

ICS 67.160  
X 50

Q/HNHY

海南省食品安全企业标准

Q/HNHY 0166S—2024

鹅肌肽粉

2023-12-20 发布

2024-01-25 实施

海南华研胶原蛋白肽有限公司 发布

## 前 言

本标准按照《中华人民共和国食品安全法》和 GB/T 1.1《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。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由海南华研胶原蛋白科技股份有限公司提出。

本标准由海南华研胶原蛋白科技股份有限公司起草。

本标准主要起草人：赵子方、符策雷、胡诚、王争光、聂凡迪、李艳芳、齐新原。

本标准为首次发布。

# 鹅肌肽粉

## 1 范围

本标准规定了鹅肌肽粉的定义、技术要求、食品添加剂、生产加工过程中的卫生要求，检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本标准适用于以动物肌肉（如家禽鸡、鸭、鹅等胸肌）为原料，以蛋白水解酶为加工助剂，经前处理、酶解、离心分离或过滤、浓缩、干燥、包装等生产工艺制成的，鹅肌肽含量在5%以上，用于食品原料用或消费者直接食用的鹅肌肽粉的生产控制、检验和贮运等环节。

## 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，仅所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 1886.174 食品安全国家标准 食品添加剂 食品工业用酶制剂
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 2707 食品安全国家标准 鲜（冻）畜、禽产品
- 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 食品安全国家标准 食品卫生微生物学检验 大肠菌群计数
- GB 4789.4 食品安全国家标准 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品卫生微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB/T 4789.21 食品卫生微生物学检验 冷冻饮品、饮料检验
- GB 4806.7 食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
- 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 5009.11 食品安全国家标准 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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB 5009.123 食品安全国家标准 食品中铬的测定
- 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 23350 限制商品过度包装要求 食品和化妆品（含第1号修改单）
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
- GB 31645 食品安全国家标准 胶原蛋白肽

GB 31645 食品安全国家标准 胶原蛋白肽  
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则  
国家市场监督管理总局令 第 70 号《定量包装商品计量监督管理办法》

### 3 定义

鹅肌肽：水溶性二肽，是动物肌肉中富含水溶性二肽，由2种氨基酸组合而成，即： $\beta$ -丙氨酸和1-甲基L-组氨酸的二肽和 $\beta$ -丙氨酸和L-组氨酸两种氨基酸组成的二肽。

### 4 技术要求

#### 4.1 原辅料要求

- 4.1.1 动物肌肉（如家禽鸡、鸭、鹅等胸肌）：应符合 GB 2707 的要求。  
4.1.2 蛋白水解酶：为 GB2760 规定的酶品种，应符合 GB 1886.174 的要求。  
4.1.3 水：应符合 GB 5749 的要求。

#### 4.2 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色 泽	具有本品应有的色泽	取5克左右的被测样品置于一洁净的白色瓷盘中，在自然光线下用肉眼观察其色泽和外观形态；看有否外来到异物，嗅其香气，辩其滋味
性 状	粉末状或颗粒状，无结块，无正常视力可见的外来异物	
滋味与气味	具有本品应有滋气味，无异味	
杂 质	无正常视力可见的外来杂质	

#### 4.2 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
水分, g/100g	≤ 7.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤ 7.0	GB 5009.4
总氮, g/100g	≥ 15.0	GB 5009.5
相对分子质量小于10000的胶原蛋白肽所占比例, %	≥ 80.0	GB 31645 附录A
鹅肌肽, g/100g	≥ 5.0	按附录A规定方法执行
铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤ 0.9	GB 5009.12
镉 (以 Cd 计), mg/kg	≤ 0.1	GB 5009.15
总砷 (以 As 计), mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.11
铬 (以 Cr 计), mg/kg	≤ 0.9	GB 5009.123

#### 4.3 微生物限量

4.3.1 食品原料用的鹅肌肽粉应符合表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）				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数，CFU/g	5	2	10 <sup>4</sup>	10 <sup>5</sup>	GB 4789.2
大肠菌群，CFU/g	5	2	10	100	GB 4789.3

注：样品的采样及处理按 GB 4789.1 和 GB/T 4789.21 执行。

4.3.2 可直接食用的鹅肌肽粉应符合表4的要求。

表4 微生物限量

项 目	采样方案及限量（若非指定，均以/25g表示）				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数，CFU/g	5	2	10 <sup>4</sup>	10 <sup>5</sup>	GB 4789.2
大肠菌群，CFU/g	5	2	10	100	GB 4789.3
霉菌，CFU/g ≤	50				GB 4789.15
沙门氏菌	5	0	0	—	GB 4789.4

注：样品的采样及处理按 GB 4789.1 和 GB/T 4789.21 执行。

#### 4.4 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，按 JJF1070 规定的方法测定。

#### 5 食品添加剂

食品加工助剂的来源和用量应符合应GB 2760的规定，原料质量应符合本标准4.1的规定。

#### 6 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 14881 的要求。

#### 7 检验规则

##### 7.1 组批

以同一品种、同一批原料、同一生产日期、同一生产班次生产的包装完好的同一品种、同一规格产品为一组批批。

##### 7.2 抽样

7.2.1 食品工业原料用产品：每批产品随机抽取 10~12 个完整的包装，在无菌条件下打开包装，每个包装取样 200g~300g 无菌独立包装，为供试验样品，5 个试验样品用于微生物指标检验，余下的用于理化检验和留样。

7.2.2 直接食用产品：每批产品随机抽取 10~12 个完整的包装，5 个试验样品用于微生物指标检验，余下的用于理化检验和留样。

### 7.3 出厂检验

产品应由企业按本标准检验合格，签发合格证后方可出厂，出厂检验的项目包括感官、净含量、水分、灰分、总氮、菌落总数、大肠菌群。

### 7.4 型式检验

型式检验是对产品质量进行的全面考核，正常生产时每年进行一次，检验项目包括本标准技术要求中的3.2-3.5规定的项目。有下列情况之一时亦应进行型式检验。

产品正式投入生产时；

正式生产后，如原料、工艺有较大变化或更换主要生产设备，可能影响产品质量时；

出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；

长期停产6个月以上，恢复生产时；

食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

### 7.5 判定规则

所检项目检验结果全部符合本标准规定时，判该批产品为合格品。微生物指标不符合本标准要求时，判该批产品为不合格品，不得复检。微生物指标以外的项目检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。

## 8 标签、标志、包装、运输、贮存

### 8.1 标签、标志

食品原料用产品标签应符合GB 7718的规定；直接食用产品标签应符合GB 7718和GB 28050的规定；储运图示的标志应符合GB/T 191的规定。

### 8.2 包装

产品包装包装材料应符合GB 4806.7的要求，直接食用产品外包装应符合GB 23350的要求。外包装用瓦楞纸箱应符合GB/T 6543的要求。

### 8.3 运输

运输工具必须清洁、干燥、无异味、无污染。运输时应防雨、防潮、防曝晒，防挤压、碰撞、冻结。装卸时轻放轻卸，不得与有毒、有害、有异味或其他可能影响产品品质的物品混装、混运。

### 8.4 贮存

产品应储存于干燥、通风的仓库内，仓库周围应无异气污染，仓库内应保持清洁卫生，有防尘、防蝇、防鼠等设施。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀或其他可能影响产品品质的物品同库储存。

## 9 保质期

在符合本标准规定的条件下，产品保质期为36个月。

## 附录 A (规范性附录)

### 鹅肌肽的检测方法（茚三酮柱后衍生阳离子交换色谱法）

#### A.1 方法提要

根据动物肌肉水解蛋白中鹅肌肽等二肽降解产物及降解氨基酸的等电点差异，在锂盐系统下，采用阳离子交换色谱法分离不同组分，并实现各组分的茚三酮柱后衍生化，在紫外检测器下根据标准品出峰时间和对应吸光度值测定鹅肌肽含量。

#### A.2 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

- A.2.1 盐酸（HCl）：浓度 $\geq 36\%$ ，色谱纯；
- A.2.2 柠檬酸锂（Li<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>·4H<sub>2</sub>O）：色谱纯；
- A.2.3 氯化锂（LiCl）：色谱纯；
- A.2.4 氢氧化锂（LiOH）：色谱纯；
- A.2.5 一水柠檬酸（C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O）：色谱纯；
- A.2.6 乙醇（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）：色谱纯；
- A.2.7 硫二甘醇（C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>S）：色谱纯；
- A.2.8 苯甲醇（C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O）：色谱纯；
- A.2.9 聚氧乙烯月桂醚（Brij<sup>TM</sup>-35，HO(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>CH<sub>3</sub>)：色谱纯；
- A.2.10 正辛酸（C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>）：色谱纯；
- A.2.11 （鹅）肌肽（C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>）和肌肽（C<sub>9</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>）：色谱纯；
- A.2.12 混合氨基酸标准品。

#### A.3 试剂配制

- A.3.1 流动相-1：5.73g柠檬酸锂、1.24g氯化锂、19.90g柠檬酸加入到含有700mL水、30mL乙醇、5mL硫二甘醇和4mL聚氧乙烯月桂醚的混合溶液中充分溶解，在室温下使用盐酸调节pH值为3.0并定容到1 L，测定当前pH值并加入0.1mL辛酸；
- A.3.2 流动相-2：9.80 g柠檬酸锂、6.36 g氯化锂、12.00 g柠檬酸加入到含有700mL水、30mL乙醇、5 mL硫二甘醇和4mL聚氧乙烯月桂醚的混合溶液中充分溶解，在室温下使用盐酸调节pH值为3.7并定容到1 L，测定当前pH值并加入0.1mL辛酸；
- A.3.3 流动相-3：8.79 g柠檬酸锂、26.62 g氯化锂、11.27 g柠檬酸加入到含有700mL水、100mL乙醇、3mL苯甲醇和4mL聚氧乙烯月桂醚的混合溶液中充分溶解，在室温下使用盐酸调节pH值为3.6并定容到1 L，测定当前pH值并加入0.1mL辛酸；
- A.3.4 流动相-4：9.80 g柠檬酸锂、38.15 g氯化锂、3.30 g柠檬酸加入到含有700mL水和4mL聚氧乙烯月桂醚的混合溶液中充分溶解，在室温下使用盐酸调节pH值为4.4并定容到1 L，测定当前pH值并加入0.1mL辛酸；

A. 3.5 流动相-5: 8.40 g氢氧化锂加入到含有700mL水、30mL乙醇和4mL聚氧乙烯月桂醚的混合溶液中充分溶解, 加入0.1mL辛酸;

A. 3.6 茚三酮试剂: 根据全自动氨基酸分析仪说明要求配制。茚三酮试剂A液, 39 g茚三酮溶解在979 mL丙二醇甲醚中, 充分溶解后加入81mg硼氢化钠, 使其充分溶解; 茚三酮试剂B液, 204g乙酸锂加入到含有336mL水、123mL冰醋酸和401mL丙二醇甲醚的混合溶液中充分溶解, 水定容到1 L; 茚三酮试剂C液, 900mL水和50mL乙醇充分混合, 水定容到1L。

A. 3.7 标准品

A. 3.8 鹅肌肽和肌肽标准溶液: 使用流动相-1将鹅肌肽和肌肽标准品(纯度 $\geq 99.5\%$ )分别配制成浓度为0.000 g/L、0.002 g/L、0.010 g/L、0.050 g/L、0.250 g/L、1.000 g/L的鹅肌肽和肌肽的标准品梯度浓度溶液。

A. 3.9 混合氨基酸标准溶液: 经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

#### A. 4 仪器和设备

A. 4.1 全自动氨基酸分析仪(日立L-8900型, Hitachi Amino Acid Analyzer L-8900)。

A. 4.2 分析天平: 感量为0.0001g。

A. 4.3 紫外可见分光光度计。

#### A. 5 色谱条件

A. 5.1 阳离子交换色谱柱(日立P/N 855-4507, 4.6 mm  $\times$  60 mm)。

A. 5.2 流动相: 流动相A为洗脱流动相, 流速恒定为0.350 mL/min, 流动相B为茚三酮试剂, 流速恒定为0.300mL/min, 流动相A、B分配情况分别见表A. 1和表A. 2。

表 A. 1 A 泵流动相分配情况

时间 (min)	流动相-1	流动相-2	流动相-3	流动相-4	流动相-5
0.0	100	0	0	0	0
21.5	100	0	0	0	0
21.6	80	20	0	0	0
33.5	70	30	0	0	0
43.5	10	90	0	0	0
43.6	0	100	0	0	0
50.5	0	100	0	0	0
50.6	0	0	100	0	0
69.5	0	0	100	0	0
69.6	60	0	40	0	0
75.0	60	0	40	0	0



表 A.1 A泵流动相分配情况 (续表)

时间 (min)	流动相-1	流动相-2	流动相-3	流动相-4	流动相-5
75.1	0	0	0	100	0
82.0	0	0	0	100	0
82.1	0	20	0	80	0
99.5	0	20	0	80	0
99.6	0	0	0	100	0
112.5	0	0	0	100	0
112.6	0	0	0	0	100
121.5	0	0	0	0	100
121.6	100	0	0	0	0
148.0	100	0	0	0	0

表 A.2 B泵流动相分配情况

时间 (min)	茚三酮试剂A液	茚三酮试剂B液	茚三酮试剂C液
0.0	50	50	0
116.0	50	50	0
116.1	0	0	100
126.0	0	0	100
126.1	0	0	100

A.5.3 检测波长：570 nm或440 nm。

A.5.4 柱温：柱温调节情况见表A.3。

表 A.3 阳离子交换色谱柱温变化

时间 (min)	柱温 (°C)
0.0	38
2.0	30
21.6	60
36.5	40
50.5	70

表 A.3 阳离子交换色谱柱温变化 (续表)

时间 (min)	柱温 (°C)
68.4	45
92.5	70
125.0	38

A.5.5 进样体积: 10  $\mu$ L。

## A.6 分析步骤

### A.6.1 待测溶液配制

0.0100g 水解蛋白粉末充分溶解在 1.000mL 0.020 mol/L 的稀盐酸中。加入 1.000mL 体积分数 5% 磺基水杨酸溶液, 离心 (1000 r/min, 4°C) 10min, 然后经 0.22  $\mu$ m 水相过滤膜过滤, 制备成待测溶液。

### A.6.2 样品浓度预估

将 0.5mL 茚三酮试剂 A 液、0.5mL 茚三酮试剂 B 液和 1mL 流动相-1 充分混合配置成茚三酮工作液, 取 50  $\mu$ L 待测样品溶液加入到茚三酮工作液中, 沸水浴 3min, 测定 570nm 处的吸光度值, 若吸光度值介于 0.7 - 2.0 之间, 则待测溶液可上机测定, 否则应重新配制或稀释成合适浓度的待测溶液。

### A.6.3 上机测定

按照 A.5 色谱条件测定样品中的鹅肌肽和肌肽含量。

## A.7 分析结果

### A.7.1 混合氨基酸标准溶液氨基酸含量的测定

混合氨基酸与寡肽标准品的保留时间和色谱图分别见表A.4和图A.1。

表 A.4 可测定混合标准品种类、摩尔质量及对应测定数据 (按保留时间排序)

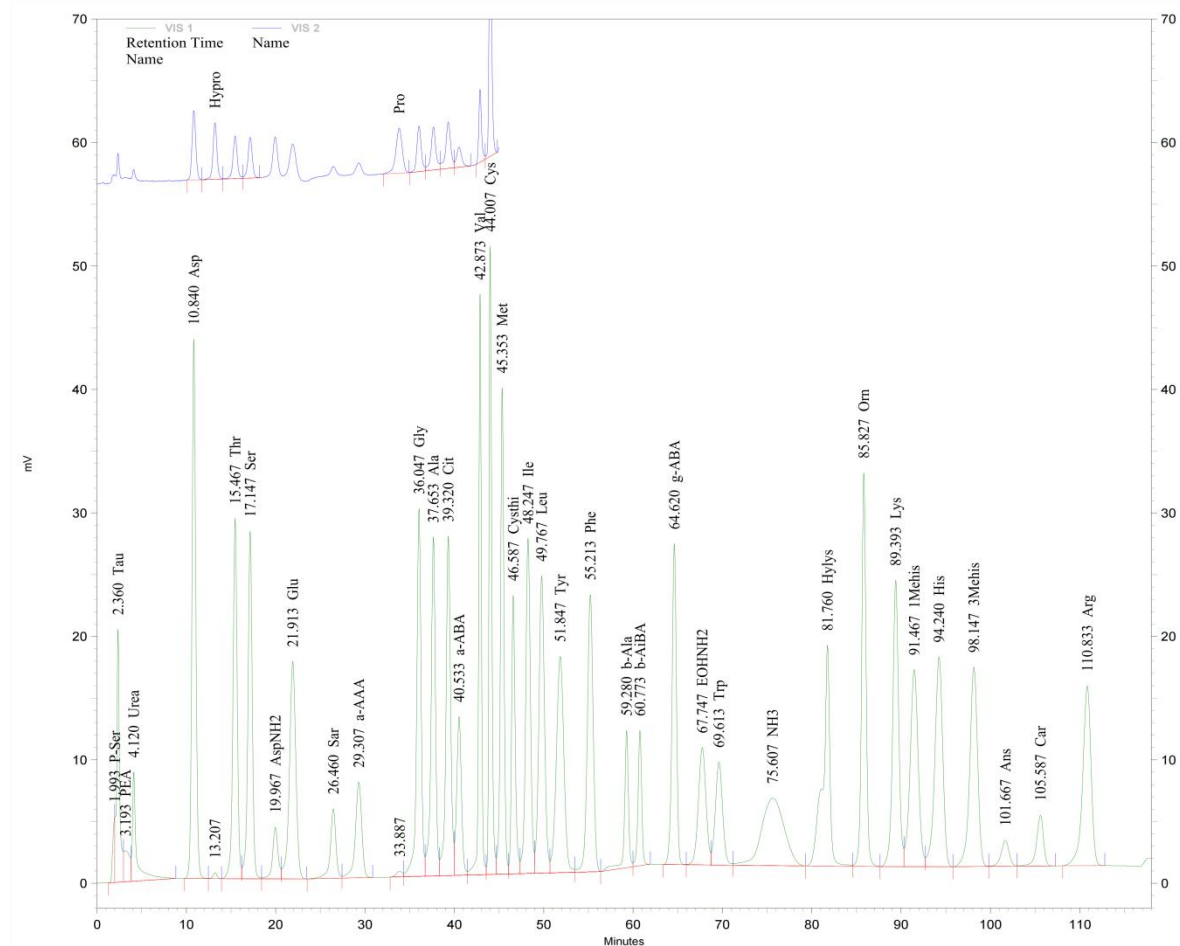
名称	简称	保留时间 (min)	摩尔质量	峰面积	进样标准品中含量 (ng)
磷酸丝氨酸	P-Ser	1.993	185.1	320443	185.10
牛磺酸	Tau	2.360	125.2	1872672	125.20
苯乙胺	PEA	3.193	141.1	460420	141.20
尿素	Urea	4.120	60.1	1140379	2402.40
天冬氨酸	Asp	10.840	133.1	5195405	266.20
羟脯氨酸 (OD440)	Hypro	13.213	131.1	553071	262.20

表 A.4 可测定混合标准品种类、摩尔质量及对应测定数据（按保留时间排序）（续表）

名称	简称	保留时间 (min)	摩尔质量	峰面积	进样标准品中含量 (ng)
苏氨酸	Thr	15.467	119.1	3874847	238.20
丝氨酸	Ser	17.147	105.1	3805277	210.20
天冬酰胺	AspNH <sub>2</sub>	19.967	132.1	711053	264.20
谷氨酸	Glu	21.913	147.1	3559231	294.20
肌氨酸	Sar	26.460	89.1	996433	445.45
α-氨基己二酸	α-AAA	29.307	161.2	1553545	161.20
脯氨酸 (OD440)	Pro	33.820	115.1	706932	230.20
甘氨酸	Gly	36.047	75.1	4158482	150.14
丙氨酸	Ala	37.653	89.1	3839811	178.18
瓜氨酸	Cit	39.320	175.2	3989944	350.40
α-氨基正丁酸	α-ABA	40.533	103.1	1916429	103.10
缬氨酸	Val	42.873	117.1	3940983	234.20
半胱氨酸	Cys	44.007	240.3	4315898	480.60
甲硫氨酸	Met	45.353	149.2	4288741	298.40
胱硫醚	Cysthi	46.587	222.3	2548309	222.30
异亮氨酸	Ile	48.247	131.2	4056008	262.40
亮氨酸	Leu	49.767	131.2	4203671	262.40
酪氨酸	Tyr	51.847	181.2	4125176	362.40
苯丙氨酸	Phe	55.213	165.2	4070282	330.40
β-丙氨酸	β-Ala	59.280	89.1	1372908	178.18
β-氨基异丁酸	β-AiBA	60.773	103.1	1242436	206.20
γ-氨基正丁酸	γ-ABA	64.620	103.1	3605660	206.20
乙醇胺	EOHNH <sub>2</sub>	67.747	61.1	2268759	122.16
色氨酸	Trp	69.613	204.1	1888760	408.40
氨	NH <sub>3</sub>	75.607	17.0	3842552	34.06
羟赖氨酸	Hyllys	81.760	162.2	3890192	324.40
鸟氨酸	Orn	85.827	132.2	4417772	264.40

表 A.4 可测定混合标准品种类、摩尔质量及对应测定数据（按保留时间排序）（续表）

名称	简称	保留时间 (min)	摩尔质量	峰面积	进样标准品中含量 (ng)
赖氨酸	Lys	89.393	146.2	4322269	292.40
1-甲基组氨酸	1Mehis	91.467	169.2	4051284	338.40
组氨酸	His	94.240	155.2	4226604	310.40
3-甲基组氨酸	3Mehis	98.147	169.2	3986644	338.40
鹅肌肽	Ans	101.667	240.3	520466	480.60
肌肽	Car	105.587	226.2	891765	452.40
精氨酸	Arg	110.833	174.2	3814006	348.40



图A.140种混合标准品色谱图

## A.7.2 样品中（鹅）肌肽含量的计算

样品中（鹅）肌肽的含量按式（1）计算

$$\rho_i = \left( \frac{A_a \times m_a}{A_a} + \frac{A_c \times m_c}{A_c} \right) \times N \times 10^{-6} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\rho_i$  ——样品中（鹅）肌肽的含量，单位为（g/100 g）
- $A_a$  ——待测溶液中鹅肌肽对应峰面积
- $A_a$  ——标准品中鹅肌肽对应峰面积
- $m_a$  ——标准品中鹅肌肽对应进样标准品中含量，单位为（ng）
- $A_c$  ——待测溶液中肌肽对应峰面积
- $A_c$  ——标准品中肌肽对应峰面积
- $m_c$  ——标准品中肌肽对应进样标准品中含量，单位为（ng）
- $N$  ——待测样品稀释倍数
- $10^{-6}$  ——单位换算系数

### A.7.3 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差值不超过算术平均值的10%。