



410849S-2022



怀山堂生物科技股份有限公司企业标准

Q/HSG 0020S-2022

怀山药粉制品

2022-04-12 发布

2022-04-12 实施

怀山堂生物科技股份有限公司 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由怀山堂生物科技股份有限公司提出并起草。

本标准起草人：康明轩、陆素珍。

H N

Q B

怀山药粉制品

1 范围

本标准规定了怀山药粉制品的要求、检验方法、检验规则等。

本标准适用于以铁棍山药片为主要原料，添加或不添加大米、小米、咖啡其中一种或几种，添加或不添加丁香、八角茴香、刀豆、小茴香、小蓟、山药、山楂、马齿苋、乌梅、木瓜、火麻仁、代代花、玉竹、甘草、白芷、白果、白扁豆、白扁豆花、龙眼肉(桂圆)、决明子、百合、肉豆蔻、肉桂、余甘子、佛手、杏仁、沙棘、芡实、花椒、红小豆、大麦芽、昆布、枣(大枣、黑枣、酸枣)、罗汉果、郁李仁、金银花、青果、鱼腥草、姜(生姜、干姜)、枸杞子、栀子、砂仁、胖大海、茯苓、香橼、香薷、桃仁、桑叶、桑葚、桔红、桔梗、益智仁、荷叶、莱服子、莲子、高良姜、淡竹叶、淡豆豉、怀菊花、菊苣、黄芥子、黄精、紫苏、紫苏籽、葛根、芝麻、黑胡椒、槐米、槐花、蒲公英、蜂蜜、榧子、酸枣仁、鲜白茅根、鲜芦根、橘皮、薄荷、薏苡仁、鸡内金、薤白、覆盆子、藿香、人参(人工种植5年及5年以下)、芫荽、玫瑰花(重瓣红玫瑰)、枳椇子、奇亚籽其中一种或几种，经粉碎、熟化(炒制、烘焙或膨化)、粉碎，添加或不添加红糖、菊粉、木糖醇、低聚木糖、乳清粉、乳清蛋白粉、魔芋粉、鱼胶原蛋白肽其中一种或多种，经混合、分装封口、包装加工而成可即食的怀山药粉制品。

根据添加原料不同可分为不同的怀山药粉制品。

2 要求

2.1 原料要求

2.1.1 铁棍山药片应符合Q/HSG 0019S的规定(见附录A)。

2.1.2 丁香、刀豆、小蓟、山药、山楂、马齿苋、乌梅、木瓜、火麻仁、代代花、玉竹、甘草、白芷、白果、白扁豆、白扁豆花、龙眼肉(桂圆)、决明子、百合、肉豆蔻、肉桂、余甘子、佛手、杏仁、沙棘、芡实、红小豆、大麦芽、昆布、枣(大枣、黑枣、酸枣)、罗汉果、郁李仁、金银花、青果、鱼腥草、姜(生姜、干姜)、枸杞子、栀子、砂仁、胖大海、茯苓、香橼、香薷、桃仁、桑叶、桑葚、桔红、桔梗、益智仁、荷叶、莱服子、莲子、淡竹叶、淡豆豉、怀菊花、菊苣、黄芥子、黄精、紫苏、紫苏籽、葛根、芝麻、槐米、槐花、蒲公英、榧子、酸枣仁、鲜白茅根、鲜芦根、橘皮、薄荷、薏苡仁、鸡内金、薤白、覆盆子、藿香应符合《中华人民共和国药典》2020版一部的规定。

2.1.3 奇亚籽、枳椇子应符合 GB 19300 的规定。

2.1.4 八角茴香、小茴香、花椒、高良姜、黑胡椒、芫荽应符合 GB/T 15691 的规定。

2.1.5 人参(人工种植5年及5年以下)应符合原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)的规定。

2.1.6 玫瑰花(重瓣红玫瑰)应符合原卫生部关于批准DHA藻油、棉籽低聚糖等7种物品为新资源食品及其他相关规定的公告(2010年第3号)的规定。

2.1.7 大米应符合GB/T 1354和GB 2715的规定。

2.1.8 小米应符合GB/T 11766和GB 2715的规定。

- 2.1.9 蜂蜜应符合GB 14963的规定。
- 2.1.10 红糖应符合GB 13104的规定。
- 2.1.11 魔芋粉应符合NY/T 494的规定。
- 2.1.12 低聚木糖应符合GB/T 35545和卫生部《关于批准嗜酸乳杆菌等7种新资源食品的公告》[2008]12号的规定。
- 2.1.13 木糖醇应符合GB 1886.234的规定。
- 2.1.14 菊粉应符合GB/T 29602和卫生部《关于批准菊粉、多聚果糖为新资源食品的公告》[2009]5号的规定。
- 2.1.15 乳清粉、乳清蛋白粉应符合GB 11674的规定。
- 2.1.16 鱼胶原蛋白肽应符合Q/WTH 0006S(附录B)的规定。
- 2.1.17 咖啡应符合NY/T 605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	粉末状、无结块、无硬粒、无焦粉	从样品中取出 50g, 放在玻璃器皿或白色滤纸上, 自然光下用肉眼观察色泽及性状及杂质, 嗅其气味, 然后以温开水漱口, 品其滋味
色 泽	淡黄色至棕黄色或本品应有的色泽	
滋 味和 气 味	具有本品应有的滋味和气味, 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	≤ 7.0	GB 5009.3
肽含量, %	≥ 2.0	按附录 B
*铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤ 0.4	GB 5009.12
展青霉素 ^a , μg/kg	≤ 20	GB 5009.185
注: a 仅限于添加山楂的怀山药粉制品检测; *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 (若非指定, 均以 CFU/g 表示)	检验方法

	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	10 ⁴	10 ⁵	GB 4789.2
大肠菌群	5	2	10	10 ²	GB 4789.3
霉菌	5	2	50	10 ²	GB 4789.15
沙门氏菌, /25g	5	0	0	-	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	5	1	10 ²	10 ³	GB 4789.10

注 1: 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 为微生物限量可接受水平的限量值; M 为微生物限量的最高安全限量值。

a 采样方案应符合 GB 4789.1 的规定。

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 食品生产加工过程卫生要求

食品生产加工过程卫生要求应符合 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; 兽药残留限量应符合 GB 31650 的规定。

3 检验

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

附录 A



怀山堂生物科技股份有限公司企业标准

Q/HSG 0019S-2020

怀山药片

2020-11-17 发布

2020-11-17 实施

怀山堂生物科技股份有限公司 发布

Q/HSG 0019S-2020

前 言

本标准文本按 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。

本标准由怀山堂生物科技股份有限公司提出并起草。

本标准起草人：康明轩、陆素珍。

H N

Q B

怀山药片

1 范围

本标准规定了怀山药片的要求、检验方法、检验规则等。

本标准适用于以怀山药(怀府山药、铁棍山药)为原料,经清洗、去皮或不去皮,切片、干燥、挑选、包装加工制成的非即食的怀山药片。

2 要求

2.1 原料要求

2.1.1 怀山药应符合GB/T 20351的规定。

2.1.2 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	呈片状,稍有弯曲或皱缩,质硬	取样品 50g,置于洁净白瓷盘中,在自然光条件下用肉眼观察其性状,色泽、杂质,嗅其气味,用温开水漱口,品尝滋味
色 泽	白色或略带土黄色	
气 味	味甘微酸,嚼之发粘	
滋 味	具有本品特有的滋味,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 5408.3
总砷(以As计), mg/kg	≤	0.5 GB 5009.11
*铅(以Pb计), mg/kg	≤	0.4 GB 5009.12

注: *铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

2.4 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。

2.5 食品生产加工过程的卫生要求

Q/HSG 0019S-2020

应符合 GB 14881 的规定。

2.6 其他要求

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。

3 检验

出厂检验项目为：感官要求、净含量及允许短缺量、水分的检验。型式检验按国家相关规定执行。

H N

Q B

Q/HSG 0019S-2020

编制说明

怀山药片是以怀山药(怀府山药, 铁棍山药)为原料, 经清洗、去皮或不去皮、切片、干燥、挑选, 包装加工制成的非即食的怀山药片。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, 制订本企业标准, 作为组织生产、质量控制和监督检查提供依据。

本标准中铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

怀山堂生物科技股份有限公司

H N
Q B

附录 B

备案号:420056S-2021

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0006S-2020

代替Q/WTTH 0006S-2018

鱼胶原蛋白肽
(胶原三肽粉)

2020-11-23 发布

2020-12-30 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0006S-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 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》。

本标准代替了Q/WTTH 0006S-2018，本标准与Q/WTTH 0006S-2018相比，主要变化如下：

- 对规范性引用文件进行了查新
- 调整了分子量检测指标范围
- 将产品名称CTP胶原肽粉改为胶原三肽粉
- 增加了附录A肽相对分子质量分布的测定
- 增加了附录B低聚肽含量的测定

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：2013年11月、2016年11月、2018年11月、2020年11月。



Q/WTTH 0006S-2020

鱼胶原蛋白肽 (胶原三肽粉)

1 范围

本标准规定了鱼胶原蛋白肽(胶原三肽粉)产品的分类技术要求、试验方法、检验规则标志、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于富含胶原蛋白的干鱼皮、鱼鳞、鱼明胶为原料,经清洗、加水浸泡,蛋白酶酶解、酶灭活、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装等主要工艺得到的可食用的鱼胶原蛋白肽(胶原三肽粉)。

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/T191-2008	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 2733	食品安全国家标准 鲜、冻动物性水产品卫生标准
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 5009.15	食品安全国家标准 食品中镉的测定
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/T 9695.23-2008	肉与肉制品羟脯氨酸含量测定
GB 14881	食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
GB/T 22729-2008	海洋鱼低聚肽粉
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 食品中致病微生物的限量

Q/WTTH 0006S-2020

GB 31650 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量
 QB 2732-2005 水解胶原蛋白
 JJF 1070-2005 定量包装商品净含量计量检验规范
 《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)
 农业部2002年235号公告

3 产品分类

产品按相对分子质量占比不同分为0°鱼胶原蛋白肽、1°鱼胶原蛋白肽、2°鱼胶原蛋白肽。

4 技术要求

4.1 基本要求

- 4.1.1 不得添加任何非食用的原料。
- 4.1.2 食品添加剂的品种和使用量应符合GB 2760的规定。
- 4.1.3 所使用的食品原料中真菌毒素限量应符合GB 2761的规定。
- 4.1.4 所使用的食品原料中污染物限量应符合GB 2762的规定。
- 4.1.5 所使用的食品原料中农药残留应符合GB 2763的规定。
- 4.1.6 所使用的食品原料中兽药残留限量应符合GB 31650和农业部2002年235号公告要求。
- 4.1.7 不得采用可能影响食品安全的不合理的加工工艺。

4.2 原辅料要求

- 4.2.1 鱼皮、鱼鳞、鱼明胶：应符合GB 2733的规定要求。
- 4.2.2 蛋白酶：应符合GB 1886.174的规定。
- 4.2.3 生产用水：应符合GB 5749的规定要求。

4.3 感官要求

感官指标应符合表1规定。

表1 感官要求

项 目	要 求
色泽	白色或淡黄色
滋味、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

4.4 理化指标要求

理化指标应符合表2规定。

表2 理化指标

项 目	指 标		
	0°	1°	2°
相对分子质量小于1000Da的胶原蛋白肽占比/% \geq	85%	50%	30%
相对分子质量189-500Da的胶原蛋白肽占比/% \geq	50.0	—	—
灰分(g/100g)以干基计 \leq	2.0	4.0	5.0
透射比/%	450nm \geq	70	60
	620nm \geq	85	80
总氮(g/100g)以干基计 \geq	15.0		
羟脯氨酸(g/100g)以干基计 \geq	6.0		
低聚肽(g/100g)以干基计 \geq	87.0		

Q/WTTH 0006S-2020

水分 (g/100g)	≤	7.0
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤	0.5
铅 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤	0.5
总汞 (以 Hg 计) / (mg/kg)	≤	0.1
镉 (Cd) / (mg/kg)	≤	0.1
铬 (Cr) // (mg/kg)	≤	1.5

4.5 微生物指标要求

微生物指标应符合表 3 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	10 ⁴	10 ⁵
大肠菌群 (CFU/g)	5	2	10	10 ²
沙门氏菌	5	0	0	—
金黄色葡萄球菌	5	1	100 CFU/g	1000 CFU/g

4.6 净含量

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

4.7 生产过程卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

5 试验方法

5.1 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, 闻其气味, 用温开水漱口, 品其滋味。

5.2 理化指标

5.2.1 水分: 按 GB 5009.3 规定检验。

5.2.2 总氮: 按 GB 5009.5 规定检验。

5.2.3 低聚肽: 按附录 B 规定检验。

5.2.4 灰分: 按 GB 5009.4 规定检验。

5.2.5 总砷: 按 GB 5009.11 规定检验。

5.2.6 铅: 按 GB 5009.12 规定检验。

5.2.7 总汞: 按 GB 5009.17 规定检验。

5.2.8 镉: 按 GB 5009.15 规定检验。

5.2.9 铬: 按 GB 5009.123 规定检验。

5.2.10 肽相对分子质量: 按附录 A 规定检验。

5.2.11 羟脯氨酸: 按 GB/T 9696.23 规定检验。

5.2.12 透射比: 按 QB 2732 中 5.4 规定检验。

5.3 微生物检验

5.3.1 菌落总数: 按 GB 4789.2 规定检验。

5.3.2 大肠菌群: 按 GB 4789.3 规定检验。

5.3.3 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。

5.4 净含量

按 JJF 1070 规定的方法进行检验。

6 检验规则

6.1 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。

6.2 出厂检验

6.2.1 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。

6.2.2 出厂检验项目包括：感官、水分、总氮、低聚肽、菌落总数、大肠菌群、标签。

6.3 型式检验

6.3.1 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。

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

6.3.2 型式检验项目包括技术要求中的全部项目。

6.4 组批

以同批原料、同一配料、同一班次生产的产品为一批。

6.5 抽样方法和抽样数量

6.5.1 出厂检验每次在每批中随机抽取不少于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。

6.5.2 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。

6.6 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。

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、10kg/袋；根据市场需求可增加其它规格。

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。

Q/WTTH 0006S-2020

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 0.000 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_{swxl} 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 0006S-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:

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

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,%;

Δ ——某相对分子质量肽段的峰面积;

Δ_{Σ} ——各相对分子质量肽段的峰面积之和, $\Delta_{\Sigma} = \sum_{i=1}^n \Delta_i$ (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 0006S-2020

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 1.841 9 g/L。
- B.2.5 磷酸溶液;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($\text{Na}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加入 16.5 mL 浓盐酸并加水稀释到 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($\text{C}_2\text{H}_4\text{OS}$)和 50 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)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。

Q/WTTH 0006S-2020

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 水洗烧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 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:

Q/WTTH 0006S-2020

$$X_1 = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots$$

式中:

X_1 ——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%。

编制说明

本标准适用于以铁棍山药片为主要原料，添加或不添加大米、小米、咖啡其中一种或几种，添加或不添加丁香、八角茴香、刀豆、小茴香、小蓟、山药、山楂、马齿苋、乌梅、木瓜、火麻仁、代代花、玉竹、甘草、白芷、白果、白扁豆、白扁豆花、龙眼肉(桂圆)、决明子、百合、肉豆蔻、肉桂、余甘子、佛手、杏仁、沙棘、芡实、花椒、红小豆、大麦芽、昆布、枣(大枣、黑枣、酸枣)、罗汉果、郁李仁、金银花、青果、鱼腥草、姜(生姜、干姜)、枸杞子、栀子、砂仁、胖大海、茯苓、香橼、香薷、桃仁、桑叶、桑葚、桔红、桔梗、益智仁、荷叶、莱服子、莲子、高良姜、淡竹叶、淡豆豉、怀菊花、菊苣、黄芥子、黄精、紫苏、紫苏籽、葛根、芝麻、黑胡椒、槐米、槐花、蒲公英、蜂蜜、榧子、酸枣仁、鲜白茅根、鲜芦根、橘皮、薄荷、薏苡仁、鸡内金、薤白、覆盆子、藿香、人参(人工种植5年及5年以下)、芫荽、玫瑰花(重瓣红玫瑰)、枳椇子、奇亚籽其中一种或几种，经粉碎、熟化(炒制、烘焙或膨化)、粉碎，添加或不添加红糖、菊粉、木糖醇、低聚木糖、乳清粉、乳清蛋白粉、魔芋粉、鱼胶原蛋白肽其中一种或多种，经混合、分装封口、包装加工而成可即食的怀山药粉制品。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，参照相关标准制订本企业标准，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。

怀山堂生物科技股份有限公司