



中华人民共和国国家标准

GB/T 22221—2008

食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、 麦芽糖、乳糖的测定 高效液相色谱法

Determination of fructose, glucose, sucrose, maltose, lactose in foods—
High-performance liquid chromatography

2008-05-16 发布

2008-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

免费标准下载 WWW.PV265.COM

前 言

本标准由中国计量科学研究院提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国计量科学研究院、北京市营养源研究所、北京锦绣大地检测中心。

本标准主要起草人：王晶、刘玉峰、李黎、盛灵慧、唐华澄、傅博强、赵孟彬、尚燕芬。

食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、 麦芽糖、乳糖的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的条件和详细分析步骤。

本标准适用于谷物类、乳制品、果蔬制品、蜂蜜、糖浆、饮料等食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定。

本标准果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的最低检出限为 0.4%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 方法提要

试样经沉淀蛋白质和萃取脂肪后过滤，样液进高压液相色谱仪，经氨基色谱柱分离，外标法定量。

4 试剂和溶液

除非另有说明，在分析中应使用分析纯试剂，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 乙酸锌溶液：称取 21.9 g 乙酸锌，加 3 mL 冰乙酸，加水溶解并稀释至 100 mL。

4.3 亚铁氰化钾溶液：称取 10.6 g 亚铁氰化钾，加水溶解并稀释至 100 mL。

4.4 石油醚：沸程 30℃—60℃。

4.5 糖：纯度≥99%。

4.6 糖标准贮备液：分别称取 1 g(精确至 0.1 mg)经过 95℃±2℃干燥 2 h 后的果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖标准品，加入约 50 g 水溶解，称量(精确至 0.1 mg)，溶液每克分别相当于 20 mg 果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖，放置 4℃密封可贮藏一个月。

4.7 糖标准工作液：分别准确吸取糖标准贮备液(4.6)1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 于 10 mL 容量瓶，称量(精确至 0.1 mg)，加水至刻度线，称量(精确至 0.1 mg)，分别相当于 2.0 mg/g、4.0 mg/g、6.0 mg/g、10.0 mg/g 浓度标准溶液。

5 仪器和设备

实验室常规仪器设备和以下各项。

5.1 高效液相色谱仪：具有示差折光检测器或相当的检测器。

5.2 色谱柱：氨基色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm)。

5.3 磁力搅拌器。

5.4 离心机：4 000 r/min。

6 试样的制备

6.1 块状或颗粒状样品

取有代表性的样品至少 200 g,用粉碎机粉碎,置于密闭的容器内。

6.2 粉末状、糊状或液体样品

取有代表性的样品至少 200 g,充分混匀,置于密闭的容器内。

7 分析步骤

7.1 样品处理

7.1.1 脂肪含量小于 10%的食品

称取均匀的食品样品 0.5 g~10 g(m_1 ,精确至 0.1 mg),含糖量 5%以下称取 10 g,含糖量 5%~10%以下称取 5 g,含糖量 10%~40%称取 2 g,含糖量 40%以上称取 0.5 g,于 150 mL 带有磁力搅拌子的烧杯中,加水约 50 g 溶解,缓慢加入乙酸锌溶液(4.2)和亚铁氰化钾溶液(4.3)各 5 mL,再加水至溶液总质量约为 100 g(m_2 ,精确至 0.1 mg),磁力搅拌(5.3)30 min,放置室温后,用干燥滤纸过滤,取约 2 mL 滤液用 0.45 μ m 微孔滤膜过滤或离心获取清液至样品瓶,待色谱仪测定。

7.1.2 糖浆、蜂蜜类

称取 1 g~2 g 均匀样品(m_1 ,精确至 0.1 mg)于 50 mL 容量瓶,加水至溶液总质量约为 50 g(m_2 ,精确至 0.1 mg),充分摇匀,用 0.45 μ m 微孔滤膜过滤或离心获取清液至样品瓶中,待色谱仪测定。

7.1.3 含二氧化碳的饮料

吸取去除了二氧化碳的样品 50 mL(m_1),移入 100 mL 容量瓶中,缓慢加入乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液各 5 mL,放置室温后,用水定容至刻度(m_2),摇匀,静置 30 min,然后用干燥滤纸过滤,取约 2 mL 滤液,用 0.45 μ m 微孔滤膜过滤或离心获取清液至样品瓶,待色谱仪测定。

7.1.4 脂肪含量大于 10%的食品

称取均匀的样品 5 g~10 g(m_1 ,精确至 0.1 mg),置于 100 mL 具塞离心管中,加入 50 mL 石油醚(4.4),振摇 2 min,1 800 r/min 离心(5.4)15 min,去除石油醚,重复以上步骤至去除大部分脂肪。蒸发残留的石油醚,用玻璃棒将样品捣碎,将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌子的烧杯中,用 50 g 水分两次冲洗离心管,洗液并入烧杯,以下按 7.1.1 自“缓慢加入乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液各 5 mL”依法操作。

7.2 测定

7.2.1 色谱参考条件

柱温:40 $^{\circ}$ C;

流动相:乙腈-水(85+15,体积比);

流速:1.0 mL/min;

进样体积:20 μ L。

7.2.2 标准曲线的绘制

分别吸取 20 μ L 标准工作液(4.7)注入高效液相色谱仪,在上述色谱条件下测定标准溶液的响应值(峰面积),以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

7.2.3 样品中糖的测定

吸取 20 μ L 样液(7.1)注入高效液相色谱仪,在上述色谱条件下测定试样的响应值(峰面积)。由标准曲线上查得样液中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的含量,或利用回归方程式计算样液中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的含量。

8 结果计算

样品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖含量以质量分数 x 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$x = \frac{c \times m_2}{m_1 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

x ——样品中糖(果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖)含量, %;

c ——样液中糖的含量, 单位为毫克每克(mg/g);

m_2 ——水溶液总质量, 单位为克(g)或毫升(mL);

m_1 ——样品的质量, 单位为克(g)或毫升(mL)。

平行测定结果用算术平均值表示, 保留三位有效数字。

9 允许差

同一样品独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。