

中华人民共和国国家标准  
《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖含  
量的测定》

**编 制 说 明**  
(征求意见稿)

中国农业科学院油料作物研究所

二〇二五年三月

# 目 录

一、工作简况 .....	1
(一) 任务来源.....	1
(二) 标准修订背景.....	1
(三) 主要工作过程.....	1
二、标准的编制原则和标准的主要内容.....	2
(一) 编制依据与原则.....	2
(二) 修订内容的说明.....	2
三、标准主要技术内容确定的依据.....	3
(一) 方法主要参数及试验条件的确定.....	3
(二) 色谱条件的确定.....	9
(三) 方法学考察.....	13
四、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果.....	3
五、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、 样机的有关数据对比情况.....	4
六、重大分歧意见的处理经过和依据.....	4
七、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系.....	4
八、作为强制性标准或推荐性标准的建议.....	4
九、涉及专利的有关说明.....	4
十、其他应予说明的事项.....	4

# 农业行业标准《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖含量的测定》

## 报批稿编制说明

### 一、工作简况

#### (一) 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年国家标准复审修订计划的通知》国标委发[2023]64 号,本标准修订项目编号为 2022002977(计划号:20233483-T-326),项目名称为《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖含量的测定》,项目承担单位为中国农业科学院油料作物研究所、中国农业科学院农产品加工研究所和中国农业科学院作物科学研究所。本标准由农业农村部提出并归口。

#### (二) 标准修订背景

糖类是人体所需五大营养物质之一,在生命活动过程中起着重要的作用,是一切生命体维持生命活动所需能量的主要来源。在油料种籽中,糖类物质又是其风味物质的主要前体物,油料种籽中糖类物质的种类和含量直接影响油料制品的品质,并影响饼粕饲料的适口性。因此,随着市场对油料产品质量要求的不断提高,有必要不断修订完善油料种籽中糖的检测标准,为推进我国油料深加工、提高我国农产品国际市场竞争能力、促进国际贸易的迫切需求奠定基础。GB/T 30390-2013《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖含量的测定 高效液相色谱法》标龄较长、糖种类较少且技术单一,未涉及目前在油料产业广泛关注的水苏糖和棉子糖,也未涉及离子色谱技术。因此,需要对该标准进行修订,适应当前油料产业发展和现场检测的需要。

#### (三) 主要工作过程

**1、成立标准起草小组** 标准制定项目任务下达后,标准起草单位组织专家成立了标准编制工作组,负责编制起草工作。

#### **2、标准修订技术路线和方案制定**

2004 年初,标准编制小组查阅收集了日本、韩国、加拿大、澳大利亚、德国、瑞典、比利时、英国和荷兰等国内外有关油料种籽中主要单糖和多糖含量的测定的方法、论文等资料文献,比较研究了国内外的不同测定方法的优缺点,对自己单位历年来采用的分析方法进行了试验研究。为方法最终的确定提供了大量的数据支撑。在调查国内相关科研检测单位现有仪器设备与不同方法测定结果准确性等因素的基础上,确定了测定方法的分析步骤、仪器测试条件及方法技术参数的评价。

### 3、样品收集、方法学研究和实际样品检测

2024年3月至8月，为确保标准的广泛适用性，我们收集了具有代表性的油料种籽样品，开展方法学研究和方法适用性考察等。

### 4、编写编制说明和征求意见稿

2024年10月，标准编制小组完成标准文本、编制说明定向征求意见稿编制工作。

### 5、征求意见和标准验证

2025年1月，标准编制小组开展定向征求意见及检测机构标准验证工作。

## 二、标准的编制原则和标准的主要内容

### （一）编制依据与原则

本标准的编写制定过程中以提高测试方法选择性、精密度、灵敏度、准确度和分析效率，降低分析成本为总原则。力求反映科学技术的先进成果和先进经验，使用性能的普遍性，包括方法精密度、准确度、灵敏度等方面能满足要求，确保标准既保持技术上的先进性，又具有经济上的合理性。遵循了标准制定过程中的先进性、经济性和适用性原则。

在标准的制定过程中严格遵循国家有关方针、政策、法规和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编制规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。

在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

### （二）修订内容的说明

本标准规定了油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖与棉子糖含量的高效液相色谱法和离子色谱法测定方法。本标准适用于油料种籽果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖含量的测定。本次修订除按照 GB/T 1.1-2020 和 GB/T20001.4-2015 对标准进行编辑性修改外，主要修订要点包括：

（1）修订标准名称为《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖含量的测定》，使之与修订的标准内容协调一致；

（2）增加了规范性引用文件一章；

(3) 更改了高效液相色谱法(2013年版),并增加了水苏糖和棉子糖两个测定参数。

(4) 增加了“离子色谱法”;

### 三、标准主要技术内容确定的依据

#### (一) 方法主要参数及试验条件的确定

##### 1. 取样量对测定结果的影响

试验材料采用大豆样品,检测其蔗糖含量。分别称取粉碎均匀的大豆样品 1-10 g 于 50 mL 具塞离心管中,加入 25 mL 石油醚,漩涡振荡 1 min, 2000 r/min 离心 5 min, 移去上层石油醚,重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚,用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中,用 50 g 水分两次冲洗离心管,洗液并入三角瓶,缓慢加入乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液各 5 mL,再加水至溶液总质量约为 100 g,搅拌 30 min 后,用干燥滤纸过滤,滤液再用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,取滤液于液相色谱测定。

5g-10g 的大豆样品测定值明显优于 1g-5g 的大豆样品测定值,如果取样量少于 5g,代表性不强,并且误差明显增大(见表 1),且存在结果偏低,糖提取不完全,所以称样量 5g 是比较合适的。

表 1 取样量对蔗糖测定结果影响

取样量, g	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
1	35.6	34.2	38.1	36.0	5.49
2	39.5	40.2	42.5	40.7	3.85
3	41.3	42.3	41.1	41.6	1.55
4	42.4	41.4	42.5	42.1	1.44
5	43.5	43.9	44.2	43.9	0.80
6	43.8	43.9	43.2	43.6	0.87
7	43.5	43.4	43	43.3	0.61
8	43.7	43.1	43.9	43.6	0.96
9	43.5	43.9	43.2	43.5	0.81
10	43.4	43.3	43.8	43.5	0.61

##### 2. 去除脂肪条件的优化

油料种籽，如大豆、芝麻等的脂肪含量一般在 15-50%左右，可用石油醚提取大部分脂肪以利于糖类物质的检测。

#### (1) 石油醚用量的影响

称取粉碎均匀的大豆样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 5、10、15、25、35、50mL 石油醚，漩涡振荡 1 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚，重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液各 5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，室温搅拌 30 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，待液相色谱测定。

当石油醚用量小于 25 mL 时，由于用量太少，脂肪提取不完全，对糖类物质的检测产生一定的影响（表 2）。当石油醚用量大于 25 mL 时，其结果相差不大。因此采用石油醚的用量为 25 mL。

表 2 石油醚用量对测定结果的影响

石油醚用量, mL	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
5	40.8	41.2	39.2	40.4	2.62
10	42.1	41.5	40.1	41.2	2.49
15	42.4	43.2	43.9	43.2	1.74
25	44.2	44.9	44.4	44.5	0.81
35	44.5	44.1	44.8	44.5	0.79
50	44.6	44.5	44.1	44.4	0.60

#### (2) 石油醚提取时间的优化

称取粉碎均匀的大豆样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 25 mL 石油醚，分别漩涡振荡 20s, 30s, 40s, 1 min, 2 min, 3 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚，重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液各 5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，室温搅拌 30 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，待液相色谱测定。

当石油醚提取时间小于 1 min 时，由于脂肪提取不完全，对结果产生一定的影响（表 3）；当石油醚提取时间大于 1 min 时，其结果影响不大。因此采用石油醚提取脂肪的时间为 1 min。

表 3 石油醚提取时间的测定结果

提取时间, min	蔗糖含量, mg/g			平均值, %	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
20s	40.3	39.5	39.6	39.8	1.10
30s	42.1	42.5	42.9	42.5	0.94
40s	43.5	43.0	43.6	43.4	0.74
1min	44.3	44.6	44.8	44.6	0.56
2min	44.9	44.6	44.4	44.6	0.56
3min	44.2	44.5	44.7	44.5	0.57

### (3) 提取次数的影响

称取粉碎均匀的大豆样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 25 mL 石油醚，漩涡振荡 1 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚，分别重复上述步骤为 0 次，1 次，2 次，3 次，4 次，5 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液各 5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，室温搅拌 30 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，待液相色谱测定。

当石油醚提取次数小于 3 次时，由于脂肪提取不完全，对结果产生一定的影响（表 4）；当石油醚提取次数大于 3 次时，此时大部分脂肪已经去除，对其结果影响不大。因此采用石油醚提取次数为 3 次。

表 4 石油醚提取次数对测定结果的影响

提取次数, 次	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
1	37.8	39.2	38.4	38.5	1.83
2	43.8	42.5	42.9	43.1	1.55
3	44.1	44.6	44.4	44.4	0.57
4	44.6	44.7	44.2	44.5	0.59

5	44.5	44.1	44.3	44.3	0.45
---	------	------	------	------	------

### 3. 乙酸锌和亚铁氰化钾的浓度和用量的确定

乙酸锌和亚铁氰化钾二者反应生成氰亚铁酸锌，用于吸附蛋白质等干扰物。

#### (1) 乙酸锌浓度和用量对检测的影响

试验材料采用大豆样品，检测其蔗糖含量。称取粉碎均匀的样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 25mL 石油醚，漩涡振荡 1 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚。重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入不同浓度的乙酸锌溶液各 1,2,3,4,5 mL，亚铁氰化钾溶液各 5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，搅拌 30 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，取滤液于液相色谱测定。

乙酸锌浓度和用量不同处理组合对大豆蔗糖含量的检测有影响（表 5，6）。乙酸锌浓度低于 1 mol/mL 时，不同处理组合平均蔗糖检测结果均较低，2 mol/mL 和 3 mol/mL 无明显差异；乙酸锌用量在 5 mL 时结果较稳定。因此，乙酸锌浓度为 1 mol/mL 效果较好，用量为 5 mL 适宜。

表 5 乙酸锌浓度对检测的影响

乙酸锌浓度, mol/L	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
0.2	41.1	41.7	41.9	41.6	1.00
0.5	42.9	42.1	42.6	42.5	0.95
1	44.1	44.6	44.4	44.4	0.57
2	44.2	44.5	44.8	44.5	0.67
3	44.6	44.3	44.2	44.4	0.47

表 6 乙酸锌用量对检测的影响

乙酸锌用量, mL	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
1	40.7	41.2	41.8	41.2	1.34
3	42.9	42.2	42.1	42.4	1.03
5	44.0	44.4	44.6	44.3	0.69

7	44.3	44.7	44.3	44.4	0.52
---	------	------	------	------	------

## (2) 亚铁氰化钾浓度和用量对检测的影响

试验材料采用大豆样品，检测其蔗糖含量。称取粉碎均匀的样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 25mL 石油醚，漩涡振荡 1 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚。重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入乙酸锌溶液各 5 mL，不同浓度的亚铁氰化钾溶液各 1,2,3,4,5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，搅拌 30 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，取滤液于液相色谱测定。

亚铁氰化钾和用量不同处理组合对大豆蔗糖含量的检测有影响（表 7，8）。亚铁氰化钾浓度低于 1 mol/mL 时，不同处理组合平均蔗糖检测结果均较低，2 mol/mL 和 3 mol/mL 无明显差异；亚铁氰化钾用量在 5 mL 时结果较稳定。因此，亚铁氰化钾浓度为 1 mol/mL 效果较好，用量为 5 mL 适宜。

表 7 亚铁氰化钾浓度对检测的影响

亚铁氰化钾浓度, mol/L	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
0.2	39.9	40.2	41.3	40.5	1.82
0.5	42.1	41.9	40.9	41.6	1.54
1	43.9	44.3	44.6	44.3	0.79
2	44.0	44.5	44.5	44.3	0.65
3	44.2	44.7	44.2	44.4	0.65

表 8 亚铁氰化钾用量对检测的影响

亚铁氰化钾用量, mL	蔗糖含量, mg/g			平均值, mg/g	RSD, %
	重复 1	重复 2	重复 3		
1	40.7	41.2	41.8	41.2	1.34
3	42.9	42.2	42.1	42.4	1.03
5	44.0	44.4	44.6	44.3	0.69
7	44.3	44.7	44.3	44.4	0.52

## 4. 糖类物质提取温度和时间的确定

### (1) 提取温度的确定

试验材料采用大豆样品，检测其蔗糖含量。称取粉碎均匀的样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 25mL 石油醚，漩涡振荡 1 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚。重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入乙酸锌溶液，亚铁氰化钾溶液各 5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，于不同温度下搅拌 30 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，取滤液于液相色谱测定。

在提取过程中，采用不同温度，其结果差异不大（表 9）。因此，提取温度采用室温即可。

表 9 提取温度对检测结果的影响

蔗糖， mg/g	蔗糖检测结果，mg/g							
	温度， $^{\circ}\text{C}$							
	室温	30	35	40	45	50	55	60
重复 1	44.1	44.2	44.5	44.3	44.1	44.9	44.2	44.5
重复 2	44.6	44.9	44.7	44.6	44.2	44.4	44.1	44.7
重复 3	44.2	44.8	44.0	44.8	44.9	44.5	44.8	44.1
平均值	44.3	44.6	44.4	44.6	44.4	44.6	44.4	44.4
RSD (%)	0.60	0.85	0.81	0.56	0.98	0.59	0.85	0.69

### (2) 提取时间的确定

试验材料采用大豆样品，检测其蔗糖含量。称取粉碎均匀的样品 5 g，置于 50 mL 具塞离心管中，加入 25mL 石油醚，漩涡振荡 1 min，2000 r/min 离心 5 min，移去上层石油醚。重复上述步骤 2 次。蒸发残留的石油醚，用玻璃棒将样品转移至 150 mL 带有磁力搅拌的三角瓶中，用 50 g 水分两次冲洗离心管，洗液并入三角瓶，缓慢加入乙酸锌溶液，亚铁氰化钾溶液各 5 mL，再加水至溶液总质量约为 100 g，于室温下搅拌 1-50 min 后，用干燥滤纸过滤，滤液再用 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，取滤液于液相色谱测定。

当提取时间小于 30 min 时候，由于提取不完全，导致结果偏低（表 10）。当提取时间大于 30 min，其结果差异不大。因此，提取时间采用 30 min。

表 10 提取时间对检测结果的影响

蔗糖, mg/g	蔗糖检测结果, mg/g							
	时间, min							
	1	5	10	15	20	30	40	50
重复 1	20.4	24.1	28.3	35.5	40.8	44.8	44.1	44.3
重复 2	21.4	23.4	27.9	35.2	40.1	44.2	44.7	44.8
重复 3	21.7	24.8	27.4	36.4	39.4	44.3	44.9	44.1
平均值	21.2	24.1	27.9	35.7	40.1	44.4	44.6	44.4
RSD (%)	3.22	2.90	1.62	1.75	1.75	0.72	0.93	0.81

## 5. 标准储备液有效期的确定

分别准确称取经过  $(96 \pm 2)^\circ\text{C}$  干燥 2 h 的果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖各 0.1 g 于 10 mL 容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度。置于  $4^\circ\text{C}$  密封保存。每隔 5 天, 与当天新配置的糖类标准溶液一同上机检测。结果表明, 前 8 次 (35 天)  $4^\circ\text{C}$  冰箱保存的糖溶液与新配置的糖溶液的液相峰面积一致性好 ( $\text{RSD} < 2\%$ ); 第 8-12 次 (35-65 天)  $4^\circ\text{C}$  冰箱保存的糖溶液与新配置的糖溶液的液相峰面积相差较大 ( $2\% < \text{RSD} < 4\%$ ); 保存 65 天以上的糖溶液与新配置的糖溶液相差大 ( $\text{RSD} > 4\%$ )。因此确标准储备液的有效期为 1 个月。

### (二) 色谱条件的确定

#### 1. 液相色谱法

##### (1) 液相色谱柱的选择

试验采用氨基柱,  $4.6 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ ,  $5 \mu\text{m}$ , 对大豆中糖类物质进行检测, 分离效果好 (图 1)。

##### (2) 流动相配比的优化

选取流动相比例分别为乙腈-水 (70+30, 体积比), 乙腈-水 (75+25, 体积比), 乙腈-水 (80+20, 体积比), 乙腈-水 (85+15, 体积比), 乙腈-水 (90+10, 体积比), 分别用于果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖混合标样的分离检测。其中, 乙腈-水 (75+25, 体积比) 和乙腈-水 (70+30, 体积比) 分离效果较

好，但当流动相为乙腈-水（70+30，体积比）时，水苏糖的出峰时间大于 1h，不仅增加了检测时间，而且其峰型较差、半峰宽较宽。因此综合考虑选取流动相的比例为乙腈-水（75+25，体积比）。图 1 为最佳流动相配比条件下的果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖混合标样液相色谱图。

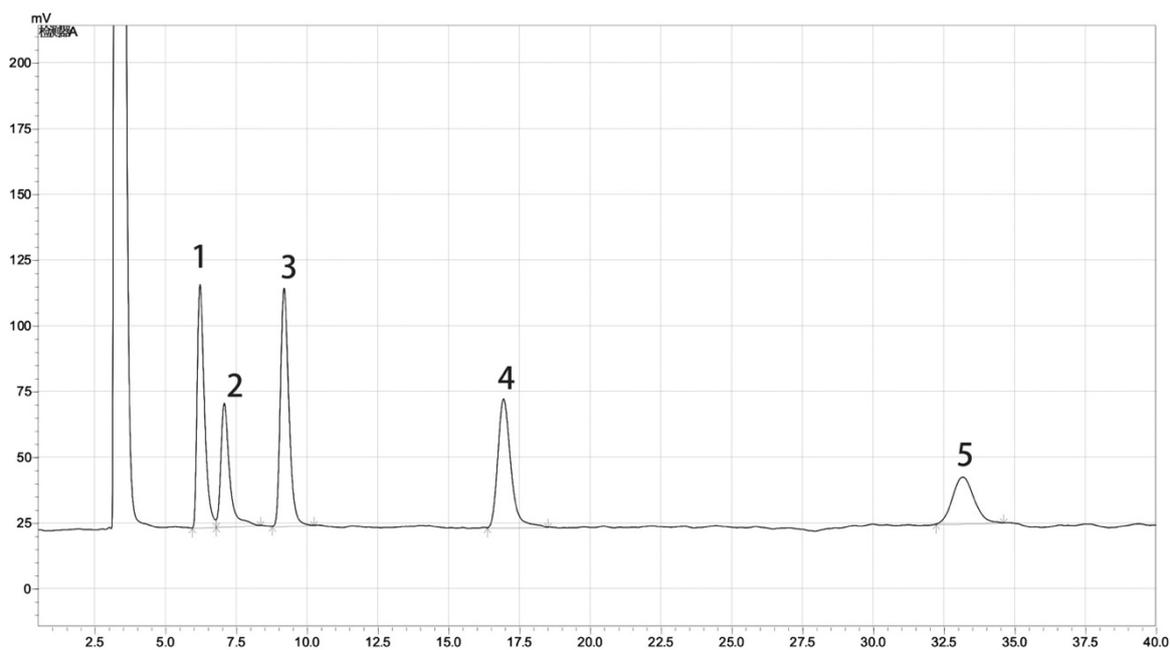


图 1 果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖、棉子糖混合标样液相色谱图

1-果糖、2-葡萄糖、3-蔗糖、4-棉子糖、5-水苏糖

## 2. 离子色谱法

### 1、离子色谱柱的选择

试验采用色谱柱：PA20 型阴离子分离柱(3 mm×150 mm)和 PA20 型保护柱(3 mm×30 mm)，或等效色谱柱对样品中糖类物质进行检测，分离检测结果如图 2、3 所示。

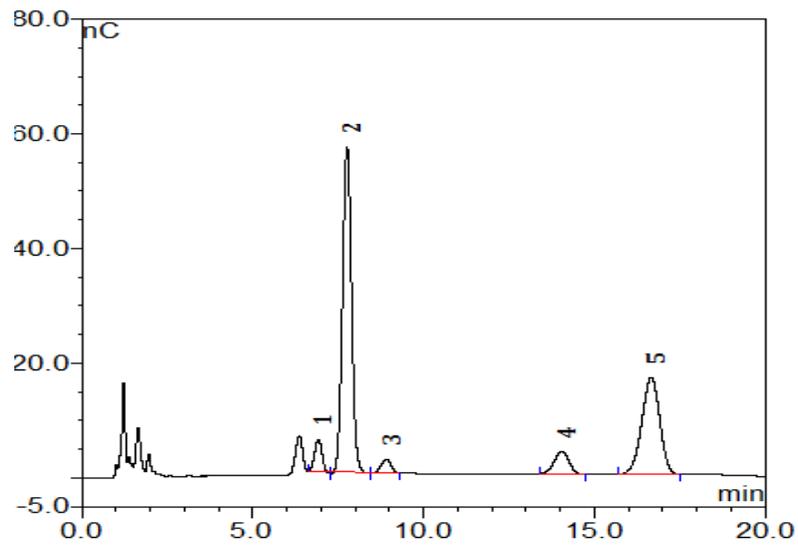


图2 大豆样品分离色谱图（1—葡萄糖，2—蔗糖，3—果糖，4-棉子糖，5-水苏糖）

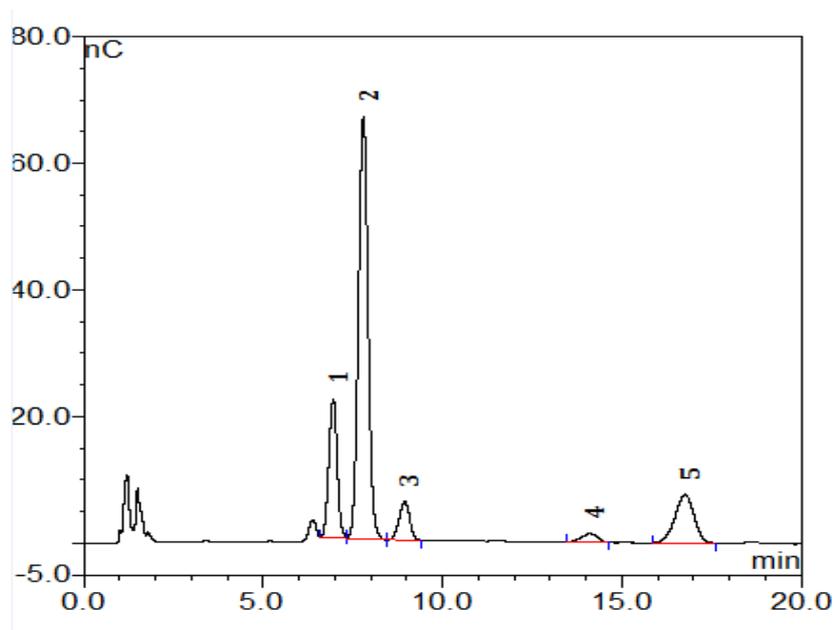


图3 油菜籽样品分离色谱图（1—葡萄糖，2—蔗糖，3—果糖，4-棉子糖，5-水苏糖）

## （2）流动相配比的优化

选取不同的 NaOH 比例分别用于果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖混合标样的分离检测。其中，离子色谱条件为

a. 色谱柱：PA20 型阴离子分离柱(3 mm×150 mm)和 PA20 型保护柱(3 mm×30 mm)，或等效色谱柱；

b. 淋洗液 A：水；

- c. 淋洗液 B: 氢氧化钠溶液 (200mmol/L) ;
- d. 柱温: 30 °C;
- e. 流速: 0.5 mL/min;
- f. 进样量: 10 $\mu$ L;
- g. 工作电极: Au 电极;
- h. 参比电极: Ag/AgCl 参比电极;
- i. 检测池温度: 35 °C;

结合实际样品的分离情况 NaOH-水 (9+91, 体积比) 分离效果较好, 因此选取流动相的比例为 NaOH-水 (9+91, 体积比)。图 4 为最佳流动相配比条件下的果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖混合标样离子色谱图。表 1 为洗脱程序。

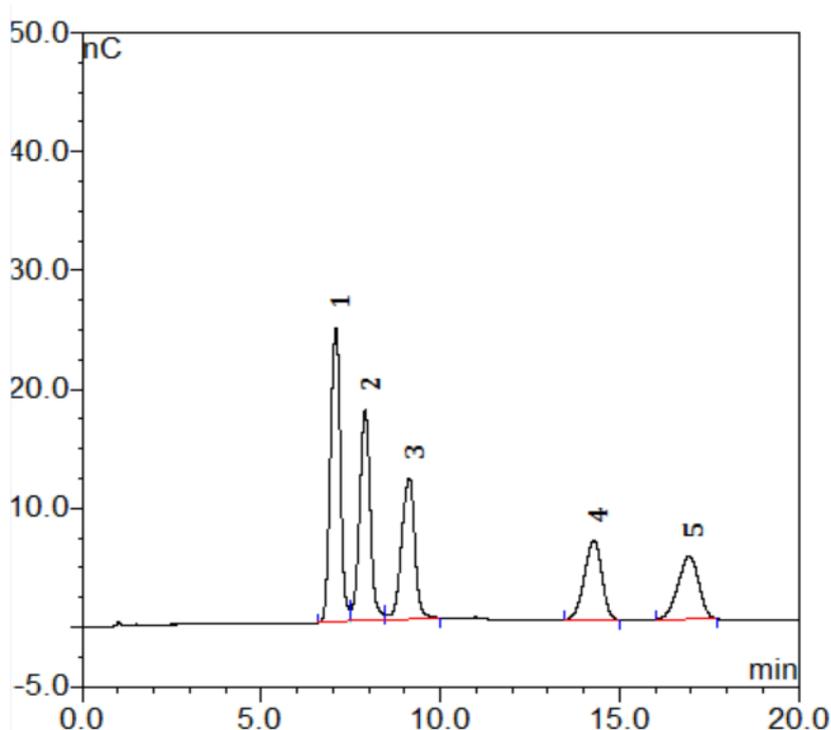


图 4 1—葡萄糖, 2—蔗糖, 3—果糖, 4-棉子糖, 5-水苏糖

5 mg/L 果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖标准溶液色谱图

表 11 离子色谱法洗脱程序

时间 min	淋洗液 A %	淋洗液 B %
0	91	9
20	91	9
20.1	20	80
30	20	80

30.1	91	9
40	91	9

### (三) 方法学考察

#### 1. 准确度

##### (1) 液相色谱法标准曲线

图 5-图 9 分别为果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的液相色谱标准曲线图。

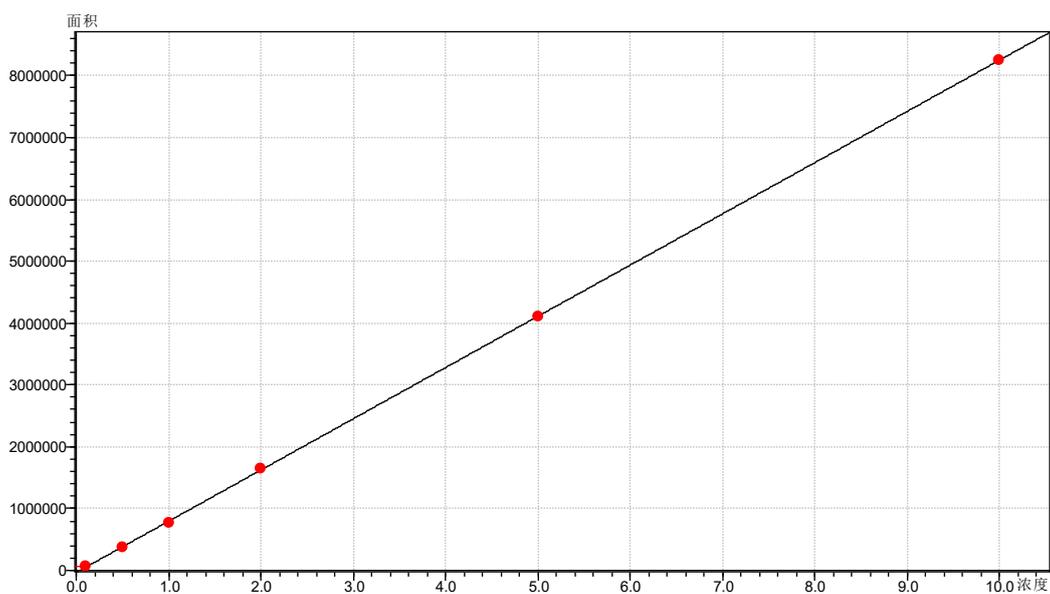


图 5 果糖液相色谱标准曲线

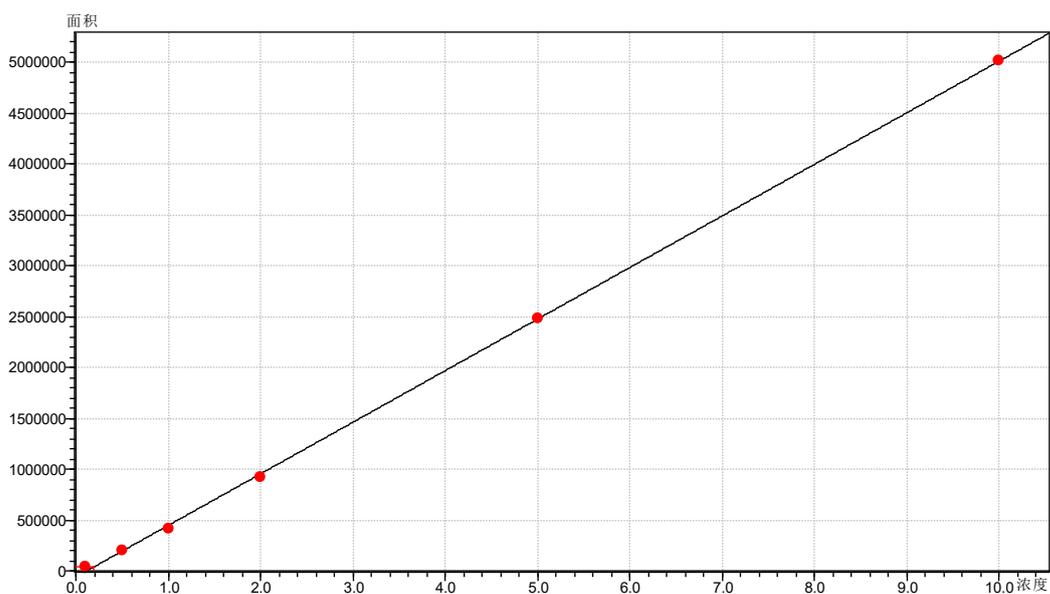


图6 葡萄糖液相色谱标准曲线

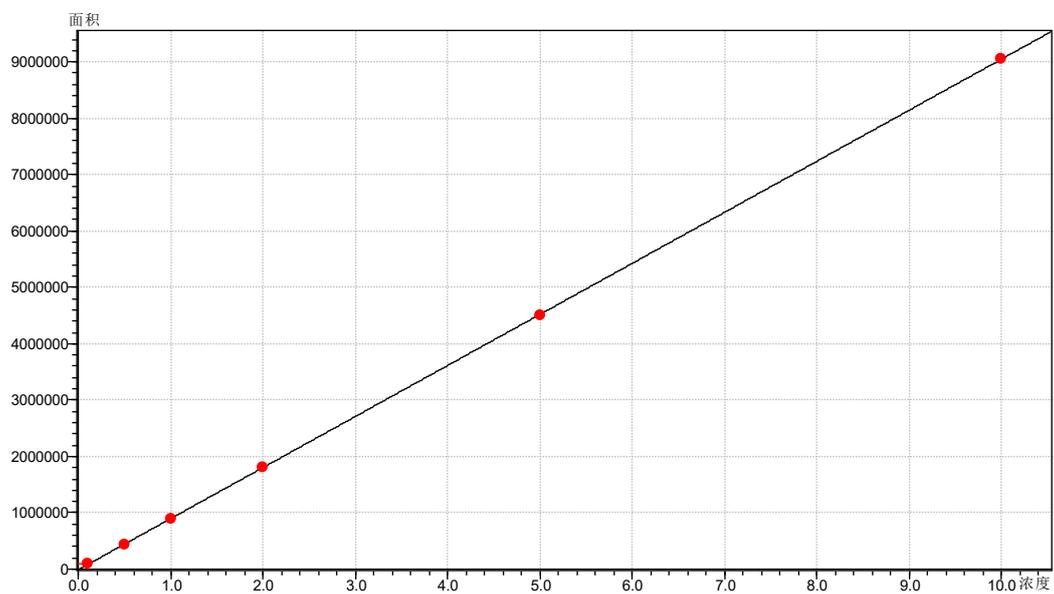


图7 蔗糖液相色谱标准曲线

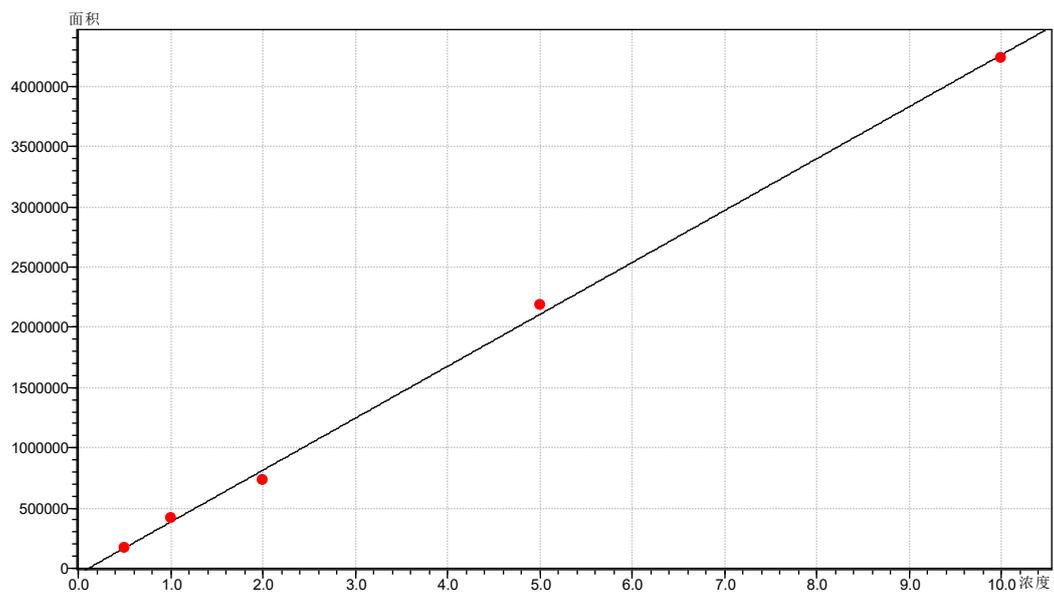


图8 水苏糖液相色谱标准曲线

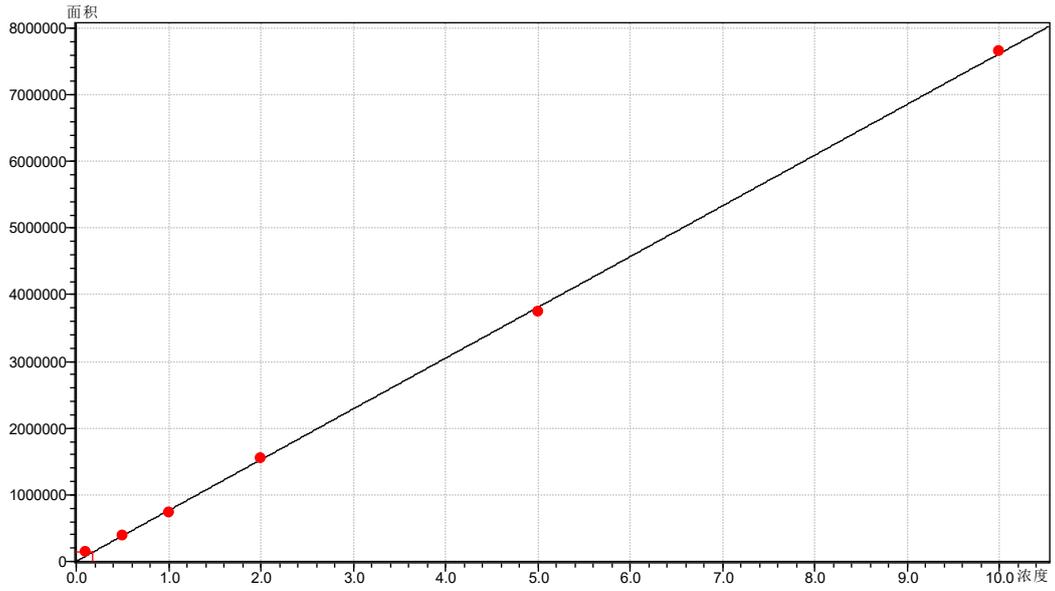


图9 棉子糖液相色谱标准曲线

(1) 离子色谱法标准曲线

图 10-图 14 分别为果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的离子色谱标准曲线图，线性范围 2-200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

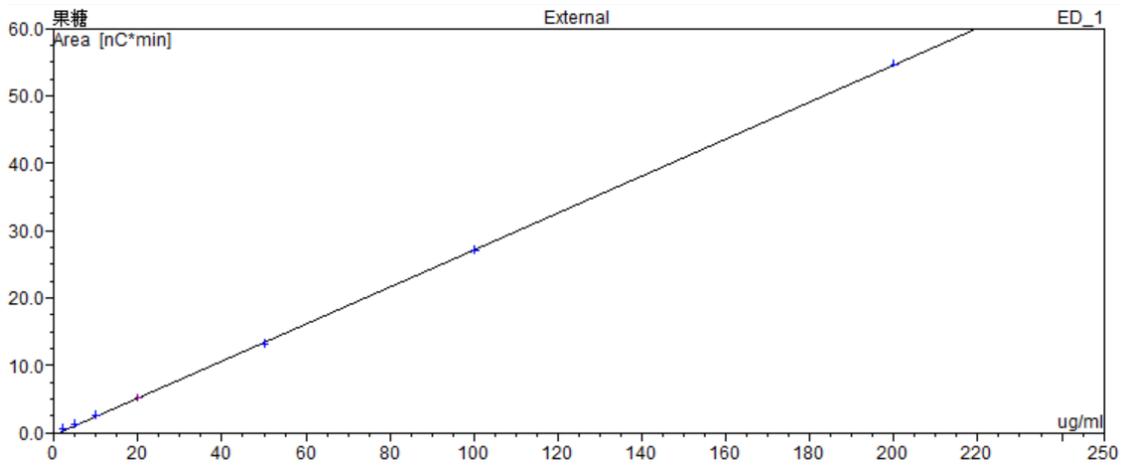


图 10 果糖标准曲线图

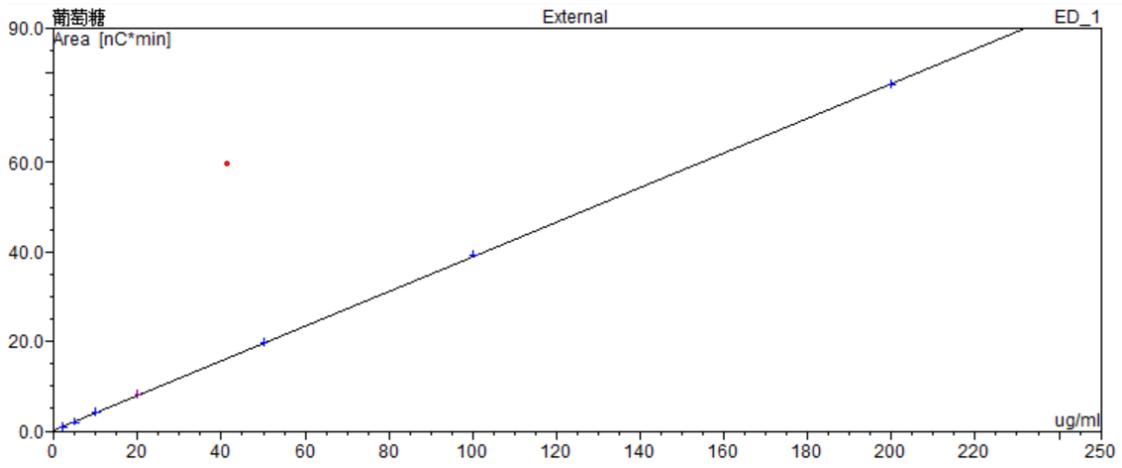


图 11 葡萄糖标准曲线图

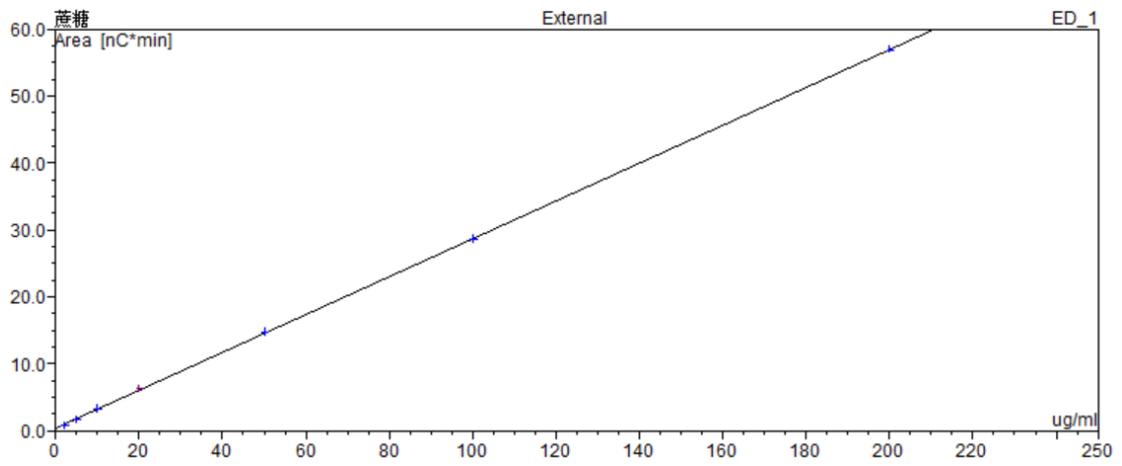


图 12 蔗糖标准曲线图

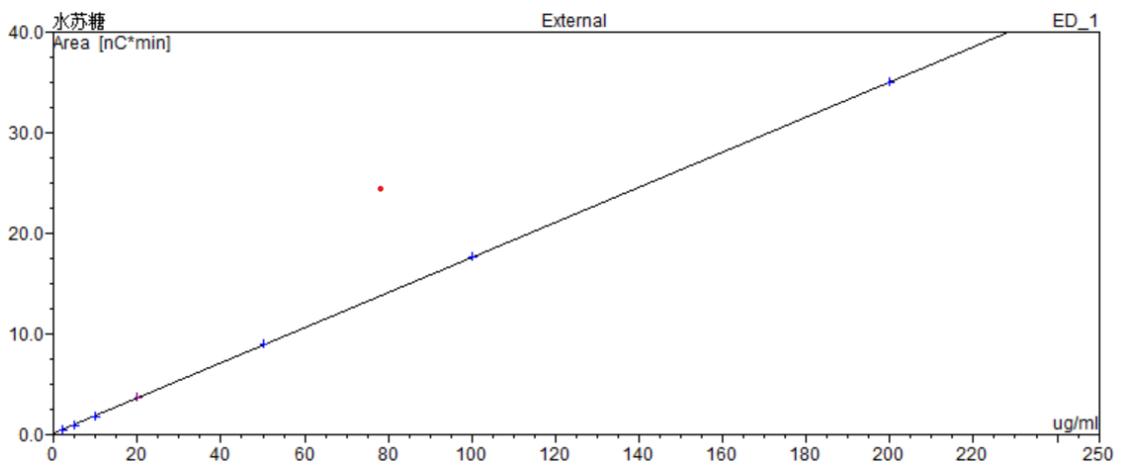


图 13 水苏糖标准曲线图

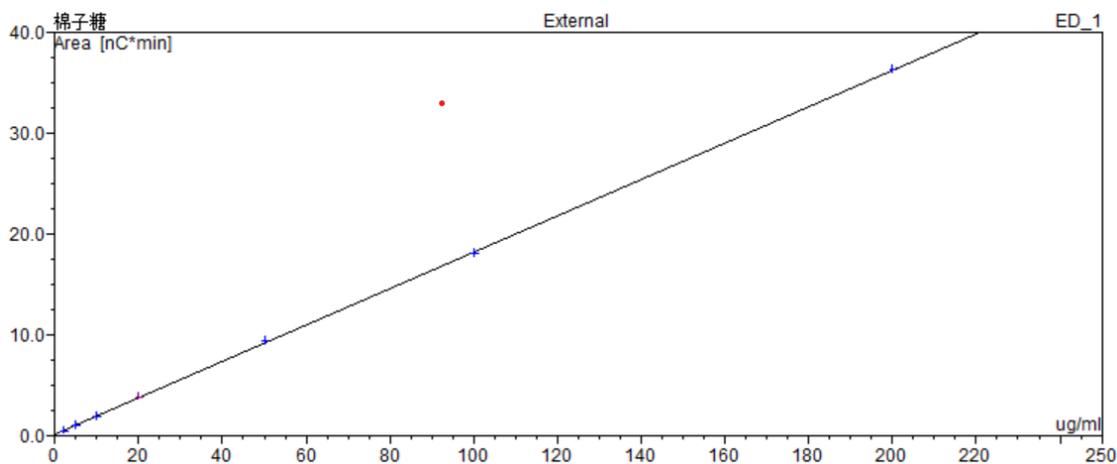


图 14 棉子糖标准曲线图

## 2. 线性方程

### (1) 液相色谱法线性方程

果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的液相色谱法线性方程见表 12。

表 12 果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的液相色谱法线性方程和线性回归系数

糖种类	线性方程	R2
果糖	$y = 828556x - 32968.7$	0.9999
葡萄糖	$y = 507417x - 60854.3$	0.9998
蔗糖	$y = 906168x - 10119.8$	0.9999
水苏糖	$y = 431129x - 47636$	0.9993
棉子糖	$y = 761769x + 3179.27$	0.9999

### (2) 离子色谱法线性方程

果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的离子色谱法线性方程见表 13。

表 13 果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的离子色谱法线性方程和线性回归系数

糖种类	线性方程	R2
果糖	$Y=0.2744x-0.2682$	0.9999
葡萄糖	$Y=0.3869x+0.2198$	0.9999
蔗糖	$Y=0.2831x+0.3415$	0.9999

水苏糖	$Y=0.1751x+0.0461$	0.9999
棉子糖	$Y=0.1805x+0.1199$	0.9999

### 3. 检出限

果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的液相色谱法和离子色谱法检出限见表 14。

表 14 果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的方法检出限和定量限

糖种类	液相色谱法检出限 mg/g		离子色谱法检出限 mg/g	
	仪器检出限, S/N=3	方法检出限	仪器检出限, S/N=3	方法检出限
果糖	0.1	2.0	0.0013	0.026
葡萄糖	0.1	2.0	0.0004	0.008
蔗糖	0.1	2.0	0.0009	0.018
水苏糖	0.25	5.0	0.0009	0.018
棉子糖	0.1	2.0	0.0001	0.02

### 5.不同检测方法对比研究

采用液相色谱法和离子色谱法对收集的油料种籽样品进行检测，结果见表 15。两种方法的检测结果 RSD 在 0.29 %~3.01%，结果符合 GB/T 27404-2008 中检测方法确认技术要求。经 t 检验，两种方法检测结果  $P>0.05$ ，在 95%置信区间内无显著性差异，结果准确可靠。

表 15 液相色谱法和离子色谱法检测结果比较

	液相色谱法 mg/g	离子色谱法 mg/g	RSD%	P 值
果糖	2.3	2.4	3.01	0.9974
葡萄糖	4.3	4.4	1.63	
蔗糖	24.5	24.6	0.29	
水苏糖	15.9	15.5	1.80	
棉子糖	5.2	5.4	2.67	

### 5.加标回收

对大豆样品经行加标回收实验，分别对果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖进行 3 个浓度水平加标回收试验，每个浓度水平需要独立检测 6 次。其平均回收率范围在 96.87%-108.67%之间，表明方法准确度好。加标结果见表 16-17。

表 16 液相色谱法加标回收实验测定结果

加标水平	低浓度 (1mg/g)					中浓度 (10.0 mg/g)					高浓度 (20.0 mg/g)				
糖种类	果糖	葡萄糖	蔗糖	水苏糖	棉子糖	果糖	葡萄糖	蔗糖	水苏糖	棉子糖	果糖	葡萄糖	蔗糖	水苏糖	棉子糖
添加量	2.50	2.50	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	20.00	20.00	20.00
实测值 (扣除本底)	2.63	2.71	4.82	5.01	5.33	4.94	4.99	9.55	10.88	11.21	10.32	10.31	20.22	21.24	21.20
	2.54	2.53	4.93	5.22	5.41	5.37	5.27	9.67	10.82	10.57	10.47	10.64	18.92	20.41	20.63
	2.76	2.87	4.91	4.94	5.24	5.07	5.11	9.77	10.22	10.34	10.76	10.63	19.83	22.11	21.93
	2.64	2.68	4.99	5.21	5.21	5.16	5.11	9.72	11.12	10.41	10.35	11.17	18.83	21.47	21.26
	2.75	2.72	4.81	5.17	5.12	5.11	5.14	9.92	10.42	10.52	10.26	10.32	19.52	20.45	20.68
	2.81	2.79	4.82	5.23	5.17	5.12	5.25	9.91	10.92	10.62	10.21	10.92	18.92	21.55	21.42
平均回收率/%	107.53	108.67	97.60	102.60	104.93	102.57	102.90	97.57	107.30	106.12	103.95	106.65	96.87	106.03	105.93
相对标准偏差/%	3.77	4.20	1.52	2.41	2.03	2.74	2.00	1.46	3.16	2.93	1.92	3.16	2.97	3.14	2.29

表 17 离子色谱法加标回收实验测定结果

加标水平	低浓度 (mg/g)				中浓度 (mg/g)				高浓度 (mg/g)						
糖种类	葡萄糖	蔗糖	果糖	糖种类	葡萄糖	蔗糖	果糖	糖种类	葡萄糖	蔗糖	果糖	糖种类	葡萄糖	蔗糖	果糖
添加量	2.5	5	2.5	添加量	2.5	5	2.5	添加量	2.5	5	2.5	添加量	2.5	5	2.5
实测值 (扣除本底)	2.43	5.73	2.54	实测值 (扣除本底)	2.43	5.73	2.54	实测值 (扣除本底)	2.43	5.73	2.54	实测值 (扣除本底)	2.43	5.73	2.54
	2.56	5.90	2.51	5.14	2.56	5.90	2.51	9.32	2.56	5.90	2.51	10.35	2.56	5.90	2.51
	2.73	5.91	2.58	5.62	2.73	5.91	2.58	9.85	2.73	5.91	2.58	10.27	2.73	5.91	2.58
	2.34	4.73	2.65	5.22	2.34	4.73	2.65	9.48	2.34	4.73	2.65	10.74	2.34	4.73	2.65
	2.54	5.95	2.59	5.18	2.54	5.95	2.59	9.27	2.54	5.95	2.59	10.57	2.54	5.95	2.59
	2.34	5.59	2.64	5.24	2.34	5.59	2.64	9.93	2.34	5.59	2.64	10.46	2.34	5.59	2.64
平均回收率/%	99.60	112.72	103.36	平均回收率/%	99.60	112.72	103.36	平均回收率/%	99.60	112.72	103.36	平均回收率/%	99.60	112.72	103.36
相对标准偏差/%	6.01	8.22	2.12	相对标准偏差/%	6.01	8.22	2.12	相对标准偏差/%	6.01	8.22	2.12	相对标准偏差/%	6.01	8.22	2.12

## 6. 重复性

标准起草小组在不同时间对同一油料种籽样品中的糖含量进行测定，进行了方法重复性考查，实验数据见表 18、19，样品中各糖含量测定的相对标准偏差 RSD 小于 10%，表明方法重复性好，能满足油料种籽中各种糖的测定要求。

表 18 液相色谱法重复性实验数据

糖种类	大豆样品 7 次重复测定糖检测结果, mg/g								
	重复 1	重复 2	重复 3	重复 4	重复 5	重复 6	重复 7	平均	RSD%
葡萄糖	4.32	4.11	4.13	4.45	4.26	4.12	4.11	4.21	3.16
蔗糖	25.77	23.87	24.92	23.12	24.02	22.11	25.99	24.26	5.79
果糖	2.07	2.34	2.44	2.33	2.25	2.25	2.16	2.26	5.41
棉子糖	5.17	5.27	5.22	5.02	5.42	5.71	5.57	5.34	4.50
水苏糖	15.77	16.87	15.92	16.12	16.02	16.11	15.99	16.11	2.20

表 19 离子色谱法重复性实验数据

糖种类	大豆样品 7 次重复测定糖检测结果, mg/g							
	重复 1	重复 2	重复 3	重复 4	重复 5	重复 6	平均	RSD%
葡萄糖	2.61	2.49	2.27	2.13	2.11	2.14	2.29	9.20
蔗糖	58.81	58.47	56.15	52.54	54.13	54.39	55.75	4.52
果糖	2.47	2.53	2.46	2.49	2.42	2.29	2.44	3.38
棉子糖	10.02	9.82	9.56	8.79	9.13	9.25	9.43	4.86
水苏糖	48.49	47.71	45.78	43.38	45.65	43.84	45.81	4.43

## 7. 再现性

为检验本标准实验室间再现性，委托 XXX、XXX 进行方法验证，其与标准起

草单位的比对验证结果如表 20-21 所示。结果表明，液相色谱法 RSD 值为 1.66%-9.96%，离子色谱法 RSD 值为 3.79%-9.92%，RSD 值均小于 10.0%，验证结果良好，能满足油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的测定。

表 20 液相色谱法比对验证结果

样品	糖种类	果糖 mg/g	葡萄糖	蔗糖 mg/g	棉子糖 mg/g	水苏糖 mg/g
油菜	油料所	2.93	6.13	25.16	ND	8.30
	XXX	3.15	6.03	23.22	ND	7.84
	XXX	2.58	5.93	26.25	ND	9.23
	平均值	2.89	6.03	24.88	-	8.46
	RSD%	9.96	1.66	6.17	-	8.37
芝麻	油料所	ND	2.56	2.54	ND	ND
	XXX	ND	2.80	2.65	ND	ND
	XXX	ND	3.03	2.73	ND	ND
	平均值	-	2.80	2.64	-	-
	RSD%	-	8.40	3.61	-	-
大豆	油料所	2.05	2.47	61.68	7.87	49.98
	XXX	2.25	2.22	58.44	7.46	51.23
	XXX	2.47	2.43	59.21	6.97	52.15
	平均值	2.26	2.37	59.78	7.43	51.12
	RSD%	9.31	5.66	2.83	6.06	2.13
花生	油料所	ND	ND	38.00	ND	ND
	XXX	ND	ND	36.45	ND	ND
	XXX	ND	ND	32.19	ND	ND
	平均值	-	-	35.55	-	-
	RSD%	-	-	8.46	-	-

表 21 离子色谱法比对验证结果

样品	糖种类	果糖 mg/g	葡萄糖	蔗糖 mg/g	棉子糖 mg/g	水苏糖 mg/g
油菜	加工所	3.54	6.47	28.70	1.11	8.24
	XXX	2.97	6.35	25.21	0.92	7.84
	XXX	3.09	5.60	26.14	1.04	8.45
	平均值	3.20	6.14	26.68	1.02	8.18
	RSD%	9.39	7.70	6.78	9.46	3.79
芝麻	加工所	1.81	2.77	2.27	0.23	0.43
	XXX	1.55	2.32	2.53	0.21	0.37
	XXX	1.72	2.73	2.44	0.19	0.39
	平均值	1.69	2.61	2.41	0.21	0.40
	RSD%	7.74	9.54	5.45	9.43	7.34
大豆	加工所	2.44	2.29	55.77	9.43	45.84
	XXX	2.65	2.02	54.65	8.70	48.88
	XXX	2.21	2.40	60.49	7.73	44.00
	平均值	2.43	2.24	56.97	8.62	46.24
	RSD%	9.04	8.72	5.44	9.89	5.33
花生	加工所	0.48	0.22	33.48	0.29	4.23
	XXX	0.44	0.25	36.22	0.33	4.11
	XXX	0.41	0.23	39.86	0.34	3.50
	平均值	0.44	0.23	36.52	0.32	3.95
	RSD%	7.92	5.84	8.76	8.27	9.92

#### 四、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

本标准起草小组查阅大量资料和进行试验研究，在原标准 GB/T 30390-2013《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖含量的测定高效液相色谱法》的基础上补充离子色谱法，考察各种糖的提取条件、试剂条件、色谱条件和定量方法，确定油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖检测方法。在制定过程中，起草组委托委托农业农村部农产品质量检验检测中心(郑州)和湖北省农业科学院农业质量标准与检测技术研究

所进行方法验证,验证结果重复性、回收率均满足要求,比对结果 RSD 均小于 10%,能满足油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖和棉子糖的测定。

## **五、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况,或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况**

本标准是检验方法标准,属基础性标准,是在符合 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》等标准的基础上,结合国内实际情况编制的。在标准的制订过程中,起草组收集了国内外相关标准,结合国内外相关文献资料,进行分析和总结,通过实验室试验研究和比对验证实验,完成了标准文本的起草。

## **六、重大分歧意见的处理经过和依据**

本标准在编制过程中没有产生重大分歧意见。

## **七、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系**

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章,严格执行强制性国家标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接,遵循了政策性和协调同一性的原则。

## **八、作为强制性标准或推荐性标准的建议**

本标准 of 检测方法标准,并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文等的八项要求之一,因此建议将其作为推荐性行业标准颁布实施。

## **九、涉及专利的有关说明**

本标准未明确涉及某一具体专利,但某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

## **十、其他应予说明的事项**

无。

《油料种籽中果糖、葡萄糖、蔗糖、水苏糖、棉子糖含量的测定》标准编写组

二〇二五年三月