

ICS 67.180.20
分类号: X 69
备案号: 43608-2013



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4588—2013

淡水鱼蛋白肽

Freshwater fish peptides

2013-12-31 发布

2014-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会（SAC/TC 64）归口。

本标准起草单位：湖北泰尔生物工程有限公司、上海统园食品技术有限公司、江南大学、华南理工大学、中国生物发酵产业协会。

本标准主要起草人：李晓燕、刘芬清、刘金双、戴军、赵谋明、刘捷、任娇艳、朱松、陈尚卫。

淡水鱼蛋白肽

1 范围

本标准规定了淡水鱼蛋白肽的术语和定义、分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以淡水鱼肉、鱼皮或鱼鳞为主要原料，用酶解法生产的淡水鱼蛋白肽。

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 2733 鲜、冻动物性水产品卫生标准

GB 2762 食品中污染物限量

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 5009.124 食品中氨基酸的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB/T 9695.23 肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定

GB 10132 鱼糜制品卫生标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

淡水鱼蛋白肽 **freshwater fish peptides**

以淡水鱼肉、鱼皮或鱼鳞为主要原料，用酶解法生产的、相对分子质量在5 000以下的肽为主要成分的产品。

4 分类

产品按原料不同可分为淡水鱼皮或鱼鳞胶原蛋白肽和淡水鱼肉蛋白肽。

5 要求

5.1 原料

淡水鱼皮、鱼鳞或鱼肉应符合GB 2733的规定。

5.2 感官

产品的感官应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	白色或淡黄色
气 味	产品特有气味
形 态	粉末状或颗粒状
杂 质	无正常视力可见杂质

5.3 理化性能

产品理化性能应符合表2的规定。

表2 理化性能

项 目		指 标	
		淡水鱼皮或鱼鳞胶原蛋白肽	淡水鱼肉蛋白肽
总氮（以干基计）/%	≥	15.0	13.0
肽含量（以干基计）/%	≥	80.0	70.0
相对分子质量小于5 000的蛋白质水解物所占比例/%	≥	75.0	
羟脯氨酸/%	≥	6.0	—
水分/%	≤	7.0	
灰分/%	≤	6.0	7.0

5.4 污染物限量

应符合GB 2762的规定。

5.5 微生物限量

菌落总数、大肠菌群和致病菌应符合GB 10132的规定。

6 试验方法

本标准所用试剂和水除另有注明外，均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682中规定的水。

6.1 感官

称取约10 g样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、形态和杂质，并嗅其味。

6.2 总氮（以干基计）

按GB 5009.5规定的方法测定，不进行蛋白质系数换算，以总氮百分含量表示。

6.3 肽含量（以干基计）

6.3.1 方法提要

分子质量较小的蛋白质水解物（包括肽类及游离氨基酸），可溶于三氯乙酸溶液；大分子蛋白质在三氯乙酸溶液中易沉淀。淡水鱼蛋白肽样品经三氯乙酸溶液溶解后，离心分离出沉淀物质，测定其清液中的酸溶蛋白质含量，再减去样品中游离氨基酸含量，即得到肽的含量。

6.3.2 分析步骤

6.3.2.1 酸溶蛋白质含量的测定

称取2.00 g样品，加入15%三氯乙酸溶液10 mL，混合均匀，静置10 min。将样品溶液在4 000 r/min条件下离心10 min后，取全部上清液，按GB 5009.5规定的方法测定上清液的蛋白质含量。其中，蛋白质换算系数：淡水鱼皮或鱼鳞胶原蛋白肽为5.55，淡水鱼肉蛋白肽为6.25，检验结果应根据样品的水分含量，折算为干基。

6.3.2.2 游离氨基酸含量的测定

称取0.02 g~0.03 g样品，精确至0.000 1 g，用3.5%磺基水杨酸溶液溶解，然后将样品溶液转移至50mL容量瓶中，定容摇匀。在转速为4 000 r/min条件下离心10 min，取离心清液，用0.45 μm微孔滤膜过滤后，按GB/T 5009.124规定的方法测定游离氨基酸含量。

6.3.3 结果计算

样品中肽含量按公式（1）计算：

$$X = A - B \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X —— 样品中肽含量，%；
 A —— 样品中酸溶蛋白质含量，%；
 B —— 样品中游离氨基酸含量，%。

6.4 相对分子质量小于 5000 的蛋白质水解物所占比例

按附录A规定的方法测定。

6.5 羟脯氨酸

按GB/T 9695.23规定的方法测定。

6.6 水分

按GB 5009.3规定的方法测定。

6.7 灰分

按GB 5009.4规定的方法测定。

6.8 污染物限量

按GB 2762给出的方法测定。

6.9 微生物限量

菌落总数、大肠菌群和致病菌按GB 10132给出的方法测定。

7 检验规则

7.1 组批

同一班次生产的，同一类型的产品为一批。

7.2 抽样

7.2.1 从每批产品中随机抽取不少于 3 个最小包装单位样品，用取样工具伸入每袋的 3/4 处，所取试样不应少于 100 g。

7.2.2 微生物检验按无菌操作取样。

7.3 留样

将选取的试样混匀，装入清洁、干燥带磨口玻璃瓶中，瓶上粘贴标签，注明生产班次、产品类别、批号、取样日期和地点。

7.4 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

7.4.1 出厂检验

出厂检验的项目包括：感官、总氮（以干基计）、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群。

7.4.2 型式检验

检验项目为本标准要求中规定的全部项目。一般情况下，型式检验每 6 个月进行 1 次。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

—— 新产品投产时；

- 原料、工艺有较大改变时；
- 长期停产后恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

7.5 判定规则

- 7.5.1 标志标签、包装不合格者，可进行整改后复验1次，以复检结果为准。
- 7.5.2 感官要求、理化指标有一项不合格，可加倍抽样进行复验，以复检结果为准。
- 7.5.3 污染物限量、微生物限量有一项不合格，该批次产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

产品标签应符合 GB 7718 的规定，标签上应注明：产品名称、生产厂名称、厂址、规格、批号、执行标准号、生产日期、保质期。包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

8.2 包装

包装容器应符合食品容器和包装材料的卫生标准。

8.3 运输

运输产品的工具、车辆应清洁、卫生、干燥，无污染物。运输产品过程中，应有遮盖，防雨防晒，不应与有毒、有害、有异味的物品混运贮存。

8.4 贮存

- 8.4.1 产品不应露天堆放。成品仓库应清洁、干燥、通风，无鼠虫害。
- 8.4.2 产品堆放应有垫板，离地 10 cm 以上，离墙 20 cm 以上。
- 8.4.3 产品不应与有毒、有害、有异味、易腐败变质或潮湿的物品同仓库存放。

附 录 A
(规范性附录)

淡水鱼蛋白肽相对分子质量分布的测定方法(高效体积排阻色谱法)

A.1 方法提要

采用高效体积排阻色谱法测定。即以多孔性填料为固定相,依据样品组分分子体积大小的差别进行分离,在肽键的紫外吸收波长 220 nm 条件下检测,使用相对分子质量分布测定的专用数据处理软件(即 GPC 软件),对标准品和样品的色谱图及其数据进行处理,根据相对分子质量校正曲线方程,计算得到蛋白肽的相对分子质量大小及分布范围。

A.2 试剂

- A.2.1 乙腈:色谱纯。
- A.2.2 三氟醋酸:分析纯。
- A.2.3 水:超纯级或二次蒸馏水。
- A.2.4 相对分子质量校正曲线所用标准品:
 - A.2.4.1 细胞色素 C (cytochrome C, MW12384)。
 - A.2.4.2 抑酞酶 (aprotinin, MW6512)。
 - A.2.4.3 杆菌酶 (bacitracin, MW1423)。
 - A.2.4.4 乙氨酸—乙氨酸—酪氨酸—精氨酸 (MW451)。
 - A.2.4.5 乙氨酸—乙氨酸—乙氨酸 (MW189)。

A.3 仪器和设备

- A.3.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器和含有 GPC 数据处理软件的色谱工作站。
- A.3.2 流动相真空抽滤脱气装置。
- A.3.3 超声波振荡器。
- A.3.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

A.4 色谱条件与系统适应性试验

- A.4.1 色谱柱:TSKgel G2000 SWXL 300 mm×7.8 mm (GEL LOT 502R)或性能与此相近的同类型其他适用于测定肽的分子量分布的凝胶柱。
- A.4.2 流动相:乙腈:水:三氟乙酸的体积比为 40:60:0.05。
- A.4.3 检测波长:UV220 nm。
- A.4.4 流速:0.5 mL/min。
- A.4.5 柱温:30 ℃。
- A.4.6 进样体积:10 μL。
- A.4.7 为使色谱系统符合检测要求,规定在上述色谱条件下,凝胶色谱柱的柱效即理论塔板数 N 按三肽标准品(乙氨酸—乙氨酸—乙氨酸)峰计算不低于 5 000,蛋白肽的分配系数 K_d 应在 0~1 之间。

A.5 相对分子质量校正曲线制作

分别用流动相配制成 0.1%~0.2% (W/V) 的上述不同相对分子质量的肽标准品溶液, 用孔径为 0.2 μ m~0.5 μ m 聚四氟乙烯或尼龙过滤膜过滤后分别进样, 得到系列标准品的色谱图。以相对分子质量的对数 (lgMW) 对保留时间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.6 样品制备

称取样品 125.0 mg 左右于 25 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 超声振荡 10 min, 使样品充分溶解混匀, 用孔径为 0.2 μ m~0.5 μ m 聚四氟乙烯或尼龙过滤膜过滤, 其滤液用于测定。

A.7 相对分子质量的计算

将 A.6 制备的样品溶液在 A.4 色谱条件下进样分析, 然后使用 GPC 数据处理软件, 根据相对分子质量校正曲线方程对样品的色谱图及其数据进行计算处理, 即可得到样品中蛋白肽的相对分子质量大小及分布范围。用峰面积归一化法计算相对分子质量在 5 000 以下的蛋白质水解物相对百分比之和。
