

团 体 标 准
T/CWDPA

T/CWDPA XXXX—XXXX

动物蛋白肽冻干粉质量控制规范

Quality control specification for animal protein peptide lyophilized powder

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国西部开发促进会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 质量控制总则 2

5 原辅料质量控制 2

6 生产过程质量控制 3

7 成品检验 5

8 不合格品控制 5

9 质量追溯与召回 6

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专利的责任。

本文件由中国西部开发促进会提出。

本文件由中国西部开发促进会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件首次发布。

动物蛋白肽冻干粉质量控制规范

1 范围

本文件规定了动物蛋白肽冻干粉的质量控制总则、原辅料质量控制、生产过程质量控制、成品检验、不合格品控制以及质量追溯与召回等方面的要求。

本文件适用于动物蛋白肽冻干粉生产企业的质量控制活动，也适用于第三方检测机构或监管部门对动物蛋白肽冻干粉的质量评价。

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 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 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- 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 4789.2 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
- 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 5009.123 食品安全国家标准 食品中铬的测定
- 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 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB/T 16292 医药工业洁净室(区)悬浮粒子的测试方法
- GB/T 22729 海洋鱼低聚肽粉

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

- 3.1 动物蛋白肽 animal protein peptide
以动物组织为原料，经酶解、冻干等工艺制成的含小分子肽及蛋白质的粉末状产品。
- 3.2 冻干粉 lyophilized powder
通过低温冻结工艺将液态物料直接升华去除水分而制成的粉末状产品。
- 3.3 酶解 enzymatic hydrolysis
利用蛋白酶将蛋白质大分子催化水解为小分子肽和氨基酸的过程。
- 3.4

关键控制点 critical control point (CCP)

能够施加控制措施以预防、消除或降低已识别的显著危害至可接受水平的步骤或环节。

3.5

质量追溯 quality traceability

通过记录识别和跟踪产品从原辅料采购、生产过程、成品检验到销售出库全链条信息的系统性活动。

3.6

批次 lot

在同一生产周期内，采用同一批原料、同一工艺条件生产的，具有均一质量的产品单元。

4 质量控制总则

4.1 质量控制体系要求

4.1.1 基本要求

企业应建立文件化的质量控制体系，明确质量方针与目标，覆盖从原辅料采购、生产过程到成品放行的所有环节。体系应规定组织结构、职责权限、资源配置和过程控制要求，确保各项质量活动受控。企业应配备与生产规模相适应的质量管理人员和检验设施，关键岗位人员应经过专项培训并考核合格。

4.1.2 文件管理要求

质量控制体系文件宜包括质量手册、程序文件、作业指导书及记录表格，并保持与GB 14881中相关要求的协调一致。文件发布前应经授权人员审批，确保其充分性与适宜性；使用场所应获得有效版本，防止误用失效文件。质量记录应清晰、真实，并按规定期限保存，便于追溯。

4.2 质量风险防控

4.2.1 风险识别与评估

企业应依据HACCP原理，对动物蛋白肽冻干粉生产中生物性、化学性和物理性危害进行系统识别。风险评估应考虑原料品种、工艺特点、设备状况及历史数据，采用适宜方法（如风险矩阵）确定危害的严重性和发生可能性，识别关键控制点（CCP），并形成书面评估报告。

4.2.2 风险控制措施

针对已识别的显著危害，应制定相应控制措施组合，包括关键限值、监控程序、纠偏行动和验证程序。关键控制点应实施连续监控或具备足够频次，监控记录应完整可查。当监控偏离关键限值时，应立即采取纠偏措施并记录，受影响产品应按本文件第8章规定进行处置。

5 原辅料质量控制

5.1 原料要求

5.1.1 动物源原料验收

5.1.1.1 验收标准

5.1.1.1.1 动物源原料验收时，应查验产地动物卫生监督机构出具的检疫合格证明，确认原料来自非疫区，且动物经宰前宰后检验检疫合格。

5.1.1.1.2 原料肉或组织应色泽正常、具有该品种固有的气味，无腐败、酸败及其他异味，无可见异物，肌肉组织紧密有弹性。杂质、泥沙、病变组织等不合格部分应予剔除。

5.1.1.1.3 理化安全指标应符合GB 2762的规定，其中铅（以Pb计）应不大于0.5 mg/kg，镉（以Cd计）应不大于0.1 mg/kg，总砷（以As计）应不大于0.5 mg/kg。兽药残留应符合国家相关公告及标准的规定。微生物指标中沙门氏菌不得检出，菌落总数和大肠菌群生产企业应予摸底监控。

5.1.1.1.4 每批原料应进行感官检验和必要的理化检验，经检验合格后方可投入酶解工序。

5.1.1.2 运输与暂存要求

5.1.1.2.1 动物源原料运输和暂存过程中，温度应控制在0℃~4℃（冷藏）或-18℃以下（冷冻），防止因温度波动导致腐败变质。运输工具应专用并保持清洁卫生，不得与有毒有害、有异味物品同车混运。

5.1.1.2.2 原料进厂后宜在4小时内完成验收并投入暂存。若无法即时加工，应置于清洁、无污染的冷藏库或冷冻库中贮存，并做好标识，标明批次、到货日期和数量。冷冻原料解冻宜在0℃~4℃环境中缓慢解冻，不应采用反复冻融的方式。暂存库房应定期消毒，防止交叉污染和虫鼠害。

5.1.2 酶制剂要求

5.1.2.1 用于蛋白质水解的酶制剂应为食品加工用酶制剂，其来源、纯度和酶活力应符合GB 1886.174等相应食品安全国家标准的要求。酶制剂供应商应提供产品规格书、质量检验报告和使用安全说明。

5.1.2.2 每批酶制剂进厂时，应进行外观、酶活力、水分及微生物限度等项目的验收检验。酶活力应按标示单位进行复核，偏差不得超过标示值的±10%。酶制剂贮存应按产品要求的温度、湿度和避光条件执行，避免酶活力损失。

5.1.2.3 使用前应对酶制剂进行活力确认，确保其在设定的酶解工艺条件下能发挥预期的酶解效能。酶制剂开封后应于最短时间内使用完毕，未用完部分应予妥善密封并按规定条件保存。

5.2 辅料要求

5.2.1 加工助剂质量控制

5.2.1.1 加工过程中使用的酸度调节剂（如盐酸、氢氧化钠）、助滤剂等加工助剂，应符合相应的食品安全国家标准，并应为食品添加剂规格。加工助剂的使用范围和使用量应满足GB 2760的规定，且不应在终产品中产生残留。

5.2.1.2 每批加工助剂到货时，应查验产品合格证明，核对外观、包装完整性和标签内容，并按企业验收标准进行必要的检验。检验合格后入库，储存区域应干燥、通风并有明确标识。

5.2.2 包材质量控制

5.2.2.1 直接接触冻干粉的内包装材料（如铝箔复合膜、镀铝膜等）应符合GB 4806系列标准中关于食品接触材料及制品的要求，具有优良的阻隔性、密封性和化学稳定性，不应释放有毒有害物质。

5.2.2.2 包材进厂时，应逐批检查供应商生产许可证和产品合格证明，并进行外观、尺寸、密封性及卫生指标的检验。必要时可进行透湿量、透氧量等性能验证。合格的包材应存放在清洁、通风、无污染的专用库房内，使用前保持外包装清洁，防止二次污染。

6 生产过程质量控制

6.1 酶解工艺控制

6.1.1 酶解工艺参数管理

6.1.1.1 温度与pH控制

酶解温度应根据所用蛋白酶的最适温度范围进行设定，通常控制在45℃~60℃之间。应配备在线温度监测与反馈控制装置，温度波动不宜超过±2℃。pH值的控制应符合酶制剂说明书要求，一般维持在6.5~8.5范围内。应使用食品级酸碱调节剂，并设置自动加液系统或人工定时调整，连续监控pH变化，确保酶解环境稳定。温度和pH偏离设定范围时，应及时纠正并记录偏差。

6.1.1.2 底物浓度与时间控制

底物浓度（料液比）应根据原料蛋白质含量和酶活力经优化后确定，通常以蛋白质浓度计控制在5%~15%（w/v）。酶解时间应根据目标肽分子量分布及水解度要求确定，控制在2h~18h。应通过在线取样检测水解度或肽分子量分布来监控反应进程，超出规定时间仍未达到目标水解度的批次，应启动偏差调查并评定后续处置。

6.1.2 灭酶与分离控制

6.1.2.1 酶解液达到目标水解度后，应立即进行灭酶处理。调节pH至酶失活范围的化学灭酶法。灭酶后应快速冷却至室温，防止过度水解导致苦味肽生成及产品色泽劣化。应准确记录灭酶温度、时间及冷却速率，并定期验证灭酶效果。

6.1.2.2 灭酶并冷却后的酶解液应采用离心或过滤方式分离去除不溶性杂质。离心条件通常为3000 r/min~5000 r/min，离心15 min~20 min；过滤可采用板框过滤或膜过滤，滤膜孔径宜不大于0.45 μm。分离后的清液应澄清透明，无明显悬浮物和沉淀。分离不充分可能导致冻干粉复溶后浑浊，影响使用。应留存分离过程记录，并对清液进行外观检查和浊度监测。

6.2 冻干工艺控制

6.2.1 预冻参数控制

6.2.1.1 预冻过程应在低于物料共晶点温度的条件下进行，预冻终温应 $\leq 35^{\circ}\text{C}$ 。降温速率宜控制在 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，避免降温过快导致冰晶不均匀或过慢形成过大冰晶，影响冻干粉的孔隙结构和复溶性能。应使用程序控温装置对板层温度进行精确控制，并同步记录物料温度。

6.2.1.2 物料完全冻结后，应保持足够的预冻保温时间，通常为2 h~4 h，以保证物料中心温度达到设定终温。预冻终点可采用温度监测或电阻检测法进行判断。预冻未达到终点的批次，不应转入升华干燥阶段。预冻参数应纳入批次记录，并存档备查。

6.2.2 升华干燥参数控制

6.2.2.1 升华干燥阶段应在低于物料塌陷温度的条件下进行，真空度宜控制在10 Pa~30 Pa范围内，升温速率应缓慢，防止物料局部融化或塌陷。一次升华温度通常设定为 $-20^{\circ}\text{C}\sim -10^{\circ}\text{C}$ ，并依据制品温度变化逐步提升板层温度。应实时监控制品温度，同一批内不同位置的制品温度偏差不宜超过 5°C 。

6.2.2.2 升华干燥的终点可通过制品温度与板层温度趋近、冻干箱内真空度稳定或采用冻干显微镜观察冰晶消失等方法综合判断。达到终点后，制品内部应无肉眼可见冰晶，水分含量应降至10%以下。未达到升华干燥终点的产品不应进入解析干燥程序。

6.2.3 解析干燥参数控制

6.2.3.1 解析干燥的目的是去除物料中残留的结合水，使最终水分含量达到本文件规定的要求($\leq 5.0\%$)。板层温度可逐步升高至 $25^{\circ}\text{C}\sim 40^{\circ}\text{C}$ ，但应低于产品的玻璃化转变温度，防止制品塌陷或褐变。解析干燥时间通常为2 h~6 h，具体时间应根据水分在线监测结果确定。升温速率应平缓，避免局部过热。

6.2.3.2 解析干燥终点可通过测定制品水分含量或判定制品温度与板层温度的温差持续稳定来确认。干燥结束后，应在真空或充入干燥氮气条件下将制品冷却至室温，然后通入经过除菌过滤的干燥空气或氮气恢复常压，避免制品吸潮。整个过程应连续记录温度、真空度及时间参数，形成批次冻干曲线。

6.3 内包装过程控制

6.3.1 洁净区环境监测

6.3.1.1 内包装操作应在符合GB 14881要求的洁净区内进行，洁净级别宜不低于GB/T 16292规定的D级要求。应定期监测悬浮粒子、沉降菌和浮游菌，监测频率应不低于每班次一次。洁净区温度宜控制在 $18^{\circ}\text{C}\sim 26^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度宜控制在45%~65%。环境监测结果超出规定限值时，应立即停止操作，进行偏差调查并采取纠正措施。

6.3.1.2 操作人员进入洁净区前应更衣、洗手消毒并穿戴洁净工作服、口罩及手套，动作应符合洁净区人员卫生规程。物料进入洁净区应通过缓冲间或传递窗，并对外包装进行清洁和消毒。应建立环境监测记录，保存期限不应少于产品保质期后六个月。

6.3.2 包装密封性检查

6.3.2.1 内包装材料应采用密封性良好、避光、防潮的复合材料，包装后应进行在线密封性检测或按规定频次抽检。密封性测试宜采用色水浸入法、真空泄漏检测法或压力衰减法，并依据产品特性建立可接受标准。密封不合格的产品应剔除，并记录不合格情况及原因分析。

6.3.2.2 包装过程中应精确控制灌装量，避免装量差异超出规定范围，同时检查封口质量，防止夹粉、封口皱褶或不严。灌装和封口设备应定期进行校准和性能验证。内包装完成的产品应立即移入干燥、避光的储存区域，直至完成外包装工序。

7 成品检验

7.1 感官与理化指标

7.1.1 感官检验

感官检验应在自然光线下进行，观察产品色泽、组织状态，嗅其气味，尝其滋味，并检查有无外来杂质。动物蛋白肽冻干粉应呈白色至淡黄色粉末，具有该品种应有的滋气味，无异味，疏松多孔，无正常视力可见外来异物。

7.1.2 理化指标检验

7.1.2.1 蛋白质与肽含量测定

总蛋白含量按GB 5009.5规定的方法测定，结果以干基计，应不低于90 %。肽含量按GB/T 22729规定的方法测定，结果以干基计，应不低于50 %。称取适量样品，采用相应前处理后，按标准操作步骤进行检测，平行测定两次，取算术平均值报出结果。

7.1.2.2 水分与灰分测定

水分按GB 5009.3规定的直接干燥法测定，称样量约2 g~5 g，在101 °C~105 °C干燥至恒重，含水率应不大于5.0 %。灰分按GB 5009.4规定的测定方法，将样品炭化后于550 °C±25 °C马弗炉中灼烧至恒重，灰分含量应不大于10.0 %。

7.1.2.3 相对分子质量分布测定

相对分子质量低于3000 Da的肽段比例按GB/T 22729中规定的高效液相色谱法或凝胶过滤色谱法测定。将样品溶液注入色谱系统，记录色谱图，采用相对分子质量标准品制备校正曲线，计算各肽段峰面积占比。结果应以相对分子质量低于3000 Da的肽段所占百分比表示，应不低于85 %。

7.2 安全卫生指标

7.2.1 微生物限度检验

微生物限度检验项目包括菌落总数、大肠菌群和致病菌。菌落总数按GB 4789.2规定的方法测定，应不大于1000 CFU/g。大肠菌群按GB 4789.3规定的方法测定，应不大于30 MPN/100 g。沙门氏菌按GB 4789.4规定的方法检验，不得检出。金黄色葡萄球菌按GB 4789.10规定的方法检验，不得检出。样品采集与处理应符合GB 4789.1的要求，在洁净环境下操作，防止二次污染。

7.2.2 污染物与真菌毒素检验

污染物限量应符合GB 2762的规定，重点检验铅、总砷、铬等指标。铅含量按GB 5009.12规定测定，应不大于0.5 mg/kg。总砷按GB 5009.11规定测定，铬按GB 5009.123规定测定。真菌毒素限量应符合GB 2761的规定，需根据原料动物种属及饲料来源评估黄曲霉毒素B1、赭曲霉毒素A等项目的检测需求。样品前处理按相应标准执行，使用石墨炉原子吸收光谱法或电感耦合等离子体质谱法进行重金属分析，使用免疫亲和层析净化-高效液相色谱法进行真菌毒素分析。

8 不合格品控制

8.1 不合格品识别与标识

8.1.1 生产过程中，应通过过程监控、成品检验、留样观察以及顾客投诉等渠道及时识别不合格品。企业应制定文件化的不合格品判定标准，明确规定感官、理化指标（如蛋白质含量、肽含量、水分等偏离

规定范围)、微生物指标超标或检出致病菌等情形均为不合格。出现任何偏离规定质量规格的中间产品或成品,均应立即被判定为不合格品,并进入控制程序。

8.1.2 不合格品一经确认,应由授权人员及时粘贴红色“不合格”标识牌或采用信息系统中“冻结”状态等有效标识方式,标识应清晰醒目。不合格品应移至专用且设有明显标识的不合格品暂存区进行隔离。对于因体积较大等原因不便移动的物料,可采用围栏、警示线或挂牌等方式进行有效隔离,防止非预期误用。标识内容至少应包括:产品名称、批次号、数量、不合格项目、发现日期及标识人员签字。

8.2 不合格品评审与处置

8.2.1 返工与重新加工

企业应成立由生产、质量和技术部门人员组成的不合格品评审小组,对每批不合格品进行评审,评估其可通过返工或重新加工恢复至合格状态的可能性及对产品品质和安全性的影响。返工是指采用本文件规定的常规工艺(如调整冻干曲线后再次冻干、重新粉碎、过筛等)对不合格品进行再处理;重新加工则指采用与原工艺不同的控制措施进行再处理。实施返工或重新加工前,应制定书面方案,明确处理步骤、关键参数和预期结果,并得到质量管理负责人的批准。返工或重新加工后的产品应重新进行全项检验,确认全部指标符合本文件要求后方可放行。涉及微生物限度或致病菌项目不合格的批次一般不应返工。所有返工和重新加工活动应如实记录,纳入批次生产记录,内容包括不合格原因、处理方案、操作过程、检验结果及放行决定。

8.2.2 报废与销毁

经评审确认不具备返工或重新加工价值,或经返工后仍不合格的产品,应做出报废决定。报废不合格品应立即移至报废品区,隔离存放,并建立报废台账。报废品须经质量负责人或其授权人审批后实施销毁。销毁方式应确保产品无法以任何形式再进入市场或被误用,且不造成环境污染。宜采用符合环保要求的焚烧、高温分解或深度填埋等合规方式。含动物源性成分的产品销毁还应遵守相关生物安全及病死动物无害化处理规定。销毁过程应由至少两名签订保密协议的人员在场监督,并如实记录销毁日期、方式、产品名称、批次、数量、销毁地点和执行人签字。报废与销毁记录作为质量追溯体系的重要部分,保存期限不应少于产品相应保质期后6个月。

9 质量追溯与召回

9.1 追溯体系建立

9.1.1 追溯信息记录

9.1.1.1 企业应建立并保持一套完整的质量追溯信息记录系统,确保从原辅料入厂、生产过程、成品检验到出厂运输的全链条信息可追溯。追溯信息记录应真实、准确、完整,并宜采用电子化管理系统进行管理。

9.1.1.2 记录应至少涵盖以下环节:

——原辅料接收:记录原料批次号、供应商信息、数量、验收结果、入库日期等;

——生产过程:记录各工序的起止时间、设备编号、关键工艺参数(温度、pH值、时间等)、操作人员等信息,形成生产批记录;

——成品检验:记录成品批次号、检验项目、检验结果、检验人员及日期,应能与生产批记录唯一对应;

——销售出库:记录产品批次号、发货数量、客户名称、联系方式及发货日期。

9.1.1.3 企业应规定各类记录的保存期限,应不低于产品保质期后六个月,法律法规另有规定的,从其规定。记录保存期间应确保其完整性和可检索性。

9.1.2 批次管理

9.1.2.1 企业应建立严格的批次管理制度。批次定义应为:在相同生产周期内,采用同一批原料、同一工艺条件生产的,具有均一质量的产品单元。

9.1.2.2 企业应制定唯一的批次编号编制规则，确保每个产品批次均有唯一性标识。批次编号应能体现生产日期、生产线别或产品规格等信息，以便于快速识别和追溯。批次号应清晰、牢固地打印或粘贴在各级包装容器上。

9.1.2.3 应建立从原料到成品、从成品到原料的正向和反向追溯模拟机制。宜定期（每年至少一次）进行模拟追溯演练，以验证追溯体系的有效性。演练应要求在2小时内完成从成品批次到全部相关原料批次记录的追溯，并在4小时内完成从特定原料批次到所有相关成品批次的追溯。演练结果应形成记录，对发现的问题应及时采取纠正措施。

9.2 产品召回

9.2.1 召回启动与实施

9.2.1.1 当发现已交付的动物蛋白肽冻干粉存在可能危害消费者健康的食品安全风险时，应依法立即启动产品召回程序。可能触发召回的典型情况包括但不限于：

- 成品检验中发现致病菌（如沙门氏菌）或污染物超标，且已确认该批次产品已交付；
- 对留样产品进行回顾性检验，发现安全卫生指标不合格；
- 接到监管部门的通报或消费者投诉，证实存在食源性疾病风险。

9.2.1.2 企业应明确指定产品召回的负责人及职责权限，该负责人应具备直接调配内部资源和对外沟通的权限，能立即组建召回工作组。应在做出召回决策后24小时内，向所在地县级以上食品安全监督管理部门提交书面召回计划。召回计划至少应包括：召回食品的名称、批次、规格、数量、销售区域分布、召回原因及风险等级、召回时限、相关责任方和具体实施措施。

9.2.1.3 应通过企业网站、销售终端或公共媒体等有效渠道发布召回公告，公告内容应清晰、准确，并告知消费者立即停止使用该批次产品及相应的处置方式。应建立召回进展台账，记录召回产品的去向及数量。

9.2.2 召回后处理与评估

9.2.2.1 召回的产品应立即进行有效隔离、存放于指定区域，并挂贴清晰的标识以防止误用。应组织技术小组对召回产品及同批次留样进行复验和风险评估，根据评估结果决定处置方式。处置方式可包括：

——经重新加工能达到合格质量标准的，在技术可行的前提下进行返工处理，并对返工后产品进行全项检验，合格后方可重新放行；

——存在严重安全风险，或返工成本过高且技术不可行的，应进行无害化销毁处理。销毁过程应委托有资质的第三方机构进行或在其见证下自行实施，并保留完整的销毁记录和凭证。

9.2.2.2 召回行动结束后，企业应在10个工作日内完成召回总结报告，并提交至相关监管部门。报告应涵盖召回实施的整个过程，分析风险产生的原因。应运用根本原因分析方法，对质量管理体系进行系统性评估和审查，针对失效环节制定并实施纠正与预防措施，防止同类问题再次发生。应重新评估供应链管理、过程监控及成品检验的充分性，必要时予以修订和加强。