

# 中华人民共和国国家标准

**GB** 25541—2010

# 食品安全国家标准 食品添加剂 聚葡萄糖

2010-12-21 发布 2011-02-21 实施

# 前 言

本标准的附录A为规范性附录。

# 食品安全国家标准

# 食品添加剂 聚葡萄糖

# 1 范围

本标准适用于由葡萄糖、山梨糖醇、柠檬酸或磷酸按一定比例混合,在高温下加热聚合并精制 的聚葡萄糖产品及中和、脱色后的食品添加剂聚葡萄糖。

# 2 规范性引用文件

本标准中引用的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,仅所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)适用于本标准。

## 3 技术要求

# 3.1 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	白色至微黄色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线		
气味	无异味	下,观察其色泽和组织状态,并嗅其味。		
组织状态	颗粒状或粉末			

# 3.2 理化指标:应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目		指 标		
		聚葡萄糖	中和、脱色后	检验方法
			的聚葡萄糖	
聚葡萄糖(以干基、无灰分品计), w/%	$\mathbb{N}$	90.0		附录 A 中 A.3
干燥减量, w/%		4.0		GB 5009.3-2010
				直接干燥法
pН		2.5~7.0	5.0~6.0	附录 A 中 A.4
灰分, w/%		0.3	2.0	GB 5009.4
1,6-脱水-D-葡萄糖(以干基、无灰分品计), w/%	<b>//</b>	4.0		附录 A 中 A.5
葡萄糖和山梨糖醇(以干基、无灰分品计), w/%	和山梨糖醇(以干基、无灰分品计), w/%		附录 A 中 A.5	
5-羟甲基糠醛(以干基、无灰分品计), w/%		0.1	0.05	附录 A 中 A.6
铅 (Pb) / (mg/kg)		0.5		GB 5009.12

# (规范性附录) 检验方法

### 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 6682-2008中规定的水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。本试验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 试剂和材料

- a) 硫酸。
- b) 丙酮。
- c) 苯酚溶液: 50g/L。
- d) 柠檬酸铜碱性试液: 称取173g柠檬酸钠(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>7</sub>•2H<sub>2</sub>O)和117g碳酸钠(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>•H<sub>2</sub>O),在加热下溶于约700mL水中,必要时用滤纸过滤。在另一容器中,称取17.3g硫酸铜(CuSO<sub>4</sub>•5H<sub>2</sub>O),溶于约100mL水中,然后将此溶液在稳定搅拌下缓慢地加入上述溶液。冷却后,用水稀释至1000mL,混匀。

#### A. 2. 2 分析步骤

- A. 2. 2. 1 取1滴100 g/L试样液,加入4滴苯酚溶液,然后迅速加入15滴硫酸,应产生深黄至橘黄颜色。
- A. 2. 2. 2 取1mL 100 g/L试样液,在强烈搅拌下加入1mL丙酮,溶液应透明。在该透明溶液中,加入2mL丙酮,强烈搅拌,溶液立即呈乳白色混浊。
- A. 2. 2. 3 取1mL 20g/L试样液,加入4mL柠檬酸铜碱性试液,加热至剧烈沸腾2 min ~4min,移去热源,让其沉淀、澄清,其上层清液应呈蓝色或蓝绿色。

### A.3 聚葡萄糖的测定

### A. 3. 1 试剂和材料

- a) α-D-葡萄糖标准品: 质量分数≥98.0%。
- b) 苯酚。
- c) 硫酸。
- d) 苯酚溶液: 4g/mL; 准确称取80g苯酚,加入20mL水溶解,混匀。

# A. 3. 2 仪器和设备

分光光度计。

## A. 3. 3 分析步骤

#### A. 3. 3. 1 葡萄糖标准溶液的制备

称取适量的  $\alpha$ -D-葡萄糖标准品,用水溶解后配制成 0.2 mg/mL 的标准原液。用标准原液配制成系列浓度的标准溶液:  $5\mu$ g/mL、 $10\mu$ g/mL、 $20\mu$ g/mL、 $30\mu$ g/mL、 $40\mu$ g/mL 和  $50\mu$ g/mL。

## A. 3. 3. 2 试样液的制备

称取约 0.25 g 试样(精确至 0.000 1g),用水溶解并定容至 250mL,混匀后,用移液管吸取 10.0mL,加水稀释并定容至 250mL,此为试样液。

# A. 3. 3. 3 葡萄糖标准曲线的绘制及试样液的测定

用移液管吸取 2.0mL 系列浓度的标准溶液、试样液和蒸馏水(作为空白),分别置于不含丙酮的 15 mL 螺口小瓶中,分别加入 0.12mL 苯酚溶液,盖上瓶塞并轻轻混匀。打开瓶塞,迅速加入 5.0mL 硫酸。盖紧小瓶,剧烈摇匀。注意添加硫酸时需带橡胶手套及其他安全护具。

小瓶在室温下保持 45min,然后选择合适的分光光度计测定每一小瓶中溶液在 490nm 处的吸光值,测定时用加有蒸馏水的苯酚-硫酸混合液做空白参比。重复实验三次,得到系列浓度的标准溶液的平均吸光值和试样液的平均吸光值。以系列浓度的标准溶液的平均吸光值为纵坐标,标准溶液浓度(µg/mL)为横坐标,绘制标准曲线。

## A. 3. 4 结果计算

聚葡萄糖的含量  $X_1$  按式 (A.1) 计算:

$$X_1 = 1.05 \times \frac{100(A - Y)}{S \times c} - P_G - 1.11P_L \dots$$
 (A.1)

式中:

 $X_1$ ——试样中聚葡萄糖的含量(以干基、无灰分品计), %;

1.05——推导校正因子;

A——试样液的吸光值;

Y——标准曲线的 y 轴截距;

S——吸光值对葡萄糖浓度 ( $\mu$ g/mL) 标准曲线的斜率,大约是 0.02;

c——试样液的浓度(根据试样的干燥失重和灰分含量,换算成以干基、无灰分品计的浓度),单位为微克每毫升( $\mu$ g/mL);

 $P_{G}$ ,  $P_{L}$ ——单体试验中分别测得的葡萄糖和 1,6-脱水-D-葡萄糖的含量,%;

1.11—1,6-脱水-D-葡萄糖的转换系数。

### A. 4 pH的测定

称取约 10g 试样 (精确至 0.00 1g),用水溶解并定容至 100mL,摇匀,用 pH 计进行测定。

#### A. 5 1, 6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇的测定

#### A. 5. 1 试剂和材料

- a) 1,6-脱水-D-葡萄糖标准品:质量分数≥98.0%。
- b) 葡萄糖 (α-D-葡萄糖) 标准品: 质量分数≥98.0%。
- c) 山梨糖醇标准品:质量分数≥98.0%。
- d) 硫酸。

# A. 5. 2 仪器和设备

高效液相色谱仪, 配示差折光检测器。

#### A. 5. 3 参考色谱条件

- a) 色谱柱: 磺酸型苯乙烯-二乙烯苯共聚物树脂柱 (苯乙烯为单体,二乙烯苯为交联剂,为尺寸排阻+离子交换;分离模式为: 排阻极限大于1000,理论塔板数n≥17000),柱长300mm,柱内径8mm;或其他等效色谱柱。
- b) 流动相: 吸取0.42mL硫酸,用水稀释至1000mL,用0.45um的滤膜过滤,用超声波脱气15min。

- c) 柱温: 60℃。
- d) 流速: 0.5 mL/min。
- e) 进样量: 20 μL。

#### A. 5. 4 分析步骤

### A. 5. 4. 1 标准溶液的制备

编号 标样质量(g) 液体体积 (mL) 标样浓度 (g/L) 0.005 50 0.1 0.01 50 0.2 0.02 3 50 0.4 4 0.03 50

表 A. 1 标准溶液的配制方法

将 1,6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇标准品分别按上表配制标样,即每种标准品分别称取 0.005g、0.01g、0.02g、0.03g,用水溶解并定容至50mL,三种标准品分别配制成系列浓度的标样, 分别用 0.45um 的滤膜过滤后备用。

0.6

### A. 5. 4. 2 试样液的制备

称取约 1g 聚葡萄糖试样 (精确至 0.000 1g),用水溶解并定容至 25mL,该试样液用 0.45μm 的 滤膜过滤后备用。

#### A. 5. 4. 3 测定

在 A.5.3 参考色谱条件下,分别对 1.6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇的系列浓度的标样进 行测定, 重复实验两次, 得到标样平均峰面积值。以标样平均峰面积值为纵坐标, 标样系列浓度(g/L) 为横坐标,分别绘制 1,6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇的标准曲线。

在上述色谱条件下,对试样液进行测定,根据标准品的保留时间定性。重复实验两次,得到平 均峰面积值。根据标样平均峰面积值和标样浓度之间的线性关系,分别得到试样液中1,6-脱水-D-葡 萄糖、葡萄糖和山梨糖醇的浓度 (g/L)。若试样液中 1,6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇的浓度 (g/L) 不在标准曲线范围内,则应调整试样液的浓度。

### A. 5. 5 结果计算

1,6-脱水-D-葡萄糖的含量  $X_2$  按公式(A.2)计算:

$$X_2 = \frac{c_1}{c_2} \times 100 \%$$
 (A.2)

式中:

 $X_2$ ——试样中 1.6-脱水-D-葡萄糖的含量(以干基、无灰分品计), %;

一根据标准曲线求得的 1,6-脱水-D-葡萄糖的浓度,单位为克每升(g/L);

 $c_2$ ——试样液的浓度(根据试样的干燥失重和灰分含量,换算成以干基、无灰分品计的浓度), 单位为克每升 (g/L)。

试样中葡萄糖含量和山梨糖醇含量的计算同试样中 1,6-脱水-D-葡萄糖含量的计算方式。试样中 葡萄糖和山梨糖醇的含量为两者含量和。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对

差值不大于算术平均值的5%。

# A. 6 5-羟甲基糠醛的测定

# A. 6.1 仪器和设备

分光光度计。

# A. 6. 2 分析步骤

# A. 6. 2. 1 试样液的制备

称取约1g聚葡萄糖试样(精确至0.0001g),用水溶解并定容至100mL,混匀,备用。

### A. 6. 2. 2 测定

选择合适的分光光度计,用 1cm 石英比色皿,以水做空白参比,在 283 nm 波长处测定试样液的吸光值。

# A. 6. 3 结果计算

5-羟甲基糠醛的含量 X3 按公式 (A.3) 计算:

$$X_3 = \frac{0.749 \times A}{c_3} \dots (A.3)$$

式中:

 $X_3$ ——试样中 5-羟甲基糠醛的含量(以干基、无灰分品计), %;

0.749——组合比例常数,包括消光系数,分子重量,单位及容积换算。

A——试样液的吸光值。

 $c_3$ ——试样液的浓度(根据试样的干燥失重和灰分含量,换算成以干基、无灰分品计的浓度),单位为毫克每毫升(mg/mL)。

5