



中华人民共和国国家标准

GB 31619—2014

食品安全国家标准 食品添加剂 决明胶

2014-12-24 发布

2015-05-24 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

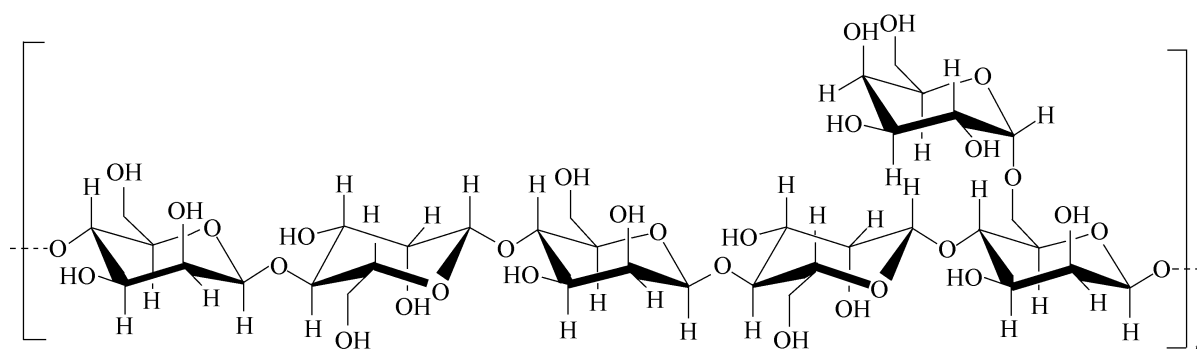
食品安全国家标准

食品添加剂 决明胶

1 范围

本标准适用于以决明(*Cassia obtusifolia* 或 *Cassia tora*)植物的种子胚乳为原料,经萃取加工而成的食品添加剂决明胶。主要含半乳甘露聚糖,即包含甘露糖线性主链和半乳糖侧链的聚合物。

2 结构式



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

| 项 目 | 要 求 | 检 验 方 法 |
|-----|---------|----------------------------|
| 色泽 | 浅黄色至类白色 | 将适量试样置于白瓷盘内,于自然光线下观察其色泽和状态 |
| 状态 | 粉末 | |

3.2 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

| 项 目 | 指 标 | 检 验 方 法 |
|-----------------|-----------|------------------------------|
| 半乳甘露聚糖(w)/% | \geq 75 | 附录 A 中 A.3 |
| 干燥减量(w)/% | \leq 12 | GB 5009.3 直接干燥法 ^a |

表 2 (续)

| 项 目 | 指 标 | 检 验 方 法 |
|--|------------|------------------------------|
| 灰分(w)/% | \leq 1.2 | GB 5009.4 |
| 酸不溶物(w)/% | \leq 2.0 | A.4 |
| 蛋白质(w)/% | \leq 7 | GB 5009.5 凯氏定氮法 ^b |
| 脂肪(w)/% | \leq 1 | GB/T 5009.6 索氏抽提法 |
| 淀粉试验 | 通过试验 | A.5 |
| 蒽醌/(mg/kg) | \leq 0.5 | A.6 |
| 异丙醇(w)/% | \leq 1.0 | A.7 |
| 铅(Pb)/(mg/kg) | \leq 1 | GB 5009.12 |
| ^a 干燥温度和时间分别为 105 °C \pm 2 °C 和 5 h。 ^b 氮换算为蛋白质的系数为 6.25。 | | |

3.3 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

| 项 目 | 指 标 | 检 验 方 法 |
|----------------|--------------|------------|
| 菌落总数/(CFU/g) | \leq 5 000 | GB 4789.2 |
| 大肠埃希氏菌/(MPN/g) | < 3.0 | GB 4789.38 |
| 沙门氏菌 | 未检出/25 g | GB 4789.4 |
| 酵母和霉菌/(CFU/g) | \leq 100 | GB 4789.15 |

附 录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 的规定。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 鉴别试验

A.2.1 溶解性试验

不溶于乙醇。分散于冷水中,形成胶状溶液。

A.2.2 凝胶试验

A.2.2.1 在试样溶液中加入足量的硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)试液(20 g/L),使溶液的 pH 超过 9,溶液形成凝胶。

A.2.2.2 称取 1.5 g 试样和 1.5 g 黄原胶,混合均匀。在快速搅拌下,将混合物加入到盛有 300 mL 80 °C 水的 400 mL 烧杯中。搅拌至混合物溶解,继续搅拌 30 min(搅拌时溶液温度保持在 60 °C 以上)。停止搅拌并让混合物在室温下冷却至少 2 h。在温度降至 40 °C 以下后,形成结实、有黏弹性的胶体。而单独的 10 g/L 试样对照液或黄原胶对照液均不形成此凝胶。

A.2.3 pH

10 g/L 试样溶液的 pH 应为 5.5~8.0。

A.3 半乳甘露聚糖的测定

半乳甘露聚糖的质量分数 w_1 按式(A.1)计算:

$$w_1 = 100\% - w_2 - w_3 - w_4 - w_5 - w_6 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

w_2 ——干燥减量的质量分数,%;

w_3 ——灰分的质量分数,%;

w_4 ——酸不溶物的质量分数,%;

w_5 ——蛋白质的质量分数,%;

w_6 ——脂肪的质量分数,%。

A.4 酸不溶物的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 硫酸。

A.4.1.2 助滤剂:硅藻土,经 105 °C ± 2 °C、3 h 干燥处理。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 过滤坩埚(经 105 °C ± 2 °C、3 h 干燥处理)。

A.4.2.2 干燥器。

A.4.3 分析步骤

称取 2.0 g 试样,溶于一盛有 150 mL 水和 1.5 mL 硫酸的 250 mL 烧杯中。用表面皿盖上烧杯,在蒸气浴上加热 6 h,加热过程中随时补充蒸发损失掉的水分。加热完成后,称取干燥处理后的助滤剂 500 mg,加入到试样溶液中,用已称重的过滤坩埚进行过滤。用热水洗涤滤渣数次,然后将坩埚连同滤渣在 105 °C ± 2 °C 下干燥 3 h,在干燥器内冷却后称重。

A.4.4 结果计算

酸不溶物的质量分数 ω_4 按式(A.2)计算:

$$\omega_4 = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——干燥后坩埚连同滤渣的总质量,单位为克(g);

m_2 ——助滤剂的质量,单位为克(g);

m_3 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

A.5 淀粉试验

A.5.1 试剂和材料

碘溶液:称取碘 14.0 g,溶于含有碘化钾 36.0 g 的 100 mL 水溶液中,加入 3 滴盐酸,加水稀释至 1 000 mL。

A.5.2 分析步骤

称取试样 1.0 g,分散于 10 mL 水中。加入碘溶液,无蓝色出现,即为通过试验。

A.6 蒽醌的测定

A.6.1 方法提要

用乙腈提取试样中的蒽醌,通过高效液相色谱法进行测定。

注:试样和对照品应避光保存。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 蒽醌对照品:大黄素(EMO)(纯度 ≥ 90%)、芦荟大黄素(AEM)(纯度 ≥ 95%)和大黄素甲醚(PHY)(纯度 ≥ 98.0%),或者 1,8-二羟基-3-甲氧基-6-甲基-蒽醌、大黄酸(RHE)(纯度 ≥ 95%)和大黄根酸(CHR)(纯度 ≥ 98%)。

A.6.2.2 内标对照品:1,8-二羟基蒽醌(纯度 ≥ 96%)。

A.6.2.3 甲醇:色谱纯。

A.6.2.4 乙腈:色谱纯。

A.6.2.5 三氟乙酸。

A.6.2.6 碳酸氢钠溶液:2 g/L。

A.6.2.7 乙腈/碳酸氢钠溶液:乙腈和碳酸氢钠溶液的体积比为 60 : 40。

A.6.2.8 缓冲溶液:pH 9.0。

A.6.3 仪器和设备

高效液相色谱仪,配二极管阵列检测器(波长 435 nm)。

A.6.4 参考色谱条件

A.6.4.1 色谱柱:C₁₈ 色谱柱,250 mm×4.6 mm,粒度 5 μm。或其他等同分离效果的色谱柱和色谱条件。

A.6.4.2 流动相:A+B;A 为 0.1%三氟乙酸溶液,B 为乙腈。

A.6.4.3 运行时间:60 min。

A.6.4.4 梯度:见表 A.1。

表 A.1 流动相的浓度配比

| 时间/min | 流动相 A/% | 流动相 B/% |
|--------|---------|---------|
| 0 | 86 | 14 |
| 10 | 86 | 14 |
| 15 | 80 | 20 |
| 25 | 80 | 20 |
| 55 | 20 | 80 |
| 60 | 0 | 100 |

A.6.4.5 流速:1 mL/min。

A.6.4.6 进样量:50 μL。

A.6.5 分析步骤

A.6.5.1 标准贮备溶液(100 mg/L)的制备

称取 3 种蒽醌对照品和内标对照品各 1 mg±0.01 mg,分别用约 5 mL 甲醇将对照品分别转移至 10 mL 的容量瓶中,超声处理 15 min 后,加甲醇稀释至刻度。

此 4 份标准贮备溶液在 4 °C 下贮存于棕色瓶中(此条件下溶液可稳定 2 周)。

A.6.5.2 混合标准溶液(10 mg/L)的制备

3 份蒽醌标准贮备溶液各吸取 1 mL,置于一个 10 mL 的容量瓶中,加甲醇稀释至刻度。

A.6.5.3 标准工作溶液的制备

取 5 个 10 mL 的容量瓶,分别加入 5 mL、2 mL、1 mL、0.5 mL 和 0 mL 混合标准溶液,再分别加入 1 mL 内标标准贮备溶液,混合后,分别加甲醇稀释至刻度。

A.6.5.4 试样溶液的制备

称取约 0.4 g 试样,精确至 0.01 g,置于一个 50 mL 圆底烧瓶中。加入 20 mL 三氟乙酸,在 70 °C 下

加热回流 4 h。将试样冷却至室温,并用旋转蒸发器蒸发至干。加入 3 mL 乙腈/碳酸氢钠溶液,超声处理 30 min。将溶液转移至一个离心管中,在 5 000 r/min 下离心 30 min。用事先经 pH 9.0 的缓冲溶液中和过的萃取柱(Merck,NT1 或其他等效柱)过滤上清液。吸取 900 μ L 过滤后的试样溶液,置于一个 2.5 mL 的小瓶中,加入 100 μ L 内标标准贮备溶液,充分混匀。

A.6.5.5 标准曲线的绘制

在 A.6.4 参考色谱条件下,分别对各个标准工作溶液和内标标准贮备溶液进行色谱分析,记录色谱图中各蒽醌及内标的峰面积。以各蒽醌与内标的峰面积比值对各个标准工作溶液浓度(mg/L)作标准曲线。

A.6.5.6 测定

在 A.6.4 参考色谱条件下,分别对试样溶液和内标标准贮备溶液进行色谱分析,记录色谱图中各蒽醌及内标的峰面积。计算各蒽醌与内标的峰面积比值,根据标准曲线,得到各蒽醌的浓度。

A.6.6 结果计算

各蒽醌的含量 w_7 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(A.3)计算:

$$w_7 = \frac{c \times 3 \times 1\,000}{1\,000 \times 0.9 \times m_5} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

c ——根据标准曲线得到的试样溶液中各蒽醌的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

3 ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——质量换算系数;

1 000 ——体积换算系数;

0.9 ——取样体积,单位为毫升(mL);

m_5 ——试样的质量,单位为克(g)。

由式(A.3)计算得到的各蒽醌的含量之和即为试样中蒽醌的含量。

A.7 异丙醇的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 异丙醇:色谱纯。

A.7.1.2 叔丁醇:色谱纯。

A.7.2 仪器和设备

气相色谱仪,配有火焰离子化检测器。

A.7.3 参考色谱条件

A.7.3.1 色谱柱:填料为 0.150 mm~0.180 mm(80 目~100 目)硅烷化的乙基乙烯苯与二乙烯苯共聚物或其他等同物质,1.8 m \times 3.2 mm(内径)。或其他等同分离效果的色谱柱和色谱条件。

A.7.3.2 载气:氦气或氮气。

A.7.3.3 流速:80 mL/min。

A.7.3.4 进样口温度:200 $^{\circ}$ C。

A.7.3.5 柱温:165 $^{\circ}$ C。

A.7.3.6 检测器温度:200 $^{\circ}$ C。

A.7.3.7 进样量:5 μL 。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 异丙醇标准溶液的制备

称取 100 mg 异丙醇,置于一个装有约 90 mL 水的 100 mL 容量瓶中,加水稀释至 100 mL,混匀。

A.7.4.2 叔丁醇标准溶液的制备

称取 100 mg 叔丁醇,置于一个装有约 90 mL 水的 100 mL 容量瓶中,加水稀释至 100 mL,混匀。

A.7.4.3 混合标准溶液的制备

吸取异丙醇和叔丁醇标准溶液各 4 mL,置于一个 100 mL 容量瓶中,加水稀释至 100 mL,混匀。该溶液含异丙醇和叔丁醇各 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

A.7.4.4 试样溶液的制备

在一个盛有 200 mL 水的 1 000 mL 圆底蒸馏烧瓶中,加入 1 mL 合适的消泡剂,使其分散。加入准确称量的约 5 g 试样(精确至 0.001 g),振荡 1 h。将此烧瓶与分馏柱相连,调节温度,使泡沫不进入柱子,接馏出液约 95 mL。在馏出液中加入 4 mL 叔丁醇标准溶液,加水补充至 100 mL,即得试样溶液。

A.7.4.5 测定

在 A.7.3 参考色谱条件下,分别对混合标准溶液和试样溶液进行色谱分析。记录各色谱图中异丙醇和叔丁醇的峰面积值。

A.7.5 结果计算

A.7.5.1 响应因子的计算

响应因子 f 按式(A.4)计算:

$$f = \frac{A_{\text{IPA}}}{A_{\text{TBA}}} \dots\dots\dots(\text{A.4})$$

式中:

A_{IPA} ——混合标准溶液色谱图中异丙醇的峰面积值;

A_{TBA} ——混合标准溶液色谱图中叔丁醇的峰面积值。

A.7.5.2 异丙醇含量的计算

异丙醇含量 ω_8 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(A.5)计算:

$$\omega_8 = \frac{S_{\text{IPA}} \times 4\,000}{f \times S_{\text{TBA}} \times m_6} \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

式中:

S_{IPA} ——试样溶液色谱图中异丙醇的峰面积值;

4 000 ——换算系数;

f ——响应因子;

S_{TBA} ——试样溶液色谱图中叔丁醇的峰面积值;

m_6 ——试样的质量,单位为克(g)。