



中华人民共和国国家标准

GB 5413.15—2010

GB 5413.15—2010

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中烟酸和 烟酰胺的测定

National food safety standard

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

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烟酸和
烟酰胺的测定
GB 5413.15—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 0.75 字数 14 千字
2010年5月第一版 2010年5月第一次印刷

*

书号:155066·1-40120 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 5413.15-2010

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

清的,标准曲线管和试样管中培养液的浊度应有梯度。未接种管若混浊,则测定无效。

12.7.2 光密度法:在 36 °C±1 °C,培养 16 h~24 h。其他同 12.7.1。

12.8 测定

12.8.1 酸度法

12.8.1.1 用 10 mL 水将未接种空白管 S1 和接种空白管 S2 的培养物转至三角烧瓶中,以溴麝香草酚蓝(10.12)作指示剂,或用 pH 计以 pH6.8±0.2 为滴定终点用氢氧化钠标准滴定溶液(10.5)滴定标准曲线未接种空白管 S1 和接种空白管 S2。记录下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积。

注:如果接种空白滴定反应消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积数等于或高于未接种空白水平的 1.5 mL,则测定结果无效。

12.8.1.2 用 10 mL 水将标准曲线管和试样管中的培养物转至三角烧瓶中,以溴麝香草酚蓝(10.12)作指示剂,或用 pH 计以 pH6.8±0.2 为滴定终点用氢氧化钠标准滴定溶液(10.5)滴定标准曲线管和试样管的培养物。记录下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积。

注:通常标准曲线管 S7 消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积数在 8 mL~12 mL 之间。

12.8.2 光密度法

以接种空白管(表 1 中试管号 S2)作对照,取出最高浓度标准曲线管 S7,振荡 5 s,在波长 550 nm 条件下读取光密度值,放回重新培养。2 h 后同等条件重新测该管的光密度,如果两次光密度的绝对差结果≤2%,则取出全部检验管测定标准溶液和试样的光密度。

12.9 标准曲线的绘制

以标准曲线管烟酸含量作横坐标,以消耗氢氧化钠标准滴定溶液的滴定毫升数或光密度值为纵坐标绘制标准曲线。

12.10 试样管中烟酸含量的计算

按照 12.8 每个试样管测定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数或光密度值,从标准曲线中查得对应的烟酸含量。每一编号的三个试样管应计算管中每毫升测定液烟酸的含量,并与其平均值相比较。相对偏差小于 15%的试管为有效试管,无效试样管应舍去,有效试样管总数应大于所有试样管总数的 2/3。重新计算每一编号的有效试样管中每毫升测定液烟酸含量的平均值,以此平均值计算全部编号试样管的总平均值 C_x 。

注:样品管中烟酸含量低于 100 ng,高于 500 ng 的值应舍去。

13 分析结果的表述

试样中烟酸(烟酰胺)含量按式(4)计算:

$$X = \frac{C_x}{m} \times \frac{f}{1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X ——试样中烟酸(烟酰胺)含量,单位为微克每百克($\mu\text{g}/100\text{ g}$);

C_x ——12.10 中计算所得的总平均值,单位为纳克(ng);

m ——试样的质量或体积,单位为克(g);

f ——稀释倍数。

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,结果保留两位有效数字。

14 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%。

15 其他

本标准第一法检出限为:烟酸 30 $\mu\text{g}/100\text{ g}$,烟酰胺 40 $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。

前 言

本标准第二法等同采用国际分析家学会(AOAC)944.13 Niacin and Niacinamide(Nicotinic Acid and Nicotinamide) in Vitamin Preparations。

本标准代替 GB/T 5413.15—1997《婴幼儿配方食品和乳粉 烟酸和烟酰胺的测定》。

本标准第二法与 GB/T 5413.15—1997 相比,主要变化如下:

——增加了光密度法测定;

——增加了淀粉类试样的测定;

——增加标准曲线绘制的文字描述。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 5413—1985、GB/T 5413.15—1997。

10.5.2 酚酞溶液:称取 0.5 g 酚酞溶于 75 mL 体积分数为 95% 的乙醇中,并加入 20 mL 水,加入氢氧化钠标准滴定溶液(10.5),直至加入一滴立即变成粉红色,再加入水定容至 100 mL。

10.6 盐酸(0.1 mol/L):吸取 8.3 mL 盐酸,用水稀释至 1 000 mL。

10.7 乙醇溶液:体积分数为 25%。量取 250 mL 无水乙醇,加入 750 mL 水,混匀。

10.8 菌株:植物乳杆菌(*Lactobacillus plantarum*) ATCC 8014。

10.9 培养基(或可使用商品化的合成培养基)。

10.9.1 乳酸杆菌琼脂培养基:光解脲 15 g,葡萄糖 10 g,番茄汁 100 mL,磷酸二氢钾 2 g,聚山梨糖单油酸酯 1 g,琼脂 10 g,加蒸馏水至 1 000 mL,pH6.8±0.2(20℃~25℃)。121℃ 高压灭菌 15 min,备用。

10.9.2 乳酸杆菌肉汤培养基:光解脲 15 g,葡萄糖 10 g,番茄汁 100 mL,磷酸二氢钾 2 g,聚山梨糖单油酸酯 1 g,加蒸馏水至 1 000 mL,pH6.8±0.2(20℃~25℃)。121℃ 高压灭菌 15 min,备用。

10.9.3 烟酸测定用培养基:维生素测定用酸水解酪蛋白氨基酸(Casamino Acids)12 g,葡萄糖 40 g,乙酸钠 20 g,L-胱氨酸 0.4 g,DL-色氨酸 0.2 g,盐酸腺嘌呤 20 mg,盐酸鸟嘌呤 20 mg,尿嘧啶 20 mg,盐酸硫胺素 200 μg,泛酸钙 200 μg,盐酸吡哆醇 400 μg,核黄素 400 μg,*p*-氨基苯甲酸 100 μg,生物素 0.8 μg,磷酸氢二钾 1 g,磷酸二氢钾 1 g,硫酸镁 0.4 g,氯化钠 20 mg,硫酸亚铁 20 mg,硫酸锰 20 mg。加蒸馏水至 1 000 mL,调 pH 至 6.7±0.2(20℃~25℃)。

10.10 标准溶液。

10.10.1 烟酸标准贮备液(100 μg/mL):在五氧化二磷干燥器中取出已干燥的烟酸标准品,称取 50.0 mg(精确至 0.1 mg),用乙醇溶液(10.7)溶解并定容至 500 mL,2℃~4℃ 冰箱冷藏,保存期为 4 个月。

10.10.2 烟酸标准中间溶液(10 μg/mL):从烟酸标准贮备液(10.10.1)中吸取 10 mL 至 100 mL 容量瓶,用乙醇溶液(10.7)定容,2℃~4℃ 冰箱冷藏,保存期为 1 个月。

10.10.3 烟酸标准工作液(100 ng/mL):从标准中间液(10.10.2)中吸取 5.0 mL,用水稀释至 500 mL。临用前配制。

10.11 0.9%生理盐水:称 0.9 g 氯化钠于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,振荡溶解。分装于具塞试管中,每管 10 mL,121℃ 灭菌 15 min,每周准备一次。

10.12 溴麝香草酚蓝指示剂:称取 0.1 g 溴麝香草酚蓝于研钵中,加入 1.6 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(10.5)研磨,加少许水至完全溶解,转移至 250 mL 容量瓶中用水定容。

11 仪器和设备

11.1 分光光度仪。

11.2 pH 计:精度为 0.01。

11.3 涡旋振荡器。

11.4 天平:感量为 0.1 mg。

11.5 生化培养箱:36℃±1℃。

11.6 离心机:转速≥2 000 转/分钟。

11.7 滴定管:分刻度值为 0.1 mL。

12 分析步骤

12.1 测试菌液的制备

12.1.1 把植物乳杆菌(*Lactobacillus plantarum*) ATCC 8014 冻干菌粉转入乳酸杆菌肉汤培养基(10.9.2)试管中,36℃±1℃ 培养 24 h,转接至乳酸杆菌琼脂培养基(10.9.1)试管中,36℃±1℃ 再培养 24 h。培养好的乳酸杆菌琼脂培养基(10.9.1)试管的培养物作为贮备菌种。

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺的测定

1 范围

本标准规定了婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺的测定方法。

本标准适用于婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

第一法 高效液相色谱法

3 原理

试样经热水提取、酸性沉淀蛋白质后,以 C₁₈ 色谱柱分离,用紫外检测器定量。

4 试剂和材料

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

4.1 淀粉酶:酶活力≥1.5 U/mg。

4.2 盐酸。

4.3 氢氧化钠。

4.4 盐酸(2.4 mol/L):准确移取 10 mL 盐酸(4.2)于 50 mL 容量瓶中,用水定容。

4.5 氢氧化钠溶液(2.5 mol/L):称取 5.0 g 氢氧化钠(4.3)于 50 mL 容量瓶中,用水定容。

4.6 高氯酸(HClO₄):体积分数为 60%。

4.7 甲醇(CH₃O):色谱纯。

4.8 异丙醇(C₃H₈O):色谱纯。

4.9 庚烷磺酸钠(C₇H₁₅NaO₃S):优级纯。

4.10 标准溶液。

4.10.1 烟酸及烟酰胺标准储备液(1.0 mg/mL):称取烟酸及烟酰胺标准品各 0.1 g(精确到 0.000 1 g),分别置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解定容。

4.10.2 烟酸及烟酰胺混合标准中间液(40 μg/mL):分别准确吸取烟酸及烟酰胺标准储备液(4.10.1) 2 mL 至 50 mL 容量瓶中,用水定容。临用前配制。

4.10.3 烟酸及烟酰胺混合标准系列测定液:分别准确吸取烟酸及烟酰胺混合标准中间液(4.10.2) 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL,至 50 mL 容量瓶中用水定容。该标准系列浓度分别为 0.00 μg/mL、0.80 μg/mL、1.60 μg/mL、4.00 μg/mL、8.00 μg/mL。临用前配制。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪,带紫外检测器。