



中华人民共和国国家标准

GB 5413.11—2010

附录 A (资料性附录)

维生素 B₁ 标准溶液的液相色谱图

A.1 维生素 B₁ 标准溶液的液相色谱图

维生素 B₁ 标准溶液的液相色谱图见图 A.1。

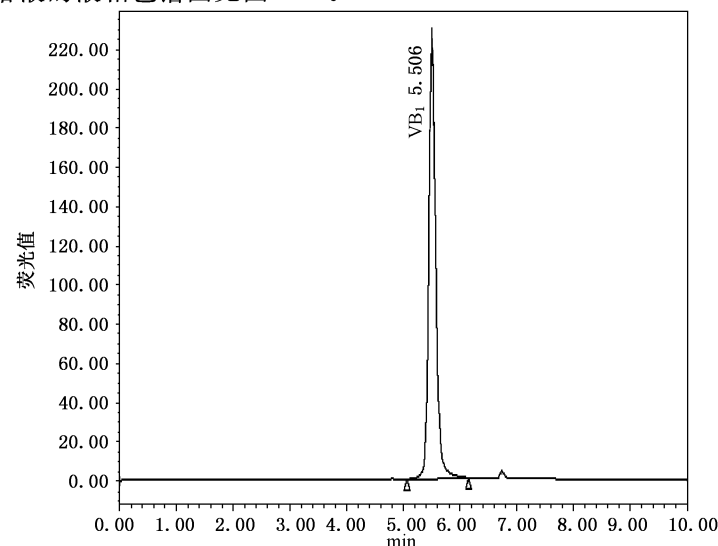


图 A.1 维生素 B₁ 标准溶液的液相色谱图

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中维生素 B₁ 的测定

National food safety standard

Determination of vitamin B₁ in foods for infants and young children,
milk and milk products



GB 5413.11-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40116

定价: 14.00 元

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

6.2.3 试液测定

将试液衍生物按上述推荐色谱条件进样测定,从标准曲线中查得试液相应的浓度。

7 分析结果的表述

试样中维生素 B₁ 的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 100}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中维生素 B₁ 的含量(以硫胺素计),单位为毫克每百克(mg/100 g);

c——试液的进样浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——试样定容体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

9 其他

当取样量为 10.00 g 时,本标准中方法定量限为 0.05 mg/100 g。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准

婴幼儿食品和乳品中维生素 B₁ 的测定

GB 5413.11—2010

*

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 0.5 字数 9 千字

2010 年 5 月第一版 2010 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40116 定价 14.00 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

3个月。

4.17.2 维生素 B₁ 标准中间液:准确吸取 2.00 mL 标准储备液(4.17.1),用水稀释并定容至 100 mL,此溶液中维生素 B₁ 浓度为 10 μg/mL。临用前配制。

4.17.3 维生素 B₁ 标准工作液:分别吸取维生素 B₁ 标准中间液(4.17.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL,用水溶解并定容至 100 mL。该标准系列浓度分别为 0 μg/mL、0.05 μg/mL、0.10 μg/mL、0.20 μg/mL、0.5 μg/mL、1.00 μg/mL。临用前配制。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪,带有荧光检测器。
- 5.2 高压灭菌锅。
- 5.3 离心机:转速≥4 000 转/分钟。
- 5.4 pH 计:精度 0.01。
- 5.5 组织捣碎机(转速在 0 转/分钟~12 000 转/分钟可调)。
- 5.6 0.45 μm 微孔有机滤膜。
- 5.7 天平:感量为 0.001 g 和 0.000 1 g。

6 分析步骤

6.1 试样的处理

6.1.1 试液提取

称取 5 g~10 g(精确至 0.01 g)试样(如有必要,将试样放入捣碎机中捣碎;试样中含维生素 B₁ 5 μg 以上)于 100 mL 三角瓶中,加 60 mL 0.1 mol/L 盐酸(4.12),充分摇匀,用棉花塞和牛皮纸封口,放入高压灭菌锅内,在 121 °C 下保持 30 min,待冷却至 40 °C 以下后取出,轻摇数次;用 2.0 mol/L 乙酸钠溶液(4.15)调 pH 值至 4.0 左右,加入 2.0 mL(可根据酶活力不同适当调整用量)混合酶液(4.16),摇匀后,置于 37 °C 的培养箱中过夜;将酶解液转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,滤纸过滤,取滤液备用。

6.1.2 试液衍生化

取上述滤液 10.00 mL 于 25 mL 具塞比色管中,加入 5 mL 碱性铁氰化钾(4.11),充分混匀后,加 10.00 mL 正丁醇(或异丁醇)(4.1),强烈振荡后静置约 10 min,充分分层,吸取正丁醇(或异丁醇)相(上层)于 4 000 转/分钟~6 000 转/分钟离心 5 min,取上清液经有机微孔滤膜过滤(5.6),供进样用。

另取 10.00 mL 标准工作液(4.17.3),与试液同步进行衍生化。

注 1:室温条件下衍生产物在 4 h 内稳定。

注 2:6.1.1 和 6.1.2 操作过程应在避免强光照射的环境下进行。

6.2 测定

6.2.1 色谱参考条件

色谱柱:C₁₈反相色谱柱(粒径 5 μm,250 mm×4.6 mm)或相当者。

流动相:0.05 mol/L 乙酸钠溶液(4.14)-甲醇(4.7)=65+35。

流速:1.00 mL/min。

检测波长:激发波长 375 nm,发射波长 435 nm。

进样量:20 μL。

6.2.2 标准曲线绘制

将维生素 B₁ 标准系列工作液(4.17.3)衍生物依次按上述推荐色谱条件上机测定,记录色谱峰面积,色谱图参见附录 A。以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

前 言

本标准代替 GB/T 5413.11—1997《婴幼儿配方食品和乳粉 维生素 B₁ 的测定》。

本标准与 GB/T 5413.11—1997 相比,主要变化如下:

——标准名称改为《婴幼儿食品和乳品中维生素 B₁ 的测定》;

——取消了原标准第一法(荧光分光光度法);

——对原标准的结构进行了修改;

——外标法定量采用多点标准曲线法;

——在结果计算时明确样品中维生素 B₁ 含量以硫胺素计;

——增加附录 A 标样的液相色谱图。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 5413—1985、GB/T 5413.11—1997。