

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.29—2008
代替 GB/T 9695.29—1991

肉制品 维生素 C 含量测定

Meat products—Determination of vitamin C content

2008-06-25 发布

2009-01-01 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

GB/T 9695 由以下部分组成：

- GB/T 9695.1《肉与肉制品 游离脂肪含量的测定》；
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》；
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》；
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》；
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》；
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》；
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 总脂肪含量测定》；
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》；
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》；
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》；
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》；
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》；
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》；
- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》；
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡糖酸- δ -内酯含量的测定》；
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》；
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》；
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》；
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》；
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》；
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 L(-)-羟脯氨酸含量测定》；
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》；
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》；
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》；
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定》；
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定》；
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》；
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》；
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 29 部分。

本部分代替 GB/T 9695.29—1991《肉制品 维生素 C 含量测定》。

本部分与 GB/T 9695.29—1991 相比主要变化如下：

- 按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》进行了结构调整和文字修改；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了方法的检出限；

GB/T 9695.29—2008

- 用标准曲线法代替单点法进行定量；计算公式作了相应的改动；
- 用第 10 章“精密度”及其内容代替 GB/T 9695.29—1991 的第 9 章“允许差”及其内容；
- 增加了“试验报告”一章。

本部分由全国食品工业标准化技术委员会肉禽蛋制品分技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国商业联合会商业标准中心、国家加工食品质量监督检验中心（广州）、广州市产品质量监督检验所。

本部分主要起草人：吴玉銮、蔡玮红、郭新东、罗海英、冼燕萍、朱桃玉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9695.29—1991。

肉制品 维生素 C 含量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉制品中维生素 C(抗坏血酸)含量的测定方法。

本部分适用于肉制品中维生素 C 含量的测定。

本部分的检出限:2 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 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 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 原理

试样中的维生素 C 用偏磷酸提取后,经 2,6-二氯酚氧化成脱氢维生素 C,与邻苯二胺反应,生成具有紫蓝色荧光的喹噁啉衍生物。在激发波长 350 nm、发射波长 430 nm 处测定其荧光强度,标准曲线法定量。

脱氢维生素 C 与硼酸可形成复合物而不与邻苯二胺反应,以此排除试样中荧光杂质产生的干扰。

4 试剂

如无特别说明,所用试剂均为分析纯。

4.1 水

符合 GB/T 6682—1992 规定的三级水。

4.2 偏磷酸溶液($c=50$ g/L)

称取 50 g 偏磷酸,用水溶解并稀释至 1 L。

4.3 乙酸钠溶液($c=500$ g/L)

称取 50 g 乙酸钠,溶于水中,并用水稀释至 100 mL。

4.4 硼酸-乙酸钠溶液

称取 3 g 硼酸,用乙酸钠溶液(4.3)溶解并稀释至 100 mL。

4.5 乙醇溶液[1+1(体积比)]

量取 50 mL 乙醇,加入 50 mL 水,混匀。

4.6 硫脲溶液($c=30$ g/L)

称取 3 g 硫脲,用乙醇溶液(4.5)溶解并稀释至 100 mL。临用前配制。

4.7 盐酸邻苯二胺溶液($c=200$ mg/L)

称取 20 mg 盐酸邻苯二胺,用水溶解并稀释至 100 mL。临用前配制。

4.8 2,6-二氯酚溶液($c=2$ g/L)

称取 0.2 g 2,6-二氯酚,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.9 抗坏血酸标准储备液($c=1$ mg/mL)

称取抗坏血酸 50 mg(准确至 0.1 mg),用偏磷酸溶液(4.2)溶解并定容到 50 mL 棕色容量瓶中。临用前配制。

4.10 抗坏血酸标准中间液($c=10\text{ mg/L}$)

吸取 1.00 mL 抗坏血酸标准储备液(4.9)于 100 mL 棕色容量瓶中,用偏磷酸溶液(4.2)定容。

4.11 抗坏血酸标准工作液

吸取 0.20 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 抗坏血酸标准中间液(4.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用偏磷酸溶液(4.2)定容。此标准工作液系列中抗坏血酸的浓度依次为 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器和设备

实验室常规仪器及下列仪器。

- 5.1 机械设备:用于试样的均质化。包括高速旋转的切割机,或多孔板的孔径不超过 4 mm 的绞肉机。
- 5.2 荧光分光光度计。
- 5.3 分析天平:可准确称重至 0.1 mg。

6 取样

本部分不规定取样方法。取样方法参见 GB/T 9695.19。

实验室所收到的样品应具有代表性且在运输和储藏过程中没受损或发生变化。

至少取有代表性的样品 200 g。

7 试样制备

使用适当的机械设备(5.1)将试样均质。注意避免试样的温度超过 25 $^{\circ}\text{C}$ 。若使用绞肉机,试样至少通过该仪器两次。

将试样装入密封的容器里,防止变质和成分变化。试样应尽快进行分析,均质化后最迟不超过 24 h。

8 分析步骤

8.1 提取

称取试样 2 g~5 g(准确至 0.001 g)置于烧杯中,加入 20 mL 偏磷酸溶液(4.2),充分搅拌后,全部移入 100 mL 棕色容量瓶中,用偏磷酸溶液(4.2)定容。混匀后过滤,滤液备用。

8.2 氧化

8.2.1 分别吸取滤液(8.1)1.00 mL 加入两支试管中,分别标为“试样空白”和“试样”。

8.2.2 吸取抗坏血酸标准工作液(4.11)1.00 mL 于试管中,不同浓度的标准工作液各取两份,同浓度的标准工作液分别标为“标准”和“标准空白”。

8.2.3 向 8.2.1 和 8.2.2 各管中加入 2,6-二氯靛酚溶液(4.8)0.10 mL,充分混匀,此时溶液呈微红色。再加入硫脲溶液(4.6)0.10 mL 摇匀,使过量的 2,6-二氯靛酚还原(粉红色刚刚褪去)。向“试样空白”管和“标准空白”管中加入硼酸-乙酸钠溶液(4.4)1.00 mL;向“试样”管和“标准”管中加入乙酸钠溶液(4.3)1.00 mL。将各试管的混合液摇匀,在室温下放置 15 min。

8.3 荧光反应

在暗室迅速向 8.2.3 中“试样空白”、“试样”、“标准空白”和“标准”各管加入 5 mL 盐酸邻苯二胺溶液(4.7),振荡混合,在室温下反应 35 min。

8.4 测定

用荧光分光光度计于激发波长 350 nm、发射波长 430 nm 处测定 8.3 中各管内溶液的荧光强度。

8.5 平行试验

按以上处理步骤,对同一试样进行平行试验测定。

8.6 标准曲线的绘制

以扣除了空白的标准工作液的荧光强度为纵坐标、相应的抗坏血酸的浓度为横坐标,绘制标准曲线。

9 计算

试样中维生素 C 的含量按式(1)计算:

$$w = \frac{c \times V \times 100}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w ——试样中维生素 C 的含量,单位为毫克每百克 (mg/100 g);
 - c ——从标准曲线上查得的试样溶液中维生素 C 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - V ——试样溶液第一次定容的体积(8.1),单位为毫升(mL);
 - m ——试样质量,单位为克(g)。
- 结果保留至小数点后第一位。

10 精密度

同一分析者在同一实验室、采用相同的方法和相同的仪器、在短时间间隔内对同一样品独立测定两次。两次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

11 试验报告

试验报告应说明:

- 所有与识别样品有关的必需信息;
- 取样方法;
- 依据本部分所采用的方法;
- 本部分未规定或未列为可选的所有操作,以及可能影响测试结果的其他因素;
- 测试结果;
- 如果检验了重复性,列出最终结果。