

备案编号：320016S-2021

备案日期：2021-01-07



Q/XXWSS

江苏玺鑫维生素有限公司企业标准

Q/XXWSS 0001S-2020

β -羟基- β -甲基丁酸钙(运动营养食品)

2020-12-04 发布

2021-01-08 实施

江苏玺鑫维生素有限公司发布

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和起草规则》编写。

本标准贯彻执行了 GB 24154《食品安全国家标准 运动营养食品通则》、《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）。

本标准中铅（以 Pb 计） $\leq 0.4\text{mg/kg}$ ，严于 GB 24154《食品安全国家标准 运动营养食品通则》中关于铅（以 Pb 计） $\leq 0.5\text{mg/kg}$ 的规定。

本标准由江苏玺鑫维生素有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：黄艳、陈波。

本标准于 2020 年 12 月首次发布。

β-羟基-β-甲基丁酸钙(运动营养食品)

1 范围

本标准规定了β-羟基-β-甲基丁酸钙(运动营养食品)的化学名称、分子式、结构式、相对分子质量、要求、检验规则、标签、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以次氯酸钠、二丙酮醇、盐酸、乙酸乙酯、乙醇、氢氧化钙为主要原料，经氧化合成、酸化、萃取、中和反应、离心、干燥等步骤生产而成的β-羟基-β-甲基丁酸钙(运动营养食品)。

2 规范性引用文件

下列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）适用本标准。

- GB/T 191 包装储运图示标志
 - 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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
 - 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 5009.92 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 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
 - GB 4806.7 食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
 - GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
 - GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
 - GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
 - GB 24154 食品安全国家标准 运动营养食品通则
 - JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 《关于乳木果油等10种新资源食品原料的公告》(国家卫生计生委2017年第7号)

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

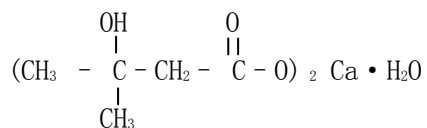
3.1 化学名称

β-羟基-β-甲基丁酸钙

3.2 分子式



3.3 结构式



3.4 相对分子质量

292

4 要求

4.1 原料要求

4.1.1 次氯酸钠应符合《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）的规定。

4.1.2 二丙酮醇应符合附录 A 及《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）的规定。

4.1.3 盐酸应符合《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）的规定。

4.1.4 乙酸乙酯应符合《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）的规定。

4.1.5 乙醇应符合《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）的规定。

4.1.6 氢氧化钙应符合《关于乳木果油等 10 种新资源食品原料的公告》（国家卫生计生委 2017 年第 7 号）的规定。

4.1.7 生产用水应符合 GB 5749 的规定。

4.2 感官指标

应符合表 1 的规定。

表 1 感官指标

项 目	指 标
色泽	白色，均匀一致
状态	粉末状，无结块
滋味、气味	具有产品应有的滋气味，无异味
杂质	无正常视力可见杂质

4.3 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
β-羟基-β-甲基丁酸, g/100g	77 ~ 82	附录 B
β-羟基-β-甲基丁酸钙, g/100g	96 ~ 103	附录 B
钙, g/100g	12 ~ 16	GB 5009.92
水分, g/100g	5~7.5	GB 5009.3
铅 (以 Pb 计), mg/kg ≤	0.4	GB 5009.12
总砷 (以 As 计), mg/kg ≤	0.4	GB 5009.11

4.4 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 (若非指定, 均以 CFU/g 表示)				
	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	100	1000	GB 4789.2
大肠菌群	5	2	10	100	GB 4789.3 平板计数法
沙门氏菌	5	0	0/25g	—	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	5	2	10	100	GB 4789.10 平板计数法

^a样品的分析及处理按 GB 4789.1 执行。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 为致病菌指标可接受水平的限量值；M 为致病菌指标的最高安全限量值。

4.5 食用量、使用范围及不适宜人群要求

应符合表4 的规定。

表 4 食用量、使用范围及不适宜人群要求

食用量	≤3 克/天
使用范围	运动营养食品
不适宜人群	婴幼儿、儿童、孕妇及哺乳期妇女不宜食用

4.6 净含量

应符合国家质量监督检验检疫总局 [2005] 第75号令的规定。

4.7 食品添加剂

应符合GB 2760的规定。

4.8 生产过程中的卫生要求

应符合GB 14881的规定。

5 检验规则

5.1 出厂检验

5.1.1 产品由质检部检验合格后方可出厂，并应附合格证方可出厂。

5.1.2 出厂检验项目为：感官要求、理化指标、微生物指标、净含量。

5.2 组批与抽样

以同一批原料、同一生产过程的产品为一批，每批随机抽取，样品量以满足3倍检验量为准（样品量不少于300g），样品分三份，一份检验，两份留样，型式检验样本应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

5.3 型式检验

5.3.1 型式检验在下列情况之一时进行：

- a) 产品批量投产前；
- b) 正常生产每6个月或停产3个月以上恢复生产时；
- c) 主要原料来源发生改变可能影响产品质量时；
- d) 食品安全监管部门提出要求时。

5.3.2 型式检验的项目为本标准规定的除4.1以外的全部要求。

5.4 判定规则

产品经检验，全部合格，则判该批产品合格。如有不合格项目，允许取留样对不合格项目进行复检，若复检结果仍不合格，则判该批产品不合格。微生物指标不合格不得复检。

6 标签、标志、包装、运输、贮存和保质期

6.1 标签、标志

产品标签、标识及说明书应符合GB 7718、GB 28050、国家卫生计生委2017年第7号公告的规定并应注明：食用限量为≤3克/天；适用范围为运动营养食品；婴幼儿、儿童、孕妇及哺乳期妇女不宜食用。产品储运的图示应符合GB/T 191的规定。

6.2 包装

产品包装整洁完好、封口严密，不泄漏，符合GB 4806.7 规定。

6.3 运输

运输工具应清洁、干燥、无异味、无污染；运输时应防潮、防晒；不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。

6.4 贮存

产品应贮存在干燥、通风良好的场所，贮存温度不得高于38℃，严禁与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品共同贮存，隔墙、离地15cm以上，中间留有通道。

6.5 保质期

在符合上述贮存运输条件下，保质期为36个月。



附录A
(规范性附录)
二丙酮醇质量要求及试验方法

A.1 分子式



A.2 分子量

116.16 (按1993年国际相对原子质量)

A.3 技术要求

A.3.1 外观

无色或淡黄色液体

A.3.2 质量指标

应符合表A.1的要求

表A.1 质量指标

项目		指标
色度 (Pt/Co)	≤	50
水分 (卡尔费休), %	≤	0.30
密度 (ρ_{20}), g/cm ³	≥	0.932
蒸馏范围 (101325Pa、148-170℃), ml	≥	98.0
酸度 (以乙酸计), %	≤	0.2

A.4 试验方法

A.4.1 色度的测定

按GB/T 3143-1982的规定测定。

A.4.2 酸度的测定

A.4.3 试剂与溶液

A.4.3.1 氢氧化钠标准滴定液0.02mol/L。

A.4.3.2 酚酞 (HG/T 4101-2009), 1%乙醇溶液指示剂。

A.4.4 仪器

一般实验室仪器。

A. 4.5 试验程序

在100ml锥形瓶中，加入10ml蒸馏水及两滴酚酞指示剂，中和至微红色，再用移液管量取试样10ml，置于上述锥形瓶中，充分摇匀，然后用0.02mol/L氢氧化钠标准溶液滴定至微红色为终点。

A. 4.6 试验结果的计算

A. 4.6.1 公式

用质量百分数表示酸度X（以乙酸计）按式（1）计算。

$$X = \frac{CV \times 0.60}{10 \times \rho} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C—氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

D—滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积，ml；

ρ —二丙酮醇的密度，g/ml；

0.60—摩尔乙酸的质量，g。

A. 4.6.2 允许差

平行测定两次结果的差值不大于0.005%，取其算术平均值为测定结果。

A. 4.6.3 密度的测定

按GB/T 4472中2.3.2的方法测定。

A. 4.6.4 蒸馏范围的测定

按GB/T 7534中的规定进行，本方法采用GB/T 255中规定的馏程测定仪。

A. 4.6.5 水分测定

按GB/T 6283中的规定测定。

A. 4.7 检验规则

A. 4.7.1 二丙酮醇应由生产厂家质量检验部门进行检查，生产厂家应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求，并应附有一定格式的质量证明书。

A. 4.7.2 二丙酮醇贮存在槽内时，由上、中、下三层选取试样，桶装产品时，采取桶数应按照GB/T 6678的规定进行采样。采样单元数的确定，推荐总体单元数立方根的三倍数，即 $3 \times \sqrt[3]{n}$ （n为总体的单元数，如遇小数时，则进为整数。）取样时，用取样管离桶底10cm处吸取试样，所取试样总量不得少于1L。

A. 4.7.3 如果检验结果中有一项不符合要求时，应重新自两倍量的包装容器中选取试样进行检验，重新检验的结果，如仍有一项不符合本标准要求，则判定整批产品为不合格。

A. 4.7.4 使用单位收到本产品后，可按照本标准规定的检验规则和试验方法进行验收。

A. 4.7.5 当供需双方对产品质量发生异议时，由双方协商解决。

附录B
(规范性附录)
β-羟基-β-甲基丁酸含量的测定(高效液相色谱法)

B.1 原理

同一时刻进入色谱柱的各组分,由于在流动相和固定相之间溶解、吸附、渗透或离子交换等作用的不同,随流动相在色谱柱两相之间进行反复多次的分配。由于各组分在色谱柱中的移动速度不同,经过一定长度的色谱柱后,彼此分离开来,按顺序流出色谱柱,进入信号检测器,在记录仪上或数据处理装置上显示出各组分谱峰数值。根据保留时间对照定性,依据峰面积用《中华人民共和国药典》(2015年版)三部通则0512高效液相色谱法外标法规定的方法定量。

B.2 仪器

试验使用以下仪器:

- a) 高效液相色谱仪(含紫外检测仪、柱恒温系统);
- b) 针孔过滤器(0.45 μm);
- c) 台式超声波清洗器(40Hz、150kw);
- d) 分析天平(0.00001g);
- e) 流动相真空抽滤装置0.45 μm滤膜。

B.3 试剂

试验使用以下试剂:

- h) 水:二次蒸馏水或超纯水;
- i) 磷酸:分析纯;
- j) 乙腈:色谱纯;
- k) 磷酸二氢铵:分析纯;
- l) CaHMB标准品。

B.4 分析步骤

B.4.1 流动相

5.46g磷酸二氢铵溶于900ml纯净水,以磷酸调节PH值至3,补入纯净水至950ml,加入乙腈50ml混匀,0.45 μm微孔滤膜过滤,超声脱气30分钟,备用。

B.4.2 样液和制备

B.4.2.1 标准品样液制备

精确称取CaHMB标准品125mg,置于25ml容量瓶中,加入磷酸盐缓冲液,振荡至溶解,以缓冲液定容至标线。置超声仪上,超声10分钟。用0.45 μm针孔过滤器过滤,滤液待测。

B.4.2.2 产品样液制备

精确称取约125mg该产品抽样品，置于25ml容量瓶中，加入磷酸盐缓冲液，振荡至溶解，以缓冲液定容至标线。置超声仪上，超声10分钟。用0.45 μm针孔过滤器过滤，滤液待测。

B.4.3 色谱条件

B.4.3.1 色谱柱：C18 150mm×4.6mm×5 μm；

B.4.3.2 流速：1ml/min；

B.4.3.3 检测波长：210nm；

B.4.3.4 进样量：10 μL。

B.4.4 绘制标准曲线

用产品的标准液系列分别进样后，以标样浓度对峰面积作标准曲线。

B.4.5 样品的测定

将制备好的样液进样。根据标准品的保留时间定性样品中β-羟基-β-甲基丁酸色谱峰。根据样品的峰面积，以外标方法计β-羟基-β-甲基丁酸的百分含量。

B.5 结果计算

B.5.1 样品不折干计算HMB含量按式(2)计算：

$$\text{HMB含量}(\%) = \frac{W_{std} \times (100 - L_{std}) \times 0.01 \times K \times 0.854}{W_{smp}} \times \frac{A_{smp}}{A_{std}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

K---CaHMB标准样品中的CaHMB含量(%)；

A_{std}---在标准溶液中的HMB峰面积；

A_{smp}---在样品溶液中的HMB峰面积；

W_{std}---在标准溶液CaHMB标准样品重量(g)；

W_{smp}---在样品溶液中CaHMB重量(g)；

L_{std}---标准样品的干燥失重(%)。

0.854---CaHMB标准样品干燥后HMB含量

B.5.2 样品折干计算CaHMB含量按式(3)计算：

$$\text{CaHMB含量}(\%) = \frac{W_{std} \times (100 - L_{std}) \times 0.01 \times K}{W_{smp} \times (100 - L_{smp}) \times 0.01} \times \frac{A_{smp}}{A_{std}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

K---CaHMB标准样品中的CaHMB含量(%)；

A_{std}---在标准溶液中的HMB峰面积；

A_{smp}---在样品溶液中的HMB峰面积；

Wstd—标准溶液CaHMB标准样品重量 (g)；

Wsmpl—样品溶液中CaHMB重量 (g)；

Lstd—标准样品的干燥失重 (%)；

Lsmpl—样品的干燥失重 (%)。

