

# 中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3404—2012

---

## 岩藻多糖

Fucoidan

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 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由农业部渔业局提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会(SAC/TC 156/SC 3)归口。

本标准起草单位:中国水产科学研究院黄海水产研究所、山东洁晶集团股份有限公司、北京雷力联合海洋生物科技有限公司、青岛明月海藻集团有限公司。

本标准主要起草人:冷凯良、林成彬、汤洁、安丰欣、许洋、苗钧魁、申健、邢丽红、孙伟红、尚德荣、张淑平。

# 岩藻多糖

## 1 范围

本标准规定了岩藻多糖的产品要求、检验方法、试验规则和标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以海带(*Laminaria*)、裙带菜(*Undaria Pinnatifida*)等褐藻为原料,经提取精制得到的多糖类产品。

## 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 601—2002 化学试剂、滴定分析(含量分析)用标准溶液的制备

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**岩藻多糖**

也称褐藻多糖硫酸酯,是以岩藻糖和硫酸基为主要特征的一类水溶性多糖。

## 4 技术要求

### 4.1 感官要求

应符合表1的要求。

表1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	近白色或淡黄色
外 观	呈均匀分散、干燥的粉末状
气 味	略带海藻腥味、无异味
杂 质	无明显外来杂质

### 4.2 理化指标

应符合表2的要求。

表2 理化指标

项 目	指 标
总糖,%	≥50
岩藻糖,%	≥15
硫酸基(以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计),%	≥15
游离硫酸根	不得检出
水分,%	≤10
灰分,%	≤32
pH(1%的水溶液)	4.5~7.5

## 5 试验方法

### 5.1 感官检验

在光线充足、无异味、清洁卫生的环境中,将试样置于白色搪瓷盘或不锈钢工作台上,按表 1 的内容逐项检验。

### 5.2 理化指标的检验

#### 5.2.1 总糖

按附录 A 的规定执行。

#### 5.2.2 岩藻糖

按附录 B 的规定执行。

#### 5.2.3 硫酸基

按附录 C 的规定执行。

#### 5.2.4 游离硫酸根

按附录 D 的规定执行。

#### 5.2.5 水分

按 GB 5009.3 的规定执行。

#### 5.2.6 灰分

按 GB 5009.4 的规定执行。

#### 5.2.7 pH

按附录 E 的规定执行。

## 6 检验规则

### 6.1 组批规则与抽样方法

#### 6.1.1 组批规则

在原料及生产条件基本相同的情况下同一天或同一班组生产的产品为一批,按批号抽取。

#### 6.1.2 抽样方法

从每批受检样品中随机抽取 5 个包装,用取样器从 5 个包装内抽取样品 100 g,将样品混匀,用四分法缩分,分成两份,一份用于检测,一份用于备查。

### 6.2 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

#### 6.2.1 出厂检验

每批产品必须进行出厂检验。出厂检验由生产单位质量检验部门执行,检验项目为色泽、水分、灰分、总糖、岩藻糖、硫酸基等指标;检验合格签发检验合格证,产品凭检验合格证入库或出厂。

#### 6.2.2 型式检验

有下列情况之一时,应进行型式检验。型式检验的项目为本标准中规定的全部项目。

- a) 长期停产后重新恢复生产时;
- b) 原料变化或改变主要生产工艺,可能影响产品质量时;
- c) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时;
- d) 出厂检验与上次型式检验有很大差异时;
- e) 正常生产时,每 6 个月至少一次型式检验。

### 6.3 判定规则

6.3.1 所检验项目的检验结果均符合标准要求时,则判本批产品合格。

6.3.2 检验结果中若有一项指标不符合标准规定时,允许双倍抽样进行复检,复检结果有一项指标不符合本标准,则该批产品判为不合格。

## 7 标识、包装、运输和贮存

### 7.1 标识

标识应清晰、易懂、醒目,标明产品名称、生产者或经销者的名称、地址、批号、生产日期、贮存条件、保质期、净重、产品标准代号等。出口产品按合同执行。

### 7.2 包装

产品包装应完整、清洁、无毒、无异味、密封、牢固,适合长途运输。

### 7.3 运输

运输工具要清洁、卫生、无异味、防雨,运输中要防止日晒、雨淋及受热、受潮。

### 7.4 贮存

产品应贮藏于清洁、卫生、无异味、干燥、防晒的库房中,要避免雨淋及日晒,防止受热、受潮。

附录 A  
(规范性附录)  
总 糖

A.1 原理

岩藻多糖在酸性条件下水解,水解物在硫酸的作用下,迅速脱水生成糖醛衍生物,并与苯酚反应生成橙黄色溶液,反应产物在 490 nm 处比色测定,标准曲线法定量。

A.2 试剂

所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂。

A.2.1 水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

A.2.2 浓硫酸。

A.2.3 苯酚。

A.2.4 岩藻糖标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

A.2.5 50 g/L 苯酚溶液:称取 5 g 苯酚,用水溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中,摇匀,置 4℃ 冰箱中避光贮存。

A.2.6 200  $\mu\text{g}/\text{mL}$  岩藻糖标准储备溶液:称取岩藻糖标准品 0.02 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解并定容至 100 mL 容量瓶中,摇匀,置 4℃ 冰箱中避光贮存。

A.3 仪器

A.3.1 分光光度计。

A.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

A.3.3 涡旋混合器。

A.3.4 棕色比色管:25 mL。

A.3.5 移液管:1 mL、5 mL。

A.3.6 容量瓶:100 mL。

A.4 分析步骤

A.4.1 标准曲线的制定

将岩藻糖标准储备溶液逐级稀释,配制成浓度为 0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的岩藻糖标准溶液。分别移取上述溶液 1 mL 于 25 mL 比色管中,加入 50 g/L 苯酚溶液 1.0 mL,然后立即加入浓硫酸 5.0 mL(与液面垂直加入,勿接触试管壁,以便反应液充分混合),静置 10 min,涡旋混匀,室温下静置 20 min。在 490 nm 波长处测定吸光度。以岩藻糖质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,制定标准曲线。

A.4.2 测定

称取岩藻多糖样品 0.01 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解并定容至 100 mL 容量瓶中,摇匀。吸取样品溶液 1.0 mL 按 A.4.1 步骤操作,测定吸光度。

A.5 计算结果

样品中总糖含量按式(A.1)计算,计算结果保留三位有效数字。

$$X = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$X$  ——样品中总糖的含量,单位为百分率(%)；

$m_1$  ——从标准曲线上查得样品溶液中的含糖量,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V$  ——样品定容的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$m$  ——样品的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

#### A.6 重复性

两个平行样品测定结果的相对偏差不得超过 10%，否则重新测定。

附录 B  
(规范性附录)  
岩藻糖

B.1 原理

岩藻多糖样品在酸性条件下水解,用 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮进行衍生化,高效液相色谱分析,外标法定量。

B.2 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

B.2.1 水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

B.2.2 岩藻糖标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

B.2.3 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮(PMP)。

B.2.4 乙腈:色谱纯。

B.2.5 甲醇:色谱纯。

B.2.6 磷酸二氢钾:优级纯。

B.2.7 三氟乙酸。

B.2.8 氢氧化钠。

B.2.9 三氯甲烷。

B.2.10 冰乙酸。

B.2.11 氨水。

B.2.12 4 mol/L 三氟乙酸溶液:准确量取 29.7 mL 三氟乙酸,加水定容至 100 mL。

B.2.13 4 mol/L 氢氧化钠溶液:准确称取 16.0 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。

B.2.14 0.3 mol/L 氢氧化钠溶液:准确称取 1.2 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。

B.2.15 0.5 mol/L PMP 甲醇溶液:准确称取 8.71 g PMP,用甲醇(B.2.5)溶解并定容至 100 mL。

B.2.16 0.3 mol/L 乙酸溶液:准确量取 1.7 mL 冰乙酸,加水溶解并定容至 100 mL。

B.2.17 0.1 mol/L 磷酸二氢钾缓冲溶液:准确称取 1.36 g 磷酸二氢钾(B.2.6),加 80 mL 水溶解,先用氨水调节 pH 为 6.0,再用水定容至 100 mL。

B.2.18 0.05 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液:准确称取 6.8 g 磷酸二氢钾(B.2.6),加 900 mL 水溶解,用氢氧化钠溶液调节 pH 为 6.9,最后用水定容至 1 000 mL,备用。

B.2.19 1.0 mg/mL 岩藻糖标准储备溶液:准确称取岩藻糖标准品 0.01 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解并定容至 10 mL,配成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,于 4℃冰箱中冷藏保存,有效期 3 个月。

B.3 仪器

B.3.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。

B.3.2 分析天平:感量 0.01 g、0.000 1 g。

B.3.3 涡旋混合器。

B.3.4 电热恒温干燥箱。



- B.3.5 恒温水浴锅。  
 B.3.6 氮吹仪。  
 B.3.7 超声清洗器。  
 B.3.8 水解管:耐压螺盖玻璃管,体积 20 mL~30 mL,用水冲洗干净并烘干。  
 B.3.9 具塞玻璃离心管:5 mL。  
 B.3.10 容量瓶:10 mL、25 mL、100 mL。

## B.4 测定步骤

### B.4.1 水解

准确称取岩藻多糖样品 0.1 g(精确至 0.000 1 g)于水解管中,加入 4 mol/L 三氟乙酸溶液 10 mL,混匀后充入氮气封盖,在 110℃电热恒温干燥箱中水解 2 h,取出后冷却至室温,加入 4 mol/L 氢氧化钠溶液 10 mL 中和,调节 pH 至中性。将水解液转移到 25 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 磷酸二氢钾缓冲溶液定容至刻度,备用。

### B.4.2 样液的衍生化

取上述水解后的样品溶液 1 mL 于 5 mL 具塞玻璃试管中,加入 0.3 mol/L 氢氧化钠溶液 1 mL,涡旋混合,然后加入 0.5 mol/L PMP 甲醇溶液 1 mL,涡旋混合,置于 70℃恒温水浴锅中反应 70 min。取出后冷却至室温,加入 0.3 mol/L 乙酸溶液 1 mL 中和,转移至 10 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 磷酸二氢钾缓冲溶液定容至刻度。取上述溶液 1 mL 于 5 mL 具塞玻璃试管中,加入三氯甲烷 2 mL,充分涡旋后去除三氯甲烷相,重复萃取 2 次,将得到的水相过 0.45 μm 水系膜,进行色谱分析,外标法定量。

### B.4.3 标准溶液的衍生化

准确移取适量标准储备溶液,用水稀释成浓度分别为 1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL 的标准工作液,然后分别取 1 mL 于 5 mL 具塞玻璃试管中,按照 B.4.2 的操作进行衍生化,然后进行色谱分析,绘制校正曲线。

### B.4.4 色谱条件

色谱柱:C<sub>18</sub> 色谱柱,250 mm×4.6 mm,5 μm,或相当者;

柱温:40℃;

流速:1.0 mL/min;

流动相:溶剂 A:乙腈—0.05 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(15+85),溶剂 B:乙腈—0.05 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(40+60);梯度洗脱程序见表 B.1;

表 B.1 梯度洗脱程序

运行时间, min	A, %	B, %
0	100	0
9	90	10
15	45	55
25	100	0

紫外检测器:波长 250 nm;

进样体积:20 μL。

## B.5 结果计算

样品中岩藻糖含量按式(B.1)计算,计算结果保留三位有效数字。

$$X = \frac{C \times V \times 10^{-6}}{m} \times f \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$X$ ——样品中岩藻糖含量,单位为百分率(%);

$C$ ——样品制备液中岩藻糖的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V$ ——样品制备液最终定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——样品的质量,单位为克( $\text{g}$ );

$f$ ——样品稀释倍数。

### B.6 重复性

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其算术平均值的10%。

### B.7 岩藻糖标样衍生化后色谱图

见图 B.1。

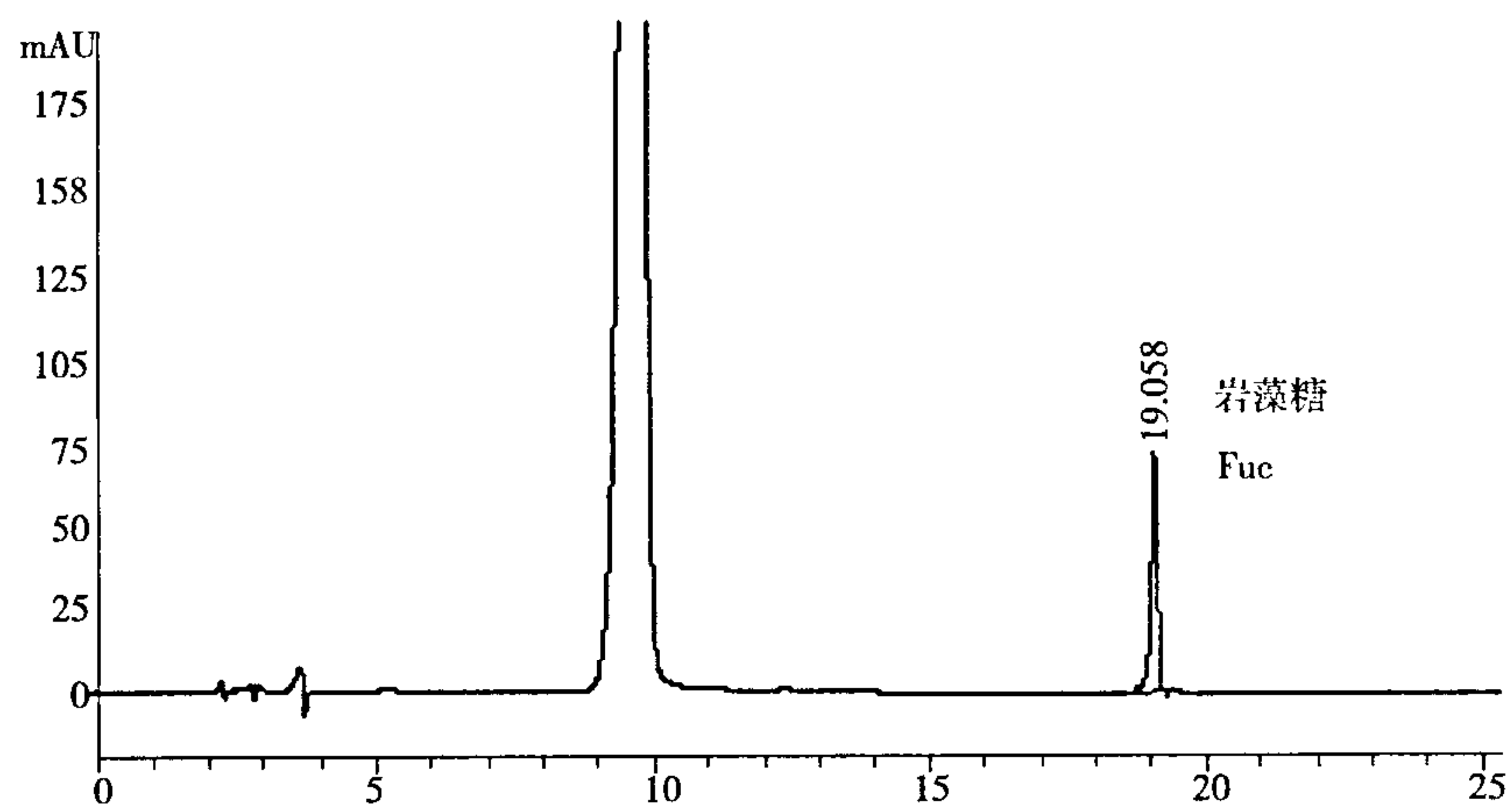


图 B.1 岩藻糖标样衍生化后色谱图(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

附 录 C  
(规范性附录)  
硫 酸 基

### C.1 原理

在岩藻多糖中,硫酸根是以硫酸基的形式结合在岩藻多糖上的,采用盐酸水解,使硫酸基水解成为游离硫酸根。在酸性条件下加入钡盐沉淀硫酸根,将沉淀洗涤,干燥称重,计算其含量。

### C.2 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

C.2.1 水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

C.2.2 氯化钡。

C.2.3 硝酸银。

C.2.4 1 mol/L 盐酸溶液:按照 GB/T 601—2002 中 4.2 中规定的方法配制。

C.2.5 10%氯化钡溶液:称取 50 g 氯化钡,用水溶解并定容至 500 mL。

C.2.6 0.1 mol/L 硝酸银溶液:称取硝酸银 1.7 g,用水溶解并定容至 100 mL。

### C.3 仪器

C.3.1 恒温水浴锅。

C.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

C.3.3 电热恒温干燥箱。

C.3.4 水解管:耐压螺盖玻璃管,体积 20 mL~30 mL,用水冲洗干净并烘干。

C.3.5 锥形瓶:250 mL。

C.3.6 容量瓶:100 mL、500 mL。

### C.4 测定步骤

#### C.4.1 样品溶液制备

准确称取岩藻多糖样品 0.5 g(精确至 0.000 1 g),放入水解管中,加入 1 mol/L 盐酸溶液 15 mL,封口,在 105℃水解 4 h,冷却至室温,使用快速定量滤纸过滤,收集滤液于 250 mL 锥形瓶中,以少量水洗涤水解管和定量滤纸,收集所有滤液于锥形瓶中。

#### C.4.2 测定

将锥形瓶中溶液煮沸 1 min 左右,趁热逐滴加入 10%氯化钡溶液 20 mL,再煮沸 3 min~5 min。然后,置于 70℃~80℃恒温水浴中陈化 2 h。用已烘至恒重的玻璃砂芯漏斗抽滤,用水洗涤沉淀至无氯离子。将玻璃砂芯漏斗置于 105℃恒温干燥箱中烘至恒重。

#### C.4.3 结果计算

样品中硫酸基含量按式(C.1)计算,计算结果保留三位有效数字:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times \frac{96.06}{233.39} \times 100 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- $X$  ——样品中硫酸基的含量,单位为百分率(%);  
 $m_0$  ——样品的质量,单位为克(g);  
 $m_1$  ——无水硫酸钡的质量,单位为克(g);  
96.06 ——硫酸根的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);  
233.39 ——硫酸钡的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

#### C.5 重复性

两个平行测定结果的相对偏差不得超过 3%, 否则重新测定。

**附 录 D**  
**(规范性附录)**  
**游离硫酸根**

**D.1 原理**

在酸性条件下,样品中的游离硫酸根与钡离子会生成难溶的硫酸钡沉淀。

**D.2 试剂**

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

D.2.1 水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

D.2.2 盐酸。

D.2.3 氯化钡。

D.2.4 1 mol/L 盐酸溶液:按照 GB/T 601—2002 中 4.2 规定的方法配制。

D.2.5 10%氯化钡溶液:称取 50 g 氯化钡,用水溶解并定容至 500 mL。

**D.3 仪器**

D.3.1 恒温水浴锅。

D.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

**D.4 测定步骤**

称取岩藻多糖样品 0.1 g(精确至 0.000 1 g),加水 10 mL,搅拌溶解,过滤,收集滤液于锥形瓶中,加水至 50 mL~60 mL,用 1 mol/L 的盐酸溶液调节 pH 到 3 左右,加入 10%氯化钡溶液 1 mL,在 30℃恒温水浴中保温 30 min,观察实验结果。

**D.5 结果判定**

无白色沉淀生成,则表示样品中未含有游离硫酸根;有白色沉淀生成,则表示样品中含有游离硫酸根。

附 录 E  
(规范性附录)  
pH

E.1 原理

配制 1% 的岩藻多糖溶液,根据不同酸度的岩藻多糖溶液对酸度计的玻璃电极和甘汞电极产生不同的直流电动势,通过放大器指示其 pH。

E.2 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

E.3 仪器

E.3.1 酸度计:精度为 0.01 pH 单位。

E.3.2 天平:感量 0.01 g。

E.4 测定步骤

称取试样 1 g(精确 0.01 g),加蒸馏水 99 mL,搅拌溶解成均匀溶液。此溶液浓度为 1%。

按酸度计使用规定,先将酸度计校正,用 100 mL 的烧杯盛取 1% 岩藻多糖溶液 50 mL,将电极浸入溶液中,然后启动酸度计,测定试液 pH。测定时注意晃动溶液,待指针或显示值稳定后读数。

E.5 结果

每个试样取两个平行样进行测定,取其算术平均值为结果。

E.6 重复性

两个平行样测定结果相差不得超过 0.10。

---

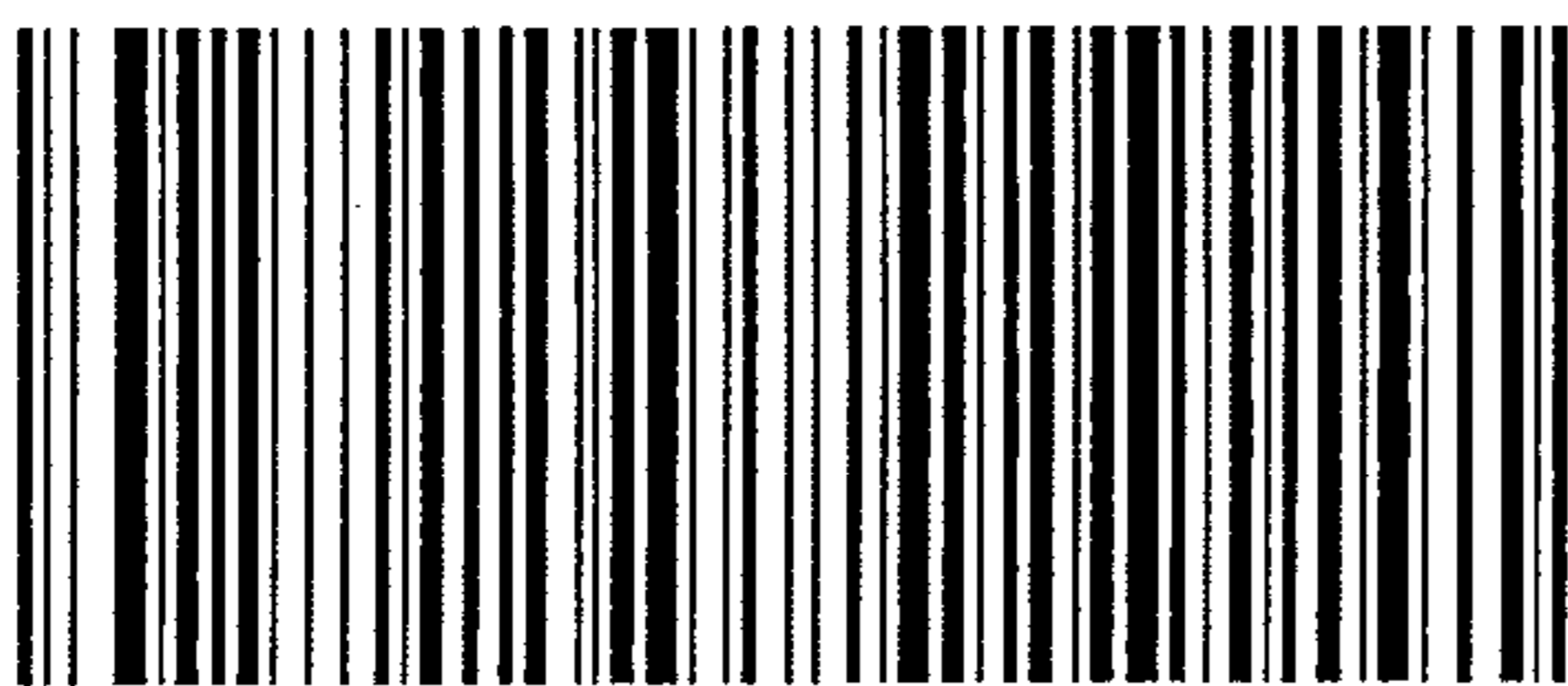
中华人民共和国  
水产行业标准  
岩藻多糖  
SC/T 3404—2012

\* \* \*

中国农业出版社出版  
(北京市朝阳区麦子店街18号楼)  
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)  
北京昌平环球印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

\* \* \*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1.25 字数 12千字  
2013年3月第1版 2013年3月北京第1次印刷  
书号: 16109·2699



SC/T 3404-2012

---

版权专有 侵权必究  
举报电话: (010) 65005894