



中华人民共和国国家标准

GB 14756—2010

食品安全国家标准

食品添加剂 维生素E (dl- α -醋酸生育酚)

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB 14756-1993 《食品添加剂 维生素 E (dl- α -醋酸生育酚)》。

本标准与 GB 14756-1993 相比, 主要变化如下:

- 取消了三氯化铁联吡啶反应显色鉴别项目及相应的试验方法;
- 增加了红外吸收光谱鉴别项目及相应的试验方法;
- 修改了维生素 E 的测定方法;
- 修改了重金属的测定方法。

本标准附录 A 为规范性附录, 附录 B 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 14756-1993。

食品安全国家标准

食品添加剂 维生素 E (dl- α -醋酸生育酚)

1 范围

本标准适合用于由三甲基氢醌与异植物醇为原料，经化学合成法制得的食品添加剂维生素 E (dl- α -醋酸生育酚)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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。

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

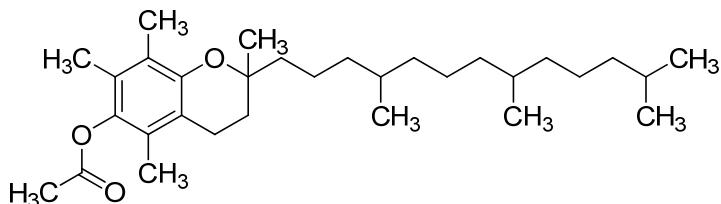
3.1 化学名称

dl-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)-6-苯并二氢吡喃醇醋酸酯

3.2 分子式

C₃₁H₅₂O₃

3.3 结构式



3.4 相对分子质量

472.75（按2007年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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	微黄色至黄色或黄绿色，遇光色渐变深	取适量样品置于清洁、干燥的试管中，在自然光线下，观察色泽和组织状态，嗅其气味。
气 味	几乎无臭	
组织状态	澄清的黏稠液体	

4.2 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 ($C_{31}H_{52}O_3$) , w /%	96.0~102.0	附录 A 中 A.4
酸度试验 ≤	通过试验	附录 A 中 A.5
重金属 (以Pb计) /(mg/kg) ≤	10	附录 A 中 A.6

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A. 1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，使用时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风厨中进行。

A. 2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682-2008 中规定的三级水。

试验方法中所用标准滴定液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 硝酸呈色试验

A. 3. 1. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1. 1 无水乙醇。

A. 3. 1. 1. 2 硝酸。

A. 3. 1. 1. 3 维生素E对照品。

A. 3. 1. 2 分析步骤

称取约 30 mg 实验室样品，加 10 mL 无水乙醇溶解后，加 2 mL 硝酸，摇匀，在 75 °C 加热 15 min，溶液应显橙红色。

A. 3. 2 红外吸收光谱试验

采用溴化钾涂片法，按照 GB/T 6040 测定红外吸收光谱，测得的红外光谱应与维生素 E 对照品图谱一致。

A. 4 维生素E的测定

A. 4. 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样品与杂质分离，用氢火焰离子化检测器检测，用内标法定量，计算样品中维生素 E 的含量。

A. 4. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 1 正己烷：色谱纯。

A. 4. 2. 2 十六酸十六醇酯。

A. 4. 2. 3 维生素E对照品。

A. 4. 3 仪器和设备

气相色谱仪。

A. 4. 4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 A.1，维生素 E (dl- α -醋酸生育酚) 含量测定典型气相色谱图参见附录 B 中图 B.1，各组分的相对保留时间参见附录 B 中表 B.1。其他能达到同等分离程度

的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 A.1 色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	柱长 30 m, 柱内径 0.53 mm 或 0.32 mm, 固定液为 100%甲基聚硅氧烷
柱温	280 °C
检测器	氢火焰离子化检测器, 温度 300 °C
进样口	温度 290 °C; 分流进样, 分流比 1: 20; 进样量 1 μL
载气	氮气, 流速 5 mL/min

A.4.5 分析步骤

A.4.5.1 内标溶液的制备

称取十六酸十六醇酯适量, 加正己烷溶解, 稀释后的溶液每 1 mL 含 3 mg 十六酸十六醇酯, 摆匀, 作为内标溶液。

A.4.5.2 对照品溶液的制备

称取约 30 mg 维生素 E 对照品, 精确至 0.000 1 g, 置 10 mL 棕色容量瓶中, 加内标溶液溶解并稀释至刻度, 摆匀, 作为对照品溶液。

A.4.5.3 样品溶液的制备

称取约 30 mg 实验室样品, 精确至 0.000 1 g, 置 10 mL 棕色容量瓶中, 加内标溶液溶解并稀释至刻度, 摆匀, 作为样品溶液。

A.4.5.4 系统适用性试验

用甲基聚硅氧烷为固定液的石英毛细管柱 (30 m×0.53 mm), 柱温 280 °C, 理论塔板数按维生素 E 计算, 不得小于 3000, 维生素 E 与内标峰的分离度应大于 3。

A.4.5.5 含量的测定

量取 1.0 μL 样品溶液注入气相色谱仪, 记录色谱图, 另取对照品溶液, 同法测定。按内标法以峰面积计算出样品中 C₃₁H₅₂O₃ 的含量。

A.4.6 结果计算

维生素 E (C₃₁H₅₂O₃) 含量的质量分数 w₁, 数值以%表示, 按式 (A.1)、(A.2) 计算:

$$w_1 = f \times \frac{A_3 \times m_4}{A_4 \times m_3} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

$$f = \frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中:

f—维生素 E 的相对校正因子;

A₁—对照品溶液中内标物的峰面积的数值;

A₂—对照品溶液中维生素 E 的峰面积的数值;

A₃—样品溶液中维生素 E 的峰面积的数值;

A₄—样品溶液中内标物的峰面积的数值;

m₁—对照品溶液中内标物的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m₂—对照品溶液中维生素 E 的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m_3 — 样品溶液中样品的质量的数值, 单位为毫克 (mg) ;

m_4 — 样品溶液中内标物质量的数值, 单位为毫克 (mg) 。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.5%。

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

A. 5. 1. 4 酚酞指示液: 10 g/L乙醇溶液。

A. 5. 2 分析步骤

分别量取 15 mL 无水乙醇与乙醚, 置锥形瓶中, 加 0.5 mL 酚酞指示液, 滴加氢氧化钠标准滴定溶液至微显粉红色, 加 1.0 g 实验室样品溶解后, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定, 消耗的氢氧化钠滴定溶液不超过 0.5 mL 即为通过试验。

A. 6 重金属的测定

A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 硝酸。

A. 6. 1. 2 硫酸。

A. 6. 1. 3 盐酸。

A. 6. 1. 4 甘油。

A. 6. 1. 5 乙酸铵。

A. 6. 1. 6 硝酸铅。

A. 6. 1. 7 硫代乙酰胺。

A. 6. 1. 8 氨试液: 400→1000。

A. 6. 1. 9 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

A. 6. 1. 10 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ 。

A. 6. 1. 11 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=7 \text{ mol/L}$ 。

A. 6. 1. 12 氨水溶液: $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})=5 \text{ mol/L}$ 。

A. 6. 1. 13 酚酞指示液: 10g/L乙醇溶液。

A. 6. 1. 14 乙酸盐缓冲液 (pH3.5):

取25 g 乙酸铵, 加水25 mL溶解后, 加7 mol/L盐酸溶液38 mL, 用2 mol/L盐酸溶液或氨水溶液准确调节pH至3.5 (pH计), 用水稀释至100 mL。

A. 6. 1. 15 硫代乙酰胺试液:

取4 g硫代乙酰胺, 精确至0.01 g, 加水使溶解成100 mL, 置冰箱中保存。临用前取5.0 mL混合液[由15 mL氢氧化钠溶液、5.0 mL水及20 mL甘油组成], 加上述1.0 mL硫代乙酰胺溶液, 置水浴上加热20s, 冷却, 立即使用。

A. 6. 1. 16 铅标准溶液:

称取0.160 g硝酸铅, 精确至0.000 2 g, 置于1000 mL容量瓶中, 加5 mL硝酸与50 mL水溶解后, 用水稀释至刻度, 摆匀, 作为贮备液。临用前, 移取10 mL±0.02 mL贮备液, 置于100 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摆匀, 即得 (每1mL相当于10 μg的Pb)。配置与贮存用的玻璃仪器均不得含铅。

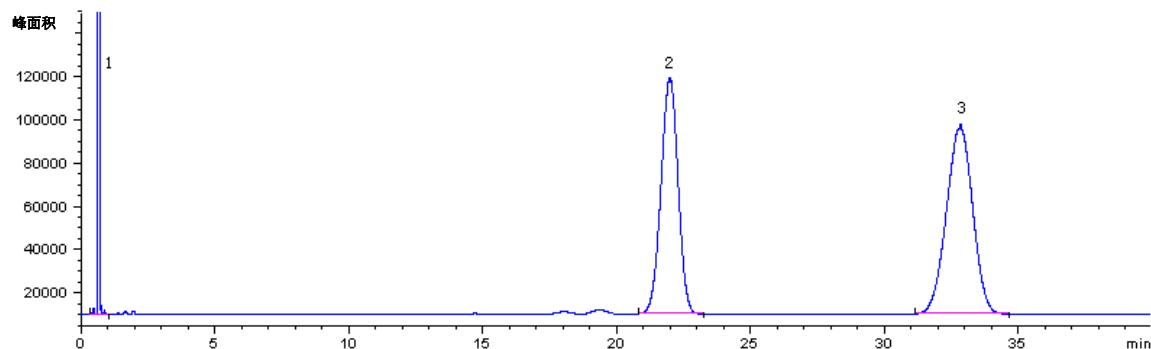
A. 6. 2 分析步骤

按《中华人民共和国药典》2005年版二部附录VIII H重金属检查法第二法测定，具体方法如下：

称取 $1.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 实验室样品，置坩埚中缓缓炽灼至完全炭化，放冷；加硫酸 0.5 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 $500\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷，取遗留的残渣，加硝酸 0.5 mL ，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸 2 mL ，置水浴上蒸干后加水 15 mL ，滴加氨试液至对酚酞指示液显中性，再加乙酸盐缓冲液（pH3.5） 2 mL ，微热溶解后，移置纳氏比色管甲管中，加水稀释成 25 mL ；另取配制供试溶液的试剂，至瓷皿中蒸干后，加乙酸盐缓冲液（pH3.5） 2 mL 与水 15 mL ，微热溶解后，移置纳氏比色管乙管中，加标准铅溶液 1.0 mL ，再用水稀释成 25 mL ；再在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各 2 mL ，摇匀，放置 2 min ，同置白纸上，自上向下透视，甲管中显示的颜色与乙管比较，不得更深。

附录 B
(资料性附录)

维生素 E (dl- α -醋酸生育酚) 含量测定典型气相色谱图和各组分相对保留时间



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

图 B.1 维生素 E (dl- α -醋酸生育酚) 含量测定典型气相色谱图

表 B.1 维生素 E (dl- α -醋酸生育酚) 含量测定各组分相对保留时间

峰序	组分名称	相对保留时间 (min)
1	正己烷	0.03
2	维生素 E	1.00
3	内标物 (十六酸十六醇酯)	1.49