

中华人民共和国国家标准

GB 29942—2013

食品安全国家标准

食品添加剂 维生素 E(*d*/-*a*-生育酚)

2013-11-29 发布

2014-06-01 实施

中华人 民共 和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 维生素 E (*dl*- α -生育酚)

1 范围

本标准适用于以异植物醇和三甲基氢醌为主要原料,经化学合成法制得的食品添加剂维生素 E (*dl*- α -生育酚)。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

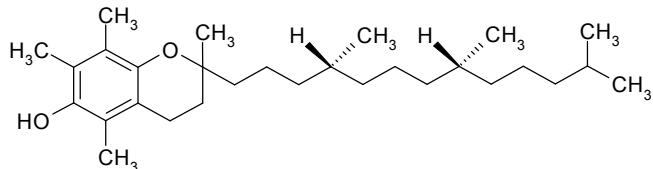
2.1 化学名称

dl-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基-十三烷基)-6-色原醇

2.2 分子式

C₂₉H₅₀O₂

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

430.71 (按2007年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检 验 方 法
色 泽	淡黄色至琥珀色, 暴露在空气或光线下色泽会变深	取适量试样置于白瓷点滴板上, 在自然光线下, 观察其色泽和状态
状 态	澄清的黏稠液体	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
维生素 E (<i>dl</i> - α -生育酚) 含量, w/%	96.0~102.0	附录 A 中 A.3
折光率 n_D^{20}	1.503~1.507	GB/T 614
吸光度 $E_{1cm}^{1\%}(292nm)$	71~76	附录 A 中 A.4
灼烧残渣, w/%	≤ 0.1	GB/T 9741
酸度	通过试验	附录 A 中 A.5
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 2	GB 5009.12

附录 A

检验方法

A. 1 一般规定

本标准除另有规定外，所用试剂的纯度应在分析纯以上，所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，应按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备，实验用水应符合GB/T 6682—2008中三级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A. 2 鉴别试验

A. 2. 1 溶解性

不溶于水，易溶于乙醇，可混溶于乙醚。

A. 2. 2 比旋光度试验

A. 2. 2. 1 试剂和材料

三氯甲烷：色谱纯。

A. 2. 2. 2 仪器和设备

旋光仪。

A. 2. 2. 3 分析步骤

称取试样5.0 g，加三氯甲烷溶解并稀释至50 mL，将此试样溶液置于旋光仪中进行测定，具体分析步骤按GB/T 613的规定进行。测得的比旋光度 $\alpha_{\text{D}}(20^{\circ}\text{C}, D)$ 应为 $0(^{\circ})\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}\pm 0.05 (^{\circ})\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

A. 2. 3 硝酸呈色试验

A. 2. 3. 1 试剂和材料

A. 2. 3. 1. 1 无水乙醇。

A. 2. 3. 1. 2 硝酸。

A. 2. 3. 2 分析步骤

称取试样约10 mg，加10 mL无水乙醇溶解后，加2 mL硝酸，摇匀，在75 °C水浴中加热15 min，溶液应呈现亮红色至橙色。

A. 2. 4 最大吸收波长试验

A. 2. 4. 1 仪器和设备

紫外分光光度计。

A. 2. 4. 2 分析步骤

称取试样0.01 g，加无水乙醇溶解并稀释至200 mL，摇匀，置于紫外分光光度计中进行扫描，在292 nm±2 nm处应有最大吸收峰。

A.3 维生素E(*dl*- α -生育酚)含量的测定

A.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，通过非极性石英毛细管色谱柱使试样与杂质分离，用氢火焰离子化检测器检测，用内标法定量，计算试样中维生素E(*dl*- α -生育酚)含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 正己烷：色谱纯。

A.3.2.2 十六酸十六醇酯。

A.3.2.3 维生素E(*dl*- α -生育酚)标准品。

A.3.2.4 维生素E(*dl*- α -醋酸生育酚)标准品。

A.3.3 仪器和设备

气相色谱仪，配氢火焰离子化检测器。

A.3.4 参考色谱条件

A.3.4.1 色谱柱：柱长30 m，柱内径0.25 mm，固定相为聚二甲基硅氧烷，膜厚0.25 μm 。

A.3.4.2 柱温：280 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.3 检测器：火焰离子化检测器，温度290 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.4 进样口：温度290 $^{\circ}\text{C}$ ；分流进样，分流比1:30；进样量1 μL 。

A.3.4.5 载气：氮气，流速1 mL/min。

A.3.4.6 A.3.4.1~A.3.4.5为推荐的色谱柱及典型色谱操作条件，*dl*- α -生育酚含量测定典型气相色谱图参见附录B。其他能达到等同分离效果的色谱柱和色谱条件均可使用。

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 内标溶液的制备

称取适量十六酸十六醇酯(内标物)，加正己烷溶解、稀释、摇匀，作为内标溶液。此内标溶液每毫升含3 mg十六酸十六醇酯。

A.3.5.2 标准溶液的制备

称取约30 mg维生素E(*dl*- α -生育酚)标准品，精确至0.000 1 g，置于10 mL棕色容量瓶中，加内标溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，作为标准溶液。

A.3.5.3 试样溶液的制备

称取约30 mg试样，精确至0.000 1 g，置于10 mL棕色容量瓶中，加内标溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，作为试样溶液。

A.3.5.4 系统适用性试验

分别称取等量的维生素E(*dl*- α -生育酚)标准品和维生素E(*dl*- α -醋酸生育酚)标准品，加正己烷溶解，配制成每毫升正己烷中分别含1 mg维生素E(*dl*- α -生育酚)标准品和1 mg维生素E(*dl*- α -醋酸生育酚)标准品的混合溶液。在A.3.4参考色谱条件下，多次进样，对混合溶液进行色谱分析，测定分离度R，R应不小于3。

A.3.5.5 仪器校正

在A.3.4参考色谱条件下，取A.3.5.2标准溶液连续进样，直至连续3针的相对响应因子 f 为常数（相对偏差在2%范围内）。根据标准品保留时间定性，测量维生素E（dl- α -生育酚）和内标物的峰面积，将相应的值分别记作 A_S 和 A_P 。按公式（A.1）计算出相对响应因子 f 。

A. 3. 5. 6 含量测定

量取1.0 μL 试样溶液注入气相色谱仪，记录色谱图，测量维生素E（dl- α -生育酚）和内标物的峰面积，将相应的值分别记作 A_2 和 A_1 。按公式（A.2）计算出试样中维生素E（dl- α -生育酚）含量。

A. 3. 5. 7 结果计算

A. 3. 5. 7. 1 相对响应因子

相对响应因子 f 按公式（A.1）计算：

$$f = \frac{A_S}{A_P} \times \frac{m_P}{m_S} \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

A_S ——标准溶液色谱图中维生素E（dl- α -生育酚）的峰面积值；

A_P ——标准溶液色谱图中内标物的峰面积值；

m_P ——标准溶液中内标物的质量，单位为毫克（mg）；

m_S ——标准溶液中维生素E（dl- α -生育酚）的质量，单位为毫克（mg）。

A. 3. 5. 7. 2 含量

维生素E（dl- α -生育酚）含量的质量分数 w_1 按公式（A.2）计算：

$$w_1 = \frac{m_1}{f} \times \frac{A_2}{A_1} \times \frac{1}{m_0} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

m_1 ——试样溶液中内标物的质量，单位为毫克（mg）；

f ——相对响应因子；

A_2 ——试样溶液色谱图中维生素E（dl- α -生育酚）的峰面积值；

A_1 ——试样溶液色谱图中内标物的峰面积值；

m_0 ——试样质量，单位为毫克（mg）。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的2%。

A. 4 吸光度的测定

A. 4. 1 试剂和材料

无水乙醇。

A. 4. 2 仪器和设备

分光光度计。

A. 4. 3 分析步骤

称取约0.01 g试样，精确至0.002 g，加无水乙醇溶解并稀释至200 mL，摇匀，得到试样液。取此试样液置于1 cm比色皿中，以无水乙醇做空白对照，用分光光度计在292 nm处测定其吸光度（吸光度应控制在0.2~0.8之间，否则应调整试样液浓度，再重新测定吸光度）。

A. 4. 4 结果计算

吸光度 $E_{1cm}^{1\%}(292nm)$ 按公式 (A.3) 计算:

$$E_{\text{1cm}}^{1\%}(292nm) = \frac{A}{c} \times \frac{1}{100} \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

A——被测试样液的吸光度；

c ——被测试样液的浓度，单位为克每毫升（g/mL）；

100——浓度换算系数。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于2 %。

A.5 酸度的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 无水乙醇。

A. 5. 1. 2 乙醚。

A. 5. 1. 3 酚酞指示液: 10 g/L。

A. 5. 1. 4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

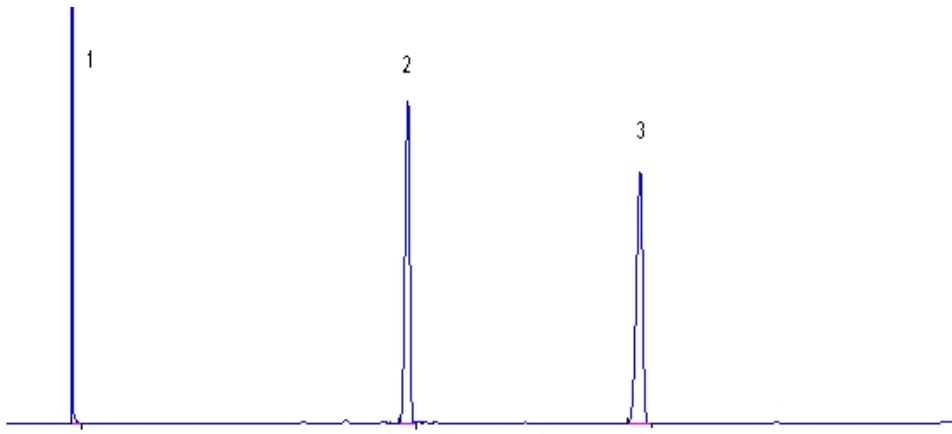
A. 5. 2 分析步骤

量取无水乙醇与乙醚各12.5 mL，置于锥形瓶中，配成混合溶液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至酚酞指示液指示溶液为中性。称取1.0 g试样，加入锥形瓶中，使其溶解，再加0.5 mL酚酞指示液，然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，滴定至溶液显淡粉红色，30 s内不褪色，即为滴定终点。记录加试样后消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。所需氢氧化钠标准滴定溶液的体积不超过1.0 mL即为试样通过试验。

附录 B

维生素E (dl- α -生育酚) 含量测定典型气相色谱图

维生素E (dl- α -生育酚) 含量测定典型气相色谱图见图B. 1。



- 1——溶剂（正己烷）；
2——维生素E（dl- α -生育酚）；
3——内标物（十六酸十六醇酯）。

图B. 1 维生素E (dl- α -生育酚) 含量测定典型气相色谱图