

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3902—2021

水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的测定 离子色谱法

Determination of arabinose, galactose, glucose, fructose, maltose and sucrose in fruits, vegetables, and processed products—ion chromatography

2021-05-07 发布

2021-11-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

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。

本文件由农业农村部乡村产业发展司提出。

本文件由农业农村部农产品加工标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国农业大学、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、赛默飞世尔科技(中国)有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司。

本文件主要起草人：徐贞贞、陈芳、王雪、廖小军、高立红、朱新勇、王冰峰、樊永蓉。

水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的测定 离子色谱法

1 范围

本文件规定了水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的测定方法。

本文件适用于水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的含量测定,不适用于脂肪含量大于10%的水果、蔬菜及其制品中的阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖含量的测定。

本文件阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的定量限见附录A。

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 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

水果、蔬菜及其制品中的阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖经水提取后离子色谱法测定,以氢氧化钠溶液为淋洗液、阴离子交换分离、脉冲安培检测器检测,以色谱峰保留时间定性,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

氢氧化钠溶液(50%):色谱纯,离子色谱专用。

5.2 试剂配制

氢氧化钠溶液(200 mmol/L):称取10.4 mL氢氧化钠溶液(5.1),用预先脱气的水稀释并定容至1 000 mL,惰性气体保护。

5.3 标准品

5.3.1 阿拉伯糖($C_5H_{10}O_5$,CAS号:5329-37-0):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.2 半乳糖($C_6H_{12}O_6$,CAS号:59-23-4):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.3 葡萄糖($C_6H_{12}O_6$,CAS号:50-99-7):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.4 果糖($C_6H_{12}O_6$,CAS号:57-48-7):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.5 麦芽糖($C_{12}H_{24}O_{12}$,CAS号:6363-53-7):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.6 蔗糖($C_{12}H_{22}O_{11}$,CAS号:57-50-1):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准

物质。

5.4 标准溶液的配制

5.4.1 标准储备液(10 mg/mL):分别准确称取经过 $(96\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖各 1.000 g 于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并定容至刻度。置于 4 $^{\circ}\text{C}$ 密封保存,有效期一个月。

5.4.2 标准工作液(1.0 mg/mL):分别吸取 1.0 mL 阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖标准储备液(5.4.1)于 10 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度,配制浓度为 1.0 mg/mL 标准工作液,临用现配。

5.4.3 混合系列标准工作液:准确吸取标准工作液(5.4.2)适量,用水稀释、得到浓度分别为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L、12.0 mg/L、15.0 mg/L 的阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的混合系列标准工作溶液,临用现配。

注:可根据试样中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的种类与浓度调整混合工作液的组成及浓度范围。

5.5 材料

5.5.1 水性滤膜针式过滤器:0.22 μm 和 0.45 μm 。

5.5.2 定性快速滤纸。

6 仪器设备

6.1 离子色谱仪:配有梯度泵,脉冲安培检测器,Au 工作电极。

6.2 分析天平:感量 0.01 g~0.0001 g。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 离心机:转速不低于 9 500 r/min。

6.5 组织捣碎机。

6.6 样品粉碎机。

6.7 超声波提取仪。

6.8 电热恒温鼓风干燥箱。

7 样品

7.1 试样制备

取适量有代表性的样品,液态均匀样品直接摇匀,固态非均匀样品切碎后匀浆混匀。

7.2 提取净化

称取试样 1.00 g(干制样品称取 0.10 g),准确加入 50 mL 水,涡旋混匀 10 min,超声 30 min 后,9 000 r/min 离心 10 min,移取上清液。将前述上清液经定性快速滤纸粗过滤后,依次过 0.45 μm 和 0.22 μm 的针式过滤器过滤得到待测样品,同时做空白试验。

注:试样中糖含量超出工作曲线浓度时,应选择适当的稀释倍数,以水稀释。

8 分析步骤

8.1 离子色谱条件设置

- 色谱柱:PA20 型阴离子分离柱(3 mm \times 150 mm)和 PA20 型保护柱(3 mm \times 30 mm),或等效色谱柱;
- 淋洗液 A:水;
- 淋洗液 B:氢氧化钠溶液(200 mmol/L);
- 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- 流速:0.4 mL/min;

- f) 进样量:10 μL ;
- g) 工作电极: Au 电极;
- h) 参比电极: Ag/AgCl 参比电极;
- i) 检测池温度:30 $^{\circ}\text{C}$;
- j) 洗脱条件见表 1。

表 1 洗脱程序

时间 min	淋洗液 A %	淋洗液 B %
0	95	5
20	95	5
20.1	80	20
30	80	20
30.1	0	100
40	0	100
40.1	95	5
50	95	5

8.2 标准工作曲线绘制

按照 8.1 设定的色谱工作条件,待仪器稳定后,依次测定混合系列标准工作液(5.4.3)中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的色谱峰面积。根据混合系列标准工作液(5.4.3)中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的浓度与相应峰面积绘制阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的浓度-色谱峰面积标准曲线,标准品色谱图见附录 B 中的图 B.1。

8.3 试样溶液测定

将试样溶液按照 8.1 设定的色谱工作条件进行测定,根据保留时间定性,根据标准曲线得到试样中糖的浓度,同时测定试剂空白试验。

9 结果计算和表述

试样中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖或蔗糖含量 X_i 以质量分数计,单位为克每千克(g/kg),按公式(1)计算。

$$X_i = \frac{(C - C_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_i ——试样中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、蔗糖、果糖或麦芽糖的含量数值,单位为克每千克(g/kg);
- C ——试样溶液中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、蔗糖、果糖和麦芽糖的浓度数值,单位为毫克每升(mg/L);
- C_0 ——试剂空白中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、蔗糖、果糖和麦芽糖的浓度数值,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——提取液体积数值,单位为毫升(mL);
- f ——试样溶液稀释倍数;
- m ——试样的质量数值,单位为克(g);
- 1 000——换算系数。

阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、蔗糖、果糖或麦芽糖的含量 ≥ 1 g/kg 时,计算结果保留 3 位有效数字;阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、蔗糖、果糖或麦芽糖的含量 < 1 g/kg 时,计算结果保留 2 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

11 其他

当称样量为 1.00 g(干制样品为 0.10 g)时,本文件水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的样品检出限和样品定量限见附录 A。



附 录 A

(资料性)

水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、
果糖、麦芽糖和蔗糖的样品检出限和样品定量限

水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖的样品检出限和样品定量限见
表 A. 1。

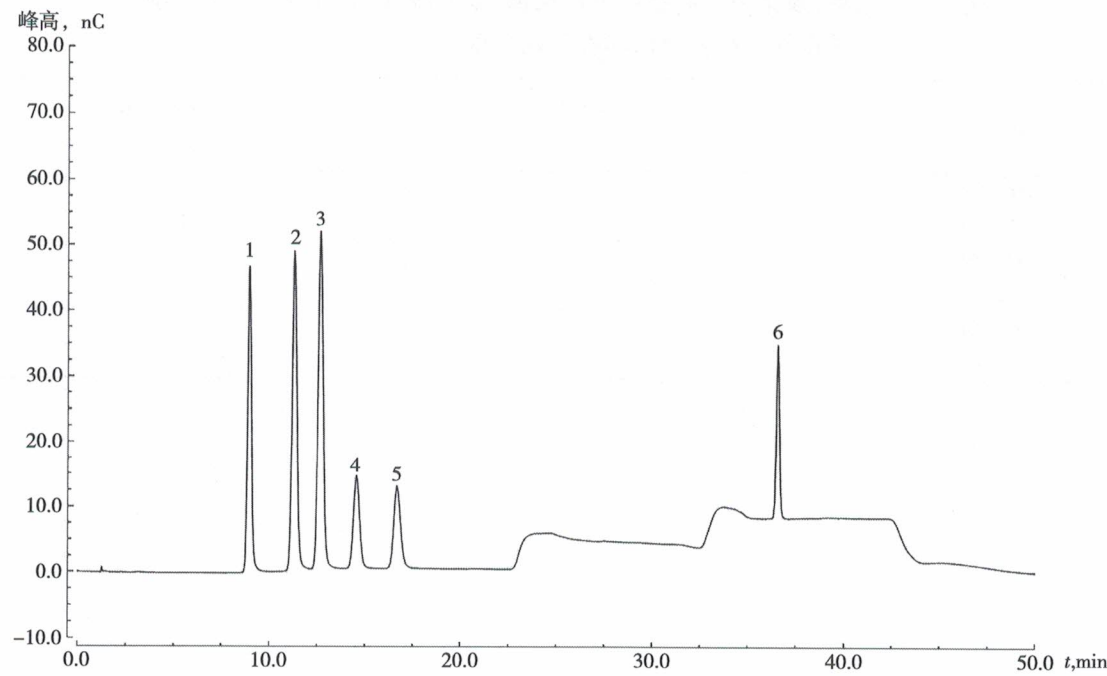
表 A. 1 水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖
和蔗糖的样品检出限和样品定量限

糖种类	样品检出限 g/kg	样品定量限 g/kg
阿拉伯糖	0.5	1.7
半乳糖	0.5	1.7
葡萄糖	1.0	3.4
果糖	3.0	10
麦芽糖	3.0	10
蔗糖	1.5	5

附 录 B
(资料性)

5 mg/L 阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖
和蔗糖标准溶液色谱图

5 mg/L 阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖标准溶液色谱图见图 B. 1。



标引序号说明：
1——阿拉伯糖；
2——半乳糖；
3——葡萄糖；
4——蔗糖；
5——果糖；
6——麦芽糖。

图 B. 1 5 mg/L 阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、果糖、麦芽糖和蔗糖标准溶液色谱图

中 华 人 民 共 和 国
农 业 行 业 标 准
水果、蔬菜及其制品中阿拉伯糖、半乳糖、葡萄糖、
果糖、麦芽糖和蔗糖的测定 离子色谱法

NY/T 3902—2021

* * *

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

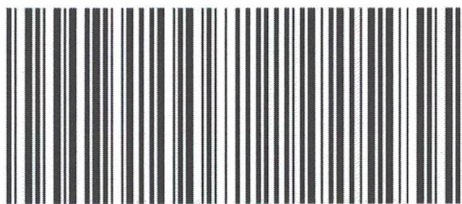
2021 年 9 月第 1 版 2021 年 9 月北京第 1 次印刷

书号: 16109 • 8565

定价: 24.00 元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 59194261



NY/T 3902—2021