

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22222—2008

食品中木糖醇、山梨醇、 麦芽糖醇的测定 高效液相色谱法

Determination of xylitol, sorbitol, maltitol 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

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

食品中木糖醇、山梨醇、 麦芽糖醇的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的高效液相色谱法测定的条件和详细分析步骤。本标准适用于口香糖、糕点、糖果、饮料等食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇含量的测定。本标准木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的最小检出限均为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,清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,所用试剂应为分析纯,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 糖醇:纯度≥99%。
- 4.6 标准贮备液:分别称取1 g(精确至0.1 mg)木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇标准,加入约25 g水溶解,称量(精确至0.1 mg),溶液每克分别相当于40 mg木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇,放置4℃密封可贮藏一个月。
- 4.7 标准工作液:分别吸取糖醇标准贮备液(4.6)1 mL、2 mL、3 mL、5 mL于25 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1.60 mg/g、3.20 mg/g、4.80 mg/g、8.00 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)或阳离子交换色谱柱(6.5 mm×300 mm)。
- 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 5 g~10 g(m_1 ,精确至 0.1 mg),糖醇含量超过 50% 的食品称取量小于 1 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 2 mL 滤液用 0.45 μm 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 脂肪含量大于 10% 的食品

脂肪含量大于 10% 按以下步骤进行脱脂。称取均匀化的样品 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

- a) 氨基色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);
柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;
流动相:乙腈-水(85+15,体积比);
流速:1.0 mL/min;
进样量:20 μL 。
- b) 阳离子交换色谱柱(6.5 mm×300 mm);
柱温:80 $^{\circ}\text{C}$;
流动相:水;
流速:0.5 mL/min;
进样量:20 μL 。

7.2.2 标准曲线的绘制

分别吸取 20 μL 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 样品中糖醇的测定

取 20 μL 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),通过各个糖醇的色谱峰在色谱图中的保留时间,确认样品中的糖醇,根据峰面积由标准曲线上查得样液中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的含量,或利用回归方程式计算样液中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的含量。

8 结果计算

样品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的含量以质量分数 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 ——样品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的含量, %;

c ——由标准曲线上查得样液中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇的含量,单位为毫克每克(mg/g);

m_2 ——水溶液总质量,单位为克(g);

m_1 ——样品的质量,单位为克(g)。

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%。

注:方法的重复性和再现性参见附录A。

附 录 A
(资料性附录)
方法的重复性和再现性

A.1 重复性

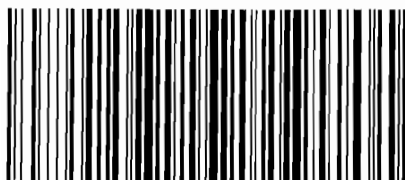
在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,对同一样品独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值一般不超过表 A.1 中列出的重复性限 r ,超过重复性限的情况不超过 5%。

表 A.1 方法的重复性和再现性

项 目	口香糖 117		口香糖 115		饼干
	木糖醇	山梨醇	木糖醇	麦芽糖醇	木糖醇
平均值/(g/100 g)	41.71	28.94	32.87	42.12	1.97
重复性标准差 S_r /(g/100 g)	0.86	0.38	0.42	1.55	0.05
重复性变异系数/%	2.06	1.32	1.29	3.67	2.78
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$ /(g/100 g)	2.41	1.06	1.18	4.34	0.14
再现性标准差 S_R /(g/100 g)	1.43	0.75	1.31	2.41	0.09
再现性变异系数/%	3.43	2.59	3.99	5.72	4.57
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$ /(g/100 g)	4.00	2.10	3.67	6.75	0.25

A.2 再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对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一般不超过表 A.1 中列出的再现性限 R ,超过再现性限的情况不超过 5%。



GB/T 22222-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-33074

定价: 10.00 元