

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.148—2003
代替 GB/T 17334—1998

植物性食品中游离棉酚的测定

Determination of gossypol in vegetable foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 17334—1998《食品中游离棉酚的测定》。

本标准与 GB/T 17334—1998 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《植物性食品中游离棉酚的测定》;
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

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、王萌国、高唯勤。

原标准于 1998 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中游离棉酚的测定

1 范围

本标准规定了用液相色谱法测定植物性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。
本方法检出限为 5 ng,最低检出浓度为 2.5 mg/kg。

2 原理

植物油中的游离棉酚经无水乙醇提取,经 C_{18} 柱将棉酚与试样中杂质分开,在 235 nm 处测定。
水溶性试样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} 柱将棉酚与试样中杂质分开,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

- 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 磷酸溶液: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 液相色谱仪:带紫外检测器。
- 4.2 K-D 浓缩仪。
- 4.3 离心机:3 000 r/min。
- 4.4 10 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℃;流动相,甲醇+磷酸溶液=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:0.02AUFS;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 μL 进液相色谱。

5.2.2 水溶性试样:吸取试样 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 μL 进液相色谱。