



410096S-2021



河南钐艺食品有限公司企业标准

Q/HQS 0103S-2021

黑果腺肋花楸果人参多肽谷物 粉

2021-01-13 发布

2021-01-13 实施

河南钐艺食品有限公司 发布

前 言

本标准按照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》的规定编写。

本标准的附录 A、B、C 为规范性附录。

本标准由河南钎艺食品有限公司提出。

本标准由河南钎艺食品有限公司起草。

本标准主要起草人：杨杰。

H N

Q B

黑果腺肋花楸果人参多肽谷物粉

1 范围

本标准规定了黑果腺肋花楸果人参多肽谷物粉的要求、检验方法、检验规则等。

本标准适用于以黑果腺肋花楸果、燕麦、薏米为主要原料，添加食用麦麸、人参肽、苦瓜肽、小麦低聚肽、牛骨髓肽、菊粉、麦味香精、奶味香精，经预处理或不预处理、熟制、粉碎、混配搅拌、包装加工而成的黑果腺肋花楸果人参多肽谷物粉。

2 要求

2.1 原辅料要求

2.1.1 黑果腺肋花楸果应符合国家卫生健康委 2018 年第 10 号公告的规定。

2.1.2 薏米应符合《中华人民共和国药典》2020年版一部的规定。

2.1.3 燕麦应符合NY/T 892和 GB 2715 的规定。

2.1.4 食用麦麸应符合NY/T 3218的规定。

2.1.5 小麦低聚肽应符合原卫生部 2012 年第 16 号公告的规定。

2.1.6 菊粉应符合 GB/T 29602 和原卫生部《关于批准菊粉、多聚果糖为新资源食品的公告》（2009 年 第 5 号）的规定。

2.1.7 人参肽应符合 Q/WTTH 0077S 的规定，见附录 A。

2.1.8 牛骨髓肽粉应符合 Q/WTTH 0046S 的规定，见附录 B。

2.1.9 苦瓜肽应符合 Q/WTTH 0023S 的规定，见附录 C。

2.1.10 麦味香精、奶油香精应符合 GB 30616 的规定。

2.1.11 生产用水应符合 GB 5749 的规定。

2.2 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
性 状	粉状或颗粒状	从样品中取出适量，置于一洁净的白色盘（瓷盘或同类容器）中，自然光下用肉眼观察性状、色泽、杂质，嗅其气味，然后将样品冲调或冲调加热后，以温开水漱口，品其滋味
色 泽	具有本品应有的色泽	
气、滋味	具有本品固有的气味、滋味，无异味	
杂 质	无肉眼可见外来杂质	

2.3 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	检验方法
水分, g/100g	≤ 10.0	GB 5009.3

总砷（以 As 计），mg/kg	≤	0.5	GB 5009.11
*铅（以 Pb 计），mg/kg	≤	0.4	GB 5009.12
肽含量（以干基计），g/100g	≥	10	GB/T 22492 附录 B
黄曲霉毒素 B ₁ ，μg/kg	≤	5.0	GB 5009.22

注：*铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

2.4 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 ^a 及限量				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数, CFU/g	5	2	10 ⁴	10 ⁵	GB 4789.2
大肠菌群, CFU/g	5	2	10	10 ²	GB 4789.3 中的平板计数法
霉菌, CFU/g	5	2	50	100	GB 4789.15
沙门氏菌, /25g	5	0	0	-	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌, CFU/g	5	1	10 ²	10 ³	GB 4789.10 第二法

a 样品的采样及处理按 GB4789.1 执行

2.5 净含量及允许短缺量

净含量及允许短缺量应符合 JJF 1070 的规定。

2.6 食品生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

2.7 其他要求

食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定；真菌毒素限量应符合 GB 2761 的规定；污染物限量应符合 GB 2762 的规定；农药残留限量应符合 GB 2763 的规定；新食品原料的使用应符合国家相关公告的规定。

3 检验

出厂检验项目包括：感官要求、净含量及允许短缺量、水分、菌落总数、大肠菌群。型式检验按国家相关规定执行。

附录 A:

备案号:421498S-2020

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0077S-2020

代替Q/WTTH 0077S-2019

人参肽粉

2020-09-10 发布

2020-10-20 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0077S-2020

前 言

本标准的附录A、附录B、附录C为规范性的附录。

本标准是根据《中华人民共和国标准化法》、《中华人民共和国食品安全法》的规定，并依据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编写，作为企业组织、生产、检验、贸易和质量仲裁的依据。

本标准与Q/WTTH0077S-2019相比，主要变化如下：

- 规范性引用文件进行了更新；
- 调整了总皂苷的检测指标；
- 增加了附录C总皂苷的检测方法。

本标准由武汉天天好生物制品有限公司提出。

本标准起草单位：武汉天天好生物制品有限公司。

本标准主要起草人：于兰 陈大伟。

本标准历次发布时间：2019年01月15日、2020年9月×日。



人参肽粉

1 范围

本标准规定了人参肽的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以人参（人工种植）为原料，经清洗、粉碎、干燥制得干粉，经高温变性、蛋白酶酶解、酶灭活、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装等工艺制得的人参肽粉。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准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 191-2008	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 2761	食品安全国家标准 食品中真菌毒素的限量
GB 2762	食品安全国家标准 食品中污染物的限量
GB 2763	食品安全国家标准 食品中农药残留限量
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 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 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 5749	生活饮用水卫生标准
GB/T 6543-2008	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
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 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB 29921	食品安全国家标准 食品中致病性微生物
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则
	《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75号（2005）
	《食品标识管理规定》国家质量监督检验检疫总局令 第123号（2009）
	中华人民共和国卫生部关于批准人参（人工种植）为新资源食品的公告（2012年第17号）

3 技术要求

3.1 基本要求

- 3.1.1 不得添加任何非食用的原料。
 3.1.2 食品添加剂的品种和使用量应符合 GB 2760 的规定。
 3.1.3 所使用的食品原料中真菌毒素限量应符合 GB 2761 的规定。
 3.1.4 所使用的食品原料中污染物限量应符合 GB 2762 的规定。
 3.1.5 所使用的食品原料中农药残留应符合 GB 2763 的规定。
 3.1.6 不得采用可能影响食品安全的不合理的加工工艺。

3.2 原辅料要求

- 3.2.1 人参（人工种植）：应符合卫生部 2012 年第 17 号公告要求。
 3.2.2 蛋白酶：应符合 GB 1886.174 的规定。
 3.2.3 生产过程中用水：应符合 GB 5749 的规定。

3.3 感官要求

应符合表 1 的规定。

表1 感官要求

项目	要求
色泽	黄色或黄棕色
溢、气味	具有本产品特有的溢味与气味，无异味、异嗅
状态	粉末状或颗粒状，色泽均匀，无结块、无吸潮，无正常视力可见外来异物

3.4 理化指标

应符合表 2 的规定。

表2 理化指标

项目	指 标
水分 (g/100g)	≤ 7.0
蛋白质 (g/100g) 以干基计	≥ 40.0
肽含量 (g/100g) 以干基计	≥ 30.0
总皂苷 (以人参皂苷 Re 计) / (g/100g)	≥ 1.5
总糖 (g/100g)	≥ 20.0
灰分 (g/100g)	≤ 8.0
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤ 0.5
铅 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 0.5

3.5 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表3 微生物指标

项 目	采样方案及限量 (若非指定, 以/25g 表示)			
	n	c	m	M
菌落总数 / (CFU/g)	5	2	3×10^4	10^6
大肠菌群 / (CFU/g)	5	1	10^1	10^2
沙门氏菌	5	0	0	—
金黄色葡萄球菌	5	1	100 CFU/g	1000 CFU/g

Q/WTTH 0077S-2020

3.6 净含量及允许短缺量

按国家质量监督检验检疫总局令 第 75 号 (2005)《定量包装商品计量监督管理办法》执行。

3.7 生产过程中的卫生要求

应符合 GB14881 的规定。

4 试验方法

4.1 感官检验

取 2g 试样置于洁净的烧杯中,用 200ml 温开水配制成 1%溶液,在自然光下观察色泽和有无沉淀。闻其气味,用温开水漱口,品其滋味。

4.2 理化指标

4.2.1 水分:按 GB 5009.3 规定检验。

4.2.2 蛋白质:按 GB 5009.5 规定检验。

4.2.3 肽含量:按附录 B 规定检验。

4.2.4 总皂苷:按附录 C 规定检验。

4.2.5 总糖:按附录 A 规定方法检验。

4.2.6 灰分:按 GB 5009.4 规定检验。

4.2.7 总磷:按 GB 5009.11 规定检验。

4.2.8 铅:按 GB 5009.12 规定检验。

4.3 微生物检验

4.3.1 菌落总数:按 GB 4789.2 规定检验。

4.3.2 大肠菌群:按 GB 4789.3 第二法规定检验。

4.3.3 致病菌(沙门氏菌、金黄色葡萄球菌):分别按 GB 4789.4、GB 4789.10 规定检验。

4.4 净含量

按 JJF 1070 规定的方法进行检验。

5 检验规则

5.1 原辅料检验

原辅料入库需经本单位检验部门检验合格或索取产品检验合格证明后方可入库。

5.2 出厂检验

5.2.1 产品出厂前应由本公司质检部门按本标准进行检验,检验合格后并附合格证方可出厂。

5.2.2 出厂检验项目包括:感官、标签、净含量、水分、蛋白质、总皂苷、菌落总数、大肠菌群。

5.3 型式检验

5.3.1 正常生产时每年进行一次型式检验;有下列情况时也应进行型式检验。

- 当原料来源发生变化或主要设备更换,可能影响产品质量时;
- 出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异时;
- 停产 3 个月以上恢复生产时;
- 国家食品安全监督机构提出要求时。

5.3.2 型式检验包括技术要求中的全部项目。

5.4 组批

同一批原料、同一配料、同一班次、同一条生产线生产的产品为一批。

Q/WTTH 0077S-2020

5.5 抽样方法和抽样数量

5.5.1 出厂检验每次在每批中随机抽取不少于6个最小销售包装的成品进行检测，样品分为两份，一份作为检验样品，一份作为备样样品。

5.5.2 型式检验抽样应在出厂检验合格批次中随机抽取不少于10个最小销售包装的成品进行检测，样品分为两份，一份作为检验样品，一份作为备样样品。

5.6 判定规则

所检项目全部合格判为合格。若出现不超过二项不合格项时，可加倍抽样复验，复验合格则判为该批产品合格；如仍有不合格项目，则判定该批产品为不合格。微生物项目不得复验。

6 标志、标签、包装、运输、贮存和保质期

6.1 标志、标签

6.1.1 产品标签应符合GB 7718、GB 28050和国家质检总局第123号（2009）《食品标识管理规定》的规定。不适宜人群：孕妇、哺乳期妇女及14周岁以下儿童，最大食用量不超过折算后新资源公告中人参（人工种植）的日最大食用量。

6.1.2 包装储运图示标志应符合GB/T 191的规定。

6.2 包装

6.2.1 产品内包装采用聚乙烯袋，应符合GB 4806.7的规定。

6.2.2 运输包装采用瓦楞纸箱，应符合GB/T 6543的规定。

6.2.3 产品包装规格：50g/袋、100g/袋、0.25kg/袋、0.5kg/袋、5kg/袋、10kg/袋，允许发展其他包装规格。

6.3 运输

产品运输工具必须清洁、卫生、无异味、无污染；在运输过程中应轻拿轻放，防潮、防暴晒、雨淋，严禁与有毒有害、有异味、易污染的物品混装、混运。

6.4 贮存

产品应贮存于清洁、卫生、通风、防潮、防鼠、无异味的库房内，贮存时应留有一定间隙，隔墙离地，不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀、易污染的物品混存。

6.5 保质期

产品在符合上述条件下，自生产之日产品未开封起，保质期为24个月。



附录 A

(规范性附录)

总糖的检验方法

A.1 原理

苯酚-硫酸法测总糖，是利用多糖在硫酸的作用下先水解成单糖，并迅速脱水生成糖醛衍生物，然后与苯酚生成橙黄色化合物，再以比色法测定。

A.2 试剂

A.2.1 浓硫酸
分析纯，95.5%。

A.2.2 苯酚

80克苯酚（分析纯重蒸馏试剂）加20克水使之溶解，可置冰箱中避光长期储存，临用前以80%苯酚配制6%的苯酚溶液（每次测定均需现配）。

A.2.3 标准葡萄糖

或分析纯葡萄糖。

A.2.4 三氯乙酸（TCA）

15克TCA加85克水使之溶解，可置冰箱中长期储存。

A.2.5 三氯乙酸（TCA）

25克TCA加475克水使之溶解，可置冰箱中长期储存。

A.2.6 氢氧化钠

120克分析纯氢氧化钠溶于500ml水。

A.2.7 盐酸

配制成6mol/L的盐酸溶液。

A.3 仪器和设备

A.3.1 紫外分光光度计。

A.3.2 离心机。

A.3.3 电子恒温水浴锅。

A.3.4 电子天平；分度值0.0001g。

A.4 操作步骤

A.4.1 标准曲线制作

准确称取标准葡萄糖（或葡萄糖）20mg于500ml容量瓶中，加水至刻度，分别吸取0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6及1.8ml，各以蒸馏水补至2.0ml，然后加入6%苯酚1.0ml及浓硫酸5.0ml，摇匀冷却，室温放置20分钟以后于490nm测光密度，以2.0ml水按同样显色操作为空白，横坐标为多糖微克数，纵坐标为光密度值，得标准曲线。

A.4.2 样品处理

A.4.2.1 取1g样品加1ml 15%TCA溶液研磨，再加少许5%TCA溶液研磨，倒上清液于10毫升离心管中，再加少许5%TCA溶液研磨，倒上清液，重复3次。最后一次将残渣一起倒入离心管，注意：总的溶液不要超出10毫升。

A.4.2.2 离心，转速3000转/分钟，共三次，第一次15分钟，取上清液，后两次各5分钟取上清液到25毫升锥形比色管中，最后滤液保持18毫升左右。

Q/WTTH 0077S-2020

A.4.2.3 水浴，在向比色管中加入 2 毫升 6mol/L 盐酸之后摇匀，在 96℃ 水浴锅中水浴 2 小时。

A.4.2.4 定容取样。水浴后，用流水冷却后加入 2 毫升 6mol/L 氢氧化钠摇匀。定容至 25 毫升的容量瓶中。吸取 0.2 ml 的样品液，以蒸馏水补至 2.0ml，然后加入 6% 苯酚 1.0ml 及浓硫酸 5.0ml，摇匀冷却室温放置 20 分钟。

A.4.3 样品总糖含量测定

取处理好的样品，于 490nm 测光密度。每次测定取双样对照，以标准曲线计算总糖含量。



附录 B

(规范性附录)

肽含量的检验方法

B.1 原理

高分子蛋白质在酸性条件下易被沉淀,相对分子质量较小的蛋白质水解物(酸溶蛋白质)可溶于酸性溶液(其中包含肽及游离氨基酸)。样品经酸化后,滤液中的酸溶蛋白质含量减去游离氨基酸含量即为肽含量。

B.2 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中二级用水的规格,使用试剂除特殊规定外,均为分析纯。

- B.2.1 三氯乙酸,150 g/L。
- B.2.2 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- B.2.3 硫酸钾。
- B.2.4 硫酸,密度为 1.841 9 g/L。
- B.2.5 硼酸溶液,20 g/L。
- B.2.6 氢氧化钠溶液,400 g/L。
- B.2.7 盐酸:优级纯。
- B.2.8 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.050 0 \text{ mol/L}$] 或盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.050 0 \text{ mol/L}$]。
- B.2.9 混合指示液:1份 1 g/L 甲基红乙醇溶液与 5份 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液临时混合,或 2份 1 g/L 甲基红乙醇溶液与 1份 1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液临时混合。
- B.2.10 混合氨基酸标准液,0.002 5 mol/L。
- B.2.11 pH2.2 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加入 16.5 mL 浓盐酸并加水稀释到 1 000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 2.2。
- B.2.12 pH3.3 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠,加入 12 mL 浓盐酸并加水稀释到 1 000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 3.3。
- B.2.13 pH4.0 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠,加入 9 mL 浓盐酸并加水稀释到 1 000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 4.0。
- B.2.14 pH6.4 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠和 46.8 g 氯化钠(优级纯),加水溶解并稀释到 1 000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.4。
- B.2.15 pH5.2 的乙酸锂溶液:称取氢氧化锂($\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)168 g,加入冰乙酸(优级纯)279 mL,加水稀释到 1 000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 5.2。
- B.2.16 茚三酮溶液:取 150 mL 二甲基亚砜($\text{C}_2\text{H}_5\text{OS}$)和 30 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)搅拌均匀完全溶解。

B.3 仪器与设备

- B.3.1 氨基酸自动分析仪。

B.4 操作步骤**B.4.1 酸溶蛋白质含量的测定**

B.4.1.1 准确称取样品 1.000 g(精确至 0.001 g),加入 15%三氯乙酸(TCA)溶液溶解并定容至 50 mL,混匀并静置 5 min,过滤,去除初滤液,滤液作为备用液。

B.4.1.2 吸取 10.00 mL~25.00 mL 滤液,移入干燥的 100 mL 或 500 mL 定氮瓶中,加入 0.2 g 硫酸铜,6 g 硫酸钾及 20 mL 硫酸,稍摇匀后于瓶口放一小漏斗,将瓶以 45°角斜支于有小孔的石棉网上。小心加热,待内容物全部碳化,泡沫完全停止后,加强火力,并保持瓶内液体微沸,至液体呈蓝绿色澄清透明后,再继续加热 0.5 h~1 h。取下放冷,小心加 20 mL 水。放冷后,移入 100 mL 容量瓶中,并用少量水洗净定氮瓶,洗液并入容量瓶中,再加水至刻度,混匀备用。同时做试剂空白试验。

B.4.1.3 测定,按图 B.1 装好定氮蒸馏装置,于水蒸气发生瓶内装水至三分之二处,加入数粒玻璃珠,加甲基红指示液数滴及数毫升硫酸,以保持水呈酸性,用调压器控制,加热煮沸水蒸气发生瓶内的水。

B.4.1.4 向接收瓶内加入 10 mL 硼酸溶液(20 g/L)及 1 滴~2 滴混合指示液,并使冷凝管的下端插入液面下,准确吸取 10 mL 试样处理液由小漏斗流入反应室,并以 10 mL 水洗涤小烧杯使流入反应室,立即将玻塞盖紧,并加水于小烧杯以防漏气。夹紧螺旋夹,开始蒸馏。蒸馏 5 min。移动接收瓶,使液面离开冷凝管下端,再蒸馏 1 min。然后用少量水冲洗冷凝管下端外部。取下接收瓶,滴加指示剂,以硫酸或盐酸标准滴定溶液(0.05 mol/L)滴定至灰色或蓝紫色为终点。同时准确吸取 10 mL 试剂空白消化液按同样步骤操作。

B.4.1.5 试样中蛋白质的含量按式(B.1)进行计算。

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0140}{m \times 10/100} \times F \times 100 \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

X_1 ——试样中蛋白质的含量,单位为克每百克(g/100 g);

V_1 ——试样消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫酸或盐酸标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.0140——1.0 mL 硫酸[$c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.0500 \text{ mol/L}$]或盐酸[$c(\text{HCl}) = 0.0500 \text{ mol/L}$]标准滴定溶液相当的氮的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL);

F ——氮换算为蛋白质的系数,取 6.25。

计算结果保留三位有效数字。

B.4.1.6 重复性:在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过两次测定结果算术平均值的 10%。

B.4.2 游离氨基酸含量的测定

B.4.2.1 准确称取样品(使试样游离氨基酸含量在 10 mg~20 mg 范围内),用 pH 为 2.2 的缓冲液溶解,定容至 50 mL,供仪器测定用。

B.4.2.2 准确吸取 0.200 mL 混合氨基酸标准溶液,用 pH 2.2 的缓冲液稀释到 5 mL,此标准稀释液浓度为 5.00 nmol/50 μL ,作为上机测定用的氨基酸标准,用氨基酸自动分析仪以外标法测定试样测定液的氨基酸含量。

B.4.2.3 结果按式(B.2)计算:

Q/WTTH 0077S-2020

$$X_2 = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^4} \times 100 \dots\dots\dots$$

式中,

- X_2 ——试样氨基酸的含量,单位为克每百克(g/100 g);
 c ——试样测定液中氨基酸含量,单位为纳摩尔每 50 微升(nmol/50 μ L);
 F ——试样稀释倍数;
 V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);
 M ——氨基酸相对分子质量;
 m ——试样质量,单位为克(g);
 $\frac{1}{50}$ ——折算成每毫升试样测定的氨基酸含量,单位为微摩尔每升(μ mol/L);
 10^4 ——将试样含量由纳克(ng)折算成克(g)的系数。

十六种氨基酸相对分子质量:天冬氨酸,133.1;苏氨酸,119.1;丝氨酸,105.1;谷氨酸,147.1;脯氨酸,115.1;甘氨酸,75.1;丙氨酸,89.1;缬氨酸,117.2;蛋氨酸,149.2;异亮氨酸,131.2;亮氨酸,131.2;酪氨酸,181.2;苯丙氨酸,165.2;组氨酸,155.2;赖氨酸,146.2;精氨酸,174.2。

计算结果表示为:试样氨基酸含量在 1.00 g/100 g 以下,保留两位有效数字;含量在 1.00 g/100 g 以上,保留三位有效数字。

B.4.2.4 精密度:在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 12%。

B.4.2.5 氨基酸分析仪得到的色谱图见图 B.2。各种氨基酸的出峰顺序和保留时间见表 B.1。

B.5 结果计算

试样中多肽含量按式(B.3)计算:

$$X = X_1 - X_2 \dots\dots\dots(B.3)$$

式中:

- X ——试样中多肽的含量,单位为克每百克(g/100 g);
 X_1 ——试样中酸溶蛋白质的含量,单位为克每百克(g/100 g);
 X_2 ——试样中游离氨基酸的含量,单位为克每百克(g/100 g)。

B.6 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过两次测定结果算术平均值的 12%。

Q/WTTH 0077S-2020

附录C

(规范性的附录)

总皂苷的测定

1. 试剂

1.1 Amberlite-XAD-2 大孔树脂, Sigma 化学公司, U.S.A

1.2 甲醇 分析纯。

1.3 乙醇 分析纯。

1.4 中性氧化铝 层析用, 100-200目。

1.5 高氯酸 分析纯。

1.6 冰乙酸 分析纯。

1.7 香草醛溶液 称取 5g 香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至 100mL。

1.8 人参皂甙 Re 购自中国药品生物制品检定所。

1.9 人参皂甙 Re 标准溶液: 精确称取人参皂甙 Re 标准品 0.020g, 用甲醇溶解并定容至

10.0mL, 即每毫升人参皂甙 Re 2.0mg。

2. 实验步骤

2.1 试样处理

2.1.1 固体试样: 称取 1.000g 左右的试样 (根据试样含人参量定), 置于 100mL 容量瓶中, 加少量水, 超声 30min, 再用水定容至 100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液 1.0mL 进行柱层析。

2.1.2 液体试样: 含乙醇的补酒类保健食品, 吸取 1.0mL 试样 (假如浓度高、或颜色深, 需稀释一定体积后再取 1.0mL) 进行柱层析。

2.2 柱层析: 用 10mL 注射器做层析管, 内装 3cm Amberlite-XAD-2 大孔树脂, 上加 1cm 中性氧化铝。先用 25mL 70% 乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用 25mL 水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入 1.0mL 已处理好的试样溶液 (见 B.3.1), 用 25mL 水洗柱, 弃去洗脱液, 用 25mL 70% 乙醇洗脱人参皂甙, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于 60℃ 水浴挥干。以此作显色用。

2.3 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入 0.2mL 5% 香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加 0.8mL 高氯酸, 均匀后移入 5mL 带塞刻度离心管中, 60℃ 水浴加热 10min, 取出, 冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸 5.0mL, 摇匀后, 以 1cm 比色池与 560nm 波长处与标准管一起进行比色测定。

2.4 标准管: 吸取人参皂甙 Re 标准溶液 (2.0mg/mL) 100 μ l 放蒸发皿中, 放在水浴挥干 (低于 60℃), 或热风烘干 (勿使过热), 以下操作从 “B.3.2 柱层析。” 起, 与试样相同。测定

Q/WTTH 0077S-2020

吸光度值。

3. 计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times c \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

X——试样中总皂甙量（以人参皂甙 Re 计），g/100g

A1——被测液的吸光度值；

A2——标准液的吸光度值；

C——标准管人参皂甙 Re 的量， μg ；V：试样稀释体积，mL。

M——试样质量，g

计算结果保留二位有效数字。



备案号:420121S-2020

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0046S-2019

代替Q/WTTH 0046S-2017

牛骨髓肽粉

2019-12-14 发布



2020-01-20 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTH 0046S-2019

前 言

本标准的附录A、附录B为规范性的附录。
本标准编制所依据的起草规则为GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》。
本标准代替了Q/WTH 0046S-2017
本标准与Q/WTH 0046S-2017相比，主要变化如下：
——对规范性引用文件进行了技术查新
——检测指标蛋白质、低聚肽中增加了氮的细数 $N \times 6.25$
——规范了微生物指标的表达
——增加了附录A相对分子质量分布的测定
——增加了附录B低聚肽的测定方法
本标准由武汉天天好生物制品有限公司提出。
本标准起草单位：武汉天天好生物制品有限公司
本标准主要起草人：陈大伟 于兰
本标准历次发布时间：2014年01月16日、2017年01月13日、2019年12月14日。



Q/WTTH 0046S-2019

牛骨髓肽粉

1 范围

本标准规定了牛骨髓肽粉产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以新鲜经检疫合格的冷冻牛骨髓为原料，经清洗、解冻、绞碎、高温变性、添加碱性蛋白酶酶解，灭酶、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装工艺制得的牛骨髓肽粉。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准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标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 191-2008	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 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 2761	食品安全国家标准 食品中真菌毒素的限量
GB 2762	食品安全国家标准 食品中污染物的限量
GB 2763	食品安全国家标准 食品中农药残留限量
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 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 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 5009.6	食品安全国家标准 食品中脂肪的测定
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 5009.90	食品安全国家标准 食品中铁的测定
GB 5009.9	食品安全国家标准 食品中钙的测定
GB 5749	生活饮用水卫生标准
GB/T 6543-2008	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
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 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB 29921	食品安全国家标准 食品中致病性细菌限量
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则

Q/WTTH 0046S-2019

《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75号 (2005)
 《食品标识管理规定》国家质量监督检验检疫总局令 第123号 (2009)
 动物性食品中兽药最高残留限量 (农业部2002年235号公告)

3 技术要求

3.1 基本要求

- 3.1.1 不得添加任何非食用的原料。
 3.1.1 不得添加任何非食用的原料。
 3.1.2 食品添加剂的品种和使用量应符合 GB 2760 的规定。
 3.1.3 所使用的食品原料中真菌毒素限量应符合 GB 2761 的规定。
 3.1.4 所使用的食品原料中污染物限量应符合 GB 2762 的规定。
 3.1.5 所使用的食品原料中农药残留应符合 GB 2763 的规定。
 3.1.6 所使用的食品原料中兽药残留限量应符合农业部 2002 年 235 号公告要求。
 3.1.7 不得采用可能影响食品安全的不合理的加工工艺。

3.2 原辅料要求

- 3.2.1 牛骨髓：应符合 GB 2707 的规定。
 3.2.2 碱性蛋白酶：应符合 GB 1886.174 的规定。
 3.2.3 生产用水：应符合 GB 5749 的规定。

3.3 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求
色泽	黄褐色
滋、气味	具有本产品特有的滋味与气味，无异味、异嗅
状态	粉末状或颗粒状，色泽均匀，无结块、无吸潮，无正常视力可见外来异物

3.4 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指 标
水分/ (g/100g)	≤ 8.0
灰分/ (g/100g)	≤ 8.0
蛋白质/ (g/100g) 以干基计 (N×6.25)	≥ 85.0
低聚肽/ (g/100g) 以干基计 (N×6.25)	≥ 80.0
相对分子质量小于 20000 以下的比例/ (%)	≥ 80.0
粗脂肪/ (%)	≤ 0.5
钙/ (以 Ca 计) / (mg/kg)	0.1-0.5
铁/ (以 Fe 计) / (mg/kg)	20-40
总砷/ (以 As 计) / (mg/kg)	≤ 0.4
铅/ (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 0.4

注：限量指标以相应的原料脱水率折算。

Q/WITH 0046S-2019

3.5 微生物指标

应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	采样方案及限量(非指定,以/25g表示)			
	n	c	m	M
菌落总数/(CFU/g)	5	2	3×10^1	10^2
大肠菌群/(CFU/g)	5	1	10	10^2
沙门氏菌	5	0	0	—
金黄色葡萄球菌	5	1	100CFU/g	1000CFU/g
霉菌及酵母/(CFU/g)	≤50			

3.6 净含量及允许短缺量

按国家质量监督检验检疫总局[2005]年第75号《定量包装商品计量监督管理办法》执行。

3.7 生产加工过程的卫生要求

应符合GB 14881的规定。

4 试验方法

4.1 感官检验

取适量试样置于洁净的白色盘(瓷盘或同类容器)中,在自然光下观察色泽和状态,闻其气味,用温开水漱口,品其滋味。

4.2 理化指标

4.2.1 水分:按GB 5009.3规定检验。

4.2.2 灰分:按GB 5009.4规定检验。

4.2.3 蛋白质:按GB 5009.5规定检验。

4.2.4 相对分子质量:按附录A规定方法检验。

4.2.5 低聚肽:按附录B规定方法检验。

4.2.6 粗脂肪:按GB 5009.6规定方法检验。

4.2.7 钙:按GB 5009.92规定方法检验。

4.2.8 铁:按GB 5009.90规定方法检验。

4.2.9 总磷:按GB 5009.11规定方法检验。

4.2.10 铅:按GB 5009.12规定检验。

4.3 微生物检验

4.3.1 菌落总数:按GB 4789.2规定检验。

4.3.2 大肠菌群:按GB 4789.3规定检验。

4.3.3 霉菌和酵母:按GB 4789.15规定检验。

4.3.4 沙门氏菌:按GB 4789.4规定检验。

4.3.5 金黄色葡萄球菌:按GB 4789.10规定检验。

4.4 净含量

按JJF 1070规定的方法进行检验。

5 检验规则

5.1 原辅料检验



Q/WTH 0046S-2019

原辅料入库需经本单位检验部门检验合格或索取产品检验合格证明后方可入库。

5.2 出厂检验

- 5.2.1 产品出厂需经工厂检验部门逐批检验合格，附产品合格证方能出厂。
5.2.2 出厂检验项目包括：标签、感官指标、水分、蛋白质、菌落总数、大肠菌群。

5.3 型式检验

- 5.3.1 正常生产时每年进行一次型式检验；有下列情况时也应进行型式检验。

- 当原料来源、设备有改变时；
- 停产3个月以上，再恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 国家食品安全监督部门提出要求时。

- 5.3.2 型式检验项目包括技术要求中的全部项目。

5.4 组批

以同批原料、同一配料、同一班次生产的产品为一批。

5.5 抽样方法和抽样数量

- 5.5.1 出厂检验每次在每批中随机抽取不少于6个最小销售包装的成品进行检测，样品分为两份，一份作为检验样品，一份作为备样样品。

- 5.5.2 型式检验抽样应在出厂检验合格批次中随机抽取不少于10个最小销售包装的成品进行检测，样品分为两份，一份作为检验样品，一份作为备样样品。

5.6 判定规则

所检项目全部合格判为合格。若出现二项（含二项）不合格时，可加倍抽样复验，复验合格则判为该批产品合格；如仍有不合格项目，则判定该批产品为不合格。微生物项目不得复验。

6 标志、标签、包装、运输、贮存和保质期

6.1 标志、标签

- 6.1.1 本产品销售包装标签应符合GB 7718、GB 28050和国家质检总局123号(2009)《食品标识管理规定》的规定。

- 6.1.2 本产品的运输包装上应注明产品名称、规格、数量、生产单位名称及地址及符合GB/T 191的规定。

6.2 包装

- 6.2.1 产品销售包装采用聚乙烯PE袋，应符合GB 4806.7的规定。
6.2.2 运输包装采用瓦楞纸箱包装，瓦楞纸箱应符合GB/T 6543的规定。
6.2.3 产品包装规格：0.25kg/袋、0.5kg/袋、5kg/袋、10kg/袋，按市场需求增加其它规格。

6.3 运输

运输工具必须清洁、卫生、无异味、无污染；运输过程中必须防雨、防潮、防暴晒。严禁与有毒有害、有异味、易污染的物品混装、混运。

6.4 贮存

产品应贮存于清洁卫生、通风、防潮、防鼠、无异味的库房中，食品贮存时应留有一定间隙，隔墙离地，严禁与有毒有害、有异味、易污染的物品混存。

6.4 保质期

在符合本标准规定条件下，自生产之日起，保质期为24个月。

Q/WTTH 0046S-2019

附录 A
(规范性附录)

肽相对分子质量分布的测定

A.1 原理

采用高效凝胶过滤色谱法测定。即以多孔性填料为固定相,依据样品组分相对分子质量大小的差别进行分离,在肽键的紫外吸收波长 220 nm 条件下检测,使用凝胶色谱法测定相对分子质量分布的专用数据处理软件(即 GPC 软件),对色谱图及其数据进行处理,计算得到大豆肽的相对分子质量大小及分布范围。

A.2 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中二级用水的规格,使用试剂除特殊规定外,均为分析纯。

A.2.1 乙腈

色谱纯。

A.2.2 三氟乙酸

色谱纯。

A.2.3 相对分子质量分布校正曲线所用标准品

A.2.3.1 胰岛素。

A.2.3.2 杆菌肽。

A.2.3.3 甘氨酸-甘氨酸-酪氨酸-精氨酸。

A.2.3.4 甘氨酸-甘氨酸-甘氨酸。

A.3 仪器和设备

A.3.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器和含有 GPC 数据处理软件的色谱工作站或积分仪。

A.3.2 流动相真空抽滤脱气装置。

A.3.3 电子天平:分度值 0.0001 g。

A.4 操作步骤

A.4.1 色谱条件与系统适应性实验(参考条件)

A.4.1.1 色谱柱:TSKgelG2000_{HW} 300 mm×7.8 mm(内径)或性能与此相近的同类型其他适用于测定蛋白质和肽的凝胶柱。

A.4.1.2 流动相:乙腈+水+三氟乙酸=20+80+0.1。

A.4.1.3 检测波长:220 nm。

A.4.1.4 流速:0.5 mL/min。

A.4.1.5 检测时间:30 min。

A.4.1.6 进样体积:20 μL。

A.4.1.7 柱温:室温。

A.4.1.8 为使色谱系统符合检测要求,规定在上述色谱条件下,凝胶色谱柱效即理论塔板数(N)按三肽标准品(甘氨酸-甘氨酸-甘氨酸)峰计算不低于 10 000。

A.4.2 相对分子质量标准曲线制作

分别用流动相配制质量浓度为 1 mg/mL 的上述不同相对分子质量肽标准品溶液,按一定比例混

Q/WTTH 0046S-2019

合后,用孔径 $0.2\ \mu\text{m}\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 有机相膜过滤后进样,得到标准品的色谱图。以相对分子质量的对数对保留时间作图或作线性回归得到相对分子质量校正曲线及其方程。

A.4.3 样品处理

准确称取样品 $10\ \text{mg}$ 于 $10\ \text{mL}$ 容量瓶中,加入少许流动相,超声振荡 $10\ \text{min}$,使样品充分溶解混匀,加流动相稀释至刻度,用孔径 $0.2\ \mu\text{m}\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 有机相膜过滤,滤液按A.4.1的色谱条件进行分析。

A.5 相对分子质量分布的计算

将A.4.3制备的样品溶液在A.4.1色谱条件下分析后,用GPC数据处理软件,将样品的色谱数据代入校正曲线A.4.2中进行计算,即可得到样品的相对分子质量及其分布范围。用峰面积归一法可计算得到不同肽段相对分子质量的分布情况,按式(A.1)进行计算:

$$X = \frac{A}{A_{\Sigma}} \times 100 \quad \text{.....(A.1)}$$

式中:

X ——试样中某相对分子质量肽段所占总肽段的质量分数, %;

A ——某相对分子质量肽段的峰面积;

A_{Σ} ——各相对分子质量肽段的峰面积之和, $A_{\Sigma} = \sum_{i=1}^n A_i$ (其中 n 表示样品相对分子质量段数)。

计算结果保留小数点后一位。

A.6 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过两次测定结果算术平均值的15%。

Q/WTTH 0046S-2019

附录 B

(规范性附录)

低聚肽的测定方法

B.1 原理

高分子蛋白质在酸性条件下易被沉淀,相对分子质量较小的蛋白质水解物(酸溶蛋白质)可溶于酸性溶液(其中包含肽及游离氨基酸)。样品经酸化后,滤液中的酸溶蛋白质含量减去游离氨基酸含量即为肽含量。

B.2 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中二级用水的规格,使用试剂除特殊规定外,均为分析纯。

- B.2.1 三氯乙酸,150 g/L。
- B.2.2 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- B.2.3 硫酸钾。
- B.2.4 硫酸,密度为 1.8419 g/L。
- B.2.5 硼酸溶液,20 g/L。
- B.2.6 氢氧化钠溶液,400 g/L。
- B.2.7 盐酸,优级纯。
- B.2.8 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.0500 \text{ mol/L}$] 或盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.0500 \text{ mol/L}$]。
- B.2.9 混合指示液:1份 1 g/L 甲基红乙醇溶液与 5份 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液临用时混合,或 2份 1 g/L 甲基红乙醇溶液与 1份 1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液临用时混合。
- B.2.10 混合氨基酸标准液,0.0025 mol/L。
- B.2.11 pH2.2 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加入 16.5 mL 浓盐酸并加水稀释到 1000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 2.2。
- B.2.12 pH3.3 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠,加入 12 mL 浓盐酸并加水稀释到 1000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 3.3。
- B.2.13 pH4.0 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠,加入 9 mL 浓盐酸并加水稀释到 1000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 4.0。
- B.2.14 pH6.4 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠和 46.8 g 氯化钠(优级纯),加水溶解并稀释到 1000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.4。
- B.2.15 pH5.2 的乙酸锂溶液:称取氢氧化锂($\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)163 g,加入冰乙酸(优级纯)279 mL,加水稀释到 1000 mL,用浓盐酸或 500 g/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 5.2。
- B.2.16 茚三酮溶液:取 150 mL 二甲基亚砜($\text{C}_2\text{H}_5\text{OS}$)和 50 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_9\text{H}_9\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)搅拌至完全溶解。

B.3 仪器与设备

- B.3.1 氨基酸自动分析仪。

B.4 操作步骤**B.4.1 酸溶蛋白质含量的测定**

B.4.1.1 准确称取样品 1.000 g(精确至 0.001 g),加入 16% 三氯乙酸(TCA)溶液溶解并定容至 50 mL,混匀并静置 5 min,过滤,去除初滤液,滤液作为备用液。

B.4.1.2 吸取 10.00 mL~25.00 mL 滤液,移入干燥的 100 mL 或 500 mL 定氮瓶中,加入 0.2 g 硫酸铜,6 g 硫酸钾及 20 mL 硫酸,稍摇匀后于瓶口放一小漏斗,将瓶以 45°角斜支于有小孔的石棉网上。小心加热,待内容物全部碳化,泡沫完全停止后,加强火力,并保持瓶内液体微沸,至液体呈蓝绿色澄清透明后,再继续加热 0.5 h~1 h。取下放冷,小心加 20 mL 水。放冷后,移入 100 mL 容量瓶中,并用少量水洗净氮瓶,洗液并入容量瓶中,再加水至刻度,混匀备用。同时做试剂空白试验。

B.4.1.3 测定,按图 B.1 装好定氮蒸馏装置,于水蒸气发生瓶内装水至三分之二处,加入数粒玻璃珠,加甲基红指示液数滴及数毫升硫酸,以保持水呈酸性,用调压器控制,加热煮沸水蒸气发生瓶内的水。

B.4.1.4 向接收瓶内加入 10 mL 硼酸溶液(20 g/L)及 1 滴~2 滴混合指示液,并使冷凝管的下端插入液面下,准确吸取 10 mL 试样处理液由小漏斗流入反应室,并以 10 mL 水洗涤小烧杯使流入反应室,立即将玻璃盖紧,并加水于小烧杯以防漏气,夹紧螺旋夹,开始蒸馏。蒸馏 5 min。移动接收瓶,使液面离开冷凝管下端,再蒸馏 1 min。然后用少量水冲洗冷凝管下端外部。取下接收瓶,滴加指示剂,以硫酸或盐酸标准滴定溶液(0.05 mol/L)滴定至灰色或蓝紫色为终点。同时准确吸取 10 mL 试剂空白活化液按同样步骤操作。

B.4.1.5 试样中蛋白质的含量按式(B.1)进行计算。

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0140}{m \times 10/100} \times F \times 100 \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

X_1 ——试样中蛋白质的含量,单位为克每百克(g/100 g);

V_1 ——试样消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫酸或盐酸标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.0140——1.0 mL 硫酸[$c(1/2 H_2SO_4) = 0.0500 \text{ mol/L}$]或盐酸[$c(HCl) = 0.0500 \text{ mol/L}$]标准滴定溶液相当的氮的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL);

F ——氮换算为蛋白质的系数,取 6.25。

计算结果保留三位有效数字。

B.4.1.6 重复性,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过两次测定结果算术平均值的 10%。

B.4.2 游离氨基酸含量的测定

B.4.2.1 准确称取样品(使试样游离氨基酸含量在 10 mg~20 mg 范围内),用 pH 为 2.2 的缓冲液溶解,定容至 50 mL,供仪器测定用。

B.4.2.2 准确吸取 0.200 mL 混合氨基酸标准溶液,用 pH 2.2 的缓冲液稀释到 5 mL,此标准稀释液浓度为 5.00 nmol/50 μL,作为上机测定用的氨基酸标准,用氨基酸自动分析仪以外标法测定试样测定液的氨基酸含量。

B.4.2.3 结果按式(B.2)计算:

Q/WTTH 0046S-2019

$$X_i = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots$$

式中:

 X_i ——试样氨基酸的含量,单位为克每百克(g/100 g); c ——试样测定液中氨基酸含量,单位为纳摩尔每50微升(nmol/50 μ L); F ——试样稀释倍数; V ——试样定容体积,单位为毫升(mL); M ——氨基酸相对分子质量; m ——试样质量,单位为克(g); $\frac{1}{50}$ ——折算成每毫升试样测定的氨基酸含量,单位为微摩尔每升(μ mol/L); 10^3 ——将试样含量由纳克(ng)折算成克(g)的系数。

十六种氨基酸相对分子质量:天冬氨酸:133.1;苏氨酸:119.1;丝氨酸:105.1;谷氨酸:147.1;脯氨酸:115.1;甘氨酸:75.1;丙氨酸:89.1;缬氨酸:117.2;蛋氨酸:149.2;异亮氨酸:131.2;亮氨酸:131.2;酪氨酸:181.2;苯丙氨酸:165.2;组氨酸:155.2;赖氨酸:146.2;精氨酸:174.2。

计算结果表示为:试样氨基酸含量在1.00 g/100 g以下,保留两位有效数字;含量在1.00 g/100 g以上,保留三位有效数字。

B.4.2.4 精密度:在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的12%。

B.4.2.5 氨基酸分析仪得到的色谱图见图B.2。各种氨基酸的出峰顺序和保留时间见表B.1。

B.5 结果计算

试样中多肽含量按式(B.3)计算:

$$X = X_1 - X_2 \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

 X ——试样中多肽的含量,单位为克每百克(g/100 g); X_1 ——试样中酸溶蛋白质的含量,单位为克每百克(g/100 g); X_2 ——试样中游离氨基酸的含量,单位为克每百克(g/100 g)。

B.6 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过两次测定结果算术平均值的12%。

备案号:421502S-2020

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0023S-2020

代替Q/WTTH 0023S-2018

苦瓜肽粉

2020-09-10 发布

2020-10-20 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0023S-2020

前 言

本标准的附录 A 为规范性的附录，附录 B 为资料性的附录。

本标准编制所依据的起草规则为 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》

本标准与 Q/WTTH0023S-2018 相比，主要变化如下：

- 规范性引用文件进行了更新；
- 调整了蛋白肽、肽含量的检测指标
- 调整了总皂苷的检测指标
- 规范了附录 B 原料的质量要求
- 增加了附录 A 总皂苷的测定方法

本标准由武汉天天好生物制品有限公司提出。

本标准起草单位：武汉天天好生物制品有限公司。

本标准主要起草人：于兰 江方

本标准历次发布时间：2016年6月20日、2018年3月16日、2020年9月10日。



Q/WTTH 0023S-2020

苦瓜肽粉

1 范围

本标准规定了苦瓜肽粉产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以苦瓜粉为原料，经碱性蛋白酶酶解、酶灭活、浓缩、喷雾干燥、包装等工艺制得的苦瓜肽粉。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准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标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 191-2008	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 2761	食品安全国家标准 食品中真菌毒素的限量
GB 2762	食品安全国家标准 食品中污染物的限量
GB 2763	食品安全国家标准 食品中农药残留限量
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 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 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 5009.12	食品安全国家标准 食品中铅的测定方法
GB 5749	生活饮用水卫生标准
GB/T 6543-2008	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
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/T 22492-2008	大豆肽粉
GB 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB 29921	食品安全国家标准 食品中致病性菌限量
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则
	《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75号（2005）
	《食品标识管理规定》国家质量监督检验检疫总局令 第123号（2009）

Q/WTTH 0023S-2020

3 技术要求

3.1 基本要求

- 3.1.1 不得添加任何非食用的原料。
 3.1.2 食品添加剂的品种和使用量应符合 GB 2760 的规定。
 3.1.3 所使用的食品原料中真菌毒素限量应符合 GB 2761 的规定。
 3.1.4 所使用的食品原料中污染物限量应符合 GB 2762 的规定。
 3.1.5 所使用的食品原料中农药残留应符合 GB 2763 的规定。
 3.1.6 不得采用可能影响食品安全的不合理的加工工艺。

3.2 原辅料要求

- 3.2.1 干苦瓜籽粉：应符合本标准附录 A 的规定。
 3.2.2 碱性蛋白酶：应符合 GB 1886.174 的规定。
 3.2.3 生产过程中用水：应符合 GB 5749 的规定。

3.3 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	浅黄色或黄色粉末
性 状	粉末状，色泽均匀，无结块，无吸潮
混、气味	应具有本产品特有的滋味与气味，无异味、异味
杂 质	无肉眼可见外来杂质

3.4 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标
水分, %	≤ 7.0
蛋白质, (g/100g) 以干基计 $N \times 6.25$	≥ 70.0
肽含量, (g/100g) 以干基计 $N \times 6.25$	≥ 60.0
总皂苷, %	≥ 1.0
相对分子质量小于 2000 的蛋白质水解物所占比例, (%)	≥ 80.0
灰分, (g/100g) 以干基计	≤ 8.0
铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤ 0.5

3.5 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	采样方案 ^a 及限量			
	n	c	m	M
菌落总数/ (CFU/g)	5	2	3×10^4	10^6
大肠菌群/ (CFU/g)	5	1	10^3	10^5
沙门氏菌/ (若非指定, 均以/25g 表示)	5	0	0	—

Q/WTTH 0023S-2020

金黄色葡萄球菌/(若非指定,均以/25g表示)	5	1	100CFU/g	1000 CFU/g
-------------------------	---	---	----------	------------

注: a 采样分析处理按 GB 4789.1 执行。

3.6 净含量及允许短缺量

应符合国家质量监督检验检疫总局令[2005]年第75号的规定。

3.7 生产过程中的卫生要求

应符合 GB14881 的规定。

4 试验方法**4.1 感官检验**

取适量试样置于 50ml 烧杯或白色瓷盘中,在自然光下观察色泽和状态,嗅其气味,用温开水漱口,品其滋味。

4.2 理化指标

4.2.1 水分:按 GB 5009.3 规定检验。

4.2.2 蛋白质:按 GB 5009.5 规定检验。

4.2.3 肽含量:按 GB/T 22492 附录 B 规定检验。

4.2.4 总皂苷:按附录 A 规定方法检验。

4.2.5 相对分子质量分布:按 GB/T 22492 附录 A 规定检验。

4.2.6 灰分:按 GB 5009.4 规定检验。

4.2.7 铅:按 GB 5009.12 规定检验。

4.3 微生物检验

4.3.1 菌落总数:按 GB 4789.2 规定检验。

4.3.2 大肠菌群:按 GB 4789.3 规定检验。

4.3.3 致病菌(沙门氏菌、金黄色葡萄球菌):分别按 GB 4789.4、GB 4789.10 规定检验。

4.4 净含量

按 JJF 1070 规定的方法进行检验。

5 检验规则**5.1 原辅料检验**

原辅料入库需经本单位检验部门检验合格或索取产品检验合格证明后方可入库。

5.2 出厂检验

5.2.1 产品出厂前应由本公司质检部门按本标准进行检验,检验合格后并附合格证方可出厂。

5.2.2 出厂检验项目包括:感官、标签、净含量、水分、蛋白质、菌落总数、大肠菌群。

5.3 型式检验

5.3.1 正常生产时每年进行一次型式检验;有下列情况时也应进行型式检验。

- 当原料来源发生变化或主要设备更换,可能影响产品质量时;
- 出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异时;
- 停产 3 个月以上恢复生产时;
- 国家食品安全监督机构提出要求时。

5.3.2 型式检验包括技术要求中的全部项目。

5.4 组批

以同批原料、同一配料、同一班次生产的产品为一批。

5.5 抽样方法和抽样数量

5.5.1 出厂检验每次在每批中随机抽取不少于6个最小销售单元包装的成品进行检测,样品分为两份,一份作为检验样品,一份作为备样样品。

5.5.2 型式检验抽样应在出厂检验合格批次中随机抽取不少于10个最小销售单元包装的成品作为检测样品,样品分为两份,一份作为检验样品,一份作为备样样品。

5.6 判定规则

5.6.1 出厂检验项目全部符合本标准要求,则判为合格品。若出现不合格项时,可加倍抽样复验,复验合格则判为该批产品合格;如仍有不合格项目,则判定该批产品为不合格。微生物项目不得复验。

5.6.2 型式检验项目全部符合标准要求,判为合格品。型式检验项目不超过一项不符合本标准,可以加倍抽样复验。复验后有一项不符合标准,判为不合格品,微生物项目不得复验。

5.6.3 需方有权按本标准要求对产品进行检验,在保持期内,供需双方对产品质量有异议而又协商解决不了时,可共同协商选定质量检验机构进行仲裁。

6 标志、标签、包装、运输、贮存、保质期

6.1 标志、标签

6.1.1 本产品销售包装标签应符合 GB 7718、GB 28050 和国家质量监督检验检疫总局令 第 123 号(2009)《食品标识管理规定》的规定。

6.1.2 本产品运输包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

6.2 包装

6.2.1 产品包装材料低密度聚乙烯复合袋应符合 GB 4806.7 的规定。

6.2.2 运输包装采用瓦楞纸箱,应符合 GB/T 6543 的规定。

6.2.3 产品包装规格:50g/袋、100g/袋、0.25kg/袋、0.5kg/袋、5kg/袋、10kg/袋。根据市场需求可增加其它规格。

6.3 运输

运输工具必须清洁、卫生、无异味、无污染;运输过程中必须防雨、防潮、防暴晒,严禁与有毒有害、有异味、易污染的物品混装、混运。

6.4 贮存

产品应贮存于清洁卫生、通风、防潮、防鼠、无异味的库房中,食品贮存时应留有一定间隙,隔离离地,严禁与有毒有害、有异味、易污染的物品混存。

6.5 保质期

在符合本标准规定条件下,自生产之日起,保质期为24个月。



Q/WTTH 0023S-2020

附录 A
(规范性的附录)
总皂苷的测定

1. 试剂

- 1.1 Amberlite-XAD-2 大孔树脂, Sigma 化学公司, U.S.A
- 1.2 甲醇 分析纯。
- 1.3 乙醇 分析纯。
- 1.4 中性氧化铝 层析用, 100-200 目。
- 1.5 高氯酸 分析纯。
- 1.6 冰乙酸 分析纯。
- 1.7 香草醛溶液 称取 5g 香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至 100mL。
- 1.8 人参皂甙 Re 购自中国药品生物制品检定所。
- 1.9 人参皂甙 Re 标准溶液: 精确称取人参皂甙 Re 标准品 0.020g, 用甲醇溶解并定容至 10.0mL, 即每毫升人参皂甙 Re 2.0mg。

2. 实验步骤

2.1 试样处理

- 2.1.1 固体试样: 称取 1.000g 左右的试样 (根据试样含人参量定), 置于 100mL 容量瓶中, 加少量水, 超声 30min, 再用水定容至 100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液 1.0mL 进行柱层析。
- 2.1.2 液体试样: 含乙醇的补酒类保健食品, 吸取 1.0mL 试样 (假如浓度高、或颜色深, 需稀释一定体积后再取 1.0mL) 进行柱层析。

2.2 柱层析: 用 10mL 注射器做层析管, 内装 3cm Amberlite-XAD-2 大孔树脂, 上加 1cm 中性氧化铝。先用 25mL 70% 乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用 25mL 水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入 1.0mL 已处理好的试样溶液 (见 B.3.1), 用 25mL 水洗柱, 弃去洗脱液, 用 25mL 70% 乙醇洗脱人参皂甙, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于 60℃ 水浴挥干, 以此作显色用。

2.3 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入 0.2mL 5% 香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加 0.8mL 高氯酸, 均匀后移入 5mL 带塞刻度离心管中, 60℃ 水浴加热 10min, 取出, 冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸 5.0mL, 摇匀后, 以 1cm 比色池与 560nm 波长处与标准管一起进行比色测定。

2.4 标准管: 吸取人参皂甙 Re 标准溶液 (2.0mg/mL) 100 μ l 放蒸发皿中, 放在水浴挥干 (低

Q/WTTH 0023S-2020

于60℃),或热风吹干(勿使过热),以下操作从“B.3.2 柱层析。”起,与试样相同,测定吸光度值。

3. 计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

X——试样中总皂甙量(以人参皂甙 Re 计), g/100g

A1——被测液的吸光度值;

A2——标准液的吸光度值;

C——标准管人参皂甙 Re 的量, μg ; V: 试样稀释体积, mL

M——试样质量, g

计算结果保留二位有效数字,



Q/WTTH 0023S-2020

附录 B
(资料性的附录)

苦瓜粉的质量要求

项目	指标
外观, 气味	本品为白色或类白色, 具有特殊气味
干燥失重 %	≤10.0
水分 %	≤5.0
堆积密度 g/100ml	40-60
细度 (80 目通过率) %	100
蛋白质含量 (以干基计) %	≥30.0
铅 (Pb) mg/kg	≤1.0
总砷 (As) mg/kg	≤1.0
菌落总数 CFU/g	<10000
霉菌及酵母菌 CFU/g	<50
沙门菌 /g	不得检出
金黄色葡萄球菌 /g	不得检出



编制说明

本标准适用于以黑果腺肋花楸果、燕麦、薏米为主要原料，添加食用麦麸、人参肽、苦瓜肽、小麦低聚肽、牛骨髓肽、菊粉、麦味香精、奶味香精，经预处理或不预处理、熟制、粉碎、混配搅拌、包装加工而成的黑果腺肋花楸果人参多肽谷物粉。

根据《中华人民共和国食品安全法》和《中华人民共和国标准化法》的有关规定，参照 GB 19640《食品安全国家标准 冲调谷物制品》规定，制定本企业标准，作为组织生产、质量控制和监督检查的依据。

本标准中铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

H N

河南轩艺食品有限公司

Q B