



411527S-2021



河南益常青生物科技有限公司企业标准

Q/YCQ 0002S-2021

---

# 复合膳食纤维饮品

2021-07-11 发布

2021-07-11 实施

---

河南益常青生物科技有限公司 发布

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由河南益常青生物科技有限公司提出。

本标准起草单位：河南益常青生物科技有限公司。

本标准主要起草人：刘二停、李现峰、曲春全、严伟丽。

H N

Q B

# 复合膳食纤维饮品

## 1 范围

本标准规定了复合膳食纤维饮品的要求，以及检验方法、检验规则等。

本标准适用于以低聚木糖、低聚果糖、低聚异麦芽糖、低聚半乳糖中的两种或两种以上为主要原料，添加或者不添加玫瑰花（重瓣红玫瑰）提取液、菊粉、柠檬酸、聚葡萄糖的一种或者几种，经配料、混合搅拌、杀菌、过滤、包装而成的复合膳食纤维饮品。

## 2 要求

### 2.1 原辅料要求

2.1.1 低聚木糖应符合 GB/T 35545 的规定。

2.1.2 低聚果糖应符合 GB/T 23528 的规定。

2.1.3 低聚异麦芽糖应符合 GB/T 20881 的规定。

2.1.4 低聚半乳糖应符合卫健委 2008 年第 20 号公告 的规定。

2.1.5 玫瑰花（重瓣红玫瑰）提取液应符合附录 A 的规定。

2.1.6 菊粉应符合 卫健委 2009 年第 5 号公告的规定。

2.1.7 柠檬酸应符合 GB 1886.235 的规定。

2.1.8 聚葡萄糖应符合 GB 25541 的规定。

### 2.2 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
外观	呈黏稠状液体	取一定量混合均匀的样品，置于 100 mL 于无色透明的烧杯，在自然光线下，观察样品的色泽和外观、有无杂质；鉴别气味，用温水漱口，品尝滋味。并做好记录
色泽	具有该产品应有的色泽	
滋味、气味	味甜，具有本品特有的气、滋味，无异味，无异臭	
杂质	无正常视力可见外来杂质	

### 2.3 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
干物质（固形物）/（%）	$\geq$ 50	GB/T 35545
pH	3.5~7.0	GB/T 20885
总膳食纤维/（%）	$\geq$ 1.5	附录B
总砷（以As计）/（mg/L）	$\leq$ 0.01	GB 5009.11

铅* (以Pb计) / (mg/L)	≤	0.2	GB 5009.12
注: *指标严于食品安全国家标准GB 2762的规定。			

## 2.4 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	采样方案 <sup>a</sup> 及限量				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数/ (CFU/mL)	5	2	10 <sup>2</sup>	10 <sup>4</sup>	GB 4789.2
沙门氏菌/ (/25mL)	5	0	0	—	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌/ (CFU/mL)	5	1	100	1000	GB 4789.10第二法
大肠菌群/ (CFU/mL)	5	2	1	10	GB 4789.3
霉菌/ (CFU/mL) ≤	20				GB 4789.15
酵母/ (CFU/mL) ≤	20				GB 4789.15

注: a采样方案应符合GB 4789.1的规定。

## 2.5 净含量及允许短缺量

净含量及允许短缺量应符合JJF 1070的规定。

## 2.6 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 12695 和 GB 14881 的规定。

## 2.7 其它要求

食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定, 污染物限量应符合 GB 2762 的规定, 农药残留限量应符合 GB 2763 的规定, 新食品原料的使用应符合国家相关公告的规定。

## 3 检验

出厂检验项目包括: 感官要求、干物质(固形物)、pH、净含量及允许短缺量、菌落总数、大肠菌群、霉菌、酵母每批必检; 重金属指标和致病菌指标每年外检两次。型式检验按国家相关规定执行。

# Q/XSMG

## 永登苦水兴顺玫瑰花有限公司企业标准

Q/XSMG 0001S—2019

### 玫瑰花提取液

甘肃省食品安全企业标准备案登记章  
备案编号: QB62 0043-2019

2019-01-22 发布

2019-01-22 实施

永登苦水兴顺玫瑰花有限公司 发布

Q/XSMG 0001S—2019

## 前 言

本标准根据GB/T 1.1—2009规定起草。  
本标准由永登苦水兴顺玫瑰花有限公司提出并负责起草。  
本标准主要起草人：王兴顺、赖兴婷  
本标准于2019年01月22日首次发布并实施。

Q/XSMG 0001S—2019

## 目 次

1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 技术要求 .....	1
4 食品添加剂 .....	3
5 生产加工过程中的卫生要求 .....	3
6 检验规则 .....	3
7 标志、包装、运输、贮存 .....	3
8 保质期 .....	4



## 玫瑰花提取液

### 1 范围

本标准规定了玫瑰花提取液的技术要求以及试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输与贮存要求。

本标准适用于以鲜玫瑰花或以食盐腌制的玫瑰花为原料，经加水（1:2）浸泡、蒸馏、冷凝、灭菌或不灭菌、装桶等工序制成的玫瑰花提取液。

### 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，仅所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 2760	食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
GB 2762	食品安全国家标准 食品中污染物限量
GB 4789.1	食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
GB 4789.2	食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
GB 4789.3	食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
GB 4789.4	食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
GB 4789.10	食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.15	食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
GB 4806.7	食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
GB 5009.11	食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12	食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB 5009.237	食品安全国家标准 食品pH值的测定
GB 5461	食用盐
GB 5749	生活饮用水卫生标准
GB 7101	食品安全国家标准 饮料
GB 7718	食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB 14881	食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
GB 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB 29921	食品安全国家标准 食品中致病细菌限量
NY/T1506	绿色食品 食用花卉
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则
	国家质量监督检验检疫总局令第75号《定量包装商品计量监督管理办法》
	国家质量监督检验检疫总局令第123号《食品标识管理规定》



Q/XSMG 0001S—2019

### 3 技术要求

#### 3.1 原料要求

- 3.1.1 玫瑰花：应符合 NY/T 1506 的规定。  
 3.1.2 生产用水：应符合 GB 5749 的规定。  
 3.1.3 食用盐：应符合 GB 5461 的规定。

#### 3.2 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	无色	GB 7101
滋味气味	具有玫瑰特有的香味，无异味。	
组织形态	清亮透明或略带浊度，允许有少量析出物沉淀。	
杂质	正常视力下无可见外来异物。	

#### 3.3 理化要求

应符合表2的规定。

表2 理化要求

项 目	指 标	检测方法
pH 值	4.5~6.5	GB5009.237

#### 3.4 有害物质限量

应符合表3的规定。

表3 污染物限量

项 目	指 标	检测方法
铅（以 Pb 计），mg/L	≤ 0.03	GB 5009.12
总砷（以 As 计），mg/L	≤ 0.03	GB 5009.11

#### 3.5 微生物限量

应符合表4的规定。

表4 微生物限量指标

项 目	指 标				检验方法
	采样方案及限量(若非指定, 以 CFU/mL 表示)				
	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	100	10000	GB 4789.2
大肠菌群	5	1	10	10	GB 4789.3 平板计数法

Q/XSMG 0001S—2019

霉菌	≤	20			GB 4789.15
酵母	≤	20			GB 4789.15
沙门氏菌	5	0	0/25mL	-	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	5	1	100	1000	GB 4789.10 平板计数法

注：样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。

### 3.6 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的要求，按JJF 1070 规定的方法测定。

## 4 食品添加剂

4.1 食品添加剂质量应符合相应的标准和有关规定。

4.2 食品添加剂的品种和使用量应符合GB 2760有关规定。

## 5 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

## 6 检验规则

### 6.1 组批

同一班次、同一条生产线、同一品种、同一规格生产的包装完好的产品为一批。

### 6.2 抽样

从同一批次的产品中随机抽取检验用样品和备用样品，抽样数量为20个包装（总量10kg），12个包装用于检验，8个包装留样。

### 6.3 出厂检验

6.3.1 产品出厂前，应按本标准进行检验，经检验合格后，签发检验合格证（或成品放行单），方可出厂。

6.3.2 出厂检验项目为感官、净含量、pH值、菌落总数、大肠菌群。

### 6.4 型式检验

6.4.1 在正常生产时，每6个月进行一次。有下列情况之一时亦应进行：

- 新产品投入生产时；
- 停产6个月以上恢复生产时；
- 生产主要设备或关键工艺发生变化时；
- 质量监督机构提出要求时。

6.4.2 型式检验项目为技术要求中3.2~3.6全部项目。

### 6.5 判定规则

6.5.1 检验项目全部合格，判该批产品合格。

6.5.2 检验项目如有不合格项（微生物除外），应加倍抽样复检。复检如仍不合格，则判该批产品为不合格。

6.5.3 微生物项目有一项不合格，则判该批产品不合格，不得复检。

## 7 标志、包装、运输、贮存

### 7.1 标志

产品标签应符合GB 7718、GB 28050及《食品标识管理规定》的要求。外包装箱标志应符合GB/T 191的规定。

### 7.2 包装

所用的包装材料应符合GB 4806.7的要求，封口严密，包装牢固。

Q/XSMG 0001S—2019

### 7.3 运输

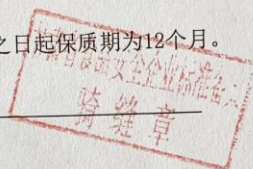
- 7.3.1 运输工具必须清洁、卫生，严禁与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品混贮、混运。
- 7.3.2 搬运时应轻拿轻放，严禁扔摔、撞击、挤压。
- 7.3.3 在运输过程中，必须防止暴晒、雨淋、受潮。
- 7.3.4 在摄氏零度以下运输时，必须有防冻设施。

### 7.4 贮存

产品采用冷藏（1~10℃）方式储存，应离地、离墙，应贮存在阴凉、干燥、通风的库房中防虫、防鼠、防尘设施。不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品同库贮存，不得置。严禁露天堆放、日晒、雨淋。

## 8 保质期

在符合本标准规定的贮运条件下，产品自生产之日起保质期为12个月。



## 附录 B

### B.1 检测方法说明

本检测方法翻译于美国分析化学家协会 (AOAC) 官方方法: 2009.01 食品中的总膳食纤维 (TDF) 检测。包括在 4 份乙醇中不沉淀的抗性淀粉 (RS) 和膳食纤维, 1 份水 (不可释放的可溶性膳食纤维; SDFS) 聚合度 (DP), 将重复的测试部分与胰液-淀粉酶和淀粉葡萄糖苷酶 (AMG) 一起在密封的 250mL 瓶子中在 37°C 在振荡水浴中温育 16 小时, 同时以足够的活力混合以保持连续悬浮。在此步骤中, 通过两种酶的联合作用, 非抗性淀粉溶解并水解成葡萄糖和麦芽糖。通过 pH 调节和临时加热终止反应。样品中的蛋白质用蛋白酶消化。为了测量不溶性膳食纤维和醇沉淀可溶性膳食纤维 (IDF: SDFP) 的质量, 加入乙醇或工业甲基化酒精 (IMS), 捕获不溶性和可沉淀的可溶性膳食纤维, 用乙醇和丙酮, 干燥并称重。其中一个重复的残基分析蛋白质, 另一个分析灰分。通过浓缩回收滤液中的 SDFS, 然后通过离子交换树脂脱盐, 并通过 LC 浓缩和定量。

### B.2 设备:

(a) 磨粉机: 离心式, 带 12 齿转子和 0.5 毫米筛或类似装置。或者, 如果磨机有足够的空气流量或其他冷却方式以避免样品过热, 可将小型实验室样品用于旋风式粉碎机。

(b) 消化瓶: 250mL Duran, 具有塑料盖的玻璃瓶或 250mL 具有聚丙烯盖的聚丙烯瓶。

(c) 烧结坩埚: 布氏烧结盘, Pyrex 60mL, 孔径粗, 美国材料试验协会 (ASTM) 40-60  $\mu\text{m}$ , CorningNo. 36060 或等同物。准备如下:

(1) 在马弗炉中在 525°C 下灰过夜; 在移除坩埚之前将冷却炉冷却至 130°C, 以尽量减少破损。

(2) 用真空除去残留的硅藻土和灰分材料。

(3) 在 2% 的清洁溶液 C (i) 中在室温下浸泡 1 小时。

(4) 用水和去离子水冲洗坩埚。

(5) 最后冲洗时, 使用 15 mL 丙酮并风干。

(6) 将约 1.0g 硅藻土加入干燥的坩埚中, 并在 130°C 下干燥至恒重。

(7) 将坩埚在干燥器中冷却约 1 小时并记录含有硅藻土的坩埚的质量。

(d) 过滤烧瓶: 1L 带侧臂。

(e) 橡胶环适配器: 用于将坩埚与过滤瓶连接。

(f) 真空源: 带调节器的真空泵或吸气器, 可调节真空度。

(g) 水浴: 旋转运动或水平摇动, 带盖的大容量 (20-24 升); 能够保持  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  和  $60 \pm 1^\circ\text{C}$  的温度; 配备自动定时器以进行开关操作或等效。确保在使用的的水浴中摇动或者样品搅拌足以使样品固体保持悬浮状态, 并且在酶消化过程中在消化瓶中没有残留物积累或样品材料环形成。

(h) 电子天平: 精确至 0.0001g。

(i) 烘箱: 机械对流, 设定在  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  和  $130 \pm 3^\circ\text{C}$ 。

(j) 干燥器: 气密性良好, 含  $\text{SiO}_2$  或相当的干燥剂。干燥剂在 130°C 烘箱中每两周干燥一夜。

(k) pH 计。

(1) 移液器和吸头：50-200  $\mu$ L 和 5 mL 容量。

(m) 分配器：

(1) 78%EtOH (或 IMS)，95%乙醇 (或 IMS) 和丙酮， $15 \pm 0.5$  mL；

(2) 缓冲液： $40 \pm 0.5$  mL。

(o) 量筒：500 mL。

(p) 磁力搅拌器和搅拌棒。

(q) 橡皮刮刀。

(r) 马弗炉： $525 \pm 5$  °C。

(s) 玻璃或聚丙烯柱：内径 20 cm  $\times$  2.5 cm；用配件和塑料管夹持离子交换树脂进行填充和排水。

(t) 液相色谱系统：用柱温箱保持 90 °C 的色谱柱温度和 50  $\mu$ L 的注入回路。

色谱柱操作条件：

(1) 柱温：90 °C。

(2) 流动相蒸馏水加 Na<sub>2</sub>CaEDTA (50 mg / L)。

(3) 流速：Sugar-Pak 柱为 0.5 mL / min。系统必须从更高级的麦芽寡糖中分离麦芽糖。运行时间为 30 分钟以确保色谱柱被清除。如果使用尺寸排阻色谱柱，只能使用蒸馏水。系统必须从麦芽三糖中分离麦芽糖[图 2009.01C (a) 和 (b) 以及 2009.01D (a) 和 (b) ]；运行时间为 60 分钟。

(u) 保护柱 (或预柱)：Waters Guard Pak LC 预柱插件 (部件号 WAT015209; Milford, MA, USA) 或同等产品。

(v) LC 柱：选项 1：Waters Sugar-Pak. 6.5  $\times$  300 mm (部件号 WAT085188) 或等同等性能 LC 柱，选择 2：尺寸排阻 LC 柱，串联连接的两个 TSK-Gel 30 cm  $\times$  7.8 mm, G2500PWXL (Sigma Aldrich, St. Louis, MO, USA; 部件号 808020)。含有大量由菊粉水解产生的短链多聚果糖的样品含有三糖低聚糖，其在 SugarPak 色谱柱上与乳糖同样的点进行色谱分析。提出了两种可能的解决方案来处理这些样本。第一种允许使用 D-山梨醇内标的方法是将脱盐的 SDFS 级分的等分试样 (1 mL) 与  $\beta$ -半乳糖苷酶 (300U) 和蔗糖酶 (13U) /  $\alpha$ -葡萄糖苷酶 (150U) 在 100 mM 乙酸钠缓冲液，pH 5.5 中处理 1 小时以将任何乳糖，蔗糖或麦芽糖水解为单糖，从而测量三果糖。或者 SDFS 色谱可以在 2 尺寸排阻液相色谱柱上进行。但是在后一种情况下，由于该色谱在与葡萄糖相同的位置，所以不能提及 D-山梨糖醇内标。

(w) 检测器：示差检测器，检测器温度 50 °C。

(x) 数据积分仪或计算机：用于峰面积测量。

(y) 一次性注射器用过滤器：聚偏二氟乙烯 0.45  $\mu$ m, 13 或 25 mm。

(z) 水过滤器：聚偏二氟乙烯，0.45  $\mu$ m, 47 mm。

(1) 注射器：10 毫升，一次性塑料。

(2) 注射器：Hamilton  $\rightarrow$  710SNR; 100  $\mu$ L。

(3) 旋转蒸发器：Heidolph Laborota4000 或同等产品。

(4) 温度计：量程 150°C。

### B.3 试剂

(a) 95% (v/v) 乙醇或 IMS。-IMS 由乙醇 84.83 (w%), 85.95 (v%) 组成;水 5.66 (w%), 4.52 (v%); 2-丙醇 4.91 (w%), 5.00 (v%); 甲醇 4.60 (w%), 4.52 (v%)。通过将 5 体积 2-丙醇与 95 体积变性乙醇配方 SDA-3A (100 体积 95%乙醇与 5 体积甲醇混合) 混合来制备。

(b) 78%乙醇 (或 IMS): 将 207mL 水放入 1L 容量瓶中, 用 95%乙醇或 IMS 稀释至体积, 混合均匀。

(c) 丙酮: 分析纯级。

(d) 储备 AMG 溶液 (3300 单位/mL, 50%, v/v, 甘油): 溶液粘稠;用于分配使用容积式分配器。AMG 解决方案在 4°C 下保存可稳定长达 5 年。

(e) 泛酰-淀粉酶 (50 单位/mL/AMG (3.4 单位/mL): 在使用前, 立即溶解 0.10g 纯化的猪胰腺  $\alpha$ -淀粉酶 [150,000 单位/g; Ceralpha 法; 2002.01 (32.1.35A)] 在 290mL 马来酸钠缓冲液 (50mM, pH 6.0, 加上 2mM  $\text{CaCl}_2$  和 0.02%叠氮化钠) 中搅拌 5 分钟。

(d) 加入 0.3mL AMG。

(f) 在 50% (v/v) 甘油中的蛋白酶 (50mg/mL; 约 350 酪氨酸单位/mL)。用于分配使用容积式分配器。

(g) 去离子水。

(h) 硅藻土: 酸洗, 预灰化 (Megazyme G-CEL100 或 G-CEL500)。

(i) 清洁溶液: Micro-90 (International Products Corp., Trenton, NJ)。用去离子水制成 2% 的溶液。

(j) 马来酸钠缓冲液: 50mM, pH 6.0 加 2mM  $\text{CaCl}_2$  和 0.02%叠氮化钠。用 1600mL 蒸馏水溶解 11.6 克马来酸, 用 4M (160g/L) NaOH 溶液调节 pH 至 6.0。加 0.6 克氯化钙 ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 和 0.4 克叠氮钠。[注意: 在调节 pH 值之前, 不要添加叠氮钠。叠氮化钠的酸化释放有毒气体。只有在阅读材料安全数据表 (MSDS) 后, 使用适当的个人防护装备和实验室防护罩, 小心处理叠氮化钠和马来酸, 并调整体积到 2L 在 4°C 时稳定 1 年以上。]

(k) Trizma 碱 (Sigma 目录号 T-1503), 0.75M: 将 90.8g Trizma 碱加入约 800mL 蒸馏水中并溶解。将体积调节至 1L, 在室温下稳定 1 年以上。

(l) 乙酸溶液: 2  $\mu$ M。将 115mL 冰醋酸 (Fluka 45731) 加入到 1L 容量瓶中。用蒸馏水稀释至 1L。

(m) pH 标准: 在 pH 4.0, 7.0 和 10.0 的缓冲溶液。

(n) LC 保留时间标准: 具有低聚糖 ( $\text{DP} \geq 3$ ) 玉米糖浆固体 (DE 25; Matsutani Chemical Industry Co., Ltd, Itami City, Hyogo, Japan; www.matsutani.com) 的分布的标准来源, 由 LC 分析。将 2.0g 寡糖混合物和 0.50g 麦芽糖溶于去离子水中并转移至 100mL 容量瓶中。吸取 10 mL 内标, C (p)。用 0.02% 叠氮化钠溶液 C (t) 稀释至体积。将溶液转移至 100mL 聚丙烯瓶中。在室温下稳定 1 年。当使用尺寸排阻色谱法时, 山梨糖醇被相同质量的二甘醇代替。或者二甘醇可用于两种体系 (目前研究中未使用)。

(1) m-1, 25g Amberlite FPA53 (OH<sup>-</sup>) 树脂 (Rohm and Haas SAS, Paris, France), 离子交换容量 (R)

(2) 将 m-2, 25g Ambersep 200 (H<sup>+</sup>) 树脂或等价物 (Rohm and Haas SAS) 混合在一起, 然后在使用并填充在列 B (s) 中, 用于分析每个测试部分。转换的树脂应满足以下规格: 离子交换容量 (由制造商提供的 R-H 交换容量数据) 1.6meq /mL (min), pH 4-7。在将两种树脂混合并包装成柱之前, 用 H<sub>2</sub>O 将每种树脂清洗干净。m-1 的 pH 值为 7-8, m-2 的 pH 值为 4-7。注意: 如果使用 Amberlite 200C “Na 型” 树脂通过在 5L 烧杯中混合 500mL 树脂与 2L 1M HCl 而转化为 H<sup>+</sup>形式。偶尔搅拌悬浮液 1 小时, 使树脂沉降, 然后倾析上清液。加入 4 升蒸馏水或去离子水, 5 分钟旋转, 使树脂沉降, 然后倾析上清液。将树脂倒入过滤器上的尼龙滤布上, 用蒸馏水或去离子水清洗树脂几次, 直到 pH 值为 4-7。所购买的 Amberlite FPA53 树脂在发货前已经转换为 OH 形式, 并可随时使用。如果使用替代树脂, 通过制备由 1 mL 100mg/mL 内标和 2.5mL, 10mg/mL 低聚果糖稀释至 10 mL 组成的测试溶液, 确定碳水化合物不被树脂保留。继续 H (b)。内标物和低聚糖的回收率应与注入液相体统的溶液相匹配。

## B. 4 样品测试

### B. 4.1 测试样品的制备

收集和准备要测试的样品: 即烘烤混合物应准备和烘烤, 意大利面应煮熟等。如果脂肪含量 >10%, 根据 985.29 (45.4.07) 进行脱脂。对于高湿度样品 (>25%), 可能需要冷冻干燥。在研磨机 B (a) 中研磨约 50g, 以通过 0.5mm 的筛子。将所有材料转移到广口塑料瓶中, 密封, 并通过摇动和翻转混合均匀, 存放在干燥剂存在的条件下储存。

### B. 4.2 酶纯度

为了确保不存在不希望的酶活性和期望的酶活性的有效性, 每次酶批次变化或最多 6 个月的间隔

### B. 4.3 样品的酶消化

(a) 空白: 每次检测时, 连同样品一起运行两个空白以测量从试剂到残留物的任何贡献。

(b) 样品:

(1) 将样品重复一份, 将  $1.000 \pm 0.005$ g 样品准确地放入 Duran 玻璃瓶中。

(2) 添加酶: 用 1.0mL 乙醇 (或 IMS) 湿润样品并向每个瓶中添加 40mL 胰腺-淀粉酶/AMG 混合物 C (e)。盖上瓶子。将瓶子转移到格兰特 OLS 200 摇动孵育槽 (或类似的) 中, 并将瓶子与弹簧放在振动筛框架中固定。

(3) 与胰腺-淀粉酶/AMG 一起孵育: 以 150 转/分钟 (轨道运动) 或相关速率孵育反应溶液以确保在 37°C 下倒置振荡器中正好 16 小时

(4) 调节 pH 至约 8.2 (pH7.9-8.4); 淀粉酶和 AMG 的失活 16 小时后, 从振荡水浴中取出所有样品瓶并立即加入 3.0 mL 0.75M Trizma 碱溶液终止反应。同时, 如果只有一个摇床, 可以将摇动培养浴的温度升高到 60°C, 以便进行蛋白酶孵育步骤。稍微松开样品瓶的盖子, 将瓶子置于 95-100°C 的水浴中 (非摇动), 孵育 20 分钟, 偶尔用手摇动。使用温度计, 确保瓶内容物的最终温度 > 90° C (检查一瓶是否

足够)。

(5) 冷却: 从热水浴中取出所有样品瓶(使用适当的手套)并冷却至约 60°C。

(6) 蛋白酶处理: 用正排量分配器(溶液是粘稠的)加入 0.1mL 蛋白酶溶液 C (f), 在 60°C 孵育 30 分钟。

(7) 调节 pH 值: 向每个瓶中加入 4.0mL 2M 乙酸并混合, 最终 pH 约为 4.3。

#### B. 4. 4 确定 IDF: SDFP

(a) 高分子量可溶性膳食纤维(HMW SDF)的沉淀, 向每个样品中加入 10mL 10mg/mL 内标溶液 C (q); 然后加入 95% (v/v) EtOH (或 IMS) 227.5mL (在室温下测量) C (a), 预热至 60°C, 并充分混合, 让沉淀在室温下保持 60 分钟。

(b) 过滤装置: 包含 0.1mg 硅藻土的皮重坩埚, 用洗涤瓶中的 15mL 78% (v/v) EtOH (或 IMS), C (b) 湿润和重新分配坩埚中的 Celite 床。在坩埚上施加吸力, 将硅藻土作为均匀的垫子吸到多孔玻璃上。

(c) 过滤: 使用真空, 通过坩埚过滤沉淀的酶消化物 G (a)。使用 78% (v/v) EtOH 或 IMS C (b) 的洗瓶, 将所有剩余的颗粒定量转移到坩埚中。分别保留滤液和洗涤液 (c) 和 (d) 以测定低分子量可溶性膳食纤维 (SDFP) H (a)。

(d) 洗涤: 使用真空, 依次用两份 15mL 的以下物质洗涤残留物: 78% (v/v) EtOH 或 IMS; 95% (v/v) EtOH 或 IMS 丙酮。

(e) 含有残留物的坩埚在 105°C 烘箱中干燥过夜。

(f) 冷坩埚: 在干燥器中冷却约 1 小时, 称取含膳食纤维残渣和包含 0.1mg 的硅藻土的坩埚, 为了获得残余物质量, 减去皮重, 即干坩埚和硅藻土的重量。

(g) 蛋白质和灰分测定: 分析一个坩埚中的蛋白质残留物和灰烬中第二个残留物, 使用凯氏定氮法或燃烧方法对残留物进行蛋白质分析。(使用燃烧分析仪检测残留物中的蛋白质时要小心, 从样品中挥发出来的硅藻土会堵塞装置的传输线。)对所有情况使用 6.25 因子来计算毫克蛋白质。对于灰分分析, 在 525°C 焚烧第二个残渣 5 小时。在干燥器中冷却并称重至 0.1mg。减去坩埚和硅藻土重量以确定灰分。

#### B. 4. 5 确定 SDFP

注意: 正确的去离子是获得 SDFP 质量色谱数据的重要部分。为了了解 SDFP 色谱图中盐峰的出现, 将 10mg 氯化钠溶解于 10mL 10mg/mL LC 内标物 C (q) 中, 并在“转移至 10 mL 一次性溶液注射器”。为确保使用的树脂具有足够的去离子能力, 将 50mg 氯化钠溶于 10mL 去离子水中。加入 10mL 10mg/mL LC 内标, C (q), 然后进行 (b) “定量转移至色谱柱”。该溶液的液相色谱图在与 DP <3 的碳水化合物相对应的时间范围内应该不显示峰。

(a) 滤液回收, 去离子和液相色谱分析。将样品副本 G (d) 中的滤液放在一边, 以防万一泄漏或需要重复的 LMWDF 数据。将另一份样品的约一半滤液 G (d) 转移至 1L 蒸发器烧瓶中, 并用旋转蒸发器浓缩至 50°C 时接近干燥, 重复剩余一半的滤液。

(b) 样品的去离子: 将残留物溶解在约 20mL 去离子水中, 如果计划在去离子之前储存过夜, 则将其定



量转移到可密封的容器中。定量转移至含 25g 的柱 (25cm×2.5cm id) C (o) 中, 充分混合 Amberlite FPA 53 (OH<sup>-</sup>), C (o)

(1) 和 Ambersep 200 (H<sup>+</sup>), 在使用前制备的 C (o)

(2) 收集洗脱液 (以 0.5-2mL/min 的同样速率洗脱) 至 500mL 圆底旋转蒸发器烧瓶中。用 200 mL 去离子水以 0.5-2.0 mL/min 的同样速率继续洗脱萃取液。在 50℃ 下蒸发至接近干燥。

(c) 制备 LC 和 LC 分析样品: 将浓缩物定量转移至 10 mL 容量瓶 (使用几毫升去离子水冲洗瓶), 用去离子水稀释至体积 (10mL)。将 10mL 容量瓶中的内容物转移到 10mL 一次性注射器 B (bb) 中, 并通过 0.45 μm 过滤器 B (y) 过滤。使用 100mL LC 玻璃注射器 B (cc) 填充 LC, B (t) 上的 50 μL 注射环。重复执行此分析。

(d) 确定 D-葡萄糖的响应因子: 因为 D-葡萄糖提供相当于构成 SDFP 的不易消化低聚糖的响应因子的 LC RI 响应, 所以使用 D-葡萄糖校准 LC, 并且响应因子是用于确定 SDFP 的质量。使用 100 μL LC 注射器 B (cc) 填充每个标准内标/D-葡萄糖溶液 C (r) 的 50 μL 注射环, 一式三份注射。

(1) 内标法: 从三个色谱图中获得 D-葡萄糖和内标峰面积的值, 通过比较内标 (y 轴) 的 D-葡萄糖/峰面积的峰面积与 D-葡萄糖的质量/内标 (x 轴) 的质量的比率得到的斜率的倒数是响应因子。确定平均响应因子 (D-山梨醇通常为 0.91, 二甘醇为 0.73)。

$$\text{响应因子 (Rf)} = (\text{PA-IS}) / (\text{PA-Glu}) \times (\text{Wt-Glu} / \text{Wt-IS})$$

其中 PA-Glu=D-葡萄糖峰面积;

PA-IS=D-葡萄糖峰面积;

Wt-Glu=标准中 D-葡萄糖的质量;

Wt-IS=标准中内标的质量。

(2) 外标法: 从三个色谱图中获得 D-葡萄糖峰面积的值。确定平均响应因子:

$$\text{响应因子 (Rf)} = (\text{Wt-Glu}) / (\text{PA-Glu})$$

其中 PA-Glu =D-葡萄糖峰面积;

Wt-Glu =标准品中 D-葡萄糖的质量。

(e) 校准 LMWSDF 要测量的色谱图区域: 使用 100 μL LC 注射器 B (cc) 填充 50 μL 注射环, 保留时间标准为 C (n)。一式两份注入。确定 DP2 和 DP3 低聚糖 (二糖蔗糖和麦芽糖对较高级寡糖) 的分界点。见图 2009.01C (a) 和 (b) 以及 2009.01D (a) 和 (b)。

(f) 确定样品提取物色谱图中 SDFP (PA-SDFP) 和内标 (PA-IS) 的峰面积: 在 LC 系统上注入样品提取物 H(c)。记录 DP 大于 DP2/DP3 分界点的所有峰的面积 PA-SDFP。将内部标准的峰面积记录为 PA-IS。

## B.5 计算

### B.5.1 IDF 的计算: SDFP

(1) 空白(B, mg)测定。

$$B = [(BR1 + BR2)] / 2 - P_B - A_B$$

其中 BR1 和 BR2 分别表示重复空白测定的残基质量 (mg);

$P_B$  和  $A_B$  分别表示在第一和第二空白残基上测定的蛋白质和灰分的质量 (mg)。

(2) IDF: SDFP。

$$\text{IDF: SDFP (mg/100g)} = [(R1 + R2)/2 - P - A - B] / (M1 + M2)/2 \times 100$$

其中  $R1$  = 来自  $M1$  的残渣质量 1, 以 mg 计;

$R2$  = 来自  $M2$  的残渣质量 2, 以 mg 计;

$M1$  = 测试部分质量 1, 单位 g;

$M2$  = 测试部分质量 2, 单位 g;

$A$  = 来自  $R1$  的灰分质量;

$P$  = 来自  $R2$  的蛋白质量。

### B. 5. 2 SDFP 的计算

(1) 内部标准方法。

$$\text{SDFP (mg/100g)} = R_f (W_t - IS, \text{mg}) \times (PA - \text{SDFP}) / (PA - IS) \times 100 / M$$

其中  $W_t - IS$  是吸入样品滤液中的 10mL 内标溶液中含有的 mg 内标;

$PA - \text{SDFP}$  是低分子量可溶性膳食纤维的峰面积;

$PA - IS$  是内标的峰值区域;

$M$  是浓缩滤液并通过 LC 分析的样品的测试部分质量  $M1$  或  $M2$ 。

(2) 外部标准方法。

$$\text{SDFP (mg/100g)} = R_f \times (PA - \text{SDFP}) \times 100 / M$$

其中  $PA - \text{SDFP}$  是低分子量可溶性膳食纤维的峰面积;

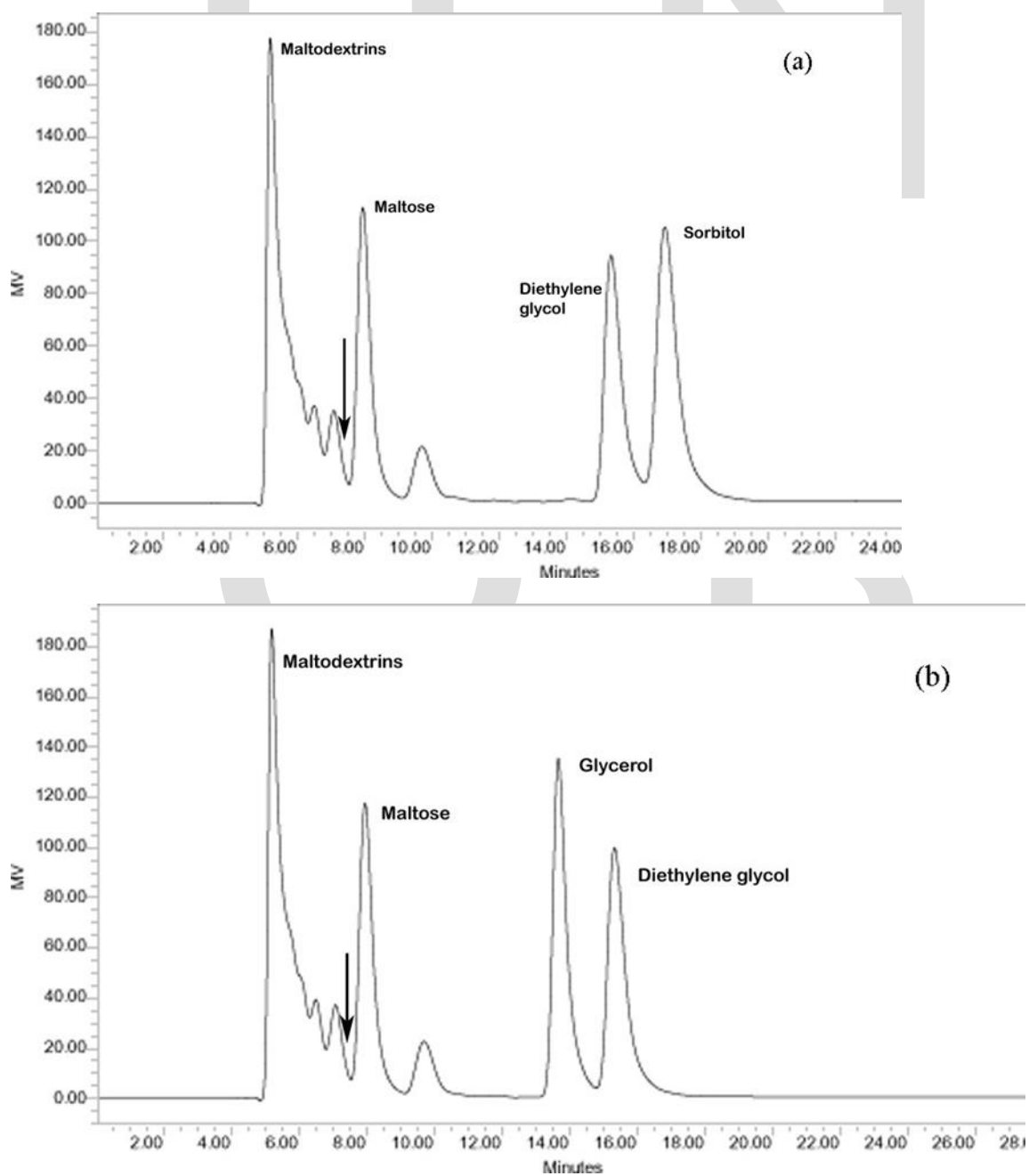
$M$  是浓缩滤液并通过 LC 分析的样品的测试部分质量  $M1$  或  $M2$ 。

### B. 5. 3 总膳食纤维的计算

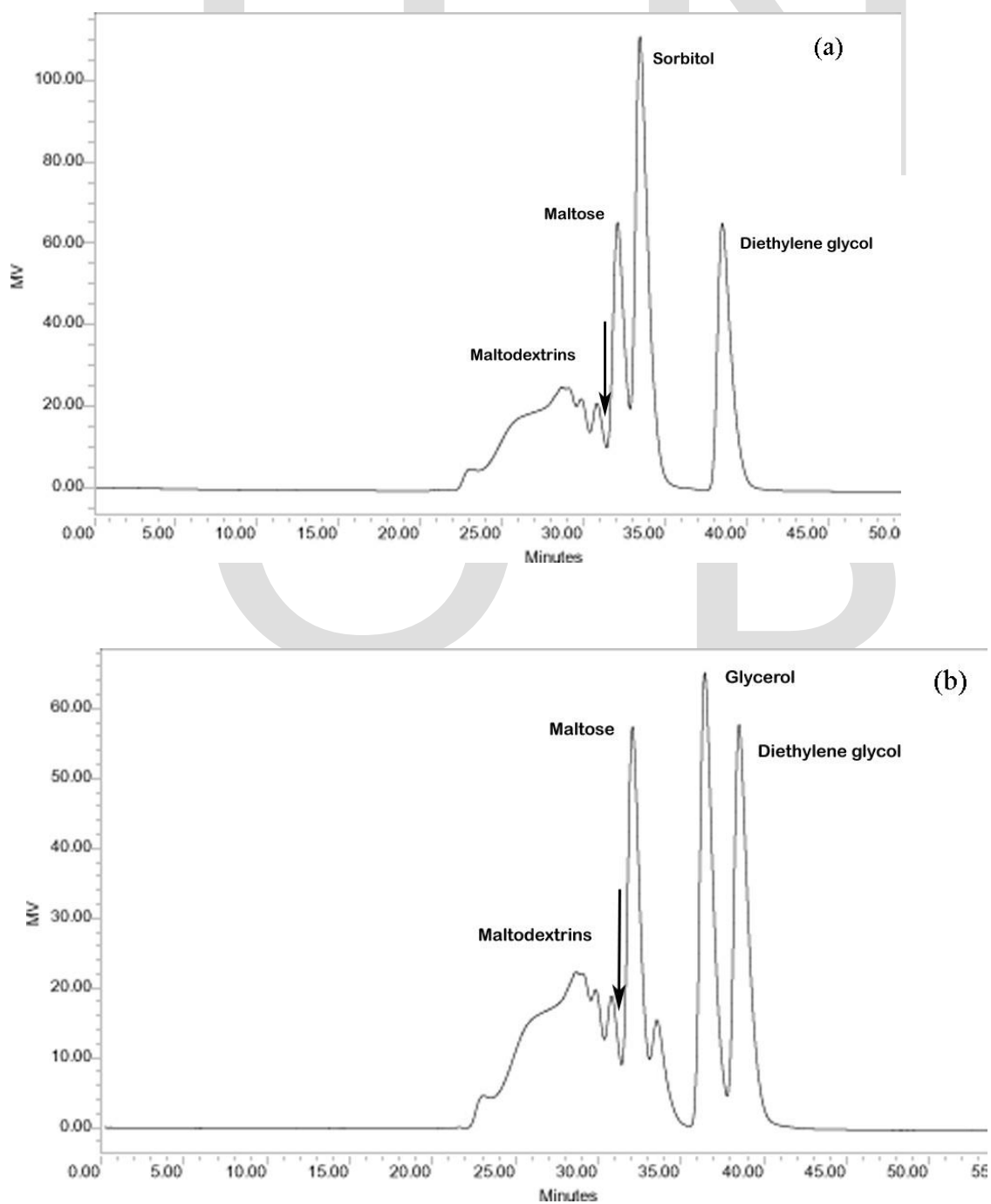
$$\text{TDF, \%} = (\text{IDF: SDFP} + \text{SDFP}) / 1000$$

## B.6 资料性附图

B6.1 图 2009.01C: 麦芽糖糊精、麦芽糖、二甘醇和 (a) D-山梨糖醇的混合物的色谱和 (b) 在 Waters Sugar-Pak 柱上的甘油。箭头显示 DP 2 (麦芽糖) 和 DP 3 (更高麦芽糖糊精) 之间的分界线。



B. 6. 2 图 2009. 01D: 麦芽糖糊精、麦芽糖、二甘醇和 (a) D-山梨糖醇的混合物的色谱和 (c) 在两个 TSK-凝胶过滤柱 (G2500PWXL) 上串联甘油。 箭头显示 DP2 (麦芽糖) 和 DP3 (更高麦芽糖糊精) 之间的分界线。



H N

Q B

## 编制说明

本标准适用于以低聚木糖、低聚果糖、低聚异麦芽糖、低聚半乳糖的两种或两种以上为主要原料，添加或者不添加玫瑰花（重瓣红玫瑰）提取液、菊粉、柠檬酸、聚葡萄糖的一种或者几种，经配料、混合搅拌、杀菌、过滤、包装而成的复合膳食纤维饮品。根据《中华人民共和国食品安全法》和《中华人民共和国标准化法》的有关规定，参照 GB 7101《食品安全国家标准 饮料》要求制订本企业标准，作为组织生产、质量控制和监督检查依据。

本标准中铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

河南益常青生物科技有限公司

H N

Q B