



中华人民共和国国内贸易行业标准

SB/T 10634—2011

淡水鱼胶原蛋白肽粉

Freshwater fish collagen peptides powder

2011-12-20 发布

2012-01-01 实施

中华人民共和国商务部 发布

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国商业联合会提出。

本标准由中华人民共和国商务部归口。

本标准起草单位：汕尾市五丰海洋生物科技有限公司、华南理工大学轻工与食品学院、中国商业联合会商业标准中心、无限极(中国)有限公司、广州合诚实业有限公司。

本标准主要起草人：金鹤峰、赵谋明、崔春、任娇艳、苏国万、张丽、唐健、周雪松、曾建新、蒋文真、张曦。

淡水鱼胶原蛋白肽粉

1 范围

本标准规定了淡水鱼胶原蛋白肽粉的术语和定义、原料、食品添加剂、技术要求、生产要求、检验方法、检验规则、标签标志、包装、储存、运输、销售和召回等的要求。

本标准适用于以 3.1 规定产品的生产、检验和销售。

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 包装运输图示标志

GB 2733 鲜、冻动物性水产品卫生标准

GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准

GB 2762 食品中污染物限量

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB/T 4789.5 食品卫生微生物学检验 志贺氏菌检验

GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB/T 5009.6 食品中脂肪的测定

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB/T 5009.17 食品中总汞及无机汞的测定

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB 17405 保健品良好生产规范

GB/T 22492—2008 大豆肽粉

QB 2732 水解胶原蛋白

JY/T 019 氨基酸分析方法通则

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

《保健食品通用卫生要求》卫生部卫监发[1996]第 38 号发布

《定量包装商品计量监督管理办法》国家质量监督检验检疫总局第 75 号令

《食品召回管理规定》国家质量监督检验检疫总局第 98 号令

3 术语和定义

下列术语和定义适用本文件。

3.1

淡水鱼胶原蛋白肽粉 freshwater fish collagen peptides powder

以淡水鱼鱼皮和鱼鳞为原料,用酶解法工艺生产,相对分子质量低于 5 000 Da 肽段为主要成分的粉末状产品。

3.2

酶解法 hydrolysis

在一定条件下,利用蛋白酶的作用,将蛋白质分子量降低的方法。

4 原料和食品添加剂

4.1 原料

应来自无污染水域的淡水鱼鱼皮和鱼鳞,且符合 GB 2733 规定的要求。

4.2 食品添加剂

应符合相关国家标准或行业标准规定的要求。

5 技术要求

5.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
形态	呈粉末状,无结块
色泽	白色或淡黄色
滋味与气味	具有本产品特有的滋味与气味,无异味
杂质	无正常视力可见的外来杂质

5.2 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	质量指标		
	一级	二级	三级
蛋白质(以干基计, $N \times 5.79$)/(g/100 g) $\geq$	90.0	85.0	85.0
肽含量(以干基计)/(g/100 g) $\geq$	85.0	75.0	55.0

表 2 (续)

项 目		质量指标		
		一级	二级	三级
相对分子质量小于 5 000 Da 的蛋白质水解物所占比例/%	≥	80.0	75.0	65.0
灰分(以干基计)/(g/100 g)	≤	7.0		
水分/(g/100 g)	≤	7.0		
粗脂肪(以干基计)/(g/100 g)	≤	0.5		
羟脯氨酸(g/100 g)	≥	5.5		
游离羟脯氨酸/总羟脯氨酸/(质量分数)	≤	5.0		
透射比/%	450 nm	≥		
	620 nm	≥		

5.3 卫生指标

无机砷、铅、甲基汞应符合 GB 2762 的规定；菌落总数、大肠菌群、霉菌、酵母、致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌)应符合《保健食品通用卫生要求》的规定。

5.4 食品添加剂

使用范围和使用量应符合 GB 2760 的规定。

5.5 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

6 生产要求

6.1 应符合 GB 17405 的规定。

6.2 应采用酶解法。

7 检验方法

7.1 感官检验

在自然光下,用目测、鼻嗅和品尝的方法检测。

7.2 蛋白质

按 GB 5009.5 规定的方法测定。

7.3 肽含量

按 GB/T 22492—2008 附录 B 规定的方法测定。

7.4 蛋白质水解物

相对分子质量小于 5 000 Da 的蛋白质水解物所占比例(%)按附录 A 方法检测。

7.5 灰分

按 GB 5009.4 规定的方法测定。

7.6 水分

按 GB 5009.3 规定的方法测定。

7.7 粗脂肪

按 GB/T 5009.6 规定的方法测定。

7.8 羟脯氨酸和游离羟脯氨酸

按 JY/T 019 规定的方法测定。

7.9 透射比

按 QB 2732 规定的方法测定。

7.10 铅

按 GB 5009.12 规定的方法测定。

7.11 甲基汞

按 GB/T 5009.17 规定的方法测定。

7.12 无机砷

按 GB/T 5009.11 规定的方法测定。

7.13 菌落总数

按 GB 4789.2 规定的方法测定。

7.14 大肠菌群

按 GB 4789.3 规定的方法测定。

7.15 霉菌和酵母

按 GB 4789.15 规定的方法测定。

7.16 致病菌

沙门氏菌、志贺氏菌、金黄葡萄球菌分别按 GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10 规定的方法测定。

7.17 净含量负偏差

应按 JJF 1070 的规定执行。

8 检验规则

8.1 抽样

8.1.1 组批

同一批原料、同一班次生产的同一规格的产品为一批。

8.1.2 抽样方法和数量

从每批产品中随机抽取不少于3个包装单位样品,所取试样不应少于100 g。

8.2 出厂检验

8.2.1 应逐批检验,并出具检验报告。检验合格,方可出厂。

8.2.2 出厂检验项目包括:感官要求、蛋白质、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群和净含量。

8.3 型式检验

型式检验项目为第5章技术要求中规定的全部项目。产品每半年应进行一次型式检验,遇到下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 新产品投产时;
- b) 停产半年以上,恢复生产时;
- c) 当原料、设备、工艺有较大变化,有可能影响产品质量时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e) 国家质量监督检验机构提出要求时。

8.4 判断规则

8.4.1 出厂检验的判定和复检

8.4.1.1 出厂检验项目全部符合本标准的规定,判为合格产品。

8.4.1.2 出厂检验项目中(除菌落总数、大肠菌群)有一项不符合本标准规定,可在同批产品中加倍抽取复检,仍有一项不合格者,判该批产品为不合格产品。

8.4.1.3 菌落总数、大肠菌群中有一项不符合本标准规定,则判该批产品为不合格产品,不应复检。

8.4.2 型式检验的判定和复检

8.4.2.1 型式检验项目全部符合本标准的规定,判为合格产品。

8.4.2.2 型式检验项目中(除菌落总数、大肠菌群、酵母菌、霉菌和致病菌)有两项不符合本标准规定,可在同批产品中加倍抽取复检,仍有不合格者,判定该批产品为不合格产品。

8.4.2.3 菌落总数、大肠菌群或致病菌中有一项不符合本标准的规定,则判定该批产品为不合格产品,不应复检。

9 标签标志

9.1 预包装产品标签

应符合 GB 7718 和国家的相关规定。

9.2 标志

应符合 GB/T 191 的规定。

10 包装、储存、运输和销售

10.1 包装

应符合国家食品安全的要求和有关规定。

10.2 储存

应储存在通风、干燥、清洁的地方,不应与有异味、有毒物品混存。

10.3 运输

运输工具应清洁,防晒、防雨、防潮。不应与有毒、有异味的物品混运。

10.4 销售

应防潮、避阳光下销售。

11 召回

应执行《食品召回管理规定》。

附录 A

(规范性附录)

相对分子质量小于 5 000 Da 的蛋白质水解物所占比例检测方法
(高效凝胶过滤色谱法)

A.1 方法提要

凝胶过滤色谱法是利用凝胶把分子大小不同的物质分离开的一种方法。凝胶是一种具有立体网状结构且呈多孔的不溶性珠状颗粒物质,对于某种型号的凝胶,一些大分子不能进入凝胶颗粒内部而完全被排阻在外,只能沿着颗粒间的缝隙流出柱外;而一些小分子不被排阻,可自由扩散,渗透进入凝胶内部的筛孔,然后又被流出的洗脱液带走。分子越小,进入凝胶内部越深,所走的路程越多,故小分子最后流出柱外,而大分子先从柱中流出。一些中等大小的分子介于大分子与小分子之间,只能进入一部分凝胶较大的孔隙,亦即部分排阻,因此这些分子从柱中流出的顺序也介于大、小分子之间。因此,样品经过凝胶层析后,分子便按照从大到小的顺序依次流出,达到分离的目的。

相对分子质量小于 5 000 Da 的蛋白质水解物(包括肽及少量游离氨基酸)所占比例,可采用凝胶过滤色谱法测定,在肽键的紫外吸收波长 214 nm 条件下检测,使用凝胶色谱测定相对分子质量分布的专用数据处理软件对色谱图及其数据进行处理,计算得到蛋白质水解物的相对分子质量大小及分布范围,进而得到相对分子质量小于 5 000 Da 的蛋白质水解物(包括肽和少量游离氨基酸)所占比例。

A.2 仪器与设备

A.2.1 Amersham 蛋白质分析纯化系统,配有 UNICORN 5.0 GPC 数据处理软件的色谱工作站。

A.2.2 柱管:Superdex_peptide_10/300_GL。

A.2.3 流动相真空抽滤脱气装置。

A.2.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

A.3 试剂

A.3.1 水

超纯级或二次蒸馏水。

A.3.2 缓冲液

0.25 mol/L NaCl、pH7.2 磷酸盐缓冲液。

A.3.3 柱封存液

20% 乙醇。

A.3.4 相对分子质量校正曲线所用标准品

A.3.4.1 细胞色素 C(Cytochrome, MW 12384)。

A.3.4.2 抑肽酶(Aprotinin, MW 6512)。

A.3.4.3 维生素 B₁₂ (Vitamin B₁₂ MW 1355)。

A.3.4.4 甘氨酸-甘氨酸-甘氨酸[(Gly)₃ MW 189]。

A.4 实验操作

A.4.1 流动相处理

配制流动相,用孔径 0.45 μm 有机膜真空抽滤脱气。

A.4.2 色谱条件(推荐条件)

A.4.2.1 色谱柱:Superdex_peptide_10/300_GL。

A.4.2.2 流动相:0.25 mol/L NaCl、pH7.2 磷酸盐缓冲液。

A.4.2.3 检测波长:214 nm。

A.4.2.4 流速:0.5 mL/min。

A.4.2.5 洗脱体积:30 mL。

A.4.2.6 进样体积:100 μL。

A.4.2.7 柱温:室温。

A.4.3 样品处理

准确称取样品 10 mg,加流动相 10 mL 稀释定容,用孔径 0.22 μm 有机膜过滤,配制最终含多肽浓度约为 1 mg/mL,备用。

A.4.4 相对分子质量标准校正曲线制作

分别用流动相配制成质量分数为 1 mg/mL 的上述不同相对分子质量肽标准品溶液,按一定比例混合后,用孔径 0.22 μm 有机膜过滤后进样,得到标准品的色谱图。以相对分子质量的对数(1 gMW)对洗脱体积作图或作线性回归得到相对分子质量校正曲线及其方程。

A.5 相对分子质量分布的计算

将相对分子质量标准校正曲线制备的样品溶液在上述色谱条件下分析,然后用 UNICORN 5.0 GPC 数据处理软件,将样品的色谱图数据代入校正曲线中进行计算,即可得到样品的相对分子质量及其分布范围。用峰面积归一法可计得不同肽段相对分子质量的分布情况,按式(A.1)进行计算:

$$X = \frac{A}{A_{\text{总数}}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

X ——试样中某相对分子质量肽段所占肽段的质量分数,%;

A ——某相对分子质量肽段的峰面积;

A_{总数}——各相对分子质量肽段的峰面积之合。

A.6 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过两次测定结果算术平均值的 15%。
