

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准

食品中抗坏血酸棕榈酸酯的测定

(征求意见稿)

食品安全国家标准(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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

食品安全国家标准

食品中抗坏血酸棕榈酸酯的测定

1 范围

本标准规定了食品中抗坏血酸棕榈酸酯的液相色谱测定方法。
本标准适用于食品中抗坏血酸棕榈酸酯的测定。

2 原理

样品用含1.0 g/L柠檬酸和1.0 g/L异抗坏血酸的甲醇提取剂提取后，经反相液相色谱柱分离，二极管阵列检测器或紫外检测器245 nm波长处检测，外标法定量。

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规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 甲醇 (CH_4O)：色谱纯。
- 3.1.2 乙腈 ($\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$)：色谱纯。
- 3.1.3 磷酸 (H_3PO_4)。
- 3.1.4 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)。
- 3.1.5 异抗坏血酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 提取剂：称取1.0 g柠檬酸和1.0 g异抗坏血酸，加甲醇溶解并稀释至1000 mL。
- 3.2.2 0.1%磷酸溶液：准确吸取1.0 mL磷酸于约800 mL水中，加水稀释至1000 mL。
- 3.2.3 甲醇-乙腈溶液(1+1，体积比)：量取500 mL甲醇和500 mL乙腈，混匀。

3.3 标准品

- 3.3.1 抗坏血酸棕榈酸酯标准品 ($\text{C}_{22}\text{H}_{38}\text{O}_7$ ，CAS号：137-66-6)：纯度 $\geq 98\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.4 标准溶液配制

- 3.4.1 抗坏血酸棕榈酸酯标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取25 mg(精确到0.1 mg)标准品，用提取剂溶解并定容至25 mL，混匀。临用现配。
- 3.4.2 抗坏血酸棕榈酸酯标准中间溶液(0.100 mg/mL)：准确吸取1.00 mg/mL标准溶液1.00 mL，用提取剂稀释并定容至10 mL，混匀。临用现配。
- 3.4.3 抗坏血酸棕榈酸酯标准工作溶液：准确吸取标准中间液0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL、5.0 mL用提取剂稀释并定容至10 mL，混匀，得到浓度分别为1.00

$\mu\text{g/mL}$ 、 $2.00 \mu\text{g/mL}$ 、 $5.00 \mu\text{g/mL}$ 、 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 、 $50.0 \mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。临用现配。可根据实际情况适当调整浓度范围。

3.5 材料

3.5.1 一次性微孔滤膜： $0.22 \mu\text{m}$ ，有机系。

4 仪器和设备

4.1 液相色谱仪：配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

4.2 电子天平：感量分别为 0.1 mg 和 1 mg 。

4.3 组织粉碎机。

4.4 均浆器。

4.5 水平振荡器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

液体样品如花生油、果蔬汁饮料等测定前摇匀；质地均匀的粉状、糊状样品如乳粉、果泥等测定前充分混匀；其他固体、半固体样品如罐头、面包、燕麦片、糖果等粉碎（胶基糖果必要时可以采用剪碎或冷冻粉碎），过筛，使其粒径小于 2 mm ，混合均匀。样品置于避光密闭的容器内冷藏保存。

5.2 试样处理

称取试样 5.0 g （精确到 0.001 g ），置于 50 mL 离心管中，加入 30 mL 提取剂， $\geq 250 \text{ rpm}$ 振荡提取 10 min ，样品全部转移至 50 mL 容量瓶中，用提取剂定容至刻度，混匀后经 $0.22 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤，待测。

注：若溶液浑浊，可于 8000 r/min 离心 1 min 后再经 $0.22 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤；必要时试样溶液可用提取剂稀释，使试样溶液中抗坏血酸棕榈酸酯的浓度在标准工作溶液浓度范围内。

5.3 空白试验

除不加试样外，其他步骤均按 5.2 与试样同时处理。

5.4 仪器参考条件

5.4.1 色谱柱： C_{18} （ $4.6 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ ， $5 \mu\text{m}$ ）或具有同等性能的色谱柱。

5.4.2 检测波长： 245 nm 。

5.4.3 进样量： $10 \mu\text{L}$ 。

5.4.4 柱温： $30 \text{ }^\circ\text{C}$

5.4.5 流动相 A 为甲醇-乙腈溶液，流动相 B 为 0.1% 磷酸溶液。

5.4.6 流速： 1.0 mL/min 。

5.4.7 参考梯度洗脱条件见表 1

表 1 参考梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	40	60
1.0	40	60
5.0	60	40
12.0	95	5
19.0	95	5
20.0	40	60
25.0	40	60

5.5 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液按照浓度由低到高的顺序注入高效液相色谱仪中，以抗坏血酸棕榈酸酯浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标，以测得的峰面积为纵坐标，制作标准曲线。标准溶液的色谱图见附录A中图A.1。

5.6 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到试样溶液中抗坏血酸棕榈酸酯的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

6 分析结果的表述

试样中抗坏血酸棕榈酸酯的含量按式(1)计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中抗坏血酸棕榈酸酯的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

ρ —— 由标准曲线得到的试样溶液中抗坏血酸棕榈酸酯的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 —— 空白试样溶液中抗坏血酸棕榈酸酯的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V —— 试样溶液定容的体积，单位为毫升 (mL)；

f —— 试样溶液的稀释倍数。

1000 —— 换算系数。

m —— 试样的质量，单位为克 (g)。

计算结果保留三位有效数字。

注：当结果以抗坏血酸计时，试样中抗坏血酸棕榈酸酯含量乘以换算系数0.425，即得抗坏血酸的含量；若结果需以脂肪中抗坏血酸计，脂肪含量依据GB 5009.6测定。

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%。

8 其他

当称取试样的质量为5 g，定容体积为50 mL时，本方法的检出限为5 mg/kg，定量限为10 mg/kg。

附录 A

抗坏血酸棕榈酸酯标准溶液色谱图

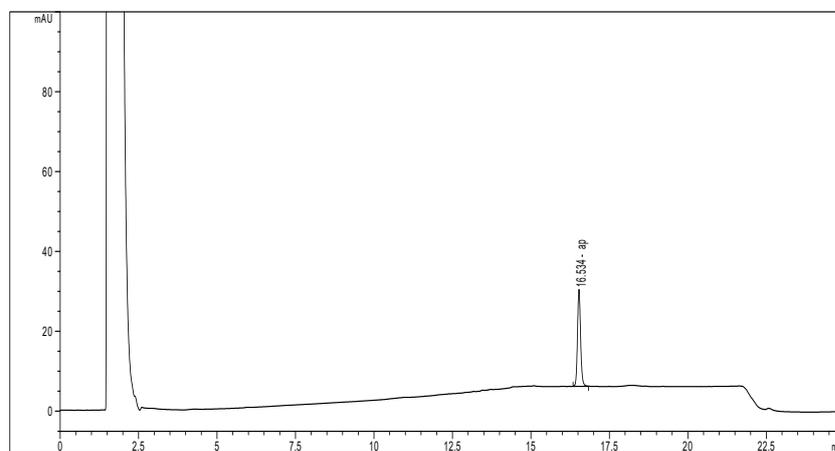


图 A.1 抗坏血酸棕榈酸酯标准溶液 (10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 色谱图

食品安全国家标准公开征求意见