

ICS 67.120.30

X 20

SCP

中国水产流通与加工协会标准

SCP/T0001-2015

鱼鳞胶原蛋白肽粉

Collagen peptide powder from fish scale

2015-11-01 发布

2016-01-01 实施

中国水产流通与加工协会 发

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国水产流通与加工协会提出并归口。

本标准起草单位：威海市宇王集团有限公司、中国科学院过程工程研究所、国家海产品质量监督检验中心（威海）、中国海洋大学、中国农业大学、山东东方海洋科技股份有限公司、湛江千护宝生物有限公司、河北考力森生物科技有限公司。

本标准主要起草人：白义化、苗强、李八方、罗永康、张贵锋、刘新才、刘云涛、车振翅。

鱼鳞胶原蛋白肽粉

1 范围

本标准规定了鱼鳞胶原蛋白肽粉的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于以鱼鳞为原料，经提取、酶解等工艺生产而成的胶原蛋白肽产品。

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 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- 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
- GB4789.7 食品安全国家标准 食品微生物学检验 副溶血性弧菌检验
- 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 5009.15 食品中镉的测定
- GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 5009.123 食品中铬的测定
- GB/T 5009.124 食品中氨基酸的测定
- 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 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB/T 23527 蛋白酶制剂
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则

3 术语与定义

下列术语和定义适用本文件。

3.1

鱼鳞胶原蛋白肽粉 collagen peptide powder from fish scale

以鱼鳞为原料，经提取、酶解等工艺生产而成的相对分子质量小于 10000Da 的胶原蛋白肽粉。

4 要求**4.1 原辅材料****4.1.1 原料**

鲜、冻、干燥的鱼鳞，应符合 GB 2733 的要求。

4.1.2 辅料**4.1.2.1 蛋白酶**

应符合 GB/T 23527 的规定。

4.1.2.2 其他加工助剂

应符合 GB 2760 的规定。

4.2 感官要求

产品的感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	指标
形态	呈粉末状，无结块现象
色泽	白色或淡黄色
滋味、气味	具有鱼鳞胶原蛋白肽粉特有的滋味和气味，无异味
杂质	无正常视力可见的外来杂质

4.3 理化指标

产品可标示肽的分子量范围，如需标示则标示范围内的肽含量应不低于 70%，其它理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标
总氮(以干基计)(%)	≥ 15.5
羟脯氨酸/(g/100g)	≥ 5.5
胶原蛋白肽/(%)	≥ 90.0
甘氨酸(g/100g)	≥ 21.0
色氨酸(g/100g)	≤ 0.6
水分/(g/100g)	≤ 5.0
灰分/(g/100g)	≤ 2.0
脂肪/(g/100g)	≤ 0.5

4.4 食品安全指标**4.4.1 污染物指标**

产品中的污染物指标应符合表 3 的规定。

表 3 污染物指标

项目	指标
铅(以Pb计)/(mg/kg)	≤ 0.5

无机砷(以As计)/(mg/kg)	≤	0.1
甲基汞(以Hg计)/(mg/kg)	≤	0.5
镉(以Cd计)/(mg/kg)	≤	0.1
铬(以Cr计)/(mg/kg)	≤	2.0
锡(以Sn计) ^a /(mg/kg)	≤	150
a仅限于采用镀锡薄板容器包装的食品		

4.4.2 微生物指标

应符合表 4 的规定。

表 4 微生物指标

项 目		指 标		
菌落总数/(CFU/g)	≤	5000		
大肠菌群/(MPN/g)	≤	3.6		
霉菌/(CFU/g)	≤	25		
酵母菌/(CFU/g)	≤	25		
致病菌指标	采样方案及限量(若非指定,均以/25 g 表示)			
	n	c	m	M
沙门氏菌	5	0	0	—
副溶血性弧菌	5	1	100MPN/g	1000MPN/g
金黄色葡萄球菌	5	1	100CFU/g	1000CFU/g
注: n 为同一批次产品应采集的样品件数; c 为最大可允许超出 m 值的样品数; m 为致病菌指标可接受水平的限量值; M 为致病菌指标的最高安全限量值。				

4.5 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

5 试验方法

5.1 感官检验

称取约 5 g 样品, 散放在白色搪瓷平盘中, 在自然光下直接观察样品的形态、色泽和杂质。用 30℃ 左右的水配成 1% 溶液进行闻味和品尝, 确定其气味和滋味。

5.2 总氮

按照 GB 5009.5 规定的方法测定。测定结果不进行蛋白质系数换算, 以总氮质量分数表示。

5.3 羟脯氨酸

按照 GB/T 9695.23 第 8 章称取约 0.5g 样品进行测定。

5.4 胶原蛋白肽及分子量范围

参见附录 A 规定的方法测定。

5.5 甘氨酸

按照 GB/T 5009.124 规定的方法测定。

5.6 色氨酸

参见附录 B 规定的方法测定。

5.7 水分

按照 GB 5009.3 规定的方法测定。

5.8 脂肪

按照 GB/T 5009.6 规定的方法测定。

5.9 灰分

按照 GB 5009.4 规定的方法测定。

5.10 铅

按照 GB 5009.12 规定的方法测定。

5.11 无机砷

按照 GB/T 5009.11 规定的方法测定。

5.12 甲基汞

按照 GB/T 5009.17 规定的方法测定。

5.13 镉

按照 GB/T 5009.15 规定的方法测定。

5.14 铬

按照 GB/T 5009.123 规定的方法测定。

5.15 菌落总数

按照 GB 4789.2 规定的方法检验。

5.16 大肠菌群

按照 GB 4789.3 规定的方法检验。

5.17 霉菌和酵母

按照 GB 4789.15 规定的方法检验。

5.18 致病菌

沙门氏菌、副溶血性弧菌、金黄色葡萄球菌分别按照 GB 4789.4、GB4789.7、GB 4789.10 规定的方法检验。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

出厂检验的项目包括：感官要求、总氮、羟脯氨酸、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群。

6.1.2 型式检验

型式检验的项目包括 4.2、4.3、4.4 中规定的全部项目。

常年生产的产品每半年应进行一次型式检验，但有下列情况之一时也应进行型式检验：

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

6.2 抽样

6.2.1 组批

同一班次生产的，同一类型的产品为一批。

6.2.2 抽样数量和方法

从每批产品中随机抽取不少于 7 个最小包装，所取试样不得少于 150g 样品，用取样工具伸入每袋的 3/4 处取样。

将采取的试样混匀，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。

微生物检验按无菌操作取样。

6.3 判定规则

6.3.1 出厂检验

6.3.1.1 出厂检验项目全部符合本标准要求的产品判为合格品。

6.3.1.2 出厂检验项目中微生物指标不符合本标准或发现恶性杂质（如玻璃、金属、昆虫等），不得复检，判为不合格品。

6.3.1.3 出厂检验项目中除 6.3.1.2 提到的指标外，其他指标不符合本标准，可在同批产品中加倍抽样，对不合格项目进行复检，复检结果仍不符合本标准规定，判为不合格品。

6.3.2 型式检验

6.3.2.1 型式检验项目全部符合本标准要求的产品判为合格品。

6.3.2.2 型式检验项目中微生物指标不符合本标准或发现恶性杂质（如玻璃、金属、昆虫等），不得复检，判为不合格品。

6.3.2.3 型式检验项目中除 6.3.2.2 提到的指标外，其他指标有两项不符合本标准，可在同批产品中加倍抽样，对不合格项目进行复检，复检结果仍不符合本标准规定，判为不合格品。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

标签上可标示肽粉的分子量范围。产品标签应符合 GB 7718、GB 28050 的规定，外包装标志应符合 GB/T 191 规定。

7.2 包装

包装容器应符合食品安全的要求和相关规定。

7.3 运输

运输产品的车辆和工具应清洁、卫生、干燥，无污染物。运输产品过程中，应有遮盖，防雨防晒，不能与有毒、有害、有异味的物品混运。

7.4 贮存

7.4.1 产品不应露天堆放。成品仓库应清洁、干燥、通风，无鼠虫害。

7.4.2 产品堆放应有垫板，离地 10 cm 以上，离墙 20 cm 以上。

7.4.3 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
(资料性附录)
肽相对分子质量分布的测定方法

A.1 原理

采用高效凝胶过滤色谱法测定，以多孔性填料为固定相，依据样品组分相对分子质量大小的差别进行分离，在肽键的紫外吸收波长 220nm 条件下检测，使用凝胶色谱法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，计算得到鱼鳞胶原蛋白肽的相对分子质量大小及分布范围。

A.2 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的要求，使用试剂除特殊规定外，均为分析纯。

A.2.1 乙腈

色谱纯。

A.2.2 三氟乙酸

色谱纯。

A.2.3 相对分子质量分布校正曲线所用标准品

A.2.3.1 细胞色素 C。

A.2.3.2 胰岛素。

A.2.3.3 杆菌肽。

A.2.3.4 甘氨酸-甘氨酸-酪氨酸-精氨酸。

A.2.3.5 甘氨酸-甘氨酸-甘氨酸。

A.3 仪器和设备

A.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器和具有 GPC 数据处理软件的色谱工作站或积分仪。

A.3.2 超声振荡器。

A.3.3 电子天平：感量 0.0001g。

A.4 操作步骤

A.4.1 色谱条件与系统适应性实验参考条件

A.4.1.1 色谱柱：TSKgelG2000_{SWXL} 300mm×7.8mm(内径)或性能相近的同类型其他适用于测定蛋白质和肽的凝胶柱。

A.4.1.2 流动相：乙腈：水：三氟乙酸=20：80：0.1。

A.4.1.3 检测波长：220nm。

A.4.1.4 流速：0.5 mL/min。

A.4.1.5 检测时间：30min。

A.4.1.6 进样量：20μL。

A.4.1.7 柱温：室温。

A.4.1.8 为使色谱系统符合检测要求，规定在上述色谱条件下，凝胶色谱柱效即理论塔板数(N) 按三肽标准品(甘氨酸-甘氨酸-甘氨酸)峰计算不低于 100 000。

A.4.2 相对分子质量标准曲线制作

分别用流动相配制成质量浓度为 1mg/mL 的上述不同相对分子质量的肽标准品溶液，按一定比例混合后，用 0.2μm-0.5μm 有机相膜过滤后进样，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.4.3 样品处理

准确称取样品 10 mg 于 10 mL 容量瓶中，加入适量流动相，超声振荡 10min，使样品充分溶解混匀，加流动相稀释至刻度，用 0.2 μ m~0.5 μ m 有机相膜过滤，滤液按 A.4.1 的色谱条件进行分析。

A.5 相对分子质量分布的计算

将 A.4.3 制备的样品溶液在 A.4.1 色谱条件下分析后，用 GPC 数据处理软件，将样品的色谱数据代入校正曲线进行计算，即可得到样品的相对分子质量及其分布范围。用峰面积归一化法计算不同肽段相对分子质量的分布情况，按式 (C) 进行计算：

$$X (\%) = \frac{A}{A_{\text{总}}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C)$$

式中：

X：试样中某相对分子质量肽段所占总肽段的质量分数，%；

A：某相对分子质量肽段的峰面积；

A_总：各相对分子质量肽段的峰面积之和， $A_{\text{总}} = \sum_{i=1}^n A_i$ ，(其中 n 表示样品相对分子质量段数)。
计算结果保留小数点后一位。

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差值不得超过两次测定结果算术平均值的 15%。

附录 B
(资料性附录)
色氨酸含量的测定

B.1 原理

胶原蛋白肽降解后形成游离的氨基酸，在酸性介质中，有硝酸盐存在条件下，色氨酸吡啶环与对二甲氨基苯甲醛反应，生成蓝色化合物，在一定范围内颜色深浅与色氨酸含量成正比。

B.2 仪器、设备

B.2.1 分析天平，感量 0.1mg。

B.2.2 分光光度计。

B.2.3 离心机，4000r/min。

B.2.4 培养箱。

B.2.5 具塞刻度比色管，20mL。

B.3 试剂

除特别注明者外均为分析纯。水为蒸馏水。

B.3.1 浓盐酸。

B.3.2 10% 盐酸溶液：22.7mL 浓盐酸加水至 100mL。

B.3.3 5% 对二甲氨基苯甲醛溶液：取 5g 对二甲氨基苯甲醛溶于 10% 盐酸中，并定容 100mL。

B.3.4 1% 硝酸钠溶液：称取硝酸钠 10g，溶于纯水中，定容至 1000mL。4℃ 冰箱中保存，一周内使用有效。

B.3.5 10% 氢氧化钾溶液：称取 100g 氢氧化钾，溶于纯水，定容至 1000mL。

B.3.6 L-色氨酸，优级纯。

B.3.7 L-色氨酸标准溶液：准确称 25mg L-色氨酸(105℃ 干燥 2h)，加少量 0.1mol/L 氢氧化钠 (GB/T 629-1997) 使之溶解，转移到 250mL 棕色容量瓶中，用水定容至刻度线。浓度为 100μg/mL。4℃ 冰箱中保存，一个月内使用有效。

B.4 校准曲线的绘制

分别吸取 L-色氨酸标准溶液 (3.7)：0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7mL 分别置于 20mL 具塞刻度比色管中，加 1mL 10% 氢氧化钾溶液，摇匀，加 0.2mL 5% 对二甲氨基苯甲醛溶液，摇匀；加 0.2mL 1% 硝酸钠溶液，摇匀，将比色管置于冰水中，再加 5mL 浓盐酸。取出比色管，剧烈振摇后置于 40℃ 培养箱中显色 45min (温度升到 40℃ 时记时)，取出后用水稀释至刻度，摇匀。以试剂空白作对照在 590nm 波长处测定吸光度。以色氨酸含量 μg 为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

B.5 测定步骤

B.5.1 样品处理：准确称取 40mg 试样两份，分别将试样置于 20mL 具塞刻度比色管中，加 1mL 10% 氢氧化钾溶液，振荡摇匀，样品全部溶解后，置于 40℃ 培养箱中水解 16-18h。从培养箱中取出比色管冷却至室温后加 0.2mL 5% 对二甲氨基苯甲醛溶液，摇匀；加 0.2mL 1% 硝酸钠溶液，摇匀，将比色管置于冰水中，再加 5mL 浓盐酸。取出试管，剧烈振摇后置于 40℃ 培养箱中显色 45min (温度升到 40℃ 时记时)。取出试管冷至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。以 4000r/min 离心 10min，取上清液待测。

B.5.2 测定：以试剂空白作对照，在 590nm 波长处测定吸光度。

B.6 结果计算

B.6.1 计算公式

$$X (\%) = (\alpha \times 10^{-3}) / m \times 100$$

式中： X ：色氨酸的含量

m ：试样质量，mg；

α ：从校准曲线上查得的色氨酸含量， μg ；

B.6.2 结果的表示

两个平行样品的测定结果用算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

B.6.3 允许差

两个平行样品色氨酸测定值为 0.10% 以下时，相对偏差允许为 8%，0.10% 及以上时为 5%。

