

ICS 67.060
X 11
备案号: 16292—2005

LS

中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 3301—2005

可溶性大豆多糖

Soluble soybean polysaccharide

2005-07-19 发布

2005-09-01 实施

国家粮食局 发布

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》规定的结构、技术要素及表达规则制定。本标准规定了可溶性大豆多糖的分类、特征指标和质量指标；参考有关大豆制品卫生标准，结合实际测定数据规定了卫生指标。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准由国家粮食局标准质量中心提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：南京财经大学食品科学与工程学院。

本标准主要起草人：鞠兴荣、袁建、汪海峰。

本标准为首次发布。

可溶性大豆多糖

1 范围

本标准规定了可溶性大豆多糖的术语和定义、分类、质量要求、检验方法、检验规则、标识及包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以大豆或大豆粕为原料加工的可溶性大豆多糖。

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 4789.2 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定
- GB/T 4789.3 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定
- GB/T 4789.4 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB/T 4789.5 食品卫生微生物学检验 志贺氏菌检验
- GB/T 4789.10 食品卫生微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
- GB/T 4789.15 食品卫生微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB/T 5009.1 食品卫生检验方法 理化部分 总则
- GB/T 5009.3 食品中水分的测定
- GB/T 5009.4 食品中灰分的测定
- GB/T 5009.5 食品中蛋白质的测定
- GB/T 5009.6 食品中脂肪的测定
- GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定
- GB/T 5009.12 食品中铅的测定
- GB/T 5492 粮食、油料检验 色泽、气味、口味鉴定法
- GB 7718 预包装食品标签通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准：

3.1

可溶性大豆多糖 soluble soybean polysaccharide

以大豆或大豆粕为原料，经脱脂、提取、纯化、灭菌、干燥等工艺生产的，由半乳糖、阿拉伯糖、半乳糖酸、鼠李糖、海藻糖、木糖以及葡萄糖等分子通过 1,4-糖苷键、1,6-糖苷键相连而成的水溶性多糖类物质，也可称为可溶性大豆膳食纤维。

3.2

A 型可溶性大豆多糖 soluble soybean polysaccharide-A

水溶液粘度值低(10%水溶液下，粘度值 10 mPa·s ~30 mPa·s)的可溶性大豆多糖。

3.3

B 型可溶性大豆多糖 soluble soybean polysaccharide-B

水溶液粘度值较低(10%水溶液下，粘度值 30 mPa·s ~100 mPa·s)的可溶性大豆多糖。

3.4

pH 值 pH value

产品水溶液的酸碱度。以配制成 1% 水溶液时所测得的溶液 pH 值表示。

3.5

粘度 viscosity

产品水溶液的抗流动性。以配制成 10% 的水溶液时在 20℃ 下所测得的粘度值表示。

3.6

透明度 diaphaneity

产品水溶液的透明程度。以配制成 3% 的水溶液时,在 610 nm 波长下用 1 cm 比色皿测得的透光率表示。

4 分类

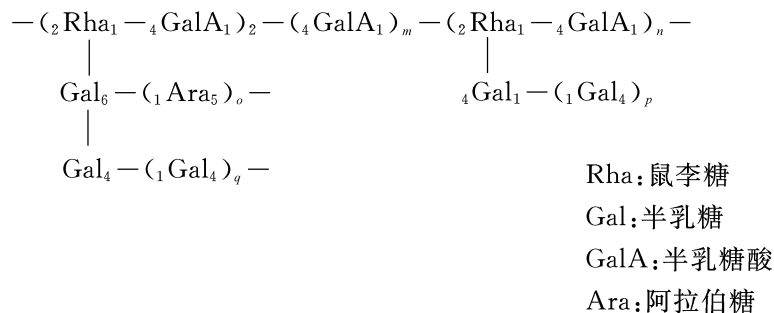
根据粘度及可溶性多糖含量,可溶性大豆多糖产品分为两类:

- A 型(低粘度型)可溶性大豆多糖:粘度值低于 30 mPa·s,可溶性多糖含量不低于 60%;
- B 型(中低粘度型)可溶性大豆多糖:粘度值在 30 mPa·s~100 mPa·s 之间,可溶性多糖含量不低于 70%。

5 质量要求

5.1 成分特征

可溶性大豆多糖产品主成分的化学结构为:



A 型可溶性大豆多糖的分子质量范围为 2 000 u~10 000 u、15 000 u~35 000 u、100 000 u~300 000 u。

B 型可溶性大豆多糖的分子质量范围为 2 000 u~10 000 u、15 000 u~35 000 u、400 000 u~600 000 u。

5.2 质量指标

可溶性大豆多糖质量指标见表 1。

表 1 可溶性大豆多糖质量指标

项 目	质 量 指 标	
	A 型(低粘度型)	B 型(中低粘度型)
色泽、外观	白色至微黄色、粉末状	
气味、滋味	气味、滋味正常,无异味	
水分/(%)	≤	7.0
粗蛋白质(以干基计)/(%)	≤	8.0
粗灰分(以干基计)/(%)	≤	10.0

表 1 (续)

项 目	质 量 指 标		
	A 型(低粘度型)	B 型(中低粘度型)	
粗脂肪/(%)	≤	0.5	
可溶性多糖/(%)	≥	60.0	70.0
粘度(10%水溶液, 20±0.5℃)/mPa·s		<30	30~100
成胶性(10%水溶液)		煮沸后冷却至 4℃时, 不形成凝胶	
pH 值(1%水溶液)		5.5±1.0	
透明度/(%)	≥	40	

5.3 卫生指标

可溶性大豆多糖卫生指标见表 2。

表 2 可溶性大豆多糖卫生指标

项 目	卫 生 指 标	
菌落总数/(cfu/g)	≤	500
大肠菌群/(MPN/100 g)	≤	30
致病菌(指肠道致病菌和致病性球菌)		不得检出
霉菌和酵母菌总数/(cfu/g)	≤	50
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	0.5
铅(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	1.0

6 检验方法

6.1 色泽、外观、气味、滋味检验

按 GB/T 5492 执行。

6.2 水分测定

按 GB/T 5009.3 执行。

6.3 粗蛋白质含量测定

按 GB/T 5009.5 执行。

6.4 粗灰分含量测定

按 GB/T 5009.4 执行。

6.5 粗脂肪含量测定

按 GB/T 5009.6 执行。

6.6 可溶性多糖含量测定

按附录 A 执行。

6.7 菌落总数测定

按 GB/T 4789.2 执行。

6.8 大肠菌群测定

按 GB/T 4789.3 执行。

6.9 致病菌检验

按 GB/T 4789.4、GB/T 4789.5、GB/T 4789.10 执行。

6.10 霉菌和酵母菌总数检验

按 GB/T 4789.15 执行。

6.11 总砷含量测定

按 GB/T 5009.11 执行。

6.12 铅含量测定

按 GB/T 5009.12 执行。

6.13 粘度测定、成胶性测定、pH 值测定及透明度测定

按附录 B 执行。

6.14 产品分子质量分布范围测定

按附录 C 执行。

7 检验规则

7.1 抽样

可溶性大豆多糖抽样方法按照 GB/T 5009.1 的要求进行。

7.2 出厂检验

按本标准 5.2 的规定对每批产品检验。

7.3 型式检验

7.3.1 遇有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 常年连续生产的每年至少进行一次;
- 当原料、设备、工艺有较大变化可能影响产品质量时;
- 质量监督部门提出要求时。

7.3.2 型式检验按本标准第 5 章规定进行。

8 标识

可溶性大豆多糖产品的标识除了应符合 GB 7718 的规定外,还应符合以下条款。

8.1 产品名称

8.1.1 凡标识“可溶性大豆多糖”的产品均应符合本标准。

8.1.2 以转基因大豆为原料生产的产品,必须在标签中注明:“本产品的原料来自转基因大豆”。

8.2 原产国

应注明产品原料的生产国名。

9 包装、运输及贮存

可溶性大豆多糖的包装应使用符合卫生要求的包装材料或容器,包装应完整、无破损、无污染。

应使用符合卫生要求的工具、容器运送,运输中应注意防止日晒、雨淋、污染和标签脱落。

可溶性大豆多糖应贮存于清洁、干燥、阴凉处。不得与有害、有毒物品混贮。

附 录 A
(规范性附录)
可溶性多糖含量的测定

A.1 试剂

所有试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

A.1.1 95%乙醇。

A.1.2 丙酮。

A.1.3 85%乙醇溶液:量取 895 mL 95%乙醇于 1 000 mL 容量瓶中,用水定容。

A.1.4 78%乙醇溶液:量取 821 mL 95%乙醇于 1 000 mL 容量瓶中,用水定容。

A.1.5 α -淀粉酶(热稳定型)溶液:取 α -淀粉酶(热稳定型)配制成(10 000 \pm 1 000) U/mL 溶液,0 $^{\circ}$ C \sim 5 $^{\circ}$ C 保存。

A.1.6 蛋白酶溶液:以新配制的 MES-Tris 试剂配制成 50 mg/mL 酶溶液,酶活力为 300 U/mL \sim 400 U/mL,0 $^{\circ}$ C \sim 5 $^{\circ}$ C 保存。

A.1.7 淀粉葡萄糖苷酶溶液:2 000 U/mL \sim 3 300 U/mL,0 $^{\circ}$ C \sim 5 $^{\circ}$ C 保存。

A.1.8 MES-Tris 缓冲溶液:称取 19.52 g 2-N-吗啉代乙磺酸(MES)、12.2 g 三羧甲基氨基甲烷(Tris)于 1 700 mL 水中,24 $^{\circ}$ C 下,以 6 mol/L 氢氧化钠调 pH 至 8.2,加水定容至 2 000 mL。

A.1.9 0.6 mol/L 盐酸溶液:吸取 93.5 mL 6 mol/L 盐酸溶液,加水稀释至 1 000 mL。

A.1.10 硅藻土: Celite C-211,酸洗。

A.2 仪器

除常规实验室仪器外,还包括以下仪器设备:

A.2.1 过滤坩埚:孔号 2,孔径 40 μ m \sim 60 μ m, 525 $^{\circ}$ C 下灼烧过夜,室温下在 2%洗液中浸泡 1 h,水洗后依次以蒸馏水及 15 mL 丙酮洗涤,吹干。加入大约 1.0 g 硅藻土后置 130 $^{\circ}$ C 烘箱中干燥至恒量(m_0 ,准确至 0.1 mg)。

A.2.2 真空系统:包括真空泵、抽滤瓶等。

A.2.3 恒温烘箱:105 $^{\circ}$ C、130 $^{\circ}$ C。

A.2.4 高温炉:525 $^{\circ}$ C \pm 3 $^{\circ}$ C。

A.2.5 水浴锅。

A.2.6 磁力搅拌器。

A.2.7 pH 计:用 pH4.0、pH7.0、pH10 的缓冲溶液校准。

A.3 操作方法

称取 1.000 g \pm 0.005 g 样品两份,分别置于两只 500 mL 高型烧杯中,加入 40 mL pH8.2 的 MES-Tris 缓冲溶液,充分搅匀以使样品完全分散。

加入 50 μ L 热稳定型 α -淀粉酶溶液,用铝箔覆盖(或加盖表面皿)后置于 95 $^{\circ}$ C \sim 100 $^{\circ}$ C 水浴中,连续低速搅拌并保温 30 min。取出冷却至 60 $^{\circ}$ C,刮下烧杯壁上的胶状物,并用 10 mL 水冲洗烧杯壁。

加入 100 μ L 蛋白酶溶液,用铝箔覆盖(或加盖表面皿)后置于 60 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C 水浴中,连续搅拌并保温 30 min。

加入 5 mL 0.6 mol/L 盐酸溶液,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液和 1 mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 4.0 \sim 4.7(60 $^{\circ}$ C)。

加入 300 μL 淀粉葡萄糖苷酶溶液,用铝箔覆盖(或加盖表面皿)后继续搅拌,60 $^{\circ}\text{C}$ 下保温 30 min。

用 3 mL 水湿润过滤坩埚中的硅藻土,并用抽滤装置将硅藻土抽成均匀的一层。保持抽气,将酶消化液转移至坩埚中抽滤,以 10 mL 70 $^{\circ}\text{C}$ 水洗涤烧杯、残渣两次。合并滤液并转移至预先称量的 500 mL 高型烧杯中,称量并记录滤液体积。

加入 4 倍于滤液体积并预热至 60 $^{\circ}\text{C}$ 的 95% 乙醇,或用水将滤液调整至总质量为 80 g 后,加入 320 mL 60 $^{\circ}\text{C}$ 的 95% 乙醇,室温静置 1.0 h。

用 15 mL 78% 乙醇溶液湿润已恒量的过滤坩埚(m_0)中的硅藻土,并用抽滤装置将硅藻土抽成均匀的一层。将经醇处理的酶消解液定量转移至过滤坩埚,抽滤;依次用 15 mL 78% 乙醇溶液、95% 乙醇、丙酮洗涤两次,将含有残留物的坩埚置于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥过夜,冷却后称量(m_1),准确至 0.1 mg。

按 GB/T 5009.5 分析其中一份残留物中蛋白质残留质量(m_3)(以毫克计)。

另外一份置于 525 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 5 h。置于干燥器中冷却至室温后称量(m_4),准确至 0.1 mg。

按上述同样步骤进行空白实验。

A.4 结果计算

可溶性多糖(SPS)的含量 X 以质量分数计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按下列公式计算:

$$X = \frac{m_2 - m_3 - m_5 - (m'_2 - m'_3 - m'_5)}{m} \times 100$$

式中:

m_2 ——两份样品测定时残留物质量($m_1 - m_0$)的平均值¹⁾,单位为 mg;

m_3 ——样品残留物中的蛋白质质量,单位为 mg;

m_5 ——样品残留物中灰分的质量($m_4 - m_0$),单位为 mg;

m'_2 ——空白实验残留物质量的平均值,单位为 mg;

m'_3 ——空白实验残留物中的蛋白质质量,单位为 mg;

m'_5 ——空白实验残留物中灰分的质量,单位为 mg;

m ——两份样品质量的平均值,单位为 mg。

计算结果保留三位有效数字。

1) 如两份样品酶处理后的残留物质量($m_1 - m_0$)相差超过 20 mg,需要重新取样测定。

附 录 B

(规范性附录)

可溶性大豆多糖粘度、成胶性、pH 值及透明度的测定方法

B.1 试剂

蒸馏水。

B.2 仪器

B.2.1 恒温水浴。

B.2.2 旋转粘度计:量程 $10 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 1 \times 10^5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$,精度 $\pm 1\%$ (满量程)。

B.2.3 pH 计:精度 0.05。

B.2.4 分光光度计。

B.3 操作方法

B.3.1 粘度测定

称取 20.00 g 样品,加入到 180.0 mL 水中,搅拌均匀,制成 10% 的样品溶液。

将待测溶液置于 20℃ 的恒温水浴中,使样液恒温至 $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

用旋转粘度计测定样液粘度,并记录粘度值。

B.3.2 成胶性测定

将测定过粘度后的样品液加热至 100℃ 后,缓慢冷却至 4℃,观察其是否成凝胶状(需要时可用玻棒轻轻搅拌后观察)。

B.3.3 pH 值测定

称取 1.00 g 样品,加入到 99.0 mL 水中,搅拌均匀,制成 1.0% 的样品溶液。

用 pH 计测定样液 pH 值。

B.3.4 透明度测定

称取 3.00 g 样品,慢慢加入到 97 mL 水中,搅拌均匀,制成 3.0% 的样品溶液。

以蒸馏水调零,用 1 cm 比色皿,在 610 nm 波长下测定透光率。

B.4 结果计算

样品测定两次,取平均值。

粘度测定时,双试验误差 $\leq 2 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

pH 值测定时,双试验误差 ≤ 0.5 。

透光率测定时,双试验误差 $\leq 2\%$ 。

附录 C

(规范性附录)

可溶性大豆多糖的鉴定——主要组成分子质量分布范围的测定

C.1 试剂

C.1.1 0.1 mol/L 磷酸二氢钠缓冲溶液:以 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8。

C.1.2 标准分子质量对照品:普鲁兰多糖(shodex standard P-82,昭和电工株式会社), P-5(MW 5 900 u)、P-50(MW 47 300 u)、P-100(MW 112 000 u)、P-400(MW 404 000 u)、P-800(MW 788 000 u)。

C.1.3 标准分子质量溶液:分别称取标准分子质量对照品(C.1.2)10.0 mg,加 0.1 mol/L 磷酸二氢钠缓冲溶液(C.1.1)稀释至 10 mL。

C.2 仪器

高效液相色谱仪,附示差折光检测器。

C.3 操作方法

C.3.1 样品处理

称取试样 1.0 g,加 0.1 mol/L 磷酸二氢钠缓冲溶液(C.1.1)99 mL,溶解,混匀,通过微孔滤膜 0.4 μm 过滤,滤液供高效液相色谱分析用。

C.3.2 测定

C.3.2.1 高效液相色谱分析参考条件

色谱柱:TSK-gel G5000PW^{XL} 7.5 mm \times 300 mm,或满足条件的其他凝胶柱。

流动相:0.1 mol/L 磷酸二氢钠缓冲溶液(pH6.8)。

流速:0.6 mL/min。

检测器:示差折光检测器(RID)。

色谱柱温度:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

检测器温度:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

可根据实验情况调整分离条件。

C.3.2.2 标准曲线

分别取 20 μL 标准分子质量溶液(C.1.3)注入液相色谱仪,进行高效液相色谱分析,记录色谱峰保留时间,以 $\lg(\text{MW})$ 对保留时间作标准曲线(见图 C.1)。

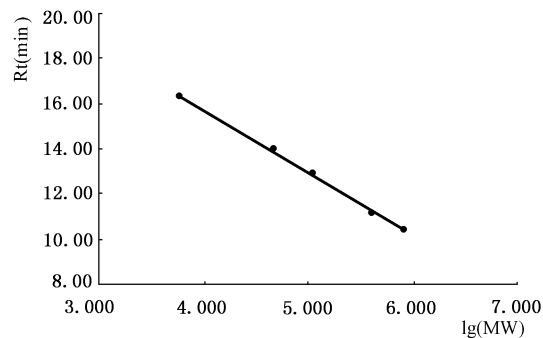


图 C.1 分子量测量标准曲线示意图

C.3.2.3 样品测定

在相同条件下,取 10 μL 样品处理液(C.3.1)注入液相色谱仪,进行高效液相色谱分析,记录色谱峰保留时间,根据保留时间从标准曲线上查出各峰的分子质量(见图 C.2)。

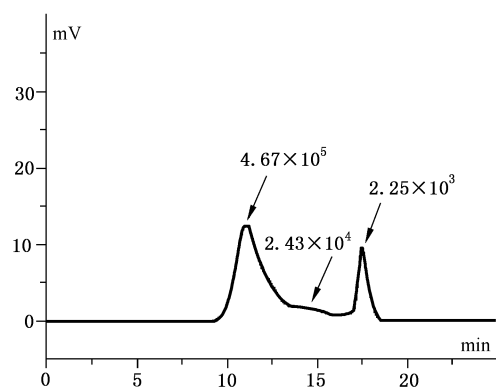


图 C.2 大豆多糖体高效液相色谱分析示意图