

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2279—2012

食用菌中岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、 甘露糖、葡萄糖、半乳糖、核糖的测定 离子色谱法

**Determination of fucose, arabitol, trehalose dihydrate, mannitol, mannose,
glucose, galactose and ribose in edible fungi
by ion chromatography**

2012-12-24 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：农业部食用菌产品质量监督检验测试中心(上海)、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所、上海市农业科学院食用菌研究所。

本标准主要起草人：刘海燕、邢增涛、邵毅、白冰、赵晓燕、董茂锋、饶钦雄、李玉。

食用菌中岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖、核糖的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了食用菌中岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖离子色谱的测定方法。

本标准适用于食用菌中岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖含量的测定。

本标准食用菌样品检出限和样品定量限参见表 A.1。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

用水提取食用菌样品中的岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖，稀释至合适的浓度后采用离子色谱—电化学检测器测定，保留时间定性，外标法定量。

4 试剂

除非另有规定，仅使用经确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 50% 氢氧化钠溶液(色谱纯)。

4.2 苯甲酸溶液, 0.1%(质量分数)。

4.3 流动相 A: 水。

4.4 流动相 B: 取 31.5 mL 氢氧化钠(4.1), 定容到 1 L。

4.5 岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖、核糖标准品: 纯度 $\geq 98\%$ 。

4.6 单一标准储备液: 分别称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖标准品, 用 0.1% 苯甲酸溶液(4.2)溶解, 转移至 100 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的单一标准储备液, 贮存在 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下, 有效期一个月。

4.7 混合标准储备液: 分别移取 20 mL 的岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖单一标准储备液(4.6)于 200 mL 容量瓶中, 用 0.1% 苯甲酸溶液(4.2)定容至刻度, 配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准储备液, 有效期一个月。

4.8 混合系列工作标准液: 分别移取混合标准储备液(4.7) 0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL、50.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用 0.1% 苯甲酸溶液(4.2)定容至刻度, 配制质量浓度分别为 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 现用现配。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪: 配电化学检测器。

- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。
- 5.3 均质器。
- 5.4 食品加工器。
- 5.5 样品粉碎机。
- 5.6 超声波提取仪:配有温控功能。
- 5.7 高速离心机:3 000 r/min。
- 5.8 水系滤膜:0.45 μm。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 鲜样

取具有代表性的样品 1 000 g,用干净纱布擦去样品表面的附着物,采用对角线分割法,取对角部分,将其切碎,充分混匀放入食品加工器(5.4)粉碎成匀浆,放入密封容器中-18℃保存备用。

6.1.2 干样

取具有代表性的样品 200 g,用样品粉碎机(5.5)粉碎,过 425 μm 标准网筛,放入密封容器中 0℃~20℃保存备用。

6.2 提取

6.2.1 鲜样

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),放入 250 mL 锥形瓶中,准确加入 100 mL 水,用均质器(5.3)匀浆 2 min,置于高速离心机(5.7)上 3 000 r/min 离心 10 min。移取上清液备用。

6.2.2 干样

称取 0.5 g 试样(精确至 0.01 g),放入 250 mL 锥形瓶中,准确加入 100 mL 水,于 60℃下超声 1 h,置于高速离心机(5.7)上 3 000 r/min 离心 10 min。移取上清液备用。

6.3 过滤

将样品提取液(6.2)经水系滤膜(5.8)过滤后待测。

6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件

色谱柱:糖离子交换柱(MA-1 或其他等效柱),4×250 mm;保护柱(MA-1 或其他等效柱),4×50 mm;柱温 30℃。

流动相:流速 0.4 mL/min,洗脱条件见表 1。

表 1 洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	流动相(VA+VB)	
		A(4.3)	B(4.4)
0	0.4	20	80
50	0.4	20	80
52	0.4	0	100
54	0.4	0	100
56	0.4	20	80
76	0.4	20	80

进样量:20 μL。

检测器:电化学检测器;Au 工作电极;Ag/AgCl 参比电极。

6.4.2 标准工作曲线

取混合系列工作标准液(4.8)分别上机,按照色谱条件测定,以各糖的峰面积为横坐标,以各糖的质量浓度为纵坐标,绘制标准曲线或计算线性回归方程。标准品色谱图参见图 B.1。

6.4.3 测定

取待测液上机测定。如果样品提取液(6.2)中岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖的含量超出标准工作曲线 $0.25 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 50 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的范围,则稀释合适倍数后重新测定。同时进行试剂空白试验。

7 结果的计算与表述

试样中岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖和核糖的含量按式(1)计算,单位为毫克每克(mg/g)。

$$\omega = \frac{c \times V \times f}{m} \times \frac{1}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——试样中各种糖的含量,单位为毫克每克(mg/g);

c ——根据样液的峰面积由直线回归方程计算出得各糖的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——提取液体积,单位为毫升(mL);

f ——试样溶液稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定值的算数平均值作为测定结果,计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

8.1 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大于这两个测定值的算术平均值的10%。

8.2 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大于这两个测定值的算术平均值的20%。

附 录 A
(资料性附录)
食用菌样品检出限和样品定量限

食用菌样品检出限和样品定量限见表 A.1。

表 A.1 食用菌样品检出限和样品定量限

单位为微克每克

糖种类	食用菌干样检出限	食用菌鲜样检出限	食用菌干样定量限	食用菌鲜样定量限
岩藻糖	2.5	0.3	10	1.0
阿糖醇	1.5	0.2	5	0.5
海藻糖	5.0	0.5	15	1.5
甘露醇	2.5	0.3	10	1.0
甘露糖	5.0	0.5	15	1.5
葡萄糖	15.0	1.5	50	5.0
半乳糖	10.0	1.0	25	2.5
核糖	15.0	1.5	50	5.0

附录 B
(资料性附录)

岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖、核糖参考色谱图

岩藻糖、阿糖醇、海藻糖、甘露醇、甘露糖、葡萄糖、半乳糖、核糖参考色谱图见图 B. 1。

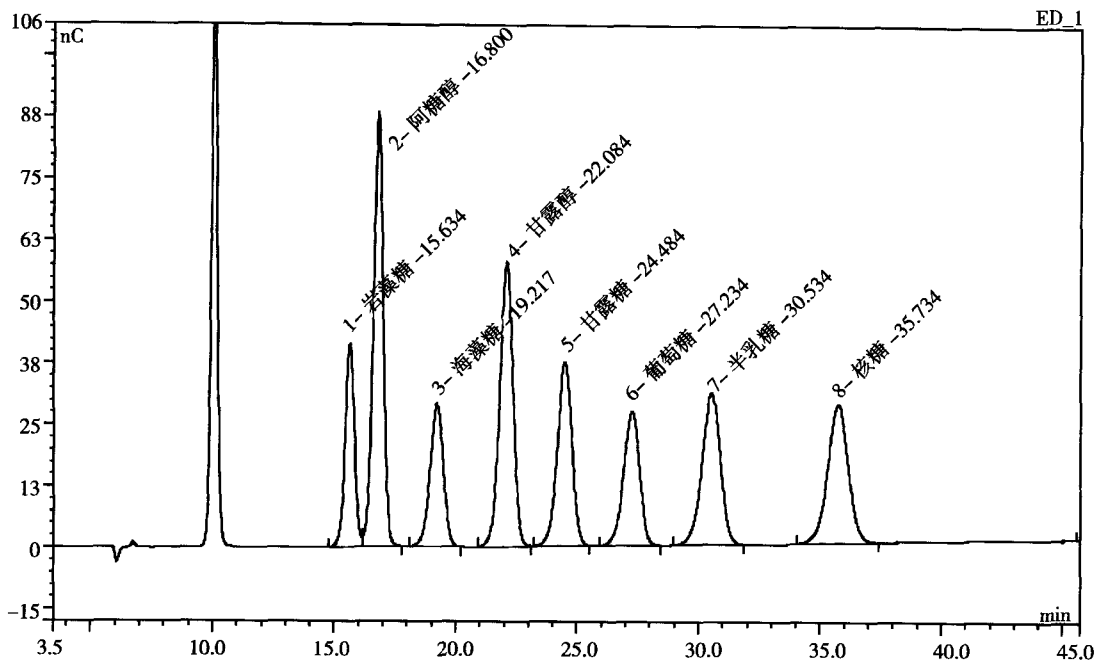


图 B. 1 5 μg/mL 糖标准溶液色谱图