团体标准《玉足海参低聚肽》

（征求意见稿）编制说明

一、项目来源

根据广西质量协会关于印发2024年《广西质量协会团体标准编制指南》（桂质协字〔2024〕61号）的通知文件精神，由广西医科大学提出，广西医科大学、桂林医学院和北海黑珍珠海洋生物科技有限公司共同起草的团体标准《玉足海参低聚肽生产规程》（项目编号：2024-0305）。

1. 项目背景及目的意义

海参是海洋重要的药食两用资源，其味甘、咸，性平，归肾、肺经，具有补肾益精、养血润燥作用，同时，它是一种典型的高蛋白、低脂肪、低糖的食品，具有很高的营养价值。中国清朝学者赵学敏编的《本草纲目拾遗》有这样的叙述：“海参性温补，足敌人参，故名海参；味甘咸，补肾经，益精髓，消痰延，摄小便，壮阳疗痿，杀疮虫”。海参含有多种生物活性成分，包括海参胶原蛋白及多肽、海参多糖、海参皂苷等，其中海参多肽特别是分子量为2000 Da以下的小分子肽，因其在功能保健和药物研发中的潜在价值而受到广泛关注。已报道的海参活性肽具有多种功能特性，包括抗氧化、降血压、金属离子螯合、神经保护、创面愈合、抗高尿酸血症、抗肿瘤、抗疲劳、降血糖、促骨生长、促胶原蛋白生成、抗炎和免疫调节等。

玉足海参（*Holothuria leucospilota*）属海参纲（*Holothuroidea*）楯手目（*Aspidochirotida*）海参科（*Holothuriae*）动物，是海洋重要的食物和药物资源，也是广西北部湾海洋重要的海参资源，然而其口感较涩，外壁较厚且硬，食用价值不佳，价格比较低廉，成为一个传统低值海参产品，导致未充分发挥出玉足海参资源的潜在价值，造成资源的极大浪费。

据查阅资料可知，目前尚未有任何标准对玉足海参低聚肽产品进行规范。目前对于玉足海参低聚肽尚未有稳定的生产工艺和质量标准，这一现状将会导致了玉足海参低聚肽的品质参差不齐，给消费者的健康和权益带来了潜在风险，影响玉足海参高值化产品的开发，因此，本标准根据国家相关质量标准研究指导原则对玉足海参低聚肽的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存、保质期等质量标准进行规定。

三、项目编制过程

**（一）成立标准编制工作组**

团体标准《玉足海参低聚肽》项目任务下达后，成立了标准编制工作组，制定了标准编写方案，明确任务职责，确定工作技术路线，开展标准研制工作，标准编制工作组由广西医科大学、桂林医学院和北海黑珍珠海洋生物科技有限公司等相关人员配合。起草单位制定了起草编写方案与进度安排，明确任务职责，确定工作技术路线，开展标准研制工作。编制工作组下设三个组，分别是资料收集组、草案编写组、标准实施组。

资料收集组负责国内外有关低聚肽产品的文献资料的查询、收集和整理工作，查阅前人对低聚肽的研究情况和目前科学界对低聚肽的研究进展。

草案编写组负责起草标准草案、征求意见稿和标准编制说明、送审稿及编制说明的编写工作，包括后期召开征求意见会、网上征求意见，以及标准的不断修改和完善。

标准实施组负责《玉足海参低聚肽》标准发布后，组织低聚肽生产相关单位开展标准宣贯培训会，对标准进行详细解读，让质量控制等相关人员了解标准，并根据标准对低聚肽生产过程中原料、设备、安全、工艺流程和工艺要求等进行规范化操作，保证低聚肽的质量，并对标准实施情况进行总结分析，不断对标准提出修正意见。

**（二）收集整理文献资料**

认真学习了国家、行业、地方、团体等各层级标准制修订的相关要求，并根据团体标准制修订的相关要求，并查阅、收集、整理国内外的相关技术资料，了解最新进展情况。收集玉足海参低聚肽标准以及市场应用数据，了解玉足海参低聚肽产品质量现状和发展态势等相关资料。相关资料主要有：

GB 22729 海洋鱼低聚肽粉

GB 31645 胶原蛋白肽。

Q/SDH 0015S-2020 海参肽粉

T/CSWSL 021-2020 饲料原料 大豆酶解蛋白

QB/T 5962-2023 抗冻蛋白肽粉；

汪国威, 张凌云, 杨莹, 邓世明. 玉足海参仿生酶解的工艺研究 [J]. 食品工业, 2018, 39(11): 151-4.

SAFARI R, YAGHOUBZADEH Z. Antioxidant Activity of Bioactive Peptides Extracted from Sea Cucumber (*Holothuria leucospilata*) [J]. Int J Pept Res Ther, 2020, 26(4): 2393-8.

张翠侠, 展学孔, 洪玉程, 肖礼勇. 玉足海参糯米酒的酿造工艺优化研究 [J]. 食品安全导刊, 2024, 23): 99-103.

**（三）研讨确定标准主体内容**

标准编制工作组在前期研究以及对收集的资料进行整理研究之后，2024年7月到8月，标准编制工作组召开了标准编制会议，对标准的整体框架结构进行了研究，并对标准的关键性内容进行了初步探讨。经过研究，标准的主体内容确定为范围、规范性引用文件、术语和定义、要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、保质期。

**（四）调研、形成文本草案、征求意见稿**

2024年5月至6月，标准起草工作小组进行了广泛实地调研工作，查阅了大量的国内外文献资料，对玉足海参低聚肽的前人研究成果进行系统总结，形成了标准的基本构架，对主要内容进行了讨论并对项目的工作进行了部署和安排。

2024年6月至7月，在前期工作的基础之上，通过理清逻辑脉络，整合已有的参考资料中有关玉足海参低聚肽技术要求，并结合检验实际要求的基础上，根据玉足海参低聚肽产品特性，明确标准应用范围与应用对象，逐步完善各类要素，按照简化、统一等原则编制完成团体标准《玉足海参低聚肽》（草案）。

2024年8月至9月，深入北海涠洲岛等北部湾地区进行实地调研。通过实地调研，采集不同玉足海参样品并酶解后进行检测，掌握产品的具体数据。并实际征求意见，通过收集反馈了大量意见，标准编制工作组多次召开会议，对标准草案进行了反复修改和研究讨论。最终形成了团体标准《玉足海参低聚肽》（征求意见稿）和（征求意见稿）编制说明。

四、标准主要章节内容及确定依据

**（一）标准涉及的技术原理及依据**

采用现代分析技术对玉足海参低聚肽的感官指标、理化指标、有害物质限值、微生物指标、体外抗氧化活性指标进行分析测定，对玉足海参低聚肽进行质量控制是本标准制定的出发点。

蛋白质的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.5《食品中蛋白质的测定》的规定测定。

灰分的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.4《食品中灰分的测定》的规定测定。

水分的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.3《食品中水分的测定》的规定测定。

玉足海参低聚肽的测定：按照GB 22729《海洋鱼低聚肽粉》的规定测定。

砷的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.11《食品中总砷及无机砷的测定》的规定测定。

铬的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.268《食品中多元素的测定》的规定测定。

铅的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.268《食品中多元素的测定》的规定测定。

镉的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.268《食品中多元素的测定》的规定测定。

汞的测定：按照食品安全国家标准GB 5009.17《食品中总汞及无机汞的测定》的规定测定。

菌落总数的测定：按照食品安全国家标准食品微生物学检验GB 4789.2《菌落总数测定》的规定测定。

霉菌和酵母的测定：按照食品安全国家标准食品微生物学检验GB 4789.15《霉菌和酵母计数》的规定测定。

大肠杆菌的测定：按照食品安全国家标准食品微生物学检验GB 4789.3《大肠菌群计数》的规定测定。

金黄色葡萄球菌的测定：按照食品安全国家标准食品微生物学检验GB 4789.10《金黄色葡萄球菌检验》的规定测定。

DPPH清除率IC50的测定：按照GB/T 39100《多肽抗氧化性测定DPPH和ABTS法》的规定测定。

ABTS清除率IC50的测定：按照GB/T 39100《多肽抗氧化性测定DPPH和ABTS法》的规定测定。

**（二）标准涉及技术的具体实施方案**

按照广西壮族自治区市场监督管理局关于标准编制工作的要求，标准起草小组成员于项目实施期间，深入广西北海地区开展资源调查、样品采集。

玉足海参低聚肽由广西医科大学加工生产，共3个批次。

表1 不同批次玉足海参低聚肽样品来源信息

|  |  |
| --- | --- |
| 编号 | 来源 |
| SCP-2 | 广西医科大学 |
| SCP-3 | 广西医科大学 |
| SCP-4 | 广西医科大学 |

1. 感官指标

对以上3批低聚肽进行形态、色泽、杂质和滋味等感官评价进行检测，结果如下表2所示。

表2 玉足海参低聚肽样品感官指标

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 要求 | SCP-2 | SCP-3 | SCP-4 |
| 形态 | 颗粒状或粉末状 | √ | √ | √ |
| 色泽 | 呈本品应有色泽 | √ | √ | √ |
| 杂质 | 无肉眼可见的外来杂质 | √ | √ | √ |
| 滋味、气味 | 具有本品特有的气味与滋味 | √ | √ | √ |

1. 理化指标

委托第三方检测机构对理化指标：蛋白质、灰分、低聚肽含量、水分进行检测。对相对分子质量小于2000的水解物占比进行检测，结果如下表3。

表3 玉足海参低聚肽样品的理化指标

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 蛋白质(g/100g) | 灰分(g/100g) | 低聚肽(g/100g) | 相对分子质量小于2000的水解物占比 | 水分(g/100g) |
| SCP-2 | 63.2 | 19.8 | 55.9 | 97.85 | 3.52 |
| SCP-3 | 59.1 | 23.5 | 50.5 | 97.83 | 3.67 |
| SCP-4 | 60.7 | 24.1 | 51.7 | 97.89 | 3.75 |
| 平均值 | 61 | 22.5 | 52.7 | 97.8 | 3.6 |

3.有害物质限量

委托第三方检测机构对有害物质无机砷、铬、铅、镉、汞进行检测，结果如下表。

表4 玉足海参低聚肽样品的有害物质限量指标

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 无机砷(mg/kg) | 铬(mg/kg) | 铅(mg/kg) | 镉(mg/kg) | 汞(mg/kg) |
| SCP-2 | 未检出（＜0.05） | 0.800 | 0.0543 | 0.0232 | 0.041 |
| SCP-3 | 未检出（＜0.05） | 0.478 | 0.0609 | 0.0263 | 0.078 |
| SCP-4 | 未检出（＜0.05） | 0.506 | 0.0754 | 0.0278 | 0.019 |
| 平均值 | 未检出（＜0.05） | 0.595 | 0.0635 | 0.0257 | 0.046 |

3.微生物指标

委托第三方检测机构对微生物指标细菌总数、霉菌和酵母菌总数、大肠菌群、金黄色葡萄球菌进行检测，结果如下表。

表5 玉足海参低聚肽样品的微生物指标

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 菌落总数(CFU/g) | 霉菌(CFU/g) | 酵母菌(CFU/g) | 大肠菌群(CFU/g) | 金黄色葡萄球菌(CFU/g) |
| SCP-2 | 4.6×10³ | ＜10 | ＜10 | ＜10 | 未检出 |
| SCP-3 | 1.3×10³ | ＜10 | ＜10 | ＜10 | 未检出 |
| SCP-4 | 5.6×10² | ＜10 | ＜10 | ＜10 | 未检出 |
| 平均数 | 2.1×10³ | ＜10 | ＜10 | ＜10 | 未检出 |

4. DPPH清除率IC50

4.1 仪器

分光光度计：波长范围为400 nm~800 nm，吸光度值精确至0.001；

电子天平:感量为0.0001 g。

4.2 试剂

DPPH：1,1-二苯基-2-三硝基苯肼、无水乙醇、

4.3 供试品溶液的制备方法

称取玉足海参低聚肽样品10.0 mg，样品采用蒸馏水溶解与定容定容至1.0 mL，充分混合均匀，配制成10.0 mg/mL的母液。用蒸馏水将母液稀释至不同倍数,得到不同浓度的待测样品溶液。待测样品溶液浓度的选择应使其清除率在35%~65%,且线性方程的R2≥0.9500。

4.4 DPPH溶液的制备方法

称取DPPH 5.0 mg，适量无水乙醇溶解，避光超声使其充分溶解，再用无水乙醇定容至100.0 mL，配制成50.0 μg/mL的DPPH溶液。该溶液应现配现用。

4.5 测定方法

取3支试管,分别编号为1、2、3号,每支试管中按照表6的组合添加试剂。

表6 试剂添加量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 溶液名称 | 1号（As） | 2号（Ac） | 3号（Ab） |
| DPPH溶液 | 3.0 mL | - | 3.0 mL |
| 谷胱甘肽溶液 | 1.0 mL | 1.0 mL | - |
| 样品溶液 | - | - | 1.0 mL |
| 无水乙醇 | - | 3.0 mL | - |

对照组：在1号试管中加人3.0 mL DPPH溶液和1.0 mL，谷胱甘肽溶液，作为试验组（As）；在2号试管中加人1.0 mL谷胱甘肽溶液和3.0 mL，无水乙醇溶液，作为对照组（Ac）；在3号试管中加入3.0 mL DPPH 溶液和1.0 mL样品溶剂溶液，作为空白组（Ab）。分别充分混合均匀后,室温避光反应30 min，于波长517 nm条件下，用紫外分光光度计测定其吸光度值（样品溶剂调零校准）。

样品组：用待测样品溶液代替谷胱甘肽溶液，其他操作同对照组。

4.6试验数据处理

按下式计算:P = [1 - （As - Ac）/Ab]×100%

式中：P——清除率；

As——待测溶液与DPPH溶液混合液的吸光度；

Ac——待测溶液与无水乙醇溶液混合液的吸光度；

Ab——DPPH溶液与样品溶剂溶液混合液的吸光度。

以待测溶液浓度的自然对数值为横坐标，以清除率为纵坐标，建立待测溶液浓度自然对数值与清除率的线性方程(R2≥0.9500)，计算半数清除量IC50。

表7 DPPH清除率IC50

|  |  |
| --- | --- |
| 编号 | IC50 |
| SCP-2 | 33.3 |
| SCP-3 | 27.7 |
| SCP-4 | 25.0 |
| 平均数 | 28.7 |

1. ABTS清除率IC50

5.1 仪器

分光光度计：波长范围为400 nm~800 nm，吸光度值精确至0.001；

电子天平：感量为0.0001 g。

5.2 试剂

ABTS：2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐、过硫酸钾、95%乙醇

5.3 供试品溶液的制备方法

称取玉足海参低聚肽样品10.0 mg，样品采用蒸馏水溶解与定容定容至1.0 mL，充分混合均匀，配制成10.0 mg/mL的母液。用蒸馏水将母液稀释至不同倍数，得到不同浓度的待测样品溶液。待测样品溶液浓度的选择应使其清除率在35%~65%，且线性方程的R2≥0.9500。

5.4 ABTS溶液的制备方法

称取ABTS 200.0 mg，过硫酸钾34.4 mg，溶于50.0 mL蒸馏水，摇匀，室温避光放置24 h后，作为ABTS母液。取适量ABTS母液，用95%乙醇稀释至吸光度值在0.70+0.02内（OD.），作为ABTS测定溶液，该溶液应现配现用。

注：可以根据分光光度计的灵敏度配制合适浓度的ABTS测定溶液

4.5测定方法

取2支试管,分别编号为1、2号,每支试管中按照表8的组合添加试剂。

表8 试剂添加量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 溶液名称 | 1号（As） | 2号（Ab） |
| ABTS溶液 | 3.6 mL | 3.6 mL |
| 谷胱甘肽溶液 | 0.4 mL | - |
| 样品溶液 | - | 0.4 mL |

对照组：在1号试管中加人3.6 mLABTS溶液和0.4 mL谷胱甘肽溶液，作为试验组（As）；在2号试管中加人3.6 mL ABTS溶液和0.4 mL样品溶剂溶液作为空白组（Ab）；分别充分混合均匀后，室温避光反应5 min，于波长734 nm条件下，用紫外分光光度计测定其吸光度值（样品溶剂调零校准）。

样品组：用待测样品溶液代替谷胱甘肽溶液，其他操作同对照组。

4.6试验数据处理

按下式计算:P = [（Ab - As）/Ab]×100%

式中： P——清除率；

As——待测溶液与ABTS溶液混合液的吸光度；

Ab——ABTS溶液与样品溶剂溶液混合液的吸光度。

以待测溶液浓度的自然对数值为横坐标，以清除率为纵坐标，建立待测溶液浓度自然对数值与清除率的线性方程(R2≥0.9500)，计算半数清除量IC50值。

表9 ABTS清除率IC50

|  |  |
| --- | --- |
| 编号 | IC50 |
| SCP-2 | 1.473 |
| SCP-3 | 1.386 |
| SCP-4 | 1.419 |
| 平均数 | 1.426 |

团体标准《玉足海参低聚肽》

标准编制工作小组

2025年03月21日