

ICS 67.060
B 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 26625—2011

GB/T 26625—2011

粮油检验 大豆异黄酮含量测定 高效液相色谱法

Inspection of grain and oils—Determination of soybean isoflavone—
High performance liquid chromatography

中华人民共和国
国家标准
粮油检验 大豆异黄酮含量测定
高效液相色谱法
GB/T 26625—2011

*

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.spc.net.cn

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 13 千字
2011年9月第一版 2011年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-43362 定价 16.00 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 26625—2011

2011-06-16 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 B
(资料性附录)
精密度计算

本标准的精密度是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 规定的要求确定的,其重复性限 r 和再现性限 R 以 95% 的可信度来计算。

表 B.1 重复性限 r 和再现性限 R 计算方程

组分名称	含量范围/(mg/kg)	样品	重复性限 r	再现性限 R
大豆甙	2.5~30	大豆	$r=0.1357m+0.4000$	$R=0.2239m-0.2762$
		豆粕	$r=0.1275m+0.4864$	$R=0.1685m+0.3600$
黄豆黄素	2.5~30	大豆	$r=0.0973m+0.7047$	$R=0.2351m+0.3089$
		豆粕	$r=0.0976m+0.8066$	$R=0.1841m+0.6578$
染料木甙	2.5~30	大豆	$r=0.1860m+0.2568$	$R=0.1836m+0.4832$
		豆粕	$r=0.1147m+0.4391$	$R=0.1369m+0.0391$
大豆黄素	2.5~30	大豆	$r=0.1241m+0.4810$	$R=0.1598m+0.5105$
		豆粕	$r=0.0741m+0.7389$	$R=0.1640m-0.1368$
黄豆黄素甙元	2.5~30	大豆	$r=0.1223m+0.5448$	$R=0.1613m+0.6762$
		豆粕	$r=0.1290m+0.1853$	$R=0.0718m+1.2041$
染料木素	2.5~30	大豆	$r=0.0982m+0.6643$	$R=0.1370m+0.7502$
		豆粕	$r=0.1147m+0.5795$	$R=0.0885m+0.8544$

注： m 为该组分的含量,即该组分两个独立测定结果的算术平均值。

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局、九三粮油工业集团有限公司。

本标准主要起草人:高勇、杨长志、李铁柱、张洪祥、邓立育、王乐、丁丽莎。

式中：

X ——试样中总大豆异黄酮含量，单位为毫克每千克(mg/kg)。

注：本标准 6 种异黄酮已包括大豆中异黄酮的绝大部分组分，可认为是大豆异黄酮总含量。

8.3 结果表示

取两次测定结果绝对差值小于重复性限 r 的平均值为测定结果，单位为毫克每千克(mg/kg)，保留三位有效数字。如果两个独立测试结果的绝对差值超过重复性限 r ，应弃去该测试结果。再重新完成两个独立测试。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下，获得的两个独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限 r 。各组分大豆异黄酮含量 2.5 mg/kg~30 mg/kg 范围内，其重复性限 r 计算方程参见附录 B。

9.2 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限 R 。各组分大豆异黄酮含量 2.5 mg/kg~30 mg/kg 范围内，其再现性限 R 计算方程参见附录 B。

粮油检验 大豆异黄酮含量测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定大豆异黄酮(大豆甙、黄豆黄素、染料木甙、大豆黄素、黄豆黄素甙元、染料木素)含量的原理、试剂与材料、仪器与设备、试剂制备与保存、操作步骤、结果计算与表示、精密度的要求。

本标准适用于大豆、豆奶粉、豆豉中大豆异黄酮含量的测定。

本标准测试方法的最低检测限为 2.5 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用甲醇-水溶液超声波振荡提取，提取液经离心、浓缩、定容、过滤，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 甲醇。

4.3 乙酸。

4.4 90%甲醇溶液：取 900 mL 甲醇，加入 100 mL 水，混匀。

4.5 60%甲醇溶液：取 600 mL 甲醇，加入 400 mL 水，混匀。

4.6 10%甲醇溶液：取 100 mL 甲醇，加入 900 mL 水，混匀。

4.7 0.1%乙酸溶液：取 1 mL 乙酸，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

4.8 0.1%乙酸乙腈溶液：取 1 mL 乙酸，置于 1 000 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并定容至刻度。

4.9 大豆甙(daidzin)：纯度不低于 98%。

4.10 染料木甙(genistin)：纯度不低于 99%。

4.11 大豆黄素(daidzein)：纯度不低于 98%。

4.12 染料木素(genistein)：纯度不低于 98%。

4.13 黄豆黄素(glycitin)：纯度不低于 98%。

4.14 黄豆黄素甙元(glycitein)：纯度不低于 98%。

4.15 标准储备溶液配制：

4.15.1 大豆异黄酮标准储备溶液：分别准确称取适量的大豆甙、染料木甙、大豆黄素、染料木素、黄豆黄素、黄豆黄素甙元标准品，分别用 60%甲醇(4.5)配成浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。-18℃避