



中华人民共和国国家标准

GB 13509—2005
代替 GB 13509—1992

食品添加剂 木糖醇

Food additive—Xylitol

2005-09-22 发布

2006-06-01 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

本标准第4章为强制性,其余为推荐性。

本标准的技术要求等效采用美国《食品用化学品法典》第四版(FCC IV,1996)。

本标准代替 GB 13509—1992《食品添加剂 木糖醇》。

本标准与 GB 13509—1992 相比主要变化如下:

- 取消了理化指标中总醇含量指标,增加了铅、镍含量指标;
- 提高了木糖醇含量指标,严格了干燥失重、其他多元醇及还原糖指标,修改了熔点指标;
- 木糖醇含量的测定分为气相色谱法(GLC)(仲裁法)和液相色谱法(HPLC)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心归口。

本标准起草单位:河北宝硕股份有限公司糖醇分公司、山东禹城福田药业有限公司、河南辉县宏泰化工有限公司木糖醇厂、北京健力药业有限公司、浙江开化华康制药厂、中国食品发酵工业研究院。

本标准主要起草人:吴继彪、朱路甲、吕志暖、王平、李惠宜。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 13509—1992。

食品添加剂

木糖醇

1 范围

本标准规定了食品添加剂木糖醇的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存、运输和保质期。

本标准适用于以玉米芯、甘蔗渣等农副产品为原料经水解、净化、加氢等工艺制成的产品,用作食品添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.74 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 5009.75 食品添加剂中铅的测定

GB/T 5009.76 食品添加剂中砷的测定

GB/T 5009.138 食品中镍的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

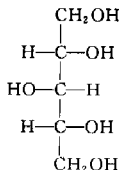
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 分子式、相对分子质量、结构式

分子式: $C_5H_{12}O_5$

相对分子质量: 152.15(按 1991 年国际原子量表)

结构式:



4 技术要求

4.1 外观和感官

本品为白色结晶或晶状粉末,味甜、无异味,易溶于水,微溶于乙醇和甲醇。

4.2 理化指标

应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------|------------|
| 含量(以干基计)/(%) | 98.5~101.0 |
| 熔点/℃ | 92.0~96.0 |
| 其他多元醇/(%) | ≤ 2.0 |
| 干燥失重/(%) | ≤ 0.50 |
| 灼烧残渣/(%) | ≤ 0.50 |
| 还原糖(以葡萄糖计)/(%) | ≤ 0.20 |
| 砷(以 As 计)/(%) | ≤ 0.000 3 |
| 重金属(以 Pb 计)/(%) | ≤ 0.001 0 |
| 铅/(%) | ≤ 0.000 1 |
| 镍/(%) | ≤ 0.000 2 |

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的水。

5.1 鉴别

溶解 5 g 样品于 10 mL 等体积的盐酸和甲醛溶液中,在 50℃ 下反应 2 h。加 25 mL 乙醇,收集产生的结晶,加热使结晶溶解于 10 mL 水中,加入 50 mL 乙醇,过滤收集分离出的结晶,用乙醇重结晶两次,在 105℃ 下干燥 2 h,结晶熔点在 195.0℃~201.0℃。

5.2 含量及其他多元醇

5.2.1 气相色谱法(GLC)(仲裁法)

5.2.1.1 方法提要

试样进入气相色谱仪中的色谱柱时,由于在气固两相中吸附系数不同,而使木糖醇与其他组分得以分离,利用氢火焰离子检测器进行鉴定,与标样对照,根据保留时间定性,利用内标法定量。

5.2.1.2 仪器

- 气相色谱仪;带氢火焰离子检测器;
- 微量注射器。

5.2.1.3 含量

5.2.1.3.1 试剂

- 十八烷;色谱纯;
- 庚烷;
- 吡啶;
- 六甲基二硅胺烷(HMDS);
- 三甲基氯硅烷(TMCS);
- 木糖醇标准品。

5.2.1.3.2 色谱条件

- 色谱柱:φ3×2 000 mm 玻璃柱或不锈钢柱。
- 固定相:在酸碱处理过的硅烷化色谱硅燥土(Chromosorb WAW-DMCS)(60 目~80 目)上涂以 20% 的甲基聚硅氧烷。
- 载气:高纯氮,流量 50 mL/min~60 mL/min 或调节到进样后约 13 min 得到木糖醇的三甲基硅烷醚(TMS)峰。
- 空气流速:600 mL/min。

- e) 柱温:190℃。
 f) 检测室温度:250℃。
 g) 汽化室温度:250℃。

应根据不同仪器,通过试验选择最佳色谱条件。

5.2.1.3.3 测定方法

- a) 内标溶液:称取 500 mg (精确至 0.000 1 g) 十八烷,用庚烷溶解,移入 25 mL 容量瓶中,稀释到刻度,混匀。
 b) 标准制备液:准确称取 50 mg (精确到 0.000 1 g) 木糖醇标准品于 25 mL 容量瓶中,加入 1 mL 吡啶,在蒸汽浴上加热溶解,冷却到室温,加入 0.2 mL 六甲基二硅胺烷(HMDS)和 0.1 mL 三甲基氯硅烷(TMCS),室温下放置 30 min,加入 5.0 mL 内标溶液,用庚烷稀释到刻度,摇匀。
 c) 样品制备液:准确称取 50 mg (精确至 0.000 1 g) 干燥失重后的样品,置于 25 mL 容量瓶中,加入 1 mL 吡啶,在蒸汽浴上加热溶解,冷却到室温,加入 0.2 mL HMDS 和 0.1 mL TMCS,在室温下放置 30 min,加入 5.0 mL 内标溶液,用庚烷稀释到刻度,混匀。
 d) 于色谱柱中注入 10 μL 标准制备液,分别记录木糖醇 TMS 峰的面积 A_X 和十八烷峰的面积 A_0 。

5.2.1.3.4 计算

木糖醇的响应比 RR 按式(1)计算:

$$RR = \frac{A_X \times c_0}{A_0 \times c_X} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

RR ——木糖醇的响应比;

A_X ——木糖醇 TMS 峰的面积;

c_0 ——标准制备液中十八烷的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_0 ——十八烷峰的面积;

c_X ——标准制备液中木糖醇标准品的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

同样地,注入 10 μL 样品制备液,分别记录木糖醇 TMS 峰的面积 A_X 和十八烷峰的面积 A_0 。

木糖醇的含量 X 按式(2)计算:

$$X = \frac{A_X \times c_0 \times 25}{A_0 \times RR \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——木糖醇的含量,%;

A_X ——木糖醇 TMS 峰的面积;

c_0 ——标准制备液中十八烷的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_0 ——十八烷峰的面积;

RR ——木糖醇的响应比;

m ——干燥失重后的样品质量,单位为毫克(mg)。

5.2.1.3.5 允许差

木糖醇测定结果的相对偏差不超过 0.2%,取平均值为测定结果。

5.2.1.4 其他多元醇

5.2.1.4.1 试剂

- a) 标准混合物:准确称取甘露醇、半乳糖醇、阿拉伯醇和山梨醇各 25 mg 和木糖醇标准品 100 mg,分别转移到 10 mL 容量瓶中,于每一瓶中分别加入 0.2 mL 无水吡啶和 1 mL 乙酸酐,在电热板上加热各瓶 30 min(缓慢加热,以防内容物沸腾),冷却,随后用丙酮将甘露醇、半乳糖醇、阿拉伯醇和山梨醇的容量瓶稀释到刻度。准确吸取 0.2 mL 甘露醇和 0.2 mL 山梨醇溶液、0.08 mL 阿拉伯醇和 0.08 mL 半乳糖醇溶液放入木糖醇参比标准瓶中,用丙酮稀释到

刻度,混匀。

- b) 试验样品配制液:准确称取 100 mg(精确至 0.001 g)的样品,放入 10 mL 容量瓶中,加入 0.2 mL 无水吡啶和 1 mL 乙酸酐,在电热板上低温加热 30 min,冷却,随后用丙酮稀释到刻度,混匀。

5.2.1.4.2 色谱条件

- a) 色谱柱:φ3×2 000 mm 玻璃柱或不锈钢柱。
 b) 载体:Chromosorb WAW-DMCS(60 目~80 目),涂以 5% 乙二醇琥珀酸酯-氰乙基硅酮共聚物或 10% 的氰乙基硅酮。
 c) 柱温:170℃或调节至使木糖醇五乙酸酯的保留时间为 13 min。
 d) 载气:氮气,流速调节至使木糖醇五乙酸酯在进样后 13 min 出峰,进几次 10 μL 混合标准样直到获得恒定响应值后以此定色谱条件。

5.2.1.4.3 测定方法

注进适当比例(如 10 μL)的混合标准液于色谱仪中,记录色谱图,使 0.5% 含量的甘露醇至少有最大记录响应值的 20%。

混合各组分的大约保留时间是:

| | |
|----------|--------|
| 阿拉伯醇五乙酸酯 | 8 min |
| 木糖醇五乙酸酯 | 13 min |
| 半乳糖醇六乙酸酯 | 22 min |
| 山梨醇六乙酸酯 | 26 min |
| 甘露醇六乙酸酯 | 20 min |

测定混合标准液中各多元醇的峰面积 A_s ,同时注入适当体积的试验样品配制液,记录色谱图,测定每个已知多元醇的峰面积 A_k 和每个未知多元醇的峰面积 A_u ,用式(3)计算每个已知多元醇的百分含量 X_1 :

$$X_1 = \frac{A_k \times m_1 \times D}{A_s \times m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- X_1 ——已知多元醇的含量,%;
 A_k ——已知多元醇的峰面积;
 m_1 ——混合标准液中甘露醇、半乳糖醇、阿拉伯醇或山梨醇的取样量,单位为毫克(mg);
 D ——稀释因子,对于甘露醇和山梨醇为 0.02,对于半乳糖醇和阿拉伯醇为 0.008;
 A_s ——混合标准液中各多元醇的峰面积;
 m_2 ——样品的质量,单位为毫克(mg)。

通过甘露醇峰按式(4)计算每个未知多元醇的百分含量 X_2 :

$$X_2 = \frac{A_u \times m_1 \times 0.02}{A_s \times m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- X_2 ——未知多元醇的含量,%;
 A_u ——未知多元醇的峰面积;
 m_1 ——混合标准液中甘露醇、半乳糖醇、阿拉伯醇或山梨醇的取样量,单位为毫克(mg);
 A_s ——混合标准液中各多元醇的峰面积;
 m_2 ——样品的质量,单位为毫克(mg)。

其他多元醇含量为每个已知多元醇和每个未知多元醇含量之和。

5.2.1.4.4 允许差

其他多元醇的测定结果的相对偏差不超过 0.5%,取平均值为测定结果。

5.2.2 液相色谱法(HPLC)

5.2.2.1 仪器

- a) 高效液相色谱仪:带示差检测器;
b) 25 μ L 注射器。

5.2.2.2 试剂

- a) 乙腈:色谱纯;
b) 木糖醇标准品;
c) 阿拉伯醇标准品;
d) 山梨醇标准品;
e) 半乳糖醇标准品;
f) 甘露醇标准品。

5.2.2.3 色谱条件

- a) 流动相:35%乙腈溶液。
b) 色谱柱:HPX-87C 300 mm \times 7.8 mm(或同等分析效果的色谱柱)。
c) 流量:0.6 mL/min \sim 0.8 mL/min。
d) 温度:75 $^{\circ}$ C。
e) 检测室温度:45 $^{\circ}$ C \sim 60 $^{\circ}$ C。

5.2.2.4 测定方法(外标法)

5.2.2.4.1 标准溶液的制备

配制三种不同浓度的标准溶液:

- a) 准确称取约 1.0 g(准确到 0.000 1 g)木糖醇标准品,甘露醇标准品、阿拉伯醇标准品、山梨醇标准品、半乳糖醇标准品各 0.03 g(准确到 0.000 1 g),置于容量瓶中用水定容至 100 mL。
b) 准确称取约 1.5 g(准确到 0.000 1 g)木糖醇标准品,甘露醇标准品、阿拉伯醇标准品、山梨醇标准品、半乳糖醇标准品各 0.06 g(准确到 0.000 1 g),置于容量瓶中用水定容至 100 mL。
c) 准确称取约 2.0 g(准确到 0.000 1 g)木糖醇标准品,甘露醇标准品、阿拉伯醇标准品、山梨醇标准品、半乳糖醇标准品各 0.09 g(准确到 0.000 1 g),置于容量瓶中用水定容至 100 mL。

5.2.2.4.2 样品溶液的制备

准确称取 1 g \sim 2 g(准确到 0.000 1 g)的干燥样品,用去离子水定容于 100 mL 容量瓶中。

5.2.2.4.3 液相色谱测定

于色谱柱中分别注入 a)、b)、c)标准制备液 5 μ L,按外标法用三种标准溶液作校准表,记录标准溶液中某组分*i*的测量响应面积 A_i 。

标准溶液中某组分*i*的校正因子 f_i 按式(5)计算:

$$f_i = \frac{m_i}{A_i} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

f_i ——标准溶液中某组分*i*的校正因子;

m_i ——标准溶液中某组分*i*的质量,单位为克(g);

A_i ——标准溶液中某组分*i*的测量响应面积。

同样地,注入 5 μ L 样品制备液,记录样品中某组分*i*的测量响应面积 A_s 。

木糖醇或其他多元醇含量 X_3 按式(6)计算:

$$X_3 = \frac{f_i \times A_s}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X_3 ——木糖醇或其他多元醇含量,%;

f_i ——标准溶液中某组分*i*的校正因子;

A_s ——样品中某组分 i 的测量响应面积；

m ——干燥失重后的样品质量，单位为克(g)。

5.2.2.4.4 允许差

木糖醇的测定结果的相对偏差不超过 1.0%，取平均值为测定结果。

5.3 熔点

5.3.1 仪器

显微熔点测定仪。

5.3.2 测定方法

样品烘干磨细后按仪器使用方法进行测定。

5.3.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.2℃。

5.4 干燥失重

5.4.1 测定方法

准确称取预先混匀的样品 J g(精确到 0.000 1 g)，放入有五氧化二磷的 60℃ 干燥箱中干燥并恒重的称量瓶中，加盖，轻轻抖动，使样品铺成一层，将带样品的称量瓶连同取下的盖一道放入真空干燥箱中，真空干燥箱内预先放入盛五氧化二磷的皿，在 60℃ 下真空干燥 4 h，打开干燥箱，将带样品的称量瓶放入盛有五氧化二磷的干燥器中冷却到室温，恒重。

5.4.2 计算

干燥失重 X_4 按式(7)计算：

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

X_4 ——样品的干燥失重，%；

m_1 ——干燥前样品加称量瓶质量，单位为克(g)；

m_2 ——干燥后样品加称量瓶质量，单位为克(g)；

m ——样品质量，单位为克(g)。

5.4.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.5 灼烧残渣

5.5.1 测定方法

准确称取样品 2 g(精确到 0.000 1 g)，放入已恒重的坩埚或铂皿中，加入足够量的硫酸以润湿样品，于电炉上加热炭化，然后移入高温炉中，于 600℃ ± 25℃ 下灼烧，使其完全灰化，然后称至恒重。

5.5.2 计算

灼烧残渣含量 X_5 按式(8)计算：

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中：

X_5 ——灼烧残渣含量，%；

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 ——样品质量，单位为克(g)。

5.5.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.6 还原糖

5.6.1 试剂

5.6.1.1 葡萄糖溶液:0.5 mg/mL。

5.6.1.2 费林氏甲液:溶解硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)15 g及次甲基蓝0.15 g,用水定容到1 000 mL。

5.6.1.3 费林氏乙液:溶解50 g酒石酸钾钠和54 g氢氧化钠及4 g亚铁氰化钾(黄血盐),用水定容到1 000 mL。

5.6.2 测定方法

准确称取500 mg(精确到0.000 2 g)样品于10 mL三角瓶中,加入2 mL水溶解,于另一三角瓶中加入浓度为0.5 mg/mL的葡萄糖液2 mL,于每一三角瓶中加入费林氏甲、乙液各1 mL,加热到沸腾,冷却样品溶液的混浊度不得超过葡萄糖液的混浊度。

葡萄糖溶液形成棕红色的沉淀。

5.7 砷

按GB/T 5009.76测定。

5.8 重金属

按GB/T 5009.74测定。

5.9 铅

按GB/T 5009.75测定。

5.10 镉

按GB/T 5009.138测定。

6 检验规则

6.1 本产品应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证产品符合本标准的要求,每一批出厂的产品附有质量证明书。其内容包括:生产厂名、产品名称、批号、数量、出厂日期、化验结果、检验标准及标准代号。

6.2 使用单位有权按本标准规定的检验规则和试验方法检验所收到的产品质量是否符合本标准要求。

6.3 采样单元数按GB 6678规定采样,所取样品总量不得少于500 g。

6.4 将所取样品充分混匀后放入磨口瓶中,瓶上贴标签,并注明生产厂名、产品名称、批号、数量、取样日期。

6.5 如检验结果有不符合本标准时,应重新自两倍量的包装袋中取样分析复检,复检结果即使只有一项不符合本标准时,则整批产品不能验收。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,可由双方协商选定仲裁单位,按照本标准规定的检验规则和试验方法进行仲裁。

7 包装、标志、贮存、运输和保质期

7.1 本产品可用内层为食品级聚乙烯塑料的复合包装袋(或合同中规定的符合贮存、运输要求的其他形式的包装),经严格检验合格后方可使用。袋口严格密封,以防产品吸潮和漏出袋外。每袋净重25 kg(或按客户要求)。

7.2 包装袋上应注明:产品名称、生产厂名称、净含量、生产日期、卫生许可证号,并标有“食品添加剂”字样及印有防潮标记(或按客户要求)。

7.3 本产品应贮存在干燥通风的仓库里,相对湿度不大于75%,防止受潮变质。

7.4 本产品运输时应防止日晒雨淋,禁止与有毒有害物质混运。

7.5 本产品在符合贮运条件、包装完好的情况下,保质期为自生产之日起两年。