



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.30—2008  
代替 GB/T 9695.30—1991

---

## 肉与肉制品 维生素 E 含量测定

Meat and meat products—Determination of vitamin E content

2008-08-28 发布

2009-03-01 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

## 前 言

GB/T 9695 由以下部分组成：

- GB/T 9695.1《肉与肉制品 游离脂肪含量测定》；
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》；
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》；
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》；
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》；
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》；
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 总脂肪含量测定》；
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》；
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》；
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》；
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》；
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》；
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》；
- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》；
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡萄糖酸- $\delta$ -内酯含量的测定》；
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》；
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》；
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》；
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》；
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》；
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定》；
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》；
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》；
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》；
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B<sub>1</sub> 含量测定》；
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B<sub>2</sub> 含量测定》；
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》；
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》；
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 30 部分。

本部分代替 GB/T 9695.30—1991《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》。

本部分与 GB/T 9695.30—1991 相比主要修改如下：

- 按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》进行了结构调整和文字修改；
- 将“ $\alpha$ -维生素 E”改为“ $\alpha$ -生育酚”；
- 增加了“标准溶液的标定”；

- 增加了“试样制备”一章；
- 在“测定”一章中，增加了“柱温”、“平行试验”和“空白试验”；
- 在“标准曲线的绘制”中，由系列进样量绘制标准曲线修改为由系列浓度绘制标准曲线，计算公式作了相应调整；
- 用第 10 章“精密度”及其内容代替第 9 章“允许差”及其内容；
- 增加了“试验报告”一章。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国商业联合会商业标准中心、国家加工食品质量监督检验中心（广州）、广州市产品质量监督检验所。

本部分主要起草人：邓穗兴、冼燕萍、郭新东、罗海英、杜志峰、吴玉銮、靳晓蕾。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9695.30—1991。

## 肉与肉制品 维生素 E 含量测定

### 1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉与肉制品中  $\alpha$ -生育酚含量的测定方法。

本部分适用于肉与肉制品中  $\alpha$ -生育酚含量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

### 3 原理

试样经皂化后,用石油醚提取不皂化的维生素 E,浓缩后,用高效液相色谱仪测定,用外标法计算试样中  $\alpha$ -生育酚的含量。

### 4 试剂

如无特别说明,所用试剂均为分析纯。

4.1 水:符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.2 无水乙醇。

4.3 石油醚:沸程为 30 °C~60 °C。

4.4 无水硫酸钠。

4.5 异丙醇。

4.6 甲醇:色谱纯或重蒸后使用。

4.7 氢氧化钾溶液( $c=500$  g/L):称取 50 g 氢氧化钾,溶于水中,用水稀释至 100 mL。

4.8 抗坏血酸溶液( $c=100$  g/L):称取 10 g 抗坏血酸(维生素 C),溶于水中,用水稀释至 100 mL。

4.9  $\alpha$ -生育酚标准物质:DL- $\alpha$ -生育酚或 DL- $\alpha$ -生育酚醋酸酯。

4.10  $\alpha$ -生育酚标准溶液

4.10.1 标准贮备液( $c\approx 1\ 000$   $\mu\text{g/mL}$ )

4.10.1.1 若标准物质(4.9)为  $\alpha$ -生育酚,则称取 50.0 mg,用异丙醇溶解,定容于 50 mL 棕色容量瓶中。于 4 °C 保存。

临用前用紫外分光光度计按 4.10.3 标定其浓度。

4.10.1.2 若标准物质(4.9)为  $\alpha$ -生育酚的酯类物质,则称取 50.0 mg,按 8.1~8.3 进行皂化、提取、浓缩,用异丙醇溶解,定容于 50 mL 棕色容量瓶中。于 4 °C 保存。

临用前用紫外分光光度计按 4.10.3 标定其浓度。

4.10.2 标准工作液

用异丙醇将已标定浓度的标准贮备液(4.10.1)稀释成所需的标准工作液。

临用前配制。

#### 4.10.3 标准溶液的标定

移取  $\alpha$ -生育酚标准贮备液(4.10.1) 100  $\mu\text{L}$  于 5 mL 具塞刻度试管中,用无水乙醇(4.2)稀释至 3.0 mL。于波长 294 nm 处用紫外分光光度计(5.3)测定  $\alpha$ -生育酚的吸光值。

按式(1)计算出  $\alpha$ -生育酚标准贮备液(4.10.1)的浓度:

$$c_1 = \frac{A \times 3.0 \times 1\,000}{E_{\text{cm}}^{1\%} \times 100 \times V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c_1$ —— $\alpha$ -生育酚标准贮备液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);

$A$ —— $\alpha$ -生育酚的紫外吸光值;

$E_{\text{cm}}^{1\%}$ —— $\alpha$ -生育酚的 1% 比吸光系数,即溶液浓度为 1%、光路为 1 cm 时的吸收系数,值为 71;

$V_1$ ——移取  $\alpha$ -生育酚标准贮备液的体积,单位为微升( $\mu\text{L}$ )。

### 5 仪器和设备

实验室常规仪器及下列仪器。

- 5.1 机械设备:用于试样的均质化。包括高速旋转的切割机,或多孔板的孔径不超过 4 mm 的绞肉机。
- 5.2 旋转蒸发仪。
- 5.3 紫外分光光度计。
- 5.4 液相色谱仪:带紫外光或荧光检测器。

### 6 取样

实验室所收到的样品应具有代表性且在运输和储藏过程中无受损或发生变化。

取样方法参见 GB/T 9695.19。

取有代表性的样品 200 g。

### 7 试样制备

使用适当的机械设备(5.1)将试样均质。注意避免试样的温度超过 25  $^{\circ}\text{C}$ 。若使用绞肉机,试样至少通过该设备两次。

将试样装入密封的容器里,防止变质和成分变化。试样应在均质化后 24 h 内尽快分析。

### 8 分析步骤

注: $\alpha$ -生育酚易被氧化,试验应避免光或充氮操作,并使用棕色玻璃仪器。

#### 8.1 皂化

称取 0.5 g~5 g(准确至 0.001 g)试样于 150 mL 烧瓶中,加入 3 mL 抗坏血酸溶液(4.8)、5 mL 氢氧化钾溶液(4.7)、30 mL 无水乙醇(4.2),混匀,于沸水浴上回流 15 min~30 min,至试样溶液澄清,皂化后用流水冷却。

#### 8.2 提取

将皂化后的试样溶液移入 125 mL 分液漏斗中,用 30 mL 石油醚(4.3)分数次洗皂化瓶,洗液并入分液漏斗中,塞上塞子,轻摇分液漏斗,避免乳化。静置,分层后,将水层放入第二个分液漏斗中,醚层留在第一个分液漏斗中。于第二个分液漏斗中加入 10 mL 石油醚(4.3),进行第二次提取,石油醚层并入第一个分液漏斗中。重复提取 3 次~4 次。石油醚层并入第一个分液漏斗中。

石油醚层反复用水洗涤,至水层呈中性(pH 约为 7)。弃去水层。将分液漏斗中的石油醚层经无水

硫酸钠(4.4)脱水后,放入棕色圆底烧瓶中。用少量石油醚(4.3)洗分液漏斗和无水硫酸钠,洗液并入棕色圆底烧瓶中。

### 8.3 分析用试样溶液的制备

连接盛有石油醚提取液的圆底烧瓶与旋转蒸发仪(5.2),于40℃~60℃水浴上减压蒸馏石油醚,至瓶内剩约1 mL~2 mL液体时,取下烧瓶,用氮气吹干剩余液体,立即加入2.0 mL异丙醇(4.5),塞上塞子,防止溶剂挥发,摇匀,溶解瓶中 $\alpha$ -生育酚。此为色谱分析用试样溶液。

### 8.4 测定

#### 8.4.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱: C<sub>18</sub>柱(150 mm×4.6 mm, 5  $\mu$ m), 或相当者;
- 流动相: 甲醇;
- 流速: 1.0 mL/min;
- 柱温: 30℃;
- 检测器: 荧光检测器, 激发波长为 298 nm, 发射波长为 325 nm; 紫外光检测器, 波长为 292 nm;
- 进样量: 20  $\mu$ L。

#### 8.4.2 标准曲线的绘制

将 $\alpha$ -生育酚系列标准工作液(4.10.2)进行高效液相色谱分析,记录峰面积或峰高。以 $\alpha$ -生育酚的浓度为横坐标、以相应的峰面积或峰高为纵坐标绘制标准曲线。标准色谱图参见附录A。

注:  $\alpha$ -生育酚应能与 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚和 $\delta$ -生育酚分离。

#### 8.4.3 试样溶液的测定

将制备好的试样溶液(8.3)按标准工作液的液相色谱条件进行测定。根据试样溶液的峰面积或峰高,从标准曲线上查出对应的 $\alpha$ -生育酚的浓度。

### 8.5 平行试验

按8.1~8.4,对同一试样进行平行试验测定。

### 8.6 空白试验

除不加入试样外,均按8.1~8.4进行测定。

## 9 计算

试样中 $\alpha$ -生育酚的含量按式(2)计算:

$$X = \frac{c_2 \times V_2}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——试样中 $\alpha$ -生育酚的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);

$c_2$ ——根据试样的峰面积或峰高查标准曲线得到的 $\alpha$ -生育酚的浓度,单位为微克每毫升( $\mu$ g/mL);

$V_2$ ——试样溶液最终定容的体积(8.3),单位为毫升(mL);

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果应扣除空白,结果准确至0.01 mg/100 g。

## 10 精密度

同一分析者在同一实验室、采用相同的方法和相同的仪器、在短时间间隔内对同一样品独立测定两次。两次测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的30%。

## 11 试验报告

试验报告应说明:

- 所有与识别样品有关的必需信息；
- 取样方法；
- 依据本部分所采用的方法；
- 本部分未规定或未列为可选的所有操作，以及可能影响测试结果的其他因素；
- 测试结果；
- 如果检验了重复性，列出最终结果。

附录 A  
(资料性附录)

$\alpha$ -生育酚标准溶液的液相色谱图

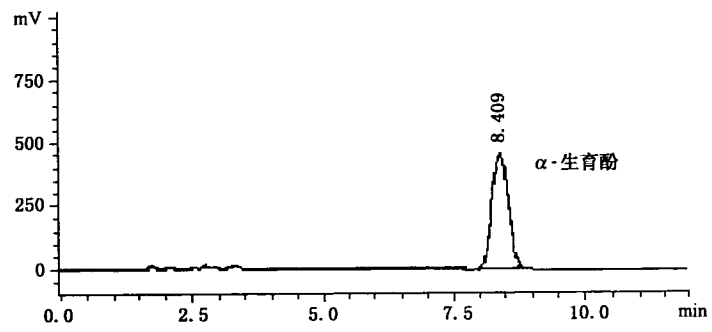


图 A.1  $\alpha$ -生育酚标准溶液的液相色谱图



参 考 文 献

- [1] GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法
-