

奶粉中维生素 A、E 的测定 (GB 5009.82-2016)

1、适用范围

适用于奶粉中的检测。(本实验样品采用奶粉)

参考标准《GB 5009.82-2016 食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 的测定》

2、溶液的配制

1) 维生素 A: 精确称量 10mg 维生素 A 样品, 用乙醇定容至 10mL, 即 1mg/mL 储备液。

δ -生育酚: 精确称量 10mg δ -生育酚样品, 用乙醇定容至 10mL, 即 1mg/mL 储备液。

γ -生育酚: 精确称量 10mg γ -生育酚样品, 用乙醇定容至 10mL, 即 1mg/mL 储备液。

α -生育酚: 精确称量 10mg α -生育酚样品, 用乙醇定容至 10mL, 即 1mg/mL 储备液。

2) 维生素 AE 混合标准工作液: 精确移取维生素 A、 δ -生育酚、 γ -生育酚、 α -生育酚 储备液各 1mL, 用甲醇定容至 10mL, 即 0.1mg/mL 工作液。

3) 25g/50mL 氢氧化钾溶液: 取 25g 氢氧化钾, 用水溶解并定容至 50mL。

4) 萃取剂: 石油醚: 乙醚=1: 1

3、提取步骤

3.1 皂化

精确称取 1g 样品置于 150mL 的平底烧瓶中, 加入 20mL 水, 1g 的抗坏血酸和 0.1gBHT (2, 6-二叔丁基对甲酚), 加入 30mL 乙醇, 再加入 10mL 氢氧化钾溶液 (2-3), 震荡摇匀, 封口膜封口, 用针戳几个孔, 透气, 丢入 80° 恒温水浴中 30min, 偶尔震荡, 取出冷却至室温。

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

3.2 提取

将皂化液取 30mL 置于 250mL 的分液漏斗，加入 50mL 的萃取液（石油醚：乙醚=1：1），震荡萃取 5min，静至 1min，将下层液转移至另一 250mL 分液漏斗，在加入 50mL 的萃取液，震荡萃取 5min，静至 1min，弃去下层液，合并醚层。

3.3 洗涤

每次用 100mL 水洗涤醚层，洗 4-5 次，直至醚层显中性（可用 pH 试纸测试下端水相），弃去水相。

3.4 浓缩

称取 3g 的无水硫酸钠置于 50mL 的螺旋离心管中，将醚层过无水硫酸钠，后转移至旋转蒸发瓶中，30° 水浴中减压蒸干，后用甲醇复溶至 10mL，过 0.22 μ m 有机滤头，供液相检测。

4、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®PFP 4.6×250mm, 5 μ m

流动相：A-甲醇，B-水（等度 A:B=93：7）

流速：0.800mL/min

进样量：5 μ L

柱温：20°C

检测波长： 0-7.10min: 325nm

7.10-10min: 265nm

10-25min: 294nm

5、色谱图或者加标回收率结果

加标水平：在 5g 样中加入 200 μ L 0.1mg/mL 的维生素 AE 混合标准工作液和 20 μ L 1mg/mL 的 α -生育酚；维生素 A、 δ -生育酚、 γ -生育酚：4mg/kg，机读数 1mg/L， α -生育酚：8mg/kg，机读数

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

2mg/L。

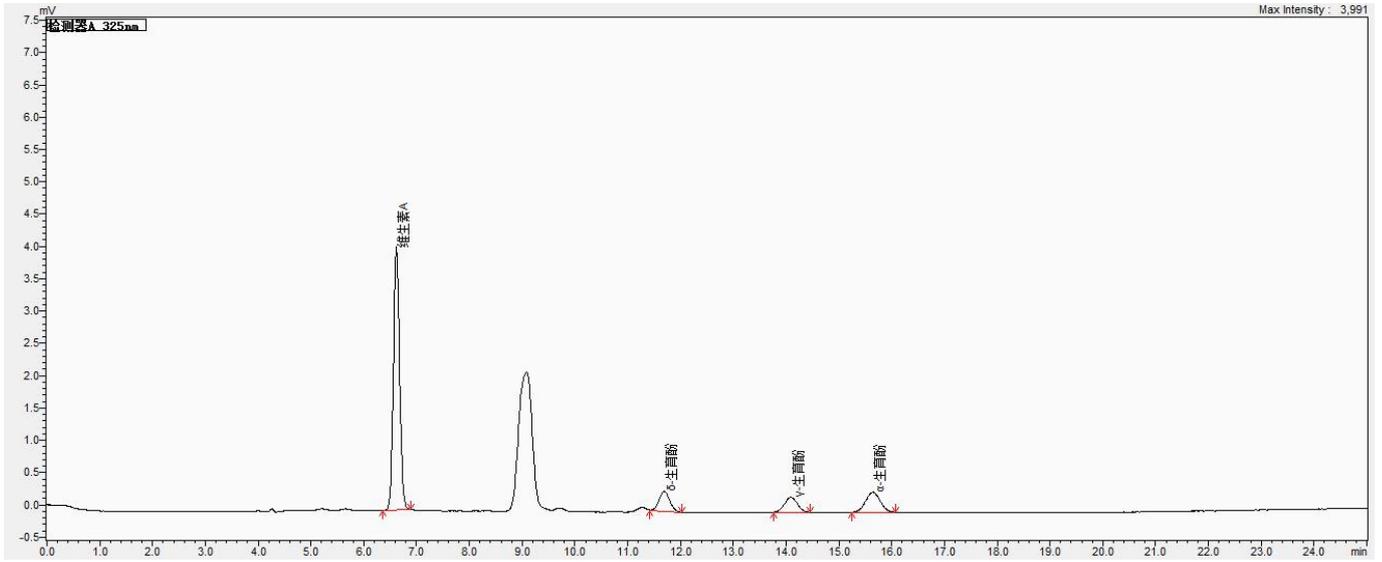


图 1. 标准品图谱 (维生素 A、 δ -生育酚、 γ -生育酚 1mg/L; α -生育酚 2mg/L)

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
1	维生素 A	6.619	33508	4067	70.280	1.072	--	13593
2	δ -生育酚	11.694	4233	308	8.878	1.083	16.821	15447
3	γ -生育酚	14.099	3928	230	8.239	0.992	5.771	15227
4	α -生育酚	15.648	6009	311	12.603	1.029	3.176	14575

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

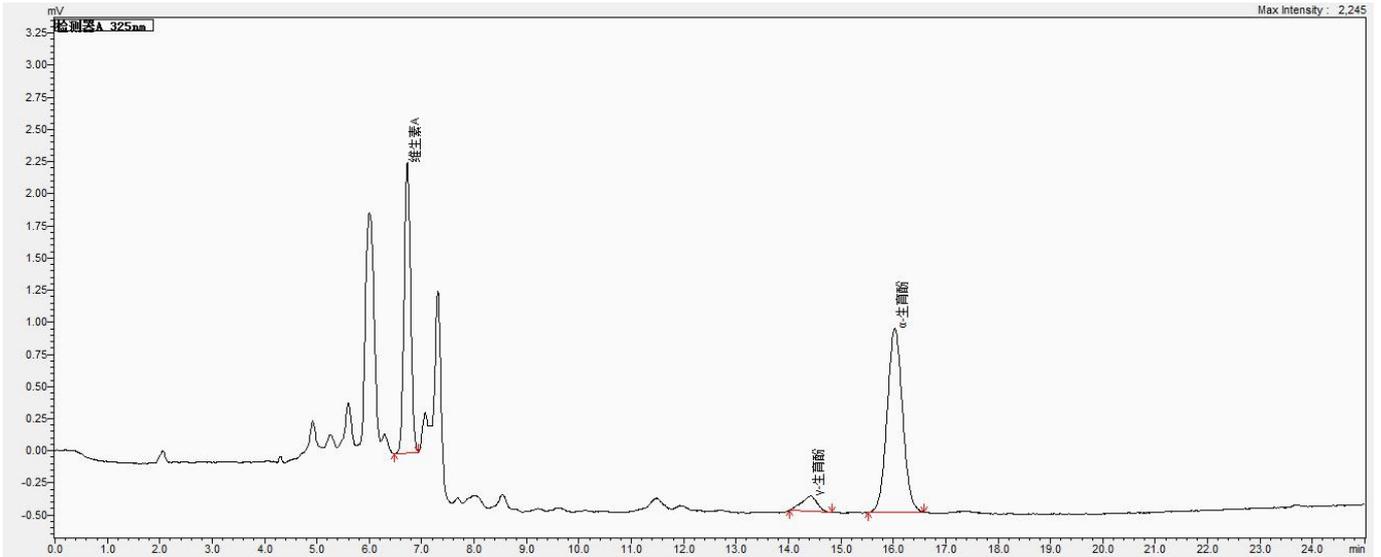


图 2.奶粉空白图谱

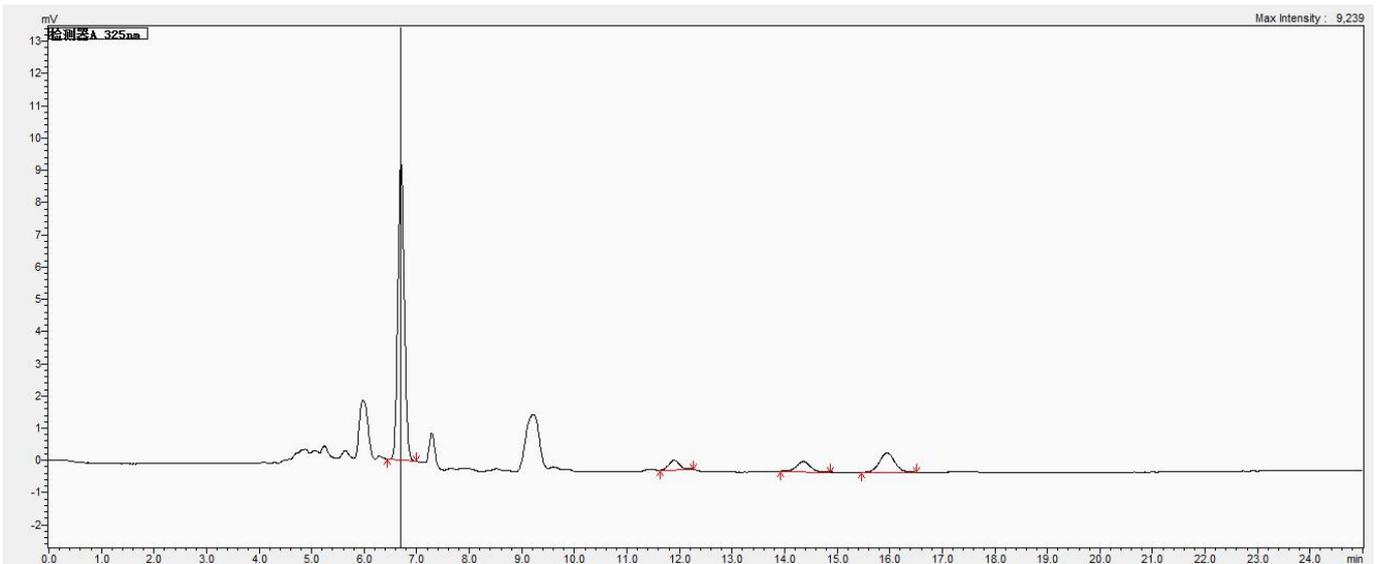


图 3.奶粉样加标图谱 (维生素 A、 δ -生育酚、 γ -生育酚 4mg/kg, α -生育酚 8mg/kg)

表 2.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD%
维生素 A	4	85	2.74
δ -生育酚	4	87	3.17
γ -生育酚	4	102	0.32
α -生育酚	8	98	3.10

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00224-31043	液相色谱柱	Ultimate®PFP, 4.6×250mm,5μm
	维生素 A	CAS, 68-26-8
	δ -生育酚	CAS: 119-13-1
	γ -生育酚	CAS: 54-28-4
	α -生育酚	CAS: 10191-14-0
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com