



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4890—2017

出口食品中姜黄素的测定 高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法

Determination of curcuminoids in foodstuffs for export—
HPLC method and HPLC-MS/MS method

2017-08-29 发布

2018-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局、中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈鹭平、方恩华、徐敦明、林立毅、林建忠、洪煜琛、王鹭骁、孙婷、黎翠玉。

出口食品中姜黄素的测定

高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中姜黄素的高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于果冻、巧克力制品、碳酸饮料、麦片、冰淇淋、调制乳粉、调味糖浆、粉圆、复合调味料、酥炸粉、腌渍的蔬菜、方便面饼、膨化食品等食品中姜黄素总量的测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

姜黄素类化合物 curcuminoids

姜黄素类化合物,亦称“姜黄色素”或“总姜黄素”,化学结构上因携带甲氧基“CH₃O-”个数不同而分为三种化合物。包括姜黄素(Curcumin)、脱甲氧基姜黄素(Demethoxycurcumin)、双脱甲氧基姜黄素(Bisdemethoxycurcumin),其含量之和称为姜黄素总含量(mg/kg)。

3.2

食品添加剂 姜黄 turmeric

姜科姜黄属植物原料或其粗提取产物,为粉状或油膏状,其中的姜黄素总含量较低,三种姜黄素的含量水平近似。

3.3

食品添加剂 姜黄素 curcumins

姜科姜黄属植物粗提取产物,再经物理方法精制而得,为结晶状,姜黄素总含量较高,其中 Cur I 的含量相对偏高。

第一法 高效液相色谱法

4 方法提要

采用甲醇-水溶液提取试样中的姜黄素,提取液直接过滤后测定,对于杂质干扰严重或含量较低的食品样品需要用聚酰胺固相萃取柱富集和净化,洗脱液氮气吹干定容。用高效液相色谱仪,DAD 或 UV-vis 检测器测定,外标法峰面积定量。

5 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 5.1 甲醇:液相色谱级。
- 5.2 乙腈:液相色谱级。
- 5.3 甲酸:液相色谱级。
- 5.4 氨水:36%,分析纯。
- 5.5 2%氨化甲醇溶液:量取 2 mL 氨水(5.4),用甲醇(5.1)溶解并定容至 100 mL,混匀。
- 5.6 0.1%甲酸水溶液:量取 1 mL 甲酸(5.3),加水溶解并定容至 1 000 mL,混匀。
- 5.7 0.1%甲酸乙腈溶液:量取 1 mL 甲酸(5.3),加乙腈溶解并定容至 1 000 mL,混匀。
- 5.8 提取溶剂:甲醇-水(7+3,体积比),量取 700 mL 甲醇(5.1)和 300 mL 水,混匀。
- 5.9 淋洗溶剂:5%甲醇水(体积比),量取 5 mL 甲醇(5.1)和 95 mL 水,混匀。
- 5.10 姜黄素(以下简称 Cur I)标准物质:Curcumin, $C_{21}H_{20}O_6$, CAS 号:458-37-7,纯度 $\geq 98\%$ 。标准物质详细信息见附录 A 中表 A.1。
- 5.11 脱甲氧基姜黄素(以下简称 Cur II)标准物质:Demethoxycurcumin, $C_{20}H_{18}O_5$, CAS 号:22608-11-3,纯度 $\geq 98\%$ 。
- 5.12 双脱甲氧基姜黄素(以下简称 Cur III)标准物质:Bidemethoxycurcumin, $C_{19}H_{16}O_4$, CAS 号:24939-16-0,纯度 $\geq 98\%$ 。
- 5.13 标准储备液:准确称取适量的(精确至 0.1 mg)三种姜黄色素标准物质,混合后用甲醇溶解定容至 50 mL,以 Cur I、Cur II 和 Cur III 分别计,溶液浓度各自相当于 200 mg/L。0℃~4℃避光保存,6 个月内含量稳定。
- 5.14 标准工作溶液:吸取适量标准储备液(5.13),用提取溶剂(5.8),配成 0.500 mg/L,1.00 mg/L,10.0 mg/L,20.0 mg/L,100 mg/L 的标准工作溶液,临用前配制,0℃~4℃避光保存。
- 5.15 Anpelclean PA 聚酰胺固相萃取柱或相当者:规格 60 mg,3 mL。
- 5.16 亲水性聚四氟乙烯(PTFE)针式微孔滤膜或相当者:规格 13 mm,0.45 μm 。

6 仪器与设备

- 6.1 高效液相色谱仪,配有二极管阵列检测器或配有 UV-vis 检测器。
- 6.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.1 mg。
- 6.3 均质器,转速不小于 15 000 r/min。
- 6.4 离心机:转速不低于 4 500 r/min。
- 6.5 离心管:50 mL 塑料离心管。
- 6.6 氮吹仪。

7 测定步骤

7.1 试样制备与保存

在制样的操作过程中,应防止样品污染或发生残留物含量的变化。

取代表性样品约 500 g,用粉碎机充分粉碎,混匀,均匀性较好的液体样品不用均质直接取用。试样均分为两份,装入洁净玻璃容器,密封,并标明标记。于 4℃以下存放。

7.2 含干扰物质较少的食品(如面条等)直接提取

称取试样约 2.5 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 甲醇-水(5.8),在均质器上均质提取 1 min 后,将试样提取液全部转入 25 mL 容量瓶中,用甲醇-水(5.8)定容到 25 mL,混匀后转移到另外干净离心管中,以 4 000 r/min 离心 2 min 后,直接取上清液过 0.45 μm 亲水聚四氟乙烯(PTFE)针式滤膜,供仪器测定。

7.3 含干扰物质较多的食品(如乳粉、冰淇淋、焙烤坚果等)需净化

称取试样约 2.5 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 甲醇-水(5.8),在均质器上均质提取 1 min 后,将试样提取液全部转入 25 mL 容量瓶中,用甲醇-水(5.8)定容到 25 mL,混匀后转移到另外干净离心管中,以 4 000 r/min 离心 2 min,取上清提取液 2.5 mL 待净化。

聚酰胺固相萃取柱使用前,依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。将上清提取液 2.5 mL 全部过柱,过滤速度不宜过快。上样完毕后,以 2 mL 5% 甲醇水(5.9)淋洗固相萃取柱,淋洗后抽干固相萃取柱。用 1.0 mL 的 2% 氨化甲醇(5.5)洗脱并收集,洗脱液需尽快转移到氮吹仪,在 40 ℃ 用氮气吹干后,用 1.00 mL 甲醇(5.1)溶解定容,过 0.45 μm 亲水聚四氟乙烯(PTFE)针式滤膜,供仪器测定。

7.4 测定

7.4.1 液相色谱参考条件

7.4.1.1 色谱柱: CNW-Athena C18-WP, 120 Å, 4.6 mm×250 mm, 5 μm, 或相当者。

7.4.1.2 流动相: A: 0.1% 甲酸水溶液(5.6), B: 0.1% 甲酸乙腈溶液(5.7), 45+55(体积比)。

7.4.1.3 洗脱方式: 等度, 18 min。

7.4.1.4 柱温: 25 ℃。

7.4.1.5 进样量: 15 μL。

7.4.1.6 流速: 1.00 mL/min。

7.4.1.7 检测器检测波长: 420 nm。

7.4.2 色谱测定

定量测定: 在仪器最佳工作条件下, 对混合标准工作溶液进样测定, 以待测物的浓度为横坐标, 以待测物的峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线, 按外标峰面积法, 用标准工作曲线对待测样品进行定量, 样品瓶中待测物的响应面积应在仪器测定的标准溶液线性范围内。如果初测结果高于线性范围上限的, 复测时需将定容后的溶液适当稀释; 如果初测结果在线性范围下限附近的, 复测时在净化步骤中可以增加提取液过柱的体积, 予以适当浓缩, 使其在线性范围内。在上述色谱条件下, 姜黄素的液相色谱图参见附录 B 中图 B.1。

7.4.3 空白试验

除不加试样外, 均按上述步骤进行。

8 结果计算和表述

8.1 三种姜黄素各自的含量

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中待测着色剂含量。

$$X_i = \frac{(c_i/1\ 000) \times V}{(m/1\ 000)} \dots\dots\dots(1)$$

样品如有净化步骤,则按照式(2)计算试样中待测着色剂含量。

$$X_i = \frac{(c_i/1\ 000) \times V}{(m/1\ 000) \times R} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_i ——试样中待测姜黄素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——基质混合标准工作液中待测着色剂的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——最终样液所代表的试样量,单位为克(g);

R ——固相萃取柱净化中,分取体积比(如试样定容 25 mL 后,分取 2.5 mL 过柱,则 $R=1/10$)。

8.2 姜黄素总含量

姜黄素的总含量是三种姜黄素单体的含量之和,按式(3)计算。

$$X_{\text{Cur总}} = X_{\text{Cur I}} + X_{\text{Cur II}} + X_{\text{Cur III}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$X_{\text{Cur I}}$ 、 $X_{\text{Cur II}}$ 、 $X_{\text{Cur III}}$ ——试样中 Cur I、Cur II 和 Cur III 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$X_{\text{Cur总}}$ ——样品的姜黄素总含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

9 测定低限、回收率

9.1 测定低限

以样品稀释 10 倍直接提取法计,高效液相色谱法对三种姜黄素的测定低限分别为 10 mg/kg。

9.2 回收率

在果冻、巧克力制品、碳酸饮料、麦片、冰淇淋、调制乳粉、调味糖浆、粉圆、复合调味料、酥炸粉、腌渍的蔬菜、方便面饼、膨化食品中添加姜黄素的浓度为 10.0 mg/kg~100 mg/kg 时,高效液相色谱法测定的回收率范围见表 1。

表 1 高效液相色谱法测定不同基质中姜黄素的回收率范围

基质	化合物	添加浓度		
		10 mg/kg	20 mg/kg	100 mg/kg
果冻	Cur I	89.8~105.6	90.4~101.4	98.3~101.4
	Cur II	89.6~102.0	99.2~108.6	96.4~101.1
	Cur III	89.0~102.6	87.1~100.7	96.3~101.1
巧克力制品	Cur I	85.2~100.4	91.4~100.7	96.0~100.5
	Cur II	85.0~101.8	88.1~103.3	96.2~101.6
	Cur III	89.0~100.1	96.1~104.6	98.5~101.0
碳酸饮料	Cur I	88.5~105.6	86.3~100.5	95.9~100.7
	Cur II	87.5~102.3	85.7~101.0	96.1~101.2
	Cur III	88.3~100.7	86.3~101.4	98.8~101.4

表 1 (续)

基质	化合物	添加浓度		
		10 mg/kg	20 mg/kg	100 mg/kg
麦片	Cur I	95.0~112.0	91.6~101.2	97.0~101.4
	Cur II	85.6~101.2	86.4~100.4	99.2~104.2
	Cur III	95.0~110.0	87.1~100.0	97.0~101.0
冰淇淋	Cur I	92.4~109.6	87.5~100.1	97.1~101.1
	Cur II	90.4~104.8	90.6~100.8	98.1~102.9
	Cur III	85.8~101.1	85.0~101.8	96.2~100.9
调制乳粉	Cur I	88.1~100.2	92.4~100.0	95.5~101.2
	Cur II	84.9~100.6	90.1~102.9	97.0~100.8
	Cur III	86.9~101.1	92.9~101.9	96.6~101.3
调味糖浆	Cur I	88.4~100.9	93.0~100.6	97.5~101.1
	Cur II	87.1~101.8	87.9~101.6	95.2~100.1
	Cur III	87.7~106.6	91.2~104.8	96.7~100.0
粉圆	Cur I	92.8~105.8	86.4~105.0	98.6~102.9
	Cur II	88.5~99.8	85.9~97.5	98.1~101.0
	Cur III	86.5~99.8	86.9~101.0	96.2~99.6
复合调味料	Cur I	83.3~95.5	86.8~98.6	95.3~99.0
	Cur II	84.7~98.9	86.1~98.6	95.0~100.4
	Cur III	87.9~102.5	89.3~101.8	98.6~102.9
酥炸粉	Cur I	87.8~103.0	92.6~102.0	98.9~103.0
	Cur II	88.3~102.4	90.2~103.5	97.8~103.1
	Cur III	90.6~103.6	94.8~103.7	97.0~102.2
腌渍的蔬菜	Cur I	86.7~102.5	86.4~100.7	97.8~102.3
	Cur II	88.4~102.4	89.1~100.6	97.8~101.7
	Cur III	85.0~101.2	85.0~102.9	96.2~100.4
方便面饼	Cur I	88.3~101.0	88.6~102.6	96.6~100.1
	Cur II	95.0~103.9	90.4~104.0	97.0~101.2
	Cur III	88.1~102.2	94.2~103.8	97.5~102.9
膨化食品	Cur I	89.9~100.8	92.5~105.0	96.0~100.5
	Cur II	88.5~104.0	92.6~104.2	97.7~102.4
	Cur III	90.5~104.5	96.6~103.0	95.5~100.1

第二法 液相色谱-质谱/质谱法

10 方法提要

采用甲醇-水溶液提取试样中的姜黄素,提取液直接过滤后测定,对于杂质干扰严重或含量较低的食品样品需要用聚酰胺固相萃取柱富集和净化,洗脱液氮气吹干定容。用液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法峰面积定量。

11 试剂材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 11.1 甲醇:液相色谱级。
- 11.2 乙腈:液相色谱级。
- 11.3 甲酸:液相色谱级。
- 11.4 氨水:36%,分析纯。
- 11.5 2%氨化甲醇溶液:同 5.5。
- 11.6 0.1%甲酸水溶液:同 5.6。
- 11.7 0.1%甲酸乙腈溶液:同 5.7。
- 11.8 提取溶剂:甲醇-水(7+3,体积比),同 5.8。
- 11.9 淋洗溶剂:5%甲醇水(体积比),同 5.9。
- 11.10 姜黄素(以下简称 Cur I)标准物质:同 5.10。标准物质详细信息见附录 A 中表 A.1。
- 11.11 脱甲氧基姜黄素(以下简称 Cur II)标准物质:同 5.11。
- 11.12 双脱甲氧基姜黄素(以下简称 Cur III)标准物质:同 5.12。
- 11.13 标准储备液:准确称取适量的(精确至 0.1 mg)三种姜黄色素标准物质,混合后用甲醇溶解定容至 50 mL,以 Cur I、Cur II 和 Cur III 分别计,溶液浓度相当于 200 mg/L。0℃~4℃避光保存,6 个月内含量稳定。
- 11.14 标准工作溶液:吸取适量标准储备液(11.13),用提取溶剂(11.8)配成 0.05 mg/L,0.10 mg/L,1.00 mg/L,2.00 mg/L,10.0 mg/L 的标准工作溶液,临用前配制,0℃~4℃避光保存。
- 11.15 Anpelclean PA 聚酰胺固相萃取柱或相当者:规格 60 mg,3 mL。
- 11.16 亲水性聚四氟乙烯(PTFE)针式微孔滤膜或相当者:规格 13 mm,0.45 μm。

12 仪器与设备

- 12.1 液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。
- 12.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.1 mg。
- 12.3 均质器,转速不小于 15 000 r/min。
- 12.4 离心机:转速不低于 4 500 r/min。
- 12.5 离心管:50 mL 塑料离心管。
- 12.6 氮吹仪。

13 测定步骤

13.1 试样制备与保存

在制样的操作过程中,应防止样品污染或发生残留物含量的变化。
取代表性样品约 500 g,用粉碎机充分粉碎,混匀,均匀性较好的液体样品不用均质直接取用。试样均分为两份,装入洁净玻璃容器,密封,并标明标记。于 4℃ 以下存放。

13.2 脂肪含量较少的食品直接提取

前处理同 7.2。

13.3 含干扰物质较多的食品(如乳粉、冰淇淋、焙烤坚果等)需净化

前处理同 7.3。

13.4 测定

13.4.1 液相色谱-质谱/质谱条件

- 13.4.1.1 色谱柱:CNW-Athena C18-WP,100 Å,2.1 mm×150 mm,3 μm,或相当者。
- 13.4.1.2 流动相: A:0.1%甲酸水溶液(5.6),B:0.1%甲酸乙腈溶液(5.7),45+55(体积比)。
- 13.4.1.3 洗脱方式:等度,12 min。
- 13.4.1.4 柱温:25℃。
- 13.4.1.5 进样量:10 μL。
- 13.4.1.6 离子源:电喷雾(ESI)。
- 13.4.1.7 扫描极性:正离子。
- 13.4.1.8 扫描方式:多反应监测(MRM)。
- 13.4.1.9 其他质谱条件参见附录 C。

13.4.2 色谱测定

13.4.2.1 定性测定

按照液相色谱-质谱/质谱条件测定样品和标准工作溶液,样品的质量色谱峰保留时间与标准品中对应的保留时间一致;且样品中各组分定性离子的相对丰度与接近浓度的标准工作溶液中相应的定性离子的相对丰度进行比较,偏差不超过表 2 规定的范围,则可判定样品中存在对应的被测物。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

13.4.2.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,对混合标准工作溶液进样测定,以待测物的浓度为横坐标,以待测物的峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线,按外标峰面积法,用标准工作曲线对待测样品进行定量,样品瓶中待测物的响应面积应在仪器测定的标准溶液线性范围内。如果初测结果高于线性范围上限的,复测时需

将定容后的溶液适当稀释；如果初测结果在线性范围下限附近的，复测时在净化步骤中可以增加提取液过柱的体积，予以适当浓缩，使其在线性范围内。在上述色谱条件下，姜黄素的参考保留时间参见附录 D 中表 D.1，姜黄素标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图参见附录 D 中图 D.1。

13.4.3 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

14 结果计算和表达

14.1 三种姜黄素各自的含量

用色谱数据处理机或按式(4)计算试样中待测着色剂含量。

$$X_i = \frac{(c_i/1\ 000) \times V}{(m/1\ 000)} \quad \dots\dots\dots(4)$$

样品如有净化步骤，则按照式(5)计算试样中待测着色剂含量。

$$X_i = \frac{(c_i/1\ 000) \times V}{(m/1\ 000) \times R} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

X_i ——试样中待测姜黄素的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c_i ——基质混合标准工作液中待测着色剂的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；

m ——最终样液所代表的试样量，单位为克(g)；

R ——固相萃取柱净化中，分取体积比(如试样定容 25 mL 后，分取 2.5 mL 过柱，则 $R=1/10$)。

14.2 姜黄素总含量

姜黄素的总含量是三种姜黄素单体的含量之和，按式(6)计算。

$$X_{\text{Cur总}} = X_{\text{Cur I}} + X_{\text{Cur II}} + X_{\text{Cur III}} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

$X_{\text{Cur I}}$ 、 $X_{\text{Cur II}}$ 、 $X_{\text{Cur III}}$ ——试样中 Cur I、Cur II 和 Cur III 的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$X_{\text{Cur总}}$ ——样品的姜黄素总含量，单位为毫克每千克(mg/kg)。

15 测定低限、回收率

15.1 测定低限

以样品稀释 10 倍直接提取法计，液相色谱-质谱/质谱法对三种姜黄素的测定低限分别为 1.0 mg/kg。

15.2 回收率

在果冻、巧克力制品、碳酸饮料、麦片、冰淇淋、调制乳粉、调味糖浆、粉圆、复合调味料、酥炸粉、腌渍的蔬菜、方便面饼、膨化食品中添加姜黄素的浓度为 1.0 mg/kg~10.0 mg/kg 时，高效液相色谱-质谱/质谱法测定的回收率范围见表 3。

表3 高效液相色谱-质谱/质谱法测定不同基质中姜黄素的回收率范围

基质	化合物	添加浓度		
		1.0 mg/kg	2.0 mg/kg	10.0 mg/kg
果冻	Cur I	89.8~105.6	92.4~104.4	98.3~101.4
	Cur II	89.6~113.2	95.1~108.6	90.6~102.0
	Cur III	84.4~101.8	95.1~108.7	96.9~101.1
巧克力制品	Cur I	85.2~102.4	94.9~105.3	91.0~101.5
	Cur II	95.0~109.9	93.2~103.3	99.1~102.6
	Cur III	81.9~102.5	91.6~104.6	90.1~100.3
碳酸饮料	Cur I	82.6~102.5	92.6~102.9	93.4~100.7
	Cur II	86.7~102.9	90.0~102.3	91.5~103.2
	Cur III	88.3~100.7	86.3~100.7	90.8~100.5
麦片	Cur I	85.6~102.6	90.9~100.3	92.0~100.2
	Cur II	85.6~105.6	90.2~100.8	91.7~100.2
	Cur III	87.3~101.6	78.7~100.0	92.0~100.1
冰淇淋	Cur I	79.6~101.2	90.8~102.5	92.2~100.8
	Cur II	87.4~104.8	85.6~100.8	90.1~101.7
	Cur III	92.6~101.1	94.3~102.3	89.8~100.9
调制乳粉	Cur I	88.1~101.2	93.2~100.8	94.9~100.3
	Cur II	84.6~100.6	90.1~102.9	87.0~100.8
	Cur III	86.9~101.1	92.9~101.9	87.3~100.2
调味糖浆	Cur I	88.4~100.9	93.0~100.6	90.0~100.2
	Cur II	87.1~101.8	87.9~101.6	95.2~100.3
	Cur III	87.7~106.6	88.0~104.8	93.1~100.2
粉圆	Cur I	85.2~105.8	86.4~105.0	89.9~102.9
	Cur II	89.2~101.2	91.0~101.6	90.2~101.0
	Cur III	90.0~102.2	86.9~101.0	92.6~101.9
复合调味料	Cur I	92.2~101.2	89.5~100.1	95.6~100.1
	Cur II	89.9~101.3	88.0~103.9	88.3~100.4
	Cur III	87.9~102.5	86.4~101.8	91.5~102.9
酥炸粉	Cur I	85.2~103.0	92.6~102.0	95.9~103.0
	Cur II	88.3~104.9	90.1~103.5	95.8~104.0
	Cur III	85.4~103.6	94.8~103.7	91.9~102.2
腌渍的蔬菜	Cur I	86.7~106.5	85.9~102.4	94.3~104.0
	Cur II	88.4~104.6	89.1~104.5	93.6~101.7
	Cur III	85.0~102.6	85.0~102.9	92.0~100.4

表 3 (续)

基质	化合物	添加浓度		
		1.0 mg/kg	2.0 mg/kg	10.0 mg/kg
方便面饼	Cur I	83.9~101.0	88.6~102.6	86.6~100.2
	Cur II	86.2~103.9	90.4~104.0	94.1~103.7
	Cur III	88.1~102.2	94.2~103.8	89.9~103.9
膨化食品	Cur I	89.9~100.8	92.5~105.0	92.0~100.2
	Cur II	88.5~104.0	92.6~104.2	90.9~103.4
	Cur III	85.5~104.5	86.6~103.0	88.7~100.5

附 录 A
(规范性附录)
标准物质信息

表 A.1 标准物质中英文名称、缩写、CAS 号、分子式及相对分子质量

化合物中文名称	化合物英文名称	缩写	CAS 号	分子式	相对分子质量
姜黄素	Curcumin	Cur I	458-37-7	$C_{21}H_{20}O_6$	368.38
脱甲氧基姜黄素	Demethoxycurcumin	Cur II	22608-11-3	$C_{20}H_{18}O_5$	338.35
双脱甲氧基姜黄素	Bisdemethoxycurcumin	Cur III	24939-16-0	$C_{19}H_{16}O_4$	308.33

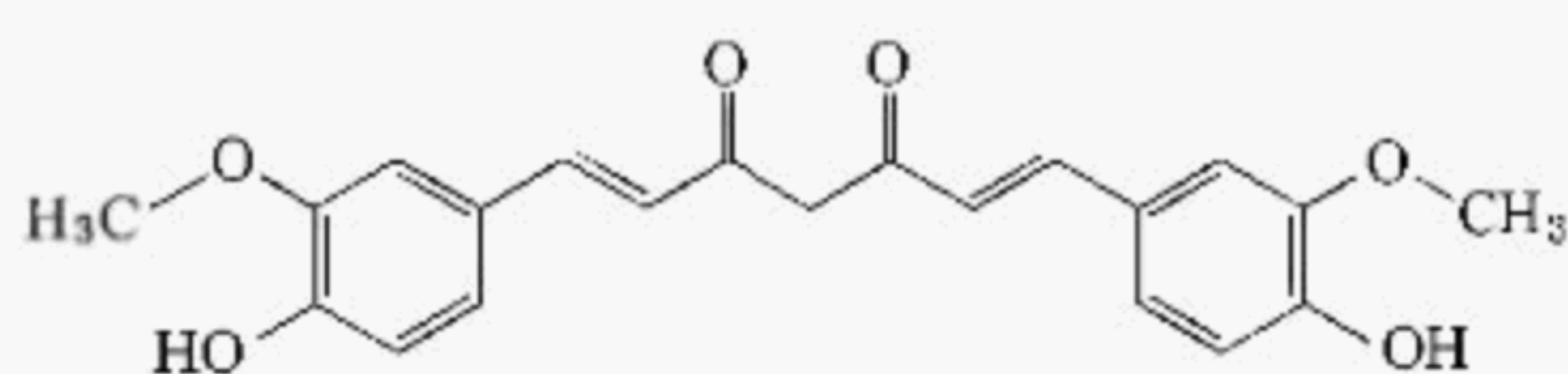


图 A.1 姜黄素分子结构式(Cur I)

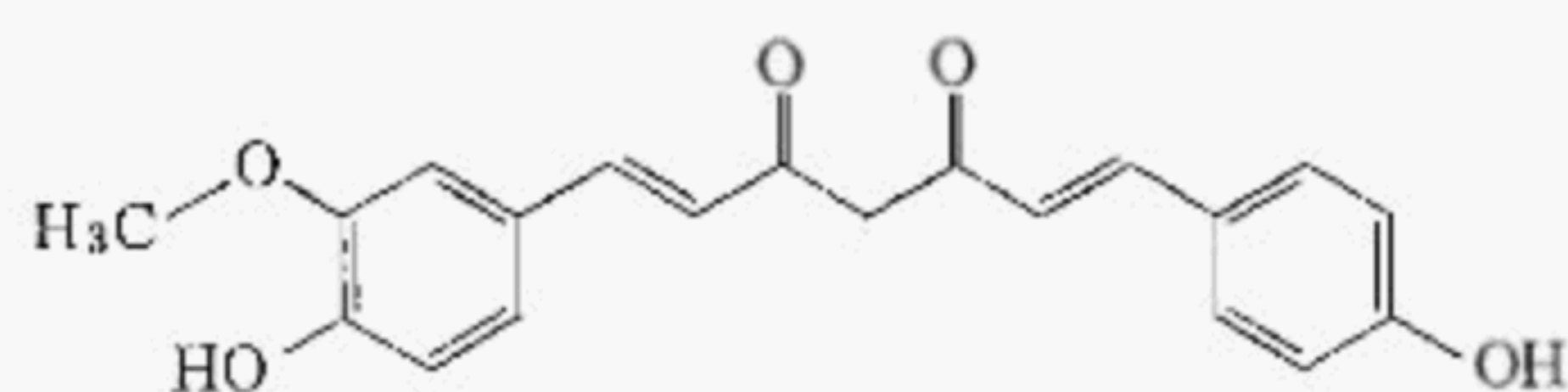


图 A.2 脱甲氧基姜黄素分子结构式(Cur II)

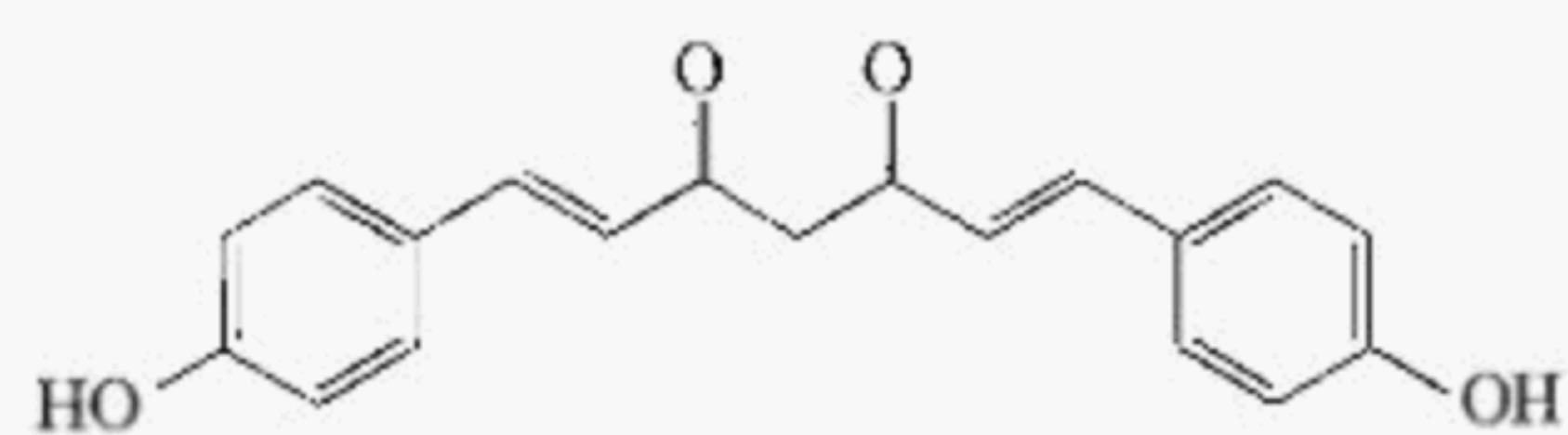
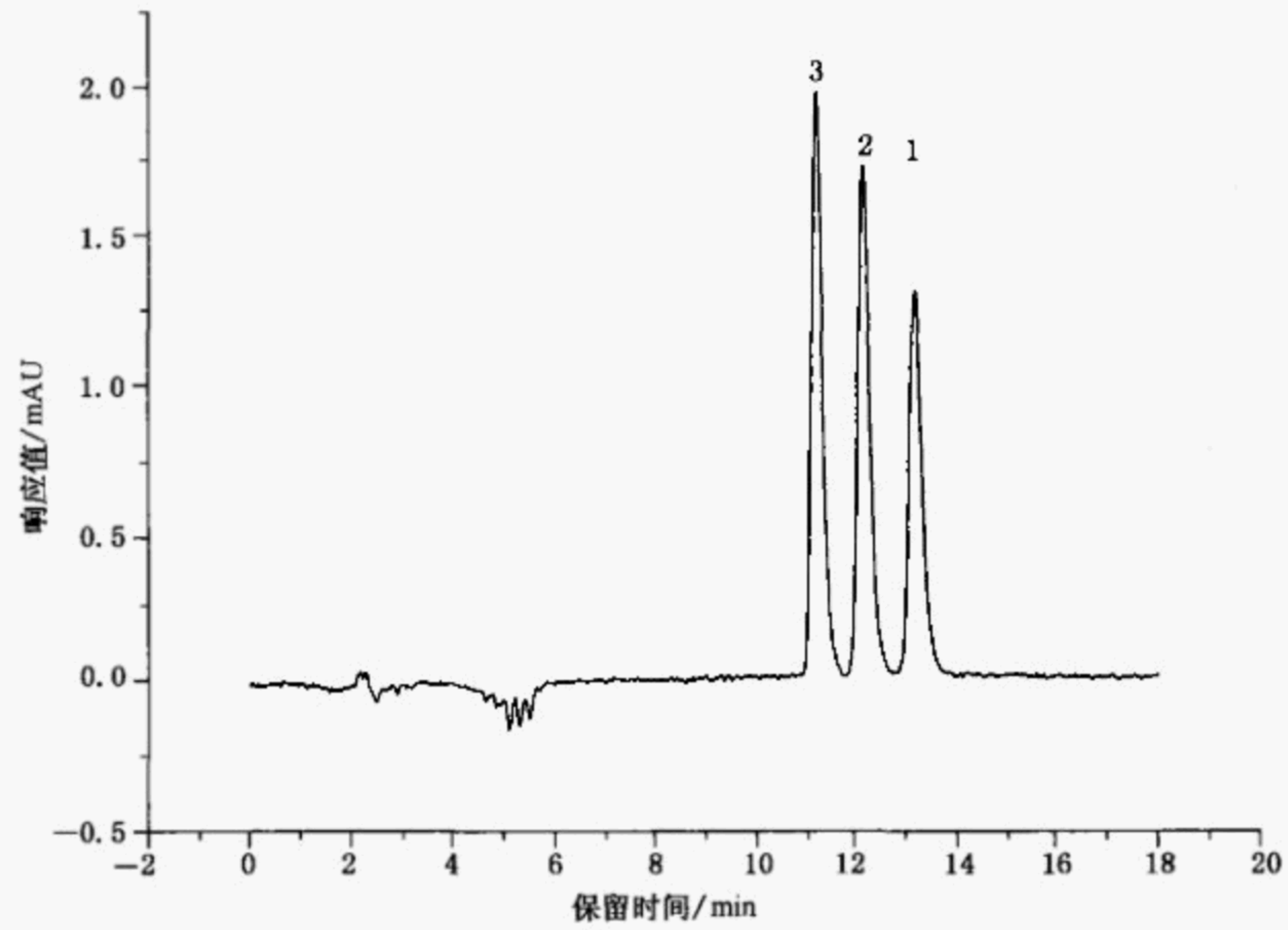


图 A.3 双脱甲氧基姜黄素分子结构式(Cur III)

附录 B

(资料性附录)

液相色谱法典型色谱图与参考保留时间



说明:

1——姜黄素(Cur I, 13.2 min);

2——脱甲氧基姜黄素(Cur II, 12.2 min);

3——双脱甲氧基姜黄素(Cur III, 11.2 min)。

图 B.1 液相色谱法姜黄素的典型色谱图(1.0 mg/L)

附 录 C
(资料性附录)
质谱参考条件

质谱参考条件如下:

- a) 电喷雾电压:5 500 V;
- b) 雾化气流速:10 mL/min;
- c) 气帘气流速:7 mL/min;
- d) 离子源温度:500 ℃;
- e) 定量离子对、定性离子对、碰撞气能量、去簇电压等质谱参数见表 C.1。

表 C.1 姜黄素多反应监测质谱参数

分析物	母离子 Q1 <i>m/z</i>	子离子 Q3 <i>m/z</i>	去簇电压 DP/V	入口电压 EP/V	出口电压 CXP/V	碰撞能量 CE/eV
Cur I	369.0	145.2 177.2 ^a 285.3	51.0	10.0	18.0 18.0 16.0	45.0 23.0 25.0
Cur II	339.0	91.1 147.3 ^a 177.3	51.0	10.0	18.0 18.0 16.0	67.0 33.0 27.0
Cur III	309.1	119.1 147.1 ^a 225.2	51.0	10.0	18.0 18.0 16.0	53.0 27.0 21.0
注: 对于不同质谱仪器, 仪器参数可能存在差异, 测定前应将质谱参数优化到最佳。						
^a 定量离子。						

附录 D
(资料性附录)

液相色谱-质谱/质谱法典型多反应监测(MRM)色谱图与参考保留时间

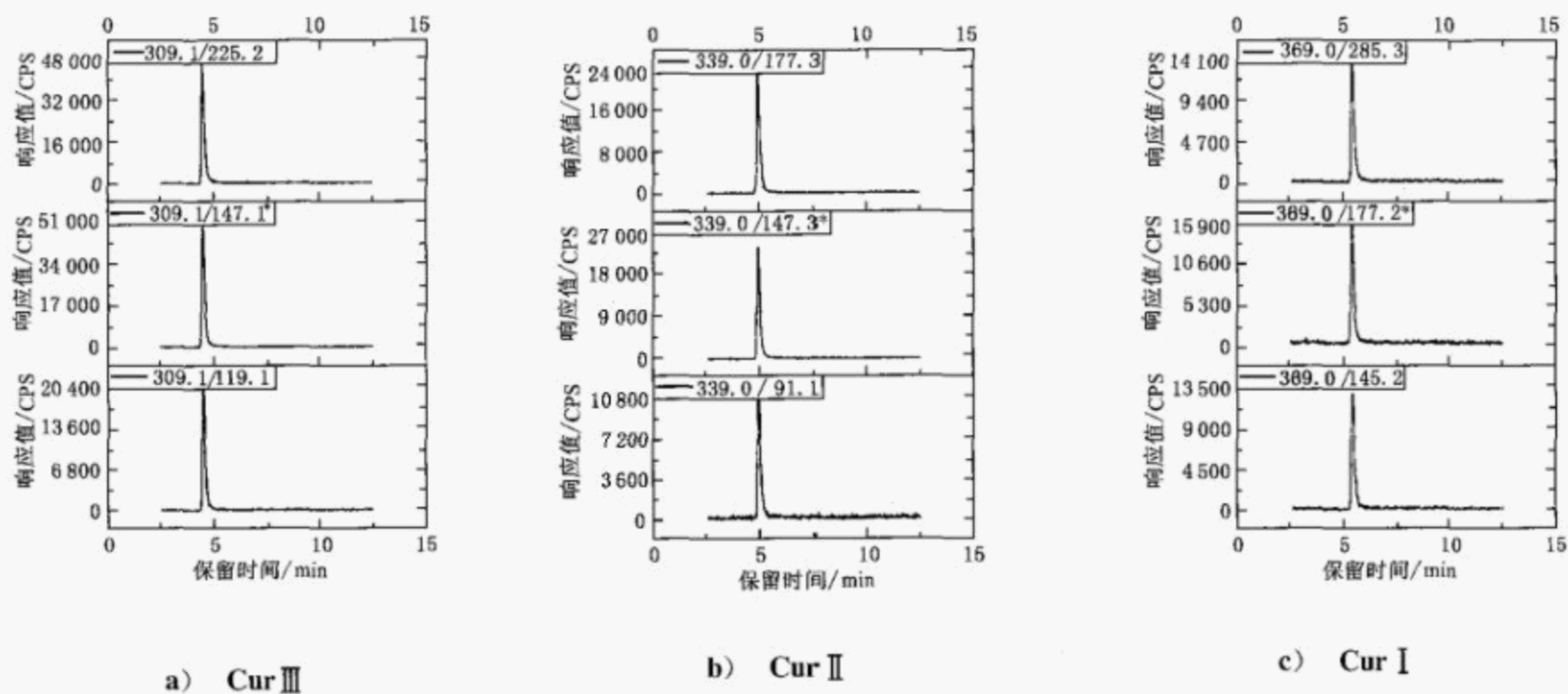


图 D.1 液相色谱-质谱/质谱法典型多反应监测(MRM)色谱图(0.05 mg/L)

表 D.1 液相色谱-质谱/质谱法中姜黄素的参考保留时间

化合物名称	Cur III	Cur II	Cur I
液相色谱-质谱/质谱法 保留时间/min	4.53	4.95	5.39

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口食品中姜黄素的测定
高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法
SN/T 4890—2017

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 30 千字
2018年5月第一版 2018年5月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32930 定价 21.00 元



SN/T 4890—2017