

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

海藻多糖

Algae polysaccharides

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品工业标准化技术委员会（SAC/TC 64）归口。

本文件起草单位：略。

本文件主要起草人：略。

本文件为首次发布。

海藻多糖

1 范围

本文件规定了海藻多糖的术语和定义、技术要求和指标、检验方法、检验规则、标签、包装、贮存和运输要求，描述了相应的试验方法。

本文件适用于以海藻为原料，经提取制得的多糖类产品的生产、检验和销售。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB 1886.239 食品安全国家标准 食品添加剂 琼脂
- GB 1886.243 食品安全国家标准 食品添加剂 海藻酸钠
- 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 7718 预包装食品标签通则
- GB 13078 饲料卫生标准
- GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB 19643 食品安全国家标准 藻类及其制品
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
- GB/T 30891 水产品抽样规范
- GB/T 31742 皂荚多糖胶
- SC/T 3049 刺参及其制品中海参多糖的测定 高效液相色谱法
- SC/T 3404 岩藻多糖
- SN/T 4260 出口植物源食品中粗多糖的测定 苯酚-硫酸法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 海藻多糖

以海洋来源的褐藻、红藻或绿藻为原料，采用生物、化学或物理方法提取制得的水溶性多糖。

4 技术要求

4.1 感官要求

应符合表1的要求。

表1 感官要求

项目	指标
----	----

色泽	具有该产品应有的色泽
气味	带海藻特有的气味或无异味
状态	粉末或颗粒
杂质	无正常视力可见外来异物

4.2 理化指标

应符合表2的要求。

表2 理化指标

项目	指标
粗多糖（以半乳糖计），w/%	≥ 40.0
海藻特征糖组份（按干燥品计） ^a ，w/%	≥ 12
水分，w/%	≥ 10.0
水不溶物（按干燥品计），w/%	≥ 1.0
灰分，w/%	≥ 36.0

^a 褐藻多糖：D-甘露糖醛酸、L-古罗糖醛酸、岩藻糖含量之和；红藻多糖：D-半乳糖；绿藻多糖：L-鼠李糖、木糖、葡萄糖醛酸含量之和。

4.3 安全指标

4.4.1 污染物

污染物应符合相关规定。

4.4.2 微生物

微生物和致病菌限量应符合相关规定。

4.4.3 真菌毒素

真菌毒素应符合相关规定。

5 试验方法

5.1 感官

取适量试样，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，目测其色泽与形态，嗅其气味，检查有无正常视力可见杂质。

5.2 粗多糖

称取一定量试样(精确至0.0001 g)，加适量水溶解，必要时可加热，得到样品溶液。准确吸取适量样品溶液，按SN/T 4260规定的方法测定。

5.3 特征糖组份

按附录A规定的方法执行。

5.4 水分

按GB 5009.3中规定的方法执行。

5.5 水不溶物

按GB 1886.239规定的方法进行测定。

5.6 灰分

按GB 5009.4中第一法规定的方法执行。

6 检验规则

6.1 组批

同原料、同工艺、同一生产线连续生产或同一班次生产的产品为一批。

6.2 抽样

6.2.1 产品按批抽样。批量不大于 600 件时，从不少于 3 件包装中抽取样品；批量大于 600 件时，从不少于 0.5% 比例的包装中抽取样品。每份样本总量不少于三倍试验检测量。

6.2.2 桶装产品应从表面 10 cm 以下处抽取样品。取样器应洁净、干燥。

6.2.3 抽取样品三份，签封。粘贴标签，在标签上注明产品名称、生产厂名及地址、批号、取样日期及地点、取样人。一份用于感官和理化检验，一份用于微生物检验，一份封存，保留半个月备查。做微生物检验时，采样过程遵循无菌操作程序，防止一切可能的外来污染。当抽取的样本总量少于 200 g 时，应适当加大抽样比例。

6.3 出厂检验

6.3.1 产品出厂前，应按本文件规定逐批进行检验。检验符合本文件要求后方可出厂。

6.3.2 出厂检验项目包括：感官要求、水分、粗多糖、特征糖组份、灰分。

6.4 型式检验

型式检验项目为本文件要求中规定的所有项目。在正常生产情况下，型式检验每 6 个月进行一次。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产3个月以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 行政管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

6.5.1 检验项目全部符合本文件规定时，判该批产品为合格品。

6.5.2 检验项目中微生物指标不符合本文件规定时，判该批产品为不合格品。

6.5.3 检验项目中如微生物指标之外有一项至两项不符合本文件规定时，可以加倍抽样复验，复验结果全部符合本文件规定时，判该批产品为合格品。复验后如仍有一项或多项不符合本文件规定的，判该批产品为不合格品。

7 标签、包装、运输和贮存

7.1 标签

应符合 GB 7718 和 GB 28050 的规定。

7.2 包装

包装容器应清洁卫生，内包装材料应符合食品接触材料的相关要求。

7.3 运输

产品运输工具应清洁无污染，运输过程中应有遮盖物，避免日晒、雨淋，不应与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装混运。

7.4 贮存

室温贮存，应贮存在避光、阴凉、通风、干燥的成品库中，离地离墙存放。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混贮。

附 录 A
(资料性)
特征糖组份

A.1 方法原理

海藻多糖样品在酸性条件下水解，经1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮（PMP）进行衍生化后，高效液相色谱分析，内标法定量。

A.2 仪器和材料

A.2.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

A.2.2 分析天平：感量0.00001 g。

A.2.3 涡旋混合器。

A.2.4 鼓风干燥箱。

A.2.5 恒温水浴锅。

A.2.6 旋转蒸发器。

A.2.7 氮吹仪。

A.2.8 超声清洗器。

A.2.9 水解管：耐压螺盖玻璃管或硬质玻璃管，体积20 mL~30 mL，用去离子水冲洗干净并烘干。

A.2.10 具塞玻璃离心管：5 mL。

A.2.11 对照品：D-甘露糖醛酸、L-古罗糖醛酸、L-岩藻糖、L-鼠李糖、D-木糖、D-半乳糖、D-葡萄糖醛酸、乳糖（内标）。

A.2.12 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮（PMP）。

A.2.13 乙腈：色谱纯。

A.2.14 甲醇：色谱纯。

A.2.15 磷酸二氢钾。

A.2.16 三氟乙酸。

A.2.17 氢氧化钠。

A.2.18 三氯甲烷。

A.2.19 盐酸。

A.2.20 4 mol/L三氟乙酸溶液：准确量取29.7 mL三氟乙酸，加水定容至100 mL。

A.2.21 0.3 mol/L氢氧化钠溶液：准确称取1.20 g氢氧化钠，加水溶解并定容至100 mL。

A.2.22 0.5 mol/LPMP甲醇溶液：准确称取8.70 g PMP，用甲醇溶解并定容至100 mL。

A.2.23 0.3 mol/L盐酸溶液：准确量取2.5 mL盐酸，加水稀释至100 mL。

A. 2. 24 0.05 mol/L磷酸缓冲溶液：准确称取6.80 g磷酸二氢钾，用水溶解并稀释至1000 mL，用0.3 mol/L氢氧化钠溶液调节pH至6.8~7.0。使用前，用0.45 μm微孔滤膜过滤。

A. 2. 25 对照品储备溶液：分别准确称取经真空干燥至恒重的D-甘露糖醛酸、L-古罗糖醛酸、L-岩藻糖、L-鼠李糖、D-木糖、D-半乳糖、D-葡萄糖醛酸、乳糖适量(精确至0.00001 g)，用水溶解并配制成质量浓度为10 mmol/L的单标储备溶液，贮存于密闭容量瓶中避光于4℃下储存。

A. 2. 26 混合标准品工作溶液：分别精密量取对照品储备溶液适量，用水溶解并稀释制成各对照品浓度为0.10 mmol/L、0.25 mmol/L、0.50 mmol/L、0.75 mmol/L、1.00 mmol/L、1.25 mmol/L的混合标准品工作液，当天配制。

A. 2. 27 内标工作溶液：准确称取经真空干燥至恒重的乳糖标准品68 mg，用水溶解并稀释至100 mL。该溶液浓度为2 mmol/L的溶液，4℃密封避光储存，有效期15 d。

A. 2. 28 磷酸盐一乙腈溶液1：取乙腈150 mL，用0.05 mol/L磷酸盐缓冲液稀释至1000 mL。

A. 2. 29 磷酸盐一乙腈溶液2：取乙腈400 mL，用0.05 mol/L磷酸盐缓冲液稀释至1000mL。

A. 3 分析步骤

A. 3. 1 供试品溶液的制备

准确称取海藻多糖样品10 mg于水解管中，加入1 mL蒸馏水充分混匀使其完全溶解，之后加入4 mol/L三氟乙酸溶液1 mL，充氮封管，在110℃水解8 h，于70℃氮气吹干，加2 mL水超声溶解残余物，用0.3 mol/L氢氧化钠溶液调节水解液pH至6.5~7.5后转移入5 mL容量瓶，用水稀释至刻度，即得海藻多糖水解液。

A. 3. 2 样液的衍生化

取A. 3. 1海藻多糖水解液待衍生溶液400 μL与50 μL 2 mmol/L乳糖内标工作溶液，置10 mL具塞试管中，加入450 μL 0.5 mol/L PMP 甲醇溶液和450 μL 0.3 mol/L氢氧化钠溶液，涡旋混匀，置于70℃恒温水浴锅中，避光反应30 min。取出后冷却至室温，加入450 μL 0.3 mol/L盐酸溶液，涡旋混匀。加入1 mL三氯甲烷，充分震荡，静置分层，吸弃三氯甲烷层，按上述方法用三氯甲烷重复萃取3次。将水相过0.45 μm滤膜，供高效液相色谱分析。

A. 3. 3 对照品溶液的衍生化

分别准确移取浓度为0.10 mmol/L、0.25 mmol/L、0.50 mmol/L、0.75 mmol/L、1.00 mmol/L、1.25 mmol/L的混合标准品工作溶液400 μL于6个10 mL具塞试管中，分别加入50 μL 2 mmol/L乳糖内标工作溶液、加入450 μL 0.5 mol/L PMP 甲醇溶液和450 μL 0.3 mol/L氢氧化钠溶液，涡旋混合均匀后，制备系列混合标准品衍生物。以各标准品衍生物的峰面积与乳糖衍生物的峰面积之比为纵坐标，以相应的标准品浓度为横坐标绘制标准工作曲线。

A. 4 测定

A. 4. 1 色谱参考条件

- A. 4. 1. 1 色谱柱: XDB-C₁₈, 5 μm, 250 mm×4. 6 mm(内径)或性能相当者,
- A. 4. 1. 2 柱温: 25℃
- A. 4. 1. 3 检测波长: 254 nm。
- A. 4. 1. 4 进样量: 20 μL。
- A. 4. 1. 5 流速: 1. 0 mL/min。
- A. 4. 1. 6 流动相: A: 磷酸盐-乙腈溶液1, B: 磷酸盐-乙腈溶液2; 梯度洗脱程序见表1。

表A. 1 流动相梯度程序

时间, min	A, %	B, %
0	100	0
10	92	8
40	63	37
45	100	0

A. 4. 2 色谱分析

分别注入20 μL系列混合标准品衍生液和试样衍生液于高效液相色谱仪中, 按A. 4. 1规定的色谱条件进行分析, 记录峰面积, 试样液中各单糖衍生物的响应值均应在标准曲线范围之内。根据标准品的保留时间定性, 内标法定量。

A. 5 结果计算

A. 5. 1 褐藻来源海藻多糖供试品中特征糖组份含量以质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式(E. 1)计算

$$w_1 = \left[\frac{C_1 \times 194 \times 5 \times p}{m} + \frac{C_2 \times 194 \times 5 \times p}{m} + \frac{C_3 \times 164 \times 5 \times p}{m} \right] \times 100\% \dots \dots \dots (E. 1)$$

式中: w_1 ——供试品中特征糖组份的质量分数, %;

C_1 ——由标准曲线计算得到的供试品中D-甘露糖醛酸的浓度, mmol/L;

194——甘露糖醛酸或古罗糖醛酸的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

164——岩藻糖的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

C_2 ——由标准曲线计算得到的供试品中L-古罗糖醛酸的浓度, mmol/L;

C_3 ——由标准曲线计算得到的供试品中岩藻糖的浓度, mmol/L;

m ——供试品的称样量, mg;

p ——供试品稀释倍数。

A. 5. 2 红藻来源海藻多糖供试品中特征糖组份含量以质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式(E. 2)计算

$$w_2 = \left[\frac{C_4 \times 180 \times 5 \times p}{m} \right] \times 100\% \dots \dots \dots (E.2)$$

式中： w_2 ——供试品中特征糖组份的质量分数，%；

C_4 ——由标准曲线计算得到的供试品中半乳糖的浓度，mmol/L；

180——半乳糖的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——供试品的称样量，mg；

p ——供试品稀释倍数。

A.5.3 绿藻来源海藻多糖供试品中特征糖组份含量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(E.3)计算

$$w_3 = \left[\frac{C_5 \times 164 \times 5 \times p}{m} + \frac{C_6 \times 194 \times 5 \times p}{m} + \frac{C_7 \times 150 \times 5 \times p}{m} \right] \times 100\% \dots \dots \dots (E.3)$$

式中： w_3 ——供试品中特征糖组份的质量分数，%；

C_5 ——由标准曲线计算得到的供试品中鼠李糖的浓度，mmol/L；

164——鼠李糖的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

194——葡萄糖醛酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

150——木糖的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

C_6 ——由标准曲线计算得到的供试品中葡萄糖醛酸的浓度，mmol/L；

C_7 ——由标准曲线计算得到的供试品中木糖的浓度，mmol/L；

m ——供试品的称样量，mg；

p ——供试品稀释倍数。

A.6 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过其算数平均值的10%。