

中华人民共和国国家标准

GB 1903.30—2022

食品安全国家标准

食品营养强化剂 多聚果糖

2022-06-30 发布

2022-12-30 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

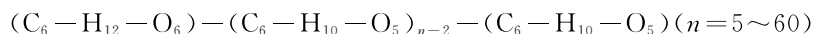
食品营养强化剂 多聚果糖

1 范围

本标准适用于以菊苣或菊芋根为原料,采用酸/碱处理或其他方式去除杂质,使用干燥等工艺制得的食物营养强化剂多聚果糖。

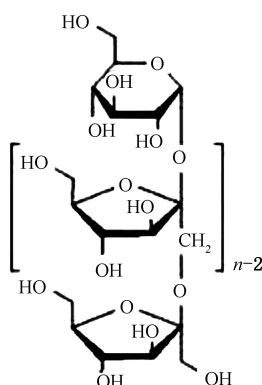
2 分子式和结构式

2.1 分子式



2.2 结构式

多聚果糖是果糖单元通过 β -2,1-键连接而成并以葡萄糖单元终止的单元总数为 5~60 的碳水化合物。



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	白色或微黄色	取适量实验室样品,置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中,在自然光线下,目视观察其色泽和状态,嗅其气味
状态	无定型粉末	
气味	无异味	
杂质	无正常视力可见外来杂质	

3.2 理化指标

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
pH(10%溶液)	4.5~7.0	GB/T 20885
水分, $w/\%$	≤ 5	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
灰分(以干基计), $w/\%$	≤ 0.2	GB 5009.4
多聚果糖($\geq DP5$), $w/\%$	≥ 94.5	附录 A 中 A.6
平均聚合度(DP)	≥ 23	附录 A 中 A.6
葡萄糖+果糖+蔗糖, $w/\%$	≤ 0.5	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 0.15	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.11 或 GB 5009.76
^a 干燥温度为 103 °C ± 2 °C, 至恒重。		

3.3 微生物限量

微生物限量应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项 目	指 标	检 验 方 法
霉菌/(CFU/g)	< 20	GB 4789.15
酵母菌/(CFU/g)	< 20	GB 4789.15
大肠菌群/(CFU/g)	≤ 10	GB 4789.3
金黄色葡萄球菌	0/25 g	GB 4789.10
沙门氏菌	0/25 g	GB 4789.4

附录 A

检验方法

多聚果糖($\geq DP5$)、平均聚合度(DP)、葡萄糖+果糖+蔗糖含量的测定

A.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所用溶液除另有说明外,均为水溶液。

A.2 试剂和材料

A.2.1 乙酸:0.2 mol/L。

A.2.2 乙酸钠:0.2 mol/L。

A.2.3 pH 4.5 乙酸缓冲液:取 0.2 mol/L 乙酸 28.0 mL、0.2 mol/L 乙酸钠 22.0 mL 混合,用水稀释至 100 mL。

A.2.4 盐酸溶液:0.05 mol/L。

A.2.5 氢氧化钾溶液:0.05 mol/L。

A.2.6 淀粉葡萄糖苷酶:用于将淀粉酶解为葡萄糖,其中葡萄糖、果糖和蔗糖含量应小于 0.02%,不用时 4 °C 冰箱保存。

A.2.7 果糖酶:用于将多聚果糖酶解为葡萄糖和果糖,其中葡萄糖、果糖和蔗糖含量应小于 0.005%,不用时 4 °C 冰箱保存。

A.2.8 乙腈。

A.2.9 葡萄糖:d(+)-无水葡萄糖。

A.2.10 果糖:右旋果糖。

A.2.11 蔗糖。

A.2.12 糖标准储备液:分别称取经 96 °C \pm 2 °C 干燥 4 h 后的糖标准品共 6.00 g(其中葡萄糖、果糖和蔗糖各 2.00 g)一起放入 50 mL 烧杯中,加水并搅拌使之完全溶解,转入 50 mL 容量瓶中定容至刻度,得糖标准储备液(其中葡萄糖含量为 40.0 mg/mL、果糖含量为 40.0 mg/mL、蔗糖含量为 40.0 mg/mL)。

A.2.13 标准工作液:将糖标准储备液分别用水稀释至 10.0 mg/mL、7.00 mg/mL、4.00 mg/mL、2.00 mg/mL 和 1.00 mg/mL 的溶液。

A.3 仪器和设备

A.3.1 分析天平,感量为 1 mg 和 0.01 g。

A.3.2 pH 计:精确度 \pm 0.05。

A.3.3 恒温水浴锅。

A.3.4 高效液相色谱仪(带示差折光或同等性能的检测器)。

A.3.5 0.22 μ m 微孔滤膜。

A.3.6 烘箱。

A.3.7 25 mL、50 mL 容量瓶。

A.3.8 移液器(1 mL、5 mL、10 mL)。

A.4 分析步骤

A.4.1 样品称取

称取经 $96\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 4 h 的约 1 g 样品(精确至 1 mg, 质量 m_1), 放入 100 mL 烧杯中, 加入 50 mL 沸水, 适度搅拌, 用氢氧化钾溶液(A.2.5)或盐酸溶液(A.2.4)调节 pH 至 6.5~8.0。在样品溶解完全后, 移入 100 mL 容量瓶, 于 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温 10 min。然后冷至室温, 用水定容并摇匀, 此后注意保持样品温度在室温以上。取少量溶液经 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤后进行分析(检测 A_0)。

A.4.2 酶水解 1

取 60.0 mL 的样品液(A.4.1), 加入 30.0 mL 的乙酸缓冲液(A.2.3)均匀混合, 用 0.05 mol/L 盐酸溶液(A.2.4)调至 $\text{pH}=4.5 \pm 0.05$ 。加入足够量的淀粉葡萄糖苷酶(A.2.6)[如果不能确定样品中淀粉和麦芽糊精的大致含量, 可认为样品中未知部分 100 % 为淀粉, 以此计算酶的用量], 将样品液水浴升温至 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持恒温 30 min, 适度搅拌但不应起沫。溶液中不应有空气泡。冷至室温后转至 100 mL 容量瓶, 用水定容, 取少量溶液经 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤后分析(检测 A_1)。

A.4.3 酶水解 2

取 60.0 mL 的样品液(A.4.2), 加入足够量的果糖酶(A.2.7)(如果不能确定多聚果糖含量, 可认为样品未知部分为 100 % 多聚果糖, 如使用 megazyme 2 000 U/mL 的混合果糖酶, 加入 100 μL)。将样品液水浴升温至 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持恒温 30 min, 适度搅拌, 防止产生泡沫, 防止空气进入。冷至室温后转至 100 mL 容量瓶, 用水定容, 经 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤后分析(检测 A_2)。

A.5 色谱检测

参考色谱条件: 氨基柱或同等性能的色谱柱, 流动相为乙腈: 水 = 75% : 25%。流速 1.0 mL/min, 进样量 20 μL ; 柱温 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

标准曲线的绘制: 分别吸取 20 μL 标准工作液(A.2.13)注入高效液相色谱仪, 在上述色谱条件下测定标准溶液的峰高或峰面积, 以浓度为横坐标、峰高或峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

样品中糖的测定: 吸取 20 μL 样液(检测 A_0 、 A_1 和 A_2)注入高效液相色谱仪, 在上述色谱条件下测定试样的峰高或峰面积, 由标准曲线上查得样液中果糖、葡萄糖、蔗糖的含量。试样溶液中果糖、葡萄糖、蔗糖的响应值应在标准曲线线性范围内, 超过线性范围则应改变取样量后重新检测。

A.6 结果计算

A.6.1 果糖、葡萄糖和蔗糖含量的计算

不同检测所对应的糖含量见表 A.1。

表 A.1 不同检测所对应的糖含量

糖	检测 A ₀	检测 A ₁	检测 A ₂
葡萄糖	G _f	G ₁	G _t
果糖	F _f		F _t
蔗糖	S		

注：G_f——初始提取液中葡萄糖含量(质量分数)，%；
G₁——第一次酶解后葡萄糖含量(质量分数)，%；
G_t——第二次酶解后葡萄糖含量(质量分数)，%；
F_f——初始提取液中果糖含量(质量分数)，%；
F_t——第二次酶解后果糖含量(质量分数)，%；
S——初始提取液中蔗糖含量(质量分数)，%。

初始提取液中葡萄糖 G_f 含量按式(A.1)计算。

$$G_f = \frac{C_{Gf}}{m_1} \times \frac{100}{10} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

C_{Gf}——检测 A₀ 溶液中葡萄糖含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m₁——样品称取量，单位为克(g)。

初始提取液中果糖 F_f 含量按式(A.2)计算。

$$F_f = \frac{C_{Ff}}{m_1} \times \frac{100}{10} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

C_{Ff}——检测 A₀ 溶液中果糖含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m₁——样品称取量，单位为克(g)。

初始提取液中蔗糖含量 S 按式(A.3)计算。

$$S = \frac{C_s}{m_1} \times \frac{100}{10} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

C_s——检测 A₀ 溶液中蔗糖含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m₁——样品称取量，单位为克(g)。

第一次酶解后葡萄糖含量 G₁ 按式(A.4)计算。

$$G_1 = \frac{C_{G1}}{m_1} \times \frac{100 \times 100}{60 \times 10} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

C_{G1}——检测 A₁ 溶液中葡萄糖含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m₁——样品称取量，单位为克(g)。

第二次酶解后葡萄糖含量 G_t 按式(A.5)计算。

$$G_t = \frac{C_{Gt}}{m_1} \times \frac{100 \times 100 \times 100}{60 \times 60 \times 10} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

C_{Gt}——检测 A₂ 溶液中葡萄糖含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m₁——样品称取量，单位为克(g)。

第二次酶解后果糖含量 F_t 按式(A.6)计算。

$$F_t = \frac{C_{Ft}}{m_1} \times \frac{100 \times 100 \times 100}{60 \times 60 \times 10} \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

C_{Ft} ——检测 A_2 溶液中果糖含量,单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m_1 ——样品称取量,单位为克(g)。

样品中葡萄糖、果糖、蔗糖含量总和按式(A.7)计算。

$$T = G_f + F_f + S \quad \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

T ——葡萄糖、果糖、蔗糖含量总和(质量分数),%。

A.6.2 低聚果糖(DP3- DP4)含量的计算

按附录 B 进行测定。

A.6.3 平均聚合度(DP)的计算

由多聚果糖释放出的葡萄糖和果糖含量分别按式(A.8)和式(A.9)计算。

$$G_i = G_t - G_s - G_1 \quad \dots\dots\dots (A.8)$$

$$F_i = F_t - F_s - F_f \quad \dots\dots\dots (A.9)$$

式中：

G_i ——由多聚果糖释放出的葡萄糖含量(质量分数),%；

G_s ——由蔗糖释放的葡萄糖(=S/1.9)含量(质量分数),%；

G_1 ——第一次酶解后的葡萄糖含量(质量分数),%；

G_t ——第二次酶解后葡萄糖含量(质量分数),%；

F_t ——第二次酶解后果糖含量(质量分数),%；

F_f ——初始提取液中的果糖含量(质量分数),%；

F_i ——由多聚果糖释放出的果糖含量(质量分数),%；

F_s ——由蔗糖释放出的果糖(=S/1.9)含量(质量分数),%。

平均聚合度按式(A.10)计算。

$$DP = \frac{F_i}{G_i} + 1 \quad \dots\dots\dots (A.10)$$

式中：

DP ——平均聚合度；

F_i ——由多聚果糖释放出的果糖含量(质量分数),%；

G_i ——由多聚果糖释放出的葡萄糖含量(质量分数),%。

A.6.4 多聚果糖($\geq DP5$)含量的计算

多聚果糖($\geq DP5$)含量按式(A.11)和式(A.12)计算。

$$I = k(G_i + F_i) - I_{34} \quad \dots\dots\dots (A.11)$$

$$k = \frac{180 + 162 \times (DP - 1)}{180 \times DP} \quad \dots\dots\dots (A.12)$$

式中：

I ——多聚果糖($\geq DP5$)含量(质量分数),%；

I_{34} ——低聚果糖(DP3-DP4)含量(质量分数),%；

k ——换算系数；

DP ——平均聚合度；

G_i ——由多聚果糖释放出的葡萄糖含量(质量分数), %；

F_i ——由多聚果糖释放出的果糖含量(质量分数), %；

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

附录 B

检验方法

低聚果糖(DP3-DP4)含量的测定

B.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所用溶液除另有说明外,均为水溶液。

B.2 试剂和材料

B.2.1 乙腈。

B.2.2 蔗糖(含量 $\geq 99\%$)。

B.2.3 蔗糖(含量 $\geq 99\%$)。

B.2.4 糖标准储备液:分别称取经 $96\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 4 h 后的糖标准品各 1.000 g(蔗糖和蔗糖四糖)放入 50 mL 容量瓶中,加水搅拌使之完全溶解,定容至刻度,得 20 mg/mL 标准储备液。

B.2.5 工作标准液:根据检测器的不同将糖标准储备液分别用水稀释至如下浓度的溶液:

a) 示差折光检测器:2.50 mg/mL、2.00 mg/mL、1.50 mg/mL、1.00 mg/mL 和 0.50 mg/mL。

b) 蒸发光散射检测器:2.00 mg/mL、1.00 mg/mL、0.50 mg/mL、0.20 mg/mL 和 0.08 mg/mL。

B.3 仪器和设备

B.3.1 高效液相色谱仪(具有蒸发光散射或示差折光检测器)。

B.3.2 分析天平,感量 0.1 mg。

B.3.3 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜。

B.3.4 100 mL 容量瓶。

B.4 分析步骤

称取经 $96\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 4 h 的约 1 g 样品(精确至 1 mg,质量 m_2)放入 100 mL 烧杯中,加水搅拌使之完全溶解,移入 100 mL 容量瓶,用水定容至刻度,经 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤后进样。

B.5 色谱检测

参考色谱条件:氨基柱或同等性能的色谱柱;流速 1.0 mL/min;进样量 20 μL ;柱温 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$;

根据检测器的不同参考流动相如下:

a) 示差折光检测器:乙腈:水 = 75% : 25%;

b) 蒸发光散射检测器:乙腈:水梯度洗脱,乙腈浓度 30 min 内从 78%降至 20%。

按上述的色谱条件,取 B.4 中滤液进样,得到试样溶液的峰高或峰面积,然后从标准曲线上查得试样溶液中蔗糖或蔗糖四糖的含量。试样溶液中蔗糖或蔗糖四糖的响应值应在标准曲线线性范围内,超过线性范围则应改变取样量后重新检测。

B.6 计算

样品中低聚果糖(DP3-DP4)的含量按式(B.1)计算。

$$I_{34} = \frac{C_3 + C_4}{m_2} \times \frac{100}{10} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

I_{34} ——低聚果糖(DP3- DP4)含量(质量分数), %;

C_3 ——待测样液中蔗果三糖含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

C_4 ——待测样液中蔗果四糖含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_2 ——样品称取量,单位为克(g)。

