



中华人民共和国国家标准

GB 19191—2003

食品添加剂 天然维生素 E

Food additive—Natural vitamin E



2003-06-13 发布

2004-02-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品添加剂 天然维生素 E
GB 19191—2003

*

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:68523946 68517548

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

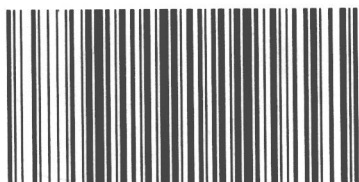
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2003 年 9 月第一版 2003 年 9 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066 • 1-19816 定价 12.00 元
网址 www.bzcbbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 19191—2003

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准对应于美国《食品化学品法典》第四版(FCC IV:1996)的 d- α -生育酚浓缩液(d- α -Tocopherol Concentrate),混合生育酚浓缩液(Tocopherols Concentrate, Mixed), d- α -醋酸生育酚(d- α -Tocopheryl Acetate), d- α -醋酸生育酚浓缩液(d- α -Tocopheryl Acetate Concentrate), d- α -琥珀酸生育酚(d- α -Tocopheryl Acid Succinate)等标准,其一致性程度为非等效;其中, d- α -生育酚浓缩液、d- α -醋酸生育酚浓缩液含量指标高于 FCC IV:1996 规定。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由全国食品添加剂标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:浙江医药股份有限公司新昌制药厂、浙江海正药业股份有限公司。

本标准主要起草人:蒋晓岳、汪钦标、吕开明、俞蒙、杜加秋、俞六斌、王腾。

食品添加剂 天然维生素 E

1 范围

本标准规定了食品添加剂天然维生素 E 的范围、要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输与贮存。

本标准适用于从天然食用植物油的副产物中提取的天然维生素 E,以食用植物油调制而成的制品。

d- α -生育酚浓缩液在食品工业中适用作营养强化剂、抗氧化剂;混合生育酚浓缩液适用作抗氧化剂;d- α -醋酸生育酚、d- α -醋酸生育酚浓缩液、d- α -琥珀酸生育酚适用作营养强化剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, neq ISO 6351-1:1982)

GB/T 613 化学试剂 比旋光度测定通用方法(GB/T 613—1988, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 8451 食品添加剂中重金属限度试验法

《中华人民共和国药典》二〇〇〇年版二部

3 分类与命名

3.1 分类

食品添加剂天然维生素 E 分为:d- α -生育酚浓缩液、混合生育酚浓缩液、d- α -醋酸生育酚、d- α -醋酸生育酚浓缩液、d- α -琥珀酸生育酚五类产品,其中 d- α -生育酚浓缩液分为 E50 型和 E70 型。

3.2 产品名称

本品根据取代基的不同主要有四种同系物及相应的酯类:d- α -生育酚、d- β -生育酚、d- γ -生育酚和 d- δ -生育酚以及相应的醋酸酯、琥珀酸酯。主要为 d- α -生育酚、d- α -醋酸生育酚或 d- α -琥珀酸生育酚。

化学名:

d- α -生育酚:(+)-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)-6-苯并二氢吡喃醇

d- α -醋酸生育酚:(+)-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)色满醇-6-乙酸酯

d- α -琥珀酸生育酚:(+)-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)色满醇-6-琥珀酸酯

3.3 分子式

d- α -生育酚: $C_{29}H_{50}O_2$

d- α -醋酸生育酚: $C_{31}H_{52}O_3$

d- α -琥珀酸生育酚: $C_{33}H_{54}O_5$

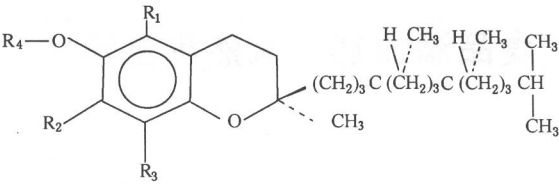
3.4 相对分子质量

d- α -生育酚 430.71(按 1999 年国际相对原子质量计)

d- α -醋酸生育酚 472.75(按 1999 年国际相对原子质量计)

d- α -琥珀酸生育酚 530.79(按 1999 年国际相对原子质量计)

3.5 结构式



R₄=H-为生育酚同系物

种类	R ₁	R ₂	R ₃	种类	R ₁	R ₂	R ₃
α	CH ₃	CH ₃	CH ₃	γ	H	CH ₃	CH ₃
β	CH ₃	H	CH ₃	δ	H	H	CH ₃

R₄=CH₃CO—为相应醋酸生育酚

R₄=HOCO(CH₂)₂CO—为相应琥珀酸生育酚

4 要求

4.1 性状

d-α-生育酚浓缩液为棕红色至浅黄色澄清油状液体,几乎无臭。遇光或空气被缓慢氧化,色渐变深。

混合生育酚浓缩液为棕红色至浅黄色澄清油状液体,允许有微晶状悬浮物,有特殊的气味和味道。遇光或空气被缓慢氧化,色渐变深(特别在碱性介质中)。

d-α-醋酸生育酚为无色至黄色澄清粘稠油状液体,几乎无臭。放置会固化,约 25℃ 时熔化,在碱性介质中不稳定。

d-α-醋酸生育酚浓缩液为浅棕色至浅黄色澄清粘稠油状液体,几乎无臭。碱性介质中不稳定。

d-α-琥珀酸生育酚为白色至类白色结晶性粉末,几乎无臭、无味。在空气中稳定,遇碱或受热不稳定,约 75℃ 时熔化。

本品不溶于水,在无水乙醇中溶解,在丙酮、氯仿、乙醚、植物油中易溶。

4.2 理化指标

理化指标应符合表 1 的规定。

表 1 食品添加剂天然维生素 E 理化指标

项目		指标	d-α生育酚浓缩液		混合生育酚浓缩液	d-α-醋酸生育酚	d-α-醋酸生育酚浓缩液	d-α-琥珀酸生育酚
			E50 型	E70 型				
含量	总生育酚/(%)		≥50.0	≥70.0	≥50.0	96.0~102.0	≥70.0	96.0~102.0
	其中,d-α-生育酚/(%)		≥95.0		—			
	d-β-、d-γ-和 d-δ-生育酚/(%)		—		≥80.0	—		
酸度/mL			≤1.0			≤0.5		18.0~19.3
比旋度[α] _D ^{25℃}			≥+24°		≥+20°	≥+24°		
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)			≤10					
注:含量也可以用国际单位表示(IU/g),1 mg d-α-生育酚=1.49 IU,1 mg d-α-醋酸生育酚=1.36 IU,1 mg d-α-琥珀酸生育酚=1.21 IU。								

5 试验方法

除特别注明以外,试验中所用试剂均为分析纯试剂,水应符合二〇〇〇版药典(二部)的纯化水的规定,溶液为水溶液,溶液的配制应符合 GB/T 601、GB/T 602、二〇〇〇年版药典的规定,仪器设备为一般实验室常用的仪器设备。

注:在进行含量和比旋度分析试验时,应使用避光玻璃容器。

5.1 鉴别

5.1.1 试剂与材料

- a) 无水乙醇;
- b) 硝酸。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 取试样约 50 mg,加无水乙醇 10 mL 使溶解,振摇下加硝酸 2 mL,置 75℃ 下加热 15 min,呈现浅红色至橙色。

5.1.2.2 在含量测定的气相色谱图上,供试品溶液的主峰(混合生育酚应为第三大主峰)与对照品溶液的主峰保留时间应一致(溶剂峰、内标峰除外)。

5.2 含量测定

按附录 A 方法进行测定。

允许差:所得结果取两次平行测定的算术平均值,两次平行测定结果绝对偏差:d- α -生育酚浓缩液、混合生育酚浓缩液应不大于 2.0%,d- α -醋酸生育酚、d- α -醋酸生育酚浓缩液、d- α -琥珀酸生育酚应不大于 1.5%。

5.3 酸度

5.3.1 试剂和材料

- a) 乙醚;
- b) 无水乙醇;
- c) 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L);
- d) 酚酞指示液(1→100)。

5.3.2 测定

量取无水乙醇与乙醚各 15 mL,置锥形瓶中,加酚酞指示液 0.5 mL,滴加氢氧化钠标准滴定溶液至微显粉红色,加试样 1.0 g 溶解后,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s 不褪色,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

5.4 比旋度

5.4.1 仪器

采用 GB/T 613 中规定的仪器装置。

5.4.2 试剂和材料

- a) 无水硫酸钠;
- b) 异辛烷;
- c) 氢氧化钾;
- d) 盐酸;
- e) 氢氧化钠溶液(1→125);
- f) 10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液:取铁氰化钾 10.0 g,加氢氧化钠溶液(1→125)振摇使溶解,并稀释至 100 mL;
- g) 硫酸乙醇溶液(1→7):取 1 份浓硫酸溶液加 7 份的乙醇,混和即得。

(1→72):取 1 份 1 mol/L 硫酸溶液加 72 份的乙醇,混和即得。

5.4.3 测定

5.4.3.1 d- α -生育酚浓缩液、混合生育酚浓缩液

称取试样适量(约相当于总生育酚 400 mg),准确至 0.2 mg,置分液漏斗中,用乙醚 50 mL 溶解,加 10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液 50 mL,摇荡 3 min;用水洗涤乙醚溶液四次,每次用水 50 mL。取乙醚液用无水硫酸钠干燥,干燥过的乙醚液置水浴中减压或在一个大气压氮气流下蒸发浓缩至约 7 mL~8 mL 时,停止加热,继续挥发乙醚至干。残渣立即用异辛烷 25.0 mL 溶解,在 $25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 下,按照 GB/T 613 中规定的方法测定旋光度,以式(1)计算比旋度。

$$[\alpha]_{\text{D}}^{25^{\circ}\text{C}} = \frac{\alpha}{L \times X \times m/25} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

α ——测得的旋光度;

L ——测定管的长度,单位为分米(dm);

m ——试样质量,单位为克(g);

X ——总生育酚含量,%;

$m/25$ ——测定溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

5.4.3.2 d- α -醋酸生育酚、d- α -醋酸生育酚浓缩液

称取试样适量(约相当于 α -生育酚 400 mg),准确至 0.2 mg,置 150 mL 圆底烧瓶中,加无水乙醇 25 mL 使溶解,加硫酸乙醇溶液(1→7)20 mL,回流 3 h。冷却,转入分液漏斗中,用少量硫酸乙醇溶液(1→72)洗涤烧瓶,合并洗液。加水 200 mL,混匀,用乙醚萃取,第一次 75 mL,第二、三次各 25 mL。合并乙醚液,加 10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液 50 mL,摇荡 3 min;以下同 5.4.3.1 方法操作。

5.4.3.3 d- α -琥珀酸生育酚

称取试样适量(约相当于 α -生育酚 400 mg),准确至 0.2 mg,置 250 mL 圆底烧瓶中,加无水乙醇 50 mL 使溶解,回流 1 min;当溶液煮沸时,从冷凝器中缓慢加入颗粒状氢氧化钾 1 g,避免过热;继续回流 20 min,经冷凝管滴加盐酸 2 mL,放冷,溶液转至 500 mL 分液漏斗中,用水 100 mL、乙醚 100 mL 洗涤烧瓶,洗涤液置分液漏斗中,剧烈振摇,静置分层后,分离,水层用乙醚萃取 2 次,每次 50 mL;合并乙醚萃取液,用水洗涤 4 次,每次 100 mL;乙醚液置水浴中减压或在氮气流下浓缩至体积约 7 mL~8 mL 时,停止加热,继续挥发乙醚至干,残渣立即加硫酸乙醇溶液(1→72)20 mL 使溶解,转移至分液漏斗中,用少量硫酸乙醇液(1→72)洗涤容器并移入分液漏斗中,加水 200 mL,用乙醚萃取 3 次,第一次 75 mL,第二、三次各 25 mL,合并乙醚液,加 10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液 50 mL,摇荡 3 min;以下同 5.4.3.1 方法操作。

5.5 重金属

取本品 2 g,置瓷坩埚中,按 GB/T 8451 干法消解法测定。

6 检验规则

6.1 本产品,经最后混合具有均一性的成品为一批。

6.2 抽样:每一包装为一件, n 为每一批总件数,总件数 $n \leq 3$ 时,每件取样; $n \leq 300$ 时,取样数按 $\sqrt{n}+1$ 抽样;总件数 $n > 300$ 时,取样数为 $\sqrt{n}/2+1$;均匀抽取样品,并经等量混匀后取化验量的 10 倍,分两份装于清洁干燥的避光玻璃瓶或塑料瓶中,贴上标识,一份作检验分析用,一份密封保存以备仲裁分析用。样品的标识应包括生产厂名称、产品名称、批号、抽样日期、取样人等内容。

6.3 本产品需经生产单位质量检验部门按本标准检验,生产单位保证出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品均应附有质量检验合格证明书。

6.4 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法,对所收到的产品进行质量检验,检验其指标是否符合本标准规定的要求。

6.5 如果检验中有一项指标不符合本标准要求,则应从两倍量的包装中重新取样,对该不合格项目进行复检,检验结果如仍不合格,则该批产品判为不合格。

7 标签、标志

产品的包装上应有明显牢固的标志或标签,并标明“食品添加剂”字样,内容应包括:生产厂名称、厂址、产品名称、商标、产品型号、批号或生产日期、保质期、净重、产品的标准号、生产许可证,以及国际单位(IU/g)含量。

8 包装、运输与贮存

8.1 包装

本品应装于符合食品卫生要求的铝制容器中,密封充氮保存,防止受潮、受热。装量偏差应符合国家计量的有关规定。包装规格也可按用户的要求而定,但包装应符合运输和贮存要求。

8.2 运输

本品不得与有毒、有害,或其他有污染的物质以及具有氧化性的物质混装、混运。应避免碰撞、雨淋、曝晒和污染。

8.3 贮存

本品应保存于遮光阴凉干燥处。

8.4 保质期

在符合本标准规定的贮存条件和包装完整、未经开启封口的情况下,保质期为 18 个月。一经开启,立即使用。

附录 A
(规范性附录)
含量测定

A.1 试剂

A.1.1 十六酸十六醇酯

色谱分析试剂。

A.1.2 α -生育酚对照品

应符合下列要求：

性状：微粘性黄色至琥珀色的油状液体。

含量 $\geq 95.0\%$ 。

A.1.3 α -醋酸生育酚对照品

应符合下列要求：

性状：无色至黄色粘性油状液体。

含量 $\geq 98.0\%$ 。

A.1.4 α -琥珀酸生育酚对照品

应符合下列要求：

性状：白色至类白色结晶性粉末。

含量 $\geq 98.0\%$ 。

A.1.5 正己烷

A.2 仪器

气相色谱仪。

A.3 测定

按照《中华人民共和国药典》二〇〇〇年版二部附录气相色谱法测定。

A.3.1 d- α -生育酚浓缩液

A.3.1.1 溶液配制

内标溶液：称取十六酸十六醇酯适量，加正己烷振摇使溶解并稀释成每 1 mL 中含 2 mg 的溶液，摇匀，即得。

对照品溶液：称取 α -生育酚对照品 15 mg，准确至 0.02 mg，置棕色量瓶中，加内标溶液稀释至 10.0 mL，密塞，振摇使溶解，即得。

供试品溶液：称取试样适量，准确至 0.02 mg，置棕色量瓶中，加内标溶液稀释至 10.0 mL，振摇使溶解，即得约含 d- α -生育酚 1.5 mg/mL 的溶液。

A.3.1.2 色谱条件

SE-30 毛细管色谱柱，氢火焰离子检测器，保持柱箱温度 250℃，汽化温度、检测温度为 300℃。载气为氮气，调整载气流速使内标峰保留时间在 18 min~20 min。吸取对照品溶液 1 μ L，注入色谱仪，记录色谱图，理论板数按 α -生育酚峰计应大于 1 500；多次重复进样，校正因子相对标准偏差应不大于 2.0%。取供试品溶液 1 μ L 注入色谱仪，记录色谱图， α -生育酚峰相对保留时间为 1.0，则内标峰相对保留时间约为 1.9， β -、 γ -生育酚峰相对保留时间约为 0.8， δ -生育酚峰相对保留时间约为 0.6。

A.3.1.3 校正因子测定

取对照品溶液 1 μL 注入气相色谱仪,记录色谱图,量取 α -生育酚峰峰面积 $A_{\text{对}1}$ 和内标峰峰面积 $A_{\text{内}1}$,以式(A.1)计算校正因子 f_1 :

$$f_1 = \frac{A_{\text{内}1} \times m_{\text{对}1}/10}{A_{\text{对}1} \times C_{\text{内}1}} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

- f_1 ——校正因子;
 $A_{\text{内}1}$ ——内标峰峰面积;
 $A_{\text{对}1}$ —— α -生育酚峰峰面积;
 $C_{\text{内}1}$ ——内标溶液内标物浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 $m_{\text{对}1}$ ——配制对照品溶液时 α -生育酚对照品的取用量,单位为毫克(mg)。

A.3.1.4 测定

取供试品溶液 1 μL 注入气相色谱仪,记录色谱图,计算 α -生育酚、 β 和 γ -生育酚、 δ -生育酚峰峰面积($A_{\alpha 2}$, $A_{\beta, \gamma 2}$, $A_{\delta 2}$),并计算前三项之和(A_{t2}),以及内标峰峰面积 $A_{\text{内}2}$,以式(A.2)、式(A.3)计算含量:

$$\text{总生育酚含量: } X_{T2} = f_1 \times \frac{A_{t2} \times C_{\text{内}1}}{A_{\text{内}2} \times m_{\text{样}2}/10} \times X_{\text{对}} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

$$\text{d-}\alpha\text{-生育酚相对含量: } X_{\alpha 3} = \frac{A_{\alpha 2}}{A_{t2}} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

式中:

- X_{T2} ——总生育酚含量;
 $X_{\alpha 3}$ ——d- α -生育酚相对含量;
 $X_{\text{对}}$ —— α -生育酚对照品含量;
 f_1 ——校正因子;
 A_{t2} ——生育酚峰总峰面积;
 $A_{\text{内}2}$ ——内标峰峰面积;
 $A_{\alpha 2}$ —— α -生育酚峰峰面积;
 $C_{\text{内}1}$ ——内标溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 $m_{\text{样}2}$ ——配制供试品溶液时样品取用量,单位为毫克(mg)。

A.3.2 混合生育酚浓缩液

A.3.2.1 溶液配制

内标溶液,对照品溶液同 A.3.1.1。

供试品溶液:称取试样适量,准确至 0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至 10.0 mL,振摇使溶解,即得约含 d- β -和 d- γ -生育酚 1.5 mg/mL 的溶液。

A.3.2.2 色谱条件

同 A.3.1.2。

A.3.2.3 校正因子测定

同 A.3.1.3。

A.3.2.4 测定

取供试品溶液 1 μL 注入气相色谱仪,记录色谱图,计算 α -生育酚、 β -和 γ -生育酚、 δ -生育酚峰峰面积($A_{\alpha 4}$, $A_{\beta, \gamma 4}$, $A_{\delta 4}$),并计算前三项之和(A_{t4}),以及内标峰峰面积 $A_{\text{内}4}$,以式(A.4)、式(A.5)计算含量:

$$\text{总生育酚含量: } X_{T4} = f_4 \times \frac{A_{t4} \times C_{\text{内}4}}{A_{\text{内}4} \times m_{\text{样}4}/10} \times X_{\text{对}} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{A.4})$$

d- β -和 d- γ -生育酚及 d- δ -生育酚相对含量:

$$X_{\beta, \gamma, \delta} = \frac{A_{\beta, \gamma 4} + A_{\delta 4}}{A_{t4}} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

式中:

X_{T4} ——总生育酚含量;

$X_{\beta, \gamma, \delta}$ —— β 、 γ 、 δ -生育酚的相对含量;

$X_{对}$ —— α -生育酚对照品含量;

f_4 ——校正因子;

A_{t4} ——生育酚峰总峰面积;

$A_{内4}$ ——内标峰峰面积;

$A_{\beta, \gamma 4}$ —— β 、 γ -生育酚峰峰面积;

$A_{\delta 4}$ —— δ -生育酚峰峰面积;

$C_{内4}$ ——内标溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_{样4}$ ——配制供试品溶液时样品取用量,单位为毫克(mg)。

A. 3. 3 d- α -醋酸生育酚、d- α -醋酸生育酚浓缩液

A. 3. 3. 1 溶液配制

内标溶液:同 A. 3. 1. 1。

对照品溶液:称取 α -醋酸生育酚对照品 15 mg,准确至 0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至 10.0 mL,密塞,振摇使溶解,即得。

供试品溶液:称取试样适量,准确至 0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至 10.0 mL,振摇使溶解,即得约含 d- α -醋酸生育酚 1.5 mg/mL 的溶液。

A. 3. 3. 2 色谱条件

SE-30 毛细管色谱柱,氢火焰离子检测器,保持柱箱温度 250℃,汽化温度、检测温度为 300℃。载气为氮气,调整载气流速使内标峰保留时间在 18 min~20 min。吸取对照品溶液 1 μ L,注入色谱仪,记录色谱图,理论板数按 α -醋酸生育酚峰计应大于 1 500;多次重复进样,校正因子相对标准偏差应不大于 2.0%。取供试品溶液 1 μ L 注入色谱仪,记录色谱图,以内标峰相对保留时间为 1.0,则 α -醋酸生育酚峰相对保留时间约为 0.6。

A. 3. 3. 3 校正因子测定

取对照品溶液 1 μ L 注入气相色谱仪,记录色谱图,量取 α -醋酸生育酚峰峰面积 $A_{对6}$ 和内标峰峰面积 $A_{内6}$,以式(A. 6)计算校正因子 f_6 :

$$f_6 = \frac{A_{内6} \times m_{对6}/10}{A_{对6} \times C_{内6}} \quad \dots\dots\dots (A. 6)$$

式中:

f_6 ——校正因子;

$A_{对6}$ —— α -醋酸生育酚峰峰面积;

$A_{内6}$ ——内标峰峰面积;

$C_{内6}$ ——内标溶液内标物浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_{对6}$ ——配制对照品溶液时 α -醋酸生育酚对照品的取用量,单位为毫克(mg)。

A. 3. 3. 4 测定

取供试品溶液 1 μ L 注入气相色谱仪,记录色谱图,计算 α -醋酸生育酚峰峰面积 $A_{样7}$ 、内标峰峰面积 $A_{内7}$,以式(A. 7)计算含量:

$$X_7 = f_6 \times \frac{A_{样7} \times C_{内6}}{A_{内7} \times m_{样7}/10} \times X_{对} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A. 7)$$

式中:

X_7 ——试样含 d- α -醋酸生育酚的量;

$X_{对}$ —— α -醋酸生育酚对照品的含量;

f_6 ——校正因子;

$A_{\text{样}7}$ —— α -醋酸生育酚峰面积;

$A_{\text{内}7}$ ——内标峰面积;

$C_{\text{内}6}$ ——内标溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_{\text{样}7}$ ——配制供试品溶液时样品取用量,单位为毫克(mg)。

A.3.4 d- α -琥珀酸生育酚

A.3.4.1 溶液配制

内标溶液:同 A.3.1.1。

对照品溶液:称取 α -琥珀酸生育酚对照品 15 mg,准确至 0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至 10.0 mL,密塞,振摇使溶解,即得。

供试品溶液:称取试样 15 mg,准确至 0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至 10.0 mL,振摇使溶解,即得。

A.3.4.2 色谱条件

SE-30 毛细管色谱柱,氢火焰离子检测器,保持柱箱温度 250℃,汽化温度、检测温度为 300℃。载气为氮气,调整载气流速使内标峰保留时间在 18 min~20 min。吸取对照品溶液 1 μ L,注入色谱仪,记录色谱图,理论板数按 α -琥珀酸生育酚峰计应大于 1 500;多次重复进样,校正因子相对标准偏差应不大于 2.0%。取供试品溶液 1 μ L 注入色谱仪,记录色谱图,以内标峰相对保留时间为 1.0,则 α -琥珀酸生育酚峰相对保留时间约为 0.6。

A.3.4.3 校正因子测定

取对照品溶液 1 μ L 注入气相色谱仪,记录色谱图,量取 α -琥珀酸生育酚峰面积 $A_{\text{对}8}$ 和内标峰面积 $A_{\text{内}8}$,以式(A.8)计算校正因子 f_8 :

$$f_8 = \frac{A_{\text{内}8} \times m_{\text{对}8} / 10}{A_{\text{对}8} \times C_{\text{内}8}} \quad \dots\dots\dots (\text{A.8})$$

式中:

f_8 ——校正因子;

$A_{\text{对}8}$ —— α -琥珀酸生育酚峰面积;

$A_{\text{内}8}$ ——内标峰面积;

$C_{\text{内}8}$ ——内标溶液内标物浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_{\text{对}8}$ ——配制对照品溶液时 α -琥珀酸生育酚对照品的取用量,单位为毫克(mg)。

A.3.4.4 测定

取供试品溶液 1 μ L 注入气相色谱仪,记录色谱图,计算 α -琥珀酸生育酚峰面积 $A_{\text{样}9}$ 、内标峰面积 $A_{\text{内}9}$,以式(A.9)计算含量:

$$X_9 = f_8 \times \frac{A_{\text{样}9} \times C_{\text{内}9}}{A_{\text{内}9} \times m_{\text{样}9} / 10} \times X_{\text{对}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.9})$$

式中:

X_9 ——试样含 d- α -琥珀酸生育酚的量;

$X_{\text{对}}$ —— α -琥珀酸生育酚对照品的含量;

f_8 ——校正因子;

$A_{\text{样}9}$ —— α -琥珀酸生育酚峰面积;

$A_{\text{内}9}$ ——内标峰面积;

$C_{\text{内}9}$ ——内标溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_{\text{样}9}$ ——配制供试品溶液时样品取用量,单位为毫克(mg)。