



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

植物源产品中戊聚糖含量的测定 气质联 用法

Determination of pentosan content in plant-derived products — Gas chromatography/mass spectrometry method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2022年4月13日)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂	1
6 仪器设备和材料	2
7 分析步骤	2
8 气相色谱—质谱联用仪的测试条件	3
9 精密度	3
附录 A（资料性） 气质联用法测定戊聚糖含量参考条件	4
参考文献	5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华全国供销合作总社天津再生资源研究所提出。

本文件由中国标准化研究院归口。

本文件起草单位：中华全国供销合作总社天津再生资源研究所，中国标准化研究院，天津市生态环境监测中心，中国地质科学院水文地质环境地质研究所，中国计量大学，中华全国供销合作总社，中国科学院过程工程研究所，江南大学。

本文件主要起草人：李曼，王艳丽，赵斌，桂建业，周子乔，席兴军，吴宇峰，兰韬，马正，赵玉海，杜涛，宋莉，张静，刘殿甲，高锴，孔英俊，陈益胜，高瑞玲，魏显珍，罗思。

植物源产品中戊聚糖含量的测定 气质联用法

1 范围

本文件给出了植物源产品中戊聚糖含量测定的术语和定义、原理、试剂、仪器设备和材料、分析步骤、测试条件和精密度。

本文件适用于植物源产品中戊聚糖含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

植物源产品 plant-derived products

植物源产品是指以植物的种子、果实或组织部分为原料，直接或加工以后为人类提供能量或物质来源的产品。

4 原理

样品酶解后，以盐酸羟胺，吡啶，醋酸酐为衍生化试剂，对样品进行衍生化，用气相色谱—质谱联用仪（GC/MS）进行检测。戊聚糖的含量以其主要组成单糖阿拉伯糖(Ara)与木糖(Xyl)之和表示。

5 试剂

除非另有规定，本试验方法中，所用试剂除特殊注明外均为分析纯及以上纯度的试剂；用水应符合GB/T 6682中一级水的规格。

5.1 盐酸羟胺：分析纯。

5.2 吡啶：分析纯。

5.3 醋酸酐：分析纯。

5.4 L-阿拉伯糖标准品：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

5.5 木糖标准品：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

5.6 甲醇：色谱纯。

6 仪器设备和材料

6.1 气相色谱—质谱联用仪（GC/MS）。

6.2 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.3 色谱柱：5MS 毛细管柱，柱长 30 m。

6.4 分析天平：精度 0.1mg。

6.5 振荡器：可加热。

6.6 烘箱。

6.7 有机滤膜。

6.8 一般实验室常用设备。

7 分析步骤

7.1 平行试验

所有样品平行做两份试验。

7.2 空白实验

不加试样，用于衍生化试验。每批样品（少于20个）或每20个样品应做一个空白试验。

7.3 酶解

准确量取液态样品0.5mL，或称取固态样品50mg于25mL的蒸馏水（pH=6.0）中，搅拌至完全溶解。称取6.0mg木聚糖酶，溶解于5mL蒸馏水中，待酶溶解后加入到戊聚糖样品溶液，40℃水浴加热振荡反应50min。样品冷冻干燥，待衍生。

7.4 衍生化

待衍生物加入10.0 mg盐酸羟胺，0.5 mL吡啶，振荡溶解，移入烘箱，90℃反应30 min，取出冷却至室温。加入0.5 mL醋酸酐，于90℃烘箱反应30 min。衍生化后溶液加入甲醇定容，溶液摇匀后过有机滤膜，滤液待上机测定。

7.5 绘制标准工作曲线

采用逐级减少的方法称取阿拉伯糖和木糖单糖，并进行衍生化实验。衍生化后溶液用于气相色谱—质谱联用仪进行定量分析。

按照8的气相色谱—质谱联用仪的条件测定衍生化后溶液，以峰面积A为纵坐标，相应浓度c为横坐标，绘制标准工作曲线。

7.6 样品测定

试样采用气相色谱—质谱联用仪进行定量分析。

按照与绘制标准工作曲线相同的仪器测试条件测定样品衍生溶液。取样品衍生溶液1 μ L注入气相色谱质谱联用仪中，记录总离子流质谱图 and 选择离子质谱图，对定量选择离子进行峰面积积分，外标法定量。

8 气相色谱—质谱联用仪的测试条件

根据所用气相色谱—质谱联用仪的性能及待测试样的实际情况选择最佳的测试条件。

由于测试结果取决于使用仪器，因此不能给出色谱分析的普遍参数，列于附录A中的A. 1的测试条件为参考测试条件。

每次都应该使用已知的校准化合物对仪器进行最优化处理，使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算数平均值的10%。

附录 A

(资料性)

气质联用法测定戊聚糖含量参考条件

A.1 测试条件

- A.1.1 色谱柱：30m*0.25mm*0.25 μm, DB-5MS毛细管柱或相当型号。
- A.1.2 柱温：起始温度50℃保持1min, 然后以15℃/min的速度程序升温至315℃, 保持2min。
- A.1.3 进样口温度：280℃。
- A.1.4 色谱—质谱接口温度：200℃。
- A.1.5 离子源温度：220℃。
- A.1.6 载气流速：氦气, 1 mL/min。
- A.1.7 进样方式：分流比为200:1。
- A.1.8 进样量：1 μL。
- A.1.9 电离方式：EI(+)
- A.1.10 电离能量：70eV。
- A.1.11 测定方式：全扫描的总离子流色谱图(TIC)或选择离子检测(SIM)进行定性, 外标法进行定量。

A.2 戊聚糖标准品衍生物的特征碎片离子

戊聚糖标准品的特征碎片离子见表A.1。

表A.1 戊聚糖标准品的特征碎片离子

戊聚糖名称	对应衍生物的特征碎片离子	
	定量离子(m/z)	参考离子(m/z)
L-阿拉伯糖, 木糖	145	115, 103

参 考 文 献

- [1]NY/T 2335-2013谷物中戊聚糖含量的测定 分光光度法
- [2]NF T12-008-1987纸浆. 戊聚糖含量的测定
- [3]DIN 54361-1976纸浆的检验. 用糠醛法测定戊聚糖含量
- [4]尚加英, 郑学玲, 赵波等. 谷物非淀粉多糖特性、制备及分析方法研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2020, 46(20): 259-267.
- [5]许真, 王显伦. 木聚糖酶对戊聚糖及面团品质的影响[J]. 食品科学, 2017, 38(15): 196-200.
- [6]崔璨. 黑小麦面粉戊聚糖的制备及理化特性研究[D]. 山西大学 2016.
-