

中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—201×

低聚木糖

Xylo-oligosaccharide

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
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。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会(SAC/TC 64)提出并归口。

本标准起草单位:山东龙力生物科技股份有限公司、国家副食品质量监督检验中心、安徽省食品药品检验研究院、温县兴发生物科技有限公司、菱花集团有限公司、济南国力生物科技有限公司、中国生物发酵产业协会。

本标准起草人:李晓燕、肖林、何国亮、赵海涛、王晋、胡修玉、张局舟、程坚、安民、杨玉岭、高艳华、冯斌斌。

低 聚 木 糖

1 范围

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

本标准适用于以玉米芯为原料,经酶解精制而成的低聚木糖。

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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.4 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/T 20884 麦芽糊精
- GB/T 20885 葡萄糖浆
- 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

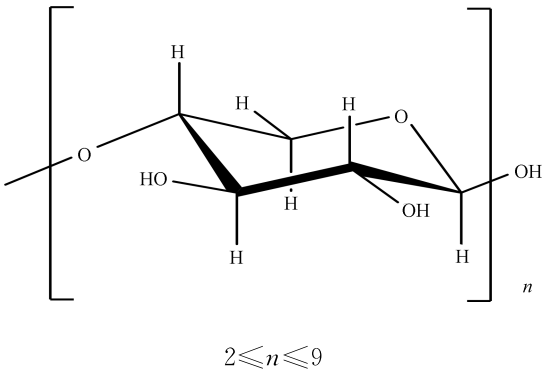
下列术语和定义适用于本文件。

3.1

低聚木糖 **xylo-oligosaccharide**

由 2 个~9 个木糖单元,以 β -1,4 糖苷键连接而成的低聚糖混合物。

4 结构式



5 符号

下列符号适用于本文件。

符号	代表物名称
XOS	低聚木糖
XOS ₂₋₄	木二糖、木三糖、木四糖之和
X ₂	木二糖
X ₃	木三糖
X ₄	木四糖
X ₅	木五糖
X ₆	木六糖
X ₇	木七糖、木八糖、木九糖

6 产品分类

- 6.1 按产品形态分：糖浆(L型)和糖粉(P型)。
- 6.2 按 XOS 含量分：
- XOS-95 型、XOS-70 型、XOS-35 型、XOS-20 型。

7 技术要求

7.1 原辅料要求

应符合相应标准和有关要求。

7.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	糖 浆	糖 粉
外 观	呈黏稠状透明液体	粉末
色 泽	无色或浅黄色	白色或微黄色
滋 味	味甜	
气 味	具有本品特有的气味	
杂 质	无正常视力可见杂质	

7.3 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	XOS-95 型		XOS-70 型		XOS-35 型	XOS-20 型
	糖粉	糖浆	糖粉	糖浆	糖粉	糖粉
干物质(固形物)/%	≥	—	70	—	70	—
水分/%	≤	5.0	—	5.0	—	6.0
灰分/%	≤	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
透光率/%	≥	—	70	—	70	—
pH	3.5~6.0					
XOS 含量(以干基计) /%	≥	95.0	95.0	70.0	70.0	35.0
XOS ₂₋₄ 含量(以干基计)/%	≥	65.0	65.0	50.0	50.0	—

7.4 卫生要求

应符合 GB 15203 的规定。

8 试验方法

本试验方法中,所用试剂除特殊注明外均为分析纯;用水应符合 GB/T 6682 中三级(含三级)以上的水规格。

8.1 感官检验

8.1.1 外观、色泽、杂质

取样品约 100 g 或 100 mL 于无色洁净的样品杯(或 200 mL 烧杯)中,在自然光线下,观察样品的颜色和形态、有无杂质,并做好记录。

8.1.2 气味

取样品 20 g 或 20 mL,放入 100 mL 磨口瓶中,加入 80 ℃的水 50 mL,加盖,震荡 30 s,嗅其气味,并做好记录。

8.1.3 滋味

清水漱口后,取少量样品放入口中,仔细品尝,并做好记录。

8.2 干物质(固形物)

8.2.1 仪器

实验室常规仪器、设备及下列各项:

- a) 阿贝折射仪:精度 0.000 1;
- b) 恒温水浴:精度±0.1 ℃;
- c) 玻璃棒:末端弯曲扁平。

8.2.2 仪器校正

在 20℃时,以重蒸馏水校正折射仪的折光率为 1.333 0,相当于干物质(固形物)含量为零。仪器使用当天至少校正一次。

8.2.3 分析步骤

将折射仪与恒温水浴连接,将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(玻璃棒不应接触棱镜面,涂样时间应少于 2 s),立即闭合棱镜稍作停留,使样品达到棱镜的温度。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,削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,从标尺上读取干物质的质量分数,洗净并擦干棱镜。

将同一样品按上述方法进行第二次测定。取两次读数的算术平均值为测定值。
结果保留至一位小数。

8.3 水分

按 GB 5009.3 中直接干燥法规定的方法测定。

8.4 灰分

按 GB 5009.4 规定的方法测定。

8.5 透光率

按 GB/T 20885 规定的方法测定。测定时,除将测定波长改为 420 nm、待测样品为 30%固形物外,其他操作不变。

8.6 pH

糖粉样品:按 GB/T 20884 规定的方法测定。测定时,称取糖粉样品约 20 g,精确至 0.1 g,加 40 mL水,其他操作不变。

糖浆样品:按 GB/T 20885 规定的方法测定。测定时,除将样品配制成含 10%干物质的待测液外,其他操作不变。

8.7 XOS 含量

XOS-70 型(不含赋形剂)糖粉、XOS-70 型糖浆、XOS-95 型采用附录 A、附录 B 方法检测均可,其中附录 B 为仲裁法。

XOS-20 型、XOS-35 型、XOS-70 型(含赋形剂)糖粉采用附录 B 方法检测。
相应检测图谱参见附录 C。

8.8 XOS₂₋₄ 含量

按附录 A 规定的方法测定。

8.9 卫生要求

按 GB 15203 规定的方法测定。

9 检验规则

9.1 组批与抽样

9.1.1 组批

以最后一道工序能均匀混合后包装的一批成品,为一个生产批号。

9.1.2 抽样

按每一个生产批号为基础进行抽取样品,以代表该批号的产品质量。每批按总包装量的 10% 进行抽样,取样总量不少于 1 000 g。分三份:一份理化检验,一份微生物检验,一份留样备查。

9.2 出厂检验

9.2.1 产品出厂前应由质量检验部门逐批检验,签发合格证后方可出厂。

9.2.2 糖浆产品出厂检验项目包括:感官要求,干物质(固形物)、透光率、pH、XOS 含量、XOS₂₋₄ 含量、灰分。

9.2.3 糖粉产品出厂检验项目:感官要求、水分、pH、XOS 含量、XOS₂₋₄ 含量、灰分。

9.3 型式检验

9.3.1 正常生产时每半年进行一次,有下列情况之一时应进行:

- a) 新产品投产前;
- b) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- c) 更换设备、主要原辅材料或更改关键工艺可能影响产品质量时;
- d) 停产半年及以上,再恢复生产时;
- e) 国家质量技术监督机构提出进行型式检验要求时。

9.3.2 检验项目为 7.2、7.3、7.4 规定的全部项目。

9.4 判定规则

9.4.1 样品经检验,所有项目全部合格,则判该批产品为合格品。

9.4.2 感官要求、理化指标有 2 项以下(含 2 项)不合格,重新在该批产品中加倍取样复检,以复检结果为准。

9.4.3 卫生要求有 1 项不合格时,该批产品为不合格。

10 标志、包装、运输和贮存

10.1 标志

10.1.1 食品用产品标签应符合 GB 7718 和 GB 28050 的规定。

10.1.2 非食品产品标签应标明:产品名称、生产厂名称、厂址、净含量、配料表、生产日期、保质期、执行标准号。

10.1.3 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

10.2 包装

10.2.1 糖浆产品:包装容器应整洁、卫生、无破损。

10.2.2 糖粉产品:内包装采用聚乙烯塑料袋,外包装采用纸塑复合袋或纸板桶,包装应袋质结实,标签清晰整洁,袋口密封,能保证在装卸、运输和贮存过程中无破露现象。或根据客户要求选择包装。

10.3 运输

10.3.1 产品运输工具应清洁无污染,运输产品时应避免日晒、雨淋,不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装混运。

10.3.2 搬运时应轻拿轻放,严禁扔摔、撞击、挤压。

10.4 贮存

产品应于室温、干燥通风处离地离墙贮存。

附 录 A
(规范性附录)

低聚木糖含量的测定方法 高效液相色谱法

A.1 范围

本方法规定了低聚木糖含量的测定方法——高效液相色谱法。

A.2 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溶解、吸附、渗透或离子交换等作用的不同,随流动相在色谱柱两相之间进行反复多次的分配,由于各组分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,按顺序流出色谱柱,进入信号检测器,在记录仪上或数据装置上显示出各组分的谱峰数值,根据保留时间对照定性,依据峰面积以木糖为参考计算各种糖组分的含量。

A.3 试剂和材料

本试验方法中,所用试剂除特殊注明外均为分析纯;用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规格。

A.3.1 试剂

无水乙醇(C_2H_5OH)。

A.3.2 标准品

- A.3.2.1 木糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- A.3.2.2 木二糖标准品:纯度 $\geq 95.0\%$ 。
- A.3.2.3 木三糖标准品:纯度 $\geq 95.0\%$ 。
- A.3.2.4 木四糖标准品:纯度 $\geq 95.0\%$ 。
- A.3.2.5 木五糖标准品:纯度 $\geq 95.0\%$ 。
- A.3.2.6 木六糖标准品:纯度 $\geq 95.0\%$ 。
- A.3.2.7 葡萄糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- A.3.2.8 L-阿拉伯糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

A.3.3 标准溶液配制

- A.3.3.1 木糖标准溶液(2 mg/mL):称取木糖标准品 0.100 0 g,于 50 mL 容量瓶中,用水溶解定容。
- A.3.3.2 木二糖、木三糖、木四糖、木五糖、木六糖标准溶液(1 mg/mL):分别称取各标准品 0.005 0 g,于 5 mL 容量瓶中,用水溶解定容至刻度。
- A.3.3.3 葡萄糖、L-阿拉伯糖标准溶液(2 mg/mL):分别称取各标准品 0.100 0 g 于 50 mL 容量瓶中,用水溶解定容至刻度。

A.4 仪器设备

实验室常规仪器、设备及下列各项:

- a) 高效液相色谱仪:配有示差折光检测器和柱温箱;
- b) 过滤膜:0.45 μm 微孔水相滤膜;
- c) 天平:感量 0.1 mg。

A.5 色谱参考条件

- A.5.1 色谱柱:内径 8 mm,柱长 300 mm,填料[乙烯二乙烯苯共聚物,粒度 6 μm,官能团:磺酸(Na⁺),排阻限 10 000]的离子型凝胶柱,或同等性能的色谱柱。
- A.5.2 流动相:水。
- A.5.3 流量:0.6 mL/min。
- A.5.4 柱温:80 ℃。
- A.5.5 示差检测器温度:45 ℃。
- A.5.6 进样量:20 μL。

A.6 分析步骤

A.6.1 试样溶液制备

- A.6.1.1 XOS-70L/95L/95P/70P(不含赋形剂)样品:称取约 0.5 g(精确至 0.001 g)样品,加水定容至 50 mL。
- A.6.1.2 XOS-70P(含赋形剂)样品:称取 0.5 g~1.0 g(精确至 0.001 g)样品,于 50 mL 小烧杯中,加入 7.0 mL~10.0 mL 水,分两次洗涤烧杯,均转入 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容,摇匀。静置分离,取上层清液 5.0 mL 于一小烧杯中 80℃蒸干,加水 5.0 mL 溶解样品,摇匀。

A.6.2 标准溶液的测定

取标准溶液(A.3.3.1~A.3.3.3)20 μL 分别注入液相色谱仪中,记录相应的出峰时间。

A.6.3 试样溶液的测定

取试样溶液 20 μL 注入液相色谱仪中,以保留时间定性,木七糖(包含木八糖和木九糖)保留时间为木糖保留时间的 0.707 倍,同时记录峰面积,以外标法计算各种糖组分的含量。

A.6.4 分析结果的表述

结果计算依据样品中各组分的峰面积与木糖标准溶液的浓度及对应峰面积相比,再以对应的校正因子来计算样品中各组分的含量。

试样中 XOS 含量按式(A.1)计算:

$$\text{XOS} = \frac{[A_2 \times F_1 + (A_3 + A_4 + A_5 + A_6 + A_7) \times F_2] \times c \times V}{A_1 \times m \times 1\,000} \times 100$$

.....(A.1)

试样中 XOS₂₋₄ 含量按式(A.2)计算:

$$\text{XOS}_{2-4} = \frac{[A_2 \times F_1 + (A_3 + A_4) \times F_2] \times c \times V}{A_1 \times m \times 1\,000} \times 100$$

.....(A.2)

式中:

XOS ——试样中低聚木糖的含量,单位为克每百克(g/100 g);

- XOS₂₋₄ ——试样中低聚木糖(木二糖~木四糖)的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- A₁ ——木糖标准色谱图中木糖峰面积;
- A₂ ——试样色谱图中木二糖峰面积;
- A₃ ——试样色谱图中木三糖的峰面积;
- A₄ ——试样色谱图中木四糖的峰面积;
- A₅ ——试样色谱图中木五糖的峰面积;
- A₆ ——试样色谱图中木六糖的峰面积;
- A₇ ——试样色谱图中木七糖、木八糖、木九糖的峰面积之和;
- F₁ ——XOS₂ 校正因子为 0.93;
- F₂ ——XOS₃ 及以上各糖校正因子为 0.94;
- c ——木糖标准溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——溶解样品总体积,单位为毫升(mL);
- m ——称取试样的质量(以干基计),单位为克(g)。

计算结果保留至一位小数。

A.7 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%。

附 录 B
(规范性附录)

低聚木糖含量的测定方法 稀酸水解高效液相色谱法

B.1 范围

本方法规定了低聚木糖含量的测定方法——稀酸水解高效液相色谱法。

B.2 原理

将试样进行酸水解,使低聚木糖水解成单糖,用高效液相色谱法分离并定量测定。样品中低聚木糖含量即为样品水解前后木糖含量的差值与低聚木糖和木糖的平均转换系数之积。

B.3 试剂和材料

本试验方法中,所用试剂除特殊注明外均为分析纯;用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规格。

B.3.1 试剂

B.3.1.1 98%硫酸(H_2SO_4):优级纯。

B.3.1.2 4.0 mol/L 硫酸溶液:取硫酸 55 mL 用水定容 250 mL。

B.3.1.3 0.005 mol/L 硫酸溶液:称取 1.000 g 98%硫酸(B.3.1.1),用水定容至 2 L。

B.3.2 标准品

B.3.2.1 木糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

B.3.2.2 葡萄糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

B.3.2.3 L-阿拉伯糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

B.3.3 标准储备溶液配制

B.3.3.1 木糖标准储备溶液(5.0 mg/mL):准确称取木糖标准品 0.125 0 g 于 25 mL 容量瓶中,用水溶解定容。

B.3.3.2 L-阿拉伯糖标准储备溶液(2.0 mg/mL):准确称取 L-阿拉伯糖标准品 0.050 0 g 于 25 mL 容量瓶中,用水溶解定容。

B.3.3.3 葡萄糖标准储备溶液(10.0 mg/mL):准确称取葡萄糖标准品 0.250 0 g 于 25 mL 容量瓶中,用水溶解定容。

B.3.4 标准工作液配制

标准工作液配制见表 B.1。

表 B.1 标准工作液配制

序号	木糖储备液 体积/mL	L-阿拉伯糖储备液 体积/mL	葡萄糖储备液 体积/mL	定容体积/mL	木糖标准工作液 浓度/(mg/mL)
1	0.5	0.25	0.1	10	0.25
2	1.0	0.5	0.2	10	0.5
3	2.0	1.0	0.5	10	1.0
4	3.0	1.5	1.0	10	1.5
5	4.0	2.0	1.5	10	2.0
6	5.0	2.5	2.0	10	2.5

B.4 仪器和设备

实验室常规仪器、设备及下列各项：

- a) 高效液相色谱仪：配有示差折光检测器和柱温箱；
- b) 真空旋转蒸发器；
- c) 天平：感量为 0.1 mg；
- d) 水浴锅。

B.5 色谱参考条件

B.5.1 色谱柱：(内径 8 mm，柱长 300 mm，填料粒度 9 μm) 氢离子型磺化苯乙烯-二乙烯基苯强阳离子交换树脂凝胶柱，或同等性能的色谱柱。

B.5.2 进样量：20 μL。

B.5.3 流动相：0.005 mol/L 硫酸溶液。

B.5.4 流量：0.6 mL/min。

B.5.5 柱温：60 ℃。

B.5.6 示差检测器温度：45 ℃。

B.6 分析步骤

B.6.1 试样溶液制备

B.6.1.1 水解前样品溶液 M₁ 制备：称取样品 1 g~2 g (XOS 含量 70% 及以下称取 2 g)，精确至 0.000 1 g，用 0.005 mol/L 硫酸溶液 (B.3.1.3) 溶解并定容至 100 mL，摇匀，取该溶液用 0.22 μm 尼龙膜过滤，上机测定。水解前样品处理溶液 M₁ 的总稀释体积 V₁ = 100 mL。

B.6.1.2 水解后样品溶液 M₂ 制备：吸取 10 mL 水解前样品溶液 M₁ 于 100 mL 比色管中，加入 4.0 mol/L 硫酸溶液 1.2 mL，摇匀，于沸水浴水解 100 min，取出，冷却后定容至 100 mL 刻度，摇匀。用 0.22 μm 尼龙膜过滤，上机测定。水解后样品处理溶液 M₂ 的总稀释体积 V₂ = 1 000 mL。

B.6.2 标准曲线的制作

分别吸取 20 μL 标准工作液 (B.3.4) 注入高效液相色谱仪，进行 HPLC 分析，以木糖峰面积对木糖

浓度作标准曲线,线性相关系数应为 0.999 0 以上。

B.6.3 试样溶液的测定

吸取样品处理液 M_1 、 M_2 各 20 μL ,分别注入高效液相色谱仪进行分离,以各单糖组分峰的保留时间为依据进行定性,以其峰面积从标准曲线查得或回归计算求得其木糖浓度 c_1 、 c_2 ,供计算。

B.6.4 分析结果的表述

试样中 XOS 含量按式(B.1)~式(B.3)计算:

$$M_1 = c_1 \times \frac{V_1}{m} \times 10^{-3} \times 100 \dots\dots\dots (\text{ B.1 })$$

$$M_2 = c_2 \times \frac{V_2}{m} \times 10^{-3} \times 100 \dots\dots\dots (\text{ B.2 })$$

$$\text{XOS} = (M_2 - M_1) \times 1.1 \dots\dots\dots (\text{ B.3 })$$

式中:

- M_1 ——样品水解前木糖含量,单位为克每百克(g/100 g);
- M_2 ——样品水解后木糖含量,单位为克每百克(g/100 g);
- XOS ——样品中低聚木糖含量,单位为克每百克(g/100 g);
- c_1 ——水解前样品处理溶液木糖组分浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- c_2 ——水解后样品处理溶液木糖组分浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_1 ——水解前样品处理溶液的总稀释体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——水解后样品处理溶液的总稀释体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品的质量(以干基计),单位为克(g);
- 1.1 ——低聚木糖和木糖的平均校正因子。

计算结果保留至一位小数。

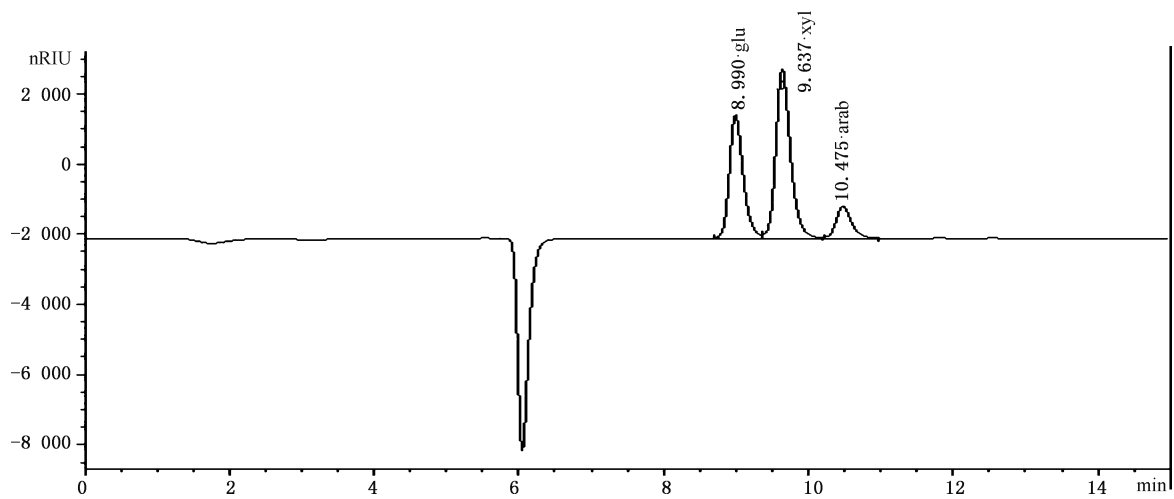
B.7 精密度

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%。

附录 C
(资料性附录)

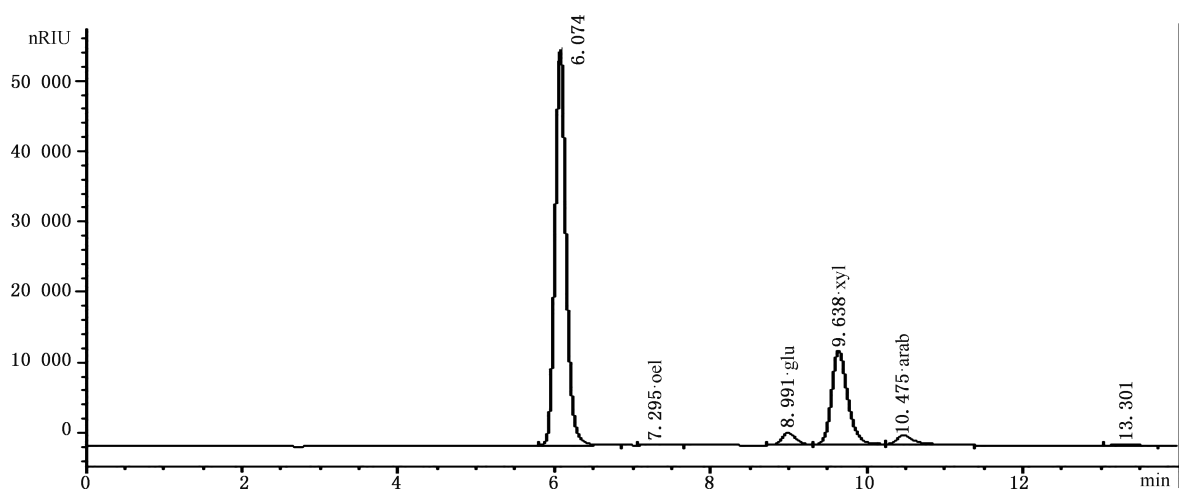
高效液相色谱法检测低聚木糖典型示差检测色谱图

检测色谱图见图 C.1 和图 C.2。



注：8.990 min 为葡萄糖，9.637 min 为木糖，10.475 min 为阿拉伯糖。

图 C.1 木糖工作液(2 号)色谱图



注：8.991 min 为葡萄糖，9.638 min 为木糖，10.475 min 为阿拉伯糖。

图 C.2 样品 XOS-70 型糖浆水解后样品溶液 M₂ 色谱图