

Food additive
 α -amylase preparation

本标准适用于由发酵法生产经酒精制取供食品生产作添加剂的 α -淀粉酶制剂。

1 技术要求

1.1 外观:粉状,不结块。

1.2 项目和指标

项 目		指 标
酶活力, μg		5 000, 6 000, 8 000, 10 000
水分, %	不小于	8.0
细度(通过 40 目铜网筛)	不小于	80
酶活力保存率(室温半年), %	不小于	85
重金属(以 Pb 计), %	不超过	0.004
铅, %	不超过	0.001
砷(以 As 计), %	不超过	0.000 3
黄曲霉素毒素 B1, %	不超过	0.000 0005
大肠菌群, 个/100g	不超过	30
沙门氏菌		不得检出

2 试验方法

2.1 外观:目视判定。

2.2 酶活力测定

2.2.1 试剂

2.2.1.1 原碘液:称取分析纯结晶碘 11g,分析纯碘化钾 22g,先用少量蒸馏水使碘完全溶解后,再加蒸馏水定容至 500mL 贮于棕色瓶内。

2.2.1.2 稀碘液:取原碘液 2mL,加碘化钾 20g,加蒸馏水溶解定容至 500mL,贮于棕色瓶内。

2.2.1.3 2%可溶性淀粉(HG 3-3095):称取 2.00g 可溶性淀粉(以绝干计)用少量蒸馏水调匀,徐徐倾入煮沸的蒸馏水中,加热煮沸至透明为止,冷却定容至 100mL。此溶液当天配制。

2.2.1.4 0.02M 磷酸氢二钠-柠檬酸缓冲溶液(pH6.0):称取磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), 45.23g 和柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)8.07g,用蒸馏水溶解定容至 1 000mL,配好后应以酸度计校正 pH 值为 6.0。

2.2.1.5 标准终点色溶液

A 液:称取分析纯氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)40.2439g 和分析纯重铬酸钾 0.4878g 以蒸馏水溶解定容至 500mL。

B 液:称取络黑 T($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}$)40mg 以蒸馏水溶解定容至 500mL。

使用时取 A 液 40mL 与 B 液 5.0mL 混合。此混合液宜冰箱保存,使用 15 天后需要重新配

制。

2.2.2 测定程序

2.2.2.1 待测酶液的制备:称取酶粉 1.0000~2.0000g 或 1.00mL 酶液,先用少量的 40℃, 0.02M 的磷酸氢二钠-柠檬酸缓冲溶液(pH6.0)溶解,并用玻璃棒捣碎,将上层清液小心倾入适当的容量瓶中,沉渣部分再加入少量上述缓冲溶液,如此反复捣研 3~4 次,最后全部移入容量瓶中,用缓冲溶液定容至刻度,摇匀,通过 4 层纱布过滤再用滤纸滤清,滤液供测定用。

2.2.2.2 测定

取 2mL 标准终点色溶液于白瓷板空穴内,作为比较颜色的标准。取 2%可溶性淀粉 20mL 和 pH6.0 磷酸氢二钠-柠檬酸缓冲溶液 5mL 放于 25mm×200mm 试管中,在 60℃恒温水浴中预热

4~5min。然后加入预先稀释好的酶液 0.5mL,立即记录时间,充分摇匀,定时用吸管取出反应液 0.5mL,滴于预先充满比色稀碘液(约 1.5mL)的白瓷板空穴内,当穴内颜色反应由紫色逐渐变为红棕色,与标准终点色相同时,即为反应终点,并记录时间(分钟)。

注:①酶反应全部时间控制在 2~2.5min 之内。

②测定时照明采用 40 瓦日光灯,灯与瓷板的间距应为 60min 左右为宜。

③白瓷板可用 10mL 比色管代替。

2.2.2.3 计算

1g 酶粉或 1mL 酶液于 60℃、pH6.0 条件下,以 1h 液化可溶性淀粉的克数来表示(克可溶性淀粉/克小时或克可溶性淀粉/毫升·小时)。

$$X = \left(\frac{60}{T} \times 20 \times 2\% \times n \right) / 0.5 \quad \cdots \cdots (1)$$

式中:X——酶活力单位,u/g;

n——稀释倍数;

T——测定记录时间,min;

60——分钟数;

20——可溶性淀粉的毫升数;

2%——淀粉浓度;

0.5——测定时稀酶液用量,mL。

2.3 水分

2.3.1 测定程序

于已知恒重的 40mm×25mm 称量皿中,称取酶粉 2.0000g 在 105~110℃恒温干燥箱内烘

2h,移至干燥器中冷却,称重。再在干燥箱内烘干,直至恒重。

2.3.2 计算

$$X1 = \frac{W1 - W2}{W1 - W} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:X1——样品中水分的含量,%;

W——称量皿质量,g;

W1——烘干前皿加样品质量,g;

W2——烘干后皿加样品质量,g。

2.4 细度

2.4.1 测定程序

称取 100g 酶粉用 40 目标准分样筛(铜网)筛分,称其未通过的酶粉质量。

2.4.2 计算

$$X2 = \frac{M - m}{M} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:X2——样品酶粉的细度,%;

M——原酶粉质量,g;

W——筛后留存酶粉质量,g。

2.5 酶活力保存率

$$X3 = \frac{E1}{E} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:X3——酶活力保存率,%;

E——原酶粉活力;

E1——检测酶活力。

2.6 重金属

2.6.1 试剂

2.6.1.1 硝酸:分析纯;

2.6.1.2 硫酸:分析纯;

2.6.1.3 盐酸:分析纯;

2.6.1.3.1 6N 盐酸:量取 500mL 盐酸,用蒸馏水稀释至 1000mL;

2.6.1.3.2 1N 盐酸:量取 83mL 盐酸,用蒸馏水稀释至 1000mL

2.6.1.4 氨水:分析纯;

2.6.1.4.1 5N 氨水:量取 333mL 氨水,用蒸馏水稀释至 1000mL;

2.6.1.4.2 1N 氨水:量取 66mL 氨水,用蒸馏水稀释至 1000mL;

2.6.1.5 pH3.5 的乙酸盐缓冲液:称取 25.0g 乙酸铵溶于 25mL 蒸馏水中,加 45mL 6N 盐酸,用

稀盐酸或稀氨水调节 pH 至 3.5,然后用蒸馏水稀释至 100mL;

2.6.1.6 1%酚酞指示液:按 GB 603 配制。

2.6.1.7 饱和硫化氢水:按 GB 603 配制(此溶液于使用前制备)。

2.6.1.8 铅标准溶液(每毫升含 0.01mg 铅):按 GB 602 配制。

2.6.2 测定程序

2.6.2.1 样品处理

称取 5.0g 样品置于 250mL 凯氏烧瓶或三角烧瓶中,加 10~15mL 硝酸浸润样品放置片刻(或过夜)后,缓缓加热,待作用缓和后稍冷,沿瓶壁加入 5mL 硫酸再缓缓加热,至瓶中溶液开始变成棕色,不断滴加硝酸(如有必要可滴加些高氯酸)至有机质分解完全,继续加热,至生成大量的二氧化硫白色烟雾,最后溶液应呈无色或微带黄色。冷却后将溶液移入 50mL 容量瓶中,用水洗涤三角烧瓶,将洗液并入容量瓶中,加蒸馏水至刻度,混匀,每 10mL 该溶液相当于 1g 样品。

取同样量的硝酸、硫酸按上述方法作试剂空白试验。

2.6.2.2 样品测定

2.6.2.2.1 溶液 A:吸取含铅标准液 1mL 于 50mL 纳氏比色管中,加水至 25mL 混匀,加 1 滴 1%

酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 至中性(酚酞红色恰好褪去)。加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 5mL,用蒸馏水稀释至 40mL,调匀备用。

2.6.2.2.2 溶液 B:取一支与溶液 A 所配套的纳氏比色管,加入 20mL 样品液,加蒸馏水至 25mL 混匀,加 1 滴 1% 酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 至中性(酚酞红色恰好褪去),加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲剂 5mL,用蒸馏水稀释至 40mL,混匀备用。

2.6.2.2.3 溶液 C:取一支与溶液 A、B 所配套的纳氏比色管,加入与溶液 B 相同量的样品液,再加入与溶液 A 相同量的铅标准液,加蒸馏水至 25mL,混匀,加 1 滴 1% 酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 至中性(酚酞红色恰好褪去),加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 5mL,用蒸馏水稀释至 40mL,混匀备用。

2.6.2.2.4 向各管中加入 10mL 新鲜制备的硫化氢饱和液,混匀,放置 10min 后在白色背景下观察,溶液 B 的色度不得深于溶液 A 的色度,溶液 C 的色度应与溶液 A 的色度相当或深于溶液 A 的色度。

2.7 铅

按 GB 5009.12《食品中铅的测定方法》中的双硫脲单色法执行。样品处理采用硝酸—硫酸法。

2.8 砷

按 GB 5009.11《食品中砷的测定方法》中的银盐法执行。样品处理采用硝酸—硫酸法。

2.9 黄曲霉毒素 B1

按 GB 5009.22《黄曲霉毒素 B1 的测定方法》执行。

2.10 大肠菌群

按 GB 4789.3《食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定》执行。

2.11 沙门氏菌

按 GB 4789.3《食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验》执行。

3 检验规则

3.1 产品需经生产厂技术部门检验,并签发合格证方可出厂。生产厂以每生产班次或每一罐进库的量为同一批次的产品。

3.2 订货单位若需抽样检验,应从该批酶制剂中抽取两份,按本标准规定的试验方法进行检验。若有一个样品或一项指标不符合标准的要求,应与生产厂协商。再取一倍量的同批样品共同进行复验。如仍不合格,则全批产品作为不合格产品,退交生产厂处理。若产品经复验合格,订货方应承担试验费用。如不合格,应由生产厂家承担。

4 标志、包装、运输、贮存

4.1 酶制剂的外包装箱,除注明品名、生产厂名、规格、注册商标外,还应注明食品添加剂。箱里应附有产品检验合格证,合格证上印有品名、批号、数量、规格、生产日期、检验员等。

4.2 内包装为食品用塑料袋,包装分为 **2kg、3kg**。应印有注册商标、产品名称、规格、重量、生产厂名。

4.3 本品含有生物活性物质,光线、温度、湿度易引起失活。在运输途中应避免日光曝晒和雨淋。贮存仓库应保持清洁、阴凉、干燥、通风。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部、卫生部提出。

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。

本标准由无锡酶制剂厂、轻工业部食品发酵工业科学研究所、天津市防病中心、无锡市卫生防疫站负责起草。

中华人民共和国轻工业部 **1987-10-19** 批准

1988-02-01 实施