



中华人民共和国国家标准

GB 28404—2012

GB 28404—2012

食品安全国家标准

保健食品中 α -亚麻酸、二十碳五烯酸、 二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸 的测定

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准

保健食品中 α -亚麻酸、二十碳五烯酸、
二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸
的测定

GB 28404—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 12 千字
2012年7月第一版 2012年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45333 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)68510107



GB 28404—2012

2012-05-17 发布

2012-07-17 实施

中华人民共和国卫生部 发布

食品安全国家标准

保健食品中 α -亚麻酸、二十碳五烯酸、 二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸 的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中 α -亚麻酸、二十碳五烯酸(简称 EPA,下同)、二十二碳五烯酸(简称 DPA,下同)和二十二碳六烯酸(简称 DHA,下同)的气相色谱测定方法。

本标准适用于保健食品中 α -亚麻酸、EPA、DPA、DHA 的测定,不适用于以脂肪酸乙酯为有效成分的保健食品中 α -亚麻酸、EPA、DPA、DHA 的测定。

2 原理

试样经酸水解后提取脂肪,其中 α -亚麻酸、二十碳五烯酸(EPA)、二十二碳五烯酸(DPA)、二十二碳六烯酸(DHA)经酯交换生成甲酯后,通过气相色谱分离检测,以保留时间定性,外标法定量。

3 试剂和材料

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 氢氧化钾(KOH)。
- 3.1.2 盐酸(HCl)。
- 3.1.3 无水乙醚($C_2H_5OC_2H_5$)。
- 3.1.4 乙醇(CH_3CH_2OH):体积分数 $\geq 95\%$ 。
- 3.1.5 石油醚:沸程 $30\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 3.1.6 正己烷[$CH_3(CH_2)_4CH_3$]:色谱纯。
- 3.1.7 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 3.1.8 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

3.2 试剂配制

氢氧化钾甲醇溶液(0.5 mol/L):称取 2.8 g 氢氧化钾,用甲醇溶解并定容至 100 mL,混匀。

3.3 标准品

- 3.3.1 α -亚麻酸甲酯($C_{19}H_{32}O_2$):纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 3.3.2 EPA 甲酯($C_{21}H_{32}O_2$):纯度 $\geq 98.5\%$ 。
- 3.3.3 DPA 甲酯($C_{23}H_{36}O_2$):纯度 $\geq 98.0\%$ 。

3.3.4 DHA 甲酯($C_{23}H_{34}O_2$):纯度 $\geq 98.5\%$ 。

3.4 标准溶液的配制

3.4.1 单个脂肪酸甲酯标准储备液(4.0 mg/mL):称取 100.0 mg α -亚麻酸甲酯、EPA 甲酯、DPA 甲酯、DHA 甲酯标准物质于 25.0 mL 容量瓶中,分别用正己烷溶解并定容至刻度,摇匀。此溶液应贮存于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中。

3.4.2 脂肪酸甲酯混合标准中间液(1.0 mg/mL):分别吸取脂肪酸甲酯标准储备液 2.50 mL 于 10.0 mL 容量瓶中,摇匀,亦为标准曲线最高浓度,临用时配制。

3.4.3 脂肪酸甲酯标准工作液:分别吸取脂肪酸甲酯中间液 0.40 mL、0.80 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL 于 10.0 mL 容量瓶中,用正己烷定容,此浓度即为 0.040 mg/mL、0.080 mg/mL、0.10 mg/mL、0.20 mg/mL、0.40 mg/mL 的标准工作液,临用时配制。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 天平:感量为 1 mg 和 0.1 mg。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 离心机:转速 $\geq 4\ 000\ \text{r/min}$ 。

4.5 涡旋混合器。

4.6 恒温水浴锅。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 试样处理

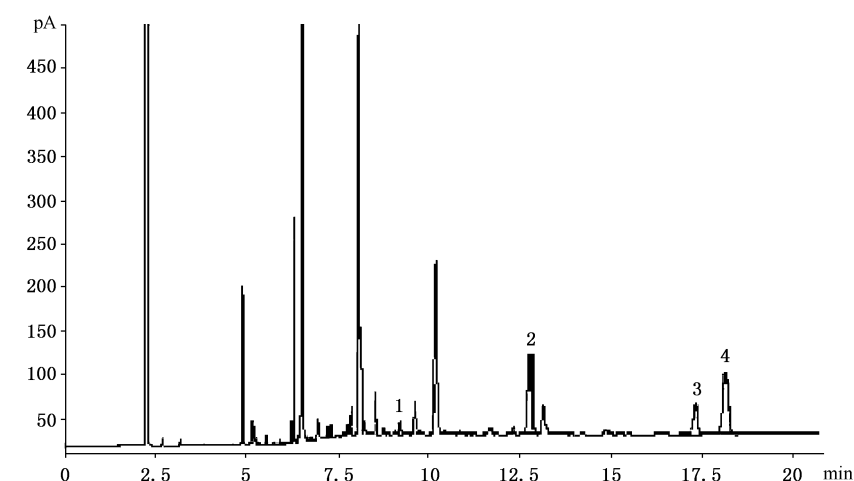
5.1.1.1 固体试样

称取已粉碎混合均匀的待测试样 0.5 g~2 g(精确到 0.001 g)(含待测组分 5 mg/g~10 mg/g)加入 50 mL 比色管中,加 8 mL 水,混匀后再加 10 mL 盐酸。将比色管放入 $70\text{ }^\circ\text{C}$ ~ $80\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中,每隔 5 min~10 min 以涡旋混合器混合一次,至试样水解完全为止,约需 40 min~50 min。取出比色管,加入 10 mL 乙醇,混合。冷却至室温后将混合物移入 100 mL 具塞量筒中,以 25 mL 无水乙醚分次洗比色管,一并倒入量筒中。密塞振摇 1 min。加入 25 mL 石油醚,密塞振摇 1 min,静置 30 min,分层,将吸出的有机层经过无水硫酸钠(约 5 g)滤入浓缩瓶中。再加入 25 mL 无水乙醚密塞振摇 1 min,25 mL 石油醚,密塞振摇 1 min,静置、分层,将吸出的有机层经过无水硫酸钠(约 5 g)滤入浓缩瓶中。按“再加入 25 mL 无水乙醚……,静置、分层,将吸出的有机层经过无水硫酸钠(约 5 g)滤入浓缩瓶中”重复操作一次,将全部提取液用旋转蒸发器于 $45\text{ }^\circ\text{C}$ 减压浓缩至近干。用正己烷少量多次溶解浓缩物,转移至 25 mL 容量瓶并定容,摇匀。按 5.1.2 步骤甲酯化处理。

5.1.1.2 油类制品

称取混合均匀的油类制品 0.2 g~1 g(精确到 0.001 g)(含待测组分 10 mg/g~20 mg/g)至 25 mL 容量瓶中,加入 5 mL 正己烷轻摇溶解,并用正己烷定容至刻度,摇匀。按 5.1.2 步骤甲酯化处理,脂肪酸乙酯型油类制品的物理鉴别参见附录 A。

B.2 含有 α -亚麻酸甲酯、EPA 甲酯、DPA 甲酯、DHA 甲酯的试样溶液色谱图,见图 B.2。



1— α -亚麻酸甲酯;
2—EPA 甲酯;
3—DPA 甲酯;
4—DHA 甲酯。

图 B.2 含有 α -亚麻酸甲酯、EPA 甲酯、DPA 甲酯、DHA 甲酯的试样溶液色谱图