

前 言

本标准是根据多年来我国各地甜菊糖甙厂生产工艺技术水平的提高,试验方法的改进,产品质量的实际情况和出口的要求对 GB 8270—1987 进行大幅度的修订。

本标准结合我国实际情况,将理化指标的一级、二级、三级,改为特级、一级、二级,其技术指标均相应提高。试验方法非等效采用 1993 年日本食品添加剂协会《化学合成以外的食品添加剂自定标准》(第二版)的检测分析方法和有关的国家标准。其中,含量的测定分为液相色谱法(方法一)和容量法(方法二)两种。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 8270—1987。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心、卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准起草单位:中国甜菊协会、中国食品发酵工业研究所、南开大学高分子化学研究所、山东省济宁市甜菊糖厂、五常太平洋甜菊糖公司和惠州市天然食品饮料厂。

本标准主要起草人:史作清、刘莲芳。

中华人民共和国国家标准

GB 8270—1999

食品添加剂 甜菊糖甙

代替 GB 8270—1987

Food additive—Steviosides

1 范围

本标准规定了食品添加剂甜菊糖甙的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、贮存、运输的各项要求。

本标准适用于以甜叶菊(*Stevia Rebaudiana* Bertoni)干叶为原料,经提取、精制而得的甜菊糖甙原粉。本产品 in 食品工业中作为甜味剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 3862—1983 食品添加剂 天然薄荷脑

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

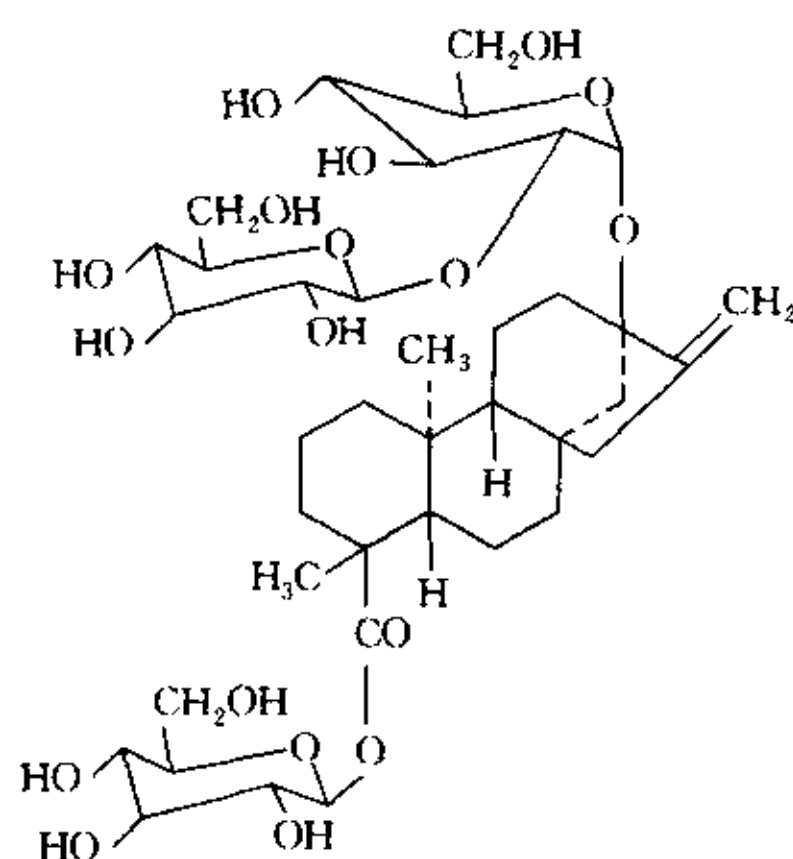
GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验法

GB/T 5009.3—1985 食品中水分的测定方法

GB/T 5009.4—1985 食品中灰分的测定方法

3 结构式、分子式、分子量

结构式:



分子式: $C_{38}H_{60}O_{18}$

分子量: 804.86

4 技术要求

4.1 外观: 白色、微黄色松散粉末或晶体。

国家质量技术监督局 1999-04-02 批准

1999-10-01 实施

4.2 理化指标见下表:

项 目	指 标		
	特级	一级	二级
含量, % $\geq$	90	85	80
甜度 $\geq$	250	200	200
比旋光度(α) _D ²⁵	-30°~-38°		
灼烧残渣, % $\leq$	0.1	0.2	0.2
比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ $\leq$	0.05	0.08	0.10
干燥失重, % $\leq$	4	5	6
重金属(以 Pb 计), % $\leq$	0.001		
砷(以 As 计), % $\leq$	0.000 1		

5 试验方法

本标准所用的试剂和水,在没有其他特殊要求时,均使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 鉴别

称取 1 g 样品,加 100 mL 水,在水浴上加热溶解后,冷却。加正丁醇 100 mL,振荡,静置,弃去水层。取正丁醇溶液 10 mL 至大试管中,加蒽酮试液 10 mL,摇匀,沿壁缓缓加入浓硫酸 5 mL,在界面处呈绿色。

5.2 含量的测定

5.2.1 液相色谱法(方法一,仲裁法)

5.2.1.1 标准溶液的制备

将标准样品甜菊糖甙置于 105℃干燥箱中,烘 2 h,分别称取 120, 90, 60, 30 mg 四份样品,均用 80:20 的乙腈/水溶液溶解,并稀释至 25 mL。

5.2.1.2 样品溶液的配制

称取经 105℃干燥 2 h 的样品 120 mg,用 80:20 的乙腈/水溶液溶解,并稀释至 25 mL,摇匀。

5.2.1.3 液相色谱仪器条件

色谱柱:—NH₂ 基柱;

流动相:乙腈:水=80:20;

流 速:1.2 mL/min;

检 测:紫外检测器、波长 210 nm;

进样量:15 μ L。

首先测定四个甜菊糖甙标准溶液,并绘制标准曲线(峰面积 A-浓度 C 曲线),测定甜菊糖甙样品液,记录瑞鲍迪甙 A(rebaudioside A)、瑞鲍迪甙 C(rebaudioside C)、甜菊糖甙(stevioside)、杜克甙 A(dulcoside A)和甜菊双糖甙(steviolbioside)的峰面积 A_a 、 A_c 、 A_s 、 A_d 和 A_b 。将 A_a 、 A_c 、 A_s 、 A_d 和 A_b 分别乘以 1.20、1.18、1.00、0.98 和 0.80 得到 A'_a 、 A'_c 、 A'_s 、 A'_d 和 A'_b 。以标准曲线的斜率 $k=A/C$ 按式(1)分别算出上述五个组分的含量 P_i (%)。

5.2.1.4 分析结果的表述

$$P_i = \frac{A'_i}{k} \times \frac{25}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: i ——a、c、s、d、b;

m ——样品的质量, g。

由计算得到各个组分含量 P_a 、 P_b 、 P_c 、 P_d 和 P_e ，取各组分含量之和即为甜菊糖甙含量。

5.2.2 容量法(方法二)

5.2.2.1 试剂和溶液

- a) 0.05 mol/L 氢氧化钾(GB/T 2306)乙醇标准溶液；
- b) 0.05 mol/L 盐酸(GB/T 622)标准溶液；
- c) 1% 酚酞(HGB 3039)乙醇溶液；
- d) 5% 硫酸(GB/T 625)溶液。

5.2.2.2 测定方法

精确称取样品 0.300 0 g，置于磨口三角瓶中，加入 5% 硫酸 50 mL，装接冷凝管。置于可调电炉上加热、回流，水解 30 min(内容物保持微沸计时)。冷却，用单层慢速定性滤纸过滤，沉淀用水洗涤至 pH7。再用 95% 乙醇 50 mL 溶解，加 1% 酚酞 2~3 滴，用 0.05 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液滴定至粉红色为终点。同时做一空白试验。

5.2.2.3 分析结果的表述

甜菊糖甙的含量按式(2)计算：

$$x(\%) = \frac{c(V - V_1) \times 804.86}{1000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： c ——氢氧化钾乙醇标准溶液的实际浓度，mol/L；

V ——氢氧化钾乙醇标准溶液消耗的体积，mL；

V_1 ——空白试验氢氧化钾乙醇标准溶液消耗的体积，mL；

804.86——甜菊糖甙的分子量；

m ——样品的质量，g。

5.3 甜度的测定

称取蔗糖 2 g，加水 100 mL，制成 2% 的蔗糖溶液。另取甜菊糖甙(2/ n) g，加水 100 mL 溶解。对比品尝两种溶液。当甜菊糖甙溶液与 2% 蔗糖溶液甜度相当时， n 值即甜菊糖甙为蔗糖甜度的倍数。

5.4 比旋光度的测定

5.4.1 仪器

5.4.1.1 旋光仪；

5.4.1.2 容量瓶 25 mL；

5.4.1.3 烧杯 25 mL。

5.4.2 测定方法

精确称取样品 0.250 0 g 于烧杯中，加少量水溶解。移入 25 mL 容量瓶中，稀释至刻度。若溶液混浊应过滤，在 25℃ 下用旋光仪测定。

5.4.3 分析结果的表述

以钠光谱 D 线测定比旋光度，并按式(3)计算：

$$\text{比旋光度}(\alpha)_D^{25} = \frac{100a}{LC} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： $(\alpha)_D^{25}$ ——样品溶液 25℃ 时的比旋光度；

a ——样品溶液 25℃ 时的旋光度；

L ——旋光管长度，dm；

C ——每 100 mL 溶液中含有样品的质量，g。

5.5 比吸光度的测定

5.5.1 仪器

5.5.1.1 分光光度计；

5.5.1.2 容量瓶 50 mL;

5.5.1.3 烧杯 25 mL。

5.5.2 测定方法

精确称取样品 1.000 0 g 于烧杯中,加少量水溶解。移入 50 mL 容量瓶中稀释至刻度,用分光光度计在 370 nm 波长下测定。

5.5.3 分析结果的表述

比吸光度按式(4)计算:

$$\text{比吸光度 } E = \frac{\alpha}{CH} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: H ——液层高度, cm;

α ——测得的吸光度;

C ——每 100 mL 溶液中含有样品的质量, g。

5.6 干燥失重的测定

按 GB/T 5009.3 进行测定。

5.7 灼烧残渣的测定

按 GB/T 5009.4 进行测定。

5.8 重金属的测定

按 GB/T 8451 进行测定。

5.9 砷的测定

按 GB/T 8450 进行测定。

6 检验规则

6.1 产品应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量合格证明书。

6.2 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行核验,检验其指标是否符合本标准的要求。

6.3 从每批的 10% 以上的包装桶(箱)中抽取样品,但至少不少于 3 桶(箱)。每桶(箱)抽取样品 50 g 左右,迅速混匀后用四分法取其中约 50 g,分别装入两个清洁干燥的磨口玻璃瓶中,并在标签上注明生产厂名、产品名称、批号及取样日期。一瓶作检验,一瓶留存备查。

6.4 项目中的含量、比旋光度、比吸光度和干燥失重为必检项目,甜度、灼烧残渣、砷和重金属为型式检验项目,半年检查一次。如果检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,应重新从两倍量的包装中抽取样品复验。重新检验的结果中仍有一项指标不符合标准要求,则该批产品不能验收。

6.5 当供需双方对产品质量发生争议时,可由双方协商解决或选定仲裁单位,按本标准的规定进行仲裁分析。

7 包装、标志、贮存、运输

7.1 包装

本产品内包装为双层聚乙烯塑料袋或复合塑料袋,外包装为涂有防潮涂层的瓦楞纸箱或纸板桶。

7.2 标志

本产品的外包装上应有牢固的标志,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、商标、产品型号、批号、生产日期、保质期、产品的主要参数、净含量以及产品标准号,并标有“食品添加剂”字样。

7.3 贮存

产品应存放在干燥、通风、清洁的地方,避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

7.4 运输

运输时必须轻装轻卸,不得与有毒、有害和易污染物品混装载运,严防雨淋、曝晒。

8 保质期

在符合规定的贮运条件和包装完整、未经开启封口的情况下,保质期为两年。
