



中华人民共和国国家标准

GB5009.9—xxxx

食品安全国家标准

食品中淀粉的测定

(征求意见稿)

xxxx-xx-xx 发布

xxxx-xx-xx 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替GB 5009.9—2016《食品安全国家标准 食品中淀粉的测定》。

本标准与GB 5009.9—2016相比，主要变化如下：

- 修改了范围；
- 增加了除去试样中可溶性糖的微糖检验方法；
- 增加了含有麦芽糊精样品的洗涤步骤。

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。本标准不适用于添加经水解产生还原糖物质（麦芽糊精和可溶性糖除外）的食品中淀粉测定。

第一法 酶水解法

2 原理

试样经去除脂肪及可溶性糖后，淀粉依次经淀粉酶酶解和盐酸水解成葡萄糖，测定葡萄糖含量，并折算成样品中淀粉含量。

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 ≥ 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℃~90℃。
- 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 α -萘酚（ $C_{10}H_8O$ ）。
- 3.1.17 浓硫酸（ H_2SO_4 ）。

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95%乙醇溶解并定容至100 mL。

- 3.2.2 盐酸溶液（1+1）：量取50 mL盐酸与50 mL水混匀。
- 3.2.3 氢氧化钠溶液（200 g/L）：称取20 g氢氧化钠，加水溶解并稀释至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，溶于水中并稀释至1000 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，用水稀释至1000 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，临用现配；也可加入数滴甲苯或三氯甲烷防止长霉，置于4℃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，溶解后加水稀释至100 mL。
- 3.2.8 乙醇溶液（85%，体积比）：取85 mL无水乙醇，加水稀释至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。
- 3.2.9 乙醇溶液（40%，体积比）：取40 mL无水乙醇，加水稀释至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。
- 3.2.10 α -萘酚乙醇溶液（10 g/L）：称取 α -萘酚1 g，用95%乙醇溶解并稀释至100 mL。

3.3 标准品

D-无水葡萄糖（ $C_6H_{12}O_6$ ，CAS号：50-99-7）：纯度 $\geq 98\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.4 标准溶液配制

葡萄糖标准溶液（1.00 mg/mL）：准确称取1 g（精确到0.001 g）经过98℃~100℃干燥2h的D-无水葡萄糖，加水溶解后加入5 mL盐酸，并以水定容至1000 mL。此溶液每毫升相当于1.00 mg葡萄糖。临用现配。

4 仪器和设备

- 4.1 40目筛：孔径0.425 mm。
- 4.2 天平：感量为1 mg和0.1 mg。
- 4.3 恒温水浴锅：可加热至100℃。
- 4.4 回流装置，并附250 mL锥形瓶。
- 4.5 组织捣碎机。
- 4.6 电炉。
- 4.7 滴定管：25 mL。

5 分析步骤

5.1 试样制备

取试样可食部分磨碎，过40目筛，称取2 g~5 g（精确到0.001 g）；不易磨碎试样，可准确加入适量水并记录质量，匀浆后称取相当于原样质量2 g~5 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，再用乙醇溶液（85%，体积比）分次洗去可溶性糖类至微糖检验结果为阴性。含有麦芽糊精的试样，先用100 mL乙醇溶液（85%，体积比）洗涤，再用乙醇溶液（40%，体积比）洗涤至微糖检验结果为阴性。滤干乙醇溶液，将残留物移入250 mL烧杯内，用50 mL水洗净滤纸，洗液并入烧杯内，将烧杯置于沸水浴加热15 min，使淀粉糊化，放冷至60℃以下，加20 mL淀粉酶溶液，在55℃~60℃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，用适量体积的水洗涤烧杯，并转入容量瓶中，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。

5.2 微糖检验方法

取洗涤液2 mL在小试管中，加入 α -萘酚乙醇溶液（10 g/L）4滴，沿管壁缓缓加入浓硫酸1 mL。在水与酸的界面出现紫色环，判定为阳性；在水与酸的界面出现黄绿色环，判定为阴性。

注：由于洗涤液中含有乙醇和水，加入浓硫酸时，要沿试管壁缓慢加入并保证试管口不要对着人。

5.3 测定

5.3.1 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容积，同时做三份平行，取其平均值，计算标定碱性酒石酸铜溶液（甲、乙液各半）相当于葡萄糖的质量 m_1 （mg），结果按照式（1）计算。

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。试样溶液测定使用碱性酒石酸铜溶液体积与标定碱性酒石酸铜溶液体积相同。

5.3.2 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。当试样溶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10 mL。

5.3.3 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小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，记录试样溶液消耗体积。同法平行操作三份，得出平均消耗体积。结果按式（2）计算。

当试样溶液浓度过低，25.00 mL无法滴定到终点时，则采取直接加入10.00 mL试样溶液，免去加水10 mL，再用葡萄糖标准溶液滴定至终点，计算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试样溶液中所含葡萄糖的量。结果按式（3）、式（4）计算。

5.3.4 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，按反滴定法做试剂空白试验。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。按式（5）、式（6）计算试剂空白中葡萄糖的含量。

6 分析结果的表述

6.1 标定碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖质量：

$$m_1 = c \times V_s \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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

c ——葡萄糖标准溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_s ——标定碱性酒石酸铜溶液（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）。

6.2 试样中葡萄糖含量按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{\frac{50}{250} \times \frac{V_1}{100}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X_1 ——所称试样中葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);
 m_1 ——标定用碱性酒石酸铜溶液(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,单位为毫升(mL);
 250——样品定容体积,单位为毫升(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,单位为毫升(mL)。

6.3 当试样中淀粉浓度过低时葡萄糖含量按式(3)、式(4)进行计算:

$$X_2 = \frac{m_2}{\frac{50}{250} \times \frac{10}{100}} \dots\dots\dots (3)$$

$$m_2 = m_1 \left(1 - \frac{V_2}{V_s}\right) \dots\dots\dots (4)$$

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,单位为毫升(mL);
 250——样品定容体积,单位为毫升(mL);
 10——直接加入的试样体积,单位为毫升(mL);
 100——测定用样品的定容体积,单位为毫升(mL);
 m_1 ——标定用碱性酒石酸铜溶液(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 试剂空白值按式(5)、式(6)计算:

$$X_0 = \frac{m_0}{\frac{50}{250} \times \frac{10}{100}} \dots\dots\dots (5)$$

$$m_0 = m_1 \left(1 - \frac{V_0}{V_s}\right) \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- X_0 ——试剂空白值,单位为毫克(mg);
 m_0 ——标定碱性酒石酸铜溶液(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,单位为毫升(mL);
 250——样品定容体积,单位为毫升(mL);
 10——直接加入的试样体积,单位为毫升(mL);
 100——测定用样品的定容体积,单位为毫升(mL);
 m_1 ——标定用碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

V_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）。

6.5 试样中淀粉的含量按式（7）计算：

$$X = \frac{(X_1 - X_0) \times 0.9}{m \times 1000} \times 100 \text{ 或 } X = \frac{(X_2 - X_0) \times 0.9}{m \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (7)$$

式中：

X ——试样中淀粉的含量，单位为克每百克（g/100g）；

0.9——葡萄糖折算成淀粉的换算系数；

m ——试样质量，单位为克（g）。

结果 < 1 g/100g，保留两位有效数字。结果 ≥ 1 g/100g，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

试样经去除脂肪及可溶性糖后，淀粉经盐酸水解成葡萄糖，测定葡萄糖含量，并折算成样品中淀粉含量。

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（ Na_2SO_4 ）。

9.1.5 石油醚：沸程为60℃~90℃。

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。

9.1.10 α -萘酚（ $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}$ ）。

9.1.11 浓硫酸（ H_2SO_4 ）。

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95%乙醇溶解并定容至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，并稀释至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水混匀。

9.2.6 乙醇溶液（85%，体积比）：取85 mL无水乙醇，加水稀释至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。

9.2.7 乙醇溶液（40%，体积比）：取40 mL无水乙醇，加水稀释至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。

9.2.8 α -萘酚乙醇溶液（10 g/L）：称取 α -萘酚1 g，用95%乙醇溶解至100 mL。

9.3 标准品

同3.3。

9.4 标准溶液配制

同3.4。

10 仪器和设备

10.1 40目筛：孔径0.425 mm。

10.2 天平：感量为1 mg和0.1 mg。

10.3 恒温水浴锅：可加热至100℃。

10.4 回流装置，并附250 mL锥形瓶。

10.5 组织捣碎机。

10.6 电炉。

10.7 滴定管：25 mL。

11 分析步骤

11.1 试样制备

取试样可食部分磨碎，过40目筛，称取2 g~5 g（精确到0.001 g）；不易磨碎试样，可准确加入适量水并记录质量，匀浆后称取相当于原样质量2 g~5 g。置于放有慢速滤纸的漏斗中，先用50 mL石油醚或乙醚分5次洗去试样中脂肪，弃去石油醚或乙醚。再用乙醇溶液（85%，体积比）分次洗去可溶性糖类至微糖检验结果为阴性。含有麦芽糊精的试样，先用100 mL乙醇溶液（85%，体积比）洗涤，再用乙醇溶液（40%，体积比）洗涤至微糖检验结果为阴性。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，先用氢氧化钠溶液（400 g/L）调至黄色，再用盐酸（1+1）校正至试样水解液变成红色。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，加水至刻度。过滤，弃去初滤液20 mL，滤液供测定用。

11.2 微糖检验方法

同5.2。

11.3 测定

同5.3。

12 分析结果的表述

试样中淀粉的含量按式（8）进行计算：

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 0.9}{m \times \frac{V}{500} \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (8)$$

式中：

X ——试样中淀粉的含量，单位为克每百克（g/100g）；

A_1 ——测定用试样中水解液葡萄糖质量，单位为毫克（mg）；

A_2 ——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 <1 g/100g，保留两位有效数字。结果 ≥ 1 g/100g，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 皂化-酸水解法

14 原理

试样经氢氧化钾-乙醇皂化除去脂肪后，再去除可溶性糖，淀粉经盐酸水解成葡萄糖，测定葡萄糖含量，并折算成样品中淀粉含量。

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（ $\text{C}_6\text{FeK}_3\text{N}_6$ ）。

15.1.6 乙酸锌（ $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$ ）。

15.1.7 冰乙酸（ CH_3COOH ）。

15.1.8 硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）。

15.1.9 无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）。

15.1.10 柠檬酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）。

15.1.11 碘化钾（KI）。

15.1.12 硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）。

15.1.13 溴百里酚蓝（ $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$ ）：指示剂。

15.1.14 可溶性淀粉：指示剂。

15.1.15 α -萘酚（ $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}$ ）。

15.1.16 浓硫酸（ H_2SO_4 ）。

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1000 mL。

15.2.2 乙醇溶液（80%，体积比）：取80 mL无水乙醇，加水稀释至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。

15.2.3 乙醇溶液（40%，体积比）：取40 mL无水乙醇，加水稀释至100 mL混匀。也可用95%乙醇配制。

15.2.4 盐酸溶液（1.0 mol/L）：量取盐酸83 mL，用水稀释至1000 mL。

15.2.5 氢氧化钠溶液（300 g/L）：称取氢氧化钠30 g，用水溶解并稀释至100 mL。

15.2.6 蛋白沉淀剂包括蛋白沉淀液A和蛋白沉淀液B：

蛋白沉淀液A：称取铁氰化钾106 g，用水溶解并稀释至1000 mL。

蛋白沉淀液B：称取乙酸锌220 g，加冰乙酸30 mL，用水稀释至1000 mL。

15.2.7 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℃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加到此混合液中并连续搅拌，冷却至室温后，转移到1000 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份此溶液加入到49份煮沸并冷却的蒸馏水，pH 应为10.0±0.1。

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

15.2.9 盐酸溶液：取盐酸100 mL，用水稀释至160 mL。

15.2.10 硫代硫酸钠标准溶液（0.1 mol/L）：按 GB/T 5009.1制备。

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

15.2.12 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，临用现配。

15.2.13 α -萘酚乙醇溶液（10 g/L）：称取 α -萘酚1 g，用95%乙醇溶解至100 mL。

16 仪器和设备

16.1 天平：感量为10 mg。

16.2 恒温水浴锅：可加热至100℃。

16.3 冷凝管。

16.4 绞肉机：孔径不超过4 mm。

16.5 电炉。

16.6 滴定管：25 mL。

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，用热乙醇溶液（80%，体积比）洗涤沉淀数次，至微糖检验结果为阴性。含有麦芽糊精的样品，先用100 mL热乙醇溶液（80%，体积比）洗涤，再用乙醇溶液（40%，体积比）洗涤至微糖检验结果为阴

性。

17.3 微糖检验方法

同5.2。

17.4 水解

将滤纸钻孔，用1.0 mol/L盐酸溶液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，加入蛋白质沉淀液A 3 mL，混合后再加入蛋白质沉淀液B 3 mL，用水定容到刻度。摇匀，经滤纸过滤。滤液中加入氢氧化钠溶液1滴~2滴，使之对溴百里酚蓝指示剂呈碱性。

17.5 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，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30 mL，小心加入盐酸溶液25.00 mL，盖好盖待滴定。

用硫代硫酸钠标准溶液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（9）计算：

$$X_3 = 10 \times (V_{\text{空}} - V_3) \times c \dots\dots\dots (9)$$

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 从附录 A 表 1 中查出相应的葡萄糖量（ m_3 ）。

18.2 淀粉含量的计算

淀粉含量按式（10）计算：

$$X = \frac{m_3 \times 0.9}{1000} \times \frac{V_5}{25} \times \frac{200}{V_4} \times \frac{100}{m} = 0.72 \times \frac{V_5}{V_4} \times \frac{m_3}{m} \dots\dots\dots (10)$$

式中：

X ——淀粉含量，单位为克每百克（g/100g）；

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）。

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

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算术平均值的 10%。

附录A

硫代硫酸钠的毫摩尔数同葡萄糖量 (m_3) 的换算关系

硫代硫酸钠的毫摩尔数同葡萄糖量 (m_3) 的换算关系见表A.1。

表A.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×(V _空 -V ₃)c]	相应的葡萄糖量	
	m ₃ /mg	Δm ₃ /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	2.5
8	19.8	2.6
9	22.4	2.6
10	25.0	2.6
11	27.6	2.6
12	30.3	2.7
13	33.0	2.7
14	35.7	2.7
15	38.5	2.8
16	41.3	2.8
17	44.2	2.9
18	47.1	2.9
19	50.0	2.9
20	53.0	3.0
21	56.0	3.0
22	59.1	3.1
23	62.2	3.1
24	65.3	3.1
25	68.4	3.1