

ICS 71.100.35

分类号: Y44

备案号: 16386-2005

# QB

## 中华人民共和国轻工行业标准

QB 2732-2005

---

### 水 解 胶 原 蛋 白

Collagen hydrolysate

2005-07-26 发布

2006-01-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由中国日用化学工业协会明胶分会归口。

本标准由国家轻工业三胶产品质量监督检测中心(北京)负责起草,温州三和盛明胶有限责任公司、北京华达杰瑞生物技术有限公司参加起草。

本标准首次发布。

# 水解胶原蛋白

## 1 范围

本标准规定了水解胶原蛋白的分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。  
本标准适用于以明胶为原料生产的水解胶原蛋白粉和水解胶原蛋白水溶液。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准。然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 4789.2 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定

GB/T 4789.3 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定

GB/T 4789.4 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验

GB/T 4789.10 食品卫生微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB/T 5009.3—2003 食品中水分的测定

GB/T 5009.4—2003 食品中灰分的测定

GB/T 5009.5—2003 食品中蛋白质的测定

GB/T 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.74 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 5009.123—2003 食品中铬的测定

## 3 分类

水解胶原蛋白分为水解胶原蛋白粉和水解胶原蛋白液两种。

## 4 要求

### 4.1 原料要求

来自于已在政府有关部门注册的食用明胶或药用明胶生产单位。

### 4.2 生产工艺要求

生产过程不应使用有毒的有机溶剂。

### 4.3 感官要求

4.3.1 水解胶原蛋白粉为白色或淡黄色粉末，应保持洁净、均匀、无夹杂物。

4.3.2 水解胶原蛋白液为透明或淡黄色液体，不应有异味、异臭以及肉眼可见杂质。

### 4.4 理化指标

应符合表1的规定。

表 1

项 目			指 标 要 求		
			水解胶原蛋白粉	水解胶原蛋白液	
水分/(质量分数)			≤	8.0	—
相对分子质量			500~20000		
蛋白质/(质量分数)			≥	90.0	按水解胶原蛋白粉标准折算
透射比/%	波长/nm	450	≥	70	90
		620	≥	85	95
灰分/(质量分数)			≤	2.0	—
二氧化硫/(mg/kg)			≤	50	—
过氧化物/(mg/kg)			≤	10	—
pH(1%溶液)			4.0~7.0		
水不溶物/(质量分数)			≤	0.10	—
铬(Cr)/(mg/kg)			≤	2.0	按水解胶原蛋白粉标准折算
砷(As)/(mg/kg)			≤	1.0	按水解胶原蛋白粉标准折算
重金属(以Pb计)/(mg/kg)			≤	50	按水解胶原蛋白粉标准折算
注：“按水解胶原蛋白粉标准折算”指将水解胶原蛋白液烘干后，测定“水分”，换算得到“总固形物含量”[即“1-水分”]。折算时，将“水解胶原蛋白粉”指标要求数值乘以“总固形物含量”，即得“水解胶原蛋白液”指标要求数值。					

## 4.5 微生物指标

应符合表 2 的规定。

表 2

项 目	指 标 要 求
菌落总数/(cfu/g 或 mL)	≤ 1000
大肠菌群/(MPN/100g 或 mL)	≤ 30
致病菌(沙门氏菌、金黄色葡萄球菌)	不应检出

## 5 试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。测定中所需溶液除特别注明外均为水溶液，其浓度以质量分数表示。

## 5.1 水分

按 GB/T 5009.3—2003 中第一法直接干燥法测定。

## 5.2 相对分子质量(凝胶层析法)

## 5.2.1 原理

利用装有多孔凝胶的层析柱(也称为色谱柱)将试样按其分子大小进行分离，再用检测器对层析分离物进行检测，最后用已知相对分子质量的标准物进行标定。

## 5.2.2 试剂

5.2.2.1 氯化钠溶液(0.2 mol/L)。

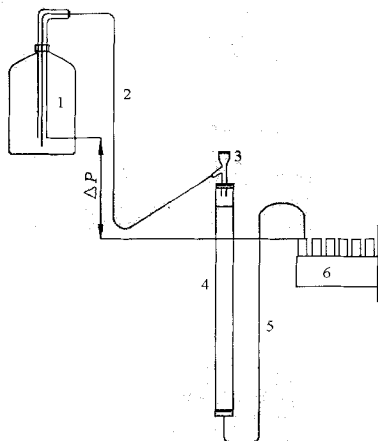
5.2.2.2 氯化钠溶液(0.5 mol/L)。

5.2.2.3 葡聚糖 G50。

## 5.2.3 仪器

5.2.3.1 凝胶层析装置(见图1)。

5.2.3.2 紫外分光光度计。



1—高位恒压器；2—洗脱液导管；3—进样器；4—层析器；5—流出液导管；6—部分收集器； $\Delta P$ —工作压力

图1 凝胶层析装置图

## 5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 配制水解胶原蛋白水溶液(4%)，加热处理后，随即把溶液迅速冷却至室温，用 0.25 mL 的进样器上柱进样作层析。

5.2.4.2 层析完毕后，对收集的洗脱级分，逐个测定 230 nm 波长下的吸光度。

## 5.2.5 数据处理

5.2.5.1 选择 5~6 个范围合适、相对分子质量  $M$  在 500~20000 的水解胶原蛋白标样，按常规操作条件上柱层析，测定各个试样的洗脱曲线，并由洗脱峰求级分的洗脱体积  $V_e$ ；然后以一系列  $V_e$  对相应的  $\log M$  作图，得校准曲线。

5.2.5.2 用相同条件上柱，层析未知相对分子质量试样，测出其洗脱曲线与  $V_e$ ，再在校准曲线上查出  $V_e$  所对应的  $\log M$ ，进而计算出  $M$  值。

## 5.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于算术平均值的 5%。

### 5.3 蛋白质

按 GB/T 5009.5—2003 中第一法测定。蛋白质的换算系数为 5.79。

### 5.4 透射比

#### 5.4.1 原理

在 45℃ 下，用分光光度法测定水解胶原蛋白水溶液在波长 450 nm 和 620 nm 下的透射比。

#### 5.4.2 仪器

紫外可见光栅分光光度计。

#### 5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 对于水解胶原蛋白粉，配制水溶液（6.67%）；对于水解胶原蛋白液，配制水溶液（1%）；并恒温至 48℃。

5.4.3.2 将溶液倒入 10 mm 比色皿，用蒸馏水作基准。

5.4.3.3 将分光光度计波长调节到 450 nm。

5.4.3.4 在 45℃ 下，测定透射比。

5.4.3.5 将波长调节至 620 nm，并重复 5.4.3.4 操作。

#### 5.4.4 结果表示

直接以二个波长下测得的透射比来表示，单位为 %。

结果保留两位有效数字。

#### 5.4.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于 1%。

### 5.5 灰分

按 GB/T 5009.4—2003 中规定的方法测定。

### 5.6 二氧化硫

#### 5.6.1 原理

将水解胶原蛋白中的亚硫酸盐转变成硫酸，用碱滴定，通过所消耗的碱量计算出二氧化硫含量。

#### 5.6.2 试剂

5.6.2.1 过氧化氢溶液（3%）。

5.6.2.2 溴酚蓝-乙醇（体积分数 20%）溶液（1 g/L）。

5.6.2.3 氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）。

5.6.2.4 稀盐酸（2 mol/L）。

#### 5.6.3 仪器

二氧化硫测定装置见图 2。

#### 5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 在烧瓶(A)中加入 150 mL 水，并在整个系统中通入二氧化碳，持续 15 min，流速为 100 mL/min。

5.6.4.2 在过氧化氢溶液 10 mL 中加入溴酚蓝-乙醇（体积分数 20%）溶液（1 g/L）0.15 mL，用氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）滴定直至出现蓝紫色，不能滴过，并将此溶液加入到试管(D)中。

5.6.4.3 在不影响二氧化碳气流的情况下取下分液漏斗(B)，往烧瓶中加入试样 25.0 g 和 100 mL 水。

5.6.4.4 通过分液漏斗，往烧瓶中加入稀盐酸 80 mL，煮沸 1 h。

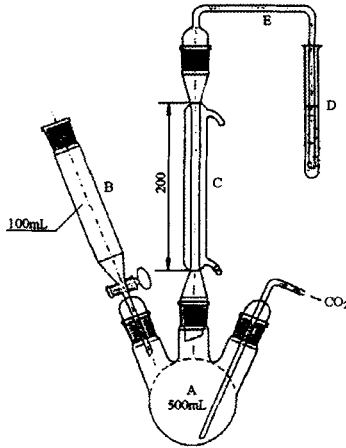
5.6.4.5 打开分液漏斗活塞，停止通入二氧化碳，并停止加热和冷凝水。

5.6.4.6 在试管中加入少量水，并将试管内溶液移至 200 mL 的广口锥形烧瓶中，然后将其在水浴中加热 15 min，冷却。

5.6.4.7 加入溴酚蓝-乙醇（体积分数 20%）溶液（1 g/L）0.1 mL，然后用氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）滴定，直至颜色由黄色变为蓝紫色（消耗体积为  $V_1$ ）。

5.6.4.8 进行一次空白滴定（消耗体积为  $V_0$ ）。

单位为毫米



A—圆底烧瓶；B—分液漏斗；C—冷凝管；D—试管；E—导管

图2 二氧化硫测定装置

### 5.6.5 结果计算

试样中二氧化硫的含量  $X_1$ ，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按式 (1) 计算。

$$X_1 = 64\,060 \times 0.5 \times (V_1 - V_0) \times \frac{c}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_1$  —— 试样中二氧化硫的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

64 060 —— 二氧化硫 (SO<sub>2</sub>) 的千摩尔质量，单位为克每千摩尔 (g/kmol)；

$V_1$  —— 消耗氢氧化钠溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_0$  —— 空白消耗氢氧化钠溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$c$  —— 氢氧化钠溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$m$  —— 试样的质量，单位为克 (g)。

计算结果取整数。

### 5.6.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于 10 mg/kg。

### 5.7 过氧化物

#### 5.7.1 原理

采用碘量法，利用 I<sup>-</sup> 的还原性测定氧化性物质。在被测的物质中，如果存在氧化性物质，加入过量的碘化钾，产生化学计量的碘，然后用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘。

## 5.7.2 试剂

- 5.7.2.1 硫酸溶液(20%)。
- 5.7.2.2 碘化钾溶液(20g/L)。
- 5.7.2.3 淀粉溶液(10g/L)。
- 5.7.2.4 钼酸铵溶液(5g/L)。
- 5.7.2.5 硫代硫酸钠标准溶液(0.01 mol/L)。

## 5.7.3 分析步骤

- 5.7.3.1 称取水解胶原蛋白试样 10g 于 250 mL 锥形瓶中, 加 140 mL 水溶解, 并依次加入以下试剂:  
 ——硫酸溶液(20%) 6 mL, 并摇匀;  
 ——碘化钾溶液(20g/L) 10 mL, 并摇匀;  
 ——淀粉溶液(10g/L) 2 mL~3 mL, 并摇匀;  
 ——钼酸铵溶液(5g/L) 1 mL, 彻底摇匀后停放黑暗处 1 min。
- 5.7.3.2 用硫代硫酸钠标准溶液(0.01 mol/L) 滴定至溶液蓝色消退, 消耗硫代硫酸钠标准溶液体积为  $V_1$ 。
- 5.7.3.3 按上述方法做试样空白试验。

## 5.7.4 结果计算

试样中过氧化物的含量  $X_2$ , 数值以毫克每千克(mg/kg) 表示, 按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{34 \times 0.5 \times 10^3 (V_1 - V_0) c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $X_2$  —— 试样中过氧化物的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);
- 34 —— 过氧化氢( $H_2O_2$ ) 的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- $V_1$  —— 试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- $V_0$  —— 空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- $c$  —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- $m$  —— 试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果取整数。

## 5.7.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于 1 mg/kg。

## 5.8 pH

## 5.8.1 原理

在 35℃ 下, 用 pH 仪测定水解胶原蛋白溶液(1%) 的 pH。

## 5.8.2 仪器和试剂

- 5.8.2.1 pH 仪: 0.1 刻度。
- 5.8.2.2 磷酸二氢钾溶液(pH 6.0)。

## 5.8.3 分析步骤

- 5.8.3.1 用磷酸二氢钾溶液(pH 6.0) 校正 pH 仪。
- 5.8.3.2 配制水解胶原蛋白溶液(1%)(所用水为二次蒸馏水), 在 35℃ 下, 用 pH 仪测定溶液的 pH。

## 5.8.4 结果表示

直接从 pH 仪上读出水解胶原蛋白溶液的 pH。

结果表示到小数点后一位。

## 5.8.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于 0.1 pH。

## 5.9 水不溶物

### 5.9.1 原理

用玻璃坩埚过滤水解胶原蛋白水溶液而得出不溶物的量。

### 5.9.2 仪器

3号砂芯玻璃坩埚：30 mL。

### 5.9.3 分析步骤

5.9.3.1 将玻璃坩埚在 105℃~110℃烘干，烘至恒重 ( $m_0$ )。

5.9.3.2 称取水解胶原蛋白试样 ( $10 \pm 1$ ) g ( $m_1$ )，精确到 0.1 g，倒入烧杯中，并加入 500 mL 水，使试样充分溶解。

5.9.3.3 将溶液用抽滤法通过玻璃坩埚。

5.9.3.4 用热水洗玻璃坩埚上残渣 3 次。

5.9.3.5 将玻璃坩埚置于 105℃~110℃烘箱里烘干。

5.9.3.6 从烘箱中取出玻璃坩埚，置于保干器中冷却至室温。

5.9.3.7 取出玻璃坩埚称重。

5.9.3.8 重复 5.9.3.5~5.9.3.7 操作，直至恒重 ( $m_2$ )。

### 5.9.4 结果计算

试样中水不溶物的含量  $X_3$ ，数值以 % 表示，按式 (3) 计算。

$$X_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X_3$  —— 试样中水不溶物的含量，%；

$m_2$  —— 玻璃坩埚与残渣的质量，单位为克 (g)；

$m_0$  —— 玻璃坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m_1$  —— 试样的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位。

### 5.9.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于 0.01 %。

### 5.10 铬

按 GB/T 5009.123—2003 中第一法原子吸收石墨炉法测定。

### 5.11 砷

按 GB/T 5009.11—2003 中第三法砷斑法测定。

### 5.12 重金属 (以铅计)

按 GB/T 5009.74 测定。

### 5.13 微生物

菌落总数、大肠菌群、致病菌分别按 GB/T 4789.2、GB/T 4789.3、GB/T 4789.4、GB/T 4789.10 检验。

## 6 检验规则

### 6.1 出厂检验

6.1.1 产品出厂前，应由生产厂的质量检验部门按本标准的规定逐批进行检验，检验合格并签发质量检验合格证明书的产品，方可出厂销售。

6.1.2 对于水解胶原蛋白粉，出厂检验项目包括水分、蛋白质、透射比、灰分、pH、水不溶物、砷、重金属、菌落总数、大肠菌群、致病菌。

6.1.3 对于水解胶原蛋白液，出厂检验项目包括蛋白质、透射比、pH、菌落总数、大肠菌群、致病菌。

## 6.2 型式检验

6.2.1 型式检验项目包括本标准中 4.3~4.5 要求的全部项目。

6.2.2 正常生产时每半年做一次型式检验，遇到下列情况之一时，也应进行型式检验。

- a) 新产品鉴定、定型时；
- b) 原料和工艺改变时；
- c) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

## 6.3 抽样方案

6.3.1 对于水解胶原蛋白粉，在检验外包装之后，按表 3 规定，从同一批号产品中，随机抽出一定数量进行取样。

表 3

单位为件

每批产品的包装件数	应抽样件数
1~5	全检
6~50	5
51~100	10
101~500	15
501~1000	20

6.3.2 对于水解胶原蛋白液，应从每批随机抽取 15 桶（瓶）。6 桶（瓶）用作感官要求、理化指标的检验，3 桶（瓶）用于微生物检验，另 6 桶（瓶）留样备用。

## 6.4 判定规则

6.4.1 当检验结果有一项指标（微生物除外）不符合本标准要求时，应从原抽样批中重新抽取两倍量的样品进行复验，若复验结果仍有一项指标不合格，则判定该批产品为不合格。

6.4.2 当检验结果有一项微生物指标不符合本标准要求时，则判定该批产品为不合格。

## 7 标志、包装、运输、贮存

### 7.1 标志

产品的包装上应牢固标明产品名称、生产厂名称、厂址、商标、产品型号、批号、生产日期、产品的主要参数、净含量，包装袋内应有产品质量合格证和执行的的标准编号。包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的要求。

### 7.2 包装

7.2.1 对于水解胶原蛋白粉，产品包装分内外两层，内层为食品级塑料薄膜袋，应严密封口，外层应清洁、干燥和牢固，并符合相应的卫生标准和有关规定。

7.2.2 对于水解胶原蛋白液，包装材料和容器应符合相应的国家标准和有关规定。

### 7.3 运输

产品在运输过程中应使用清洁、通气并有篷盖的运输工具，防止受潮和受热，不应与有毒物品混装。

### 7.4 贮存

产品应贮存在干燥、通风、清洁的室内仓库里，避免受潮。不应与有毒、易污染物品混存。