

中华人民共和国国家标准

GB 25541—******

食品安全国家标准 食品添加剂 聚葡萄糖

(草 案)

202×-××-×**发布**

202×-××-×**实施**

前言

本标准代替GB 25541—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 聚葡萄糖》。 本标准与GB 25541—2010相比,主要变化如下:

——增加了产品分类;



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。也可进一步用镍催化进行部分氢化,以减 少残留的葡萄糖。

2 产品分类

- 2.1 按工艺分为聚葡萄糖和中和、脱色后的聚葡萄糖。
- 2.2 按形态分为固体产品和液体产品。
- 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

	目	要求		↓ Δ7Δ → ≥+	
项		固体	液体	检验方法	
色泽		白色至微黄色	微黄色至黄色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘或	
气味		无异味	无异味	】 无色透明玻璃容器中,在自然光线下,	
状态		颗粒状或粉末	粘稠状透明液体	观察其色泽和状态,并嗅其味。	

3.2 理化指标: 应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

		指标				
项目		聚葡萄糖		中和、脱色后的聚 葡萄糖		检验方法
		固体	液体	固体	液体	
聚葡萄糖(以干基、无灰分品计), w/%	IV	90.0			附录 A 中 A.3	
干燥失重, w/%	1.	4.0	/	4.0	/	GB 5009.3 直接干燥法
干物质(固形物),w/%	\	/	67.5	/	67.5	GB/T 23528.2
рН		2.5~7.0		5.0~6.0	3.5~6.5	附录 A 中 A.4
灰分,w/%	>	0.3			GB 5009.4	
1,6-脱水-D-葡萄糖(以干基、无灰分品计),w/%	1.	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/%	>	6.0			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		05	附录 A 中 A.6	
铅 (Pb) / (mg/kg 或 mg/L)	≤	0.5		GB 5009.75 或 GB 5009.12		
注: 经镍氢化的聚葡萄糖产品中镍<2 mg/kg 或 mg/l	L,检	验方法按	照 GB 50	09.138。		

附录A

(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.3.2.3.1 浓硫酸。

A.3.2.3.2 丙酮。

A.3.2.3.3 苯酚溶液: 50 g/L。

A.3.2.3.4 柠檬酸铜碱性试液: 称取173 g柠檬酸钠 (C₆H₈Na₈O₇·2H₂O) 和117 g碳酸钠 (Na₂CO₃·H₂O), 在加热下溶于约700 mL水中, 必要时用滤纸过滤。在另一容器中, 称取17.3 g硫酸铜 (CuSO₄·5H₂O), 溶于约100 mL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1000 mL, 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,迅速加入15滴浓硫酸,应产生深黄至橘黄颜色。

A.2.2.2 取1 mL 100 g/L试样液,在强烈搅拌下加入1 mL丙酮,溶液应透明。在该透明溶液中,加入 2 mL万酮,强烈搅拌,溶液立即呈乳白色混浊。

A.2.2.3 取1 mL 20 g/L试样液,加入4 mL 柠檬酸铜碱性试液,加热至剧烈沸腾2 min ~4 min,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 高效液相色谱法

A.3.1.1 试剂和材料

A.3.1.1.1 1.6-脱水-D-葡萄糖标准品: 质量分数>98.0%。

A.3.1.1.2 葡萄糖 (α-D-葡萄糖) 标准品: 质量分数>98.0%。

A.3.1.1.3 山梨糖醇标准品: 质量分数>98.0%。

A.3.1.1.4 硫酸。

A.3.1.2 仪器和设备

高效液相色谱仪, 配示差折光检测器。

A.3.1.3 参考色谱条件

A.3.1.3.1 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。

A.3.1.3.2 流动相: 吸取0.42 mL硫酸,用水稀释至1000mL,用0.45 μm的滤膜过滤,用超声波脱气15 min。

A.3.1.3.3 柱温: 60°C。

A.3.1.3.4 流速: 0.5 mL/min。

A.3.1.3.5 进样量: 20 μL。

A.3.1.4 分析步骤

A.3.1.4.1 标准溶液的制备

称取适量 1,6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇标准品用水溶解并分别配制成 0.1~g/L、0.2~g/L、0.4~g/L、0.6~g/L 系列浓度的标样,经 $0.45~\mu m$ 滤膜过滤后备用。

A.3.1.4.2 试样液的制备

称取约 $1\,g$ 聚葡萄糖试样(精确至 0.0001g),用水溶解并定容至 $25\,m$ L,该试样液用 $0.45\,\mu m$ 的滤膜过滤后备用。

A.3.1.4.3 测定

在 A.3.1.3 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。以标样峰面积为纵坐标,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 A.3.1.3 参考色谱条件下,对试样液进行测定,根据标准品的保留时间定性。根据标样峰面积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.3.1.4.4 结果计算

聚葡萄糖的含量 X1按式 (A.1) 计算:	
1,6-脱水-D-葡萄糖的含量 X₂按式(A.2)计算:	 (A.1)
1,000000-00-前面临时占重 623及10(A.2)订弃。	 (A.2)
葡萄糖和山梨糖醇的含量 X ₃ 按式(A.3)计算:	(A.3)
葡萄糖的含量 X4按式(A.4)计算:	
山梨糖醇的含量 Xs按式(A.5)计算:	 (A.4)
	 (A.5)

:中:

- X-----试样中聚葡萄糖的含量(以干基、无灰分品计), %;
- X_2 ——试样中 1,6-脱水-D-葡萄糖的含量(以干基、无灰分品计)、%;
- X:——试样中葡萄糖和山梨糖醇的含量(以干基、无灰分品计), %;
- c_1 ——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)。

- X_4 ——试样中葡萄糖的含量(以干基、无灰分品计)、%;
- X_5 ——试样中山梨糖醇的含量(以干基、无灰分品计), %;
- c₃——根据标准曲线求得的葡萄糖的浓度,单位为克每升 (g/L);
- c₄——根据标准曲线求得的山梨糖醇的浓度,单位为克每升 (g/L);

计算结果表示到小数点后一位。

A.3.1.5 精密度

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 差值不得超过算术平均值的 5%。

A.3.2 分光光度法

A.3.2.1 试剂和材料

A.3.2.1.1 α-D-葡萄糖标准品: 质量分数≥98.0%。

A.3.2.1.2 苯酚。

A.3.2.1.3 硫酸。

A.3.2.1.4 苯酚溶液: 4 g/mL; 准确称取80 g苯酚, 加入20 mL水溶解, 混匀。

A.3.2.2 仪器和设备

分光光度计。

A.3.2.3 分析步骤

A.3.2.3.1 葡萄糖标准溶液的制备

称取适量的 α -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: $5 \mu\text{g/mL}$ 、 $10 \mu\text{g/mL}$ 、 $20 \mu\text{g/mL}$ 、 $30 \mu\text{g/mL}$ 、 $40 \mu\text{g/mL}$ 和 $50 \mu\text{g/mL}$ 。

A.3.2.3.2 试样液的制备

称取约 0.25 g 试样(精确至 0.0001 g),用水溶解并定容至 250 mL,混匀后,用移液管吸取 10.0 mL,加水稀释并定容至 250 mL,此为试样液。

A.3.2.3.3 葡萄糖标准曲线的绘制及试样液的测定

用移液管吸取 2.0 mL 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 0.12 mL 苯酚溶液,盖上瓶塞并轻轻混匀。打开瓶塞,迅速加入 5.0 mL 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 45 min,然后选择合适的分光光度计测定每一小瓶中溶液在 490 nm 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.3.2.3.4 结果计算

聚葡萄糖的含量 X ₁ 按式(A.1)计算:	
	 (A.1)
式中:	

X——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 (ug/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(μ 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。

计算结果表示到小数点后一位。

A.3.2.4 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过其算术平均值的 10%。

A.4 pH

A.4.1 分析步骤

称取适量试样,用无二氧化碳的水溶解配制成干物质(固形物)为 10%的聚葡萄糖待测液,用 pH 计进行测定。

测定结果表示到小数点后一位。

注: 无二氧化碳的水按 GB/T 603 的规定制备。

A.4.2 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过其算术平均值的3%。

A.5 1.6-脱水-D-葡萄糖、葡萄糖和山梨糖醇的测定

按 A.3.1 方法测定、分别计算 1.6-脱水-D-葡萄糖和葡萄糖+山梨糖醇的含量。

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100 mL,混匀,备用。

A.6.2.2 测定

选择合适的分光光度计,用 1 cm 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按式 (A.3) 计算:

(A.3)
---	------

:中:

- X:——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)。

计算结果表示到小数点后两位。

A.6.4 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过其算术平均值的 10%。