

中华人民共和国国家标准

GB/T 23528.4—202× 代替 GB/T 20881—2017

低聚糖质量要求 第 4 部分:低聚异麦芽糖

Quality requirements for oligosaccharides— Part 4: Isomaltooligosaccharide

××××-××-××发布

××××-××-××实施

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。

本文件规定了食品质量相关技术要求,食品安全相关要求见有关法律法规、政策和食品安全标准等 文件。

本文件是 GB/T 23528《低聚糖质量要求》的第 4 部分。GB/T 23528 已经发布了以下部分:

- ----第1部分:通则;
- ----第2部分:低聚果糖;
- ---第3部分:低聚木糖;
- ——第4部分:低聚异麦芽糖。

本文件代替 GB/T 20881—2017《低聚异麦芽糖》,与 GB/T 20881—2017 相比,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下:

- ——更改了低聚异麦芽糖定义(见 3.1,2017 年版的 3.1.1);
- ——更改了产品分类(见第 5 章, 2017 年版的第 4 章);
- ——增加了感官要求中的杂质要求(见 6.1);
- ——更改了理化指标要求,删除了 IMO 含量、溶解度要求及检测方法,将硫酸灰分改为灰分并更改了相应的检测方法(见 6.2,2017 年版的 5.2、6.8);
- ——删除了食品安全要求(见 2017 年版的 5.3);
- ——更改了部分试验方法步骤(见 7.3,2017 年版的 6.3);
- ——更改了IG2+P+IG3 含量试验方法中标准曲线的线性相关系数(见 7.3.5.1,2017 年版的 6.3.5.1):
- ——更改了 pH 试验方法的精密度要求(见 7.6.3,2017 年版的 6.6.3)。

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。

本文件由全国食品工业标准化技术委员会(SAC/TC 64)提出并归口。

本文件起草单位:保龄宝生物股份有限公司、广州双桥股份有限公司、山东星光首创生物科技有限公司、鲁洲生物科技(山东)有限公司、双桥(厦门)有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、中国生物发酵产业协会、汤臣倍健股份有限公司、美泰科技(青岛)股份有限公司、澳门大学澳门中药检测中心、中山市食品学会。

本文件主要起草人:曹梦思、郭新光、李培功、周海军、曹建帮、王灵云、连泽彪、王晋、张学荣、赵伟学、李绍平、刘霭莎、杨丽涛、刘明、王红霞、万振平、李宁、赵玉斌、王斌、王洁、刘文得、赵静、胡志高、李珍。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- ——2007 年首次发布为 GB/T 20881—2007,2017 年第一次修订;
- ——本次为第二次修订。

引 言

随着食品发酵工业的迅速发展,低聚糖种类向多元化发展,产品质量得到提升,产品品种得以丰富,行业技术有了长足的发展与进步。制定 GB/T 23528《低聚糖质量要求》,是对低聚糖的产品质量和检测方法的规范化和标准化,是规范低聚糖及其相关产品行业秩序、促进产业发展的基础性工作。

GB/T 23528《低聚糖质量要求》拟由四部分构成:

- ——第1部分:通则。目的在于提升低聚糖行业的产品质量;
- ——第2部分:低聚果糖。目的在于提升低聚果糖行业的产品质量;
- ——第3部分:低聚木糖。目的在于提升低聚木糖行业的产品质量;
- ——第4部分:低聚异麦芽糖。目的在于提升低聚异麦芽糖行业的产品质量。

低聚糖质量要求 第4部分:低聚异麦芽糖

1 范围

本文件界定了低聚异麦芽糖的术语和定义,规定了低聚异麦芽糖的要求、检验规则和标志、包装、运输、贮存,描述了相应的试验方法,给出了符号的信息和产品分类。

本文件适用于低聚异麦芽糖的生产、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/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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

低聚异麦芽糖 isomaltooligosaccharide; IMO

以淀粉或淀粉质原料,经酶法转化、精制、浓缩等工艺制得的产品。

注: 主要成分为 α -1,6-糖苷键结合的异麦芽糖(IG_2)、潘糖(P)、异麦芽三糖(IG_3)及以上的低聚糖(IG_n ,n为 4 \sim 10)。

4 符号

下列符号适用于本文件。

IG2:异麦芽糖

IG3:异麦芽三糖

P:潘糖

5 产品分类

5.1 按产品形态分为低聚异麦芽糖浆和低聚异麦芽糖粉。

GB/T 23528.4—202×

5.2 按 IG₂+P+IG₃含量分为Ⅰ型、Ⅱ型、Ⅲ型产品。

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	要求				
	糖浆	糖粉			
状态	黏稠状透明液体	粉末			
色泽	无色或浅黄色	白色			
气味	具有本品特有气味,无异味				
滋味	柔和甜味,无异常滋味				
杂质	无正常视力可见杂质				

6.2 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目		I 型		Ⅱ 型		Ⅲ型	
		糖浆	糖粉	糖浆	糖粉	糖浆	糖粉
IG ₂ +P+IG ₃ 含量(占干物质)/%	\geqslant	45		35		30	
干物质(固形物)/%	\geqslant	75	_	75	_	75	_
水分/%	\leq	_	5	_	5	_	5
рН		4.0~6.0					
透光率/%	\geqslant	95	_	95	_	95	—
灰分/%	\leq	0.3					

7 试验方法

7.1 一般要求

本文件中所用的水,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。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。

7.2 感官

取适量样品,在自然光线下,观察样品的状态和色泽、有无杂质,嗅闻气味,品尝滋味,并做好记录。

7.3 IG₂ + P + IG₃ 含量

7.3.1 方法原理

同一时刻进入色谱柱的各组分,由于在流动相和固定相之间分配、体积排阻或配位交换等作用的不同,因而在色谱柱中的移动速度不同,经过一定长度的色谱柱后,彼此分离开来,按一定顺序进入检测器产生响应信号,由计算机软件采集其信号并进行数据处理,得到色谱图和样品所含组分的保留值及峰面积或峰高。根据保留时间对照定性,依据峰面积或峰高定量计算各组分的含量。

7.3.2 试剂和溶液

- 7.3.2.1 水:GB/T 6682 中的一级水。
- 7.3.2.2 乙腈:色谱纯。
- 7.3.2.3 异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖系列标准溶液:称取异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖标准物质/标准样品(纯度>95%),分别配制异麦芽糖质量浓度范围为 0.1 mg/mL~20 mg/mL,潘糖、异麦芽三糖质量浓度范围为 0.1 mg/mL~10 mg/mL 的 5 个不同质量浓度的系列标准溶液,也可采用混标方式配制。如果有自动进样装置,也可用程序稀释来配制系列标准溶液。系列标准溶液浓度范围可根据实际检测情况调整。

注:标准物质/标准样品具有吸湿性,称取时需注意控制天平室温湿度,快速称量。

7.3.3 仪器和设备

- 7.3.3.1 高效液相色谱仪(配有示差折光检测器和柱恒温系统)。
- 7.3.3.2 流动相真空抽滤脱气装置及 0.2 μm 或 0.45 μm 微孔膜。
- 7.3.3.3 分析天平:精度 0.1 mg。
- 7.3.3.4 微量进样器。

7.3.4 参考色谱条件

- 7.3.4.1 氨基键合柱色谱条件如下:
 - a) 色谱柱:酰胺基键合柱 Amide, ϕ 4.6 mm×250 mm, 填料粒径 5 μ m, 或同等分析效果的色谱柱:
 - b) 流动相:乙腈:水=67:33;
 - c) 检测器温度:40 ℃;
 - d) 柱温:45℃;
 - e) 流速:1.0 mL/min;
 - f) 进样量:10 μL。
- 7.3.4.2 钙型阳离子交换树脂柱色谱条件如下:
 - a) 色谱柱:钙型阳离子色谱柱, φ7.8 mm×300 mm, 填料粒径 5 μm, 或同等分析效果的色谱柱;
 - b) 流动相:水;
 - c) 检测器温度:40 °C;
 - d) 柱温:85 ℃;
 - e) 流速:0.6 mL/min;
 - f) 进样量:10 μL。

7.3.5 分析步骤

7.3.5.1 绘制标准曲线

用各种糖的系列标准溶液分别进样后,以标准溶液浓度对峰面积作标准曲线。线性相关系数应为 0.995 以上。

7.3.5.2 样液的制备

称取样品约 2.0 g(精确至 0.000 1 g,以干基计),应使各种糖的含量在标准曲线线性范围内,否则可适当增加或减少取样量),加水溶解,移入 50 mL 容量瓶中,并用水定容至刻度,再用 0.2 μ m 或 0.45 μ m 水相微孔膜过滤,滤液备用。

注:样液各种糖的含量控制在标准曲线线性范围的 1/3~2/3 内。

7.3.5.3 测定

将制备好的样液进样,根据标准物质/标准样品的保留时间定性样品中各种糖的色谱峰,异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖目标峰需基线分离,色谱峰见附录 A。根据样品的峰面积,以外标法或面积归一化法计算各种糖的质量分数。

注:外标法使用氨基键合柱,面积归一化法使用氨基键合柱和钙型阳离子交换树脂柱。

7.3.5.4 外标法结果计算(仲裁)

7.3.5.4.1 各种糖含量计算

样品中的各种糖含量(占干物质)按式(1)计算,数值以%表示。

式中:

 X_i ——样品中某种糖的质量分数(占干物质),%;

ρ. ——查曲线得样品溶液中各种糖的质量浓度,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);

m ——样品的质量(占干物质),糖浆为称取样品中干物质的质量,糖粉为称取样品去除水分的质量,单位为克(g);

计算结果保留至一位小数。

7.3.5.4.2 **IG**₂ + **P** + **IG**₃ 含量计算

根据式(1)分别计算样品中 IG_2 、P、 IG_3 的质量分数,样品中 IG_2+P+IG_3 的含量按式(2)计算,数值以%表示。

$$X_1 = X_2 + X_3 + X_4$$
 (2.3)

式中:

 X_1 ——样品中异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖含量总和的质量分数(占干物质),%;

 X_2 ——样品中的异麦芽糖的质量分数(占干物质),%;

 X_3 ——样品中的潘糖的质量分数(占干物质),%;

X₄——样品中的异麦芽三糖的质量分数(占干物质),%。

计算结果保留至一位小数。

7.3.5.5 峰面积归一化法结果计算

7.3.5.5.1 各种糖含量计算

各种糖的含量计算要求如下。

a) 钙型阳离子交换树脂柱。

样品中的各种糖含量(占干物质)按式(3)计算,数值以%表示。

$$DP_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \qquad \dots$$

式中:

DP: ——样品中某种糖的质量分数(占干物质),%;

 A_i ——样品中某种糖的峰面积;

 ΣA_i ——样品中各种糖的峰面积之和。

计算结果保留至一位小数。

b) 氨基键合柱。

样品中的异麦芽糖含量(占干物质)按式(4)计算:

$$IG_2 = \frac{A_{IG_2}}{A_M + A_{IG_2}} \times DP_2 \qquad \cdots \qquad (4)$$

式中:

IG₂ ——样品中异麦芽糖的质量分数(占干物质),%;

A_{IG}。——样品中异麦芽糖的峰面积;

 $A_{\rm M}$ ——样品中麦芽糖的峰面积;

DP。——样品中二糖的质量分数(占干物质),%;

计算结果保留至一位小数。

样品中的潘糖含量(占干物质)按式(5)计算:

$$P = \frac{A_{P}}{A_{M_{3}} + A_{P} + A_{IG_{3}}} \times DP_{3} \qquad \cdots \qquad (5)$$

式中:

P ——样品中潘糖的质量分数(占干物质),%;

 A_{P} ——样品中潘糖的峰面积;

A_M, ——样品中麦芽三糖的峰面积;

A_{1G}.——样品中异麦芽三糖的峰面积;

DP₃ ——样品中三糖的质量分数(占干物质),%;

计算结果保留至一位小数。

样品中的异麦芽三糖含量(占干物质)按式(6)计算:

$$IG_3 = \frac{A_{IG_3}}{A_{G_3} + A_P + A_{IG_3}} \times DP_3$$
 (6)

式中:

IG₃ ——样品中异麦芽三糖的质量分数(占干物质),%;

A_G。——样品中麦芽三糖的峰面积。

计算结果保留至一位小数。

7.3.5.5.2 **IG**₂ + **P** + **IG**₃ 含量计算

根据式(1)分别计算样品中 IG_2 、P、 IG_3 的质量分数,样品中 IG_2+P+IG_3 的含量按式(7)计算,数

GB/T 23528.4—202 ×

值以%表示。

$$X_5 = IG_2 + P + IG_3 \qquad \cdots \qquad (7)$$

式中:

 X_5 一样品中异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖含量总和的质量分数(占干物质),%。计算结果保留至一位小数。

7.3.6 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5%。

7.4 干物质(固形物)

7.4.1 仪器和设备

- 7.4.1.1 阿贝折射仪:精度为 0.000 1 单位。
- 7.4.1.2 玻璃棒:末端弯曲扁平。

7.4.2 仪器校正

在 20 ℃时,以水校正折射仪的折射率为 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 $20 \, ^{\circ}$,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(玻璃棒不应接触棱镜面,且涂样时间应少于 $2 \, ^{\circ}$ 的,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,转动补偿器旋扭,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,从标尺上读取固形物含量,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,即为样品的干物质(固形物)含量。

结果保留至一位小数。

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:第一法 直接干燥法,称取 2 g 样品,105 ℃±2 ℃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,用新煮沸冷却(除去二氧化碳)的 pH 在 5.0~7.0 的水配制成干物质为 30%的低聚异麦芽糖待测样液。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(若设备有温度调整或补偿功能,则不需调节),使仪器指示温度与溶液温度相同,稳定后读数。

所得结果保留至一位小数。

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1%。

7.7 透光率

7.7.1 仪器和设备

分光光度计。

7.7.2 分析步骤

按仪器说明书,在440 nm 波长下调整仪器的零点和透光率。

称取适量样品,用水配制成干物质为 30%的低聚异麦芽糖待测样液。然后,将待测液注入 1 cm 比色皿中,使用分光光度计,在 440 nm 波长下,以同批水做参比,测定样液的透光率。

所得结果保留至一位小数。

7.7.3 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1%。

7.8 灰分

按 GB 5009.4—2016 中"第一法 食品中总灰分的测定",称取 5 g 样品测定。

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 按表 3 规定随机抽取样本。

表 3 试样抽样表

批量范围/最小外包装单位	抽样的样本量/最小外包装单位	
<50	2	
50~100	4	
101~250	6	
251~500	10	
>500	20	
注:最小外包装单位指最小销售单位。		

8.2.2 槽车装产品每车必检。

8.2.3 槽车装产品每份取样量应不少于 2 kg,桶装产品每份取样量应不少于 1 kg,瓶装、袋装产品取样总量应不少于 600~g。

GB/T 23528.4—202 ×

8.2.4 抽取样品分作两份,密封,粘贴标签,在标签上注明产品名称、取样时间、批号、取样人姓名,一份 检测,一份封存,保留半个月备查。

8.3 出厂检验

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。出厂检验项目如下:

- ——糖浆:感官要求、IG2+P+IG3含量、干物质(固形物)、pH、透光率;
- ——糖粉:感官要求、 IG_2+P+IG_3 含量、水分、pH。

8.4 型式检验

检验项目为本文件要求中规定的全部项目,一般情况下,型式检验半年进行一次。有下列情况之一,也应进行型式检验:

- 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,检验项目全部符合要求,判定该批产品符合本文件。
- 8.5.2 检验项目如有 1 项~2 项不符合要求,应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复检,以复检结果为准。若仍有 1 项不符合要求,判定该批产品不符合本文件。检验结果如有 3 项及以上指标不符合要求,判定该批产品不符合本文件。

9 标志、包装、运输、贮存

9.1 标志

- 9.1.1 产品标签应标明产品类型。
- 9.1.2 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

9.2 包装

包装容器(瓶、桶、袋等)应整洁、无破损。槽车装运糖浆产品,应使用专用槽车。

9.3 运输

- 9.3.1 运输工具应清洁。
- 9.3.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混装、混运,不应受潮、受压、暴晒。装卸时,应轻拿轻放,不应直接钩扎包装。

9.4 贮存

- 9.4.1 应贮存在通风、干燥、清洁的仓库内,不应暴晒雨淋,远离火种。
- 8.4.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混存。

附 录 A (资料性) 低聚异麦芽糖标准物质/标准样品和样品的色谱图

高效液相色谱法测定低聚异麦芽糖标准物质/标准样品和样品的色谱图分别见图 A.1~图 A.2。

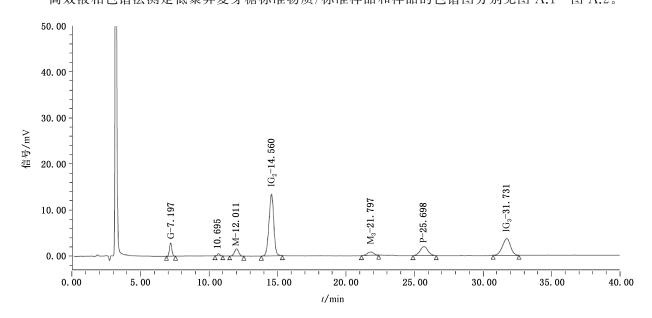


图 A.1 低聚异麦芽糖标准物质/标准样品的谱图

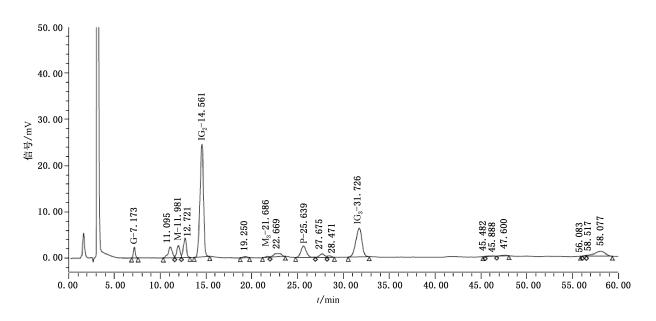


图 A.2 低聚异麦芽糖样品的谱图

9