|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 71.060.50       |
| CCS  | G 12      |

团体标准

T/YSA 01—2021

丝胶蛋白粉

Sericin protein powder

2021 - XX - XX发布

2021 - XX - XX实施

河南省丝绸协会  发布

目次

[前言 II](#_Toc85193940)

[1 范围 1](#_Toc85193941)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc85193942)

[3 术语和定义 2](#_Toc85193943)

[4 要求 2](#_Toc85193948)

[5 检测方法 2](#_Toc85193949)

[5.1 外观 3](#_Toc85193950)

[5.2 气味 3](#_Toc85193951)

[5.3 氮含量及蛋白质的测定 3](#_Toc85193952)

[5.4 PH值的测定 4](#_Toc85193953)

[5.5 鉴别 4](#_Toc85193954)

[5.6 干燥失重的测定方法 5](#_Toc85193955)

[5.7 炽灼残渣的测定方法 5](#_Toc85193956)

[5.8 铅,汞，砷含量的测定 5](#_Toc85193957)

[5.9 微生物指标的测定 5](#_Toc85193958)

[6 标志、包装、运输、贮存及保质期 6](#_Toc85193959)

[6.1 标志 6](#_Toc85193960)

[6.2 包装 6](#_Toc85193961)

[6.3 运输 6](#_Toc85193962)

[6.4 贮存 6](#_Toc85193963)

[6.5 保质期 6](#_Toc85193964)

1. 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××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：河南民兴生物科技股份有限公司、河南丝缘有限公司、江苏久吾高科技股份有限公司、中国农业大学、河南大学生命科学学院、民兴丝路（北京）生物科技有限公司、社旗县赊店绢纺有限公司。

本文件主要起草人：王志强、张慧华、郭子宽、李博、王洪涛、孙冬鑫、魏会丽、卢瑶、徐斌。

丝胶蛋白粉

* 1. 范围

本文件规定了蚕丝丝胶蛋白的术语和定义、要求、实验方法、检验规则、标志、包装、运输、储存及保质期等。

本文件适用于蚕丝丝胶蛋白（脱胶）粉末，其主要成分为多肽。

* 1. 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 5009.237-2016 食品中PH值的测定。

GB/T 5009.12-2017 食品中铅的测定。

GB/T 5009.11-2014 第二法食品中砷的测定。

GB/T 5009.268-2016 第一法食品中汞的测定。

GB/T 5009.268-2016 第一法食品中铬的测定。

GB/T 5009.268-2016第二法食品中铜的测定。

GB/T 5009.268-2016 第二法食品中铁的测定。

GB/T 5009.268-2016 第二法食品中锌的测定。

GB/T 5009.268-2016 第一法食品中硒的测定。

GB/T 5009.268-2016 第二法食品中锰的测定。

《中华人民共和国药典》2015年版四部通则中干燥失重和炽灼残渣的测定。

《中华人民共和国药典》2015年版四部通则中炽灼残渣的测定。

 GB 4789.2-2016中菌落总数的测定。

GB 4789.4-2016中沙门氏菌的测定。

GB 4789.5-2012中志贺式菌的测定。

GB 4789.3-2016第一法中大肠菌群的测定。

GB 4789.10-2016第一法中金黄色葡萄球菌的测定。

GB 5009.124-2016中氨基酸的测定。

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。

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。

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

* + 1.

丝胶蛋白

是指是一种丝胶状蛋白质，为球蛋白。

* + 1.

活性物

丝胶蛋白多肽。

* 1. 要求

丝胶蛋白的理化和卫生指标应符合表1要求。

表1 技术要求

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 指标 |
| 理化性质 | 外观 | 白色至浅黄色粉末 |
| 气味 | 有特征气味 |
| PH值 | 6-7.5 |
| 氮含量 | ≥13.5 |
| 鉴别（氨基酸分析仪） | 氨基酸含量中丝氨酸含量≥27% |
| 干燥失重 % | 3-5 |
| 炽灼残渣 % | ≤4 |
| 卫生指标 | 铅（Pb）(mg/kg) | ＜10 |
| 汞（Hg）(mg/kg) | 不得检出 |
| 砷（As）(mg/kg) | ＜0.5 |
| 菌落总数（CFU/g CFU/ml） | ＜10 |
| 大肠菌群 MPN/g | ＜0.5 |
| 致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌）/25g | 不得检出 |

* 1. 检测方法

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。

* + 1. 外观

在非直射阳光条件下，取样品进行目测。

* + 1. 气味
			1. 试剂与仪器

敞口烧杯，丝胶蛋白标准品。

* + - 1. 操作过程

取适量试样，置于敞口烧杯中，由2-3 人直接嗅其气味，并与丝胶蛋白标准品对照，评测产品气味。

* + 1. 氮含量及蛋白质的测定
			1. 测定水解蚕丝中氮的含量

按《中华人民共和国药典》2015版四部0704氮测定法（第三法：凯氏定氮仪法）测定。

* + - 1. 仪器与试剂

硫酸铜（CuSO4·5H20）、硫酸钾、硫酸（密度为1.8419g/L）、硼酸溶液（20 g/L）、氢氧化钠溶液（400 g/L）、 0.01 mol/L盐酸标准滴定溶液。

混合指示试剂：0.1%甲基红乙溶液1份，与0.1%溴甲酚绿乙醇溶液5份临用时混合。

* + - 1. 样品消化

称取样品约2.00 g（±0.001 g），移入干燥的100 ml凯氏烧瓶中，加入0.2 g硫酸铜和6 g硫酸钾，稍摇匀后瓶口放一小漏斗，加入20 ml浓硫酸，将瓶以45角斜支于有小孔的石棉网上，使用万用电炉，在通风橱中加热消化，开始时用低温加热，待内容物全部炭化，泡沫停止后，再升高温度保持微沸，消化至液体呈蓝绿色澄清透明后，继续加热0.5 h，取下放冷，小心加20 ml水，放冷后，无损地转移到100 ml容量瓶中，加水定容至刻度，混匀备用，即为消化液。

试剂空白实验：取与样品消化相同的硫酸铜、硫酸钾、浓硫酸，按以上同样方法进行消化，冷却，加水定容至100 ml，得试剂空白。

* + - 1. 碱化蒸馏

量取硼酸试剂20mL于三角瓶中，加入混合指示剂2~3滴，并使冷凝管的下端插入硼酸液液面下，在螺旋夹a关闭，螺旋夹b开启的状态下，准确吸取10.0mL样品消化液，由小漏斗流入反应室，并以10 mL蒸馏水洗涤进样口流入反应室，棒状玻塞塞紧。取10mL氢氧化钠溶液倒入小玻杯，提起玻塞使其缓缓流入反应室，用少量水冲洗立即将玻塞盖紧，并加水于小玻杯以防漏气，开启螺旋夹a，关闭螺旋夹b，开始蒸馏。通入蒸汽蒸腾10 min后，移动接收瓶，液面离开凝管下端，再蒸馏2 min。然后用少量水冲洗冷凝管下端外部，取下三角瓶，准备滴定。

同时吸取10.0 mL试剂空白消化液按上法蒸馏操作。

* + - 1. 样品滴定

以0.01 mol/L盐酸标准溶液滴定至灰色为终点。

* + - 1. 计算公式



式中X—样品蛋白质含量（g/100 g）；V1——样品滴定消耗盐酸标准溶液体积（mL）；

V2——空白滴定消耗盐酸标准溶液体积（mL）；c——盐酸标准滴定溶液浓度（mol/L）；

0.0140 mL —1.0 mL盐酸标准滴定溶液相当的氮的质量（g）；m——样品的质量（g）；

F—氮换算为蛋白质的系数，一般食物为6.25；乳制品为6.38；面粉为5.70；高梁为6.24；花生为5.46；米为5.95；大豆及其制品为5.71；肉与肉制品6.25；大麦、小米、燕麦、裸麦为5.83；芝麻、向日葵5.30。

计算结果保留三位有效数字。

* + - 1. 计算结果

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，两次独立测定的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

* + 1. PH值的测定

按照GB5009.237-2016中的测定方法执行。

* + 1. 鉴别
			1. 方法

按照GB5009.124-2016中氨基酸含量的测定。

* + - 1. 主要仪器

氨基酸分析仪（按出峰先后顺序排列）。

* + - 1. 氨基酸含量要求应符合表2

表2 氨基酸含量要求应符合表

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 标准 |
| 天门冬氨酸Asp (g/100 g) | ≥15 |
| 苏氨酸Thr (g/100 g) | ≥6.5 |
| 丝氨酸Ser (g/100 g) | ≥27 |

表2（续） 氨基酸含量要求应符合表

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 标准 |
| 谷氨酸Gln (g/100 g) | ≥6.8 |
| 脯氨酸Pro (g/100 g) | ≥0.7 |
| 甘氨酸Gly (g/100 g) | ≥7 |
| 丙氨酸Ala (g/100 g) | ≥3.3 |
| 缬氨酸Val (g/100 g) | ≥2.8 |
| 异亮氨酸Ile (g/100 g) | ≥1 |
| 亮氨酸 Leu (g/100 g) | ≥1.5 |
| 酪氨酸 Tyr (g/100 g) | ≥2.8 |
| 苯丙氨酸 Phe (g/100 g) | ≥0.6 |
| 组氨酸 His (g/100 g) | ≥1.1 |
| 赖氨酸Lys (g/100 g) | ≥1.6 |
| 精氨酸 Arg (g/100 g) | ≥3.8 |
| 色氨酸 Trp (g/100 g) | ≥0.1 |
| 半胱氨酸 Cys (g/100 g) | ≥0.05 |
| 蛋氨酸 (g/ 100 g) | ≥0.01 |

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，两次独立测定的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

* + 1. 干燥失重的测定方法

按照《中华人民共和国药典》2015年版四部通则中检测方法执行。

* + 1. 炽灼残渣的测定方法

按照《中华人民共和国药典》2015年版四部通则中检测方法执行。

* + 1. 铅,汞，砷含量的测定
			1. 铅的含量测定

按照GB/T 5009.12-2017 食品中铅的测定。

* + - 1. 汞的含量测定

按照GB/T 5009.268-2016 第一法食品中汞的测定。

* + - 1. 砷的含量测定

按照GB/T 5009.11-2014 第二法食品中砷的测定。

* + 1. 微生物指标的测定
			1. 菌落总数的测定

按照GB 4789.2-2016中的方法检测菌落总数。

* + - 1. 沙门氏菌的测定

按照GB 4789.4-2016中的方法检测沙门氏菌。

* + - 1. 志贺氏菌的测定

按照GB 4789.5-2012中的方法检测志贺氏菌。

* + - 1. 大肠菌群的测定

按照GB 4789.3-2016第一法中的方法检测大肠菌群。

* + - 1. 金黄色葡萄球菌的测定

按照GB 4789.10-2016第一法中的方法检测金黄色葡萄球菌。

* 1. 标志、包装、运输、贮存及保质期
		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。

* + 1. 包装

产品采用适宜包装，每个包装单元根据用户要求包装。

* + 1. 运输

本产品属于非危险品，任何运输工具均可采用，在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

* + 1. 贮存

应常温存放在通风、干燥、阴凉的仓库内，应防火。

* + 1. 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行。