



# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.9—2016

---

## 食品安全国家标准 食品中淀粉的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

---

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会  
国家食品药品监督管理总局 发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.9—2008《食品中淀粉的测定》、GB/T 5514—2008《粮油检验 粮食、油料中淀粉含量测定》、GB/T 9695.14—2008《肉制品 淀粉含量测定》。

本标准与 GB/T 5009.9—2008 相比,主要变化如下:

- 增加了低含量样品测定操作;
- 增加了试剂空白测定;
- 修改了第一法中的计算公式;
- 增加了第三法 肉制品中淀粉含量测定。

# 食品安全国家标准

## 食品中淀粉的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中淀粉的测定方法。

本标准第一法和第二法适用于食品(肉制品除外)中淀粉的测定;第三法适用于肉制品中淀粉的测定,但不适用于同时含有经水解也能产生还原糖的其他添加物的淀粉测定。

### 第一法 酶水解法

### 2 原理

试样经去除脂肪及可溶性糖后,淀粉用淀粉酶水解成小分子糖,再用盐酸水解成单糖,最后按还原糖测定,并折算成淀粉含量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

#### 3.1 试剂

- 3.1.1 碘( $I_2$ )。
- 3.1.2 碘化钾(KI)。
- 3.1.3 高峰氏淀粉酶:酶活力 $\geq 1.6$  U/mg。
- 3.1.4 无水乙醇( $C_2H_5OH$ )或 95%乙醇。
- 3.1.5 石油醚:沸程为 60 °C~90 °C。
- 3.1.6 乙醚( $C_4H_{10}O$ )。
- 3.1.7 甲苯( $C_7H_8$ )。
- 3.1.8 三氯甲烷( $CHCl_3$ )。
- 3.1.9 盐酸(HCl)。
- 3.1.10 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.1.11 硫酸铜( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )。
- 3.1.12 酒石酸钾钠( $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$ )。
- 3.1.13 亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 。
- 3.1.14 亚甲蓝( $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$ ):指示剂。
- 3.1.15 甲基红( $C_{15}H_{15}N_3O_2$ ):指示剂。
- 3.1.16 葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )。

#### 3.2 试剂配制

- 3.2.1 甲基红指示液(2 g/L):称取甲基红 0.20 g,用少量乙醇溶解后,加水定容至 100 mL。

- 3.2.2 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸与 50 mL 水混合。
- 3.2.3 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。
- 3.2.4 碱性酒石酸铜甲液:称取 15 g 硫酸铜及 0.050 g 亚甲蓝,溶于水中并定容至 1 000 mL。
- 3.2.5 碱性酒石酸铜乙液:称取 50 g 酒石酸钾钠、75 g 氢氧化钠,溶于水中,再加入 4 g 亚铁氰化钾,完全溶解后,用水定容至 1 000 mL,贮存于橡胶塞玻璃瓶内。
- 3.2.6 淀粉酶溶液(5 g/L):称取高峰氏淀粉酶 0.5 g,加 100 mL 水溶解,临用时配制;也可加入数滴甲苯或三氯甲烷防止长霉,置于 4 °C 冰箱中。
- 3.2.7 碘溶液:称取 3.6 g 碘化钾溶于 20 mL 水中,加入 1.3 g 碘,溶解后加水定容至 100 mL。
- 3.2.8 乙醇溶液(85%, 体积比):取 85 mL 无水乙醇,加水定容至 100 mL 混匀。也可用 95%乙醇配制。

### 3.3 标准品

D-无水葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )纯度: $\geq 98\%$ (HPLC)。

### 3.4 标准溶液配制

葡萄糖标准溶液:准确称取 1 g(精确到 0.000 1 g)经过 98 °C~100 °C 干燥 2 h 的 D-无水葡萄糖,加水溶解后加入 5 mL 盐酸,并以水定容至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 葡萄糖。

## 4 仪器和设备

- 4.1 天平:感量为 1 mg 和 0.1 mg。
- 4.2 恒温水浴锅:可加热至 100 °C。
- 4.3 组织捣碎机。
- 4.4 电炉。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

#### 5.1.1 易于粉碎的试样

将样品磨碎过 0.425 mm 筛(相当于 40 目),称取 2 g~5 g(精确到 0.001 g),置于放有折叠慢速滤纸的漏斗内,先用 50 mL 石油醚或乙醚分 5 次洗除脂肪,再用约 100 mL 乙醇(85%, 体积比)分次充分洗去可溶性糖类。根据样品的实际情况,可适当增加洗涤液的用量和洗涤次数,以保证干扰检测的可溶性糖类物质洗涤完全。滤干乙醇,将残留物移入 250 mL 烧杯内,并用 50 mL 水洗净滤纸,洗液并入烧杯内,将烧杯置沸水浴上加热 15 min,使淀粉糊化,放冷至 60 °C 以下,加 20 mL 淀粉酶溶液,在 55 °C~60 °C 保温 1 h,并时时搅拌。然后取 1 滴此液加 1 滴碘溶液,应不显现蓝色。若显蓝色,再加热糊化并加 20 mL 淀粉酶溶液,继续保温,直至加碘溶液不显蓝色为止。加热至沸,冷后移入 250 mL 容量瓶中,并加水至刻度,混匀,过滤,并弃去初滤液。

取 50.00 mL 滤液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL 盐酸(1+1),装上回流冷凝器,在沸水浴中回流 1 h,冷后加 2 滴甲基红指示液,用氢氧化钠溶液(200 g/L)中和至中性,溶液转入 100 mL 容量瓶中,洗涤锥形瓶,洗液并入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀备用。

#### 5.1.2 其他样品

称取一定量样品,准确加入适量水在组织捣碎机中捣成匀浆(蔬菜、水果需先洗净晾干取可食部

分),称取相当于原样质量 2.5 g~5 g(精确到 0.001 g)的匀浆,以下按 5.1.1 自“置于放有折叠慢速滤纸的漏斗内”起依法操作。

## 5.2 测定

### 5.2.1 标定碱性酒石酸铜溶液

吸取 5.00 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.00 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加约 9 mL 葡萄糖标准溶液,控制在 2 min 内加热至沸,保持溶液呈沸腾状态,以每两秒一滴的速度继续滴加葡萄糖,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积,同时做三份平行,取其平均值,计算每 10 mL(甲、乙液各 5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量  $m_1$ (mg)。

注:也可以按上述方法标定 4 mL~20 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)来适应试样中还原糖的浓度变化。

### 5.2.2 试样溶液预测

吸取 5.00 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.00 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,控制在 2 min 内加热至沸,保持沸腾以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每两秒一滴的速度滴定,直至溶液蓝色刚好褪去为终点。记录试样溶液的消耗体积。当样液中葡萄糖浓度过高时,应适当稀释后再进行正式测定,使每次滴定消耗试样溶液的体积控制在与标定碱性酒石酸铜溶液时所消耗的葡萄糖标准溶液的体积相近,约在 10 mL 左右。

### 5.2.3 试样溶液测定

吸取 5.00 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.00 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加比预测体积少 1 mL 的试样溶液至锥形瓶中,使在 2 min 内加热至沸,保持沸腾状态继续以每两秒一滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积。同法平行操作三份,得出平均消耗体积。结果按式(1)计算。

当浓度过低时,则采取直接加入 10.00 mL 样品液,免去加水 10 mL,再用葡萄糖标准溶液滴定至终点,记录消耗的体积与标定时消耗的葡萄糖标准溶液体积之差相当于 10 mL 样液中所含葡萄糖的量(mg)。结果按式(2)、式(3)计算。

### 5.2.4 试剂空白测定

同时量取 20.00 mL 水及与试样溶液处理时相同量的淀粉酶溶液,按反滴法做试剂空白试验。即用葡萄糖标准溶液滴定试剂空白溶液至终点,记录消耗的体积与标定时消耗的葡萄糖标准溶液体积之差相当于 10 mL 样液中所含葡萄糖的量(mg)。按式(4)、式(5)计算试剂空白中葡萄糖的含量。

## 6 分析结果的表述

### 6.1 试样中葡萄糖含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{\frac{50}{250} \times \frac{V_1}{100}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_1$  —— 所称试样中葡萄糖的量,单位为毫克(mg);

$m_1$  —— 10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

50 —— 测定用样品溶液体积(mL);

- 250——样品定容体积(mL)；  
 $V_1$ ——测定时平均消耗试样溶液体积,单位为毫升(mL)；  
 100——测定用样品的定容体积(mL)。

6.2 当试样中淀粉浓度过低时葡萄糖含量按式(2)、式(3)进行计算:

$$X_2 = \frac{m_2}{\frac{50}{250} \times \frac{10}{100}} \dots\dots\dots(2)$$

$$m_2 = m_1 \left( 1 - \frac{V_2}{V_s} \right) \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $X_2$ ——所称试样中葡萄糖的质量,单位为毫克(mg)；  
 $m_2$ ——标定 10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)时消耗的葡萄糖标准溶液的体积与加入试样后消耗的葡萄糖标准溶液体积之差相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg)；  
 50——测定用样品溶液体积(mL)；  
 250——样品定容体积(mL)；  
 10——直接加入的试样体积(mL)；  
 100——测定用样品的定容体积(mL)；  
 $m_1$ ——10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg)；  
 $V_2$ ——加入试样后消耗的葡萄糖标准溶液体积,单位为毫升(mL)；  
 $V_s$ ——标定 10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)时消耗的葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

6.3 试剂空白值按式(4)、式(5)计算:

$$X_0 = \frac{m_0}{\frac{50}{250} \times \frac{10}{100}} \dots\dots\dots(4)$$

$$m_0 = m_1 \left( 1 - \frac{V_0}{V_s} \right) \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $X_0$ ——试剂空白值,单位为毫克(mg)；  
 $m_0$ ——标定 10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)时消耗的葡萄糖标准溶液的体积与加入空白后消耗的葡萄糖标准溶液体积之差相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg)；  
 50——测定用样品溶液体积(mL)；  
 250——样品定容体积(mL)；  
 10——直接加入的试样体积(mL)；  
 100——测定用样品的定容体积(mL)；  
 $V_0$ ——加入空白试样后消耗的葡萄糖标准溶液体积,单位为毫升(mL)；  
 $V_s$ ——标定 10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)时消耗的葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

6.4 试样中淀粉的含量按式(6)计算:

$$X = \frac{(X_1 - X_0) \times 0.9}{m \times 1\,000} \times 100 \text{ 或 } X = \frac{(X_2 - X_0) \times 0.9}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $X$ ——试样中淀粉的含量,单位为克每百克(g/100 g)；  
 0.9——还原糖(以葡萄糖计)换算成淀粉的换算系数；  
 $m$ ——试样质量,单位为克(g)。

结果 $<1$  g/100 g,保留两位有效数字。结果 $\geq 1$  g/100 g,保留三位有效数字。

## 7 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%。

## 第二法 酸水解法

## 8 原理

试样经除去脂肪及可溶性糖类后,其中淀粉用酸水解成具有还原性的单糖,然后按还原糖测定,并折算成淀粉。

## 9 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

### 9.1 试剂

- 9.1.1 盐酸(HCl)。
- 9.1.2 氢氧化钠(NaOH)。
- 9.1.3 乙酸铅( $\text{PbC}_4\text{H}_6\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。
- 9.1.4 硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。
- 9.1.5 石油醚:沸点范围为 $60\text{ }^\circ\text{C} \sim 90\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 9.1.6 乙醚( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ )。
- 9.1.7 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ )或95%乙醇。
- 9.1.8 甲基红( $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ ):指示剂。
- 9.1.9 精密pH试纸:6.8~7.2。

### 9.2 试剂配制

- 9.2.1 甲基红指示液(2 g/L):称取甲基红0.20 g,用少量乙醇溶解后,加水定容至100 mL。
- 9.2.2 氢氧化钠溶液(400 g/L):称取40 g氢氧化钠加水溶解后,冷却至室温,稀释至100 mL。
- 9.2.3 乙酸铅溶液(200 g/L):称取20 g乙酸铅,加水溶解并稀释至100 mL。
- 9.2.4 硫酸钠溶液(100 g/L):称取10 g硫酸钠,加水溶解并稀释至100 mL。
- 9.2.5 盐酸溶液(1+1):量取50 mL盐酸,与50 mL水混合。
- 9.2.6 乙醇(85% V/V):取85 mL无水乙醇,加水定容至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。

### 9.3 标准品

D-无水葡萄糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ),纯度: $\geq 98\%$ (HPLC)。

### 9.4 标准溶液配制

葡萄糖标准溶液:准确称取1 g(精确至0.000 1 g)经过 $98\text{ }^\circ\text{C} \sim 100\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥2 h的D-无水葡萄糖,加水溶解后加入5 mL盐酸,并以水定容至1 000 mL。此溶液每毫升相当于1.0 mg葡萄糖。

## 10 仪器和设备

- 10.1 天平:感量为1 mg和0.1 mg。

- 10.2 恒温水浴锅:可加热至 100 ℃。  
 10.3 回流装置,并附 250 mL 锥形瓶。  
 10.4 高速组织捣碎机。  
 10.5 电炉。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样制备

#### 11.1.1 易于粉碎的试样

磨碎过 0.425 mm 筛(相当于 40 目),称取 2 g~5 g(精确到 0.001 g),置于放有慢速滤纸的漏斗中,用 50 mL 石油醚或乙醚分五次洗去试样中脂肪,弃去石油醚或乙醚。用 150 mL 乙醇(85%,体积比)分数次洗涤残渣,以充分除去可溶性糖类物质。根据样品的实际情况,可适当增加洗涤液的用量和洗涤次数,以保证干扰检测的可溶性糖类物质洗涤完全。滤干乙醇溶液,以 100 mL 水洗涤漏斗中残渣并转移至 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 盐酸(1+1),接好冷凝管,置沸水浴中回流 2 h。回流完毕后,立即冷却。待试样水解液冷却后,加入 2 滴甲基红指示液,先以氢氧化钠溶液(400 g/L)调至黄色,再以盐酸(1+1)校正至试样水解液刚变成红色。若试样水解液颜色较深,可用精密 pH 试纸测试,使试样水解液的 pH 约为 7。然后加 20 mL 乙酸铅溶液(200 g/L),摇匀,放置 10 min。再加 20 mL 硫酸钠溶液(100 g/L),以除去过多的铅。摇匀后将全部溶液及残渣转入 500 mL 容量瓶中,用水洗涤锥形瓶,洗液合并入容量瓶中,加水稀释至刻度。过滤,弃去初滤液 20 mL,滤液供测定用。

#### 11.1.2 其他样品

称取一定量样品,准确加入适量水在组织捣碎机中捣成匀浆(蔬菜、水果需先洗净晾干取可食部分)。称取相当于原样质量 2.5 g~5 g(精确到 0.001 g)的匀浆于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 石油醚或乙醚分五次洗去试样中脂肪,弃去石油醚或乙醚。以下按 11.1.1 自“用 150 mL 乙醇(85%,体积比)”起依法操作。

## 11.2 测定

按 5.2 操作。

## 12 分析结果的表述

试样中淀粉的含量按式(7)进行计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 0.9}{m \times \frac{V}{500} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- X —— 试样中淀粉的含量,单位为克每百克(g/100 g);  
 A<sub>1</sub> —— 测定用试样中水解液葡萄糖质量,单位为毫克(mg);  
 A<sub>2</sub> —— 试剂空白中葡萄糖质量,单位为毫克(mg);  
 0.9 —— 葡萄糖折算成淀粉的换算系数;  
 m —— 称取试样质量,单位为克(g);  
 V —— 测定用试样水解液体积,单位为毫升(mL);  
 500 —— 试样液总体积,单位为毫升(mL)。

结果保留三位有效数字。



### 13 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%。

## 第三法 肉制品中淀粉含量测定

### 14 原理

试样中加入氢氧化钾-乙醇溶液,在沸水浴上加热后,滤去上清液,用热乙醇洗涤沉淀除去脂肪和可溶性糖,沉淀经盐酸水解后,用碘量法测定形成的葡萄糖并计算淀粉含量。

### 15 试剂与材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

#### 15.1 试剂

- 15.1.1 氢氧化钾(KOH)。
- 15.1.2 95%乙醇。
- 15.1.3 盐酸(HCl)。
- 15.1.4 氢氧化钠(NaOH)。
- 15.1.5 铁氰化钾( $C_6FeK_3N_6$ )。
- 15.1.6 乙酸锌( $C_4H_8O_4Zn$ )。
- 15.1.7 冰乙酸( $CH_3COOH$ )。
- 15.1.8 硫酸铜( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )。
- 15.1.9 无水碳酸钠( $Na_2CO_3$ )。
- 15.1.10 柠檬酸( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ )。
- 15.1.11 碘化钾(KI)。
- 15.1.12 硫代硫酸钠( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ )。
- 15.1.13 溴百里酚蓝( $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ ):指示剂。
- 15.1.14 可溶性淀粉:指示剂。

#### 15.2 试剂配制

- 15.2.1 氢氧化钾-乙醇溶液:称取氢氧化钾 50 g,用 95%乙醇溶解并稀释至 1 000 mL。
- 15.2.2 80%乙醇溶液:量取 95%乙醇 842 mL,用水稀释至 1 000 mL。
- 15.2.3 1.0 mol/L 盐酸溶液:量取盐酸 83 mL,用水稀释至 1 000 mL。
- 15.2.4 氢氧化钠溶液:称取固体氢氧化钠 30 g,用水溶解并稀释至 100 mL。
- 15.2.5 蛋白沉淀剂分溶液 A 和溶液 B:
  - a) 溶液 A:称取铁氰化钾 106 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。
  - b) 溶液 B:称取乙酸锌 220 g,加冰乙酸 30 mL,用水稀释至 1 000 mL。
- 15.2.6 碱性铜试剂:
  - 溶液 a:称取硫酸铜 25 g,溶于 100 mL 水中。
  - 溶液 b:称取无水碳酸钠 144 g,溶于 300 mL~400 mL 50 °C 水中。
  - 溶液 c:称取柠檬酸 50 g,溶于 50 mL 水中。

将溶液 c 缓慢加入溶液 b 中,边加边搅拌直至气泡停止产生。将溶液 a 加到次混合液中并连续搅拌,冷却至室温后,转移到 1 000 mL 容量瓶中,定容至刻度,混匀。放置 24 h 后使用,若出现沉淀需过滤。

取 1 份次溶液加入到 49 份煮沸并冷却的蒸馏水,pH 应为  $10.0 \pm 0.1$ 。

15.2.7 碘化钾溶液:称取碘化钾 10 g,用水溶解并稀释至 100 mL。

15.2.8 盐酸溶液:取盐酸 100 mL,用水稀释至 160 mL。

15.2.9 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:按 GB/T 601 制备。

15.2.10 溴百里酚蓝指示剂:称取溴百里酚蓝 1 g,用 95%乙醇溶并稀释到 100 mL。

15.2.11 淀粉指示剂:称取可溶性淀粉 0.5 g,加少许水,调成糊状,倒入盛有 50 mL 沸水中调匀,煮沸,临用时配置。

## 16 仪器和设备

16.1 天平:感量为 10 mg。

16.2 恒温水浴锅。

16.3 冷凝管。

16.4 绞肉机:孔径不超过 4 mm。

16.5 电炉。

## 17 分析步骤

### 17.1 试样制备

取有代表性的试样不少于 200 g,用绞肉机绞两次并混匀。

绞好的试样应尽快分析,若不立即分析,应密封冷藏贮存,防止变质和成分发生变化。贮存的试样启用时应重新混匀。

### 17.2 淀粉分离

称取试样 25 g(精确到 0.01 g,淀粉含量约 1 g)放入 500 mL 烧杯中,加入热氢氧化钾-乙醇溶液(15.2.1)300 mL,用玻璃棒搅匀,盖上表面皿,在沸水浴上加热 1 h,不时搅拌。然后,将沉淀完全转移到漏斗上过滤,用 80%热乙醇溶液(15.2.2)洗涤沉淀数次。根据样品的特征,可适当增加洗涤液的用量和洗涤次数,以保证糖洗涤完全。

### 17.3 水解

将滤纸钻孔,用 1.0 mol/L 盐酸溶液(15.2.3)100 mL,将沉淀完全洗入 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,在沸水浴中水解 2.5 h,不时搅拌。

溶液冷却到室温,用氢氧化钠溶液(15.2.4)中和至 pH 约为 6(不要超过 6.5)。将溶液移入 200 mL 容量瓶中,加入蛋白质沉淀剂溶液 A[15.2.5a)]3 mL,混合后再加入蛋白质沉淀剂溶液 B[15.2.5b)]3 mL,用水定容到刻度。摇匀,经不含淀粉的滤纸过滤。滤液中加入氢氧化钠溶液(15.2.4)1 滴~2 滴,使之对溴百里酚蓝指示剂(15.2.10)呈碱性。

### 17.4 测定

准确取一定量滤液( $V_4$ )稀释到一定体积( $V_5$ ),然后取 25.00 mL(最好含葡萄糖 40 mg~50 mg)移入碘量瓶中,加入 25.00 mL 碱性铜试剂(15.2.6),装上冷凝管,在电炉上 2 min 内煮沸。随后改用温火继续煮沸 10 min,迅速冷却至室温,取下冷凝管,加入碘化钾溶液(15.2.7)30 mL,小心加入盐酸溶液(15.2.8)25.0 mL,盖好盖待滴定。

用硫代硫酸钠标准溶液(15.2.9)滴定上述溶液中释放出来的碘。当溶液变成浅黄色时,加入淀粉指示剂(15.2.11)1 mL,继续滴定直到蓝色消失,记下消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积( $V_3$ )。

同一试样进行两次测定并做空白试验。

## 18 分析结果的表述

### 18.1 葡萄糖量的计算

消耗硫代硫酸钠毫摩尔数  $X_3$  按式(8)计算:

$$X_3 = 10 \times (V_{\text{空}} - V_3) \times c \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$X_3$ ——消耗硫代硫酸钠毫摩尔数;

$V_{\text{空}}$ ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——试样液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

根据  $X_3$  从表 1 中查出相应的葡萄糖量( $m_3$ )。

表 1 硫代硫酸钠的毫摩尔数同葡萄糖量( $m_3$ )的换算关系

$X_3$ [ $10 \times (V_{\text{空}} - V_3) c$ ]	相应的葡萄糖量	
	$m_3 / \text{mg}$	$\Delta m_3 / \text{mg}$
1	2.4	2.4
2	4.8	2.4
3	7.2	2.5
4	9.7	2.5
5	12.2	2.5
6	14.7	2.5
7	17.2	2.6
8	19.8	2.6
9	22.4	2.6
10	25.0	2.6
11	27.6	2.7
12	30.3	2.7
13	33.0	2.7
14	35.7	2.8
15	38.5	2.8
16	41.3	2.9
17	44.2	2.9
18	47.1	2.9
19	50.0	3.0
20	53.0	3.0
21	56.0	3.1
22	59.1	3.1
23	62.2	3.1
24	65.3	3.1
25	68.4	3.1

## 18.2 淀粉含量的计算

淀粉含量按式(9)计算:

$$X = \frac{m_3 \times 0.9}{1\ 000} \times \frac{V_5}{25} \times \frac{200}{V_4} \times \frac{100}{m} = 0.72 \times \frac{V_5}{V_4} \times \frac{m_3}{m} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$X$  —— 淀粉含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_3$  —— 葡萄糖含量,单位为毫克(mg);

0.9 —— 葡萄糖折算成淀粉的换算系数;

$V_5$  —— 稀释后的体积,单位为毫升(mL);

$V_4$  —— 取原液的体积,单位为毫升(mL);

$m$  —— 试样的质量,单位为克(g)。

当平行测定符合精密度所规定的要求时,取平行测定的算术平均值作为结果,精确到 0.1%。

## 19 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 0.2%。