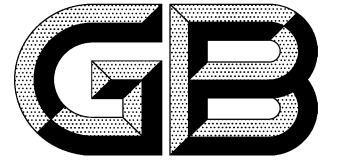


ICS 67.100.10
X 82



中华人民共和国国家标准

GB/T 5413.15—1997

GB/T 5413.15—1997

婴幼儿配方食品和乳粉 烟酸和烟酰胺的测定

Milk powder and formula foods for infant and young children—
Determination of vitamin PP content

中华人民共和国
国家标准
婴幼儿配方食品和乳粉
烟酸和烟酰胺的测定
GB/T 5413.15—1997

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2005年7月第一版 2005年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-22815 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5413.15—1997

1997-05-28 发布

1998-09-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准给出两种方法,方法一是微生物法,为等同采用美国公职分析化学师协会(AOAC)方法,虽然操作步骤繁杂,但测定结果准确度高。方法二是高压液相色谱法,是经实验确定的一种快速、准确的方法。

本标准方法一为仲裁法。

本系列标准从实施之日起,代替 GB 5413—85。

本标准由中国轻工总会提出。

本标准由全国乳品标准化中心归口。

本标准负责起草单位:国家乳制品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位:卫生部食品卫生监督检验所、浙江省轻工业研究所、哈尔滨森永乳品有限公司、雀巢(中国)投资服务有限公司。

本标准主要起草人:杨金宝、鄂来明、王芸、刘波。

10.6 辛烷磺酸钠:优级纯。

10.7 标准溶液

10.7.1 烟酸及烟酰胺标准中间溶液,浓度为 $100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取烟酸及烟酰胺标准品各 10.0mg ,用水溶解,然后分别定容至 100mL 容量瓶中。

10.7.2 烟酸及烟酰胺混合标准工作溶液,浓度为 $5\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

各取 5.0mL 上述标准中间溶液于 100mL 容量瓶中,用水定容(烟酸、烟酰胺浓度均为 $5\mu\text{g}/\text{mL}$)。

11 仪器

常用实验室仪器及:

11.1 高效液相色谱仪:带紫外检测器。

11.2 色谱柱: $15\text{cm}\times 4.6\text{mm}$,或同等性能的反相 C_{18} 柱。

11.3 酸度计。

11.4 超声波振荡器。

12 操作步骤

12.1 样品预处理

12.1.1 称样:精确称取样品 5.000g ,放入 100mL 锥形瓶中。

12.1.2 提取:在上述锥形瓶中,加入约 60C 的蒸馏水 25mL ,摇匀后,置于超声波振荡器中振摇 10min 。

12.1.3 沉淀:待样品溶液降至室温后,用盐酸溶液(10.1)调节样品溶液的pH值至 1.70 ,放置 2min 后,再用氢氧化钠溶液(10.2)调节样品溶液的pH值至 4.50 。

12.1.4 定容:将样品溶液转至 50mL 容量瓶中,用蒸馏水反复冲洗锥形瓶,洗液合并于 50mL 容量瓶中,用水定容至刻度后,倒入漏斗中自然过滤。取此滤液约 10mL ,经 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜加压过滤,用 10mL 试管收集此滤液,即样品备用液。

12.2 仪器工作条件

检测器灵敏度: $0.002\text{AU}/\text{mV}$ 。

检测器波长: 261nm 。

柱温: 25C 。

流速: $1.00\text{mL}/\text{min}$ 。

流动相:体积分数为 7.0% 的甲醇、体积分数为 2.0% 的异丙醇、 $1\text{g}/\text{L}$ 辛烷磺酸钠的水溶液,用高氯酸调 $\text{pH}=2.10$ 。

12.3 定量分析

12.3.1 上机样液的配制:准确吸取样品备用液 1.00mL 及 1.00mL 蒸馏水,合并于试管A中,此为A液;另准确吸取 1.00mL 样品备用液及 1.00mL 标准工作液,合并于试管B中,此为B液。

12.3.2 上机测定:注射一定量的A液进入液相色谱仪,得到峰面积 A_1 ;注射与A液相同体积的B液进入色谱仪,得到峰面积 B_1 。

13 分析结果的表述

$$\text{样品中维生素 PP 的含量}(\text{mg}/100\text{g}) = X_1 + X_2 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——样品中烟酸的含量, $\text{mg}/100\text{g}$;

X_2 ——样品中烟酰胺的含量, $\text{mg}/100\text{g}$ 。

其中 X_1 或 X_2 :

中华人民共和国国家标准

婴幼儿配方食品和乳粉 烟酸和烟酰胺的测定

GB/T 5413.15—1997

代替 GB 5413—85

Milk powder and formula foods for infant and young children —Determination of vitamin PP content

1 范围

本标准规定了用微生物法和反相高压液相色谱法测定烟酸和烟酰胺的方法。

本标准方法一适用于婴幼儿配方食品和乳粉中烟酸和烟酰胺的测定;方法二适用于婴儿配方乳粉中烟酸和烟酰胺的测定。

方法一 微生物法

2 方法提要

通过对植物乳杆菌(*Lactobacillus plantarum*)生长的酸度测定来评价烟酸和烟酰胺的含量。

3 试剂、菌种和培养基

所有试剂,如未注明规格,均指分析纯;所有实验用水,如未注明其他要求,均指三级水。

3.1 硫酸溶液, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 为 $10\text{mol}/\text{L}$ 。

将质量分数为 $95\%\sim 98\%$ 的 280mL 浓硫酸缓慢加入到 600mL 水中,边加边搅拌,冷却,定容到 1000mL 。

3.2 硫酸溶液, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 为 $1\text{mol}/\text{L}$ 。

将 100mL $10\text{mol}/\text{L}$ 的硫酸溶液(3.1)用水稀释至 1000mL 。

3.3 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})$ 为 $150\text{g}/\text{L}$ 。

将 150g 氢氧化钠溶解在盛有 400mL 水的烧杯中,该烧杯放入冷水浴中,冷却后,再用水稀释至 1000mL ,搅拌,转移到试剂瓶中。

3.4 盐酸溶液, $c(\text{HCl})$ 为 $0.1\text{mol}/\text{L}$ 。

吸取 $10\text{mol}/\text{L}$ 的盐酸溶液 10mL ,用水稀释至 1000mL 。

3.5 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})$ 为 $0.1\text{mol}/\text{L}$ 。

用水稀释 $1\text{mol}/\text{L}$ 的氢氧化钠溶液 100mL 至 1L ,用邻苯二甲酸氢钾标定。

3.6 乙醇溶液,体积分数为 25% 。

将体积分数为 95% 的乙醇溶液 250mL ,用水稀释至 950mL 。

3.7 菌种:植物乳杆菌(*Lactobacillus plantarum*)。

3.8 培养基

3.8.1 乳酸杆菌琼脂培养基:光解脲 15g ,葡萄糖 10g ,番茄汁 100mL ,磷酸二氢钾 2g ,聚山梨糖单油酸酯 1g ,琼脂 10g ,加蒸馏水至 1000mL , $\text{pH}6.8\pm 0.2(25\text{C})$ 。

国家技术监督局1997-05-28批准

1998-09-01实施