

团 体 标 准

T/CAFFCI 71—2024

化妆品用原料 六肽-11

Cosmetic ingredients—Hexapeptide-11

2024-1-5 发布

2024-1-5 实施

前 言

本文件根据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。

本文件由中国香料香精化妆品工业协会提出及归口。

本文件起草单位：山东济肽生物科技有限公司、北京贝丽莱斯生物科技有限公司、华熙生物科技股份有限公司。

本文件主要起草人：于更立、董雪菊、李伦、李冉冉、苏超、韩慧林、张雷、郭秀茹、杨磊、阚洪玲、程菲。

本文件为首次发布。



化妆品用原料 六肽-11

1 范围

本文件规定了化妆品用原料六肽-11的感官指标、理化指标、微生物及有害物质指标等要求，描述了相应的术语和定义、基本信息、试验方法，规定了检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期的内容。

本文件适用于经化学合成工艺制得的化妆品用原料六肽-11。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过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 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

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

《化妆品安全技术规范》

《化妆品生产质量管理规范》

《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

批 batch

在同一生产周期、同一工艺过程内生产的，质量具有均一性的一定数量的产品。

[来源：《化妆品生产质量管理规范》，第六十四条，有修改]

4 基本信息

化学名称：N-L-苯丙氨酰-L-缬氨酰-L-丙氨酰-L-脯氨酰-L-苯丙氨酰-L-脯氨酸

INCI 名称：Hexapeptide-11

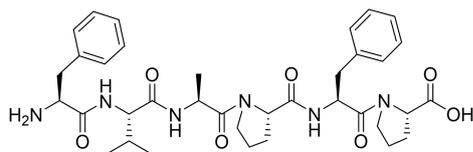
中文名称：六肽-11

分子式：C₃₆H₄₈N₆O₇

CAS 号：161258-30-6

相对分子质量：676.80

化学结构式：



5 技术要求

5.1 感官、理化指标

感官、理化指标详见表1。

表1 化妆品用原料 六肽-11 感官、理化指标

项目		要求
感官指标	性状	白色或类白色粉末，轻微特征性气味
理化指标	鉴别	供试品溶液色谱图中主峰的保留时间应与对照品溶液色谱图中主峰的保留时间一致
	溶解度（水）	易溶于水
	比旋度（20℃）	126.0° ~ -146.0°
	pH值（25℃，0.1%水溶液）	3.5~5.5
	水分/%	≤7.0
	纯度/%	≥95.0
	醋酸含量/%	≤5.0

5.2 微生物及有害物质指标

微生物及有害物质指标详见表2。

表2 化妆品用原料 六肽-11 微生物及有害物质指标

项目		要求
微生物及有害物质指标	菌落总数/（CFU/g）	≤200
	霉菌和酵母菌总数/（CFU/g）	≤50
	耐热大肠菌群/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
	乙腈/（mg/kg）	≤200
	铅/（mg/kg）	≤10
	镉/（mg/kg）	≤5
	砷/（mg/kg）	≤2
	汞/（mg/kg）	≤1

6 试验方法

本标准所用试剂和水，除非另有规定，应使用分析纯（AR）和符合《中华人民共和国药典》规定的纯化水。

6.1 性状

取供试品适量，在室温和非阳光直射下，目测供试品的颜色和状态，嗅其气味。

6.2 鉴别

6.2.1 试剂

- a) 乙腈：色谱纯；
- b) 三氟乙酸：色谱纯；
- c) 水；
- d) 六肽-11对照品：通过结构确证的六肽-11，纯度 $\geq 98\%$ ，用于定性鉴别。

6.2.2 仪器和材料

- a) 高效液相色谱仪：紫外检测器；
- b) 电子天平：精度 0.1 mg；
- c) 10 mL 容量瓶；
- d) 1 mL 刻度吸管；
- e) 抽滤装置；
- f) 超声震荡仪；
- g) 0.45 μm 滤膜（亲水性）。

6.2.3 色谱条件

- a) 色谱柱：C18 色谱柱（4.6 mm \times 250 mm，粒径 5 μm ）；
- b) 流动相 A：含 0.1% 三氟乙酸的水溶液；
- c) 流动相 B：含 0.1% 三氟乙酸的乙腈溶液；
- d) 流速：1.0 mL/min；
- e) 进样量：10 μL ；
- f) 柱温：25 $^{\circ}\text{C}$ ；
- g) 检测波长：220 nm；
- h) 流动相梯度洗脱程序见表 3。

表 3 流动相梯度洗脱程序

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0	75	25
20	55	45
20.1	0	100
25	0	100
27	75	25
35	75	25

6.2.4 溶液配制

- a) 流动相 A（含 0.1% 三氟乙酸的水溶液）：取三氟乙酸 1 mL，用水稀释至 1 000 mL；
- b) 流动相 B（含 0.1% 三氟乙酸的乙腈溶液）：取三氟乙酸 1 mL，用乙腈稀释至 1 000 mL；
- c) 空白溶液（含 0.1% 三氟乙酸的水溶液）：同 a) 流动相 A；
- d) 供试品溶液的制备：称取供试品 20 mg（精确至 0.1 mg），置 10 mL 容量瓶中，加空白溶液溶解，并稀释至刻度，摇匀。经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，续滤液作为供试品溶液；

e) 对照品溶液的制备：称取六肽-11对照品20 mg（精确至0.1 mg），置于10 mL容量瓶中，用空白溶液溶解，并稀释至刻度，摇匀。经0.45 μm微孔滤膜过滤，续滤液作为对照品溶液。

6.2.5 操作过程

高效液相色谱仪稳定后，精密量取对照品溶液、供试品溶液各 10 μL，依次进样，记录色谱图，供试品溶液色谱图的主峰保留时间应与对照品溶液色谱图的主峰保留时间一致。

6.3 溶解度

6.3.1 试剂

水。

6.3.2 仪器和材料

- a) 电子天平：精度 0.1 mg；
- b) 10 mL 具塞比色管；
- c) 10 mL量筒。
- d) 研钵；
- e) 温度计：量程0℃~100℃，精度1℃。

6.3.3 操作过程

按照《中华人民共和国药典》四部凡例（十五）进行检测，具体操作如下：称取供试品 0.5 g（精确至 0.001 g），置具塞比色管中，加入 4.9 mL 温度为 25℃±2℃的水，每隔 5min 强力振摇 30s，30min 内应完全溶解，即无目视可见的溶质颗粒。

6.4 比旋度

6.4.1 试剂

水。

6.4.2 仪器和材料

- a) 旋光仪：钠光谱的 D 线（589.3 nm），精度 0.001°；
- b) 电子天平：精度 0.1 mg；
- c) 25 mL 容量瓶。

6.4.3 溶液配制

供试品溶液制备：称取供试品0.1 g（精确至0.1 mg），置于25 mL容量瓶中，加水溶解，并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

6.4.4 操作过程及计算

按《中华人民共和国药典》四部通则0621 旋光度测定法进行检测，具体操作如下：旋光仪以水作空白校正，然后将测定管用供试品溶液冲洗数次，缓缓注入供试品溶液适量（注意勿使发生气泡），置于旋光计内检测读数，读取旋光度3次，取3次的平均数，并根据公式（1）计算比旋度：

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100\alpha}{L \times C \times (1-\omega)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- [α]—为比旋度，单位为°；
- D—为钠光谱的 D 线；
- α—为测得的旋光度；
- L—旋光管的长度，mm；
- C—供试品的浓度，g/ml；

ω —供试品中的水分含量，%。

注1：每次测定前应以水作空白校正，测定后，再校正1次，以确定在测定时零点有无变动；如第2次校正时发现旋光度差值超过 ± 0.01 时表明零点有变动，则应重新测定旋光度。

注2：配制溶液及测定时，均应调节温度至 $20.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

注3：供试品应充分溶解，供试品溶液应澄清。

6.5 pH值

6.5.1 试剂

水。

6.5.2 仪器和材料

- a) 酸度计：精度0.01；
- b) 电子天平：精度0.1 mg；
- c) 温度计：量程 $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，精度 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 烧杯。

6.5.3 溶液配制

供试品溶液制备：称取供试品0.01 g（精确至0.1 mg），置烧杯中，加水10 mL搅拌至完全溶解，即得供试品溶液。

6.5.4 操作过程

按照《中华人民共和国药典》（2020年版）第四部通则 0631 pH值测定法进行检测，具体操作如下：使供试品溶液温度至 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，用已校正过的酸度计测定。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不大于0.2。

6.6 水分

6.6.1 试剂

- a) 无水甲醇；
- b) 卡尔费休试剂：滴定度为 $3\text{ mg/mL} \sim 5\text{ mg/mL}$ 。

6.6.2 仪器和材料

- a) 智能水分测定仪：精度0.001 %；
- b) 电子天平：精度0.1 mg。

6.6.3 操作过程

称取供试品0.10 g（精确至0.1 mg），按GB/T 6283中规定的电量法进行测定。

6.7 纯度

6.7.1 试剂

见6.2.1。

6.7.2 仪器和材料

见6.2.2。

6.7.3 色谱条件

见6.2.3。

6.7.4 系统适应性

理论板数按六肽-11峰计算不低于2 000。

6.7.5 溶液配制

见 6.2.4。

6.7.6 操作过程

高效液相色谱仪稳定后，精密量取空白溶液、供试品溶液各10 μL ，依次进样，记录色谱图，按照面积归一法进行计算。供试品溶液色谱扣除空白溶液的色谱峰，积分读取六肽-11峰面积百分比数值，作为六肽-11的纯度。

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%。

6.8 醋酸含量

6.8.1 试剂

- a) 冰醋酸：含量 $\geq 99.5\%$ ；
- b) 磷酸；
- c) 氢氧化钠；
- d) 甲醇：色谱纯；
- e) 水。

6.8.2 仪器和材料

- a) 高效液相色谱仪：紫外检测器；
- b) 电子天平：精度 0.1 mg；
- c) 酸度计：精度 0.01；
- d) 容量瓶；
- e) 1 mL 刻度吸管；
- f) 抽滤装置；
- g) 超声震荡仪；
- h) 0.45 μm 滤膜（亲水性）。

6.8.3 色谱条件

- a) 色谱柱：C18 色谱柱（4.6 mm \times 250 mm，粒径 5 μm ）；
- b) 流动相 A：在 1 000 mL 水中加磷酸 0.7 mL，用 0.42% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0；
- c) 流动相 B：甲醇；
- d) 流速：1.2 mL/min；
- e) 进样量：10 μL ；
- f) 柱温：25 $^{\circ}\text{C}$ ；
- g) 检测波长：210 nm；
- h) 流动相梯度洗脱程序见表 4。

表 4 流动相梯度洗脱程序

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0	95	5
5	95	5
10	50	50
20	50	50

表 4 流动相梯度洗脱程序 (续)

22	95	5
30	95	5

6.8.4 系统适应性

- 醋酸峰的保留时间约在 3 min~4 min;
- 理论板数按照醋酸峰计算不低于 2 000。

6.8.5 溶液配制

- 0.42%氢氧化钠溶液: 取氢氧化钠 0.42g (精确至 0.001 g), 加水使溶解成 100 mL, 即得;
- 流动相 A: 在 1 000 mL 水中加磷酸 0.7 mL, 用 0.42%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0;
- 空白溶液: 流动相 A 与流动相 B 以 95:5 (v:v) 的比例混合均匀, 即得;
- 标准品溶液: 取冰醋酸 12.5 mg (精确至 0.1 mg), 置 10 mL 容量瓶中, 加空白溶液溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 续滤液作为标准品溶液;
- 供试品溶液: 精密称定供试品 100 mg (精确至 0.1 mg), 置 2 mL 容量瓶中, 加空白溶液溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 续滤液作为供试品溶液。

6.8.6 操作过程

按照《中华人民共和国药典》(2020年版) 第四部通则 0872 合成多肽中的醋酸测定法进行检测, 具体操作如下: 精密量取空白溶液、标准品溶液和供试品溶液各 10 μL, 分别注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 并根据公式 (2) 按外标法以峰面积计算醋酸的含量 ω:

$$\omega (\%) = \frac{A_{供} \times V_{供} \times W_{标}}{A_{标} \times V_{标} \times W_{供}} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

$A_{供}$ —供试品溶液的醋酸峰面积;

$A_{标}$ —标准品溶液的醋酸峰面积;

$W_{供}$ —供试品的称样量 (mg);

$W_{标}$ —标准品的称样量 (mg);

$V_{供}$ —供试品稀释倍数;

$V_{标}$ —标准品稀释倍数。

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%。

6.9 菌落总数

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。

6.10 霉菌和酵母菌

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。

6.11 耐热大肠菌群

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。

6.12 铜绿假单胞菌

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。

6.13 金黄色葡萄球菌

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法测定。

6.14 乙腈

按照《化妆品安全技术规范》第四章2.33乙醇等37种组分规定的方法测定。

6.15 铅

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法检测。

6.16 镉

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法检测。

6.17 砷

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法检测。

6.18 汞

按照《化妆品安全技术规范》规定的方法检测。

7 检验规则

7.1 出厂检验

该产品按批检验，检验项目为表1和表2中的项目（耐热大肠菌群、铜绿假单胞菌、金黄色葡萄球菌、乙腈、铅、镉、砷、汞除外）。生产商应保证出厂的每批产品都符合本标准要求。

7.2 型式检验

型式检验每年应不少于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时。

7.3 采样

应按照GB/T 6678和GB/T 6679中有关规定。

7.4 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。检验结果若有一项指标不符合本文件要求，应重新自双倍量的包装中取样，对不合格指标进行复检，复检合格，则判该批产品合格；如仍不合格，则判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存、保质期

8.1 标志

包装标志应符合GB/T 191中规定，且应标注化妆品原料的使用指南或使用指南的图示。

8.2 包装

本产品内用塑料瓶包装，应按明示的净重包装，外用瓦楞纸箱包装。包装材料和容器应符合QB/T 1685的规定。

8.3 运输

可常温运输，运输工具应清洁、卫生。产品在运输过程中应避免日晒、雨淋。搬运时应轻拿轻放，严禁摔撞。

8.4 贮存

避光、干燥处，2℃—8℃冷藏、密封保存。可常温运输。

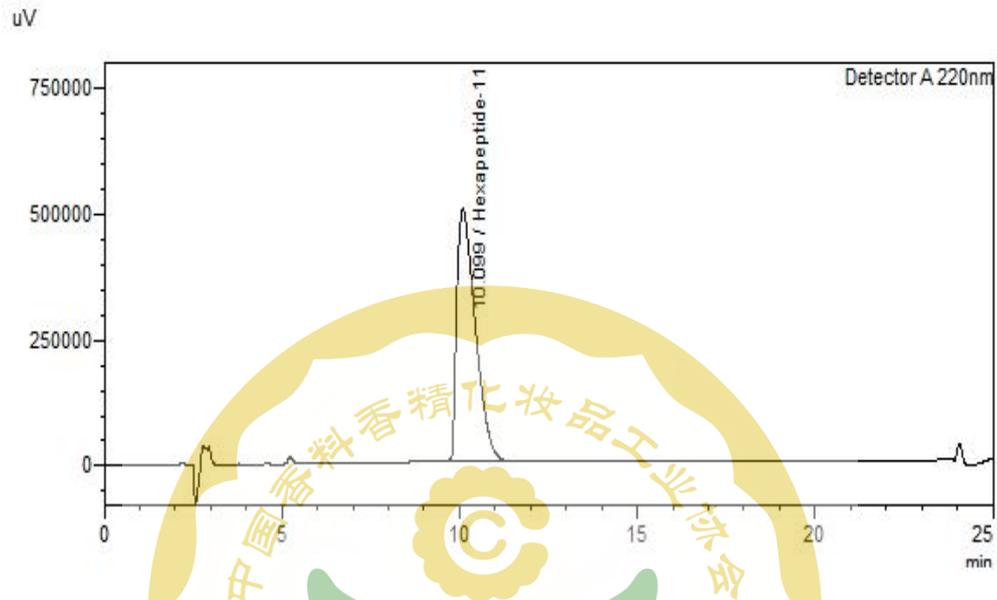
8.5 保质期

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情况下，保质期按销售包装标注执行。

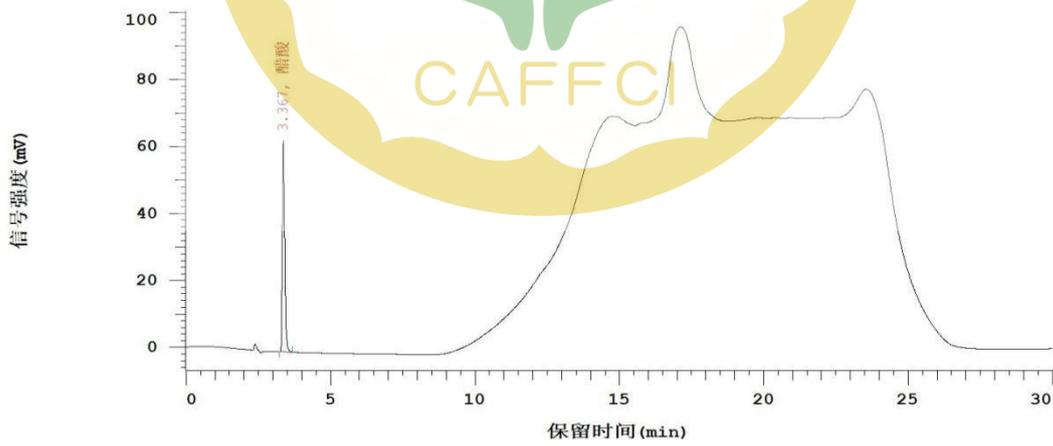


附录A
(资料性附录)

六肽-11对照品和醋酸标准品的高效液相色谱标准图谱



图A.1 六肽-11 高效液相色谱对照品图谱



图A.2 醋酸标准品 高效液相色谱标准图谱