

火腿肠中淀粉的测定

引言

GB 20712-2006 《火腿肠》规定：



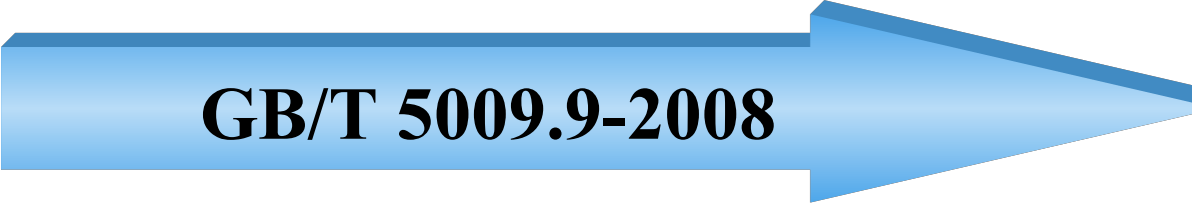
火腿肠（高温蒸煮肠）以鲜或冻畜、禽、鱼肉为主要原料，经腌制、搅拌、斩拌（或乳化）、罐入塑料肠衣，经高温杀菌，制成的肉类灌肠制品。



GB 20712-2006 火腿肠理化要求

项目	指标			
	特级	优级	普通级	无淀粉产品
水分 / (% ≤)	70	67	64	70
食盐(以 NaCl 计) / (% ≤)	3.5			
蛋白质 / (% ≥)	12	11	10	14
脂肪 / (%)	6 ~ 16			
淀粉 / (% ≤)	6	8	10	1
亚硝酸钠(以 NaNO ₂ 计) / (mg/kg) ≤	30			

检测依据



1 酶水解法

2 酸水解法

淀粉的总量



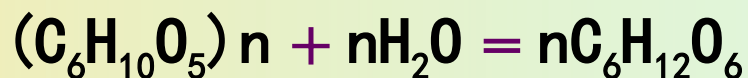
测定原理

样品经①**乙醚**除去脂肪，② **85%的乙醇**除去可溶性糖类之后，

③ 用**酸水解**淀粉成还原性的单糖（葡萄糖），然后④按**还原糖测定**的方法测定葡萄糖含量，⑤再把葡萄糖**折算为淀粉含量**。

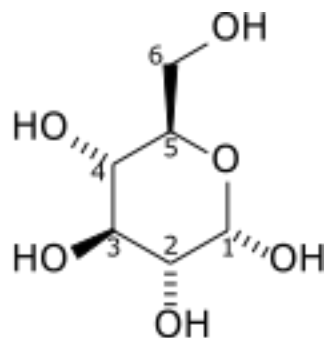
换算系数为：**0.9**

淀粉水解反应：



根据反应式，淀粉与葡萄糖**重量之比**为： 162:180=0.9:1

即 0.9g 淀粉水解后生成 1g 葡萄糖， **0.9 即淀粉的水解系数**。



葡萄糖结构式

适用范围

酸水解法适用于**淀粉含量较高**，而半纤维素等其他多糖含量较少的样品。

对富含半纤维素及果胶质的样品，因为淀粉水解的时候，他们也水解为木糖、阿拉伯糖等还原糖，**使测定结果偏高**

特点：操作简单、应用广泛，但是**选择性及准确性**不及酶法。

具体工作任务分解

任务 1：仪器设备及试剂的准备



任务 2：样品预处理



任务 3：样品淀粉含量测定



任务 4：结果结果数据处理



任务 5：填写检验报告单

任务1、仪器设备及试剂的准备

仪器设备：

水浴锅

电炉

酸式滴定管

锥形瓶（3个）

圆底烧瓶

冷凝管

50mL 量筒

250mL 量筒

漏斗

500mL 容量瓶

❖ 试剂：

❖ 乙醚

❖ 乙醇（85%）、

❖ 6mol/L 盐酸、

❖ 10%及40%氢氧化钠溶液、

❖ 乙酸铅溶液、

❖ 硫酸钠溶液、

❖ 甲基红指示剂、

❖ 费林试剂甲液、乙液

❖ 葡萄糖标准溶液

任务 2、样品预处理

捣碎或粉碎处理 → 称取 → 除去样品中脂肪 → 除去可溶性糖类物质

除去脂肪

火腿肠研磨成匀浆

准确称取 2.0-5.0g 于
滤纸中

加 30mL 乙醚
分 3 次提取脂肪

过滤除乙醚

除去可溶性
糖类物质

以 100mL 水把漏斗中残渣
全部移至 250mL 圆底烧瓶中

滤干乙醇溶液

用 100mL 85% 乙醇
分数次洗涤残渣

任务3、淀粉含量测定

- (1) 淀粉的酸水解
- (2) 费林试剂的标定
- (3) 样品溶液的预测定
- (4) 样品溶液测定



(1) 淀粉的酸水 解

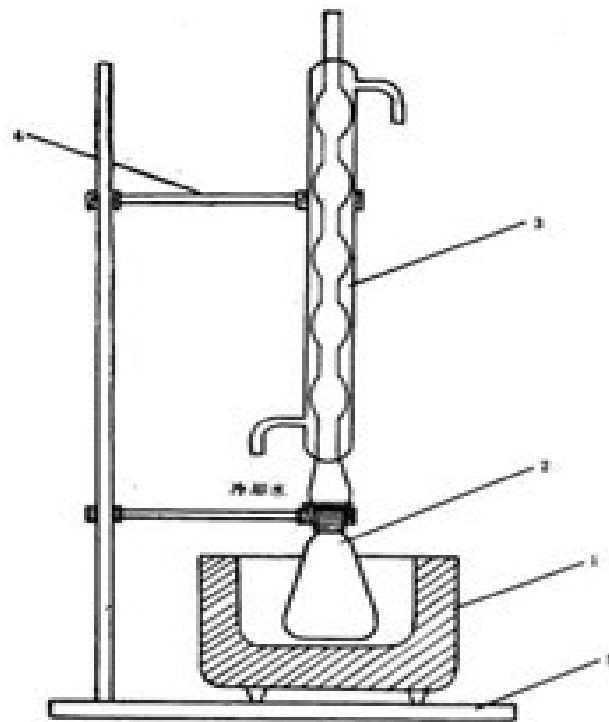
上述 250mL 圆底烧瓶

加入 30mL 盐酸 (1+1)

接好装冷凝管

置沸水浴中回流 1 小时

可以保证盐酸中的浓
度不发生变化



冷凝回流装置

调中性

沉淀蛋白质、果胶
等杂质

冷却后
加 2 滴甲基红

先用 40% 氢氧化钠
调到黄色

再用盐酸 (1+1)
调到刚好变为红色

加 20mL
20% 醋酸铅

摇匀后
放置 10 分钟

收集滤液
供测定用

过滤，
弃去初滤液 20mL

摇匀后用水转移至
500mL 容量瓶中，定容

加入 20mL
10% 硫酸钠溶液

除去过多的
铅

(2) 标定

同“还原糖测定”中的“直接滴定法”

吸取 5.0mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0mL 乙液，置于 250mL 锥形瓶中，加水 10mL，加入玻璃珠 2 粒，从滴定管滴加约 9mL 葡萄糖或其他还原糖标准溶液，控制在 2min 内加热至沸，趁沸以每两秒 1 滴的速度继续滴加葡萄糖或其他还原糖标准溶液，直至溶液蓝色刚好褪去为终点，记录消耗葡萄糖或其他还原糖标准溶液的总体积，同时平行操作三份，取其平均值，计算每 10mL（甲、乙液各 5mL）碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量或其他还原糖的质量（mg）。

$$A = C \cdot V$$

式中：A—10mL（甲、乙液各 5mL）碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量（mg）；

C—葡萄糖标准溶液的浓度（或其他还原糖标准溶液的浓度），mg/mL；

V—标定时消耗葡萄糖标准溶液的体积，mL。

(3) 样液的预测定

同“还原糖测定”中的“直接滴定法”

吸取 5.0mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0mL 乙液，置于 250mL 锥形瓶中，加水 10mL，加入玻璃珠 2 粒，控制在 2min 内加热至沸，趁沸以先快后慢的速度，从滴定管中滴加样品溶液，并保持溶液沸腾状态，待溶液颜色变浅时，以每两秒 1 滴的速度滴定，直至溶液蓝色刚好褪去为终点，记录样液消耗体积。当样液中还原糖浓度过高时应适当稀释，再进行正式测定，使每次滴定消耗样液的体积控制在与标定碱性酒石酸铜溶液时消耗的还原糖标准溶液的体积相近，约在 10mL 左右。

提示：当浓度过低时，则采取直接加入 10mL 样品液，免去加水 10mL，再用还原糖标准溶液滴定至终点，记录消耗还原糖标准溶液的体积。

(4) 样液的测定

同“还原糖测定”中的“直接滴定法”

吸取 5.0mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0mL 乙液，置于 150mL 锥形瓶中，加水 10mL，加入玻璃珠 2 粒，从滴定管滴加比预测体积小 1mL 的样品溶液至锥形瓶中，使在 2min 内加热至沸，趁沸继续以每两秒 1 滴的速度滴定，直至蓝色刚好褪去为终点，记录样液消耗体积，同法平行操作三份，得出平均消耗体积。

任务 4：检验结果的数据处理

(一) 数据记录

	1	2	3	平均值
标定时葡萄糖用量, mL				
10mL 碱性酒石酸铜相当于葡萄糖的量, mg				
测定时消耗样品的量, mL				
称取样品质量, g				

(二) 结果计算

试样中淀粉的含量为:

$$X = \frac{F \times 0.9}{m \times \frac{\bar{V}}{500}} \times 100$$

式中:

X—样品中淀粉含量, g/100g;

F—10 mL 碱性酒石酸铜溶液 (甲、乙液各 5 mL) 相当于葡萄糖的质量, mg;

m—样品质量, g;

V—测定用样品水解液平均体积, mL;

500—样品液总体积, mL;

0.9—还原糖 (以葡萄糖计) 折算成淀粉的换算系数。