



411173S-2021



河南佳禾康生物食品科技有限公司企业标准

Q/HJSS 0101S-2021

压片糖果

2021-05-31 发布

2021-05-31 实施

河南佳禾康生物食品科技有限公司 发布

前 言

本标准中附录 A、B 为规范性附录。

本标准由河南佳禾康生物食品科技有限公司提出并起草。

本标准起草人：李季、熊洋。

本标准自发布实施之日起替代标准 Q/HJSS 0101S-2019。

H N

Q B

压片糖果

1 范围

本标准规定了压片糖果的分类、要求、检验方法、检验规则等。

本标准适用于以白砂糖、山梨糖醇、木糖醇中的一种或几种为主要原料，加入胖大海提取物、银杏提取物、肉桂提取物、枸杞提取物、葛根提取物、山楂提取物、黄精提取物、山药提取物、桑葚提取物、益智仁提取物、茯苓提取物、荷叶提取物、人参（人工种植5年及5年以下）提取物、白果（银杏）提取物、覆盆子提取物、蒲公英提取物、杜仲雄花粉、蛹虫草粉、玛咖粉、油菜花粉、玉米胚芽粉、鱼胶原蛋白肽、牡蛎低聚肽粉（牡蛎肽）、地龙蛋白、鹿鞭粉、牦牛骨粉、螃蟹粉、海参粉、牡蛎粉、燕麦粉（经熟制）、蓝莓粉、黄秋葵粉、西瓜皮粉、芹菜粉、番茄粉、苹果粉、无花果粉、茉莉花（经粉碎）、水果酵素粉、黑豆粉（经熟制）、牛蒡根、辣木叶、盐藻、纳豆冻干粉、抗性糊精、麦芽糊精、鸡内金、大豆肽、叶黄素酯、植物甾醇、磷脂酰丝氨酸、 γ -氨基丁酸、异麦芽酮糖醇、酵母（非活性酵母）、低聚果糖、松露、米糠脂肪醇中的一种或多种，加入或不加入果胶、d-核糖、维生素C（L-抗坏血酸）、姜黄、包衣剂（柠檬黄、亮蓝、胭脂红、羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇、二氧化钛中的多种）中的一种或几种，经配料、混合、制粒、烘干、压片、包衣或不包衣、包装而成的压片糖果。

根据原辅料不同可分为不同产品：以原料+压片糖果命名（如植物甾醇压片糖果、地龙蛋白压片糖果、枸杞压片糖果、黄精压片糖果等）；或以原料+复合+压片糖果命名（如杜仲雄花复合压片糖果、蓝莓复合压片糖果、果蔬复合压片糖果等）。

2 要求

2.1 原辅料要求

2.1.1 生产用水应符合 GB 5749 的规定。

2.1.2 白砂糖应符合 GB/T 317 和 GB 13104 的规定。

2.1.3 山梨糖醇应符合 GB 1886.187 的规定。

2.1.4 木糖醇应符合 GB 1886.234 的规定。

2.1.5 胖大海提取物、银杏提取物、肉桂提取物、枸杞提取物、葛根提取物、山楂提取物、黄精提取物、山药提取物、桑葚提取物、益智仁提取物、茯苓提取物、荷叶提取物、白果（银杏）提取物、覆盆子提取物、蒲公英提取物均为水提物，并符合 GB/T 29602 的规定。

2.1.6 人参（人工种植5年及5年以下）提取物为水提物，原料用人参应符合原卫生部公告（2012年

第 17 号) 的规定, 并符合 GB/T 29602 的规定。

2.1.7 蛹虫草粉应符合 GB/T 29602 的规定, 原料用蛹虫草应符合原卫计委公告 (2014 年第 10 号) 的规定。

2.1.8 杜仲雄花粉应符合 GB/T 29602, 原料用杜仲雄花应符合原卫计委公告 (2014 年第 6 号) 的规定。

2.1.9 玛咖粉应符合原卫生部公告 (2011 年第 13 号) 的规定。

2.1.10 油菜花粉应符合原卫生部公告 (2004 年第 17 号) 和 GB 31636 的规定。

2.1.11 玉米胚芽粉应符合 LS/T 3309 的规定。

2.1.12 鱼胶原蛋白肽应符合 SB/T 10634 的规定。

2.1.13 牡蛎低聚肽粉 (牡蛎肽) 应符合 Q/WTTH 0068S 的规定, 见附录 B。

2.1.14 地龙蛋白应符合原卫生部公告 (2009 年第 18 号) 的规定。

2.1.15 鹿鞭粉应符合 NY 317 的规定。

2.1.16 牦牛骨粉应符合 DB54/T 0030 的规定。

2.1.17 螃蟹粉、海参粉、牡蛎粉应符合 GB 10136 的规定。

2.1.18 燕麦粉、黑豆粉应符合 GB 2715 的规定。

2.1.19 蓝莓粉、黄秋葵粉、西瓜皮粉、芹菜粉、番茄粉、苹果粉、无花果粉应符合 GB/T 29602 的规定。

2.1.20 茉莉花应符合 GH/T 1091 的规定。

2.1.21 水果酵素粉应符合 Q/XTS 0002S 的规定, 见附录 A。

2.1.22 牛蒡根应清洁、卫生、无污染, 并符合 GB 2762 和 GB 2763 的规定。

2.1.23 辣木叶应符合原卫生部公告 (2012 年第 19 号) 的规定。

2.1.24 盐藻应符合原卫生部公告 (2009 年第 18 号) 的规定。

2.1.25 纳豆冻干粉应符合 GB/T 29602 的规定。

2.1.26 抗性糊精应符合原卫生部公告 (2012 年第 16 号) 的规定。

2.1.27 麦芽糊精应符合 GB/T 20884 和 GB 15203 的规定。

2.1.28 鸡内金应符合《中华人民共和国药典》2020 年版一部的规定。

2.1.29 大豆肽应符合 GB/T 22492 的规定。

2.1.30 叶黄素酯应符合原卫生部公告 (2008 年第 12 号) 的规定。

2.1.31 植物甾醇应符合原卫生部公告 (2010 年第 3 号) 的规定。

2.1.32 磷脂酰丝氨酸应符合原卫生部公告 (2010 年第 15 号) 的规定。

2.1.33 γ -氨基丁酸应符合原卫生部公告 (2009 年第 12 号) 的规定。

2.1.34 异麦芽酮糖醇应符合 QB/T 4486 的规定。

2.1.35 酵母 (非活性酵母) 应符合 GB 31639 的规定。

2.1.36 果胶应符合 GB 25533 的规定。

- 2.1.37低聚果糖应符合 GB/T 23528 的规定。
- 2.1.38d-核糖应符合 GB 1886.141 的规定。
- 2.1.39松露应符合 GB 7096 的规定。
- 2.1.40米糠脂肪醇应符合卫计委 2017 年第 7 号公告的规定。
- 2.1.41维生素 C (L-抗坏血酸) 应符合 GB 14754 的规定。
- 2.1.42姜黄应符合 GB 1886.60 的规定。
- 2.1.43柠檬黄应符合 GB 4481.1 的规定。
- 2.1.44亮蓝应符合 GB 1886.217 的规定。
- 2.1.45胭脂红应符合 GB 1886.220 的规定。
- 2.1.46羟丙基甲基纤维素应符合 GB 1886.109 的规定。
- 2.1.47聚乙二醇应符合 GB 1886.302 的规定。
- 2.1.48二氧化钛应符合 GB 25577 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	片状、圆形或椭圆形	从样品中取出 1 份，置于白色瓷盘中，在自然光下用肉眼观察色泽及性状、杂质，嗅其气味；然后用温开水漱口，品其滋味
色 泽	具有产品应有的色泽	
气、滋味	具有产品应有的气味和滋味，味微甜，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	≤ 9.0	GB 5009.3
铅* (以 Pb 计), mg/kg	≤ 0.4	GB 5009.12
甲基汞 ^a (以 Hg 计), mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.17
维生素 C ^b (L-抗坏血酸), mg/kg	1000~6000	GB 5009.86
展青霉素 ^c , μg/kg	≤ 20	GB 5009.185
肽含量 ^d (以干基计), g/100g	≥ 2.0	GB/T 22492 附录 B
*铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。		
a 仅适用于添加水产动物制品的产品；		
b 仅适用于添加该食品营养强化剂的产品；		
c 仅适用于添加山楂、苹果及制品的产品；		
d 仅适用于以肽命名的产品。		

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
沙门氏菌, /25g	不得检出				GB 4789.4
金黄色葡萄球菌, /25g	不得检出				GB 4789.10
a 样品的采样及处理按 GB 4789.1 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 生产加工过程的卫生要求

生产加工过程的卫生要求应符合 GB 14881 和 GB 17403 的规定。

2.7 其它要求

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, 食品营养强化剂的使用应符合 GB 14880 的规定, 兽药残留限量应符合 GB 31650 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、大肠菌落。型式检验按国家相关规定执行。

附录 A



新乡市天界山生物科技有限公司企业标准

Q/XTS 0002S-2017

水果酵素粉（发酵型果蔬固体 饮料）

2017-12-19 发布

2017-12-19 实施

新乡市天界山生物科技有限公司 发布

前 言

本标准按 GB/T1.1《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》编写。
本标准由新乡市太行有机酵素研究院、新乡市天界山生物科技有限公司提出并起草。
本标准主要起草人：李东风、张新、刘光升。

H N

Q B

水果酵素粉（发酵型果蔬固体饮料）

1 范围

本标准规定水果酵素粉（发酵型果蔬固体饮料）的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输及贮存等。

本标准适用于以番木瓜、柿子、山楂为原料，经清洗、打浆加入酵母发酵、添加聚葡萄糖。经混合、干燥、制粉、包装加工而成的水果酵素粉（发酵型果蔬固体饮料）。

2 要求

2.1 原辅料要求

2.1.1 柿子应符合GB/T 20453的规定

2.1.2 番木瓜应符合NY/T 691的规定

2.1.3 聚葡萄糖应符合GB 25541的规定

2.1.4 酵母应符合GB/T 20886的规定

2.1.5 生产用水应符合GB5749的规定

2.1.6 山楂应符合GH/T 1159 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	均匀粉状、无结块，无霉变现象	取样品 25g，倒入洁净、透明的烧杯中，在自然光线下，用肉眼观察其性状、色泽及杂质，嗅其气味，然后用温开水漱口，品其滋味。
色 泽	均匀一致淡黄色	
滋味与气味	具有产品应有的滋味和气味，无异味	
杂 质	无肉眼可见的外来杂质	

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	≤ 7.0	GB 5009.3
总砷(以As计), mg/kg	≤ 0.2	GB 5009.11
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 1.0	GB 5009.12
展青霉素, μg/kg	≤ 10	GB 5009.185

2.4 微生物指标

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(若非指定,均以CFU/g表示)				检验方法 ^a
	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	10 ³	5×10 ⁴	GB 4789.2
大肠菌群	5	2	10	10 ²	GB 4789.3 平板计数法
*霉菌 ≤	25				GB 4789.15
沙门氏菌	5	0	0/25g	-	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	5	1	100	1000	GB 4789.10 第二法
^a 样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。 *霉菌指标严于食品安全国家标准 GB 7101。					

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 生产加工过程中卫生要求

应符合 GB 12695 的规定

2.7 其他要求

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, 农药最大残留量应符合 GB 2763 的规定。

3 检验

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

编制说明

水果酵素粉（发酵型果蔬固体饮料）是以番木瓜、柿子、山楂为原料，经清洗、打浆加入酵母发酵、添加聚葡萄糖。经混合、干燥、制粉、包装加工而成的水果酵素粉（发酵型果蔬固体饮料）。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》的规定，参照GB7101《食品安全国家标准 饮料》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。

本标准中霉菌的指标严于食品安全国家标准GB 7101。

H N

新乡市天界山生物技术有限公司

Q B

附录 B

备案号:421376S-2020

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0068S-2020

代替Q/WTTH 0068S-2017

牡蛎肽粉

2020-09-31 发布

2020-10-26 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布



Q/WTTH 0068-2020

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/WTTH 0068S-2017

本标准与Q/WTTH 0068S-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 $N \times 6.25$
- 调整了蛋白质的检测指标
- 调整了低聚肽的检测指标

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：Q/WTTH 0068-2017、Q/WTTH 0068-2019、Q/WTTH 0068-2020。



牡蛎肽粉

1 范围

本标准规定了牡蛎肽粉的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以牡蛎干为原料，经清洗、绞碎、加水调浆、添加蛋白酶酶解、酶灭活、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装工艺制成的牡蛎肽粉。

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 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 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 5009.11	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 5009.17	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/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 26940-2011	牡蛎干
GB 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB 29621	食品安全国家标准 食品中致病细菌限量
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）

3 技术要求

Q/WTTH 0068-2020

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 牡蛎干：应符合GB/T 26940的规定。
 3.2.2 食品添加剂蛋白酶：应符合GB 1886.174的规定。
 3.2.3 生产过程用水：应符合GB 5749的规定。

3.3 感官要求

应符合表1的规定。

感官要求	
项目	要求
色泽	黄色至咖啡色粉末
性状	疏松粉末状、色泽均匀、无结块、无吸潮
滋、气味	具有本产品特有的滋味与气味，无异味、异嗅
杂质	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
灰分/(g/100g)	≤ 8.0
蛋白质/(g/100g) 以干基计(N×6.25)	≥ 70.0
低聚肽/(g/100g) 以干基计(N×6.25)	≥ 60.0
相对分子质量小于2000D的蛋白质水解物所占比例, (%)	≥ 80.0
无机砷(以As计)/(mg/kg)	≤ 0.5
铅(以Pb计)/(mg/kg)	≤ 1.0
甲基汞(以Hg计)/(mg/kg)	≤ 0.5
铬(以Cr计)/(mg/kg)	≤ 1.5

注：污染物指标以原料脱水率折算所得。
 当总砷水平不超过无机砷限量时，不必测定无机砷；否则，需再测定无机砷。
 当总汞水平不超过甲基汞限量时，不必测定甲基汞；否则，需再测定甲基汞。

3.5 微生物指标

应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项目	指标			
	采样方案及限量(若非指定,均以/25g表示)			
	n	c	m	M
菌落总数/(CFU/g)	5	2	10 ⁴	10 ⁵
大肠菌群/(CFU/g)	5	2	10	10 ³
霉菌/(CFU/g)			25	
酵母/(CFU/g)			25	

Q/WTTH 0068-2020

沙门氏菌	5	0	0	—
金黄色葡萄球菌	5	1	100CFU/g	1000 CFU/g

注：n为同一批次产品应采集的样品件数；c为最大可允许超出m值的样品数；m为致病菌指标可接受水平的限量值；M为致病菌指标的最高安全限量值。
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

取样品放入洁净的白色瓷盘中，用肉眼观察其色泽、组织形态，品尝其滋味。

4.2 理化检验

4.2.1 水分：按GB 5009.3规定方法检验。

4.2.2 灰分：按GB 5009.4规定方法检验。

4.2.3 蛋白质：按GB 5009.5规定方法检验。

4.2.4 肽含量：按附录B规定方法检验。

4.2.5 无机砷：按GB 5009.11规定的方法检验。

4.2.6 铅：按GB 5009.12规定的方法检验。

4.2.7 相对分子质量分布：按附录A规定方法检验。

4.2.8 铬：按GB 5009.123规定的方法检验。

4.2.9 甲基汞：按GB 5009.17规定的方法检验。

4.3 微生物检验

4.3.1 菌落总数：按GB 4789.2规定的方法测定。

4.3.2 大肠菌群：按GB 4789.3规定的方法测定。

4.3.3 沙门氏菌：按GB 4789.4规定的方法测定。

4.3.4 金黄色葡萄球菌：按GB 4789.10平板计数法测定。

4.3.5 霉菌和酵母：按GB 4789.15规定的方法测定。

4.4 净含量：按JJF1070规定的方法测定。

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：感官、净含量、水分、蛋白质、菌落总数、大肠菌群、标签。

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、设备发生改变时；
- 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

Q/WTTH 0068-2020

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。

6 判定规则

所检项目全部合格判为合格。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。

7 标志、标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标志、标签

7.1.1 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。

7.1.2 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。

7.2 包装

7.2.1 产品内包装采用聚乙烯袋，应符合GB 4806.7的规定。

7.2.2 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。

7.2.3 包装规格：100g/袋、300g/袋、500g/袋、1kg/袋、5kg/袋，按市场需求增加其它包装规格。

7.3 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。

7.4 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。

7.5 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。



附录A
(规范性附录)

相对分子质量分布的测定方法

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 流动相真空抽滤膜气装置。

A.3.3 电子天平;分度值 0.000 1 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

分别用流动相配制或质量浓度为 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 0068-2020

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肽段数)。

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 0068-2020

附录B

(规范性附录)

肽含量的测定方法

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,0.0025 mol/L。

B.2.11 pH2.2 的柠檬酸钠缓冲液,称取 19.6 g 柠檬酸钠($\text{Na}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),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($\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)168 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。

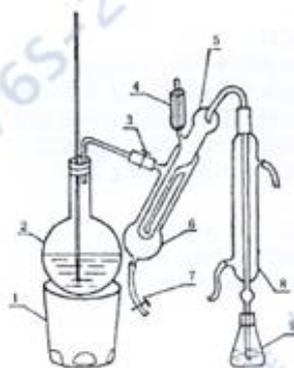
B.2.16 茚三酮溶液,取 150 mL 二甲基亚砜($\text{C}_2\text{H}_5\text{OS}$)和 50 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 冰合茚三酮($\text{C}_8\text{H}_7\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_8\text{H}_9\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)搅拌至完全溶解。

B.3 仪器与设备

B.3.1 氨基酸自动分析仪。

B.3.2 定氮蒸馏装置如图 B.1 所示。

Q/WTTH 0068-2020



- 1—电炉；
2—水蒸气发生器(2 L平底烧瓶)；
3—螺旋夹；
4—小漏斗及棒状软塞；
5—反应室；
6—反应室外层；
7—橡皮管及螺旋夹；
8—冷凝管；
9—蒸馏液接收瓶。

图 B.1 定氮蒸馏装置

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°角斜置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,并用少量水洗涤氮瓶,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,于水蒸气发生器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器内的水。

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。

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

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 pH2.2 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:

$$X_2 = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^3} \times 100 \quad \text{.....(B.2)}$$

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 μL);

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($\mu\text{mol/L}$);

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。

Q/WTTH 0068-2020

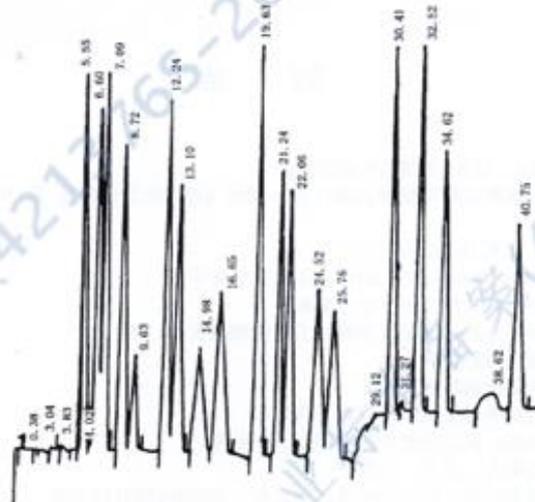


图 B.2 氨基酸分析仪色谱图

表 B.1 氨基酸出峰顺序和保留时间

出峰顺序	氨基酸	保留时间/min	出峰顺序	氨基酸	保留时间/min
1	天冬氨酸	5.55	9	蛋氨酸	19.63
2	苏氨酸	6.60	10	异亮氨酸	21.24
3	丝氨酸	7.09	11	亮氨酸	22.06
4	谷氨酸	8.72	12	酪氨酸	24.52
5	脯氨酸	9.63	13	苯丙氨酸	25.76
6	甘氨酸	12.24	14	组氨酸	30.41
7	丙氨酸	13.10	15	缬氨酸	32.52
8	缬氨酸	16.65	16	精氨酸	40.75

B.5 结果计算

试样中多肽含量按式(B.3)计算:

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

式中:

- X——试样中多肽的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- X₁——试样中酸溶蛋白质的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- X₂——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%。



编制说明

本标准适用于以白砂糖、山梨糖醇、木糖醇中的一种或几种为主要原料，加入胖大海提取物、银杏提取物、肉桂提取物、枸杞提取物、葛根提取物、山楂提取物、黄精提取物、山药提取物、桑葚提取物、益智仁提取物、茯苓提取物、荷叶提取物、人参（人工种植5年及5年以下）提取物、白果（银杏）提取物、覆盆子提取物、蒲公英提取物、杜仲雄花粉、蛹虫草粉、玛咖粉、油菜花粉、玉米胚芽粉、鱼胶原蛋白肽、牡蛎低聚肽粉（牡蛎肽）、地龙蛋白、鹿鞭粉、牦牛骨粉、螃蟹粉、海参粉、牡蛎粉、燕麦粉（经熟制）、蓝莓粉、黄秋葵粉、西瓜皮粉、芹菜粉、番茄粉、苹果粉、无花果粉、茉莉花（经粉碎）、水果酵素粉、黑豆粉（经熟制）、牛蒡根、辣木叶、盐藻、纳豆冻干粉、抗性糊精、麦芽糊精、鸡内金、大豆肽、叶黄素酯、植物甾醇、磷脂酰丝氨酸、 γ -氨基丁酸、异麦芽酮糖醇、酵母（非活性酵母）、低聚果糖、松露、米糠脂肪醇中的一种或多种，加入或不加入果胶、d-核糖、维生素C（L-抗坏血酸）、姜黄、包衣剂（柠檬黄、亮蓝、胭脂红、羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇、二氧化钛中的多种）中的一种或几种，经配料、混合、制粒、烘干、压片、包衣或不包衣、包装而成的压片糖果。

根据《中华人民共和国食品安全法》、《中华人民共和国标准化法》的规定，参照GB 17399《食品安全国家标准 糖果》制订本标准，作为组织生产、质量控制和监督检查依据。

本标准中铅的指标严于食品安全国家标准GB 2762的规定。

河南佳禾康生物食品科技有限公司