

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.9—2009
代替 GB/T 9695.9—1988

肉与肉制品 聚磷酸盐测定

Meat and meat products—Determination of polyphosphates

(ISO 5553:1980, MOD)

2009-04-08 发布

2009-05-01 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《肉与肉制品》由下列部分组成：

- 第 1 部分：肉与肉制品 游离脂肪含量测定；
- 第 2 部分：肉与肉制品 脂肪酸测定；
- 第 3 部分：肉与肉制品 铁含量测定；
- 第 4 部分：肉与肉制品 总磷含量测定；
- 第 5 部分：肉与肉制品 pH 测定；
- 第 6 部分：肉制品 胭脂红着色剂测定；
- 第 7 部分：肉与肉制品 总脂肪含量测定；
- 第 8 部分：肉与肉制品 氯化物含量测定；
- 第 9 部分：肉与肉制品 聚磷酸盐测定；
- 第 10 部分：肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定；
- 第 11 部分：肉与肉制品 氮含量测定；
- 第 13 部分：肉与肉制品 钙含量测定；
- 第 14 部分：肉制品 淀粉含量测定；
- 第 15 部分：肉与肉制品 水分含量测定；
- 第 17 部分：肉与肉制品 葡萄糖酸- δ -内酯含量的测定；
- 第 18 部分：肉与肉制品 总灰分测定；
- 第 19 部分：肉与肉制品 取样方法；
- 第 20 部分：肉与肉制品 锌含量测定；
- 第 21 部分：肉与肉制品 镁含量测定；
- 第 22 部分：肉与肉制品 铜含量测定；
- 第 23 部分：肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定；
- 第 24 部分：肉与肉制品 胆固醇含量测定；
- 第 25 部分：肉与肉制品 维生素 PP 含量测定；
- 第 26 部分：肉与肉制品 维生素 A 含量测定；
- 第 27 部分：肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定；
- 第 28 部分：肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定；
- 第 29 部分：肉制品 维生素 C 含量测定；
- 第 30 部分：肉与肉制品 维生素 E 含量测定；
- 第 31 部分：肉制品 总糖含量测定。

本部分为 GB/T 9695 的第 9 部分。

本部分修改采用 ISO 5553:1980《肉和肉制品 聚磷酸盐的测定》。

本部分与 ISO 5553:1980 相比主要修改如下：

- 对标准的结构和文字进行了修改；
 - 薄层色谱的 R_f 值进行了修改；
 - 对提取液的制备步骤中水的用量进行了修改；
 - 将引用的 ISO 3100 改为 GB/T 9695.19，因为 ISO 3100 的取样方法不适用于肉与肉制品。
- 本部分代替 GB/T 9695.9—1988《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》。

GB/T 9695.9—2009

本部分与 GB/T 9695.9—1988 相比主要修改如下：

——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》对原标准进行了结构调整和文字修改。

——对提取液的制备步骤中水的用量进行了修改。

本部分由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国肉类食品综合研究中心、中国商业联合会商业标准中心、江阴市产品质量监督所、厦门市疾病预防控制中心。

本部分主要起草人：孙焕、赵榕、龚珊、裴显庆、骆和东、靳晓蕾、刘振宇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9695.9—1988。

肉与肉制品 聚磷酸盐测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉与肉制品中聚磷酸盐的测定方法。

本部分适用于肉与肉制品中添加的聚磷酸盐的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 原理

用三氯乙酸提取肉和肉制品中的聚磷酸盐，提取液经乙醇、乙醚处理后，在微晶纤维素薄层层析板上分离，通过喷雾显色，检验聚磷酸盐。

4 试剂

所用试剂均为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682 的要求。

- 4.1 异丙醇。
- 4.2 硝酸。
- 4.3 四水合钼酸铵溶液(75 g/L):称取 75 g 四水合钼酸铵，用水溶解并定容至 1 000 mL。
- 4.4 氢氧化铵。
- 4.5 酒石酸。
- 4.6 焦亚硫酸钠(150 g/L):称取 150 g 焦亚硫酸钠，用水溶解并定容至 1 000 mL。
- 4.7 亚硫酸钠(200 g/L):称取 200 g 亚硫酸钠，用水溶解并定容至 1 000 mL。
- 4.8 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸。
- 4.9 乙酸钠。
- 4.10 三氯乙酸溶液(135 g/L):称取 135 g 三氯乙酸，用水定容至 1 000 mL。
- 4.11 乙醚。
- 4.12 乙醇(95%)。
- 4.13 可溶性淀粉。
- 4.14 微晶纤维素。
- 4.15 标准参比混合液

在 100 mL 水中溶解下列物质:

磷酸二氢钠:200 mg;

焦磷酸四钠:300 mg;

三磷酸五钠:200 mg;

六偏磷酸钠:200 mg。

标准参比混合液在 4 °C 条件下可稳定至少 4 周。

4.16 展开剂:

将 140 mL 异丙醇、40 mL 三氯乙酸溶液(4.10)和 0.6 mL 氢氧化铵混合均匀,保存于密闭瓶中。

4.17 显色剂 I:

量取 50 mL 硝酸、50 mL 四水合钼酸铵溶液(4.3),混合均匀,在上述溶液中溶解 10 g 酒石酸(现用现配)。

4.18 显色剂 II:

将 195 mL 焦亚硫酸钠溶液(4.6)和 5 mL 亚硫酸钠溶液(4.7)混匀,然后称取 0.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶于上述溶液中,再称取 40 g 乙酸钠溶于此溶液中,该溶液贮存于密闭的棕色瓶中,可在 4 °C 条件下保存一周。

5 仪器与设备

实验室常规设备及下列仪器。

5.1 机械设备:用于试样的均质。包括:绞肉机、斩拌机等肉类组织粉碎机。

5.2 均浆器。

5.3 涂布器(涂布厚度 0.25 mm)。

5.4 玻璃板(10×20 cm²、5×20 cm²)。

5.5 层析缸。

5.6 微量注射器。

5.7 吹风机(有冷、热风挡)。

5.8 喷雾器。

5.9 干燥箱。

5.10 干燥器。

6 分析步骤

6.1 试样准备

按 GB/T 9695.19 规定的方法取样。至少取有代表性的试样 200 g,使用适当的机械设备(5.1)将试样均质。均质后的试样要尽快分析。否则,要密封低温贮存,防止变质和成分发生变化。贮存的试样在启用时,应重新混匀。

6.2 薄层板的制备

将可溶性淀粉 0.3 g 溶于 90 mL 沸水中,冷却后加入 15 g 微晶纤维素粉,用均浆器匀浆 1 min。用涂布器把浆液涂在玻璃板上,铺成 0.25 mm 厚的浆层,在室温下自然干燥 1 h,然后在 100 °C 烘箱中加热 10 min,取出立即放入干燥器中。也可以用商品微晶纤维素板。

6.3 提取液的制备

6.3.1 将 50 mL 50 °C 左右的温水倒入装有 50 g 试样的烧杯中,立即充分搅拌,加入 10 g 三氯乙酸,彻底搅匀。放入冰箱冷却 1 h 后用扇形滤纸过滤。

6.3.2 若滤液浑浊,加入同体积的乙醚并摇匀,用吸管吸去乙醚,再加入同体积的乙醇,振摇 1 min,静置数分钟后再用扇形滤纸过滤。

6.4 薄层层析分离

6.4.1 将适量的展开剂(4.16)倒入层析缸中,使深度为 5 mm~10 mm,盖上盖,避光静置 30 min。

6.4.2 用微量注射器吸取提取液 3 μL,若经过 6.3.2 澄清处理的提取液取 6 μL,在距薄层板板底约 2 cm 处点样,每次点样 1 μL,使点的直径尽量小。边点边用吹风机冷风挡吹干。

注:避免使用热风吹干,以防止磷酸盐水解。

6.4.3 用同样的方法,将标准参比液 3 μL 点在同一块板上,距样品点 1 cm~1.5 cm,距板底距离与样

品点一致。

6.4.4 打开层析缸盖,迅速而小心地把点好样的薄层板放入缸中,盖上盖,在室温下避光展开。

6.4.5 展开到溶剂前沿上升约 10 cm 处,取出薄层板,放入 60 °C 干燥箱中干燥 10 min,或在室温下干燥 30 min,或用吹风机冷风挡吹干。

7 磷酸盐的检验

7.1 将展开过的薄层板垂直立在通风橱中,用喷雾器把显色剂 I 均匀地喷在薄板上,使之显现出黄斑。

7.2 用吹风机吹干薄层板后,放入 100 °C 干燥箱中至少干燥 1 h,把硝酸全部除去。将薄层板从干燥箱中取出,证实是否有刺鼻的硝酸味道。

7.3 薄层板冷却至室温后,放入通风橱中,喷显色剂 II,使之呈现出明显的蓝斑。

注:不是绝对要喷显色剂 II,但此显色剂产生强烈的蓝斑可提高检测效果。

8 结果

将试样斑点与聚磷酸盐标准混合液斑点的比移值相比较,计算其 R_f 。

正磷酸盐的斑点经常可见。如果样品中含有高浓度的磷酸盐,也可以看见二磷酸盐或聚合磷酸盐的斑点。

参比混合液磷酸盐的 R_f 值如下:

正磷酸盐 0.70~0.80

焦磷酸盐 0.35~0.50

三磷酸盐 0.20~0.30

六偏磷酸盐 0

注:可用鲜肉的提取液校正磷酸盐的 R_f 值,鲜肉中只含正磷酸盐。