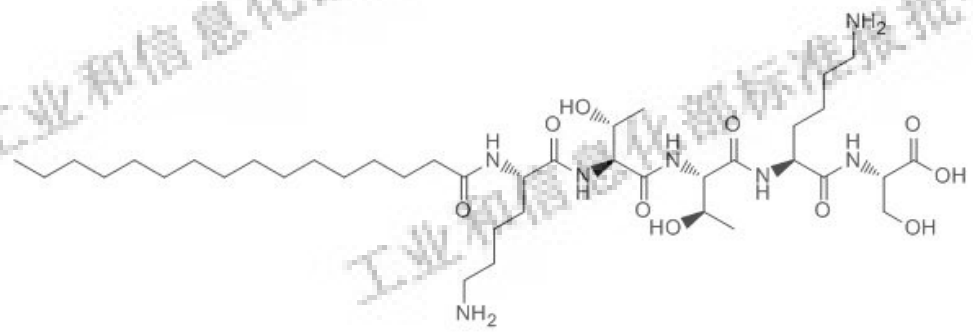


图 1　结构式

5　要求

5.1　感官要求

白色或类白色粉末。

5.2　理化指标

应符合表1的规定。

表 1　理化指标

项目	要求
鉴别	加双缩脲试剂后，加热显蓝紫色
比旋度（20℃）	-36.0° ~ -30.0°
水分/%	≤8.0
纯度/%	≥95.0
醋酸/%	≤15.0
三氟乙酸/%	≤10.0
含量/%	≥75.0
注：产品中的成分包括活性成分（棕榈酰五肽-4）、有机杂质（与工艺和产品结构有关的）、无机杂质、残留溶剂。纯度表示活性成分（棕榈酰五肽-4）在活性成分和有机杂质中的占比。含量表示活性成品（棕榈酰五肽-4）和有机杂质在整个产品中的占比。	

5.3　微生物指标和有害物质限量

应符合表2的规定。

表 2　微生物指标和有害物质限量

项目		要求
有害物质限量/（mg/kg）	汞	≤1
	铅	≤10
	砷	≤2
	镉	≤5
微生物指标/(CFU/g)	菌落总数	≤500
	霉菌和酵母菌	≤100

6　试验方法

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，除非另有规定，应使用分析纯（AR）试剂和符合GB/T 6682中规定的三级水。

6.2 外观

取适量试样于合适的容器中，在自然光或相当于自然光条件下，用目测法观察。

6.3 鉴别

取本品约1 mg（精确至0.1 mg），加双缩脲试液（取硫酸铜0.15 g，加酒石酸钾钠0.6 g，加水50 mL使溶解，在搅拌下加入10 %氢氧化钠溶液30 mL，加水至100 mL，即得）1 mL,加热后观察颜色。鉴别试验显色反应图示见附录A的图A.1。

6.4 比旋度

称取本品约100 mg(精确至0.1 mg)，置于10mL容量瓶中，用0.5 %三氟乙酸甲醇溶液（量取5 mL三氟乙酸加入1000 mL甲醇中，混匀，即得）溶解，并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

按GB/T 14454.5中规定的方法测定20 ℃的供试品溶液。并根据公式（1）计算比旋度$[\alpha]_D^{20\,℃}$，用角的度数表示：

$$[\alpha]_D^{20℃} = \frac{100A}{L\times\rho\times(1-w_1-w_2-w_3)} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

A—偏转角的值，单位为角的度数（°）；

L—旋光管的长度，单位为毫米（mm）；

ρ—供试品溶液的质量浓度，单位为克每毫升（g/mL）；

w_1—供试品中的水分质量分数；

w_2—供试品中的醋酸质量分数；

w_3—供试品中的三氟乙酸质量分数。

6.5 水分

取供试品约0.1 g（精确至0.1 mg），按GB/T 6283中的规定的方法测定水分含量w_1。

6.6 纯度

6.6.1 仪器和设备

6.6.1.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.6.1.2 pH计。

6.6.1.3 超声振荡器：输出功率不低于200W。

6.6.1.4 烘箱：最大允许误差±5℃。

6.6.1.5 容量瓶：25 mL 、50mL。

6.6.1.6 分析天平：感量0.1 mg。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 乙腈：色谱级。

6.6.2.2 三氟乙酸：色谱级。

6.6.2.3 醋酸：分析纯或以上。

6.6.2.4 磷酸二氢钾：分析纯或以上。

6.6.2.5 氨水：分析纯或以上。

6.6.2.6 磷酸：分析纯或以上。

6.6.2.7　25%醋酸溶液：量取 25 mL 醋酸和 75 mL 水混匀。
6.6.2.8　磷酸盐缓冲液：取 6.8 g 磷酸二氢钾至 1000 mL 水中，完全溶解后，用氨水或磷酸调节 pH 至 4.4，用 0.45 μm 水性滤膜过滤后超声脱气。
6.6.2.9　滤膜：孔径 0.45 μm 水性滤膜。

6.6.3　色谱参考条件

色谱参考条件如下：

a)　色谱柱：C_{18}柱，4.6 mm×250 mm，3 μm 或性能相近的色谱柱；
b)　波长：210 nm；
c)　流速：0.8 mL/min；
d)　柱温：20 ℃；
e)　进样量：5 μl；
f)　流动相 A：量取磷酸盐缓冲液 520 mL 和流动相 B 480 mL，置于同一容器中，混匀，并超声脱气。流动相 B：量取 800 mL 乙腈和 200 mL 水，置于同一容器中，混匀，并超声脱气。流动相梯度见表 3。

表 3　流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	100	0
80	100	0
100	40	60
101	100	0
110	100	0

6.6.4　供试品处理

空白溶液：量取500 mL乙腈和500 mL水，置于同一容器，并加入1 mL三氟乙酸，混匀。

系统适用性溶液：称取供试品约50 mg（精确至0.1 mg），加入5 mL 25%醋酸溶液，密封后置于80℃烘箱内加热48h，冷却至室温，转移至50mL容量瓶中，用空白溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液：称取供试品约25 mg(精确至0.1 mg)，置于25 mL容量瓶中，用空白溶液溶解并稀释至刻度，摇匀。

6.6.5　系统适用性试验

系统适用性溶液中棕榈酰五肽-4峰与相邻前峰（相对保留时间约0.95）的分离度应不小于1.5，且理论塔板数以棕榈酰五肽-4峰计应不小于10000。

6.6.6　测定法

按照6.6.3色谱条件，分别测定空白溶液、系统适用性溶液、供试品溶液，归一化法计算，扣去空白溶液中的溶剂峰，直接读取纯度数值。棕榈酰五肽-4纯度系统适用性色谱图见附录B的图B.1。

6.7　醋酸和三氟乙酸

6.7.1　仪器和设备

6.7.1.1　高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。
6.7.1.2　超声振荡器：输出功率不低于 200W。
6.7.1.3　容量瓶：100 mL、50 mL、20 mL。
6.7.1.4　分析天平：感量 0.1 mg。

6.7.2　试剂和材料

6.7.2.1　甲醇：色谱级。

6.7.2.2 乙腈：色谱级。
6.7.2.3 氨水：分析纯或以上。
6.7.2.4 磷酸：色谱级。
6.7.2.5 醋酸(HAc)：分析纯或以上。
6.7.2.6 三氟乙酸(TFA)：分析纯或以上。
6.7.2.7 滤膜：0.45μm 有机滤膜。

6.7.3 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：C_{18}柱，4.6 mm×250 mm，5 μm或性能相近的色谱柱；
b) 波长：210 nm；
c) 流速：1.5 mL/min；
d) 柱温：25 ℃；
e) 进样量：20 μl；
f) 流动相 A：量取 7 mL 磷酸和 5 mL 氨水至 900 mL 水中，加水定容至 1000 mL，混匀，再加入 20 mL 甲醇，混匀，用 0.45μm 有机滤膜过滤，并超声脱气。流动相 B：量取 500 mL 乙腈和 500 mL 水，置于同一容器中，混匀，并超声脱气。流动相梯度见表 4。

表 4 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	100	0
5	100	0
6	0	100
14	0	100
15	100	0
25	100	0

6.7.4 供试品处理

空白溶液（5%磷酸溶液）：量取磷酸50ml，缓缓加入1000 mL水中，摇匀，即得。

对照品溶液：称取醋酸约500 mg（精确至0.1 mg），三氟乙酸约500 mg（精确至0.1 mg），置于同一100 mL容量瓶中（预先在容量瓶中加入约10 mL空白溶液），加空白溶液稀释至刻度，摇匀。移取上述溶液1.0 mL，置于50 mL容量瓶中，用空白溶液稀释至刻度，摇匀。

供试品溶液：称取供试品约20 mg（精确至0.1 mg），置于20 mL容量瓶中，用空白溶液稀释至刻度，摇匀。

6.7.5 系统适用性试验

空白溶液应对醋酸和三氟乙酸峰无干扰；对照品溶液中醋酸和三氟乙酸峰的理论塔板数应不低于5000，且醋酸与三氟乙酸峰的分离度不低于1.5；对照品溶液连续进样5次，醋酸峰面积的相对标准偏差不大于2.0%，三氟乙酸峰面积的相对标准偏差不大于2.0%。

6.7.6 测定法

按6.7.3的色谱条件，分别测定空白溶液、对照品溶液、供试品溶液。醋酸和三氟乙酸对照品溶液的液相色谱图谱见附录C的图C.1。

6.7.7 试验数据处理

6.7.7.1 醋酸含量

醋酸含量以质量分数w_2计，数值以百分数（%）表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_{HAc} \times A_{HAc} \times 20}{A_{s2} \times 5000 \times m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

m_{HAc}—醋酸对照品的质量，单位为毫克（mg）；

A_{HAc}—供试品溶液中醋酸峰的峰面积；

20—供试品溶液的稀释倍数；

A_{s2}—对照品溶液5次进样醋酸峰面积的平均值；

5000—醋酸对照品溶液的稀释倍数；

m—供试品的质量，单位为毫克（mg）。

6.7.7.2 三氟乙酸含量

三氟乙酸含量以质量分数w_3计，数值以百分数（%）表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_{TFA} \times A_{TFA} \times 20}{A_{S1} \times 5000 \times m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

m_{TFA}—三氟乙酸对照品的质量，单位为毫克（mg）；

A_{TFA}—供试品溶液中三氟乙酸峰的峰面积；

20—供试品溶液的稀释倍数；

A_{s1}—对照品溶液5次进样三氟乙酸峰面积的平均值；

5000—三氟乙酸对照品溶液的稀释倍数；

m—供试品的质量，单位为毫克（mg）。

6.8 含量

6.8.1 仪器和设备

6.8.1.1 电位滴定仪。

6.8.1.2 电极：玻璃-饱和甘汞电极。

6.8.1.3 分析天平：感量0.1 mg。

6.8.2 试剂和材料

6.8.2.1 高氯酸标准滴定溶液[c($HClO_4$)=0.1 mol/L]:按GB/T 601中规定制备。

6.8.2.2 醋酸：分析纯或以上。

6.8.3 试验步骤

空白溶液：醋酸。

供试品溶液：称取供试品0.2 g（精确至0.1 mg），加醋酸40 mL溶解，照GB/T 9725中规定，用高氯酸标准滴定溶液滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1 mL高氯酸标准滴定溶液相当于40.10 mg的棕榈酰五肽-4（$C_{39}H_{75}N_7O_{10}$）。

6.8.4 试验数据处理

高氯酸标准滴定溶液温度修正后的浓度c_1按公式（4）计算，单位为摩尔每升（mol/L）：

$$c_1 = \frac{c}{1+0.0011 \times (T_1 - T)} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

c—标定温度下高氯酸标准滴定浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

T_1—使用时高氯酸标准滴定溶液温度，℃；

T—标定时高氯酸标准滴定溶液温度，℃；

0.0011—高氯酸标准滴定溶液每改变1℃时的体积膨胀系数，℃。

含量以质量分数W计，数值以百分数（%）表示，按公式（5）计算：

$$W=\frac{40.10\times(V-V_0)\times c_1}{m\times0.1\times1000}\times100\% \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

40.10—1mL高氯酸标准滴定溶液[c(HClO$_4$)=0.1 mol/L]消耗的棕榈酰五肽-4的质量，单位毫克(mg)；

V_0—等量空白溶剂消耗的高氯酸标准滴定溶液体积，单位毫升（mL）；

V—供试品溶液消耗的高氯酸标准滴定溶液体积，单位毫升（mL）；

c_1—高氯酸标准滴定溶液的温度修正后的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m-供试品的质量，单位为克（g）。

6.8.5 允许差

平行滴定2份，取平行测得结果的算术平均值为测定结果。 2份平行测得结果的差值不应大于算术平均值的1.0%。

6.9 汞、铅、砷、镉

按照《化妆品安全技术规范》（2015年版）第四章1.6规定的方法测定。

6.10 菌落总数

按照《化妆品安全技术规范》（2015年版）第五章2规定的方法测定。

6.11 霉菌和酵母菌

按照《化妆品安全技术规范》（2015年版）第五章6中规定的方法测定。

7 检验规则

7.1 出厂检验

出厂检验项目包括表1和表2中的项目（汞、铅、砷、隔除外）。生产商应保证出厂的每批产品都符合本文件要求。

7.2 型式检验

应每年进行至少一次型式检验，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) 新产品生产的试制定型鉴定；

b) 正式生产后，如原料、工艺、环境有较大改变，可能影响产品性能时；

c) 产品停产超过半年，恢复生产时；

d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；

e) 国家监管机构提出进行型式检验要求时；

f) 仲裁检验或客户有合同要求时。

7.3 组批

工艺条件、品种、规格、生产日期相同的产品为一批。

7.4 采样

采样按GB/T 6678和GB/T 6679中有关规定进行，对产品进行采样两份，密封包装，其中一份用于检验，一份用于留样。

7.5 判定规则

产品的各项技术指标检验结果若符合本文件的规定，则判定为合格。若经检验有不合格项，则应加倍取样进行复验，并以复验结果为准。若复验合格，则判定该批产品为合格。若仍不合格，则判定该批产品为不合格。

8 标签、包装、运输、贮存、保质期

8.1 标签

包装容器上涂刷或印刷或粘贴牢固的标签，标明：产品名称、生产单位名称和地址、生产批号或生产日期、有效期、净重和毛重等。

8.2 包装

产品应采用洁净、无腐蚀、能保证强度的塑料容器或内衬塑料的金属容器包装。

其他包装与使用单位协商另定。

8.3 运输

运输工具应清洁、卫生，搬运时应轻拿轻放，不应摔撞。

8.4 贮存

8.4.1 在贮运过程中，应防止暴晒雨淋，不应与有毒或有异味的物品混贮、混运。

8.4.2 产品应贮存于阴凉处。

8.5 保质期

在符合本文件规定的运输和贮存条件下，产品在包装完整和未经启封的情况下，产品保质期按销售包装标注执行。

工业和信息化部标准报批公示

附　录　A
（资料性）
鉴别试验显色反应图示

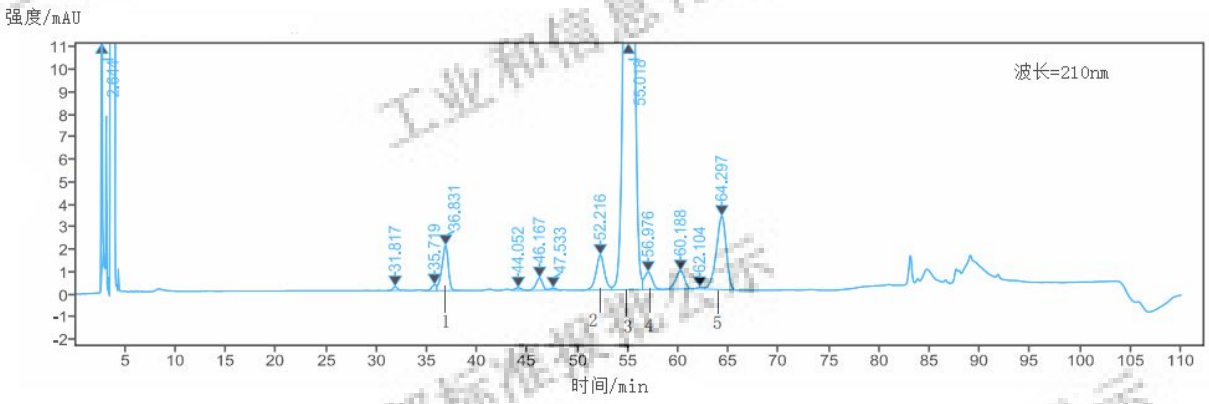
鉴别试验显色反应图示见图A.1。

图 A.1 鉴别试验显色反应图

工业和信息化部标准报批公示

附　录　B
（资料性）
棕榈酰五肽-4纯度系统适用性色谱图

棕榈酰五肽-4纯度系统适用性色谱图见图B.1。



标引序号说明：
1—Pal-D-Lys-Thr-Thr-Lys-Ser-OH或Pal-Lys-D-Thr-Thr-Lys-Ser-OH（出峰时间36.8 min）；
2—Pal-Lys-Thr-Thr-D-Lys-Ser-OH（出峰时间52.2 min）；
3—Pal-Lys-Thr-Thr-Lys-Ser-OH（棕榈酰五肽-4，出峰时间55.0 min）；
4—Pal-Lys-Thr-Thr-Lys-D-Ser-OH(出峰时间56.9 min)；
5—Pal-Lys-Thr-Thr-Lys-OH(出峰时间64.3 min)。

图B.1 棕榈酰五肽-4纯度系统适用性色谱图

工业和信息化部标准报批公示

附　录　C
（资料性）
醋酸和三氟乙酸对照品溶液的液相色谱图

醋酸和三氟乙酸对照品溶液的液相色谱图见图C.1。

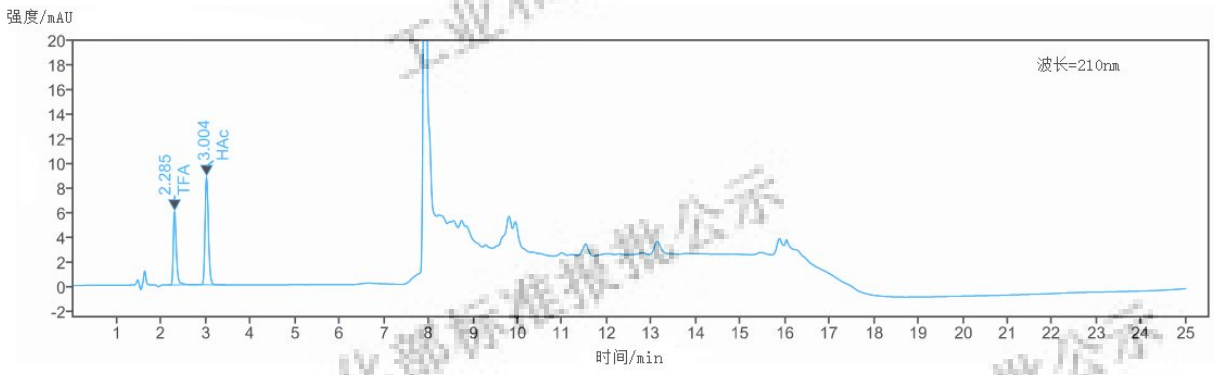


图 C.1 醋酸和三氟乙酸对照品溶液的液相色谱图

工业和信息化部标准报批公示