

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210012

加勉®胶原蛋白维生素E硒软糖

- 【原料】 胶原蛋白、维生素E（d-α-醋酸生育酚）、富硒酵母
- 【辅料】 葡萄糖浆、白砂糖、明胶、山梨糖醇液、浓缩苹果汁、桃浓浆、针叶樱桃粉、柠檬酸、苹果酸、桃子香精、胭脂虫红、纯化水
- 【生产工艺】 本品经熬糖、混合、调配、浇注、干燥、包装等主要工艺加工制成。
- 【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】
- 高密度聚乙烯瓶应符合GB 4806.7的规定；复合膜、袋应符合GB/T 21302的规定。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	呈红色至红棕色
滋味、气味	味酸甜，具有桃香气，无异味
性状	块状完整，边缘整齐，具本品特有形状
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 无

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
蛋白质，g/100g	≥12	GB 5009.5
还原糖（以葡萄糖计），%	≥10.0	1 还原糖的测定
干燥失重，%	≤20.0	SB/T 10021
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0	GB 5009.11

总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
展青霉素, μg/kg	≤50	GB 5009.185

1 还原糖的测定: 按GB 5009.7第一法进行检验, 详细检测步骤如下: 称取2.5-5.0g试样, 置于100mL烧杯中, 加入50mL水, 放置2h后, 60℃水浴中溶解, 将试样溶液转移至250mL容量瓶中, 以下按标准步骤5.1.4 “慢慢加入5mL乙酸锌溶液及5mL亚铁氰化钾溶液”起依法操作。

【微生物指标】应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数, CFU/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【标志性成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
维生素E, g/100g	0.80-1.25	GB 5009.82
硒(以Se计), μg/100g	370-625.0	GB 5009.93
羟脯氨酸, g/100g	≥1.0	1 羟脯氨酸的测定

1 羟脯氨酸的测定

参考GB/T 9695.23规定的方法测定, 具体如下:

1.1 原理: 用硫酸于105℃水解试样, 过滤、稀释水解产物。羟脯氨酸经氯胺T氧化后, 与对二甲氨基苯甲醛反应生成红色化合物, 在波长558nm处进行比色测定。

1.2 试剂

如无特别说明, 所用试剂均为分析纯。水为蒸馏水或去离子水, 或相同纯度的水。

1.2.1 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 3\text{mol/L}$]: 量取750mL水于2L的容量瓶中, 在搅拌下缓慢加入320mL浓硫酸($\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$)。冷却至室温后用水定容。

1.2.2 缓冲溶液(pH = 6.8) (26.0g 一水柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$); 14.0g 氢氧化钠; 78.0g 无水乙酸钠[$\text{Na}(\text{CH}_3\text{CO}_2)$]): 用500mL水溶解上述试剂并转入1L的容量瓶中, 加入250mL正丙醇, 用水定容。该溶液于4℃暗处可稳定保存几周。

1.2.3 氯胺T溶液: 称取1.41g三水·N-氯-对甲苯磺酰胺钠盐(氯胺T), 用100mL缓冲溶液(1.2.2)溶解。临用前配制。

1.2.4 显色剂: 称取10.0g对二甲氨基苯甲醛, 用35mL高氯酸溶液[60%(质量分数)]溶解, 缓慢加入65 mL异丙醇。临用前配制。

若对二甲氨基苯甲醛需纯化(见1.4.4注), 可按如下操作: 用70%(体积分数)热乙醇配制对二甲氨基苯甲醛饱和溶液。依次在室温和冰箱中冷却, 12h后, 用布氏漏斗过滤。用少量70%(体积分数)乙醇洗涤布

氏漏斗中的固体。将固体转移至三角瓶中,用70% (体积分数) 热乙醇重新溶解固体,加入冷水充分搅拌,至有大量乳白色晶体析出,于冰箱中过夜。用布氏漏斗过滤固体,用50% (体积分数) 乙醇洗涤后,在有五氧化二磷干燥剂的条件下进行真空干燥。

1.2.5 羟脯氨酸标准溶液

1.2.5.1 标准储备液:称取50mg 4-羟基- α -吡咯甲酸(羟脯氨酸)于100mL容量瓶中,用水溶解,加一滴硫酸溶液(1.2.1),用水定容。该溶液于4℃下可稳定存放1个月。

1.2.5.2 标准工作液:移取5.00mL上述标准储备液至500mL容量瓶中,用水定容。分别吸取该溶液10.00mL、20.00mL、30.00mL、40.00mL于100mL容量瓶中,用水定容,所得标准工作液浓度依次为0.5 μ g/mL、1.0 μ g/mL、1.5 μ g/mL、2.0 μ g/mL。临用前配制。

1.3 仪器和设备

实验室常规仪器及下列仪器。

1.3.1 电动绞肉机:带水平刀片,能高速旋转。

1.3.2 圆底或平底烧瓶:容量约为200mL,宽颈。

1.3.3 干燥箱:可控温于105℃ $\pm$ 1℃。

1.3.4 圆形滤纸:直径为12.5cm。

1.3.5 pH计。

1.3.6 铝箔或不透明塑料薄膜。

1.3.7 水浴锅:可控温于60℃ $\pm$ 0.5℃。

1.3.8 分光光度计:可用波长558nm $\pm$ 2nm;或使用光电比色计,其中干涉滤波器最大吸收波长为558nm $\pm$ 2nm。

1.3.9 比色皿:光程为10mm。

1.3.10 分析天平:可准确称重至0.001g。

1.3.11 容量瓶:250mL。

1.3.12 表面皿:直径为5cm-6cm。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样:精密称取约5.0g试样于烧瓶中,避免试样粘在烧瓶壁上。

1.4.2 水解。

1.4.2.1 量取30mL $\pm$ 1mL硫酸溶液(1.2.1),加入烧瓶中,用表面皿(1.3.12)盖住,于105℃干燥箱内(1.3.3)恒温16h。

1.4.2.2 用圆形滤纸趁热将水解产物过滤至250 mL容量瓶(1.3.11)中。用10 mL硫酸溶液(1.2.1)分三次洗涤烧瓶和滤纸,合并至上述容量瓶中。用水定容,摇匀。

1.4.3 测定

1.4.3.1 用移液管移取一定体积(V)的水解产物(1.4.2.2)至250mL容量瓶(1.3.11)中,定容后羟脯氨酸的浓度在0.5 μ g/mL-2 μ g/mL之间。

注:移取体积取决于样品中结缔组织的含量。通常情况下,移取的水解产物体积(V)在5mL-25mL之间。

1.4.3.2 移取4.00mL上述溶液(1.4.3.1)于比色管中,加入2.00mL 氯胺T试剂(1.2.3),混合后于室温下放置20min $\pm$ 1min。

1.4.3.3 加入2.00mL显色剂(1.2.4)于比色管中,充分混合,用铝箔或塑料薄膜(1.3.6)将比色管封口。

1.4.3.4 将比色管迅速放入60℃水浴(1.3.7)中,加热20min。

1.4.3.5 取出比色管,用流动水冷却比色管至少3min,在室温下放置30min。

1.4.3.6 用水作参比,于558nm $\pm$ 2nm处用分光光度计或光电比色计(1.3.8)测定吸收值。

1.4.3.7 扣除空白溶液的吸收(1.4.4),从1.4.5所得标准曲线查得水解产物中羟脯氨酸的含量。

1.4.4 空白测试:用水代替稀释溶液,重复1.4.3.2至1.4.3.7的操作。

注:若空白溶液的吸收值超过0.040,则需重新配制显色剂(1.2.4),如有必要,需纯化对二甲氨基苯甲醛液(1.2.4)。

1.4.5 标准曲线

1.4.5.1 用4.00 mL 羟脯氨酸标准工作液(1.2.5)依次代替稀释后的水解产物,进行1.4.3.2至1.4.3.7的操作。

1.4.5.2 以扣除了空白的标准工作液的吸光度为纵坐标,以相应的浓度为横坐标,绘制标准曲线。再次分析应重新绘制标准曲线。

1.5 计算

试中羟脯氨酸的含量按下式计算:

$$X = \frac{6.25c}{m \times V}$$

式中:

X—试样中羟脯氨酸的含量, %;

C—由标准曲线得到的试样溶液中羟脯氨酸的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m—试样质量, g;

V—从250mL容量瓶中吸取滤液的体积(见 1.4.3.1), mL。

计算结果保留至小数点后两位。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 净含量为3.0g/袋,允许负偏差为9%;净含量为48g/袋,允许负偏差为9%;净含量为180g/瓶,允许负偏差为4.5%。

【原辅料质量要求】

1. 胶原蛋白

项 目	指 标
来源	动物(猪皮、牛皮、鱼皮等)
制法	经酸处理(硫酸, 8h)、水洗、提取(加1.5倍量75-85℃热水提取4-6h)、过滤、离子交换、浓缩、酶解(1%胃蛋白酶, 37℃左右, pH2-3, 6h)、灭菌(138℃, 7s)、喷雾干燥(进风温度140-180℃, 出风温度70-85℃)、包装等主要工艺加工制成
感官要求	白色或淡黄色粉末
蛋白质, %	≥ 90.0
羟脯氨酸, %	≥ 9
水分, %	≤ 8.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤ 0.3
菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
致病菌(指沙门氏菌、金黄色葡萄球菌)	$\leq 0/25\text{g}$

2. 维生素E(d- α -醋酸生育酚): 应符合GB 1886.233《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E》中“d- α -醋酸生育酚浓缩液”的规定。

3. 富硒酵母: 应符合GB 1903.21《食品安全国家标准 食品营养强化剂 富硒酵母》的规定。

4. 葡萄糖浆: 应符合GB/T 20885《葡萄糖浆》的规定。

5. 白砂糖: 应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。

6. 明胶: 应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。

7. 山梨糖醇液: 应符合GB 1886.187《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨糖醇和山梨糖醇液》的规定。

8. 浓缩苹果汁: 应符合GB/T 18963《浓缩苹果汁》的规定。

9. 桃浓浆

项 目	指 标
来源	浓缩桃汁、白砂糖、苹果酸、香精、水

制法	经调配、杀菌（100-130℃，60-90s）、灌装包装等主要工艺加工制成
感官要求	黄色液体；具本品特有的滋味和气味
可溶性固形物，%（20℃折光计法）	≥60
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

10. 针叶樱桃粉

项 目	指 标
来源	针叶樱桃
制法	经破碎、压榨、汁液处理、喷雾干燥（进风温度160-180℃、出风温度80-90℃）、包装等主要工艺制成
感官要求	黄色到粉红色粉末
维生素C，%	16.0-18.0
水分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

11. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。

12. 苹果酸：应符合GB 25544《食品安全国家标准 食品添加剂 DL-苹果酸》的规定。

13. 桃子香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

14. 胭脂虫红

项 目	指 标
来源	胭脂虫红、柠檬酸、水
制法	经混合、过滤、灌装等主要工艺制成
感官要求	红色液体；具本品特有的滋味和气味
含量，%	4.28-4.73
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

15. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。