

中华人民共和国轻工行业标准

食 品 添 加 剂 果 胶 酶 制 剂

QB 1502—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了果胶酶制剂的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于以黑曲霉菌(*Aspergillus niger*)发酵法生产,经提纯制取而得的果胶酶制剂,可供食品工业生产作添加剂用。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 4789.3 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定

GB 4789.4 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 6682 实验室用水规格

GB 8449 食品添加剂中铅的测定方法

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

3 技术要求

3.1 性状

本品固体时,为浅黄色粉末,无结块,易溶于水。液体时,为棕褐色,允许微混或有少量凝聚物。

3.2 理化和卫生指标

应符合表1的规定。

表 1

项 目	指 标	
	固 体	液 体
酶活力,U/g(mL)	20 000,30 000	1 000,2 000
	40 000,50 000	3 000,4 000
水 分,%	≤8.0	—
细度(通过40目标标准筛),%	≥75	—
酶活力保存率(室温),% (5~10℃),%	一年≥80	三个月≥80
	一年≥90	三个月≥90
重金属(以Pb计),%	≤0.004	
铅,%	≤0.001	

中华人民共和国轻工业部1992-06-08批准

1993-02-01实施

续表 1

项 目	指 标	
	固 体	液 体
砷(以 As 计), %	$\leq 0.000\ 3$	
大肠菌群, 个/100g	$\leq 3\ 000$	
沙门氏菌	不得检出	

4 试验方法

本试验方法中所用水,应符合 GB 6682 三级以上水规格要求;所用试剂除另有注明外,均指分析纯。

4.1 性状

用感官检查与判定。

4.2 酶活力

4.2.1 原理

果胶酶水解果胶,生成半乳糖醛酸。半乳糖醛酸具有还原性糖醛基,可用次亚碘酸法定量测定,以此来表示果胶酶的活性。

4.2.2 试剂和溶液

a. 果胶粉(Sigma 公司出品):10g/L 水溶液

称取果胶粉 1.000 0g,精确至 0.000 2g,加水溶解,煮沸,冷却。如有不溶物则需进行过滤。调 pH 至 3.5,用水定容至 100mL,在冰箱中贮存备用。使用时间不超过 3d;

b. 硫代硫酸钠标准溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.05\text{mol/L}$:按 GB 601 配制与标定 0.1mol/L 溶液。使用时准确稀释一倍;

c. 碳酸钠溶液 $c(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3)=1\text{mol/L}$:按 GB 601 配制;

d. 碘标准溶液 $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{mol/L}$:按 GB 601 配制与标定,贮存于棕色瓶中;

e. 硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{mol/L}$:取浓硫酸($d=1.84$)5.6mL,缓慢加入适量水中,冷却后用水定容至 100mL,摇匀;

f. 可溶性淀粉指示液(10g/L):按 GB 603 配制;

g. 0.1mol/L 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=3.5)

甲液:称取柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)21.01g,用水溶解并定容至 1 000mL;

乙液:称取柠檬酸三钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)29.41g,用水溶解并定容至 1 000mL;

取甲液 140mL、乙液 60mL,混匀,缓冲液的 pH 应为 3.5(用 pH 计调试)。

4.2.3 仪器

a. 比色管 25mL;

b. 恒温水浴 $50 \pm 0.2^\circ\text{C}$;

c. 容量瓶 25mL、50mL、100mL、200mL、250mL;

d. 碘量瓶 250mL;

e. 吸管 1mL、5mL;

f. 滴定管 25mL。

4.2.4 试验程序

4.2.4.1 制备酶液

a. 固体酶:用已知质量的 50mL 小烧杯,称取样品 1.000 0g,精确至 0.000 2g,以少量柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=3.5)溶解,并用玻璃棒捣研,将上清液小心倾入适当的容量瓶中,沉渣再加少量缓

冲液,反复捣研 3~4 次,最后全部移入容量瓶,用缓冲液定容,摇匀,以四层纱布过滤,滤液供测试用;

b. 液体酶:准确吸取浓缩酶液 1.00mL 于一定体积的容量瓶中,用柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=3.5)稀释定容;

c. 固体酶或浓缩酶液均须按附录 A(补充件)要求,准确稀释至一定倍数,酶液浓度应控制在消耗 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准溶液(A-B)之差在 0.5~1.0mL 范围内。必要时可先做预备试验。

4.2.4.2 测定

a. 于甲、乙两支比色管中,分别加入 10g/L 果胶溶液 5mL,在 50±0.2℃水浴中预热 5~10min;

b. 向甲管(空白)中加柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=3.5)5mL;乙管(样品)中加稀释酶液 1mL、柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=3.5)4mL,立刻摇匀,计时。在此温度下准确反应 0.5h,立即取出,加热煮沸 5min 终止反应,冷却;

c. 取上述甲、乙管反应液各 5mL 放入碘量瓶中,准确加入 1mol/L 碳酸钠溶液 1mL、0.1mol/L 碘液 5mL,摇匀,于暗处放置 20min;

d. 取出,加入 2mol/L 硫酸溶液 2mL,用 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色,加淀粉指示液 3 滴,继续滴定至蓝色刚好消失为其终点,记录甲管(空白)、乙管(样品)反应液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积。同时做平行样品测定。

4.2.5 试验结果的计算

1g 酶粉或 1mL 酶液在 50℃、pH3.5 的条件下,1h 分解果胶产生 1mg 半乳糖醛酸为一个酶活单位。

$$X = (A-B) \times c \times 0.51 \times 194.14 \times n \times \frac{10}{5 \times 1 \times 0.5}$$

$$= (A-B) \times c \times n \times 396.05 \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——样品的酶活力, U/g(U/mL);

A——空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

B——样品消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

c——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

0.51——1 毫摩尔硫代硫酸钠相当于 0.51 毫摩尔的游离半乳糖醛酸;

194.14——半乳糖醛酸的毫摩尔质量, mg;

n——酶液稀释倍数;

10——反应液总体积, mL;

5——滴定时取反应混合物的体积, mL;

1——反应时加入稀释酶液的体积, mL;

0.5——反应时间, h。

所得结果应表示至整数。

注: 果胶暂定用 Sigma 公司产品为标准底物。若购不到, 使用其他厂产品时, 必须做对照试验。

4.2.6 结果的允许差

平行试验, 滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积(毫升)不得超过 0.05mL。

4.3 水分

4.3.1 原理

样品在常压下, 于 105±2℃电热干燥箱中烘干 2h, 称量其干燥后的失重, 以百分数表示。

4.3.2 仪器

a. 电热干燥箱 105±2℃;

b. 干燥器(以变色硅胶作干燥剂);

c. 称量瓶 40mm×25mm。

4.3.3 试验程序

用已知恒重的称量瓶称取样品约 2g, 精确至 0.000 2g, 在 105±2℃ 电热干燥箱中烘干 2h, 取出, 加盖, 放入干燥器中冷却 30min, 称量。

4.3.4 试验结果的计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——样品的水分含量, %;

m_1 ——烘干前称量瓶加样品的质量, g;

m_2 ——烘干后称量瓶加样品的质量, g;

m ——称量瓶的质量, g。

所得结果应表示至一位小数。

4.3.5 结果的允许差

平行试验测定值之差不得超过 1%。

4.4 细度

4.4.1 仪器

标准分样筛, 40 目。

4.4.2 试验程序

称取样品 100g, 精确至 0.1g, 用 40 目标准分样筛进行筛分, 称其未通过筛子(即筛上物)的样品质量, 以百分数表示。

4.4.3 试验结果的计算

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_2 ——样品的细度, %;

m ——取样量, g;

m_1 ——筛上物的质量, g。

所得结果应表示至整数。

4.4.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不得超过 1%。

4.5 酶活力保存率

$$X_3 = \frac{E_1}{E} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: X_3 ——酶活力保存率, %;

E_1 ——保存后的酶活力;

E ——原样品的酶活力。

4.6 重金属

固体酶, 称取样品 5.0g, 精确至 0.001g; 液体酶, 吸取样品 5mL, 用湿法消解, 定容至 50mL, 取样 2.5mL。以 1.00mL 铅标准液(1mL 含有 0.1mgPb)作对照。按 GB 8451 方法测定。

4.7 铅

按 GB 8449 测定。样品处理采用硝酸-硫酸法。

4.8 砷

按 GB 8450 测定。样品处理采用硝酸-硫酸法。

4.9 大肠菌群

按 GB 4789.3 测定。

4.10 沙门氏菌

按 GB 4789.4 测定。

5 检验规则

5.1 产品按批验收。生产厂以每一班次生产的且经包装出厂的、具有同一产品名称、批号、规格和同样质量证明书的产品视为一批。

5.2 取样方法

按表 2 抽取样品。

将抽取的样品,一半封存保留三个月备查;其余样品迅速混匀、缩分,逐项测定。

5.3 交收检验(出厂检验)

5.3.1 产品出厂前,应由生产厂的检验部门负责,按本标准规定逐批进行出厂检验,符合标准要求,并签发质量合格证的产品,方可出厂。

5.3.2 交收检验(出厂检验)项目:性状、酶活力、水分、细度、包装及净重。

5.3.3 判定规则

a. 性状、包装及净重按表 2 判定;

b. 其他项目以单项判定。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,可与生产厂协商,重新自同批产品中抽取两倍量的样品进行复验,以复验结果为准。若仍有一项不合格,则判整批产品为不合格。受货方可在到货 30d 内,向供货方提出退货或协商解决。

表 2

批 量 范 围 箱(桶)	样 本 大 小 箱(桶)	合 格 判 定 数 A_c	不 合 格 判 定 数 R_c
1~50	2	0	1
51~150	3	0	1
151~1 200	5	1	2
1 201~35 000	8	1	2
>35 001	13	2	3

5.4 例行检验(型式检验)

5.4.1 有下列情况之一者须进行例行检验。

- a. 原辅材料、工艺过程有较大变化;
- b. 长期停产后,恢复生产时;
- c. 国家技术监督机构提出进行产品质量抽查时。

5.4.2 型式检验项目为表 1 全部理化与卫生指标。

5.4.3 判定规则同交收检验。

5.5 若供需双方对产品质量发生争议时,可由双方协商,选定仲裁单位委托其检验仲裁,费用由败诉方承担。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 本品内包装须用符合食品卫生要求的铝箔袋、塑料瓶(桶),外包装须用内衬食品用塑料薄膜或防潮纸的纸板箱。

6.2 内包装,固体酶规格分为 100,200,500g 三种;液体酶分为 0.5,1,25L 三种,或由供需双方商定。内包装上应注明产品名称、生产厂名、商标、规格、净重、执行标准代号、酶活力、贮存条件。

6.3 外包装箱上应注明产品名称、生产厂名、厂址、商标、规格、生产日期、小包装数量及净重,并需注有“食品添加剂”字样。箱内还应附有质量证明书。质量允许差为 $\pm 2\%$,一箱内小包装的总质量不得出现

负公差。

6.4 本品含有生物活性物质,光线、温度、湿度易引起失活。在运输过程中应防雨、防潮、防止日光曝晒。装卸时应轻拿轻放,码放整齐,防止倾倒重压。

6.5 本品在贮运过程中,严禁与有毒、有害、有腐蚀性物品和其它污染物混装、混贮、混运。

6.6 本品应贮存在清洁、阴凉、干燥、通风的库房中,或采用低温(5~10℃)贮存,以提高酶的稳定性,延长保存期。

6.7 本品酶活力保存率(见表1)即为保质期。固体酶在室温下保存一年,酶活力不低于80%;液体酶在室温下保存三个月,酶活力不低于80%。在5~10℃下固体酶保存一年,液体酶保存三个月,酶活力不得低于90%。

附 录 A
稀 释 酶 液 参 考 表
(补充件)

A1 测定酶活力时,酶液浓度应控制在消耗 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准溶液(A-B)之差为0.5~1.0mL。

A2 在样品酶活力未最后确定时,应作预备试验,可将第一次稀释酶液暂时置于冰箱低温贮存,以便更正第二次的稀释倍数,测得准确的酶活力。

A3 酶液稀释倍数见表 A1。

表 A1

总稀释倍数	第 一 次 稀 释	第 二 次 稀 释
1 000	1g(mL)→100mL (100 倍)	5mL →50mL (10 倍)
2 000	1g(mL)→100mL (100 倍)	5mL →100mL (20 倍)
4 000	1g(mL)→100mL (100 倍)	5mL →200mL (40 倍)
5 000	1g(mL)→100mL (100 倍)	5mL →250mL (50 倍)
8 000	1g(mL)→200mL (200 倍)	5mL →200mL (40 倍)
10 000	1g(mL)→200mL (200 倍)	5mL →250mL (50 倍)

A4 示例

A4.1 酶活力约 20 000U/g,建议稀释 2 000 倍。

称样品 1g →100mL;取 5mL →100mL。

A4.2 酶活力约 2 000U/mL,建议稀释 200 倍。

取酶液 1mL →200mL。

附加说明:

本标准由轻工业部食品工业司提出。

本标准由轻工业部食品发酵工业科学研究所、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由天津酶制剂厂、轻工业部食品发酵工业科学研究所、北京市发酵所、无锡酶制剂厂和天津食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人侯炳炎、田栖静、宫云霞、吴炳炎、田惠光。