

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230119

格莱克牌低聚果糖低聚木糖壳寡糖颗粒

【原料】 低聚果糖、低聚木糖、壳寡糖

【辅料】 麦芽糊精、玉米淀粉

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、包装等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 药品包装用复合膜、袋应符合YBB00132002的规定。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	淡黄色颗粒，色泽一致
滋味、气味	具本产品特有滋味、气味，无异味
性状	颗粒应干燥，疏松
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 无

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
水分，%	≤7.0	GB 5009.3
溶化性	轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
粒度	不能通过一号筛与能通过五号筛的总和不得超过15%	《中华人民共和国药典》
灰分，%	≤1.5	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17

【微生物指标】 应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数, CFU/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【标志性成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
壳寡糖, g/100g	≥4.3	1 壳寡糖的测定
低聚果糖, g/100g	≥52.8	2 低聚果糖的测定

1 壳寡糖的测定

1.1 原理：用比色法对壳寡糖含量进行测定。

1.2 试剂

1.2.1 标准氨基葡萄糖溶液配制：准确称取盐酸氨基葡萄糖0.602g（相当于氨基葡萄糖0.5g），置25mL烧杯中用5mL双蒸水溶解，转移到25mL容量瓶中。用5mL双蒸水洗涤烧杯内壁，并加入到容量瓶中，重复此步骤2次，最后用双蒸水定容到25mL，成20mg/mL氨基葡萄糖溶液。

1.2.2 0.33mol/L磷酸三钠：称取 $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 125.45g，用双蒸水定容到1000mL。

1.2.3 0.25mol/L四硼酸钠：称取95%四硼酸钠100.00g，用双蒸水定容到1000mL。

1.2.4 磷酸三钠-四硼酸钠溶液：取98mL前者与2mL后者相混即得；

1.2.5 3.5% (V/V) 乙酰丙酮试剂：取乙酰丙酮3.5mL，用磷酸三钠-四硼酸钠溶液配制成100mL；

1.2.6 PDABA（对-二甲氨基苯甲醛）试液：取0.16g PDABA溶于1.5mL 12mol/L盐酸后以10.5mL异丙醇稀释后供用。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计，水浴锅，烘箱，高纯氮气。

1.4 测定步骤

1.4.1 标准氨基葡萄糖：取5mL带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的玻璃管（水解管）2支，用200μL移液枪分别取20mg/mL氨基葡萄糖溶液375μL（相当于氨基葡萄糖7.5mg），然后用移液管加入6mol/L盐酸2.625mL，充分混匀后在管子里充入高，纯度氮气并将管子密封，然后100℃水浴中加热3h。冷却到室温后打开螺旋盖，吸取1mL水解液到蒸发皿中，在70℃烘箱中挥发至干。加2mL双蒸水将蒸发皿中的固体溶解后在70℃烘箱中挥发至干，此步骤重复 2次。用 5mL双蒸水将得到的固体溶解，并转移到25mL容量瓶中。用5mL双蒸水洗涤蒸发皿，液体并加入到相应的容量瓶中，再重复此步骤 2次，用双蒸水定容到25mL。得到标准氨基葡萄糖溶液。

1.4.2 标准曲线制作：取10mL带塞试管5支，记为0，25，50，75，100μg/mL，依次加入氨基葡萄糖标准液0，0.2，0.4，0.6，0.8mL，再分别用移液枪加双蒸水到总体积为0.8mL，混匀，得到浓度分别为0，25，50，75，100μg/mL的氨基葡萄糖梯度溶液。在每个试管中加入乙酰丙酮试剂0.6mL，混匀，加盖，于100℃水浴中加热30min，冷却到室温后加入2mL PDABA试剂。10min后，以0管为对照，在535nm处测定光密度

值。做3组重复。以吸光度为纵坐标、溶液浓度作横坐标做标准曲线。

1.4.3 样品预处理：取5mL带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的玻璃管（水解管）2支，称取样品适量加入其中，然后用移液管加入6mol/L盐酸3mL，充分混匀后在管子里充入高纯度氮气并将管子密封，然后100℃水浴中加热3h。冷却到室温后打开螺旋盖，吸取1mL水解液到蒸发皿中，在70℃烘箱中挥发至干。加2mL双蒸水将蒸发皿中的固体溶解后在70℃烘箱中挥发至干，此步骤重复2次。用5mL双蒸水将得到的固体溶解，并转移到50mL容量瓶中。用5mL双蒸水洗涤蒸发皿，液体并入到相应的容量瓶中，再重复此步骤2次，用双蒸水定容到50mL。得到待测壳寡糖溶液。

1.4.4 壳寡糖样品中氨基葡萄糖测定：取0.8mL加入到10mL带塞试管中，加入乙酰丙酮试剂0.6mL，混匀，加盖，于100℃水浴中加热30min，冷却到室温后加入2mL PDABA试剂。10min后，以0管为对照，在535nm处测定光密度值（测量值应在标准曲线范围内，如不在标准曲线范围内，应将待测壳寡糖溶液作相应稀释，重新按本条规定的方法测定）。从标准曲线中查到待测壳寡糖溶液的浓度C。

1.4.5 计算：

根据标准曲线和样品浓度计算含量。

$$\text{壳寡糖含量 (g/100g)} = K \times \frac{C \times 50 \times 3 \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

K—经验系数，K=3；

3—稀释倍数；

C—标准曲线中查到稀释后溶液的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

50—得到待测溶液总体积，mL；

m—待测样品取样干重，mg；

2 低聚果糖的测定

2.1. 范围

本方法规定了保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖，大豆低聚糖的测定方法。

本方法适用于保健食品（糖浆，糖粉、饮料、奶粉）中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的含量测定。

本方法最低检出量：异麦芽精2 μg ：潘糖5 μg ：异麦芽三糖10 μg ：蔗果三糖(GF₂) 5 μg ：蔗果四糖(GF₃) 5 μg ：蔗果五糖(GF₄) 10 μg ：棉籽糖20 μg ：水苏糖30 μg 。

2.2 原理：试样除去蛋白后，离心、脱色，用液相色谱分析，用NH₂柱分离，示差检测器测定，外标法定量。

2.3 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.3.1 乙腈 色谱纯。

2.3.2 无水乙醇。

2.3.3 麦芽糖、异麦芽糖，潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖、棉籽糖，水苏糖（含量 \geq 98%）。

2.3.4 低聚果糖（总含量 \geq 96%，其中GF₂：38%，GF₃：51%，GF₄：7%）。

2.3.5 麦芽糖，异麦芽糖混合标准溶液：分别称取麦芽糖10.0mg，异麦芽糖15.0mg，潘糖9.0mg，麦芽三糖15.0mg，异麦芽三糖 12.0mg，用水溶解，并定容至1.0mL。将此溶液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖(mg/mL)

1	0.50	0.75	0.45	0.75	0.60
2	1.00	1.50	0.90	1.50	1.20
3	2.00	3.00	1.80	3.00	2.40
4	10.00	15.00	9.00	15.00	12.00

2.3.6 低聚果糖标准溶液：精密称取含GF₂：38%，GF₃：51%，GF₄：7%的低聚果糖标准品0.0500g，用水溶解并定容至2.50mL，将此液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：	GF ₂	GF ₃	GF ₄	(mg/mL)
1	1.50	2.00	0.30	
2	3.00	4.00	0.60	
3	4.50	6.00	0.90	

4	6.00	8.00	1.20
5	7.50	10.00	1.40

2.3.7 棉籽糖、水苏糖标准溶液：精密称取棉籽糖0.0400g，水苏糖0.0600g，用水溶解并定容至4.0mL。将此液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：	棉籽糖	水苏糖 (mg/mL)
1	2.0	3.0
2	4.0	6.0
3	6.0	9.0
4	8.0	12.0
5	10.0	15.0

由于试样中程度不同的含有葡萄糖、果糖，蔗糖、乳糖，所以在配制标准应用液时可加入适量的葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖，主要是用于定性。

将各标准系列注入高效液相色谱仪进行测定，绘制标准工作曲线。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪(附带示差检测器)。

2.4.2 离心机：10000r/min。

2.4.3 分析天平：1/10000。

2.4.4 分析天平：1/1000。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样制备

2.5.1.1 糖浆和糖粉：称取1.0000g糖浆或0.2000g糖粉，用水稀释或溶解，并定容置10.0ml，摇匀，溶液过0.45um滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.2 不含乳液体饮料：饮料直接离心，上清液过0.45um滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.3 含乳液体饮料：取10.0mL试样放入烧杯中，加无水乙醇30mL，搅拌混匀，放置5min，离心，取上清液20 mL在沸水浴上挥发近干。残液用水溶解并定容至5-10 mL，溶液过0.45um滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.4 奶粉：称取2.000g试样，放入200mL烧杯中，加水15.0mL溶解，再加45.0mL无水乙醇，搅匀，放置5min，离心，取上清液30.0mL在沸水浴上挥发近干，残液用水溶解并定容至一定体积，溶液过0.45um滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.2 高效液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：不锈钢柱，内径4.6mm×300mm反相氨基柱，粒径5um。

2.5.2.2 柱温45℃，检测室40℃。

2.5.2.3 流动相：乙腈+水=76+24。

2.5.2.4 流量：1.5 mL/min。

2.5.2.5 灵敏度：64。

2.5.2.6 进样量：20uL。

2.5.2.7 在上述色谱条件下注入标准溶液和试样溶液，以保留时间定性，外标法定量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

$$X = \frac{A \times C_1 \times V}{A_1 \times m \times 1/2}$$

式中：

X—试样中某低聚糖的含量，g/kg(g/L)；

A—试样的峰面积或峰高；

C₁—单一低聚糖标准溶液的浓度，mg/mL；

A₁—标准溶液的峰面积或峰高；

m—试样质量，g(mL)；

V—试样定容体积，mL。

2.6.2 结果表示：结果保留两位有效数字。

注：功能性异麦芽低聚糖的含量以异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖计。

- 2.7 允许差：同一实验室，平行测定两次结果的相对偏差不得超过10%。
- 2.8 准确度：准确度以回收率表示。将某种低聚糖加入糖浆，饮料或奶粉中，做回收率实验，回收率应在90%-104%范围内，
- 2.9 正相氨基色谱柱转换为反相氨基色谱柱的步骤以产品说明书为准。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“颗粒剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 低聚果糖：应符合GB/T 23528《低聚果糖》的规定。
2. 低聚木糖：应符合下表的规定，其余指标应符合《关于批准番茄籽油等9种新食品原料的公告》（2014年第20号）。

项 目	指 标
色泽	淡黄色
性状	粉末，无肉眼可见杂质
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
铜（以Cu计），mg/kg	≤5.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤30
霉菌及酵母菌，CFU/g	≤50

3. 壳寡糖：应符合下表规定，其余指标应符合《关于批准壳寡糖等6种新食品原料的公告》（2014年第6号）。

项 目	指 标
感官要求	淡黄色粉状固体，略有酸味，无异味，无肉眼可见杂质
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌及酵母菌，CFU/g	≤50
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

4. 麦芽糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。