

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3163—2017

稻米中可溶性葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和 麦芽糖的测定 离子色谱法

Determination of soluble glucose, fructose, sucrose, raffinose and maltose in rice
—Ion chromatography method

2017-12-22 发布

2018-06-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：中国水稻研究所、农业部稻米及制品质量监督检验测试中心、中国计量大学。

本标准主要起草人：胡贤巧、陈铭学、方长云、段彬伍、朱敏、邵雅芳、卢林、朱智伟。

稻米中可溶性葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了稻米中可溶性葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖、麦芽糖的离子色谱-电化学检测方法。
本标准适用于大米、糙米中葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖、麦芽糖 5 种可溶性糖的测定。
本标准的检出限见附录 A。

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(包括所有的修订单)适用于本文件。

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样中的葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖、麦芽糖 5 种可溶性糖用 50%乙醇-水溶液振荡提取,稀释至合适的浓度后采用离子色谱-脉冲安培检测器测定,保留时间定性,外标法定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 氢氧化钠溶液(NaOH, 30%, 质量分数): 色谱纯。
- 4.2 乙醇水溶液(50%, 体积分数): 无水乙醇和水等体积(1+1)混合均匀。
- 4.3 流动相 A: 水。
- 4.4 流动相 B: 250 mmol/L NaOH 水溶液。取 25 mL 氢氧化钠溶液(4.1), 用去离子水定容至 1 000 mL。
- 4.5 葡萄糖(CAS 号: 50-99-7)标准品: 纯度 $\geq 99\%$;
- 4.6 果糖(CAS 号: 57-48-7)标准品: 纯度 $\geq 99\%$;
- 4.7 蔗糖(CAS 号: 57-50-1)标准品: 纯度 $\geq 99\%$;
- 4.8 棉籽糖(CAS 号: 17629-30-0)标准品: 纯度 $\geq 99\%$;
- 4.9 麦芽糖(CAS 号: 69-79-4)标准品: 纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.10 单一标准储备溶液: 分别称取 0.100 0 g 葡萄糖、0.020 0 g 果糖、0.200 0 g 蔗糖、0.050 0 g 棉籽糖、0.050 0 g 麦芽糖单一标品, 用乙醇水溶液(4.2)溶解, 并定容至 10 mL, 分别得到 10.00 mg/mL 葡萄糖、2.00 mg/mL 果糖、20.00 mg/mL 蔗糖、5.00 mg/mL 棉籽糖和 5.00 mg/mL 麦芽糖的单一标准储备液。冰箱低温冷藏, 有效期 6 个月。
- 4.11 混合标准储备液: 分别移取 1.00 mL 的葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖、麦芽糖单一标准储备液(4.6)于 100 mL 容量瓶中, 用乙醇水溶液(4.2)定容至刻度, 得到混合标准储备液。
- 4.12 混合系列工作标准液: 分别准确移取 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、50.00 mL 混合标准储备液(4.7)于 6 个 100 mL 容量瓶中, 用乙醇水溶液(4.2)定容至刻度, 得到混合标准工

作溶液,其葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖、麦芽糖的浓度见表 1。

表 1 混合标准工作溶液中葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖、麦芽糖的浓度

单位为毫克每升

糖类名称	工作标准液 1	工作标准液 2	工作标准液 3	工作标准液 4	工作标准液 5	工作标准液 6
葡萄糖	1.00	2.00	5.00	10.00	20.00	50.00
果糖	0.20	0.40	1.00	2.00	4.00	10.0
蔗糖	2.00	4.00	10.0	20.00	40.00	100.0
棉籽糖	0.50	1.00	2.50	5.00	10.0	25.0
麦芽糖	0.50	1.00	2.50	5.00	10.0	25.0

5 仪器

- 5.1 离子色谱仪;带有脉冲安培电化学检测器。
- 5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.3 振荡摇床。
- 5.4 离心机:转速 $\geq 3\,000\text{ r/min}$ 。
- 5.5 磨粉机。
- 5.6 15 mL 离心管。
- 5.7 50 mL 具塞离心管。

6 分析步骤

6.1 试样制备

取有代表性的稻谷样品 500 g,脱壳后,去除稻壳、稻谷和其他杂质,混匀后,采用四分法分取有代表性的样品至少 20 g,经磨粉机磨粉后,过 0.25 mm 筛,混匀,置于密闭容器内,冰箱低温冷藏保存备用。

6.2 提取

称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)精米粉试样或 0.25 g(精确至 0.000 1 g)糙米粉试样置于 15 mL 离心管中,准确加入 10.0 mL 乙醇水溶液(4.2),振荡混匀后,置于振荡摇床振荡 30 min。然后 3 000 r/min 离心 15 min,将上清液倒入 50 mL 具塞离心管中。再向沉淀中准确加入 10.0 mL 乙醇水溶液(4.2),振荡混匀后,再次置于振荡摇床振荡 30 min,3 000 r/min 离心 15 min,最后将第二次提取的上清液倒入同一个具塞离心管中。两次上清液混合均匀后,取约 3 mL,过 0.45 μm 微孔滤膜后,待测。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

色谱柱:糖离子交换柱(Metrosep Carb 1 柱,5.0 μm ,150 mm \times 4.0 mm 或其他等效柱);保护柱(Metrosep Carb 1 或其他等效柱)。

流动相:流速 1 mL/min,流动相比比例为 60%流动相 A+40%流动相 B(V+V)。

进样量:10 μL 。

检测器:脉冲安培检测器,金工作电极,Ag/AgCl 参比。检测电位: $E_1=0.1\text{ V}$, $t_1=0.4\text{ s}$, $E_2=0.7\text{ V}$, $t_2=0.2\text{ s}$, $E_3=-0.1\text{ V}$, $t_3=0.4\text{ s}$, $t_{\text{sample}}=40\text{ ms}$ 。

6.3.2 标准曲线的绘制

将标准工作溶液进行离子色谱测定,以各种糖的浓度作为横坐标,峰面积作为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3.3 样品中糖的测定

本方法采用标准曲线法定量,标准工作溶液和样品中被测物的响应值均应在仪器线性相应范围内,

如浓度过高,应稀释后再进行测定。取相同体积标准工作溶液和样品溶液分别注入离子色谱仪中进行测定。以保留时间定性,峰面积定量。在上述色谱条件下,葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖标准物质色谱图参见附录 B。

6.3.4 水分的测定

按照 GB 5009.3 的规定执行。

7 结果计算

试样中葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖的含量(以干基结果表示)按式(1)计算。

$$\omega = \frac{c \times V \times 100}{1000 \times m \times (100 - W)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——样品中糖(葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖)的含量,单位为毫克每克(mg/g);

c ——根据标准曲线计算出的试样中糖的含量,单位为毫克每升(mg/L);

V ——提取液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

W ——试样水分的质量分数,单位为百分率(%)。

测定结果取 2 次测定值的算术平均值,计算结果保留小数点后 3 位。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 9%。

在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 20%。

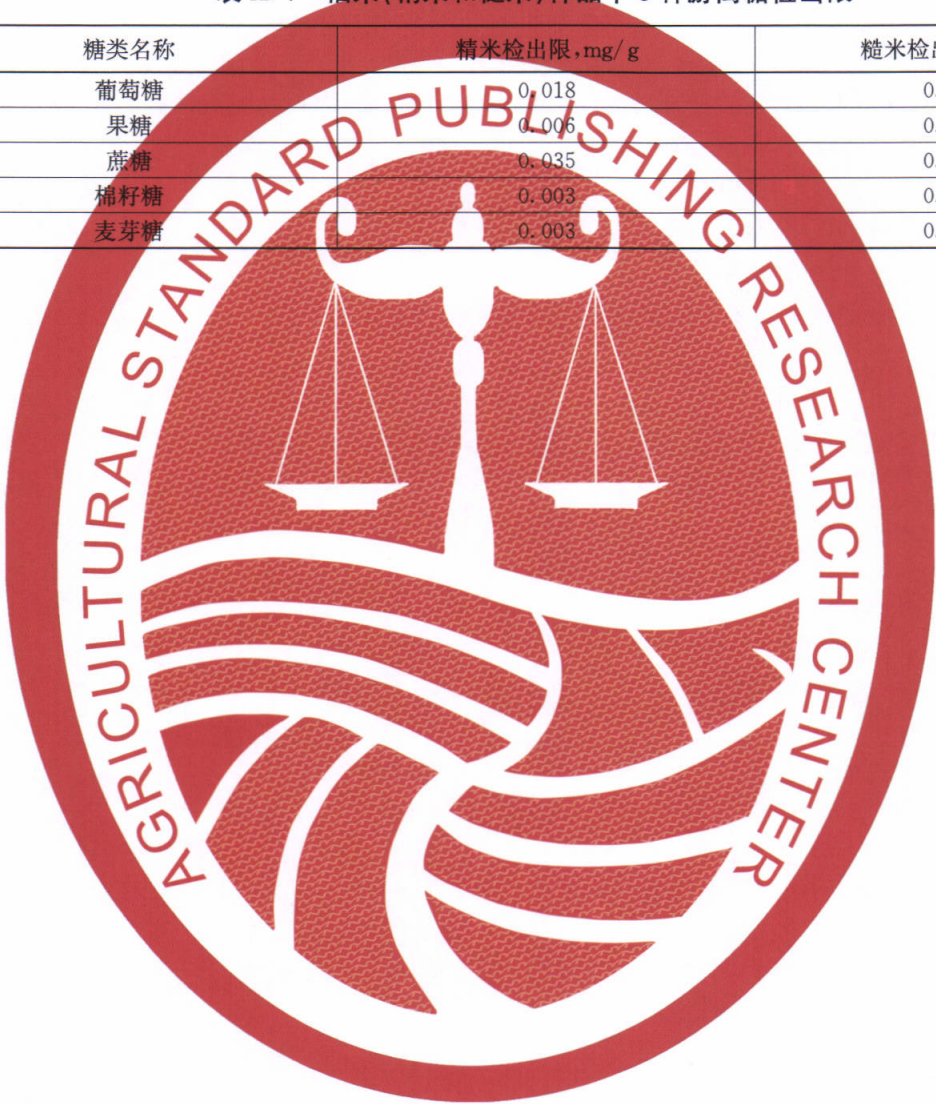
附 录 A
(规范性附录)

稻米(精米和糙米)样品中 5 种游离糖检出限

稻米(精米和糙米)样品中 5 种游离糖检出限见表 A. 1。

表 A. 1 稻米(精米和糙米)样品中 5 种游离糖检出限

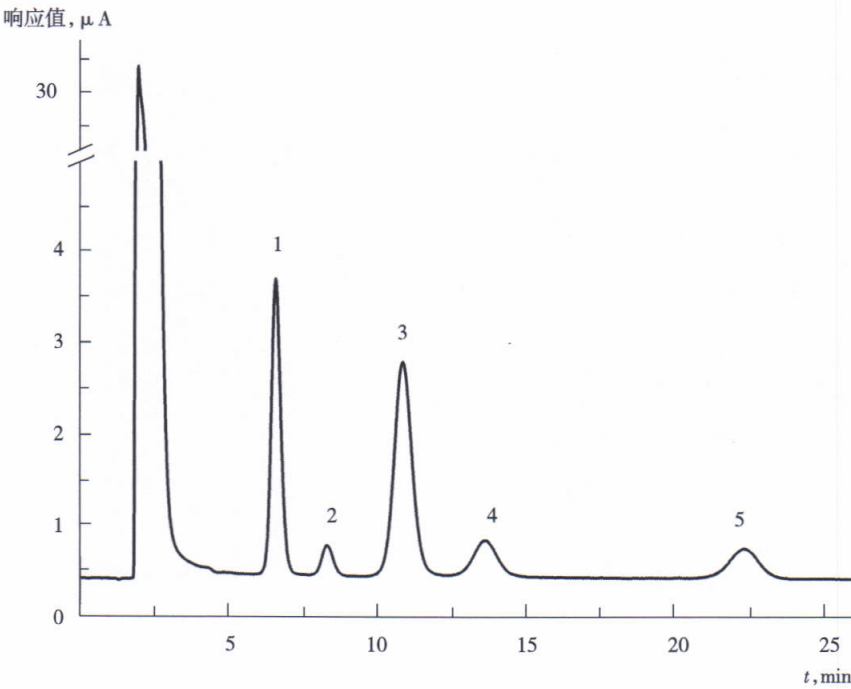
糖类名称	精米检出限,mg/ g	糙米检出限,mg/ g
葡萄糖	0. 018	0. 028
果糖	0. 006	0. 003
蔗糖	0. 035	0. 141
棉籽糖	0. 003	0. 022
麦芽糖	0. 003	0. 003



附 录 B
(资料性附录)

葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖标准物质离子色谱图

葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖标准物质离子色谱图见图 B. 1。



说明：
1——葡萄糖，浓度 10 mg/L；
2——果糖，浓度 2 mg/L；
3——蔗糖，浓度 20 mg/L；
4——棉籽糖，浓度 5 mg/L；
5——麦芽糖，浓度 5 mg/L。

图 B. 1 葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和麦芽糖标准物质离子色谱图

中 华 人 民 共 和 国
农 业 行 业 标 准
稻米中可溶性葡萄糖、果糖、蔗糖、棉籽糖和
麦芽糖的测定 离子色谱法

NY/T 3163—2017

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

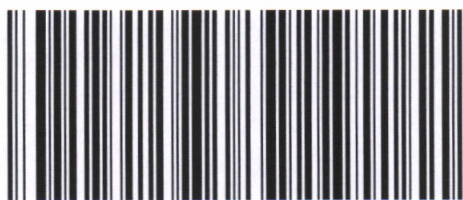
* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2018 年 5 月第 1 版 2018 年 5 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·4355

定价: 18.00 元



NY/T 3163—2017

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 65005894