



# 中华人民共和国国家标准

GB 1886.233—2016

## 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前　　言

本标准代替 GB 19191—2003《食品添加剂 天然维生素 E》。

本标准与 GB 19191—2003 相比较,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E”;

——修改了维生素 E 包含的生育酚种类;

——增加了折光率指标要求;

——增加了吸收系数指标要求。

# 食品安全国家标准

## 食品添加剂 维生素 E

### 1 范围

本标准适用于从天然食用植物油的副产物中提取的天然维生素 E 或人工合成的维生素 E, 以食用植物油调制而成的制品。本标准适用的维生素 E 中包括以下生育酚种类: d- $\alpha$ -生育酚、dl- $\alpha$ -生育酚、d- $\alpha$ -醋酸生育酚、dl- $\alpha$ -醋酸生育酚、d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚、dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚、d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓缩物、混合生育酚浓缩物。

### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

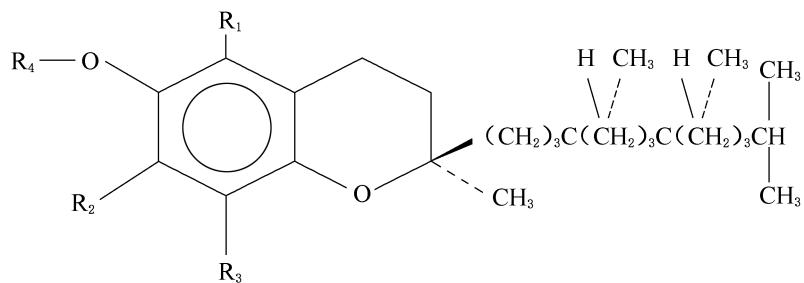
#### 2.1 化学名称

d- $\alpha$ -生育酚: (+)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;  
 dl- $\alpha$ -生育酚: (±)2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)-6-色原醇;  
 d- $\alpha$ -醋酸生育酚: (+)2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)色满醇-6-乙酸酯;  
 dl- $\alpha$ -醋酸生育酚: (±)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;  
 d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚: (+)2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)色满醇-6-琥珀酸酯;  
 dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚: (±)2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)色满醇-6-琥珀酸酯。

#### 2.2 分子式

d- $\alpha$ -生育酚: C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub>  
 dl- $\alpha$ -生育酚: C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub>  
 d- $\alpha$ -醋酸生育酚: C<sub>31</sub>H<sub>52</sub>O<sub>3</sub>  
 dl- $\alpha$ -醋酸生育酚: C<sub>31</sub>H<sub>52</sub>O<sub>3</sub>  
 d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚: C<sub>33</sub>H<sub>54</sub>O<sub>5</sub>  
 dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚: C<sub>33</sub>H<sub>54</sub>O<sub>5</sub>

#### 2.3 结构式



d- $\alpha$ -生育酚、dl- $\alpha$ -生育酚、d- $\alpha$ -醋酸生育酚、dl- $\alpha$ -醋酸生育酚、d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚、dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚、d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓缩物、混合生育酚浓缩物的结构式中对应 R<sub>1</sub> 基团、R<sub>2</sub> 基团、R<sub>3</sub> 基团、R<sub>4</sub> 基团如表 1 所示。

表 1

| 种类                   | R <sub>1</sub> 位取代基 | R <sub>2</sub> 位取代基 | R <sub>3</sub> 位取代基 | R <sub>4</sub> 位取代基                    |
|----------------------|---------------------|---------------------|---------------------|--|
| d- $\alpha$ -生育酚     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | H                                      |
| d- $\beta$ -生育酚      | CH <sub>3</sub>     | H                   | CH <sub>3</sub>     | H                                      |
| d- $\gamma$ -生育酚     | H                   | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | H                                      |
| d- $\delta$ -生育酚     | H                   | H                   | CH <sub>3</sub>     | H                                      |
| dl- $\alpha$ -生育酚    | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | H                                      |
| d- $\alpha$ -醋酸生育酚   | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub> CO                     |
| dl- $\alpha$ -醋酸生育酚  | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub> CO                     |
| d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚  | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | HOCO(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO |
| dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚 | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | CH <sub>3</sub>     | HOCO(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO |

## 2.4 相对分子质量

d- $\alpha$ -生育酚:430.71(按 2013 年国际相对原子质量);  
 dl- $\alpha$ -生育酚:430.71(按 2013 年国际相对原子质量);  
 d- $\alpha$ -醋酸生育酚:472.75(按 2013 年国际相对原子质量);  
 dl- $\alpha$ -醋酸生育酚:472.75(按 2013 年国际相对原子质量);  
 d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚:530.79(按 2013 年国际相对原子质量);  
 dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚:530.79(按 2013 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 2 的规定。

表 2 感官要求

| 项目 | 要求  | 检验方法                              |
|----|---|-----------------------------------|
| 色泽 | d- $\alpha$ -生育酚:棕红色至浅黄色                    | 将适量试样均匀置于白瓷盘或透明烧杯内,在自然光线下观察其色泽和状态 |
|    | d- $\alpha$ -醋酸生育酚:无色至黄色                    |                                   |
|    | d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓缩物:浅棕色至浅黄色               |                                   |
|    | d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚:白色至类白色                  |                                   |
|    | dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚:白色至类白色                 |                                   |
|    | 混合生育酚浓缩物:棕红色至浅黄色                            |                                   |
| 性状 | d- $\alpha$ -生育酚:澄清油状液体                     |                                   |
|    | d- $\alpha$ -醋酸生育酚:澄清黏稠油状液体,放置会固化,约 25 ℃时熔化 |                                   |
|    | d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓缩物:澄清粘稠油状液体              |                                   |
|    | d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚:结晶性粉末,约 75 ℃时熔化         |                                   |
|    | dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚:结晶性粉末,约 75 ℃时熔化        |                                   |
|    | 混合生育酚浓缩物:澄清油状液体,允许有微晶析出                     |                                   |

### 3.2 理化指标

理化指标应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

| 项 目   | 指 标  |       |                           |                    |                     |                      | 检验方法          |  |  |  |  |
|---|--|-------|---------------------------|--------------------|---------------------|----------------------|---------------|--|--|--|--|
|   | d- $\alpha$ -生育酚                             |       | d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓<br>缩物 | d- $\alpha$ -醋酸生育酚 | d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚 | dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚 |               |  |  |  |  |
|   | E50 型  | E70 型 |                           |                    |                     |                      |               |  |  |  |  |
| 含量 <sup>a</sup> ,<br>w/%  | 总生育酚   | ≥50.0 | ≥70.0                     | ≥70.0              | 96.0~102.0          | ≥50.0                | 附录 A 中<br>A.3 |  |  |  |  |
|   | 其中, d- $\alpha$ -生育酚                         | ≥95.0 |                           | —                  |                     |                      |               |  |  |  |  |
|   | d- $\beta$ -、d- $\gamma$ -和 d- $\delta$ -生育酚 | —     |                           |                    |                     | ≥80.0                |               |  |  |  |  |
| 酸度/mL   |  | ≤1.0  | ≤0.5                      | 18.0~19.3          | ≤1.0                | 附录 A 中<br>A.4        |               |  |  |  |  |
| 比旋光度 [ $\alpha$ ] <sub>D</sub> <sup>25</sup> ≥  |  | +24°  |                           |                    | —                   | +20°                 | 附录 A 中<br>A.5 |  |  |  |  |
| 吸光系数 E <sub>1 cm</sub> <sup>1%</sup><br>(284 nm)  |  | —     | 41.0~45.0                 | —                  | —                   | —                    | 附录 A 中<br>A.6 |  |  |  |  |
| 折光率 n <sub>D</sub> <sup>20</sup>  |  | —     | 1.494~<br>1.499           | —                  | —                   | —                    | GB/T 614      |  |  |  |  |
| 重金属(以 Pb 计)/<br>(mg/kg) ≤   |  | 10    |                           |                    |                     | —                    | GB 5009.74    |  |  |  |  |
| <p>注 1: 商品化的食品添加剂维生素 E 产品应以符合本标准的维生素 E 为原料,可含有符合食品添加剂质量规格标准的抗氧化剂、乳化剂、增稠剂、抗结剂等食品添加剂和(或)食用植物油等食品原料制成,其 d-<math>\alpha</math>-生育酚、d-<math>\alpha</math>-醋酸生育酚、d-<math>\alpha</math>-醋酸生育酚浓缩物、d-<math>\alpha</math>-琥珀酸生育酚、dl-<math>\alpha</math>-琥珀酸生育酚、混合生育酚浓缩物中各物质含量应符合标识值。</p> <p>注 2: dl-<math>\alpha</math>-生育酚的技术指标应符合 GB 29942 的相关要求,dl-<math>\alpha</math>-醋酸生育酚的技术指标应符合 GB 14756 的相关要求。</p> |  |       |                           |                    |                     |                      |               |  |  |  |  |
| <p><sup>a</sup> 含量也可以用国际单位表示(IU/g),1 mg d-<math>\alpha</math>-生育酚=1.49 IU,1 mg d-<math>\alpha</math>-醋酸生育酚=1.36 IU,1 mg d-<math>\alpha</math>-琥珀酸生育酚=1.21 IU。</p>   |  |       |                           |                    |                     |                      |               |  |  |  |  |

## 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,试验用水应符合 GB/T 6682 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 试剂和材料

A.2.1.1 无水乙醇。

A.2.1.2 硝酸。

##### A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 取试样约 50 mg,加无水乙醇 10 mL 使溶解,振摇下加硝酸 2 mL,置 75℃ 下加热 15 min,呈现浅红色至橙色。

A.2.2.2 在含量测定的气相色谱图上,供试样溶液的主峰(混合生育酚应为第三大主峰)与对照品溶液的主峰保留时间应一致(溶剂峰、内标峰除外)。

#### A.3 含量测定

##### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 十六酸十六醇酯。

A.3.1.2  $\alpha$ -生育酚对照品。

A.3.1.3  $\alpha$ -醋酸生育酚对照品。

A.3.1.4  $\alpha$ -琥珀酸生育酚对照品。

A.3.1.5 正己烷。

##### A.3.2 仪器和设备

气相色谱仪。

##### A.3.3 分析步骤

###### A.3.3.1 d- $\alpha$ -生育酚含量的测定

###### A.3.3.1.1 溶液配制

内标溶液:称取十六酸十六醇酯适量,加正己烷振摇使溶解并稀释成每 1 mL 中含 2 mg 的溶液,摇匀,即得。

对照品溶液:称取  $\alpha$ -生育酚对照品 15 mg,准确至 0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至

10.0 mL，密塞，振摇使溶解，即得。

供试样溶液：称取试样适量，准确至 0.02 mg，置棕色量瓶中，加内标溶液稀释至 10.0 mL，振摇使溶解，即得约含 d- $\alpha$ -生育酚 1.5 mg/mL 的溶液。

#### A.3.3.1.2 参考色谱条件

SE-30 毛细管色谱柱,氢火焰离子检测器,保持柱箱温度 250 ℃,汽化温度、检测温度为 300 ℃。载气为氮气,调整载气流速使内标峰保留时间在 18 min~20 min。吸取对照品溶液 1  $\mu$ L,注入色谱仪,记录色谱图,理论板数按  $\alpha$ -生育酚峰计应大于 1 500;多次重复进样,校正因子相对标准偏差应不大于 2.0%。取供试样溶液 1  $\mu$ L 注入色谱仪,记录色谱图, $\alpha$ -生育酚峰相对保留时间为 1.0,则内标峰相对保留时间约为 1.9, $\beta$ -、 $\gamma$ -生育酚峰相对保留时间约为 0.8, $\delta$ -生育酚峰相对保留时间约为 0.6。

#### A.3.3.1.3 校正因子测定

取对照品溶液 1  $\mu$ L 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 量取  $\alpha$ -生育酚峰峰面积  $A_{\text{对}1}$  和内标峰峰面积  $A_{\text{内}1}$ , 按式(A.1)计算校正因子  $f_1$ :

式中  $i$

$A_{\text{内}1}$ ——内标峰峰面积;

$\frac{m_{\text{对}1}}{10}$  ——  $\alpha$ -生育酚对照品的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{\text{对}1}$ —— $\alpha$ -生育酚峰峰面积；

$\rho_{内1}$  —— 内标溶液内标物浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL)。

#### A.3.3.1.4 测定

取供试样溶液 1  $\mu\text{L}$  注入气相色谱仪, 记录色谱图, 计算  $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -和  $\gamma$ -生育酚、 $\delta$ -生育酚峰峰面积 ( $A_{\alpha_2}, A_{\beta_2}, A_{\gamma_2}$ ), 并计算前两项之和 ( $A_{\alpha_2}$ ), 以及内标峰峰面积  $A_{\text{内}2}$ , 按式(A.2)、式(A.3)计算含量:

式中：

$f_1$  ——校正因子；

$A_{t^2}$  ——生育酚峰总峰面积;

$\rho_{\text{内1}}$  —— 内标溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{\text{内}2}$ ——内标峰峰面积;

$\frac{m_{\text{样}2}}{10}$ —试样溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w_{\text{对}}$ —— $\alpha$ -生育酚对照品含量, %;

$A_{\alpha^2}$  ——  $\alpha$ -生育酚峰峰面积。

#### A.3.3.2 混合生育酚浓缩物含量的测定

#### A.3.3.2.1 溶液配制

内标溶液、对照品溶液同 A.3.3.1.1。

供试样溶液:称取试样适量,准确至0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至10.0 mL,振摇使溶解,即得约含d-β+ d-γ-生育酚1.5 mg/mL的溶液。

#### A.3.3.2.2 参考色谱条件

同A.3.3.1.2。

#### A.3.3.2.3 校正因子测定

同A.3.3.1.3。

#### A.3.3.2.4 测定

取供试样溶液1 μL注入气相色谱仪,记录色谱图,计算α-生育酚、β-和γ-生育酚、δ-生育酚峰峰面积( $A_{\alpha 4}$ , $A_{\beta, \gamma 4}$ , $A_{\delta 4}$ ),并计算前三项之和( $A_{t4}$ )以及内标峰峰面积 $A_{内4}$ ,按式(A.4)、式(A.5)计算含量:

$$\text{总生育酚含量: } w_{T4} = f_4 \times \frac{A_{t4} \times \rho_{内4}}{A_{内4} \times \frac{m_{样4}}{10}} \times w_{对} \times 100\% \quad (\text{A.4})$$

d-β- 和 d-γ- 生育酚及 d-δ- 生育酚相对含量:

$$w_{\beta, \gamma, \delta} = \frac{A_{\beta, \gamma 4} + A_{\delta 4}}{A_{t4}} \times 100\% \quad (\text{A.5})$$

式中:

$f_4$  ——校正因子;

$A_{t4}$  ——生育酚峰总峰面积;

$\rho_{内4}$  ——内标溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{内4}$  ——内标峰峰面积;

$\frac{m_{样4}}{10}$  ——试样溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w_{对}$  ——α-生育酚对照品含量,%;

$A_{\beta, \gamma 4}$  ——β-、γ-生育酚峰峰面积;

$A_{\delta 4}$  ——δ-生育酚峰峰面积。

#### A.3.3.3 d-α-醋酸生育酚、d-α-醋酸生育酚浓缩物含量的测定

##### A.3.3.3.1 溶液配制

内标溶液同A.3.3.1.1。

对照品溶液:称取d-α-醋酸生育酚对照品15 mg,准确至0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至10.0 mL,密塞,振摇使溶解,即得。

供试样溶液:称取试样适量,准确至0.02 mg,置棕色量瓶中,加内标溶液稀释至10.0 mL,振摇使溶解,即得约含d-α-醋酸生育酚1.5 mg/mL的溶液。

##### A.3.3.3.2 参考色谱条件

SE-30毛细管色谱柱,氢火焰离子检测器,保持柱箱温度250 °C,汽化温度、检测温度为300 °C。载气为氮气,调整载气流速使内标峰保留时间在18 min~20 min。吸取对照品溶液1 μL,注入色谱仪,记录色谱图,理论板数按α-醋酸生育酚峰计应大于1 500;多次重复进样,校正因子相对标准偏差应不大于2.0%。取供试样溶液1 μL注入色谱仪,记录色谱图,以内标峰相对保留时间为1.0,则α-醋酸生育酚峰相对保留时间约为0.6。

#### A.3.3.3 校正因子测定

取对照品溶液 1  $\mu$ L 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 量取  $\alpha$ -醋酸生育酚峰峰面积  $A_{\text{对}6}$  和内标峰峰面积  $A_{\text{内}6}$ , 按式(A.6)计算校正因子  $f_6$ :

式中：

$A_{\text{内}6}$ ——内标峰峰面积；

$\frac{m_{\text{对}6}}{10}$  ——  $\alpha$ -醋酸生育酚对照品的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{\text{对}6}$  —— $\alpha$ -醋酸生育酚峰峰面积；

$\rho_{\text{内6}}$  —— 内标溶液内标物浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL)。

#### A.3.3.3.4 测定

取供试样溶液 1  $\mu\text{L}$  注入气相色谱仪, 记录色谱图, 计算  $\alpha$ -醋酸生育酚峰峰面积  $A_{\text{样7}}$ 、内标峰峰面积  $A_{\text{内7}}$ , 按式(A.7)计算含量:

式中：

$f_6$  ——校正因子；

$A_{\text{样}7}$  ——  $\alpha$ -醋酸生育酚峰峰面积；

$\rho_{\text{内6}}$  —— 内标溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{\text{内7}}$ ——内标峰峰面积；

$\frac{m_{\text{样}}}{10}$ —试样溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w_{\text{对}}$  ——  $\alpha$ -醋酸生育酚对照品的含量, %。

#### A.3.3.4 d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚、dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚含量的测定

#### A.3.3.4.1 溶液配制

内标溶液:同 A.3.3.1.1。

对照品溶液：称取 $\alpha$ -琥珀酸生育酚对照品15mg，准确至0.02mg，置棕色量瓶中，加内标溶液稀释至10.0mL，密塞，振摇使溶解，即得。

供试样溶液：称取试样 15 mg，准确至 0.02 mg，置棕色量瓶中，加内标溶液稀释至 10.0 mL，振摇使溶解，即得。

#### A.3.3.4.2 参考色谱条件

SE-30 毛细管色谱柱，氢火焰离子检测器，保持柱箱温度 250 ℃，汽化温度、检测温度为 300 ℃。载气为氮气，调整载气流速使内标峰保留时间在 18 min~20 min。吸取对照品溶液 1 μL，注入色谱仪，记录色谱图，理论板数按 α-琥珀酸生育酚峰计应大于 1500；多次重复进样，校正因子相对标准偏差应不大于 2.0%。取供试样溶液 1 μL 注入色谱仪，记录色谱图，以内标峰相对保留时间为 1.0，则 α-琥珀酸生育酚峰相对保留时间约为 0.6。

#### A.3.3.4.3 校正因子测定

取对照品溶液 1  $\mu$ L 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 量取  $\alpha$ -琥珀酸生育酚峰峰面积  $A_{\text{对}8}$  和内标峰峰面积  $A_{\text{内}8}$ , 按式(A.8)计算校正因子  $f_8$ :

式中：

$A_{\text{内}8}$ ——内标峰峰面积；

$\frac{m_{\text{对}8}}{10}$   $\alpha$ -琥珀酸生育酚对照品的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{\text{对}8}$ —— $\alpha$ -琥珀酸生育酚峰峰面积；

$\rho_{内8}$  —— 内标溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL)。

#### A.3.3.4.4 测定

取供试样溶液 1  $\mu\text{L}$  注入气相色谱仪, 记录色谱图, 计算  $\alpha$ -琥珀酸生育酚峰峰面积  $A_{\text{样9}}$ , 内标峰峰面积  $A_{\text{内9}}$ , 按式(A.9)计算含量:

式中：

$f_8$  ——校正因子；

$A_{\text{样9}}$  ——  $\alpha$ -琥珀酸生育酚峰峰面积；

$\rho_{内9}$  —— 内标溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A_{\text{内}9}$ ——内标峰峰面积；

$\frac{m_{\text{样9}}}{10}$ —试样溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w_{\text{对}}$  ——  $\alpha$ -琥珀酸生育酚对照品的含量, %。

所得结果取两次平行测定的算术平均值,两次平行测定结果绝对偏差:d- $\alpha$ -生育酚、混合生育酚浓缩物应不大于2.0%,d- $\alpha$ -醋酸生育酚、d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓缩物、d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚、dl- $\alpha$ -琥珀酸生育酚应不大于1.5%。

#### A.4 酸度

#### A.4.1 试剂和材料

#### A.4.1.1 乙醚。

#### A.4.1.2 无水乙醇。

#### A.4.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ]。

#### A.4.1.4 酚酞指示液 10 g/L。

#### A.4.2 分析步骤

量取无水乙醇与乙醚各 15 mL, 置锥形瓶中, 加酚酞指示液 0.5 mL, 滴加氢氧化钠标准滴定溶液至微显粉红色, 加试样 1.0 g 溶解后, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色, 保持 30 s 不褪色, 记

录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

## A.5 比旋光度

#### A.5.1 试剂和材料

- A.5.1.1 无水硫酸钠。
  - A.5.1.2 异辛烷。
  - A.5.1.3 氢氧化钾。
  - A.5.1.4 盐酸。
  - A.5.1.5 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 1 g,用水溶解,加水稀释至 125 mL。
  - A.5.1.6 10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液:取铁氰化钾 10.0 g,加氢氧化钠溶液(1→125)振摇使溶解,并稀释至 100 mL;
  - A.5.1.7 硫酸乙醇溶液 1:取浓硫酸和乙醇按 1 : 6 体积比混合。  
2:取 1 mol/L 硫酸加乙醇按 1 : 71 体积比混合。

#### A.5.2 仪器和设备

采用 GB/T 613 中规定的仪器装置。

### A.5.3 分析步骤

#### A.5.3.1 d- $\alpha$ -生育酚、混合生育酚浓缩物

称取试样适量(约相当于总生育酚 400 mg),准确至 0.2 mg,置分液漏斗中,用乙醚 50 mL 溶解,加 10% 铁氰化钾的氢氧化钠溶液 50 mL,摇荡 3 min;用水洗涤乙醚溶液四次,每次用水 50 mL。取乙醚液用无水硫酸钠干燥,干燥过的乙醚液置水浴中减压或在一个大气压氮气流下蒸发浓缩至约 7 mL~8 mL 时,停止加热,继续挥发乙醚至干。残渣立即用异辛烷 25.0 mL 溶解,在 25 °C ± 0.5 °C 下,按照 GB/T 613 中规定的方法测定旋光度,按式(A.10)计算比旋光度。

式中：

$\alpha$  ——测得的旋光度;

*L* ——测定管的长度,单位为分米(dm);

*m* ——试样质量,单位为克(g);

$X$  ——总生育酚含量, %;

$m/25$  —— 测定溶液浓度, 单位为克每毫升(g/mL)。

#### A.5.3.2 d- $\alpha$ -醋酸生育酚、d- $\alpha$ -醋酸生育酚浓缩物

称取试样适量(约相当于 $\alpha$ -生育酚0.4g),准确至0.0002g,置150mL圆底烧瓶中,加无水乙醇25mL使溶解,加硫酸乙醇溶液120mL,回流3h,冷却。用硫酸乙醇溶液2定量转移至200mL量瓶中并稀释至刻度,摇匀。精密量取100mL置于分液漏斗中,加水200mL,混匀,用乙醚萃取,第一次75mL,第二、三次各25mL。合并乙醚液,加10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液50mL,摇荡3min;以下同A.5.3.1方法操作。并按式(A.11)计算比旋光度。

$$[\alpha]_{D^2}^{25\text{ C}} = \frac{\alpha}{L \times X \times \frac{m}{25} \times 0.911} \quad \dots \dots \dots \text{ ( A.11 )}$$

式中  $i$

$\alpha$  —— 测得的旋光度；  
 $L$  —— 测定管的长度, 单位为分米(dm)；  
 $X$  —— 试样中醋酸生育酚含量, %；  
 $m$  —— 试样质量, 单位为克(g)；  
 $\frac{m}{25}$  —— 测定溶液浓度, 单位为克每毫升(g/mL)；  
 0.911 —— 相对于 d- $\alpha$ -生育酚的单位换算指数。

#### A.5.3.3 d- $\alpha$ -琥珀酸生育酚

称取试样适量(约相当于 $\alpha$ -生育酚400mg),准确至0.2mg,置250mL圆底烧瓶中,加无水乙醇50mL使溶解,回流1min;当溶液煮沸时,从冷凝器中缓慢加入颗粒状氢氧化钾1g,避免过热;继续回流20min,经冷凝管滴加盐酸2mL,放冷,溶液转至500mL,分液漏斗中,用水100mL、乙醚100mL洗涤烧瓶,洗涤液置分液漏斗中,剧烈振摇,静置分层后,分离,水层用乙醚萃取2次,每次50mL;合并乙醚萃取液,用水洗涤4次,每次100mL;乙醚液置水浴中减压或在氮气流下浓缩至体积约7mL~8mL时,停止加热,继续挥发乙醚至干,残渣立即加硫酸乙醇溶液20mL使溶解,转移至分液漏斗中,用少量硫酸乙醇溶液2洗涤容器并移入分液漏斗中,加水200mL,用乙醚萃取3次,第1次75mL,第2、3次各25mL,合并乙醚液,加10%铁氰化钾的氢氧化钠溶液50mL,摇荡3min;以下同A.5.3.1方法操作。按式(A.12)计算比旋光度。

$$[\alpha]_{D_3}^{25^\circ\text{C}} = \frac{\alpha}{L \times X \times \frac{m}{25} \times 0.811} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.12})$$

式中：

$\alpha$  —— 测得的旋光度；  
 $L$  —— 测定管的长度, 单位为分米(dm);  
 $X$  —— 试样中琥珀酸生育酚含量, %;  
 $m$  —— 试样质量, 单位为克(g);  
 $\frac{m}{25}$  —— 测定溶液浓度, 单位为克每毫升(g/mL);  
 0.811 —— 相对于 d- $\alpha$ -生育酚的单位换算指数。

#### A.6 吸光系数的测定

#### A.6.1 试剂和材料

无水乙醇。

## A.6.2 仪器和设备

分光光度计。

### A.6.3 分析步骤

称取约 0.02 g 试样, 精确至 0.002 g, 加无水乙醇溶解并稀释至 200 mL, 摆匀, 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 284 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.6.4 结果计算

吸光系数  $E_{\text{cm}}^{1\%}$  (284 nm), 按式(A.13)计算:

式中：

A ——被测试样液的吸光度；

$\rho$  ——被测试样液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);

100——浓度换算系数。

试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%。