



中华人民共和国国家标准

GB 1886.301—2018

食品安全国家标准

食品添加剂 半乳甘露聚糖

2018-06-21 发布

2018-12-21 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

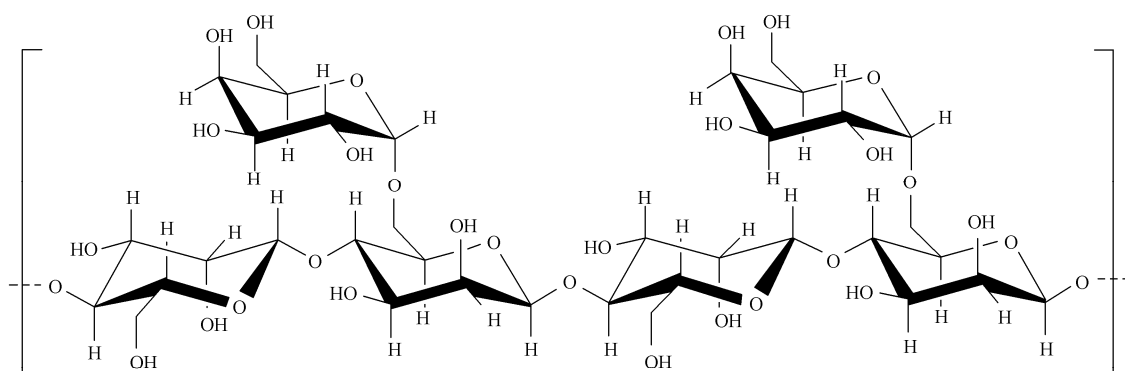
食品安全国家标准

食品添加剂 半乳甘露聚糖

1 范围

本标准适用于以瓜尔豆 [*Cyamops tetragonolobus* (L.) Taub]、田箐豆、香豆、决明子、刺槐豆的胚乳片或其胶为原料,经半乳糖苷酶、半纤维素酶、蛋白酶一种或两种以上的酶酶解、纯化等步骤加工制得的低聚合度的的食品添加剂半乳甘露聚糖。

2 结构式



3 技术要求

3.1 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
色泽	白色至黄白色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	粉末	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
相对分子质量 ^a	≤ 200 000	附录 A 中 A.3
黏度/mPa·s	符合声称	附录 A 中 A.4
酸不溶物质, $\omega/\%$	≤ 5.0	附录 A 中 A.5
蛋白质, $\omega/\%$	≤ 2.0	GB 5009.5 ^b
干燥减量, $\omega/\%$	≤ 10.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^c
灰分, $\omega/\%$	≤ 1.5	GB 5009.4
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.11
^a 80%以上的相对分子质量分布≤200 000。 ^b 蛋白质系数为 6.25。 ^c 干燥温度和时间分别为 105 °C ± 0.5 °C 和 5 h。		

3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项目	指标	检验方法
菌落总数/(CFU/g)	≤ 1 000	GB 4789.2
大肠菌群/(MPN/g)	≤ 3.0	GB 4789.3
霉菌和酵母菌/(CFU/g)	≤ 50	GB 4789.15

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 方法提要

通过两次凝胶试验,确定样品属性;在此基础上样品再经酸水解,用高效液相色谱法测定半乳糖、甘露糖含量,通过含量比值确定样品组成。

A.2.2 凝胶试验

A.2.2.1 试剂和材料

A.2.2.1.1 异丙醇。

A.2.2.1.2 四硼酸钠。

A.2.2.1.3 50 g/L 四硼酸钠溶液:取 50 g 四硼酸钠加水定容至 1 L。

A.2.2.1.4 黄原胶

A.2.2.2 仪器和设备

布氏黏度计:低速转子和 No.2 转子。

A.2.2.3 分析步骤

A.2.2.3.1 凝胶试验一

A.2.2.3.1.1 黏度计测定条件

布氏黏度计,低速转子,5 °C,30 r/min(系数为 0.2),60 s。

A.2.2.3.1.2 测定步骤

称取 20.0 g 试样于烧杯中,用 4 mL 异丙醇湿润,边激烈搅拌边加水 200 mL,完全溶解后停止激烈搅拌,冷却至 5 °C,用黏度计测定,取其水溶液 10 mL 与 10 mL 四硼酸钠溶液混合,再冷却至 5 °C,放置 10 min 后,再次测定黏度,黏度增加 1 mPa·s 以上为通过试验。

A.2.2.3.2 凝胶试验二

A.2.2.3.2.1 黏度计测定条件

布氏黏度计,No.2 转子,5 °C,30 r/min(系数为 10),60 s。

A.2.2.3.2.2 测定步骤

称取 1.0 g 黄原胶粉体,边搅拌边加水 200 mL,为对照组,冷却至 5 °C 时,测定黏度。

称取 1.0 g 试样于烧杯中,与 1.0 g 黄原胶粉体混合,然后加入 4 mL 异丙醇均一搅拌,边搅拌边加水 200 mL,搅拌至完全溶解后。取该溶液 100 mL 在水浴中加热 10 min,冷却至 5 °C 时,测定黏度与对照组相比,黏度增加 50 mPa·s 以上为通过试验。

A.2.3 高效液相色谱试验

A.2.3.1 试剂和材料

A.2.3.1.1 水:GB/T 6682 规定的二级水及以上规格。

A.2.3.1.2 11.99 mol/L 硫酸:取 95% 浓硫酸 10 mL 和水 6.5 mL 后,往水中逐渐添加浓硫酸,将密度调整为 1.633 8。

A.2.3.1.3 7.5 mol/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 30.0 g,加水溶解并定容至 100 mL。

A.2.3.1.4 0.5 mol/L, pH 8.7 硼酸缓冲液:取硼酸 30.9 g,用氢氧化钠调整 pH 至 8.7,用水定容至 1 000 mL。

A.2.3.1.5 甘露糖标准品。

A.2.3.1.6 半乳糖标准品。

A.2.3.1.7 10 μg/mL 半乳糖 + 10 μg/mL 甘露糖混合标准溶液:取半乳糖和甘露糖的标准液各 0.1 g、加水定容至 25 mL、稀释 400 倍。

A.2.3.1.8 25 μg/mL 半乳糖 + 25 μg/mL 甘露糖混合标准溶液:取半乳糖和甘露糖的标准液各 0.1 g、加水定容至 25 mL、稀释 160 倍。

A.2.3.1.9 50 μg/mL 半乳糖 + 50 μg/mL 甘露糖混合标准溶液:取半乳糖和甘露糖的标准液各 0.1 g、加水定容至 25 mL、稀释 80 倍。

A.2.3.1.10 0.06 mol/L L-精氨酸溶液:取 10 g L-精氨酸,加水定容至 1 000 mL。

A.2.3.2 仪器和设备

A.2.3.2.1 高效液相色谱分析仪:配有荧光检测器。

A.2.3.2.2 针头式过滤器:孔径 0.45 μm。

A.2.3.2.3 天平:感量 0.1 mg。

A.2.3.2.4 高压釜。

A.2.3.2.5 密度测定仪。

A.2.3.3 色谱参考条件

A.2.3.3.1 色谱柱:聚苯乙烯基强阴离子交换柱(粒径 8 μm,柱长 150 mm×直径 4.6 mm)或同等性能的色谱柱。

A.2.3.3.2 流动相:0.5 mol/L, pH 8.7 硼酸缓冲液。

A.2.3.3.3 柱温:60 °C。

A.2.3.3.4 流速:0.4 mL/min。

A.2.3.3.5 进样量:20 μL。

A.2.3.3.6 荧光激发波长:320 nm。

A.2.3.3.7 荧光发射波长:430 nm。

A.2.3.3.8 柱后反应:反应液 0.06 mol/L L-精氨酸溶液。

A.2.3.3.9 反应液流量:0.7 mL/min。

A.2.3.3.10 反应温度:150 ℃。

A.2.3.4 分析步骤

A.2.3.4.1 试样溶液的制备

称取 0.6 g~1.2 g 半乳甘露聚糖试样,精确至 0.001 g,加入 11.99 mol/L 硫酸 4 mL,室温搅拌 1 h,然后加水 112 mL,置于高压釜(121 ℃)中 1 h。然后冷却至室温,用 7.5 mol/L 氢氧化钠溶液中和至 pH=7,用水定容至 200 mL,滤纸滤过,然后将滤液用针头式过滤器(孔径 0.45 μm)滤过后备用。

A.2.3.4.2 标准曲线的绘制

分别吸取 20 μL 10 μg/mL 半乳糖+10 μg/mL 甘露糖混合标准溶液、25 μg/mL 半乳糖+25 μg/mL 甘露糖混合标准溶液和 50 μg/mL 半乳糖+50 μg/mL 甘露糖混合标准溶液注入液相色谱仪中,记录峰值,绘制标准曲线。

A.2.3.4.3 测定

吸取 20 μL 试样溶液注入液相色谱仪中,并记录相应的色谱图谱,记录峰值。

A.2.3.5 结果计算

试样中甘露糖和半乳糖含量的比值 w_3 ,按式(A.1)计算:

$$w_3 = \frac{w_1}{w_2} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

$$w_1 = \frac{c_1 \times V}{m_1} \times 100\%$$

$$w_2 = \frac{c_2 \times V}{m_1} \times 100\%$$

式中:

w_1 ——试样中甘露糖含量(质量分数),%;

w_2 ——试样中半乳糖含量(质量分数),%;

c_1 ——试样中甘露糖的浓度,单位为克每百毫升(g/100 mL);

c_2 ——试样中半乳糖的浓度,单位为克每百毫升(g/100 mL);

V ——试样溶液的容量(定容后容量),单位为毫升(mL);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

A.2.3.6 结果判定

试样中甘露糖和半乳糖含量的比值 $w_3=1:1\sim 2.5:1$,则试样为半乳甘露聚糖。

A.3 相对分子质量

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 水:GB/T 6682 规定的二级水及以上规格。

A.3.1.2 普鲁兰多糖标准品:200 K。

A.3.1.3 普鲁兰多糖标准溶液:称取 1.000 g 普鲁兰多糖标准品,加水定容至 100 mL。

A.3.2 仪器和设备

高效液相色谱分析仪：配有示差折光检测器。

A.3.3 色谱参考条件

A.3.3.1 色谱柱：尺寸排阻色谱柱(粒径 6 μm , 孔径 45 nm, 柱长 150 mm \times 直径 6 mm)或同等性能的色谱柱。

A.3.3.2 色谱柱：尺寸排阻色谱(粒径 4 μm , 孔径 2.5 nm, 柱长 150 mm \times 直径 6 mm)或同等性能的色谱柱。

A.3.3.3 流动相：水。

A.3.3.4 柱温：80 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.3.5 流速：0.3 mL/min。

A.3.3.6 进样量：20 μL 。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 试样溶液的制备

称取 1.000 g 半乳甘露聚糖试样，加水定容至 100 mL。

A.3.4.2 测定

将试样溶液和普鲁兰多糖标准溶液分别注入液相色谱仪，记录峰面积。

A.3.5 结果表述

色谱图中，普鲁兰多糖该峰最高峰右侧的峰面积占有所有峰面积的 80% 以上，即可判定试样 80% 以上的相对分子质量分布 $\leq 200\,000$ 。

A.4 黏度的测定

A.4.1 仪器和设备

布氏黏度计。

A.4.2 测定条件

A.4.2.1 转子型号：低速转子。

A.4.2.2 转速：30 r/min(系数 0.2)。

A.4.2.3 测定温度：5 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.2.4 测定时间：60 s。

A.4.3 分析步骤

准确称取 5.000 g 试样，边搅拌边用水稀释到 100 g。完全溶解后，冷却至 5 $^{\circ}\text{C}$ ，用布氏黏度计测定黏度。

A.5 酸不溶物的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 硅藻土:经 105 °C,4 h 干燥处理。

A.5.1.2 硫酸。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 电热恒温水浴。

A.5.2.2 电热恒温干燥箱。

A.5.2.3 古氏坩埚(经 105 °C,4 h 干燥处理)。

A.5.2.4 干燥器。

A.5.3 分析步骤

称取试样 2 g,精确至 0.001 g,溶于一盛有 150 mL 水和 1.5 mL 硫酸的 250 mL 烧杯中。用表面皿盖住烧杯,在沸水浴上加热 6 h,加热过程中用玻璃棒经常摩擦烧杯内壁。加热完后,称取硅藻土 0.5 g (精确至 0.001 g),加入到试样中,使用已知质量的古氏坩埚进行过滤。用 50 °C 温水洗涤滤渣 3 次~5 次,每次 25 mL,将坩埚连同内容物于 105 °C 下干燥 4 h,在干燥器内冷却后称量。

A.5.4 结果计算

酸不溶物的质量分数 w_4 ,按式(A.2)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_3 - m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_2 ——最终称量的总质量,单位为克(g);

m_3 ——硅藻土的质量,单位为克(g);

m_4 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m_5 ——试样的质量,单位为克(g)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。