

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.31—2008
代替 GB/T 9695.31—1991

肉制品 总糖含量测定

Meat products—Determination of total sugars content

2008-08-28 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

-
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》；
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》；
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》；
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》；
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》；
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 亚硝酸盐含量测定》；
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》；
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 亚硝酸盐测定》；
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》；
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》；
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》；
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》；
- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》；
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡萄糖酸- δ -内酯含量的测定》；
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》；
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》；
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》；
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》；
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》；
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定》；
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》；
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》；
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》；
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定》；
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定》；
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》；
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》；
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 31 部分。

本部分代替 GB/T 9695.31—1991《肉制品 总糖含量测定》。

本部分与 GB/T 9695.31—1991 相比主要修改如下：

- 按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》进行了结构调整和文字修改；
- 按照 GB/T 1.1—2000，删除英文名称中的“Method for”；
- 第 1 章增加了对第二法适用范围的说明；

- 第2章增加规范性引用文件 GB/T 6682—2008；
- 第3章为表述更准确，在“其吸光度值同糖的浓度呈正比”前增加了“在一定范围内”；
- 第4章将“所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水或相当纯度的水”修改为“如无特别说明，所用试剂均为分析纯”，增加了部分溶液的配制方法，增加了条款“4.1 水：应符合 GB/T 6682—~~XXXXXX~~”；
- 第8章更改了计算公式的表达方式；
- 用“9 精密度”及其内容代替“9 允许差”及其内容；

——增加了“试验报告”一章。

——增加了第二法“直接滴定法”。

本部分由中国商业联合会提出。

本部分由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：深圳市计量质量检测研究院、中国商业联合会商业标准中心。

本部分主要起草人：陈泽勇、杨万颖、罗美中、孟海鸥、张进军、林长虹、靳晓蕾。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9695.31—1991。

肉制品 总糖含量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉制品中总糖含量的测定方法。

本部分中第一法适用于肉制品中总糖含量的测定；第二法适用于不含淀粉的肉制品中总糖含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

第一法 分光光度法

3 原理

试样中的糖经热水提取后，用硫酸脱水，生成糠醛或糠醛衍生物。生成物与芳香族酚类化合物缩合生成黄色物质，在 470 nm 处有最大吸收，在一定范围内其吸光度值同糖的浓度呈正比，以此测定糖的含量。

4 试剂

如不特别说明，所用试剂均为分析纯。

- 4.1 水：应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。
- 4.2 苯酚溶液：称取 5 g 苯酚溶于 100 mL 水中。避光贮存。
- 4.3 浓硫酸($\rho_{20} \approx 1.84$ g/mL)。
- 4.4 葡萄糖标准溶液：准确称取 1.000 g 经过 $96\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的纯葡萄糖，加水溶解后加入 5 mL 盐酸，并以水定容至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 葡萄糖。
- 4.5 淀粉酶溶液：称取 0.5 g 淀粉酶溶于 100 mL 水中。
- 4.6 碘-碘化钾溶液：称取碘化钾 3.6 g、碘 1.3 g 溶于水中并稀释至 100 mL。

5 仪器和设备

- 5.1 实验室常规仪器。
- 5.2 绞肉机：孔径不超过 4 mm。
- 5.3 分光光度计。

6 试样

- 6.1 按 GB/T 9695.19 取样。
- 6.2 取有代表性的试样不少于 200 g，用绞肉机绞两次并混匀。

6.3 绞好的试样应尽快分析,若不立即分析,应密封冷藏贮存,防止变质和成分发生变化。贮存的试样在启用时应重新混匀。

7 分析步骤

7.1 试样前处理

称取试样约 1 g(精确至 0.001 g)于烧杯中,加入 50 mL 水,在沸水浴上加热 30 min,冷却后用水定容到 500 mL。含淀粉的试样,加热后冷却到 60 °C 左右,加入淀粉酶溶液(4.5) 10 mL 混匀,在 55 °C~60 °C 水浴中保温 1 h 用碘-碘化钾溶液(4.6)检查酶解是否完全 若呈蓝色,再加淀粉酶溶液

7.2 测定

7.2.1 葡萄糖标准曲线的绘制

分别准确吸取葡萄糖标准溶液(4.4)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中用水定容至刻度,摇匀。浓度分别为 0 μg/mL、20 μg/mL、40 μg/mL、60 μg/mL、80 μg/mL、100 μg/mL。准确吸取上述标准葡萄糖溶液 1 mL(相当于葡萄糖 0 μg、20 μg、40 μg、60 μg、80 μg、100 μg)加入 20 mL 比色管中,加入苯酚溶液(4.8)1 mL 充分混合,加入苯酚稀液(4.9)5 mL 充分混匀。室温下放置 20 min,在 470 nm 波长,以 0 管为参比,测定吸光度值,以葡萄糖含量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

准确吸取滤液 1 mL,加入 20 mL 比色管中,按 7.2.1 自“加入苯酚溶液……”起进行操作。

8 计算

试样中总糖的含量(以葡萄糖计)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X₁——试样中总糖的含量(以葡萄糖计),单位为克每百克(g/100 g);

m₁——从标准曲线上查得葡萄糖含量,单位为微克(μg);

V₀——试样经前处理后定容的体积,单位为毫升(mL);

m₀——试样质量,单位为克(g);

V₁——测定时吸取滤液的体积,单位为毫升(mL)。

当平行测定符合精密度所规定的要求时,取平行测定的算术平均值作为结果,精确到 0.01%。

9 精密度

在同一实验室由同一操作者在短暂的时间间隔内,用同一设备对同一试样获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 1%。

10 试验报告

试验报告应说明:

——与识别样品有关的必需信息;

——取样方法;

——依据本部分所使用的方法;

——未在本部分规定或被视为可选的所有操作,以及可能影响测试结果的其他事件;

- 获得的结果;
- 如果检验了重复性,列出最终结果。

第二法 直接滴定法

11 原理

试样先除去蛋白后,经盐酸水解,在加热条件下,以次甲基蓝作指示剂,滴定标定过的斐林试剂(碱性酒石酸铜溶液),根据消耗样品液的量得到试样总糖的含量。

12 试剂

12.1 盐酸溶液(1+1)。

12.2 斐林试剂甲液(碱性酒石酸铜甲液):称取 15 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)及 0.05 g 次甲基蓝,溶干

12.3 斐林试剂乙液(碱性酒石酸铜乙液):称取 50 g 酒石酸钾钠、75 g 氢氧化钠,溶于水中,再加入 4 g 亚铁氰化钾,完全溶解后,用水稀释至 1 000 mL,贮存于橡胶塞玻璃瓶内。

12.4 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。

12.5 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。

12.6 甲基红指示剂:称取 0.1 g 甲基红,用少量乙醇(95%)溶解后,并稀释至 100 mL。

12.7 氢氧化钠溶液:称取 200 g 固体氢氧化钠,用水溶解并稀释至 1 000 mL。

12.8 葡萄糖标准溶液:同 4.4。

13 仪器和设备

13.1 酸式滴定管:25 mL。

13.2 可调电炉:带石棉网。

13.3 绞肉机:同 5.2。

14 试样

同第 6 章。

15 分析步骤

15.1 试样处理

称取试样约 5 g~10 g(精确至 0.001 g),置于 250 mL 容量瓶中,加 50 mL 水在 $45\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中加热 1 h,并时时振摇。慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液(12.4)及 5 mL 亚铁氰化钾溶液(12.5),冷却至室温,加水至刻度,混匀,沉淀,静置 30 min,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,准确吸取 50 mL 滤液于

指示剂(12.6),用氢氧化钠溶液(12.7)中和至中性,加水至刻度,混匀,作为试样溶液。

15.2 斐林试剂的标定

准确吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液(12.2)及 5.0 mL 乙液(12.3),置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管预加约 9 mL 葡萄糖标准溶液(4.4),控制在 2 min 内加热至沸,趁热以每两秒 1 滴的速度继续滴加葡萄糖标准溶液,直至溶液蓝色刚好褪去为终点(若滴定体积小于 0.5 mL 或大于 1 mL 则需调整加入葡萄糖标准溶液的量),记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积,同时平行操作三份,取其平均值,计算每 10 mL(甲、乙液各 5 mL)斐林试剂相当于葡萄糖的质量(mg)[也可以按上述方法标定 4 mL~20 mL 斐林试剂(甲乙液各半)来适应试样中糖的浓度变化]。

15.3 试样溶液预测

准确吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液及 5.0 mL 乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,控制在 2 min 内加热至沸,趁沸以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每两秒 1 滴的速度滴定,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录试样溶液消耗体积。当试样溶液中还原糖浓度过高时应适当稀释,再进行正式测定,使每次滴定消耗试样溶液的体积控制在与标定斐林试剂时所消耗的葡萄糖标准溶液的体积相近,约在 10 mL 左右。当浓度过低时则采取直接加入 10 mL 试样溶液,再用葡萄糖标准溶液滴定至终点,记录消耗的体积与标定时消耗的葡萄糖标准溶液体积之差相当于 10 mL 试样溶液中所含葡萄糖的量。

15.4 试样溶液测定

准确吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液及 5.0 mL 乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管预加比预测体积少 1 mL 的试样溶液至锥形瓶中,使在 2 min 内加热至沸,趁沸继续以每两秒 1 滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录试样溶液消耗体积。同法平行操作三份,得出平均消耗体积。

16 计算

试样中总糖的含量(以葡萄糖计)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A \times V_0}{m \times V_1 \times 1\,000} \times 2 \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_2 ——试样中总糖的含量(以葡萄糖计),单位为克每百克(g/100 g);

A ——斐林试剂(甲、乙液各半)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

V_0 ——试样经前处理后定容的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

V_1 ——测定时平均消耗试样溶液体积,单位为毫升(mL);

2——试样水解时稀释倍数。

当平行测定符合精密度所规定的要求时,取平行测定的算术平均值作为结果,精确到 0.1%。

17 精密度

在同一实验室由同一操作者在短暂的时间间隔内、用同一设备对同一试样获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 1%。

18 试验报告

同第 10 章。