

ICS 67.120.30

CCS X20



团标准

T/FJCA 002—2024

银耳多糖

Tremella Polysaccharide

2024-01-11 发布

2024-01-21 实施

福建省特殊食品与化妆品协会 发布

目次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语与定义	2
3.1 食品级银耳多糖	2
3.2 化妆品原料级银耳多糖	2
4 技术要求	2
4.1 感官要求	2
4.2 成分鉴别	2
4.3 理化指标	2
4.4 微生物指标	3
4.5 生产加工过程卫生要求	4
4.6 净含量	4
5 检验规则	4
5.1 组批	4
5.2 抽样方法和数量	4
5.3 出厂检验	4
5.4 型式检验	4
5.5 判定规则	4
6 标志、标签、包装、运输、贮存、保质期	5
6.1 标志、标签	5
6.2 包装	5
6.3 运输、贮存	5
6.4 保质期	5
附 录 A (规范性附录) 检测方法	6
A.1 一般规定	6
A.2 淀粉和糊精的定性鉴别	6
A.3 单糖组成鉴别	6
A.4 银耳多糖含量 (以葡萄糖计) 的测定方法	8
A.5 黏度测定方法	9
A.6 电导率测定方法	10
A.7 透光率测定方法	10

前 言

本标准编写格式按 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定进行编写。请注意，本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由安发（福建）生物科技有限公司提出。

本文件由福建省特殊食品与化妆品协会归口。

本文件主要起草单位：安发（福建）生物科技有限公司、福建省祥云生物科技发展有限公司、福建省农业科学院农产品加工研究所、福建舒安一号生物科技有限公司、福建海旭福生物科技有限公司、兰研有限公司、厦门一三九生物科技有限公司、福建省亚热带果蔬加工工程技术研究中心。

本文件起草人：高益槐、黄勇云、刘镇、肖正、李怡彬、吴俐、陈飞、丁清、陈文海、刘斌。

银耳多糖

1 范围

本文件规定了食品级与化妆品原料级银耳多糖产品的质量要求。

本文件适用于以银耳属真菌银耳 (*Tremella fuciformis* Berk.) 的子实体为原料, 经过提取、分离纯化、干燥等工序制成的银耳多糖产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过本标准的规范性引用而成为本标准必不可少的条款。其中, 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。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- 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 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
- 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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB 5009.189 食品安全国家标准 食品中米酵菌酸的测定
- GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB/T 10468 水果和蔬菜产品 pH 值的测定方法
- GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
- GB/T 28118 食品包装用塑料与铝箔复合膜、袋
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 国家市场监督管理总局令第 70 号 《定量包装商品计量监督管理办法》
- 国家食品药品监督管理总局 2015 年第 268 号公告 《化妆品安全技术规范》
- 国家药品监督管理局 2021 年第 77 号公告 《化妆品标签管理办法》
- 国家药典委员会《中华人民共和国药典》2020 年版四部
- 国家药品监督管理局 2022 年第 1 号公告 《化妆品生产质量管理规范》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 食品级银耳多糖

产品在用途上，以食用为目的则属于食品级银耳多糖；其质量需符合本标准食品级银耳多糖的技术要求，且原料、生产过程、包装标识、贮运等应符合食品安全相关的标准与法规要求。

3.2 化妆品原料级银耳多糖

产品用途上，用于化妆品生产的银耳多糖属于化妆品原料级银耳多糖；其质量需符合本标准化妆品原料级银耳多糖的技术要求，且生产过程、禁用组分、包装标识、贮运等应符合化妆品安全相关的标准与法规要求。

4 技术要求

4.1 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	白色至浅黄色，色泽均匀	取本品适量，放洁净的白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态，嗅其气味，用温开水漱口，品尝滋味。
气味、滋味	具有本品固有的气味和滋味，无异味	
状态	呈均匀的粉末状或颗粒状或薄片状，无结块，无肉眼可见异物	

4.2 成分鉴别

成分鉴别指标应符合表 2 的规定。

表 2 成分鉴别指标

项目	指标	检验方法
淀粉和糊精的定性鉴别	不应与碘液反应而呈现蓝色或红色	按附录 A.2 规定的方法。
单糖组成鉴别	应符合规定	按附录 A.3 规定的方法。

4.3 理化指标

食品级银耳多糖理化指标应符合表 3 的要求；化妆品原料级银耳多糖理化指标应符合表 4 的要求。其中银耳多糖含量与重金属指标均以干重计。

表 3 食品级银耳多糖理化指标

项目	指标	检验方法
银耳多糖含量(以葡萄糖计) /%	≥ 80	按附录A.4规定的方法。
水分 /%	≤ 7.0	GB 5009.3
灰分 /%	≤ 8.0	GB 5009.4
pH (0.1%水溶液, 25±0.5°C)	5.5~7.5	GB/T 10468
铅(以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.12
镉(以 Cd 计) / (mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.15

表3(续)

项目	指标	检验方法
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	0.5	GB 5009. 11
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg) ≤	0.1	GB 5009. 17
米酵菌酸/(mg/kg) ≤	0.25	GB 5009. 189

表4 化妆品原料级银耳多糖理化指标

项目	指标	检验方法
银耳多糖含量(以葡萄糖计)/%	≥ 80	按附录A.4规定的方法。
水分/%	≤ 10.0	GB 5009. 3
灰分/%	≤ 8.0	GB 5009. 4
pH (0.1%水溶液, 25±0.5°C)	5.5~7.5	GB/T 10468
铅(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	10	《化妆品安全技术规范》
镉(以 Cd 计)/(mg/kg) ≤	5	《化妆品安全技术规范》
砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	2	《化妆品安全技术规范》
汞(以 Hg 计)/(mg/kg) ≤	1	《化妆品安全技术规范》
黏度(0.5%水溶液, 25°C) / (Pa·s) ≥	1.0	按附录A.5规定的方法
电导率(0.1%水溶液, 25°C) / (μs/cm) ≤	500	按附录A.6规定的方法
透光率(0.5%水溶液) /% ≥	90	按附录A.7规定的方法
含氮量/% ≤	0.5	GB 5009. 5

4.4 微生物指标

食品级银耳多糖的微生物指标应符合表5的要求; 化妆品原料级银耳多糖的微生物指标应符合表6的要求。

表5 食品级银耳多糖微生物指标

项目	采样方案 ^a 及限量(若非指定, 均以/25g 表示)				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数/(CFU/g)	5	2	10 ⁴	5×10 ⁴	GB 4789. 2
大肠菌群/(CFU/g)	5	2	10	10 ²	GB 4789. 3 平板计数法
沙门氏菌	5	0	0	-	GB 4789. 4
霉菌/(CFU/g) ≤	50				GB 4789. 15

注: ^a 样品的采样及处理按 GB 4789. 1 执行。

n 为同一批次产品应采集的样品种数; c 为最大可允许超出 m 值的样品数; m 为指标可接受水平的限量值; M 为指标的最高安全限量值。

表6 化妆品原料级银耳多糖微生物指标

项目	限 值	检验方法
菌落总数/(CFU/g)	≤500 眼部化妆品、口唇化妆品和儿童化妆品	《化妆品安全技术规范》
	≤1000 其它化妆品	
霉菌和酵母菌总数/(CFU/g)	≤100	《化妆品安全技术规范》
耐热大肠菌群/g	不得检出	《化妆品安全技术规范》

表6 (续)

项 目	限 值	检 验 方 法
金黄色葡萄球菌/g	不得检出	《化妆品安全技术规范》
铜绿假单胞菌/g	不得检出	《化妆品安全技术规范》

4.5 生产加工过程卫生要求

食品级银耳多糖生产加工过程应符合 GB 14881 的规定。化妆品原料级银耳多糖生产加工过程应符合《化妆品安全技术规范》、《化妆品生产质量管理规范》等规定。

4.6 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，按 JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则进行检测。

5 检验规则

5.1 组批

由同一生产周期、同一工艺过程内生产的规格相同、等级相同、质量均一的产品为一批。

5.2 抽样方法和数量

所抽样品为同一批次保质期内的产品，样品按批随机抽取，设批量件数（包装单位：箱、袋、包等）为 X， $X \leq 3$ 时，每件取样，当 $3 < X \leq 300$ 时，按 $\sqrt{X} + 1$ 随机抽样；当 $X > 300$ 时，按 $\sqrt{X}/2 + 1$ 随机抽样。每批样品取样 2 份，每份样品应为全检所需样品的 3 倍量，一份送化验室检验，另一份贮藏备查。

5.3 出厂检验

每批产品应进行出厂检验。出厂检验由生产单位质量检验部门进行，食品级银耳多糖检验项目包括感官指标、银耳多糖含量、水分、灰分、pH、微生物指标。化妆品原料级银耳多糖检验项目包括感官指标、银耳多糖含量、水分、灰分、pH、电导率、透光率、黏度、微生物指标；检验合格签发检验合格证，产品凭检验合格证入库或出厂。

5.4 型式检验

型式检验项目为本标准中规定的全部项目，检验周期为每年至少一次。有下列情况之一时也应进行型式检验。

- a) 新产品定型、鉴定时、投产时；
- b) 原、辅料和工艺发生较大变更时；
- c) 长期停产后，恢复生产时；
- d) 国家质量监督机构提出要求时。

5.5 判定规则

检验结果全部项目符合本标准的规定，判该批产品为合格产品。

检验结果若微生物指标有一项不符合要求，即判该批产品为不合格。其他项目如有一项以上(含一项)不合格，应在同批产品中对不合格项目进行加倍抽样复检，以复检结果为准。若复检项目仍有一项不合格，则判该批产品为不合格品。

6 标志、标签、包装、运输、贮存、保质期

6.1 标志、标签

标签应根据产品用途的不同，符合相应的规定。食品级银耳多糖包装标签应符合 GB 7718、GB 28050 等食品标签有关规定。化妆品原料级银耳多糖包装标签应符合《化妆品标签管理办法》等相关法规要求。

6.2 包装

产品内包装采用铝箔复合袋包装，其质量应符合 GB/T 28118 的规定，包装应严密、不泄漏。
外包装为瓦楞纸箱，应符合 GB/T 6543 的要求，封口牢固、平整。

6.3 运输、贮存

运输工具必须洁净，严禁与有毒、有害、有异味物品混运。
运输时应轻装、轻卸，防止撞击、挤压、抛物，防止日晒雨淋。
产品应在干燥处贮存，不得与其他有毒有害物质混放。

6.4 保质期

产品在本标准规定的条件下，未经启封，自生产之日起，保质期为 24 个月。

附录 A

(规范性附录)

检测方法

A. 1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时，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、测定用工作溶液、制剂和制品在未注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、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 淀粉和糊精的定性鉴别

A. 2. 1 碘溶液的配制

称取3.6 g碘化钾溶于20 mL水中，加入1.3g碘，溶解后加水稀释至100 mL。

A. 2. 2 样品的测定

取0.3 g样品，加水15 mL，加热溶解，加入1滴碘溶液，振摇，观察是否有淀粉或糊精与碘溶液反应后呈现的蓝色或红色。

A. 2. 3 结果判定

若成色反应为蓝色，则判定样品中含有淀粉；若成色反应为红色，则判定样品中含有糊精。

A. 3 单糖组成鉴别

A. 3. 1 试剂和材料

A.3.1.1 0.02 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(pH 6.0): 取2.72g磷酸二氢钾固体试剂，加水到1L，混匀，用0.1mol/L的氢氧化钠溶液调节pH至6.0。

A.3.1.2 混合单糖对照品溶液(包括甘露糖、葡萄糖醛酸、D-无水葡萄糖、木糖、岩藻糖，各单糖质量浓度均为0.1 g/L左右)。

A.3.1.3 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液：称取1g氢氧化钠溶于100 mL水。

A.3.1.4 0.50 mol/L 的1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮(PMP)甲醇溶液：称取8.71 g 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮溶于100 mL甲醇。

A.3.1.5 0.3 mol/L 的盐酸溶液：准确量取1.25 mL盐酸溶于50 mL水。

A.3.1.6 氯仿。

A.3.1.7 2 mol/L 硫酸：10.9 mL浓硫酸缓慢加入到100 mL水中。

A.3.1.8 甲醇(色谱级)。

A.3.1.9 乙腈(色谱级)。

A.3.1.10 4 mol/L 氢氧化钠溶液：称取16 g氢氧化钠溶于100 mL水。

A. 3. 2 仪器和设备

A.3.2.1 高效液相色谱仪，附紫外或DAD检测器。

A.3.2.2 分析天平，感量 0.0001 g。

A. 3. 3 液相色谱条件

A.3.3.1 色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂， $250\text{ mm} \times 4.6\text{ mm}$, $5\text{ }\mu\text{m}$; 或者可分离单糖的其他色谱柱。

A.3.3.2 流动相：0.02 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(pH 6.0)-乙腈 (体积比为 82:18)。

A.3.3.3 柱温：30 ℃。

A.3.3.4 检测波长：250 nm。

A.3.3.5 流速：1 mL/min。

A.3.3.6 进样体积：20μL。

A. 3. 4 分析步骤

A.3.4.1 混合单糖对照品溶液的衍生

取2mL的混合单糖对照品溶液，置于10 mL的具塞试管中，加入0.25 mol/L氢氧化钠溶液1.2 mL，混匀；再加入0.5 mol/L的1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮的甲醇溶液1.2 mL, 漩涡混匀；在70℃水浴中反应90 min；取出放置10 min冷却至室温；加0.3 mol/L的盐酸溶液1.2 mL中和；转移至分液漏斗中，再加20 mL的氯仿，振摇，静置，弃去氯仿相，如此萃取3次。水相用0.45 μm微孔膜过滤，作为衍生对照液，供高效液相色谱仪进样分析。

A.3.4.2 样品制备

精密称取样品约0.1 g置于50 mL三角瓶中，加40 mL水溶解，置于100℃水浴溶解30 min，取出冷却至室温，转移到50 mL容量瓶，加水至刻度，摇匀，作为样品溶液。

精密吸取3 mL样品溶液到顶空瓶，加入0.3 mL的2 mol/L硫酸溶液, 充N₂封口，110℃烘箱中水解4 h；冷却后打开盖，加4 mol/L氢氧化钠溶液调节至中性。精密吸取2 mL样品水解液，置于10 mL的具塞试管中，按A.3.4.1操作，水相用0.45 μm微孔膜过滤后作为衍生供试液。

A.3.4.3 测定法

分别取衍生对照液、衍生供试液注入液相色谱仪，记录色谱图至衍生对照液的岩藻糖峰走完。

A. 3. 5 结果判定

A.3.5.1 结果计算

甘露糖峰面积占比计算公式如下：

$$C = \frac{V_1}{V_{\text{总}}} \times 100\%$$

式中：C——甘露糖峰面积占比，单位为百分比（%）；

V_1 ——供试液色谱图中甘露糖的峰面积。

$V_{\text{总}}$ ——供试液色谱图中除溶剂峰与PMP峰之外各单糖峰面积之和。

A.3.5.2 结果判定

供试液色谱图中至少应出现甘露糖、葡萄糖醛酸、木糖、岩藻糖的特征峰，其中甘露糖峰面积占比不得少于40%。

A. 3. 6 示例色谱图

A.3.6.1 混合单糖对照液HPLC 特征图谱见图 A1。

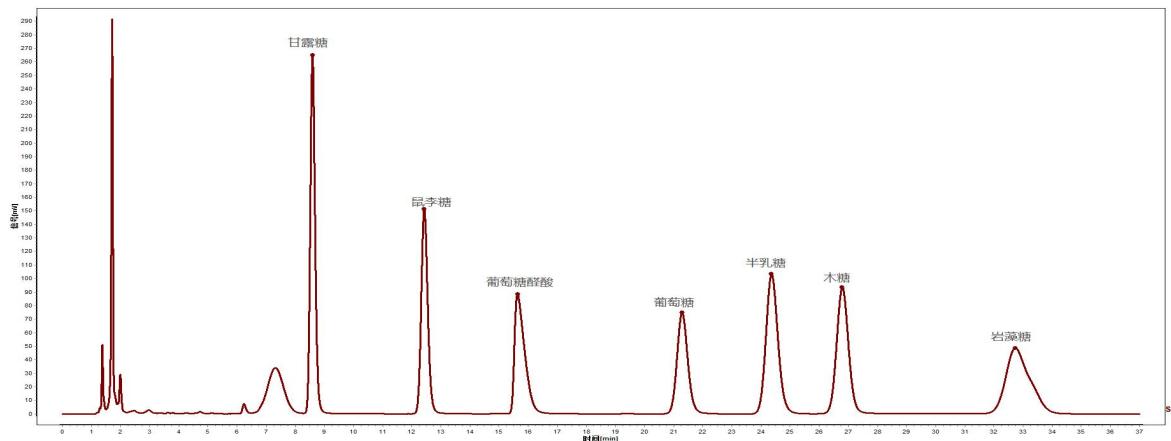


图 A1 7 种单糖混合对照液 HPLC 特征图谱

A.3.6.2 经水解后的银耳多糖供试品HPLC 特征图谱 见图 A2

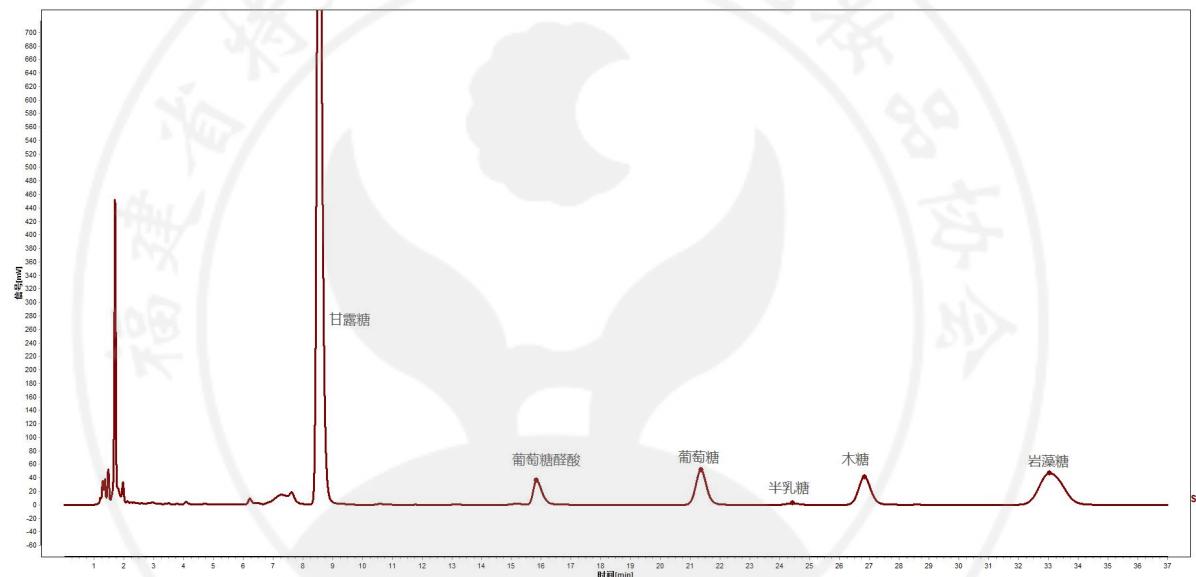


图 A2 经水解后的银耳多糖供试品 HPLC 特征图谱

A. 4 银耳多糖含量（以葡萄糖计）的测定方法

A. 4. 1 原理

银耳多糖在浓硫酸作用下，先水解成单糖，并迅速脱水生成糖醛衍生物，与苯酚反应生成橙黄色溶液，在490 nm处有特征吸收，通过与标准系列比较定量。

A. 4. 2 试剂和材料

A.4.2.1 浓硫酸 (H_2SO_4)， $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

A.4.2.2 苯酚 ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$)。

A.4.2.3 D-无水葡萄糖对照品：纯度 $\geq 98\%$ 。

A.4.2.4 5%苯酚溶液：称取 5 g 苯酚（A.4.2.2）于 100 mL 烧杯中，加水溶解，定容至 100 mL 后转至棕色瓶中，置 4℃ 冰箱中避光贮存。

A.4.2.5 10 mg/L 葡萄糖对照品溶液: 精密称取 10 mg 葡萄糖对照品(A.4.2.3)加水溶解, 定容至 100 mL, 混匀, 每 1 mL 约含 0.1 mg 葡萄糖。

A.4.3 仪器

A.4.3.1 可见分光光度计。

A.4.3.2 分析天平。

A.4.3.3 涡旋振荡器。

A.4.3.4 标准曲线。

分别吸取0、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL的葡萄糖对照品溶液(A.4.2.5)置20 mL具塞玻璃试管中, 补加水至2.0 mL, 加入5%苯酚溶液(A.4.2.4)1.0 mL, 在漩涡混匀器上混匀, 然后快速加入6.0mL硫酸(与液面垂直加入, 勿接触试管壁, 以便与反应液充分混合)。于旋转混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸15 min, 冷却后用分光光度计在490 nm波长处以试剂空白溶液为参比, 1 cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

A.4.3.5 测定

精密称定银耳多糖样品适量(约0.05 g), 至150 mL具塞三角瓶中, 加水80 mL, 100°C水浴溶解 60 min, 冷却后转移至 1000 mL(V_1)容量瓶中, 加水至刻度, 摆匀后静置 1 h以上, 准确吸取该溶液1.0 mL(V_2), 按照标准曲线步骤(A.4.3.4自补加水至2.0 mL起)操作, 于 490 nm波长处测定吸光度, 根据标准曲线计算得测定液中多糖含量, 同时做空白试验。

A.4.4 结果计算

样品中银耳多糖含量以质量分数 ω 计, 单位以百分比(%)表示, 按下列计算:

$$\omega = \frac{c \times V_1}{m \times V_2 \times 10^3} \times 100\%$$

式中: c ——标准曲线读出的样品测定管中葡萄糖的质量, 单位为毫克(mg);

V_1 ——多糖溶液定容体积, 单位为毫升(mL);

m ——称样量, 单位为克(g);

V_2 ——测定所用多糖溶液体积, 单位为毫升(mL);

计算结果保留至小数点后两位。

A.4.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%。

A.5 黏度测定方法

A.5.1 仪器

A.5.1.1 旋转粘度计

A.5.1.2 恒温水浴锅

A.5.2 测定方法

样品配制 0.5%的水溶液作为供试液, 配制过程中可 60°C水浴至完全溶解, 置恒温水浴锅中, 使供试液温度均匀达到 25°C。采用旋转黏度计, 根据量程选择合适的转子与转速(推荐参数 3#转子, 30 r/min), 测量供试液的动力黏度。连续测量两次, 要求两次测量结果相对偏差不大于 3%, 取两次测量的平均数。

A. 6 电导率测定方法

A. 6. 1 仪器

A.6.1.1 电导率仪

A. 6. 2 测定方法

样品配制 0.1%的水溶液作为供试液，配制过程中可 60℃水浴至完全溶解，采用电导率仪，在 25℃条件下检测供试液的电导率。重复测定 2 次，要求平行测定的相对偏差不大于 3%，取两次测量的平均数。

A. 7 透光率测定方法

A. 7. 1 仪器

A.7.1.1 分光光度计

A. 7. 2 测定方法

样品配制 0.5%的水溶液作为供试液，配制过程中可 60℃水浴至完全溶解，离心，使样品溶液消泡，按《中国药典》四部通则 0401 紫外-可见分光光度法检测，采用 1cm 石英比色皿，以水为空白对照，在 400nm 处测供试液的透光率。