



中华人民共和国国家标准

GB 1886.234—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 13509—2005《食品添加剂 木糖醇》。

本标准与 GB 13509—2005 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇”;
- 修改了范围;
- 修改了鉴别试验;
- 修改了木糖醇含量及其他多元醇的检测方法;
- 修改了灼烧残渣、其他多元醇和镍指标;
- 删除了理化指标中熔点和重金属指标;
- 修改了还原糖(以葡萄糖计)的检测方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 木糖醇

1 范围

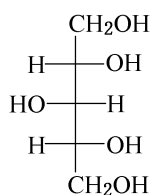
本标准适用于以玉米芯、甘蔗渣和木质等为原料经水解、净化制成木糖,再经加氢等工艺制成的食品添加剂木糖醇,或直接以木糖为原料经加氢等工艺制成的食品添加剂木糖醇。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

152.15(按 2013 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	结晶或晶状粉末	

3.2 理化指标

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
木糖醇含量(以干基计), $w/\%$	98.5~101.0	附录 A 中 A.3
干燥减量, $w/\%$	\leq 0.50	GB 5009.3 减压干燥法 ^a
灼烧残渣, $w/\%$	\leq 0.10	附录 A 中 A.4
还原糖(以葡萄糖计), $w/\%$	\leq 0.20	附录 A 中 A.5
其他多元醇, $w/\%$	\leq 1.0	附录 A 中 A.3
镍(Ni)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.138
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 3.0	GB 5009.11
^a 称样量约 1 g。		

附录 A 检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB 6682 规定的三级水。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。本试验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

极易溶于水,略溶于乙醇。

A.2.2 熔点

按 GB/T 617—2006 中 4.2 仪器法进行测定。熔点范围为 92.0 °C~96.0 °C。

A.2.3 红外吸收光谱

将溴化钾分散的试样谱图与木糖醇标准品谱图(见图 B.1)比较,两者应基本一致。

A.3 木糖醇含量及其他多元醇的测定

A.3.1 气相色谱法

A.3.1.1 方法提要

试样经乙酰化后,用气相色谱法(配氢火焰离子化检测器)测定,与标样对照,根据保留时间定性,内标法定量。

A.3.1.2 试剂和材料

A.3.1.2.1 无水乙醇。

A.3.1.2.2 吡啶。

A.3.1.2.3 乙酸酐。

A.3.1.2.4 木糖醇标准品。

A.3.1.2.5 甘露糖醇标准品。

A.3.1.2.6 半乳糖醇标准品。

A.3.1.2.7 L-阿拉伯糖醇标准品。

A.3.1.2.8 山梨糖醇标准品。

A.3.1.2.9 赤藓糖醇标准品(内标物)。

A.3.1.3 仪器和设备

A.3.1.3.1 气相色谱仪,配氢火焰离子化检测器。

- A.3.1.3.2 天平。
- A.3.1.3.3 水浴锅。
- A.3.1.3.4 干燥箱。

A.3.1.4 参考色谱条件

- A.3.1.4.1 色谱柱:(14%-氰丙基苯基)-二甲基聚硅氧烷毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm。或等效色谱柱。
- A.3.1.4.2 升温程序:初始温度 170 °C,维持 10 min;以 1 °C/min 的速率升至 180 °C,维持 10 min;再以 30 °C/min 的速率升至 240 °C,维持 5 min。
- A.3.1.4.3 进样口温度:240 °C。
- A.3.1.4.4 检测器温度:250 °C。
- A.3.1.4.5 载气:氮气。
- A.3.1.4.6 载气流速:2.0 mL/min。
- A.3.1.4.7 氢气:50 mL/min。
- A.3.1.4.8 空气:50 mL/min。
- A.3.1.4.9 分流比:1:100。
- A.3.1.4.10 进样量:1.0 μL。

A.3.1.5 分析步骤

A.3.1.5.1 内标溶液的制备

称取赤藓糖醇标准品(内标物)500 mg,精确至 0.000 1 g,用水溶解,转入 25 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

A.3.1.5.2 标准溶液的制备

各称取 25 mg 甘露糖醇、半乳糖醇、L-阿拉伯糖醇和山梨糖醇和 4.9 g 木糖醇标准品,精确至 0.000 1 g,用水溶解,分别转移到 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。吸取 1 mL 所得溶液到 100 mL 圆底烧瓶中,加入 1.0 mL 内标溶液,在 60 °C 水浴中旋转蒸干,再加入无水乙醇 1 mL,振摇使溶解,在 60 °C 水浴中旋转蒸干。再加入吡啶 1 mL 使残渣溶解,加入乙酸酐 1 mL,盖紧盖子,涡旋混合 30 s,70 °C 干燥箱中放置 30 min 取出,放冷。

A.3.1.5.3 试样溶液的配制

取约 5 g 的试样,准确称量,精确至 0.000 1 g,用水溶解,转入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。吸取 1 mL 所得溶液到 100 mL 圆底烧瓶中,加入 1.0 mL 内标溶液,在 60 °C 水浴中旋转蒸干,再加入无水乙醇 1 mL,振摇使溶解,在 60 °C 水浴中旋转蒸干。再加入吡啶 1 mL 使残渣溶解,加入乙酸酐 1 mL,盖紧盖子,涡旋混合 30 s,70 °C 干燥箱中放置 30 min 取出,放冷。

A.3.1.5.4 测定

在参考色谱条件下,注入标准溶液和试样溶液进行测定。各组分的参考保留时间和色谱图参见图 B.2。

A.3.1.6 结果计算

木糖醇或其他多元醇含量的质量分数 w_i ,按式(A.1)计算,其他多元醇为 L-阿拉伯糖醇,半乳糖

醇,甘露糖醇和山梨糖醇含量的总和。

$$w_i = \frac{m_s \times R_u}{m_u \times R_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_s ——标准溶液中木糖醇或其他多元醇的质量,单位为毫克(mg);

m_u ——干燥减量后的试样质量,单位为毫克(mg);

R_u ——试样中木糖醇或其他多元醇与赤藓糖醇衍生物响应值比值;

R_s ——标准溶液中木糖醇或其他多元醇与赤藓糖醇衍生物响应值比值。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得木糖醇的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的2%,其他多元醇的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.1%。

A.3.2 液相色谱法

A.3.2.1 方法提要

试样用水溶解,液相色谱法检测,外标法定量。

A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 水:一级水。

A.3.2.2.2 乙腈:色谱纯。

A.3.2.2.3 木糖醇标准品。

A.3.2.2.4 L-阿拉伯糖醇标准品。

A.3.2.2.5 山梨糖醇标准品。

A.3.2.2.6 半乳糖醇标准品。

A.3.2.2.7 甘露糖醇标准品。

A.3.2.3 仪器和设备

高效液相色谱仪,配示差检测器。

A.3.2.4 参考色谱条件

A.3.2.4.1 色谱柱:以聚苯乙烯二乙烯苯树脂为填料的分析柱,300 mm×7.8 mm。或等效色谱柱。

A.3.2.4.2 流动相:乙腈-水(35+65)。

A.3.2.4.3 流速:0.6 mL/min。

A.3.2.4.4 柱温:75℃。

A.3.2.4.5 检测室温度:45℃。

A.3.2.4.6 进样量:20 μL。

A.3.2.5 分析步骤

A.3.2.5.1 标准溶液的制备

准确称取甘露糖醇标准品、L-阿拉伯糖醇标准品、山梨糖醇标准品、半乳糖醇标准各0.1 g和木糖醇标准品2.5 g,精确至0.000 1 g,用水定容至100 mL容量瓶中。再分别吸取2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL该标准品溶液至10 mL容量瓶中,用水定容,配制成含木糖醇5.0 mg/mL、10.0 mg/mL、15.0 mg/mL、20.0 mg/mL、25.0 mg/mL和含甘露醇、L-阿拉伯醇、山梨醇、半乳糖醇0.2 mg/mL、0.4 mg/mL、0.6 mg/mL、0.8 mg/mL、1.0 mg/mL的系列混合标准溶液。

A.3.2.5.2 试样溶液的制备

取约 2 g 的干燥减量后的试样,准确称量,精确至 0.000 1 g,用水定容至 100 mL 容量瓶中。

A.3.2.5.3 测定

在参考色谱条件下,分别注入系列标准溶液、试样溶液进行测定,按外标法用系列标准溶液作校正表。各组分的参考保留时间和色谱图见图 B.3。

A.3.2.6 结果计算

木糖醇或其他多元醇含量的质量分数 w_i ,按式(A.2)计算,其他多元醇为 L-阿拉伯糖醇,半乳糖醇,甘露糖醇和山梨糖醇含量的总和。

$$w_i = \frac{m_i \times A_{si}}{m \times A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_i ——标准溶液中某组分 i 的质量,单位为克(g);

A_{si} ——试样中某组分 i 的测量响应值;

m ——干燥减量后的试样质量,单位为克(g);

A_i ——标准溶液中某组分 i 的测量响应值。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得木糖醇的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 2%,其他多元醇的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

A.4 灼烧残渣的测定

A.4.1 分析步骤

准确称取试样 2 g,精确到 0.000 1 g,放入已质量恒定的坩埚或铂皿中,加入约 0.5 mL 的硫酸润湿试样,于电炉上加热炭化,然后移入高温炉中,在 600 °C ± 25 °C 下灼烧,使其完全灰化,然后称重至质量恒定。

A.4.2 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 ,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——坩埚加残渣质量,单位为克(g);

m_2 ——空坩埚质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

A.5 还原糖(以葡萄糖计)的测定

A.5.1 方法提要

试样中的还原糖与本尼特试剂中的二价铜离子反应,生成红色氧化亚铜,氧化亚铜遇碘被氧化,又

变为二价的铜离子,过量的碘用硫代硫酸钠滴定,以氧化反应耗用的碘来计算还原糖含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.2.2 碘标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.04 \text{ mol/L}$ 。称 7.2 g 碘化钾和 5.076 2 g 碘配成 1 000 mL 溶液,保存于棕色瓶中(需放置 24 h 后摇匀使用)。

A.5.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.04 \text{ mol/L}$ 。准确量取 400 mL 已标定的 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液配成 1 000 mL。

A.5.2.4 乙酸溶液:量取 48 mL 冰醋酸,稀释至 1 000 mL。

A.5.2.5 淀粉指示液:10 g/L。

A.5.2.6 本尼特试剂:

溶液 A:在 150 mL 水中加入 16 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),搅拌溶解;

溶液 B:在 650 mL 水中先后加入 150 g 柠檬酸三钠、130 g 无水碳酸钠、10 g 碳酸氢钠,并加热溶解;

将冷却的上述两种溶液 A 与 B 混合,用水稀释至 1 000 mL 过滤,放置 24 h 后使用。

A.5.3 分析步骤

准确称取试样 5 g,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入本尼特试剂 20 mL,加几粒玻璃珠,加热并控制温度刚好在 4 min±0.25 min 内沸腾,继续煮沸 3 min 后用自来水快速冷却。在锥形瓶中先加入 50 mL 水,再加乙酸溶液 50 mL,用移液管准确加入碘标准溶液 20 mL,加入盐酸溶液 25 mL,充分摇晃使红色沉淀完全溶解,用硫代硫酸钠标准滴定溶液回滴过量的碘,临近终点(由棕黑色变青绿色)时,加约 5 滴淀粉指示剂指示终点,继续滴定至颜色转为亮蓝色为终点。同时做空白试验。

A.5.4 结果计算

还原糖的质量分数 w_3 ,按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.112}{0.04 \times m} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.112——0.04($\frac{1}{2}\text{I}_2$) mol/L 碘标准溶液(以葡萄糖计)1 mL 相当于葡萄糖 0.112 g;

0.04 ——碘标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

附录 B

木糖醇标准品的红外光谱图与木糖醇及其他多元醇测定色谱图

B.1 木糖醇标准品的红外光谱图

木糖醇标准品的红外光谱图见图 B.1。

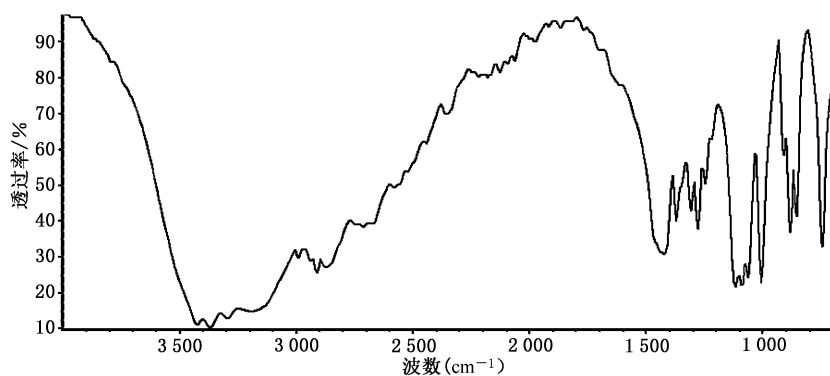
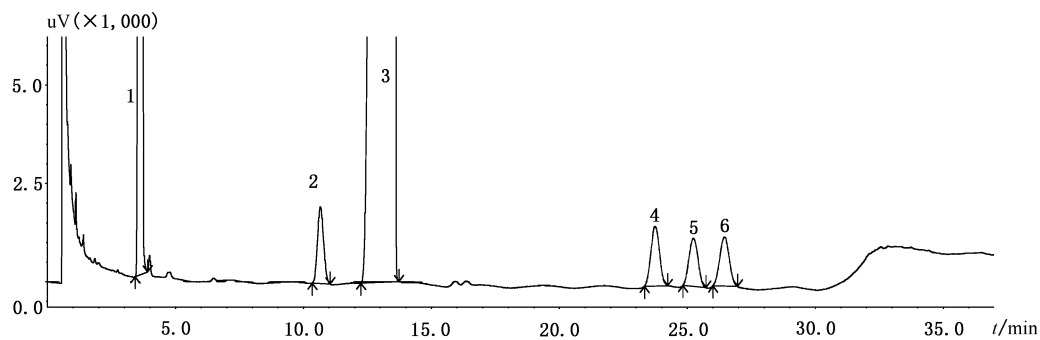


图 B.1 木糖醇的红外光谱图

B.2 木糖醇及其他多元醇测定气相色谱图

木糖醇及其他多元醇测定气相色谱图见图 B.2。



说明：

1——赤藓糖醇；

2——L-阿拉伯糖醇；

3——木糖醇；

4——半乳糖醇；

5——甘露糖醇；

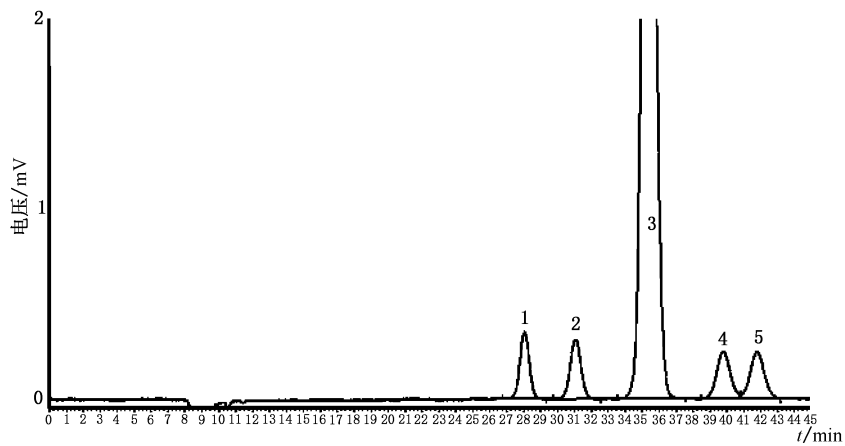
6——山梨糖醇。

7——各组分的参考保留时间：赤藓糖醇 3.6 min、L-阿拉伯糖醇 10.6 min、木糖醇 13.5 min、半乳糖醇 23.7 min、甘露糖醇 25.2 min、山梨糖醇 26.4 min。

图 B.2 木糖醇及其他多元醇标准品气相色谱图

B.3 木糖醇及其他多元醇测定液相色谱图

木糖醇及其他多元醇测定液相色谱图见图 B.3。



说明：

1——L-阿拉伯糖醇；

2——甘露糖醇；

3——木糖醇；

4——半乳糖醇；

5——山梨糖醇；

6——各组分的参考保留时间：L-阿拉伯糖醇 28.0 min、甘露糖醇 31.0 min、木糖醇 35.3 min、半乳糖醇 39.8 min、山梨糖醇 41.7 min。

图 B.3 木糖醇及其他多元醇标准品液相色谱图