

团 体 标 准

T/CHC XXXX—202X

弹性蛋白肽

Elastin peptide

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

发 布

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。

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。

本文件由安徽盛美诺生物技术有限公司提出。

本文件由中国保健协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

征求意见稿

弹性蛋白肽

1 范围

本标准规定了弹性蛋白肽的技术要求、生产加工过程的卫生要求、检验方法、检验规则、标识、包装、运输及贮存。

本标准适用于以富含弹性蛋白的组织为原料，生产的含有弹性蛋白肽的产品。

2 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 191 包装储运图示标志
- GB 2707 食品安全国家标准 鲜（冻）畜、禽产品
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- GB 2733 食品安全国家标准 鲜、冻动物性水产品
- GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
- 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 食品卫生微生物学检验 大肠菌群检验
- 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 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 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB 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
- GB 31645 胶原蛋白肽
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 国家质量监督检验检疫总局第75号令（2005）《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令第 123 号《国家质量监督检验检疫总局关于修改〈食品标识管理规定〉的决定》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 弹性蛋白肽

以禽畜、水产的主动脉血管、心脏及心脏动脉球、皮、韧带或肺等组织，经过清洗、粉碎、脱脂、酶解、脱色、过滤、浓缩、灭菌和干燥等工艺生产制成的含锁链素和异锁链素的肽（相对分子质量低于3000道尔顿）。

4 质量要求

4.1 原辅材料

4.1.1 原料

禽畜、水产的主动脉血管、心脏动脉球、皮、韧带、肺等原料应符合 GB 2707、GB 2733 的规定。

4.1.2 辅料

- a) 水应符合 GB 5749 的规定。
- b) 蛋白酶应符合 GB 23527 的规定。

4.1.3 食品添加剂

应符合 GB 2760 的规定。

4.2 感官指标

感官指标应符合表1的规定。

表1 感官指标

项 目	要 求
色泽	类白色、浅黄色至浅褐色
滋味及气味	具有产品特有的滋味和气味，无其它异味
组织形态	呈粉末状、无结块
杂质	无正常视力可见的外来杂质

4.3 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标
蛋白质（以干基计）/（%）	≥ 90.0
相对分子质量小于3000道尔顿的肽/（%）	≥ 70.0
锁链素与异锁链素总和（以干基计）/（%）	≥ 0.1
水分/（%）	≤ 7.0
灰分/（%）	≤ 7.0

4.4 微生物限量

微生物限量应符合表3的规定。

表3 微生物限量

项 目	采样方案及限量（若非指定，均以/25g表示）			
	n	c	m	M
菌落总数，CFU/g	5	2	10 ³	10 ⁴
大肠菌群，CFU/g	5	2	10	10 ²
霉菌和酵母，CFU/g	≤50			
沙门氏菌	5	0	0	-
金黄色葡萄球菌，CFU/g	5	1	10 ²	10 ³

注：n为同一批次产品应采集的样品件数；c为最大可以超出m值的样品数；m为可接受水平的限量值；M为指标最高的安全限量值。样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。

4.5 污染物限量

污染物限量应符合GB 2762中固体饮料的规定。

4.6 净含量

符合定量包装商品计量监督管理相应法规要求。

5 生产加工过程的卫生要求

应符合GB 14881的规定。

6 试验方法

6.1 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。

6.2 相对分子质量小于 3000 道尔顿的肽

按GB 31645 附录A规定的方法测定。

6.3 蛋白质

按GB 5009.5规定的方法测定。

6.4 锁链素和异锁链素总和

按附录A规定的方法测定。

6.5 水分

按GB 5009.3规定的方法测定。

6.6 灰分

按GB 5009.4规定的方法测定。

6.7 菌落总数

按GB 4789.2规定的方法测定。

6.8 大肠菌群

按GB 4789.3规定的方法测定。

6.9 霉菌和酵母

按GB 4789.15规定的方法测定。

6.10 沙门氏菌

按GB 4789.4规定的方法测定。

6.11 金黄色葡萄球菌

按GB 4789.10规定的方法测定。

6.12 污染物限量

按GB 5009.12规定的方法测定。

6.13 净含量

按JJF 1070 规定的方法测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

出厂检验项目包括：感官指标、蛋白质含量、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母。应逐批检验，并出具检验报告。检验合格，方可出厂。

7.1.2 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要求时。

7.2 抽样

7.2.1 组批

同一批原料、同一班次生产的同一规格的产品为一批。

7.2.2 抽样数量和方法

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

b) 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，注明生产批次、产品类别、批号、取样日期和地点。

c) 微生物检验按照无菌操作取样。

7.3 判定规则

7.3.1 出厂检验

- a) 出厂检验项目全部符合本标准要求的产品判为合格品。
- b) 出厂检验项目中微生物指标不符合本标准或发现杂质，不得复检，判为不合格品。
- c) 出厂检验项目中除 7.3.1 b) 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。

7.3.2 型式检验

- a) 型式检验项目全部符合本标准要求的产品判为合格品。
- b) 型式检验项目中微生物指标不符合本标准或发现杂质，不得复检，判为不合格品。
- c) 型式检验项目中除 7.3.2 b) 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。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志、标签

弹性蛋白肽产品标签应符合GB 7718、GB 28050的规定，外包装标志应符合GB/T 191规定。

8.2 包装

包装容器应符合食品安全的要求和相关规定。

8.3 运输

运输弹性蛋白肽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、有异味的产品混运。

8.4 贮存

产品不能露天堆放。成品仓库应清洁、干燥、通风，无鼠虫害，堆放应有垫板，离地 10 cm 以上，离墙 20 cm 以上，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。

征求意见稿

附录 A (规范性)

弹性蛋白肽中锁链素和异锁链素检测方法——高效液相色谱-质谱联用法

A.1 方法提要

将试样在酸性条件下水解，锁链素作为弹性蛋白的标记性水解产物，利用液相色谱-质谱联用测定，以锁链素标准品的保留时间和质荷比定性、确证，外标法定量。

A.2 仪器、设备

A.2.1 分析天平，感量0.0001 g。

A.2.2 离心机，转速10000 r/min。

A.2.3 液相色谱-质谱联用系统（HPLC-MS）包含梯度洗脱及检测器。

A.2.4 恒温烘箱。

A.3 试剂

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682中规定的一级水

A.3.1 6 M盐酸水溶液。

A.3.2 乙腈（色谱纯）

A.3.3 锁链素标准品（CAS：11003-57-9）

A.3.4 乙酸铵

A.3.5 七氟丁酸酐（HFAA）

A.4 色谱质谱条件

A.4.1 色谱条件

色谱条件应符合要求

A.4.1.1 色谱柱：Atlantis dC 18（粒径 3 μm ，150 mm \times 2.1mm）

A.4.1.2 流动相：A：水（含 7 mmol/L 七氟丁酸酐和 5 mmol/L 乙酸铵），流动相 B：80%乙腈（含 7 mmol/L 七氟丁酸酐和 5 mmol/L 乙酸铵）

A.4.1.3 梯度洗脱程序见表 A.1

表A.1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0	100	0
12	88	12
14	30	70
14.1	100	0
22	100	0

A.4.1.4 流速：0.3 mL/min，

A.4.1.5 检测时间：22 min，

A.4.1.6 进样量：10 μL ，

A. 4. 1. 7 柱温：30 °C。

A. 4. 2 质谱条件

A. 4. 2. 1 离子源喷雾电压：3.5 kV，

A.4.2.2 毛细管温度：320 °C，

A. 4. 2. 2 碰撞能量为 35 eV。

A. 4. 2. 3 离子源：电喷雾离子源；

A. 4. 2. 4 扫描方式：正离子扫描；

A. 4. 2. 5 检测方式：选择离子监测：m/z 为 526.3；

A. 4. 2. 6 壳气流速：35 psi；

A. 4. 2. 7 辅助气流速：8 arb；

A. 4. 2. 8 壳气辅助气压力：0.6 MPa；

A. 4. 2. 9 离子传输管温度：270 °C；

A. 4. 2. 10 离子源蒸发温度：200 °C。

A. 4. 2. 11 根据不同的质谱仪器设定相应的参数，锁链素、异锁链素检测参考条件见表 A.2。

表A. 2 监测离子通道

检测方式	母离子m/z	子离子m/z
锁链素	526.3	481.3
异锁链素	526.3	397.3

注1：上述液相色谱-质谱操作条件是典型操作参数，可根据不同仪器的特点，对操作参数作适当调整，以获得最佳效果。

A. 4. 3 检测条件要求

A. 4. 3. 1 线性 R^2 值：≥ 0.99；

A. 4. 3. 2 加标回收率：80 %~120 %；

A. 4. 3. 3 精密性：参照《中华人民共和国药典》2020 版 四部 通则 9101 分析方法验证指导原则。外标法时，对照品溶液的色谱峰面积与供试品中对应的色谱峰面积比值不超过 2 倍。

A. 5 样品处理

准确取10 mg试样加入2 mL 6 mol/L盐酸，110 °C水解20-24 h，中和后pH=7~8，于10 mL容量瓶中加入少许流动相使样品充分溶解混匀，加入流动相定容，用孔径0.2 μm~0.5 μm有机相过滤。

A. 6 锁链素标准曲线制作

准确称取锁链素及异锁链素标准品，用配制5个不同浓度系列基质标准工作溶液，分别进样，以标准工作溶液浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，求出回归方程和相关系数(A.1)。用标准工作曲线对样品进行定量，样品溶液中的锁链素及异锁链素响应值均在仪器检测的线性范围内，如超出线性响应范围应稀释。

$$Y = aX + b, R^2 \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：

X——锁链素和/或异锁链素标准工作溶液浓度， μg/mL；

Y——锁链素和/或异锁链素的峰面积；

- a ——常数；
 b ——常数；
 R^2 ——相关系数。

A.7 定性及定量

将标准工作溶液和待测溶液分别注入液相色谱-质谱联用仪中，以保留时间和单电荷 M^{1+} 的离子色谱峰进行定性。按照液相色谱-质谱条件测定标准工作溶液和样品，样品和标准工作溶液中待测物的保留时间偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。定量测定时采用外标法定量，同时做空白试验。

A.8 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

A.9 结果计算

将A.5 制备的样品溶液在A.4 色谱质谱条件下分析后，将样品的质谱数据代入标准曲线(A.1)中进行计算，即得到得到锁链素及异锁链素的浓度。

试样中锁链素含量按式（A.2）进行计算

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

X ——试样中锁链素及异锁链素的百分含量，%；

C ——锁链素及异锁链素的浓度，mg/mL；

V ——定容体积，mL；

m ——称取的弹性蛋白质量，mg。

将锁链素和异锁链素的含量结果进行加和，得到总含量。计算结果保留小数点后一位。