

ICS 67.180.10
X 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 18932.22—2003

A large, faint watermark of the Chinese Standard logo is centered in the background. It features a circular border with the text 'STANDARDS OF CHINA' and a stylized 'S' shape in the center.

蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖 含量的测定方法 液相色谱示差折光检测法

Method for the determination of fructose, glucose, sucrose, maltose
contents in honey—
Liquid chromatography refractive index detection method

2003-12-26 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

GB/T 18932 的本部分等同采用加拿大标准 ACC-017-V2.0《蜂蜜中糖类的测定——液相色谱法》，只对个别内容作了编辑性修改。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本部分由中华全国供销合作总社归口。

本部分负责起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：国家蜂产品质量监督检验中心。

本部分主要起草人：庞国芳、曹彦忠、李子健、贾光群、范春林、张进杰、李学民、石玉秋。

本部分系首次发布的国家标准。

蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖
含量的测定方法
液相色谱示差折光检测法

1 范围

GB/T 18932 的本部分规定了蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖含量的测定方法。
本部分适用于蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖含量的测定。
本部分的方法检出限:果糖、葡萄糖、麦芽糖为 0.5%,蔗糖为 0.2%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18932 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 6379 测试方法的精密度 通过实验室间实验确定标准测试方法的重复性和再现性 (GB/T 6379—1986, neq ISO 5725:1981)

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 原理

试样用水溶解,乙腈定容后,经 0.45 μm 滤膜过滤,液相色谱示差折光检测器测定,外标法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 水:GB/T 6682 规定的一级水。
- 4.3 果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.4 果糖、葡萄糖标准储备溶液:准确称取 5 g 果糖标准物质和 4 g 葡萄糖标准物质,精确至 0.000 1 g,放入同一 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 水溶解,用乙腈定容至体积,摇匀。
- 4.5 蔗糖、麦芽糖标准储备溶液:分别称取 2 g 蔗糖和 2 g 麦芽糖标准物质,精确至 0.0001 g,放入同一 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 水溶解,用乙腈定容至体积,摇匀。
- 4.6 果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖标准工作溶液:吸取不同体积的果糖、葡萄糖标准储备溶液(4.4)和蔗糖、麦芽糖标准储备溶液(4.5),用乙腈+水(40+60)稀释至体积,配成不同浓度的果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖标准工作溶液,用于绘制标准工作曲线。每种标准储备溶液的用量和定容体积见表 1:

表 1

序号	果糖、葡萄糖 储备溶液体积/ mL	蔗糖、麦芽糖 储备溶液体积/ mL	定容体积/ mL	标准工作溶液浓度/(g/100 mL)			
				果糖	葡萄糖	蔗糖	麦芽糖
1	2.0	0.250	10	1.00	0.80	0.050	0.050
2	3.0	0.500	10	1.50	1.20	0.100	0.100
3	4.0	1.0	10	2.00	1.60	0.20	0.20
4	5.0	2.0	10	2.50	2.00	0.40	0.40
5	15.0	7.0	25	3.00	2.40	0.60	0.60

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪:配有示差折光检测器。
- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.001 g 各一台。
- 5.3 注射器:10 mL。
- 5.4 有机相过滤膜:0.45 μm 。
- 5.5 样品瓶:1.5 mL。
- 5.6 容量瓶:10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL。

6 试样制备与保存

6.1 试样的制备

对无结晶的实验室样品,将其搅拌均匀。对有结晶的样品,在密闭情况下,置于不超过 60℃ 的水浴中温热,振荡,待样品全部融化后搅匀,冷却至室温。分出 0.5 kg 作为试样。制备好的试样置于样品瓶中,密封,并做上标记。

6.2 试样的保存

将试样于常温下保存。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 5 g 试样,精确至 0.001 g。置于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,用玻璃棒搅拌使试样完全溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,然后再用 10 mL 水洗烧杯三次并转移至上述 100 mL 容量瓶中,用乙腈定容至体积,混匀。用 0.45 μm 滤膜将样液过滤入样品瓶中供液相色谱测定。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:碳水化合物分析柱 10 μm , 300 mm $\times$ 3.9 mm(i. d);
- b) 流动相:乙腈+水(77+23);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:25℃;
- e) 检测器池温度:35℃;
- f) 进样量:15 μL 。

7.2.2 液相色谱测定

用配制的果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖标准工作溶液(4.6)绘制以峰高为纵坐标,工作溶液浓度为横坐标的标准工作曲线,保证样品溶液中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖的响应值均应在标准工作曲线的线性范围内,样品溶液与标准工作溶液等体积进样进行测定。在上述色谱条件下,果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖的分离度应大于 1.5,其参考保留时间见表 1:

表 1

糖类名称	保留时间/min
果糖	7.804
葡萄糖	8.973
蔗糖	12.521
麦芽糖	15.177

果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖标准物质色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

7.3 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.4 空白试验

除不称取样品外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = c \cdot \frac{V}{m} \quad \text{.....(1)}$$

式中:

X ——试样中被测组分含量 单位为克每百克(g/100 g);

c ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为克每百毫升(g/100 mL);

V ——样品溶液定容体积 单位为毫升(mL);

m ——所称试样的质量,单位为克(g)。

注:计算结果应扣除空白值。

9 精密度

本部分的精密度数据是按照 GB/T 6379 的规定确定的,其重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算。

9.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖含量范围及重复性方程见表 2。

表 2 含量范围及重复性和再现性方程

名称	含量范围/(g/100 g)	重复性限 r	再现性限 R
果糖	21.31~36.62	$r = -0.009\ 5\ m + 0.542\ 0$	$\lg R = 0.452\ 9\ \lg m - 0.597\ 8$
葡萄糖	20.54~36.15	$r = -0.009\ 4\ m + 0.412\ 7$	$\lg R = 0.090\ 5\ \lg m - 0.423\ 6$
蔗糖	0.22~5.95	$r = -0.011\ 5\ m + 0.157\ 9$	$R = 0.001\ 1\ m + 0.214\ 9$
麦芽糖	0.98~6.99	$r = -0.004\ 7\ m + 0.162\ 3$	$\lg R = 0.147\ 4\ \lg m - 0.812\ 2$

如果差值超过重复性限(r),应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖的含量范围及再现性方程见表 2。

附录 A
(资料性附录)
标准物质质谱图

果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖标准物质质谱图,见图 A.1。

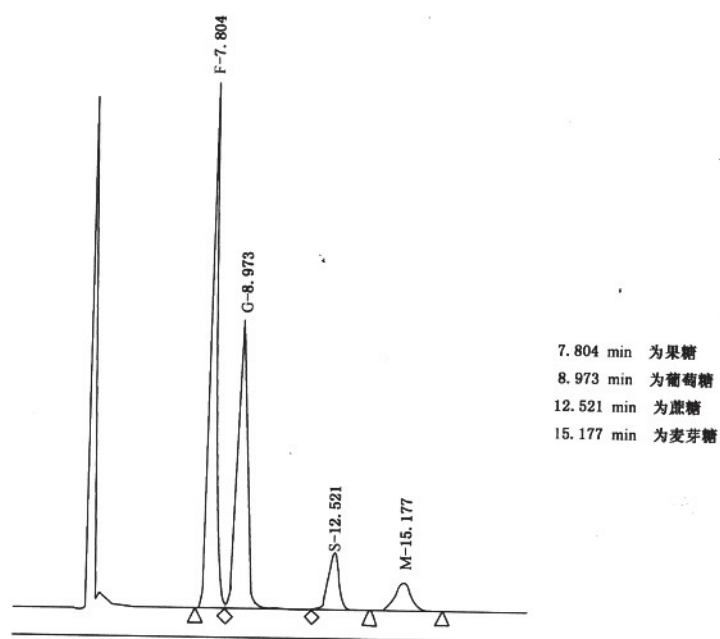


图 A.1