



中华人民共和国国家标准

GB 1886.141—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 *d*-核糖

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

食品安全国家标准

食品添加剂 *d*-核糖

1 范围

本标准适用于以葡萄糖为原料用发酵法制得的食品添加剂 *d*-核糖。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

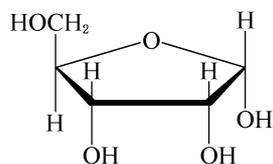
2.1 化学名称

(3*R*,4*R*,5*R*)-5-(羟甲基)四氢呋喃-2,3,4-三醇

2.2 分子式

$C_5H_{10}O_5$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

150.13(按 2007 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	白色至微黄色	将试样置于一洁净白纸上,用目测法观察
状态	结晶性粉末	

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
<i>d</i> -核糖含量, $w/\%$	97.0~103.0	附录 A 中 A.2
熔点/ $^{\circ}\text{C}$	80.0~90.0	附录 A 中 A.3
比旋度(20 $^{\circ}\text{C}$)	$-21.0^{\circ}\sim-19.0^{\circ}$	GB/T 14454.5 ^a
干燥减量, $w/\%$	≤ 2.0	附录 A 中 A.4
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.2	附录 A 中 A.5
溶液透光率/ $\%$	≥ 95.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 0.1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
砷(As)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76
^a 试样浓度:4%(质量分数)水溶液。		

3.3 微生物限量

微生物限量应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项 目	限 量	检验方法
菌落总数/(CFU/g)	≤ 100	GB 4789.2
霉菌、酵母菌/(CFU/g)	≤ 100	GB 4789.15
大肠菌群/(CFU/g)	≤ 10	GB 4789.3
沙门氏菌/25 g	不得检出	GB 4789.4

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/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、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。实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 *d*-核糖含量的测定

A.2.1 方法提要

采用高压输液泵将规定的流动相泵入装有填充剂的色谱柱,对试样进行分离测定的色谱方法。

注入的试样,由流动相带入柱内,各组分在柱内被分离,并依次进入检测器,由积分仪或数据处理系统记录和处理色谱信号。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 高效液相色谱仪。

A.2.2.2 Shodex KS-801 或其他等效的色谱柱。

A.2.2.3 10 μ L 定量环。

A.2.2.4 电子分析天平(万分之一)。

A.2.3 分析要求

A.2.3.1 相关杂质:主峰前阿拉伯糖与 *d*-核糖主峰达到完全分离。

A.2.3.2 鉴别:在含量测定项下记录色谱图,对照品溶液的主峰保留时间与试样溶液的主峰保留时间应一致。

A.2.3.3 系统适应性:分离度 ≥ 1.2 、相对标准偏差 $\leq 0.5\%$ 、对称因子 ≤ 1.3 、理论塔板数 $\geq 2\ 500$ 。

A.2.4 色谱条件

A.2.4.1 流速:1.0 mL/min。

A.2.4.2 色谱柱温度:80 $^{\circ}$ C。

A.2.4.3 检测器温度:40 $^{\circ}$ C。

A.2.4.4 检测器:折光检测器。

A.2.4.5 进样量:10 μ L。

A.2.4.6 运行时间:15 min。

A.2.4.7 流动相:水。

A.2.5 溶液制备

A.2.5.1 流动相溶液制备

使用色谱级蒸馏水,流动相要用 0.45 μ m 的水相滤膜过滤后并超声 15 min,待用。

A.2.5.2 杂质溶液的配制方法

精确称取 5 mg 阿拉伯糖置于 25 mL 容量瓶中,用 2%的 *d*-核糖溶液稀释并定容至刻度。

A.2.5.3 对照品液

精确称取三份对照品各 0.5 g(精确至 0.000 2 g)置于 25 mL 容量瓶中,用流动相溶解并定容至刻度,摇匀待用。

A.2.5.4 试样溶液

精确称取两份试样各 0.5 g(精确至 0.000 2 g)置于 25 mL 容量瓶中,用流动相溶解并定容至刻度,摇匀待用。

试样与对照品溶液需要通过 0.45 μm 水相滤头过滤后进样。

A.2.6 分析步骤

A.2.6.1 系统适应性

按液相色谱仪检验操作规程,开启仪器并使仪器达到稳定状态后,首先进一针(定量环 10 μL)相关杂质(阿拉伯糖)溶液,要求阿拉伯糖的分离度 ≥ 1.2 、*d*-核糖主峰的对称因子 ≤ 1.3 、*d*-核糖主峰的理论塔板数 $\geq 2\ 500$,以验证主峰前的相关杂质与 *d*-核糖主峰达到完全分离。之后进一针空白,以验证主峰前的相关杂质没有残留峰。最后用相同体积的进样针将三个对照品溶液按顺序依次注入色谱(定量环 10 μL),每个对照品分别进两针,共计六针,分别计算校正因子 $f_1 \sim f_6$,利用校正因子按式(A.1)计算得 $RSD \leq 0.5\%$ 。

相对标准偏差 RSD,按式(A.1)计算:

$$RSD = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{f_i - \bar{f}}{(n-1)}}}{\bar{f}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

f_i ——第 i 针工作对照品的校正因子,是相应工作对照品的重量与面积的比值;

\bar{f} ——工作对照品的平均校正因子;

n ——连续取了 n 针工作对照品校正因子, $n \geq 6$ 。

A.2.6.2 测定

按试样溶液的配制,在系统适应性验证的基础上,先用试样溶液清洗进样针和进样器后,将试样溶液以相同的方法注入色谱(定量环 10 μL),每个试样分别进两针平行样,最后再进两针对照液,以验证对照液相应是否漂移,具体按表 A.1 进样顺序进样。

表 A.1 进样顺序

序号	名称	进样针数	进样体积
1	杂质溶液	1	10 μL
2	空白溶液	1	10 μL
3	对照溶液 1	2	10 μL
4	对照溶液 2	2	10 μL

表 A.1 (续)

序号	名称	进样针数	进样体积
5	对照溶液 3	2	10 μL
6	试样溶液 1	2	10 μL
7	试样溶液 2	2	10 μL
8	不同于最近两瓶的对照溶液	2	10 μL

注 1: 当只有一批试样时,进完该批试样最后一针后还要进两针序号 8 的对照品,该两针对照品与试样前面的四针对照品一起计算, f 的 $\text{RSD} \leq 0.5\%$ 。

注 2: 当有多批试样时,每批试样之间要按序号 8 要求进 2 针对照品溶液,该试样之前的最后 6 针对照液的校正因子的平均值参与试样结果计算, f 的 $\text{RSD} \leq 0.5\%$ 。

注 3: 每批检验记录均要附有所有参与计算的图谱,图谱上要有编号,图谱上要有签名。

按外标法以峰面积计算。

对照品的校正因子 f_i ,按式(A.2)计算:

$$f_i = \frac{M}{S} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

M ——对照品的质量,单位为克(g);

S ——对照品的主峰峰面积。

对照品的平均校正因子 \bar{f} ,按式(A.3)计算:

$$\bar{f} = \frac{f_1 + \dots + f_6}{6} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$f_1 \sim f_6$ ——对照品的校正因子。

d -核糖含量的质量分数 w_1 ,按式(A.4)计算:

$$w_1 = \frac{S \times P \times \bar{f}}{M \times (1 - w_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

S ——试样主峰峰面积;

P ——对照品的含量,%;

\bar{f} ——对照品的平均校正因子;

M ——试样的质量,单位为克(g);

w_2 ——试样的干燥减量质量的含量,%。

A.2.7 注意事项

A.2.7.1 压力表无压力显示或压力波动时不能进行分析,应检查泵中气泡是否已排除,各连接处有无漏液,排除故障后方能进行操作。

A.2.7.2 色谱柱与进样器及其出口端与检测器之间应无死体积连接,以免试样扩散影响分离。

A.2.7.3 进样前,色谱柱应用流动相充分冲洗平衡。

A.2.7.4 新柱被污染后用适当溶剂冲洗时,应将其出口端与检测器脱开,避免污染。

A.3 熔点测定法

A.3.1 方法提要

物质在一个大气压下,由固态熔化成液态达到平衡时的温度,或融熔时同时分解的温度,或在熔化时初熔至全熔化时经历的温度范围。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 目视熔点仪:精度为 0.1 °C,范围 0 °C~280 °C。

A.3.2.2 毛细管:中性硬质玻璃制成,一端熔封,内径 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.10 mm~0.15 mm,长度约为 150 mm。

A.3.2.3 玻璃管: $\Phi 10$ mm \times 800 mm。

A.3.2.4 玛瑙或玻璃质的研钵: $\Phi 60$ mm。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 将研细后的试样放于一 0.1 MPa 50 °C \pm 2 °C 真空干燥箱中(放置适量五氧化二磷)干燥 3 h,取出后立即装入清洁且干燥的毛细管中,取一 $\Phi 10$ mm \times 800 mm 的洁净干燥的玻璃管,直立于玻璃板上,将装有试样的毛细管放在玻璃管的上端口中,使其自由落下,反复数次,直到毛细管中试样高度比较准确紧缩至 3 mm,将毛细管的另一端用真空油脂封住待测。

A.3.3.2 将熔点仪设定起始温度为 70 °C,升温速率为 1.5 °C/min,待仪器达到起始温度后将装好试样的毛细管插入样品池中测定,直接目测记录初熔与终熔数据,平行测定 3 次,3 次结果之间不得超过 0.2 °C,取其算术平均值,作为分析结果。

A.4 干燥减量的测定

A.4.1 方法提要

在温度低于 100 °C(包括 100 °C)、压力在 2.76 kPa 以下并在五氧化二磷存在下,用电热减压干燥箱或减压干燥器将试样干燥至恒重。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 电子分析天平(万分之一)。

A.4.2.2 真空干燥箱。

A.4.2.3 旋片式真空泵。

A.4.2.4 扁形称量瓶。

A.4.3 分析步骤

精确称取 1.0 g(精确至 0.000 2 g)试样,平铺于已在一 0.1 MPa 50 °C \pm 2 °C 条件下干燥至恒重的扁形称量瓶中(试样厚度不可超过 5 mm),再将试样放入一 0.1 MPa 50 °C \pm 2 °C 的盛有适量五氧化二磷为干燥剂的真空干燥箱中,并抽真空(真空压力保持在一 0.1 MPa \pm 0.05 MPa),保持干燥 3 h 后,移置干燥器内,冷却至室温,精密称定。在规定条件下继续干燥 1 h,直至连续两次干燥后称量的差值小于 0.3 mg。

A.4.4 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.5)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

m_1 ——干燥前试样和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_0 ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

A.4.5 注意事项

A.4.5.1 减压干燥宜选用单层玻璃盖的称量瓶。如用玻璃盖为双层中空,减压时,称量瓶盖切勿放入减压干燥箱内,应放在另一普通干燥器内。

A.4.5.2 减压干燥器内部为负压,开启前应注意缓缓旋开进气阀,使干燥空气进入,并避免气流吹散试样。

A.4.5.3 装有试样的称量瓶应尽量于温度计附近,以免因箱内温度不均匀产生温度误差。

A.5 灼烧残渣的测定

A.5.1 方法提要

试样经炭化后加入硫酸,灼烧使有机物破坏,生成硫酸灰分,称残渣重,计算出试样中灼烧残渣的量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硫酸。

A.5.2.2 变色硅胶。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 瓷坩埚。

A.5.3.2 高温炉(范围 0 °C~900 °C)。

A.5.3.3 坩埚钳。

A.5.3.4 电子分析天平(万分之一)。

A.5.3.5 可调式电炉。

A.5.3.6 1 mL 吸管。

A.5.3.7 干燥器。

A.5.4 分析步骤

精确称取 1.0 g(精确至 0.000 2 g)试样,置已在 500 °C~600 °C 高温炉中灼烧至恒重的坩埚中。电炉上缓缓加热灼烧至试样全部炭化呈黑色,并不再冒烟,放冷至室温。滴加硫酸 0.5 mL~1 mL 使炭化物全部湿润,继续在电炉上加热至硫酸蒸气除尽,白烟完全消失(以上操作应在通风柜内进行)。将坩埚置高温炉内,坩埚盖斜盖于坩埚上,在 500 °C~600 °C 的高温炉中灼烧约 3 h,使试样完全灰化。移置于

燥器内,冷却至室温(约 1 h),精密称定,如果不合格,则重新加硫酸浸润,重复前面步骤进行加热和灼烧,精密称定。在规定条件下继续灼烧 30 min,直至连续两次灼烧后称量的差值小于 0.3 mg。

A.5.5 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ,按式(A.6)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

m_2 ——恒重后残渣和坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——恒重后坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——恒重后坩埚与试样的质量,单位为克(g)。

A.5.6 注意事项

A.5.6.1 炭化与灰化的前一段操作应在通风柜内进行。试样放入高温炉前,完全炭化并除尽硫酸蒸气,必要时,高温炉应加装排气管道。

A.5.6.2 坩埚应编码标记,盖子与坩埚应编码一致。从高温炉中取出时的温度、先后次序、在干燥器内的放冷时间以及称量顺序,均应前后一致;同一干燥器内同时放置的坩埚不宜超过 4 个,否则不易达到恒重。

A.5.6.3 坩埚放冷后干燥器内易形成负压,应小心开启干燥器,以免吹散坩埚内的轻质残渣。

A.5.6.4 灼烧残渣如需留作重金属检查,则试样的取用量应为 1.0 g,灼烧温度应控制在 500 °C ~ 600 °C。

A.5.6.5 开关炉门时,应注意勿损坏高质耐火绝缘层。

A.6 溶液透光率的测定

A.6.1 方法提要

通过测定被测物质在特定波长或一定范围内的吸收度,对该物质进行定性或定量分析的方法。穿过试样溶液的透射光通量与照射到试样溶液的入射光通量之比,用百分数表示。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 分光光度计。

A.6.2.2 容量瓶。

A.6.2.3 电子分析天平(万分之一)。

A.6.3 分析步骤

称取 5.0 g 试样,置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度。将试样溶液冲洗 1 cm 石英吸收池数次,再缓缓将试样溶液注入 1 cm 石英吸收池中,按分光光度法在 430 nm 的波长处测定透光率。重复读取 3 次,取平均值为测定值。

A.6.4 注意事项

A.6.4.1 取吸收池时,手指拿毛玻璃面的两侧。使用的石英吸收池应洁净。

A.6.4.2 使用前应先配对试验,即用于盛装试样溶液、参比溶液及空白溶液的吸收池,当装入同一溶剂时,在规定波长测定吸收池的透光率,如透光率相差在0.3%以下者可配对使用,否则应加以校正。

A.6.4.3 盛装试样溶液时应用试样溶液冲洗2次~3次,以保证试样溶液不变,装盛试样溶液以吸收池体积的五分之四为限。

A.6.4.4 吸收池放入样品室时注意每次放入方向及位置应相同。
