



410437S-2024

焦作市鑫诚怀药有限公司企业标准

Q/JXC 0008S-2024

山药粉及复配山药粉制品

2024-02-18 发布

2024-02-18 实施

焦作市鑫诚怀药有限公司 发布

前 言

本标准中附录 A、B、C、D、E 为规范性附录。

本标准由焦作市鑫诚怀药有限公司提出并起草。

本标准起草人：郭萍、杜莎莎、郭逢艳。

本标准自发布实施日起替代 Q/JXC 0008S-2023(备案号：412367S-2023)

H N
Q B

山药粉及复配山药粉制品

1 范围

本标准规定了山药粉及复配山药粉制品的分类、要求、检验方法、检验规则等。

本标准适用于以怀山药片、铁棍山药片中的一种或两种为主要原料，加入或不加入红小豆、赤小豆、黑豆、大豆、白扁豆、白芸豆、绿豆、鹰嘴豆、薏苡仁、芡实、茯苓、莲子、甘草、黄精、百合、陈皮、核桃仁、黑芝麻、苦瓜、南瓜、羽衣甘蓝、南瓜籽仁、芹菜籽、亚麻籽、枸杞子、鸡内金、黑小麦、黑花生、黑木耳、花生仁、燕麦米、黑米、荞麦、藜麦米、豌豆、糙米、玉米粉、麦片、大米、红米、山楂、马齿苋、木瓜、玉竹、决明子、怀菊花、大枣、干姜、栀子、砂仁、桃仁、桔梗、荷叶、紫苏叶、紫苏子、麦芽、龙眼肉(桂圆)、蒲公英、酸枣仁、薄荷、牡蛎、人参(人工种植5年以下)、玫瑰花(重瓣红玫瑰)、奇亚籽、党参、肉苁蓉(荒漠)、铁皮石斛、西洋参、黄芪、灵芝、山茱萸、天麻、杜仲叶其中一种或几种，经挑选、粉碎、熟化(炒制、烘焙或膨化)或不熟化、二次粉碎或不粉碎，添加或不添加蜂蜜、葛根粉、南瓜粉、草莓粉、蓝莓粉、树莓粉、桑葚粉、沙棘粉、大麦苗粉、小麦胚芽粉、核桃粉、花生粉、黑花生粉(破壁)、乳粉、蝉花子实体(人工培植)粉、蛹虫草粉、食糖(冰糖、红糖、白砂糖、黑糖、赤砂糖中的一种或几种)、木糖醇、麦芽糊精、植脂末(葡萄糖浆、植物油、酪蛋白酸钠、单、双甘油脂肪酸酯)、牛骨髓肽粉、海洋鱼低聚肽粉、阿胶低聚肽粉、胶原蛋白肽粉、大豆肽粉、玉米低聚肽粉、山药肽粉(山药小分子肽粉)、人参肽粉、益生元(低聚果糖、低聚木糖或低聚异麦芽糖)、玫瑰花(重瓣红玫瑰)提取物、蓝莓提取物、黑枸杞提取物、针叶樱桃果提取物、绿茶提取物、苹果提取物、苦瓜提取物、桑叶提取物、辣木叶提取物、葛根提取物、茯苓提取物、玉米须提取物、怀菊花提取物、白芸豆提取物、荷叶提取物、火麻仁提取物、决明子提取物、咖啡豆提取物、覆盆子提取物、雪莲培养物、菊粉、乳清粉、乳清蛋白粉、椰浆粉、大豆膳食纤维粉、黄原胶、羧甲基纤维素钠的一种或几种，经调配、混合、造粒或不造粒、烘干或不烘干、包装加工制成的山药粉及复配山药粉制品。

根据原辅料不同可分为：山药粉(生山药粉、熟山药粉)、复配山药粉。

2 要求

2.1 原料要求

2.1.1 怀山药片、铁棍山药片应符合本企业标准Q/JXC 0004S的规定。

2.1.2 怀菊花应符合GB/T 20353的规定。

2.1.3 红小豆、赤小豆应符合NY/T 599和GB 2715的规定。

2.1.4 大豆应符合GB 1352和GB 2715的规定。

2.1.5 乳粉应符合 GB 19644 的规定。

2.1.6 苦瓜应符合NY/T 1393的规定。

2.1.7 葛根粉应符合GB/T 30637的规定。

2.1.8 绿豆应符合GB/T 10462和GB 2715的规定。

2.1.9 食糖应符合GB 13104的规定。

2.1.10 奇亚籽应符合原卫计委公告（2014 年第 10 号）的规定。

2.1.11 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。

2.1.12 南瓜籽仁、芹菜籽、花生仁、核桃仁、核桃粉、花生粉、黑花生粉（破壁）应符合 GB 19300 的规定。

2.1.13 白芸豆、白扁豆、黑豆、豌豆、鹰嘴豆、薏苡仁、黑米、黑小麦、燕麦米、荞麦、藜麦米、糙米、大米、红米、麦片应符合 GB 2715 的规定。

2.1.14

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。

2.1.15 大豆膳食纤维粉应符合 GB/T 22494 的规定。

2.1.16 枸杞子、百合、莲子、茯苓、麦芽、黄精、酸枣仁、山楂、鸡内金、牡蛎、荷叶、芡实、甘草、玉竹、决明子、干姜、陈皮、薄荷、马齿苋、木瓜、栀子、砂仁、桔梗、紫苏叶、紫苏子、蒲公英、桃仁、大枣、龙眼肉（桂圆）、党参、肉苁蓉（荒漠）、铁皮石斛、西洋参、黄芪、灵芝、山茱萸、天麻、杜仲叶应符合《中华人民共和国药典》现行版一部的规定。

2.1.17 蜂蜜应符合 GB 14963 的规定。

2.1.18 南瓜、羽衣甘蓝应清洁、卫生、无污染，并符合 GB 2762 和 GB 2763 的规定。

2.1.19 玉米粉应符合 GB/T 10463 的规定。

2.1.20 木糖醇应符合GB 1886.234 的规定。

2.1.21 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。

2.1.22 乳清粉、乳清蛋白粉应符合GB 11674的规定。

2.1.23 椰浆粉应符合 GB/T 29602 的规定。

2.1.24 南瓜粉、草莓粉、蓝莓粉、桑葚粉、树莓粉、沙棘粉、大麦苗粉应符合 NY/T 1884 的规定。

2.1.25 黑芝麻应符合 GB/T 11761 和 GB 19300 的规定。

2.1.26 黑木耳应符合 GB/T 6192 的规定。

2.1.27 黑花生应符合 GB/T 1532 的规定。

2.1.28 黄原胶应符合 GB 1886.41 的规定。

2.1.29 羧甲基纤维素钠应符合 GB 1886.232 的规定。

2.1.30 牛骨髓肽粉应符合 Q/WTTH 0046S 的规定。（见附录 A）

2.1.31 胶原蛋白肽粉应符合 GB 31645 的规定。

2.1.32 阿胶低聚肽粉应符合 Q/WTTH 0031S 的规定。（见附录 B）

- 2.1.33 海洋鱼低聚肽粉应符合 GB/T 22729 的规定。
- 2.1.34 玉米低聚肽粉应符合 Q/WTTH 0016S 的规定。（见附录 C）
- 2.1.35 山药肽粉应符合 Q/WTTH 0078S 的规定。（见附录 D）
- 2.1.36 大豆肽粉应符合 GB/T 22492 的规定。
- 2.1.37 低聚果糖应符合 GB/T 23528.2 的规定。
- 2.1.38 低聚木糖应符合 GB/T 35545 的规定。
- 2.1.39 低聚异麦芽糖应符合 GB/T 20881 的规定。
- 2.1.40 麦芽糊精应符合 GB/T 20882.6 和 GB 15203 的规定。
- 2.1.41 植脂末应符合 QB/T 4791 的规定。
- 2.1.42 小麦胚芽粉应符合 LS/T 3210 的规定。
- 2.1.43 亚麻籽应符合 GB/T 15681 的规定。
- 2.1.44 蝉花子实体(人工培植)粉应符合 GB/T 29602 的规定，所用蝉花子实体应符合国家卫生健康委公告 2020 年第 9 号《关于蝉花子实体（人工培植）等 15 种“三新食品”的公告》的规定。
- 2.1.45 蛹虫草粉应符合 GB/T 29602 和卫计委《关于批准塔格糖等 6 种新食品原料的公告》2014 年 10 号的规定。
- 2.1.46 雪莲培养物应符合原卫生部公告（2010 年第 9 号）的规定。
- 2.1.47 玫瑰花（重瓣红玫瑰）提取物、蓝莓提取物、黑枸杞提取物、针叶樱桃果提取物、绿茶提取物、苹果提取物、苦瓜提取物、桑叶提取物、辣木叶提取物、葛根提取物、茯苓提取物、玉米须提取物、怀菊花提取物、白芸豆提取物、荷叶提取物、火麻仁提取物、决明子提取物、咖啡豆提取物、覆盆子提取物均为水提取物，应符合 GB/T 29602 的规定。其中辣木叶应符合原卫生部 2012 年第 19 号公告的规定；杜仲雄花应符合卫生部公告 2014 年第 6 号的规定；玉米须应符合卫计委《关于玉米须有关问题的批复》（卫监督函〔2012〕306 号）的规定；针叶樱桃果应符合卫生部 2010 年第 9 号公告要求和 NY/T 1884 的规定；玫瑰花（重瓣红玫瑰）应符合卫生部公告 2010 年 3 号的规定。
- 2.1.48 人参肽粉应符合 Q/WTTH 0077S 的规定。（见附录 E）
- 2.1.49 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、粒状	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	具有产品应有的色泽	
气 味	具有产品应有的气味，无异味	
滋 味	具有产品特有的滋味，香微甜，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	≤ 7.0	GB 5009.3
*铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤ 0.28	GB 5009.12
展青霉素 ^a , μg/kg	≤ 20	GB 5009.185
甲基汞 (以 Hg 计) ^b , mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.17
注: a 仅适用于添加山楂的产品检测; b 仅适用于添加牡蛎、海洋鱼低聚肽粉的产品检测; *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；食药物质和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。

H N
Q B

附录 A

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/WTTH 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/WTTH 0046S-2017

本标准与 Q/WTTH 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述
- 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 食品中致病微生物限量
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则

Q/WITH 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 2000D 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/WTTH 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	3×10^4	10^5
大肠菌群/（CFU/g）	5	1	10	10^3
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令[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 总砷：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/WTTH 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。

- 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。

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。

6.3 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。

6.4 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 0.000 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 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:

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

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, %;

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 1.841 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 50 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)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 0046S-2019

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 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 0046S-2019

$$X_2 = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^9} \times 100 \quad \dots\dots\dots$$

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);

10^9 ——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:

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

式中:

X ——试样中多肽的含量,单位为克每百克(g/100 g);

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%。

附录 B

备案号:420935S-2021

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0031S-2021

代替Q/WTTH 0031S-2018

阿胶低聚肽粉

2021-04-02 发布

2021-05-02 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0031S-2021

前 言

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 0031S-2018

本标准与 Q/WTTH 0031S-2018 相比，主要变化如下：

- 对规范性引用文件进行了技术查新。
- 将标准名称“阿胶肽”修改为“阿胶低聚肽”
- 增加了总汞、镉、铬的检测指标及相关引用标准
- 调整了总砷、铅、相对分子质量分布的检测指标

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：陈大伟 于兰

本标准历次发布时间：2015 年 10 月、2018 年 5 月、2021 年 4 月。



Q/WTTH 0031S-2021

阿胶低聚肽粉

1 范围

本标准规定了阿胶低聚肽粉的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以阿胶为原料，经打粉、加水、加温、添加蛋白酶酶解、酶灭活、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装等工艺制成的阿胶低聚肽粉。

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/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 4789.1	食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
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 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 食品中致病微生物限量
GB 31645	食品安全国家标准 胶原蛋白肽

Q/WTTH 0031S-2021

GB 31650 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量
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)
《中华人民共和国药典2020版》一部
《中华人民共和国农业部》2002年第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。
3.1.2 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 GB 31650 及农业部 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 阿胶：应符合《中华人民共和国药典 2020 版》一部中的规定。
3.2.2 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	浅黄色或浅棕色
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	无肉眼可见外来异物

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) 以干基计	≤ 8.0
蛋白质 (g/100g) 以干基计	≥ 80.0
低聚肽 (g/100g) 以干基计	≥ 75.0
相对分子质量分布在1000Da1以下的比例 (%)	≥ 75.0
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤ 1.0
铅 (以Pb计) / (mg/kg)	≤ 1.0
总汞 (以Hg计) / (mg/kg)	≤ 0.1
镉 (以Cd计) / (mg/kg)	≤ 0.1

Q/WTTH 0031S-2021

铬（以Cr计）/（mg/kg）	≤	1.0
-----------------	---	-----

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	3×10^1	10^2
大肠菌群（CFU/g）	5	1	10	10^2
沙门氏菌 /25g	5	0	0	—
金黄色葡萄球菌/25g	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

取适量样品置于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 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 低聚肽：按 GB/T 22729 规定检验。

4.2.5 相对分子质量分布：按 GB/T 22729 附录 A 规定检验。

4.2.6 总砷：按 GB 5009.11 规定检验。

4.2.7 铅：按 GB 5009.12 规定检验。

4.2.8 总汞：按 GB 5009.17 规定检验。

4.2.9 镉：按 GB 5009.15 规定检验。

4.2.10 铬：按 GB 5009.123 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

Q/WTTH 0031S-2021

- 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。

- a) 当原料来源、设备、工艺有改变时；
- 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。

- 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12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12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

- 5.6.1 所检项目全部合格判为合格。若出现不超过二项不合格项（含两项）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 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，并符合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包装，瓦楞纸箱应符合GB/T 6543的规定。

- 6.2.3 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。

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。

附录 C

备案号:420042S-2023

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0016S-2022

代替Q/WTTH 0016S-2020

玉米低聚肽粉

2022-12-22 发布

2023-01-20 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0016S-2022

玉米低聚肽粉

1 范围

本标准规定了玉米低聚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。

本标准适用于以玉米蛋白粉为原料，经加水、加温、添加蛋白酶酶解、酶灭活、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装工艺制得的玉米低聚肽粉。

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 食品中真菌毒素限量
GB 2762	食品安全国家标准 食品中污染物限量
GB 2763	食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
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/T 5009.19-2008	食品中有机氯农药多组分残留量的测定
GB 5009.22	食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定
GB 5009.111	食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定
GB 5009.209	食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定
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）

Q/WTTH 0016S-2022

《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公告2010年第15号关于批准蔗糖聚酯、玉米低聚肽粉、磷脂酰丝氨酸等3种物品为新资源食品的公告

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。
- 3.1.2 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 玉米蛋白粉:应符合本标准附录B的规定
- 3.2.2 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	淡黄色或棕黄色粉末
性状	疏松粉末状, 色泽均匀、无结块、无吸潮
滋味、气味	具有本产品特有的滋味与气味, 无异味、异嗅。
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 (g/100g)	≤ 7.0
蛋白质 (g/100g) 以干基计	≥ 80.0
低聚肽 (g/100g) 以干基计	≥ 75.0
灰分 (g/100g) 以干基计	≤ 7.0
相对分子质量小于1000的蛋白质水解物所占比例 (%)	≥ 90.0
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤ 0.4
铅 (以Pb计) / (mg/kg)	≤ 0.2
总汞 (以Hg计) / (mg/kg)	≤ 0.02
镉 (以Cd计) / (mg/kg)	≤ 0.1
六六六 (mg/kg)	≤ 0.05
滴滴涕 (mg/kg)	≤ 0.1
黄曲霉毒素B1 (μg/kg)	≤ 20



Q/WTTH 0016S-2022

玉米赤霉烯酮 (μg/kg)	≤	60
脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (μg/kg)	≤	1000

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			
	n	c	m	M
菌落总数 (CFU/g)	5	2	3×10^4	10^5
大肠菌群 (CFU/g)	5	1	10	10^2
沙门氏菌(若非指定, 均以/25g表示)	5	0	0	—
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

按国家质量监督检验检疫总局令[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。

• 试验方法

4.1感官检验

将样品置明亮处, 采用目测、口尝、鼻嗅方式进行。

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规定检验。
- 4.2.5 低聚肽: 按附录B规定检验。
- 4.2.6 玉米赤霉烯酮: 按GB 5009.209规定检验。
- 4.2.7 黄曲霉毒素B1: 按GB 5009.22规定检验。
- 4.2.8 脱氧雪腐镰刀菌烯醇: 按GB 5009.111规定检验。
- 4.2.9 总砷: 按GB 5009.11规定检验。
- 4.2.10 铅: 按GB 5009.12规定检验。
- 4.2.11 总汞: 按GB 5009.17规定检验。
- 4.2.12 镉: 按GB 5009.15规定检验。
- 4.2.13 六六六、滴滴涕: 按GB/T 5009.19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



Q/WTTH 0016S-2022

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。

5.2.3 型式检验

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、工艺有改变时；
- 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。

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。

5.5.2 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 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，并符合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包装，瓦楞纸箱应符合GB/T 6543的规定。

6.2.3 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。

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。

6.5 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 0016S-2022

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 0016S-2022

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:

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

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, %;

A ——某相对分子质量肽段的峰面积;

A_g ——各相对分子质量肽段的峰面积之和, $A_g = \sum_{i=1}^n A_i$ (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 0016S-2022

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 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 50 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_4\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)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 0016S-2022

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,并加水于小玻杯以防漏气。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:

Q/WTTH 0016S-2022

$$X_2 = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^9} \times 100 \dots\dots\dots$$

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);

10^9 ——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:

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

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 0016S-2022

附录C
(资料性附录)

玉米蛋白粉的质量要求

玉米蛋白粉应符合表1的规定

表1

项 目	指 标
水分 ≤ %	12
粗蛋白(干基计) ≥ %	60
粗脂肪(干基计) ≤ %	5
粗纤维(干基计) ≤ %	3
粗灰分(干基计) ≤ %	2
铅(以Pb计), mg/kg ≤	0.2
总汞(以Hg计), mg/kg ≤	0.02
镉(以Cd计), mg/kg ≤	0.1
铬(以Cr计), mg/kg ≤	2.0
六六六, mg/kg ≤	0.1
滴滴涕, mg/kg ≤	0.1
苯并[a]芘, ug/kg ≤	5.0



附录 D

备案号:420557S-2019

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0078S-2019

山药肽

2019-03-15 发布

2019-04-15 实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0078S-2019

前 言

本标准的附录A、附录B、附录C为规范性的附录。

本标准的附录D为资料性的附录。

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 1.1-2009《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 张涛。

本标准自 2019 年 03 月 15 日发布 2019 年 04 月 15 日实施。



山药肽

1 范围

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

本标准适用于以山药粉为原料，经高温变性、蛋白酶酶解、酶灭活、过滤、浓缩、喷雾干燥、包装等工艺制得的山药肽。

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 20371	食品安全国家标准 食品加工用植物蛋白
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 0078S-2019

附录 B

(规范性附录)

多肽的检验方法

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 50 mL 乙酸锂溶液,加入 4 g 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 0.12 g 还原茚三酮($\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)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。

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 山药粉：应符合附录 D 的规定。
- 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。

感官要求

项 目	要 求
色泽	白色或浅灰色
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)	≤ 7.0
蛋白质 (g/100g) 以干基计	≥ 45.0
肽含量 (g/100g) 以干基计	≥ 40.0
相对分子质量分布在 2000Da1 以下的比例, %	≥ 80.0
总糖 (g/100g)	10-30
灰分 (g/100g)	≤ 7.0
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤ 0.4
铅 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 0.2

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	m	M	
菌落总数/ (CFU/g)	5	2	3×10^4	10^5
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	100 CFU/g	1000 CFU/g

Q/WTTH 0078S-2019

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 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 肽相对分子质量分布: 按附录 A 规定检验。

4.2.5 总糖: 按附录 C 规定方法检验。

4.2.6 灰分: 按 GB 5009.4 规定检验。

4.2.7 总砷: 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、肽含量、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 0078S-2019

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。

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，自生产之日产品未启封起，保质期为24个月。

Q/WTTH 0078S-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 0.000 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 0078S-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 10mg 于 10mL 容量瓶中,加入少许流动相,超声振荡 10min ,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:

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

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, %;

A ——某相对分子质量肽段的峰面积;

A_s ——各相对分子质量肽段的峰面积之和, $A_s = \sum_{i=1}^n A_i$ (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 0078S-2019

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,立即将破塞盖紧,并加水于小玻杯以防漏气。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。

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.014}{m \times 10/100} \times F \times 100 \quad \text{..... (B.1)}$$

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);

0.014——1.0 mL 硫酸[$c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.050 \text{ mol/L}$]或盐酸[$c(\text{HCl}) = 0.050 \text{ mol/L}$]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 0078S-2019

$$X_2 = \frac{c \times \frac{1}{50} \times F \times V \times M}{m \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots$$

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);

10^3 ——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%。

Q/WTTH 0078S-2019

附录 C
(规范性附录)
总糖的检验方法

C.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。

C.2 试剂

C.2.1 浓硫酸

分析纯，95.5%。

C.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）。

C.2.3 标准葡聚糖

或分析纯葡萄糖。

C.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。

C.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。

C.2.6 氢氧化钠

120 克分析纯氢氧化钠溶于 500ml 水。

C.2.7 盐酸

配制成 6mol/L 的盐酸溶液。

C.3 仪器和设备

C.3.1 紫外分光光度计。

C.3.2 离心机。

C.3.3 电子恒温水浴锅。

C.3.4 电子天平：分度值 0.0001g。

C.4 操作步骤

C.4.1 标准曲线制作

准确称取标准葡聚糖（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。

C.4.2 样品处理

C.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。

C.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。

C.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

Q/WTTH 0078S-2019

小时。

C.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。

	1	2	3	4	5	6	7
标准糖含量	0	5	10	15	20	25	30

Q/WTTH 0078S-2019

附录 D
(资料性附录)
山药粉的质量要求

项目	标准要求
色泽	白色粉末
组织形态	应干燥松散，均匀无结块
溢气味	冲调后有该产品应有的溢气味
杂质	冲调后无肉眼可见外来异物
水份 (g/100g)	≤ 7.0
菌落总数 (CFU/g)	$n=5, c=2, m=1 \times 10^3, M=5 \times 10^4$
大肠菌群 (CFU/g)	$n=5, c=2, m=10, M=1 \times 10^3$

附录 E

备案号:421972S-2023

Q/WTTH

武汉天天好生物制品有限公司企业标准

Q/WTTH 0077S-2023

代替Q/WTTH 0077S-2022

人参肽粉

2023-10-20 发布



实施

武汉天天好生物制品有限公司 发布

Q/WTTH 0077S-2023

前 言

本标准的附录A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》。

本标准与Q/ WTTH0077S-2022相比，主要变化如下：

- 规范性引用文件进行了更新；
- 删除了“蛋白质”的检测指标；
- 删除了“沙门氏菌”的检测指标及规范性引用文件；
- 删除了“金黄色葡萄球菌”的检测指标及规范性引用文件；
- 删除了附录B肽含量的检测方法；
- 增加了“肽相对分子质量分布”的检测指标及规范性引用文件；
- 增加了“总氮”的检测指标；
- 调整了“总砷”指标的限量要求；
- 调整了“铅”指标的限量要求；
- 调整了“菌落总数”指标的限量要求；
- 调整了“大肠菌群”指标的限量要求；
- 调整了出厂检验项目。

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 王金

本标准历次发布时间：2019年01月15日、2020年9月10日、2021年11月、2022年11月、2023年10月。



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（五年以下人工种植）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

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，注明日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注明日期的引用文件，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 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/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 食品中致病微生物限量
GB 31645	食品安全国家标准 胶原蛋白肽
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》 国家市场监督管理总局令第70号
《中华人民共和国农业部》2002年第235号公告。
《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）
《保健食品理化及卫生指标检验与评价技术指导原则（2020年版）》

Q/WTTH 0077S-2023

《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 及农业部 2002 年第 235 号公告的规定。
- 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（五年以下人工种植）：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	具有本品应有的色泽
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，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
总氮（以干基计）/（g/100g）	≥ 11.2
肽含量（g/100g）以干基计	≥ 30.0
相对分子质量在 189-10000 肽段的相对百分比/%	≥ 75.0
总皂苷（以人参皂苷 Re 计）/（g/100g）	≥ 1.5
总糖（g/100g）	≥ 20.0
灰分（g/100g）	≤ 10.0
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤ 3
铅（以 Pb 计）/（mg/kg）	≤ 0.2

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，均以25g表示）			
	n	c	m	M
菌落总数（CFU/g）	5	2	10 ⁴	5×10 ⁴

Q/WTTH 0077S-2023

大肠菌群 (CFU/g)	5	2	10	10 ²
--------------	---	---	----	-----------------

3.6 净含量及允许短缺量

应符合国家市场监督管理总局令第70号《定量包装商品计量监督管理办法》要求。

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 总氮:按 GB 5009.5 规定检验。

4.2.3 肽含量:按 GB/T 22492 附录 B 规定方法检验。

4.2.4 相对分子质量:按 GB 31645 附录 A 规定方法检验。

4.2.5 总皂苷:按《保健食品理化及卫生指标检验与评价技术指导原则(2020 年版)》中规定检验。

4.2.6 总糖:按附录 A 规定方法检验。

4.2.7 灰分:按 GB 5009.4 规定检验。

4.2.8 总砷:按 GB 5009.11 规定检验。

4.2.9 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。

4.4 净含量

按 JJF 1070 规定的方法进行检验。

5 检验规则

分为原辅料检验、出厂检验和型式检验。

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、总氮、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

Q/WTTH 0077S-2023

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。

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 12 个（重量不少于 1kg）最小销售包装的成品进行检测，样品分为两份，一份检测；一份留样。

5.5.2 型式检验抽样应在出厂检验合格批次中随机从 15 个（重量不少于 1.5kg）最小包装样品，样品分为两份，一份检测；一份留样。

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

产品应贮存于干燥、清洁、卫生、通风、防潮、防霉、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、易腐败、易污染的物品混存。

6.5 保质期

产品在符合上述条件下，自生产之日产品未启封起，保质期为 24 个月。

Q/WTTH 0077S-2023

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 标准葡聚糖

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

准确称取标准葡聚糖（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 测定吸光度，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到入离心管。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。

编制说明

本标准适用于以怀山药片、铁棍山药片中的一种或两种为主要原料，加入或不加入红小豆、赤小豆、黑豆、大豆、白扁豆、白芸豆、绿豆、鹰嘴豆、薏苡仁、芡实、茯苓、莲子、甘草、黄精、百合、陈皮、核桃仁、黑芝麻、苦瓜、南瓜、羽衣甘蓝、南瓜籽仁、芹菜籽、亚麻籽、枸杞子、鸡内金、黑小麦、黑花生、黑木耳、花生仁、燕麦米、黑米、荞麦、藜麦米、豌豆、糙米、玉米粉、麦片、大米、红米、山楂、马齿苋、木瓜、玉竹、决明子、怀菊花、大枣、干姜、栀子、砂仁、桃仁、桔梗、荷叶、紫苏叶、紫苏子、麦芽、龙眼肉(桂圆)、蒲公英、酸枣仁、薄荷、牡蛎、人参(人工种植5年以下)、玫瑰花(重瓣红玫瑰)、奇亚籽、党参、肉苁蓉(荒漠)、铁皮石斛、西洋参、黄芪、灵芝、山茱萸、天麻、杜仲叶其中一种或几种，经挑选、粉碎、熟化(炒制、烘焙或膨化)或不熟化、二次粉碎或不粉碎，添加或不添加蜂蜜、葛根粉、南瓜粉、草莓粉、蓝莓粉、树莓粉、桑葚粉、沙棘粉、大麦苗粉、小麦胚芽粉、核桃粉、花生粉、黑花生粉(破壁)、乳粉、蝉花子实体(人工培植)粉、蛹虫草粉、食糖(冰糖、红糖、白砂糖、黑糖、赤砂糖中的一种或几种)、木糖醇、麦芽糊精、植脂末(葡萄糖浆、植物油、酪蛋白酸钠、单，双甘油脂肪酸酯)、牛骨髓肽粉、海洋鱼低聚肽粉、阿胶低聚肽粉、胶原蛋白肽粉、大豆肽粉、玉米低聚肽粉、山药肽粉(山药小分子肽粉)、人参肽粉、益生元(低聚果糖、低聚木糖或低聚异麦芽糖)、玫瑰花(重瓣红玫瑰)提取物、蓝莓提取物、黑枸杞提取物、针叶樱桃果提取物、绿茶提取物、苹果提取物、苦瓜提取物、桑叶提取物、辣木叶提取物、葛根提取物、茯苓提取物、玉米须提取物、怀菊花提取物、白芸豆提取物、荷叶提取物、火麻仁提取物、决明子提取物、咖啡豆提取物、覆盆子提取物、雪莲培养物、菊粉、乳清粉、乳清蛋白粉、椰浆粉、大豆膳食纤维粉、黄原胶、羧甲基纤维素钠的一种或几种，经调配、混合、造粒或不造粒、烘干或不烘干、包装加工制成的山药粉及复配山药粉制品。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 GB 19640《食品安全国家标准 冲调谷物制品》制订本企业标准，为组织生产、质量控制和监督检查提供依据。

本标准中铅的指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

焦作市鑫诚怀药有限公司