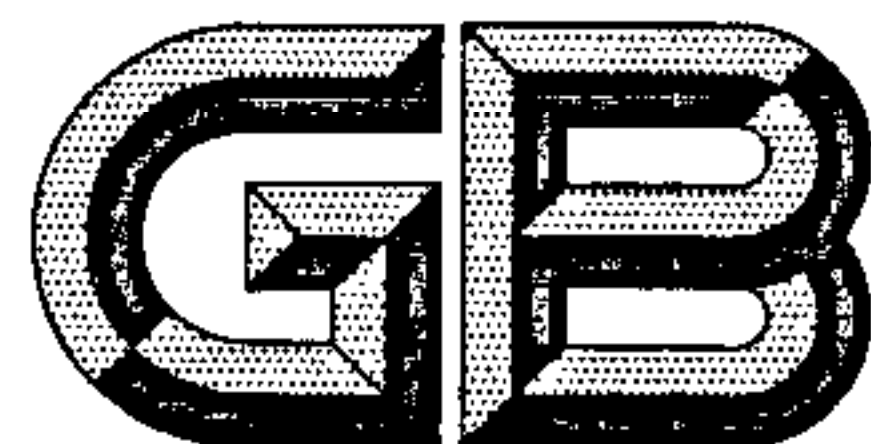


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.28—2003
代替 GB/T 5009.28—1996

食品中糖精钠的测定

Determination of sacchar in sodium in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

223

前 言

本标准代替 GB/T 5009.28—1996《食品中糖精钠的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.28—1996 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《食品中糖精钠的测定》；

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由天津市食品卫生监督检验所、辽宁省食品卫生监督检验所、武汉市卫生防疫站、浙江省卫生防疫站、四川省卫生防疫站负责起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准第三法由上海市食品卫生监督检验所、扬州市卫生防疫站、上海市南市区卫生防疫站、广西壮族自治区卫生防疫站、太原市卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食品中糖精钠的测定

1 范围

本标准规定了食品中糖精钠的测定方法。

本标准适用于食品中糖精钠的测定。

本方法检出限:高效液相色谱法为取样量为 10 g,进样量为 10 μ L 时检出量为 1.5 ng。

第一法 高效液相色谱法

2 原理

试样加温除去二氧化碳和乙醇,调 pH 至近中性,过滤后进高效液相色谱仪,经反相色谱分离后,根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

3 试剂

3.1 甲醇:经 0.5 μ m 滤膜过滤。

3.2 氨水(1+1):氨水加等体积水混合。

3.3 乙酸铵溶液(0.02 mol/L):称取 1.54 g 乙酸铵,加水至 1 000 mL 溶解,经 0.45 μ m 滤膜过滤。

3.4 糖精钠标准储备溶液:准确称取 0.085 1 g 经 120 $^{\circ}$ C 烘干 4 h 后的糖精钠($C_6H_4CONaSO_2 \cdot 2H_2O$),加水溶解定容至 100 mL。糖精钠含量 1.0 mg/mL,作为储备溶液。

3.5 糖精钠标准使用溶液:吸取糖精钠标准储备液 10 mL 放入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,经 0.45 μ m 滤膜过滤,该溶液每毫升相当于 0.10 mg 的糖精钠。

4 仪器

高效液相色谱仪,紫外检测器。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 汽水:称取 5.00 g~10.00 g,放入小烧杯中,微温搅拌除去二氧化碳,用氨水(1+1)调 pH 约 7。加水定容至适当的体积,经 0.45 μ m 滤膜过滤。

5.1.2 果汁类:称取 5.00 g~10.00 g,用氨水(1+1)调 pH 约 7,加水定容至适当的体积,离心沉淀,上清液经 0.45 μ m 滤膜过滤。

5.1.3 配制酒类:称取 10.00 g,放小烧杯中,水浴加热除去乙醇,用氨水(1+1)调 pH 约 7,加水定容至 20 mL,经 0.45 μ m 滤膜过滤。

5.2 高效液相色谱参考条件

5.2.1 柱:YWG-C18 4.6 mm \times 250 mm 10 μ m 不锈钢柱。

5.2.2 流动相:甲醇:乙酸铵溶液(0.02 mol/L)(5+95)。

5.2.3 流速:1 mL/min。

5.2.4 检测器:紫外检测器,230 nm 波长,0.2 AUFS。

5.3 测定

取处理液和标准使用液各 10 μ L(或相同体积)注入高效液相色谱仪进行分离,以其标准溶液峰的

保留时间为依据进行定性,以其峰面积求出样液中被测物质的含量,供计算。

5.4 结果计算

试样中糖精钠含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中糖精钠含量,单位为克每千克(g/kg);

A——进样体积中糖精钠的质量,单位为毫克(mg);

V₂——进样体积,单位为毫升(mL);

V₁——试样稀释液总体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

5.5 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得超过算术平均值的10%。

5.6 其他

应用5.2的高效液相分离条件可以同时测定苯甲酸、山梨酸和糖精钠,其分离色谱图见图1。

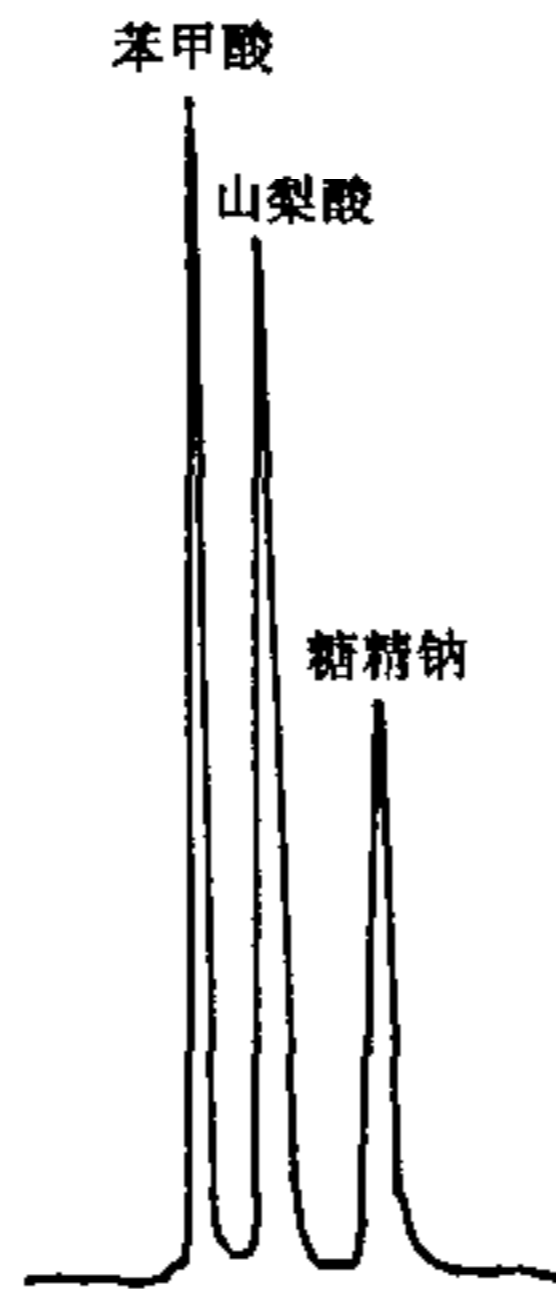


图1 分离色谱图

第二法 薄层色谱法

6 原理

在酸性条件下,食品中的糖精钠用乙醚提取、浓缩、薄层色谱分离、显色后,与标准比较,进行定性和半定量测定。

7 试剂

- 7.1 乙醚:不含过氧化物。
- 7.2 无水硫酸钠。
- 7.3 无水乙醇及乙醇(95%)。
- 7.4 聚酰胺粉;200目。
- 7.5 盐酸(1+1):取100 mL盐酸,加水稀释至200 mL。

7.6 展开剂如下:

7.6.1 正丁醇+氨水+无水乙醇(7+1+2)。

7.6.2 异丙醇+氨水+无水乙醇(7+1+2)。

7.7 显色剂:溴甲酚紫溶液(0.4 g/L):称取 0.04 g 溴甲酚紫,用乙醇(50%)溶解,加氢氧化钠溶液(4 g/L)1.1 mL调制 pH 为 8,定容至 100 mL。

7.8 硫酸铜溶液(100 g/L):称取 10 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),用水溶解并稀释至 100 mL。

7.9 氢氧化钠溶液(40 g/L)。

7.10 糖精钠标准溶液:准确称取 0.085 1 g 经 120℃干燥 4 h 后的糖精钠,加乙醇溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加乙醇(95%)稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1 mg 糖精钠($\text{C}_6\text{H}_4\text{CONaSO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

8 仪器

8.1 玻璃纸:生物制品透析袋纸或不含增白剂的市售玻璃纸。

8.2 玻璃喷雾器。

8.3 微量注射器。

8.4 紫外光灯:波长 253.7 nm。

8.5 薄层板:10 cm×20 cm 或 20 cm×20 cm。

8.6 展开槽。

9 分析步骤

9.1 试样提取

9.1.1 饮料、冰棍、汽水:取 10.0 mL 均匀试样(如试样中含有二氧化碳,先加热除去。如试样中含有酒精,加 4%氢氧化钠溶液使其呈碱性,在沸水浴中加热除去),置于 100 mL 分液漏斗中,加 2 mL 盐酸(1+1),用 30、20、20 mL 乙醚提取三次,合并乙醚提取液,用 5 mL 盐酸酸化的水洗涤一次,弃去水层。乙醚层通过无水硫酸钠脱水后,挥发乙醚,加 2.0 mL 乙醇溶解残留物,密塞保存,备用。

9.1.2 酱油、果汁、果酱等:称取 20.0 g 或吸取 20.0 mL 均匀试样,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 60 mL,加 20 mL 硫酸铜溶液(100 g/L),混匀,再加 4.4 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),加水至刻度,混匀,静置 30 min,过滤,取 50 mL 滤液置于 150 mL 分液漏斗中,以下按 9.1.1 自“加 2 mL 盐酸(1+1)……”起依法操作。

9.1.3 固体果汁粉等:称取 20.0 g 磨碎的均匀试样,置于 200 mL 容量瓶中,加 100 mL 水,加温使溶解、放冷,以下按 9.1.2 自“加 20 mL 硫酸铜溶液(100 g/L)……”起依法操作。

9.1.4 糕点、饼干等蛋白、脂肪、淀粉多的食品:称取 25.0 g 均匀试样,置于透析用玻璃纸中,放入大小适当的烧杯内,加 50 mL 氢氧化钠溶液(0.8 g/L)。调成糊状,将玻璃纸口扎紧,放入盛有 200 mL 氢氧化钠溶液(0.8 g/L)的烧杯中,盖上表面皿,透析过夜。

量取 125 mL 透析液(相当 12.5 g 试样),加约 0.4 mL 盐酸(1+1)使成中性,加 20 mL 硫酸铜溶液(100 g/L),混匀,再加 4.4 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),混匀,静置 30 min,过滤。取 120 mL(相当 10 g 试样),置于 250 mL 分液漏斗中,以下按 9.1.1 自“加 2 mL 盐酸(1+1)……”起依法操作。

9.2 薄层板的制备

称取 1.6 g 聚酰胺粉,加 0.4 g 可溶性淀粉,加约 7.0 mL 水,研磨 3 min~5 min,立即涂成 0.25 mm~0.30 mm 厚的 10 cm×20 cm 的薄层板,室温干燥后,在 80℃下干燥 1 h。置于干燥器中保存。

9.3 点样

在薄层板下端 2 cm 处,用微量注射器点 10 μL 和 20 μL 的样液两个点,同时点 3.0、5.0、7.0、10.0 μL 糖精钠标准溶液,各点间距 1.5 cm。

9.4 展开与显色

将点好的薄层板放入盛有展开剂(7.6.1或7.6.2)的展开槽中,展开剂液层约0.5 cm,并预先已达到饱和状态。展开至10 cm,取出薄层板,挥干,喷显色剂,斑点显黄色,根据试样点和标准点的比移值进行定性,根据斑点颜色深浅进行半定量测定。

9.5 计算

试样中糖精钠的含量按式(2)进行计算。

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X——试样中糖精钠的含量,单位为克每千克或克每升(g/kg或g/L);
- A——测定用样液中糖精钠的质量,单位为毫克(mg);
- m——试样质量或体积,单位为克或毫升(g或mL);
- V₁——试样提取液残留物加入乙醇的体积,单位为毫升(mL);
- V₂——点板液体积,单位为毫升(mL)。

第三法 离子选择电极测定方法

10 原理

糖精选择电极是以季铵盐所制PVC薄膜为感应膜的电极,它和作为参比电极的饱和甘汞电极配合使用以测定食品中糖精钠的含量。当测定温度、溶液总离子强度和溶液接界电位条件一致时,测得的电位遵守能斯特方程式,电位差随溶液中糖精离子的活度(或浓度)改变而变化。

被测溶液中糖精钠含量在0.02 mg/mL~1 mg/mL范围内。电极值与糖精离子浓度的负对数成直线关系。

11 试剂

- 11.1 乙醚:使用前用盐酸(6 mol/L)饱和。
- 11.2 无水硫酸钠。
- 11.3 盐酸(6 mol/L):取100 mL盐酸,加水稀释至200 mL,使用前以乙醚饱和。
- 11.4 氢氧化钠溶液(0.06 mol/L):取2.4 g氢氧化钠加水溶解并稀释至1 000 mL。
- 11.5 硫酸铜溶液(100 g/L):称取硫酸铜(CuSO₄·5H₂O)10 g溶于100 mL水中。
- 11.6 氢氧化钠溶液(40 g/L)。
- 11.7 氢氧化钠溶液(0.02 mol/L):将11.4稀释而成。
- 11.8 磷酸二氢钠[c(NaH₂PO₄·2H₂O)=1 mol/L]溶液:取78 gNaH₂PO₄·2H₂O溶解后转入500 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。
- 11.9 磷酸氢二钠[c(Na₂HPO₄·12H₂O)=1mol/L]溶液:取89.5 gNa₂HPO₄·12H₂O于250 mL容量瓶中溶解后,加水稀释至刻度,摇匀。
- 11.10 总离子强度调节缓冲液:87.7 mL磷酸二氢钠溶液(1 mol/L)与12.3 mL磷酸氢二钠溶液(1 mol/L)混合即得。
- 11.11 糖精钠标准溶液:准确称取0.085 1 g经120℃干燥4 h后的糖精钠结晶移入100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。此溶液每毫升相当于1.0 mg糖精钠(C₆H₄CONaSO₂·2H₂O)。

12 仪器

- 12.1 精密级酸度计或离子活度计或其他精密级电位计,准确到±1 mV。

12.2 糖精选择电极。

12.3 217型甘汞电极：具双盐桥式甘汞电极，下面的盐桥内装入含1%琼脂的氯化钾溶液(3 mol/L)。

12.4 磁力搅拌器。

12.5 透析用玻璃纸。

12.6 半对数纸。

13 分析步骤

13.1 试样提取

13.1.1 液体试样：浓缩果汁、饮料、汽水、汽酒、配制酒等。准确吸取25 mL均匀试样(汽水、汽酒等需先除去二氧化碳后取样)置于250 mL分液漏斗中，加2 mL盐酸(6 mol/L)，用20、20、10 mL乙醚提取三次，合并乙醚提取液，用5 mL经盐酸酸化的水洗涤一次，弃去水层，乙醚层转移至50 mL容量瓶，用少量乙醚洗涤原分液漏斗合并入容量瓶，并用乙醚定容至刻度，必要时加入少许无水硫酸钠，摇匀，脱水备用。

13.1.2 含蛋白质、脂肪、淀粉量高的食品：糕点、饼干、酱菜、豆制品、油炸食品、称取20.00 g切碎试样，置透析用玻璃纸中，加50 mL氢氧化钠溶液(0.02 mol/L)，调匀后将玻璃纸口扎紧，放入盛有200 mL氢氧化钠溶液(0.02 mol/L)的烧杯中，盖上表面皿，透析24 h，并不时搅动浸泡液。量取125 mL透析液，加约0.4 mL盐酸(6 mol/L)使成中性，加20 mL硫酸铜溶液混匀，再加4.4 mL氢氧化钠溶液(40 g/L)，混匀。静置30 min，过滤。取100 mL滤液于250 mL分液漏斗中，以下按13.1.1自“加2 mL盐酸(6 mol/L)……”起依法操作。

13.1.3 蜜饯类：称取10.00 g切碎的均匀试样。置透析用玻璃纸中，加50 mL氢氧化钠溶液(0.06 mol/L)，调匀后将玻璃纸扎紧，放入盛有200 mL氢氧化钠溶液(0.06 mol/L)的烧杯中，透析、沉淀、提取按13.1.2操作。

13.1.4 糯米制食品：称取25.00 g切成米粒状的小块的均匀试样，按13.1.2操作。

13.2 测定

13.2.1 标准曲线的绘制：准确吸取0、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0 mL糖精钠标准溶液(相当于0、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0 mg糖精钠)。分别置于50 mL容量瓶中，各加5 mL总离子强度调节缓冲液，加水至刻度，摇匀。

将糖精选择电极和甘汞电极分别与测量仪器的负端和正端相连接，将电极插入盛有水的烧杯中，按其仪器的使用说明书调节至使用状态，在搅拌下用水洗至电极起始电位(例如某些电极起始电位达-320 mV)。取出电极用滤纸吸干。将上述标准系列溶液按低浓度到高浓度逐个测定，得其在搅拌时的平衡电位值(-mV)。

在半对数纸上以毫升(毫克)为纵坐标；电位值(-mV)为横坐标绘制标准曲线。

13.2.2 试样的测定：准确吸取20 mL 13.1项下的乙醚提取液置于50 mL烧杯中，挥发至干，残渣加5 mL总离子强度调节缓冲液。小心转动，振摇烧杯使残渣溶解，将烧杯内容物全部定量转移入50 mL容量瓶中，原烧杯用少量水多次漂洗后，并入容量瓶中，最后加水至刻度摇匀。依法测定其电位值(-mV)，查标准曲线求得测定液中糖精钠毫克数。

13.3 结果计算

试样中糖精钠的含量按式(3)进行计算。

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

X——试样中糖精钠的含量，单位为克每千克或克每升(g/kg或g/L)；

A ——测定液中糖精钠的质量,单位为毫克(mg);

V_1 ——乙醚提取液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取乙醚提取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

结果的表述:同 5.4。

13.4 干扰

本法对苯甲酸钠的浓度在 200 mg/kg~1 000 mg/kg 时无干扰;山梨酸的浓度在 50 mg/kg~500 mg/kg,糖精钠含量在 100 mg/kg~150 mg/kg 范围内,约有 3%~10%的正误差;水杨酸及对羟基苯甲酸酯等对本法的测定有严重干扰。
