

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 17334—1998

食品中游离棉酚的测定

Determination of gossypol in food

1998-04-20 发布

1999-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准于1998年4月20日首次发布。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位：河北省卫生防疫站、天津市食品卫生监督检验所、山西省食品卫生监测所。

本标准主要起草人：韩会欣、贾丽华、常凤启、王荫国、高唯勤。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

食品中游离棉酚的测定

Determination of gossypol in food

1 范围

本标准规定了用液相色谱法测定食品中游离棉酚的含量。

本标准适用于植物油或以棉籽饼为原料的其他食品中游离棉酚的测定,最低检出量为 5 ng,最低检出浓度 5 mg/kg。

2 原理

植物油中的游离棉酚经无水乙醇提取,经 C_{18} 柱将棉酚与样品中杂质分开,在 235 nm 处测定。

水溶性样品中的游离棉酚经无水乙醚提取,浓缩至干,再加入乙醇溶解,用 C_{18} 柱将棉酚与样品中杂质分开,在 235 nm 处测定。根据色谱峰的保留时间定性,外标法峰高定量。

3 试剂

本标准所用试剂凡未指定者,均为分析纯(A. R),水为石英亚沸蒸馏水。

- 3.1 磷酸。
- 3.2 无水乙醇。
- 3.3 无水乙醚。
- 3.4 普通氮气。
- 3.5 甲醇:经 0.5 μm 滤膜过滤。
- 3.6 棉酚标准储备液:精密称取 0.100 0 g 棉酚纯品,用无水乙醚溶解,并定容至 100 mL,此溶液相当于每毫升含棉酚 1.0 mg。
- 3.7 棉酚应用液:取 1 mg/mL 棉酚储备液 5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,此溶液相当于每毫升含棉酚 50 μg 。
- 3.8 磷酸水:取 300 mL 水,加 6.0 mL 磷酸,混匀,经 0.5 μm 滤膜过滤。

4 仪器

- 4.1 SY-5060 液相色谱仪(带 UV-100 紫外检测器)。
- 4.2 KD-浓缩仪。
- 4.3 离心机:3 000 r/min。
- 4.4 100 μL 微量注射器。
- 4.5 Micropark- C_{18} (250 mm- ϕ 6 mm)不锈钢色谱柱。

5 分析步骤

- 5.1 色谱条件:柱温 40 $^{\circ}\text{C}$;流动相,甲醇:磷酸水=85:15;测定波长 235 nm;流量 1.0 mL/min;纸速 0.25 mm/min,衰减:1;灵敏度:0.02 AUFS;进样 10 μL 。

5.2 试料制备

5.2.1 植物油:取油样 1.000 g,加入 5 mL 无水乙醇,剧烈振摇 2 min,静置分层(或冰箱过夜),取上清液过滤,离心,上清液即为试料,10 μ L 进液相色谱。

5.2.2 水溶性样品:吸取样品 10.0 mL 于离心试管中,加入 10 mL 无水乙醚,振摇 2 min,静置 5 min,取上层乙醚层 5 mL,用氮气吹干,用 1.0 mL 无水乙醇定容,过滤膜,即为试料,取 10 μ L 进液相色谱仪。

5.3 测定

5.3.1 标准曲线制备:准确吸取 1.00,2.00,5.00,8.00 mL 的 50 μ g/mL 的棉酚标准液于 10.0 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,此溶液相应于 5,10,25,40 μ g/mL 的标准系列,进样 10 μ L,作 0~50 μ g/mL 的标准系列,根据响应值绘制标准曲线。

5.3.2 色谱分析:取 10 μ L 样品溶液注入液相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,根据保留时间确定游离棉酚,根据峰高,从标准曲线上查出游离棉酚含量。

6 结果计算

见式(1)。

$$X = \frac{5 \times A}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——样品中棉酚的含量,mg/kg;

m——样品质量,g;

A——测定试料中棉酚的含量, μ g/mL;

5——折合所用无水乙醇的体积,mL。

7 精密度和允许误差

重复测定变异系数(相对标准差)小于 6%;两次平行测定相对允许误差绝对值小于 10%;平行测定结果用算术平均值表示。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 游 离 棉 酚 的 测 定
GB/T 17334—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

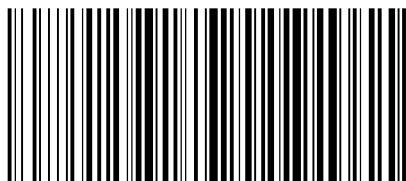
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1998 年 10 月第一版 1998 年 10 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-15204 定价 8.00 元

*

标 目 350—43



GB/T 17334-1998