



中华人民共和国国家标准

GB/T 23528—201×
代替 GB/T 23528—2009

低聚果糖

Fructooligosaccharide

20××-××-××发布

20××-××-××实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23528—2009《低聚果糖》。本标准与 GB/T 23528—2009 相比,主要技术变化如下:

- 修改了规范性引用文件;
- 调整增加了部分术语和定义;
- 增加了“按照生产原料及工艺”分类;
- 调整了理化要求的干物质、色度的要求;
- 修改了理化要求的“电导灰分”为“灰分”和对应测定方法;
- 增加了低聚果糖含量测定方法“高效液相色谱法(外标校正法)”和“高效离子交换色谱法”;
- 删除了原附录 A。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会(SAC/TC 64)提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会工业发酵分技术委员会(SAC/TC 64/SC 5)归口。

本标准起草单位:量子高科(中国)生物股份有限公司、保龄宝生物股份有限公司、丰宁平安高科实业有限公司、凡秘能特种糖业有限公司、山东百龙创园生物科技股份有限公司、山东富欣生物科技股份有限公司、白银熙瑞生物工程有限公司、优诺康(北京)医药技术服务有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、完美(中国)有限公司、天狮集团有限公司、石家庄君乐宝乳业有限公司、北京三元食品股份有限公司、河北省食品检验研究院、上海市质量监督检验技术研究院。

本标准主要起草人:刘明、曾宪维、李培功、钱晓国、魏远安、黄振华、窦光朋、陈小强、郝景峰、杨云、李向东、曹梦思、王向阳、欧阳道福、李悦绮、韩美娜、陈历俊、张岩、刘捷、吴长青、杜玉兰、王勇志、康志远、张国钰、朱伟、王浩同、李艳、王世杰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 23528—2009。

低聚果糖

1 范围

本标准规定了低聚果糖的术语和定义、产品分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以蔗糖或以菊芋、菊苣等植物为原料制成的低聚果糖的生产、检验和销售。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

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 5009.3—2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4—2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

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 15203 食品安全国家标准 淀粉糖

GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

低聚果糖 fructooligosaccharide; FOS

果糖基经 β -糖苷键连接,末端带有 α -D-葡萄糖基、聚合度为3~9,或不带有 α -D-葡萄糖基、聚合度为2~9的功能性低聚糖。

注:可作为食品或食品原料使用。

3.2

聚合度 degree of polymerization; DP

低聚果糖分子链中果糖基和葡萄糖基的数目之和。

3.3

低聚果糖含量 the content of fructooligosaccharides

聚合度为2~9的各低聚果糖含量(以干基/干物质计),包括果果二糖(F_2)、蔗果三糖(GF_2)、果果三糖(F_3)、蔗果四糖(GF_3)、果果四糖(F_4)、蔗果五糖(GF_4)、果果五糖(F_5)、蔗果六糖(GF_5)、果果六糖(F_6)、蔗果七糖(GF_6)、果果七糖(F_7)、蔗果八糖(GF_7)、果果八糖(F_8)、蔗果九糖(GF_8)、果果九糖(F_9)等。

4 分子式、结构式

4.1 分子式： $C_6H_{11}O_5(C_6H_{10}O_5)_nOH$ 。

4.2 结构式：蔗-果型(GF_n , $n=2\sim 8$)和果-果(F_n , $n=2\sim 9$)型。分子结构示意图见图 1 和图 2。

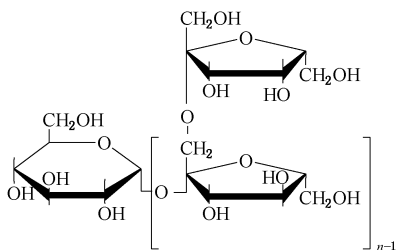


图 1 蔗-果型(GF_n)低聚果糖分子结构示意图

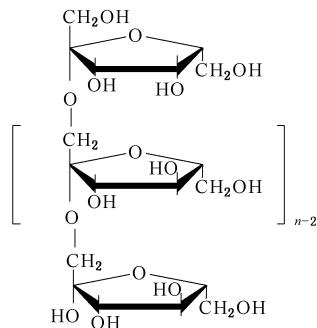


图 2 果-果型(F_n)低聚果糖分子结构示意图

5 产品分类

5.1 按生产原料

5.1.1 蔗糖来源的低聚果糖

以蔗糖为原料,主要成分为蔗-果型低聚果糖的产品。

5.1.2 植物来源的低聚果糖

以菊芋、菊苣等植物为原料,主要成分为果-果型低聚果糖和蔗-果型低聚果糖的产品。

5.2 按产品形态

分为固体产品和液体产品。

6 要求

6.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	液体产品	固体产品
状态	透明、黏稠液体 ^a	粉末
色泽	无色至黄色	
气味、滋味	无异味,有柔和、清爽的甜味	
杂质	无正常视力可见杂质	
^a 液体产品允许存在结晶析出。		

6.2 理化要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化要求

项 目	液体产品		固体产品	
	蔗糖来源	植物来源	蔗糖来源	植物来源
低聚果糖含量(以干基或干物质计) ^a /(g/100 g)	≥ 50			
干物质(固形物,质量分数)/%	≥ 75	≥ 70	—	
水分/%	≤ —		≤ 5	
pH	4.0~7.0			
灰分/%	≤ 0.4			
色度	≤ 0.3	≤ 0.6	—	
透光率/%	≥ 85	≥ 80	—	
^a 企业根据实测数据标示。				

6.3 食品安全要求

食品工业用产品应符合 GB 15203 的规定。

7 试验方法

7.1 一般要求

本方法中所用的水,在未注明其他要求时,应符合 GB/T 6682 中水的规格,所用试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯(AR)。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 和 GB/T 603 的规定制备。

7.2 感官

7.2.1 液体

取样品约 30 mL 于无色、洁净、干燥的样品杯(或 50 mL 小烧杯)中,置于明亮处,观察其色泽和透明状态,检查其有无正常视力可见异物;取适量样品嗅其味,放入口中品尝其滋味(品尝每个样品前,应用清水漱口),做好感官记录。

7.2.2 固体

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在合适的自然光下,观察样品的颜色和状态,检查其有无肉眼可见杂质;取适量样品嗅其味,放入口中品尝其滋味(品尝每个样品前,应用清水漱口),做好感官记录。

7.3 低聚果糖含量

7.3.1 方法说明

蔗糖来源的低聚果糖含量计算包括蔗果三糖(含新蔗果三糖)、蔗果四糖(含新蔗果四糖)、蔗果五

糖、蔗果六糖,采用高效液相色谱法-外标法,或者峰面积归一化法定量。

植物来源的低聚果糖含量计算包括蔗果三糖、蔗果四糖、蔗果五糖、蔗果六糖、蔗果七糖、果果二糖、果果三糖、果果四糖、果果五糖、果果六糖、果果七糖,可采用高效液相色谱法-外标法定量(如果标准品无法采购,使用高效液相色谱法-外标校正法),或高效离子交换色谱法。

7.3.2 高效液相色谱法

7.3.2.1 仪器和设备

7.3.2.1.1 高效液相色谱仪:配有示差折光检测器或者蒸发光散射检测器和柱恒温系统。

7.3.2.1.2 分析天平:感量为 0.1 mg 或 0.01 mg。

7.3.2.2 试剂和溶液

7.3.2.2.1 水:GB/T 6682 中的一级水。

7.3.2.2.2 乙腈:色谱纯。

7.3.2.2.3 标准品:葡萄糖(G)、果糖(F)、蔗糖(GF)、蔗果三糖(纯度 $\geq 99\%$)、蔗果四糖(纯度 $\geq 99\%$)、蔗果五糖(纯度 $\geq 80\%$)、蔗果六糖、蔗果七糖、果果二糖、果果三糖、果果四糖、果果五糖、果果六糖、果果七糖。

7.3.2.2.4 葡萄糖、果糖和蔗糖标准储备液:分别准确称取葡萄糖、果糖和蔗糖标准品各 500 mg(精确至 0.1 mg),合并加水溶解并转移至 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,配制成质量浓度约为 50 mg/mL 的混合标准储备液。4 °C 条件下可储存 1 个月。

7.3.2.2.5 蔗-果型低聚果糖标准储备溶液 A:分别准确称取蔗果三糖、蔗果四糖、蔗果五糖标准品各 100 mg(精确至 0.1 mg),合并加水溶解并转移至 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,配制成浓度约为 10 mg/mL 混合标准储备液。4 °C 条件下可储存 1 个月。

7.3.2.2.6 蔗-果型低聚果糖标准储备溶液 B:分别准确称取蔗果六糖、蔗果七糖、新蔗果三糖(6G-GF2)和新蔗果四糖(6G-GF3)标准品各 5 mg(精确至 0.01 mg),合并加水溶解定容至 1 mL,混合均匀,配制成混合标准储备液。4 °C 条件下可储存 1 个月。

7.3.2.2.7 果-果型低聚果糖标准储备溶液:分别准确称取果果二糖、果果三糖、果果四糖、果果五糖、果果六糖、果果七糖各 1 mg(精确至 0.01 mg),合并加水溶解定容至 1 mL,混合均匀,配制成混合标准储备液。4 °C 条件下可储存 1 个月。

7.3.2.3 参考色谱条件 1

参考色谱条件 1 如下:

——检测器:蒸发光散射检测器;

——色谱柱:氨基色谱柱(填料:以聚合物为基质,尺寸:250 mm \times 4.6 mm,粒径 5 μ m)或者具有同等性能的其他类型色谱柱;

——漂移管温度:70 °C;

——柱温:35 °C;

——进样量:10 μ L;

——流动相:A:水,B:乙腈;

——流速:1.0 mL/min;

——梯度洗脱程序:见表 3。

表 3 梯度洗脱程序

时间/min	流动相体积分数配比/%	
	A	B
0.00	22	78
20.00	35	65
35.00	35	65
35.10	22	78
40.00	22	78

7.3.2.4 参考色谱条件 2

参考色谱条件 2 如下：

- 检测器：示差折光检测器；
- 色谱柱：氨基色谱柱或者具有同等性能的其他类型色谱柱；
- 检测器温度：40 ℃；
- 柱温：35 ℃；
- 流动相：乙腈+水（体积比 75：25，比例可根据实际情况调节）。

注：色谱条件 2 仅适用于蔗糖来源的低聚果糖。

7.3.2.5 分析步骤

7.3.2.5.1 标准曲线的绘制

将各糖标准储备液配制成 0.5 mg/mL~6 mg/mL 范围内不同浓度的混合标准溶液系列，分别进样后，以标样浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3.2.5.2 样品溶液的制备

精确称取适量液体或固体样品（应使各种糖的含量在 7.3.2.5.1 标准曲线线性范围内），用水溶解定容至 100 mL 混匀，用 0.45 μm 微孔滤膜过滤（或 12 000 r/min 离心 5 min），收集滤液作为待测样液。

注：样品可根据标准曲线范围要求稀释不同浓度，再分别测定计算不同组分含量。

7.3.2.5.3 样品测定

将系列标准溶液和待测样液分别进样，根据标准品的保留时间，对待测液中各糖组分进行定性，定性色谱图参见附录 A。根据样品的类型，选择采用面积归一化方法或外标（校正）法计算各种糖分的百分含量。

7.3.2.6 结果计算

7.3.2.6.1 外标法

采用示差折光检测器或蒸发光检测器，样品中各糖组分的含量按式(1)计算：

$$X_i = \frac{c_i \times V_i \times D}{1\ 000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_i ——样品中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)；

c_i ——查曲线得待测溶液中各糖组分的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_i ——样品的稀释体积,单位为毫升(mL)；

D ——样品的稀释倍数；

m ——样品的质量,液体为称取样品中干物质的质量；固体为称取样品去除水分的质量,单位为克(g)。

7.3.2.6.2 外标校正法

采用蒸发光检测器,如无 7.3.2.2.6 和 7.3.2.2.7 所需标准品,可分别以蔗糖、蔗果三糖和蔗果四糖为对照,样品中各种糖组分的校正因子见表 4,含量按式(2)计算；新蔗果三糖(6^G -GF₂)和新蔗果四糖(6^G -GF₃)定量以蔗果三糖、蔗果四糖标准品直接定量(校正因子为 1)。

表 4 低聚果糖组分的校正因子表(RFP_j)

项目	F ₂	F ₃	F ₄	F ₅	F ₆	F ₇	GF ₅	GF ₆
相对 GF	1.35	—	—	—	—	—	—	—
相对 GF ₂	—	1.21	—	—	—	—	—	—
相对 GF ₃	—	—	1.21	1.32	1.50	1.76	1.29	1.48

$$X_j = \frac{c_j \times RPF_j \times V_j \times D}{1\ 000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

X_j ——样品中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)；

c_j ——查曲线得到待测溶液中各糖组分的含量,单位为克每毫升(mg/mL)；

RPF_j ——各种糖组分对应的相对校正因子；

V_j ——样品的稀释体积,单位为毫升(mL)；

D ——样品的稀释倍数；

m ——样品的质量,液体为称取样品中干物质的质量；固体为称取样品去除水分的质量,单位为克(g)。

样品中低聚果糖的百分含量按式(3)计算：

$$FOS = \sum X_{i(j)} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

FOS ——低聚果糖含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)；

X_i ——外标法中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)；

X_j ——外标校正法中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果表示至一位小数。

7.3.2.6.3 峰面积归一化法

采用示差折光检测器时,蔗糖来源样品中各组分的百分含量按式(4)计算：

$$P_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

P_i ——样品中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g);

A_i ——样品中各种糖组分的峰面积;

$\sum A_i$ ——样品中所有成分峰面积的总和。

样品中低聚果糖含量按式(5)计算：

$$FOS = \sum P_i \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

FOS ——低聚果糖含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g);

P_i ——样品中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果表示至一位小数。

7.3.2.7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的5%。

7.3.3 高效离子交换色谱法

7.3.3.1 试剂和溶液

7.3.3.1.1 水:GB/T 6682中的一级水。

7.3.3.1.2 无水乙酸钠:色谱级。

7.3.3.1.3 氢氧化钠溶液(50%,质量分数):称取100 g氢氧化钠,加100 mL水,搅拌至完全溶解,静置至碳酸钠沉淀,上层液体澄清(约需10天)。不用时密封保存。

7.3.3.1.4 氢氧化钠溶液(250 mmol/L):移取13.1 mL氢氧化钠溶液(7.3.3.1.3),转移至1 L容量瓶中,用去离子水定容至刻度混匀,使用前脱气30 min。

7.3.3.1.5 氢氧化钠溶液(250 mmol/L)+乙酸钠溶液(500 mmol/L):称取41.02 g无水乙酸钠,用适量的水溶解并加入13.1 mL氢氧化钠溶液(7.3.3.1.3),再转移至1 L容量瓶中,水定容至刻度,0.2 μm 滤膜过滤。使用前脱气30 min。

7.3.3.1.6 氢氧化钠溶液(100 mmol/L)+乙酸钠溶液(5 mmol/L):称取0.41 g无水乙酸钠,用适量的水溶解并加入5.25 mL氢氧化钠溶液,再转移至1 L容量瓶中,水定容至刻度混匀。使用前脱气30 min。

7.3.3.1.7 氢氧化钠溶液(100 mmol/L)+乙酸钠溶液(250 mmol/L):称取20.51 g无水乙酸钠,用适量的水溶解并加入5.25 mL氢氧化钠溶液,再转移至1 L容量瓶中,水定容至刻度混匀。使用前脱气30 min。

7.3.3.1.8 标准品:葡萄糖、果糖、蔗糖、蔗果三糖、蔗果四糖、蔗果五糖、蔗果六糖、蔗果七糖、果果二糖、果果三糖、果果四糖、果果五糖、果果六糖、果果七糖、新蔗果三糖(6^G-GF_2)和新蔗果四糖(6^G-GF_3)。

7.3.3.1.9 葡萄糖、果糖和蔗糖标准储备液:分别准确称取葡萄糖、果糖和蔗糖标准品各10 mg(精确至0.1 mg),合并加水溶解并转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,配制成质量浓度约为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准储备液。4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下可储存1个月。

7.3.3.1.10 蔗-果型低聚果糖标准储备溶液:分别准确称取蔗果三糖、蔗果四糖、蔗果五糖、蔗果六糖、蔗果七糖、新蔗果三糖和新蔗果四糖各1 mg(精确至0.01 mg),合并加水溶解并转移至10 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,配制成质量浓度约为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准储备液。4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下可储存1个月。

7.3.3.1.11 果-果型低聚果糖标准储备溶液:分别准确称取果果二糖、果果三糖、果果四糖、果果五糖、果果六糖、果果七糖各1 mg(精确至0.01 mg),合并加水溶解并转移至10 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,配制成质量浓度为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准储备液。4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下可储存1个月。

7.3.3.2 仪器和设备

7.3.3.2.1 高效离子色谱仪:配备脉冲安培检测器。

7.3.3.2.2 分析天平:感量为 0.1 mg 或 0.01 mg。

7.3.3.2.3 超声波清洗器。

7.3.3.2.4 移液器:200 μL 、1 000 μL 及 5 000 μL 。

7.3.3.2.5 0.22 μm 微孔滤膜。

7.3.3.3 参考色谱条件 1

参考色谱条件 1 如下:

——色谱柱:碳水化合物分离柱(柱尺寸:150 mm \times 3 mm,粒径:6.5 μm)及其保护柱(柱尺寸:3 mm \times 30 mm)或等效色谱柱;

——柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;

——进样量:25 μL ;

——流动相:A:氢氧化钠溶液(250 mmol/L),B:氢氧化钠溶液(250 mmol/L)+乙酸钠溶液(500 mol/L),C:水;

——流速:0.4 mL/min;

——洗脱梯度:见表 5;

——检测器:脉冲安培检测器,金工作电极,Ag/AgCl 参比电极,糖标准四电位波形。

表 5 洗脱梯度程序

时间/min	流动相体积分数配比/%		
	A	B	C
0.00	25.0	3.0	72.0
8.00	25.0	3.0	72.0
8.10	25.0	4.0	71.0
20.00	25.0	4.0	71.0
20.10	25.0	7.0	68.0
28.00	25.0	7.0	68.0
55.00	30.0	70.0	0.0
60.00	25.0	3.0	72.0
70.00	25.0	3.0	72.0

7.3.3.4 参考色谱条件 2

参考色谱条件 2 如下:

——色谱柱:阴离子交换柱(柱尺寸:250 mm \times 4.6 mm,粒径:7 μm)或等效色谱柱;

——柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;

——进样量:20 μL ;

——流动相:A:氢氧化钠溶液(100 mmol/L)+乙酸钠溶液(5 mmol/L),B:氢氧化钠溶液(100 mmol/L)+乙酸钠溶液(250 mmol/L);

- 流速:1.0 mL/min;
- 参考梯度洗脱程序:见表 6;
- 检测器:脉冲安培检测器,Au 工作电极,Pd 参比电极,检测器电位波形程序见表 7。

表 6 洗脱梯度程序

时间/min	A	B
0.00	94	6
10.0	94	6
25.0	80	20
50.0	20	80
60.0	4	96
60.1	94	6

表 7 检测器电位波形程序

时间/s	电位/V	积分
0.00	+0.05	—
0.20	+0.05	开始
0.30	+0.05	结束
0.35	+0.55	—
0.55	-0.10	—

7.3.3.5 分析步骤

7.3.3.5.1 标准溶液的配制

分别吸取葡萄糖、果糖和蔗糖标准储备液(7.3.3.1.9)、蔗-果型低聚果糖标准储备溶液(7.3.3.1.10)、果-果型低聚果糖标准储备溶液(7.3.3.1.11),稀释至约 5 个不同浓度的混合标准溶液系列,浓度范围约在 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~15.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~15.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~15.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。分别进样后,以标样浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

7.3.3.5.2 样品溶液的制备

称取试样 0.1 g~0.2 g(精确至 0.001 g)试样,用水溶解后定容至 100 mL,配制成含低聚果糖 1.0 mg/mL~2.0 mg/mL 的测试样液,根据测试样液中各糖组分的含量差异,可再稀释 2 个不同的倍数,过 0.22 μm 微孔滤膜后测定。根据各糖分离检测效果,选择其中最合适的稀释倍数计算。

7.3.3.5.3 样品的测定

根据标准品的保留时间,与待测样品中组分的保留时间进行定性,定性色谱图参见附录 B 和附录 C。测定各组分色谱峰面积,采用外标法计算各种糖分的百分含量。

7.3.3.5.4 结果计算

样品中各组分的含量按式(6)计算:

$$X_i = \frac{c_i \times V_i \times D}{1\,000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X_i ——样品中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g);

c_i ——查曲线得到待测溶液中各糖组分的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_i ——样品的稀释体积,单位为毫升(mL);

D ——样品的稀释倍数;

m ——样品的质量,液体为称取样品中干物质的质量;固体为称取样品重量减去水分含量,单位为克(g)。

样品中低聚果糖的百分含量按式(7)计算:

$$FOS = \sum X_i \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

FOS ——低聚果糖含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g);

X_i ——样品中各种糖组分含量(以干基或干物质计),单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果表示至一位小数。

7.3.3.6 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的5%。

7.4 干物质(固形物)

7.4.1 仪器和设备

7.4.1.1.1 阿贝折光仪:精度为0.000 1单位。

7.4.1.1.2 玻璃棒:末端弯曲扁平。

7.4.2 仪器校正

在20℃时,以蒸馏水校正折光仪的折光率为1.333 0,相当于干物质(固形物)含量为零。仪器每日至少校正一次。

7.4.3 分析步骤

将折射仪放置在光线充足的位置,折射仪棱镜的温度调节至20℃,分开两面棱镜,用玻璃棒加少量样品(1滴~2滴)于固定的棱镜面上(玻璃棒不得接触棱镜面,且涂样时间应少于2 s),立即闭合棱镜停留几分钟,使试样达到棱镜的温度。调节棱镜的螺旋直至视场分为明暗两部分,转动补偿器旋钮,消除虹彩并使明暗分界线清晰,继续调节螺旋使明暗分界线对准在十字线上,从标尺上读取含量,再立即重读一次,取其平均值作为一次测定值。清洗并擦干两个棱镜,将同一样品按上述操作进行第二次测定。取两次测定的算术平均值报告其结果。结果表示至一位小数。

7.4.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的1%。

7.5 水分

按GB 5009.3—2016中“直接干燥法”测定。

7.6 pH

7.6.1 仪器和设备

酸度计：精度 0.01 pH，备有玻璃电极和甘汞电极（或复合电极）。

7.6.2 分析步骤

按仪器使用说明书调试和校正酸度计。

称取适量样品，用煮沸冷却（除去二氧化碳）的 pH 在 5.0~7.0 的水配制成干物质（固形物）为 30% 的低聚果糖待测液。然后，用水冲洗电极探头，用滤纸轻轻吸干，将电极插入待测样液中，调节温度调节器，使仪器指示温度与溶液温度相同，稳定后读数。所得结果表示至一位小数。

7.6.3 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 3%。

7.7 灰分

按 GB 5009.4—2016 中“第一法 食品中总灰分的测定”。

7.8 色度

7.8.1 原理

当一束平行单色光通过有色溶液时，溶液颜色越深，吸光度越大。

7.8.2 仪器

7.8.2.1 分光光度计：波长范围 420 nm~720 nm。

7.8.2.2 比色皿：1 cm×1 cm。

7.8.3 分析步骤

将样品直接装入 1 cm 比色皿中，用水作空白调节零点。分别在波长 420 nm 和 720 nm 下测其吸光度。如果样品有结晶析出，需适当加热充分溶解冷却后测其色度。

7.8.4 结果计算

样品的色度按式(8)计算：

$$X = A_{420} - A_{720} \dots\dots\dots(8)$$

式中：

X ——样品的色度；

A_{420} ——样品在 420 nm 下的吸光度；

A_{720} ——样品在 720 nm 下的吸光度。

结果表示至两位小数。

7.8.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 2%。

7.9 透光率

7.9.1 原理

当一束平行单色光通过溶液时,溶液的吸光度与溶液的浓度及液层厚度成正比。溶液的吸光度愈小,则透光率愈大,溶液愈清澈透明。

7.9.2 仪器

同 7.8.2。

7.9.3 分析步骤

将样品直接装入 1 cm 比色皿中,用水作空白调零点,在 720 nm 波长,测其透光率,结果表示至一位小数。如果样品有结晶析出,需加热充分溶解冷却后测其透光率。

7.9.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 2%。

8 检验规则

8.1 组批

同原料、同配方、同工艺、同一生产线连续生产的,质量均一的产品为一批。

8.2 抽样

8.2.1 每批产品的检验按表 8 抽取样本。

表 8 产品抽样表

批量范围(最小外包装单位)	抽取样本数(最小外包装单位)	每个样本抽取单位包装数 ^a (瓶、样袋)
100 以下	2	1
100~500	4	1
500 以上	6	1

^a 单位包装数系指大包装中的小包装单位。

8.2.2 槽车装产品应每车检验。

8.2.3 桶装和槽车装产品应从液面 10 cm 以下处抽取样品,取样器应符合相关规定。

8.2.4 根据每个样本等量抽取原则抽取,槽车装产品每批取样量不少于 1 kg;桶装产品每批取样量不少于 1 kg;瓶装产品从每个样本中中等量取样,取样总量不少于 600 g。

8.2.5 将抽取的样品置于两个洁净、干燥的容器中,密封,注明产品名称、批号、取样时间、取样人姓名等,一份供检测用,一份封存备查。

8.3 出厂检验

8.3.1 成品出厂前,应由生产厂的质检部门负责按本标准规定逐批进行检验。检验合格后方可出厂。

8.3.2 出厂检验项目:感官、低聚果糖含量、干物质(液体产品)、水分(固体产品)、pH、色度(液体产品)、

透光率(液体产品)。

8.4 型式检验

型式检验项目为本标准要求中规定的全部项目,一般情况下,型式检验每半年进行一次。有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 原辅材料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月后,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家质量监督机构按有关规定需要抽检时。

8.5 判定规则

8.5.1 抽取样品经检验,所检项目全部合格,则判该批产品为合格。

8.5.2 检验结果如有两项及以下指标不合格,应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复验,以复检结果为准,若仍有不合格项,判该批产品为不合格。检验结果如有3项及以上指标不合格,判该产品为不合格。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

预包装食品应符合 GB 7718 和 GB 28050 的规定。根据产品特性还应标注产品类型及产品来源。包装储运图示按 GB/T 191 的规定执行。

9.2 包装

包装容器应整洁、卫生、无破损,应符合国家相关规定。

9.3 运输

运输工具应清洁卫生。不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混装、混运,应避免受潮、受压、暴晒。装卸时,应轻拿轻放,不得直接钩扎包装。

9.4 贮存

应储存在通风、干燥、清洁的仓库内,严防日晒雨淋,严禁火种。不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品放在一起。

附录 A

(资料性附录)

高效液相色谱法测定低聚果糖标准品的色谱图

高效液相色谱法测定低聚果糖标准品和样品的色谱图分别参见图 A.1 和图 A.2。

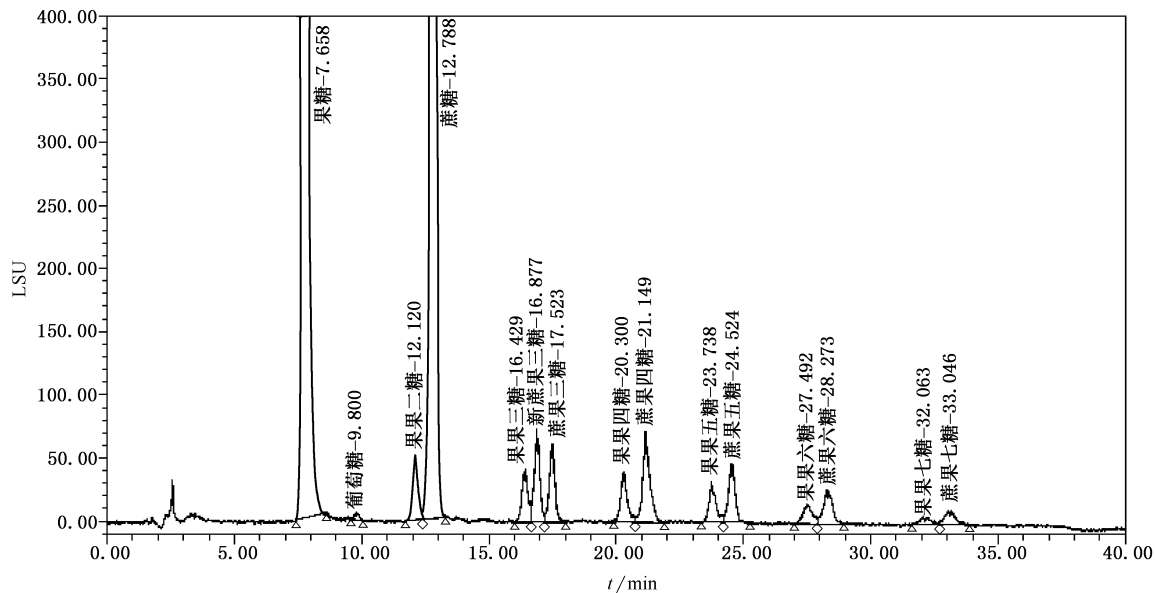


图 A.1 氨基柱测定低聚果糖标准品的谱图(高效液相色谱法参考条件 1)

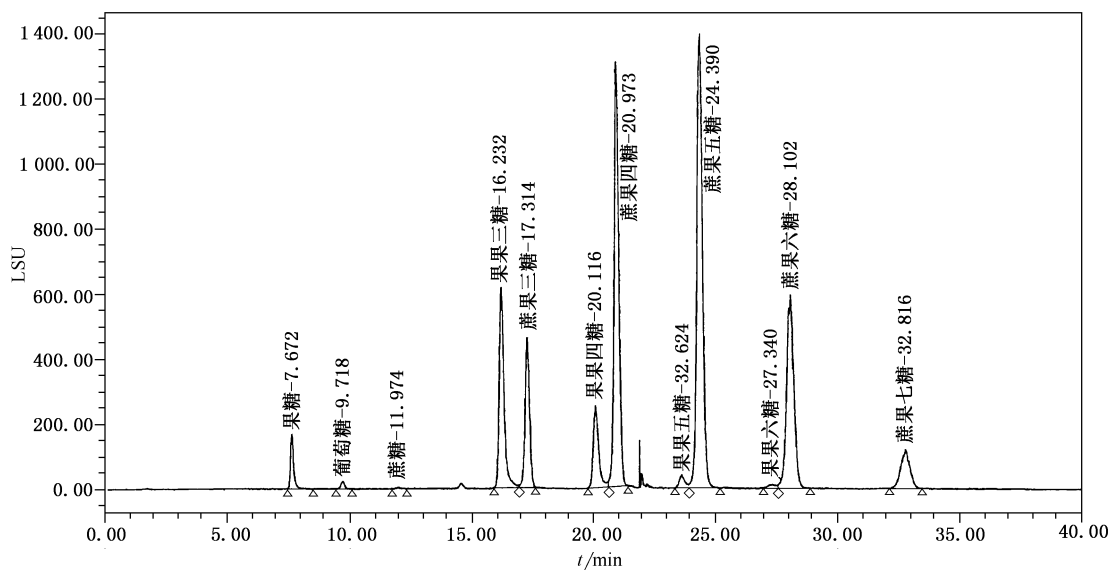


图 A.2 氨基柱测定低聚果糖样品的谱图(高效液相色谱法参考条件 1)

附录 B

(资料性附录)

高效离子交换色谱法测定低聚果糖的标准品和样品色谱图

高效离子交换色谱法测定低聚果糖标准品和样品色谱图参见图 B.1~图 B.10。

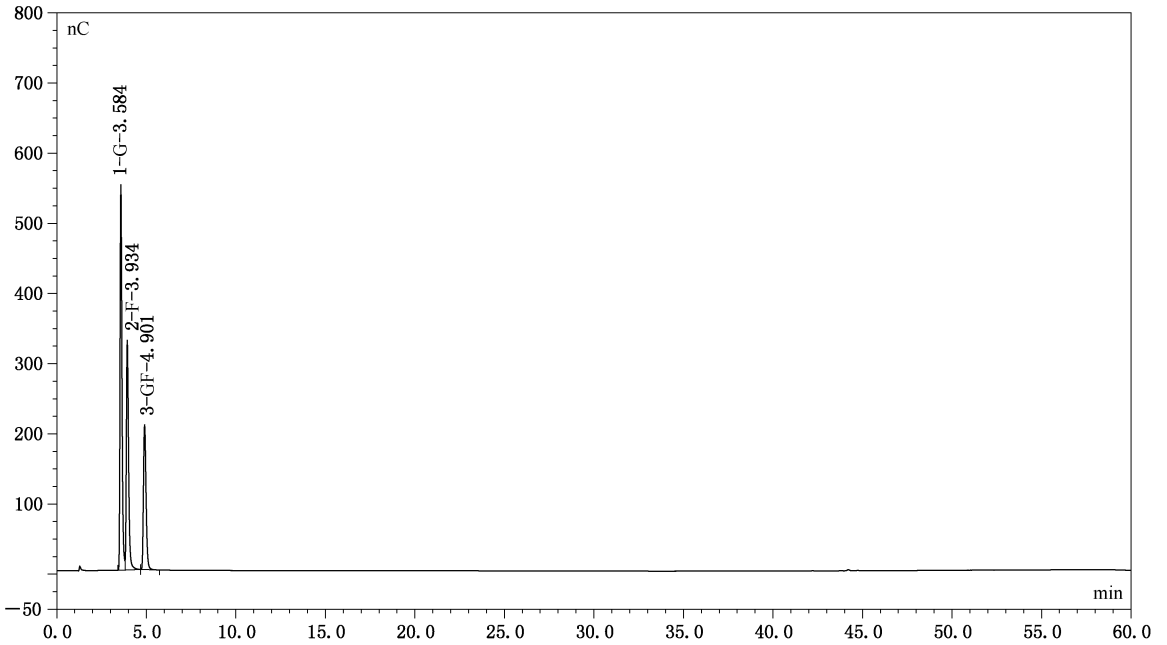


图 B.1 葡萄糖、果糖和蔗糖的混合标样色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 1)

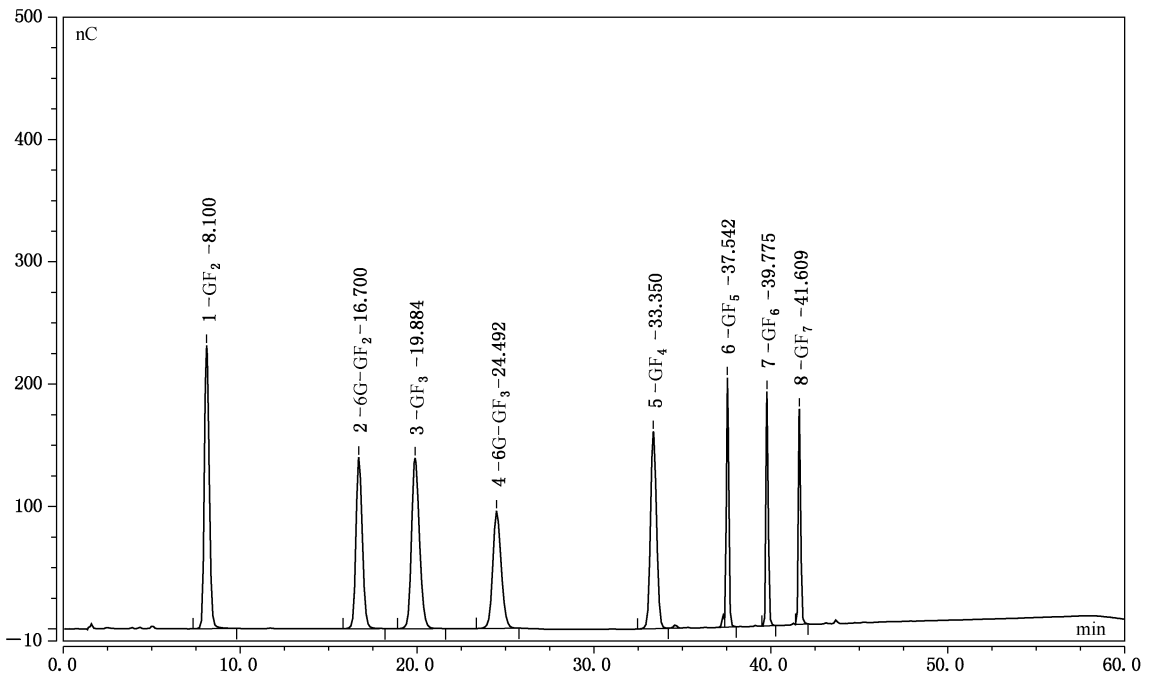


图 B.2 7个蔗-果型(DP3-DP7)糖组分的混合标样色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 1)

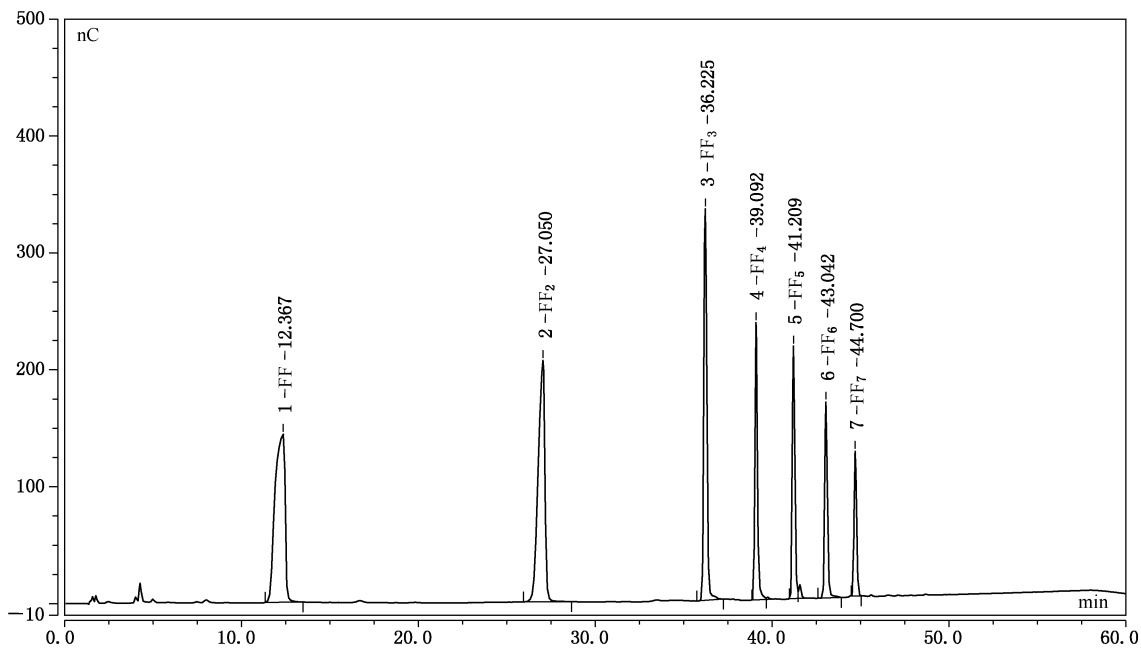


图 B.3 6 个果-果型(DP2-DP7)糖组分的混合标样色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 1)

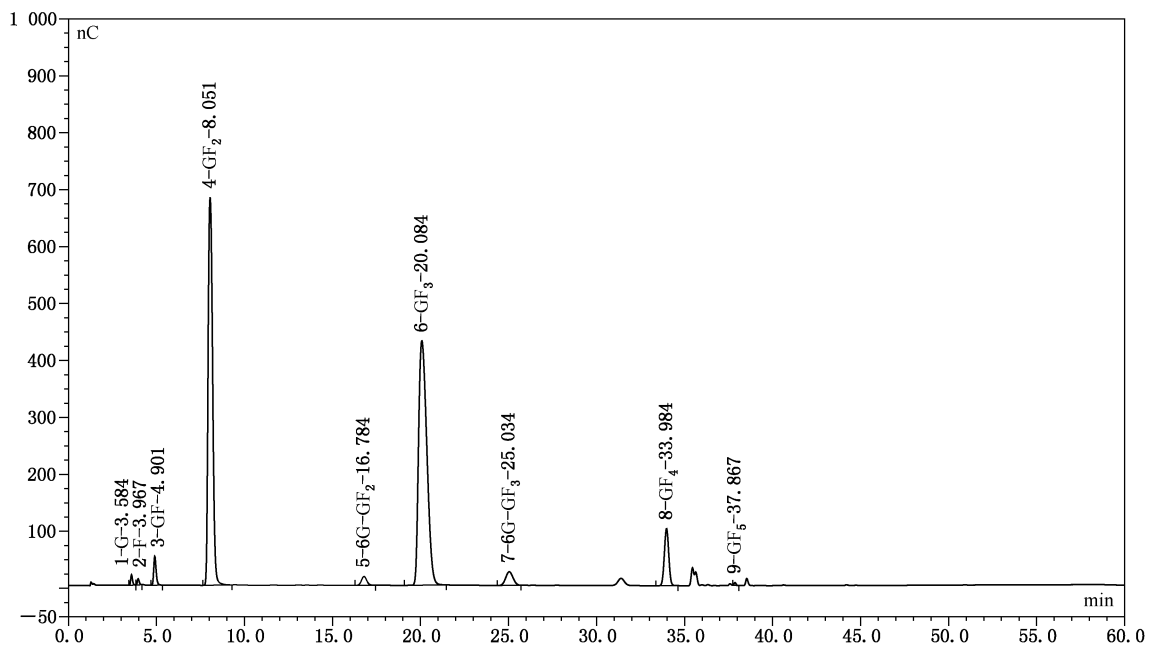


图 B.4 测定蔗糖来源低聚果糖样品色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 1)

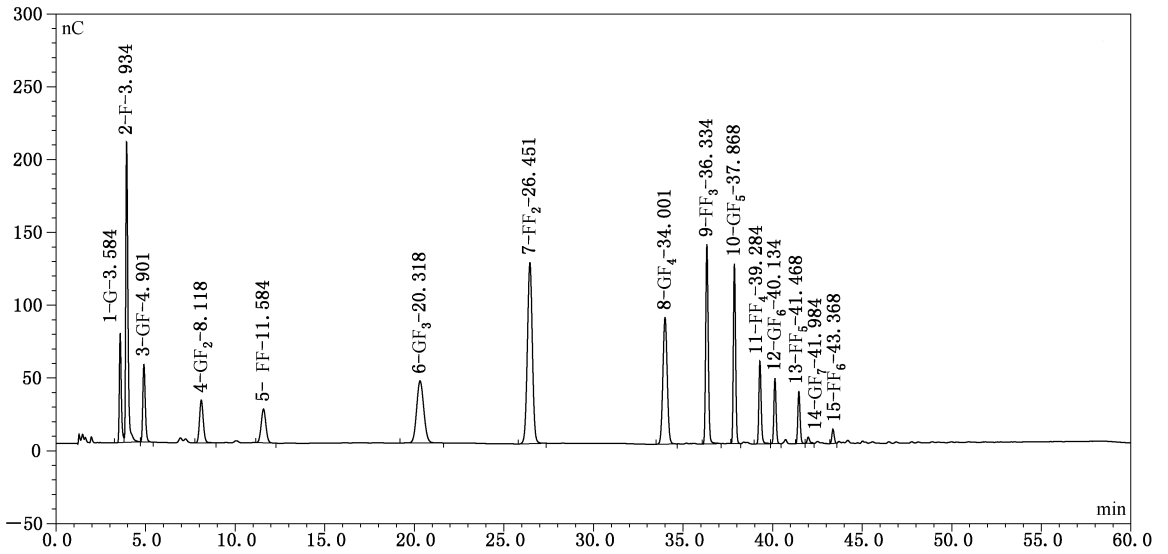


图 B.5 测定植物来源低聚果糖样品色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 1)

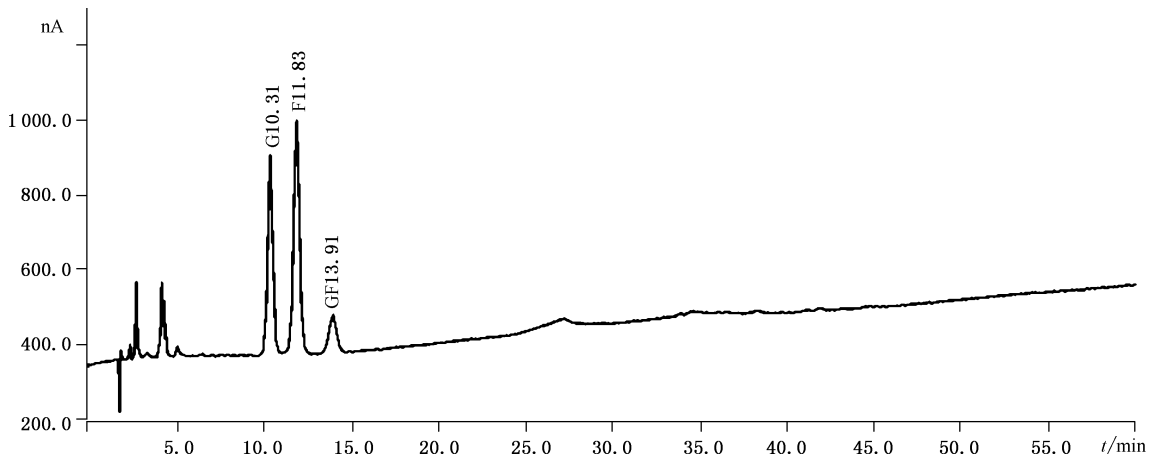


图 B.6 葡萄糖、果糖和蔗糖的混合标样色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 2)

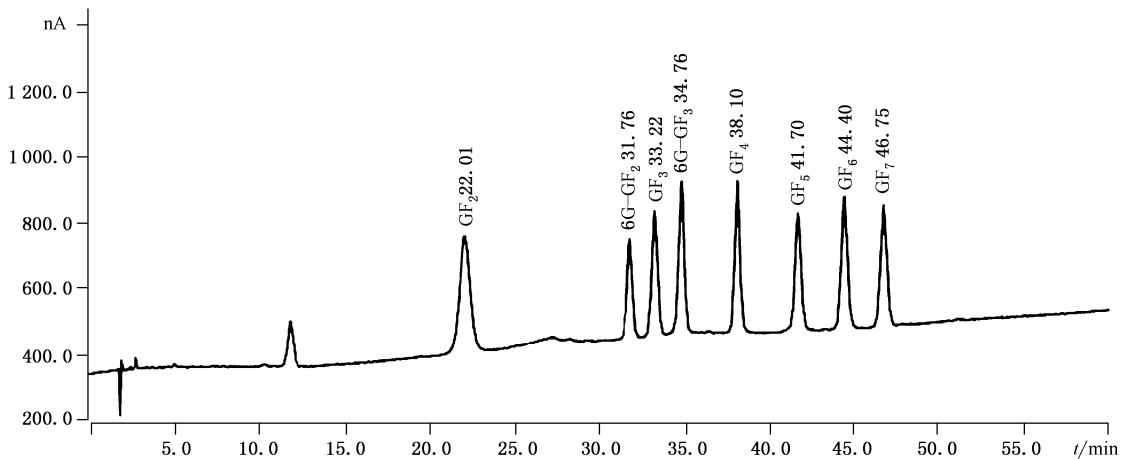


图 B.7 8 个蔗-果型(DP3-DP7)糖组分的混合标样色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 2)

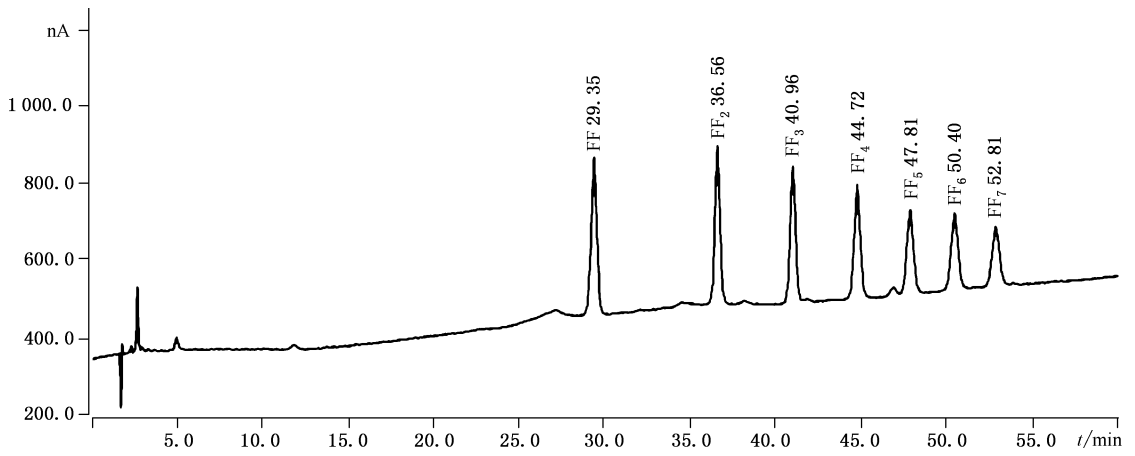


图 B.8 7 个果-果型(DP2-DP7)糖组分的混合标样色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 2)

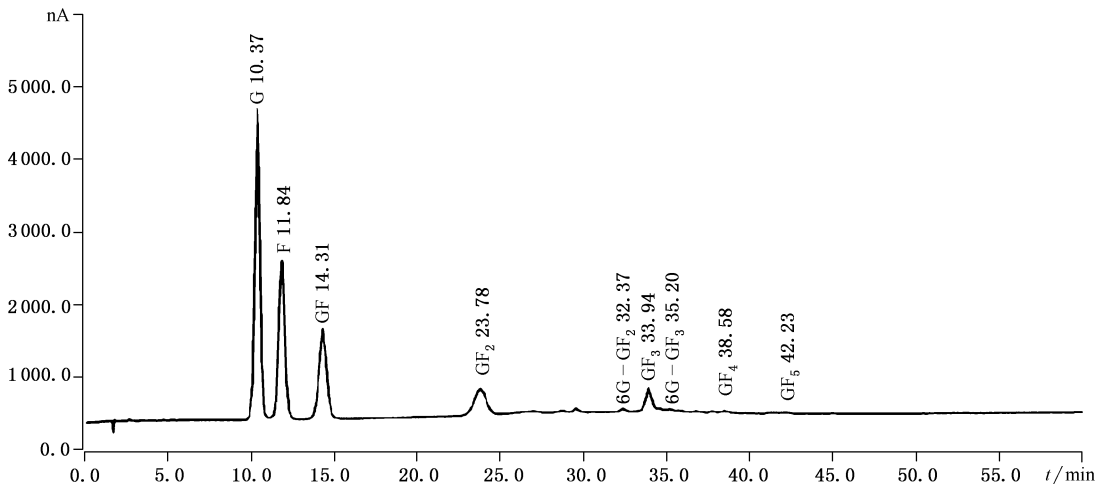


图 B.9 测定蔗糖来源低聚果糖样品色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 2)

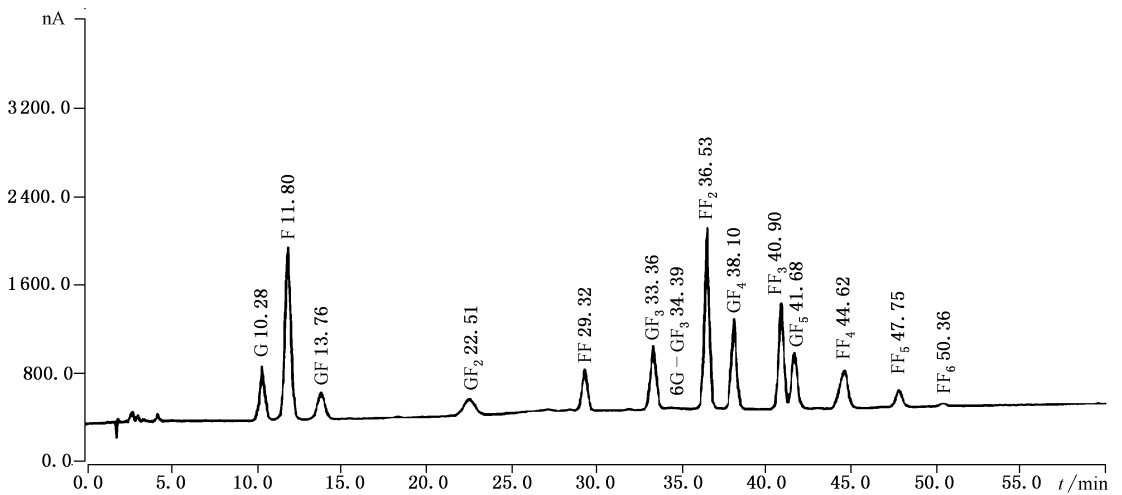


图 B.10 测定植物来源低聚果糖样品色谱图(高效离子交换色谱法参考条件 2)

附录 C

(资料性附录)

饮料酒中低聚果糖含量的测定

C.1 一般原则

本附录适用于配制酒(露酒)中添加蔗糖来源的低聚果糖含量的测定,含量计算包括蔗果三糖、蔗果四糖、蔗果五糖,采用高效液相色谱法-外标法。

C.2 仪器和设备

同 7.3.2.1。

C.3 试剂和溶液

C.3.1 水:GB/T 6682 中的一级水。

C.3.2 乙腈:色谱纯。

C.3.3 标准品:葡萄糖、果糖、蔗糖(GF)、蔗果三糖(纯度 $\geq 99\%$)、蔗果四糖(纯度 $\geq 99\%$)、蔗果五糖(纯度 $\geq 80\%$)。

C.3.4 葡萄糖、果糖和蔗糖标准储备液:同 7.3.2.2.4。

C.3.5 蔗-果型低聚果糖标准储备溶液 A:同 7.3.2.2.5。

C.4 参考色谱条件

C.4.1 参考色谱条 1

同 7.3.2.3。

C.4.2 参考色谱条 2

同 7.3.2.4。

C.5 分析步骤

C.5.1 标准曲线的绘制

同 7.3.2.5.1。

C.5.2 样品测定

移取适量试样用水稀释,使待测液中组分的含量在标准曲线范围内,根据待测液中各糖组分的含量差异,可将样品稀释 2 个不同的倍数分别进行测定,根据标准品中各组分的保留时间进行样品定性,色谱图参见附录 A,根据各组分的峰面积由标准曲线查得待测液中各组分的含量。

C.6 结果计算

采用示差折光检测器或蒸发光检测器,样品中蔗糖三糖、蔗糖四糖和蔗糖五糖的含量按式(C.1)计算:

$$Y_i = \frac{c_i \times D \times 1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

Y_i ——样品中蔗糖三糖、蔗糖四糖和蔗糖五糖的含量,单位为克每升(g/L);

c_i ——待测样品溶液中各组分的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

D ——稀释因子,即样品的稀释的倍数;

1 000 ——单位换算系数。

样品中低聚果糖的含量按式(C.2)计算:

$$Y = \sum Y_i \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

Y ——样品中低聚果糖的含量,单位为克每升(g/L);

Y_i ——样品中蔗糖三糖、蔗糖四糖和蔗糖五糖的含量,单位为克每升(g/L)。

计算结果表示至一位小数。

C.7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的5%。

