



中华人民共和国国家标准

GB 5500—85

粮食、油料检验甘薯片纯质率检验法

Inspection of grain and oilseeds Methods for
determination of purity rate of sweet potato flakes

1985-11-02 发布

1986-07-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

粮食、油料检验甘薯片纯质率检验法

GB 5500—85

Inspection of grain and oilseeds Methods for
determination of purity rate of sweet potato flakes

1 适用范围

本标准适用于谷物中维生素B₂含量的测定。

2 测定原理

维生素B₂（即核黄素）在445nm紫外光激发下产生荧光，在一定浓度范围内其荧光强度与核黄素浓度成正比。用连二亚硫酸钠还原核黄素成无荧光物质，由还原前后荧光强度之差与内标荧光强度的比值，计算样品中核黄素的含量。

3 仪器和设备

3.1 荧光分光光度计；

3.2 分析天平（感量1mg，0.1mg）；

3.3 电热恒温水浴；

3.4 具塞玻璃刻度试管，15mL。

4 试剂

除有说明外均为分析纯，所用水为蒸馏水。

4.1 盐酸（GB 622—77），0.1mol/L盐酸溶液：将8.5mL盐酸用水稀释至1000mL。

4.2 冰乙酸（GB 676—78）。

4.3 0.02mol/L冰乙酸溶液，将1.8mL冰乙酸用水稀释至1000mL。

4.4 无水乙酸钠（GB 694—81）或结晶乙酸钠（GB 693—77），2.5mol/L水溶液。205g无水乙酸钠或345g结晶乙酸钠溶于水。稀释至1000mL。

4.5 高锰酸钾（GB 643—77），40g/L水溶液。贮于棕色瓶中，置于暗处。该溶液可保存一周。

4.6 过氧化氢（HG 3—1082—77），100mL/L水溶液。现用现配。

4.7 核黄素标准溶液。

4.7.1 核黄素贮备液 I：核黄素（Q/HG 22—1489—74）于五氧化二磷干燥器中干燥24h，称取0.0500g，溶解于0.02mol/L乙酸溶液（4.3）中，在蒸汽浴上恒速搅动至溶解，冷却后定容至500mL。盛入棕色瓶加甲苯覆盖，低温（4℃）保存。

该溶液每毫升含0.1mg核黄素。

4.7.2 核黄素贮备液Ⅱ：取核黄素贮备液Ⅰ（4.7.1）10mL，用0.02mol/L乙酸溶液（4.3）定容至100mL。盛入棕色瓶中加甲苯覆盖，低温（4℃）保存。

该溶液每毫升含10μg核黄素。

4.7.3 核黄素标准工作液：取核黄素贮备液Ⅱ（4.7.2）5mL。用水定容至100mL，现用现配。

该溶液每毫升含0.5μg核黄素。

测定样品前，预先在相同的条件下测定标准工作液的荧光强度，如有异常，需重新配制标准溶液。

4.8 荧光素标准溶液

4.8.1 荧光素贮备液：称取荧光素（Q/HG 22—786—68）0.0500g，用水溶解后定容至1000mL。盛入棕色瓶中，低温（4℃）保存。

该溶液每毫升含50μg荧光素。

4.8.2 荧光素标准工作液：取荧光素贮备液（4.8.1）1mL，用水定容至1000mL。盛入棕色瓶中，低温保存。

该溶液每毫升含0.05μg荧光素。

4.9 连二亚硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ）（Q/HG 2—001—65）。

5 试样的选取和制备

5.1 选取有代表性的谷物样品（带壳籽粒需脱壳），拣净杂质，按四分法缩减取样。

5.2 将样品在60~65℃烘干后粉碎，过60号筛（0.25mm），装入磨口瓶中备用。

6 测定步骤

6.1 称样：称取谷物样品2~5g（准确至0.001g），约含核黄素5μg。将待测样品置于100mL容量瓶中。

同时称样，按GB 3523—83《谷物、油料作物种子水分测定法》测定样品的水分含量。

6.2 制备样液：往盛样品的容量瓶中加75mL盐酸溶液（4.1），于沸水浴中加热30min。开始加热的5~10min时常摇动容量瓶，以防样品结块。冷却至室温后，加5mL乙酸钠溶液（4.4）摇匀，用水定容。该试液的pH为4.5。

通过中速干滤纸过滤，弃去最初的5~10mL滤液，收集滤液于100mL锥形瓶中。

以下操作应避免直射光。

6.3 杂质氧化：于a、b、c三支15mL刻度试管中各吸入样液（6.2）10mL（同时做平行），往试管a加入1mL核黄素标准工作液（4.7.3），往试管b、c各加入1mL蒸馏水。然后各加入冰乙酸（4.2）1mL，旋摇混匀后逐个加入高锰酸钾溶液（4.5）0.5mL，旋摇混匀，静置2min再逐个加入过氧化氢溶液（4.6）0.5mL旋摇，使高锰酸钾颜色在10s内消退。加盖摇动试管，使试管中的气体逸尽。

6.4 测定：用荧光素溶液（4.8.2）调整荧光仪，使其稳定于一定数值，作为仪器工作的固定条件。

调激发波长445nm，发射波长530nm，测定试管a、b的荧光强度，样液在仪器中受激发光照射不超过10s。在试管c中加入20~30mg连二亚硫酸钠，摇动溶解，并使试管中的气体逸出，迅速测定其荧光强度作为空白。若溶液出现浑浊，不能读数。

7 测定结果的计算

7.1 计算公式

$$\text{核黄素 } (\mu\text{g/g, 干基}) = (B-C) / (A-B) \times (V/V_1) \times \{R / [m(1-H)]\}$$

式中：A—— 试管a（样液加标样）的荧光强度；

B—— 试管b（样液加水）的荧光强度；

C—— 试管c（样液加连二亚硫酸钠）的荧光强度，空白；

R—— 加入核黄素标样的量， μg ；

V—— 样液的初始体积，mL；

V_1 —— 测定时取样液的体积，mL；

m—— 样品质量，g；

H—— 样品的水分百分率。

7.2 平行测定的结果用算术平均值表示，保留小数后二位，第三位按GB 1.1—81《标准化工作导则 编写标准的一般规定》中附录C数字修约规则取舍。

7.3 平行测定的相对差不得超过5%。
