

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0549—1996

上海市技术监督情报研究所
登记号 QT973617

出口蜂王浆及干粉中 维生素 B₆ 检验方法

Method for determination of vitamin B₆
in fresh royal jelly and lyophilized royal
jelly powder for export

1996-07-10 发布

1996-12-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

前 言

本标准是根据 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定进行编写的,同时参考了 SN/T 0001—1995 出口商品中农药、兽药残留及生物毒素检验方法编写的基本规定(以下简称《规定》)。标准的起草依据日本等国对蜂王浆及干粉中添加的维生素 B₆ 含量的要求,参考国内外有关文献及《规定》内容而制定。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国浙江进出口商品检验局。

本标准主要起草人:鲍晓霞、陈笑梅。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口蜂王浆及干粉中 维生素 B₆ 检验方法

SN/T 0549—1996

Method for determination of vitamin B₆
in fresh royal jelly and lyophilized
royal jelly powder for export

1 范围

本标准规定了出口强化蜂王浆及干粉中维生素 B₆ 检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。
本标准适用于出口强化蜂王浆及干粉中维生素 B₆ 的测定。

2 抽样和制样

2.1 检验批

鲜王浆以不超过 300 kg 为一检验批。王浆冻干粉以不超过 100 kg 为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同特征,如包装、产地、规格和等级等。

2.2 抽样方式和数量

每批抽样不少于 3 箱,每箱取 60 g,若从冷库中取出鲜王浆,需经解冻,干粉需升温至室温取样,共约 180 g,作为原始样品。

注:车间取样(仅限鲜蜂王浆),以每个拼配锅为一个生产批号作为取样单位,但不得超过 300 kg,抽取样品不超过 500 g,充分混匀后,密封保存。

2.3 试样制备

从每袋原始样品中取出部分有代表性样品,充分混匀,用四分法缩分出不少于 50 g 试样。装入清洁容器内,加封后,标明标记,送实验室作检验样。

2.4 样品保存

将样品于 -18℃ 以下冷冻保存。

注:在抽样及制样过程中,必须防止样品受到污染或发生含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样用 10% 偏磷酸提取,沉淀样品中的蛋白质,离心,取上清液,用高效液相色谱仪测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊规定外,试剂均为分析纯。

3.2.1 乙腈:液相色谱专用。

3.2.2 偏磷酸(HPO₃)。

3.2.3 10% 偏磷酸水溶液:称取 10 g 偏磷酸(HPO₃)溶于水中,用水稀释定容至 100 mL。

3.2.4 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。

3.2.5 0.03 mol/L 磷酸二氢钾水溶液：称取 4.0824 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)溶于水中，用水稀释定容至 100 mL。

3.2.6 维生素 B_6 标准品：吡哆醇，生物标准品，纯度大于 99%。

3.2.7 维生素 B_6 标准储备液：称取 100 mg 维生素 B_6 溶于水中，用水稀释定容至 100 mL。该液 1 mL 相当于 1 mg 维生素 B_6 。保存于 4℃ 冰箱中。

3.2.8 维生素 B_6 标准工作液：吸取维生素 B_6 标准储备液 1.0 mL，用水稀释定容至 100 mL。该液 1 mL 相当于 10 μg 维生素 B_6 。保存于 4℃ 冰箱中。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪，配有荧光检测器。

3.3.2 旋涡混匀器或超声波提取仪。

3.3.3 离心机。

3.3.4 50 mL 容量瓶。

3.3.5 微量进样器，10 μL 。

3.4 测定步骤

3.4.1 样品处理

准确称取有代表性的均匀样品约 0.5 g (精确到 0.0001 g)，于 50 mL 容量瓶中，加 25 mL 10% 偏磷酸，在旋涡混匀器或超声波提取器上提取 5 min，用水稀释定容至刻度，摇匀。取部分溶液离心。取上清液用水稀释至适当浓度，作高效液相色谱测定用。

3.4.2 液相色谱测定

3.4.2.1 液相色谱条件

a) 色谱柱：ODS-C18 柱(4.0 mm×250 mm)。

b) 流动相：0.03 mol/L 磷酸二氢钾/乙腈(80+20，以稀磷酸调至 pH2.3)。

c) 流速：1.0 mL/min。

d) 检测器：荧光检测器，Ex 290 nm，Em 390 nm。

3.4.2.2 维生素 B_6 色谱图

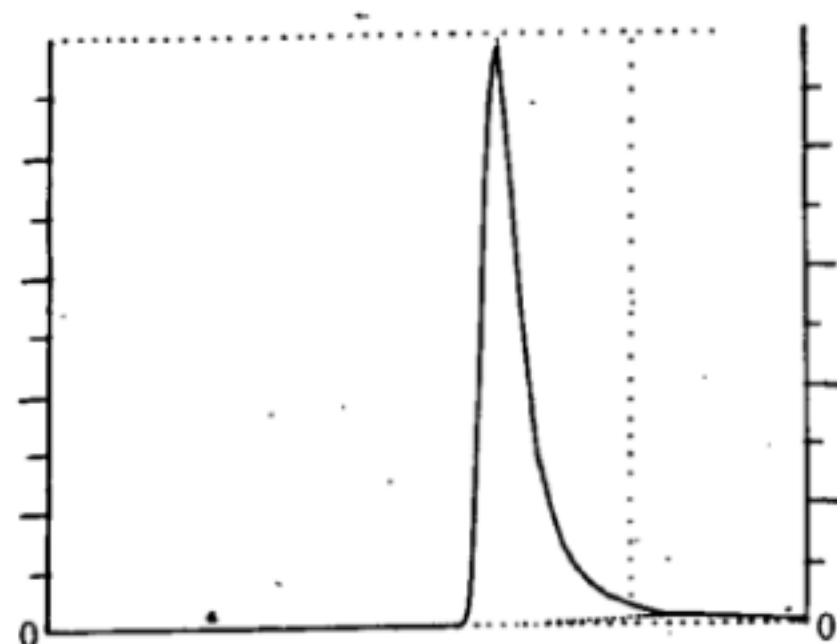


图 1 维生素 B_6 色谱图

3.4.2.3 色谱测定

对标准工作溶液和样液等体积穿插进样 2 μL 测定。在上述色谱条件下,维生素 B₆ 保留时间约为 4.0 min。

3.4.3 空白试验

除不加试样外,按上述测定步骤进行。

3.4.4 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中维生素 B₆ 含量:

$$X = \frac{c \cdot H_{sp} \cdot V \cdot A}{H_{st} \cdot m \cdot 10\,000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——维生素 B₆ 含量, %;

H_{sp} ——样液中维生素 B₆ 的峰高, mm;

H_{st} ——标准工作溶液中维生素 B₆ 的峰高, mm;

c ——标准工作溶液中维生素 B₆ 的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——称取的试样量, g;

A ——稀释倍数;

V ——称样时的定容体积, mL。

注: 计算结果需要扣除空白值。



SN/T0549-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年11月第一版 1996年11月第一次印刷 书号:155066·2-11190