



中华人民共和国国家标准

GB/T 38169—2019

蕨藻红素含量测定 高效液相色谱法

Determination of caulerpin content—High performance liquid chromatography

2019-10-18 发布

2019-10-18 实施



国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中华人民共和国
国家标准
藻蓝红素含量测定 高效液相色谱法
GB/T 38169—2019

*

中国标准出版社出版发行
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)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2019年10月第一版 2019年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-63648 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国标准化研究院提出并归口。

本标准起草单位：中国水产科学研究院、中国水产科学研究院南海水产研究所、中国标准化研究院、北京萨姆伯科技有限公司、中国农村技术开发中心、中国科学院过程工程研究所。

本标准主要起草人：杨贤庆、邓建朝、李乐、荣辉、宋金龙、岑剑伟、马海霞、李来好、马爱进、郝帅、戴炳业、黄永东。

藻藻红素含量测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定藻藻红素含量的方法。

本标准适用于藻藻天然植物中藻藻红素含量的测定。

本方法的定量限为 12.5 mg/kg。

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

GB/T 30891 水产品抽样规范

3 原理

试样中加入乙醇溶液,经微波辅助提取,高效液相色谱-紫外检测器测定,外标法定量。

4 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2 无水乙醇($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$):色谱纯。

4.3 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

4.4 85%(体积分数)乙醇溶液:

取 850 mL 无水乙醇,加 150 mL 水,混匀。

4.5 藻藻红素:纯度 $\geq 98\%$ 。

4.6 藻藻红素标准储备液:

称取 10.0 mg 藻藻红素,用无水乙醇溶解后转入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀,配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 储备液,于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,保存期为 3 个月。

4.7 有机相微孔滤膜:孔径 0.22 μm 。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

5.2 常压微波辅助萃取仪:配 100 mL 提取罐。

5.3 分析天平:感量 0.01 g、0.000 1 g。

5.4 布氏漏斗。

6 测定步骤

6.1 样品制备

按 GB/T 30891 的规定执行。

6.2 提取

称取 2.00 g 鲜样或 2.00 g 干样置于 100 mL 提取罐中,加入 40 mL 85%乙醇溶液,将提取罐放入常压微波辅助萃取仪中。微波提取温度设定为 70 ℃、时间为 25 min、功率为 800 W。提取结束后取出提取罐,冷却至室温,抽滤,将滤液转入 100 mL 容量瓶中。滤渣加入 40 mL 85%乙醇溶液,重复上述步骤提取一次,合并提取液,用适量 85%乙醇溶液清洗残渣,合并滤液于容量瓶中,用 85%乙醇溶液定容至刻度,混匀,吸取 1 mL 溶液过 0.22 μm 微孔滤膜,待测。

6.3 测定

6.3.1 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, 250 mm×4.6 mm(内径), 5 μm;
- b) 流动相: 甲醇-水(80:20, 体积比);
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测波长: 315 nm;
- e) 柱温: 30 ℃;
- f) 进样体积: 10 μL。

6.3.2 标准曲线绘制

准确移取适量藻藻红素储备溶液,用 85%乙醇溶液稀释成质量浓度分别为 0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、50.00 mg/L 和 100.00 mg/L 的系列标准工作溶液,供高效液相色谱测定。以测得峰面积为纵坐标,对应的标准溶液质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。求回归方程和相关系数。

6.3.3 色谱测定与确证

将标准工作溶液和待测溶液分别注入高效液相色谱中,以保留时间定性,以待测液峰面积代入标准曲线中定量,样品中藻藻红素质量浓度应在标准工作曲线质量浓度范围内。藻藻红素标准溶液色谱图参见附录 A。

6.4 空白实验

除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

7 结果计算

按照式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\rho_s AV}{A_s m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_1 ——样品中藻红素的质量分数，单位为毫克每千克(mg/kg)；

ρ_s ——标准溶液中藻红素的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

A ——样液中藻红素的峰面积数值；

V ——试样最终定容体积，单位为毫升(mL)；

A_s ——标准溶液中藻红素的峰面积数值；

m ——称取试样的质量，单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后1位。

8 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附录 A
(资料性附录)
藻红素标准溶液色谱图

藻红素标准溶液色谱图见图 A.1。

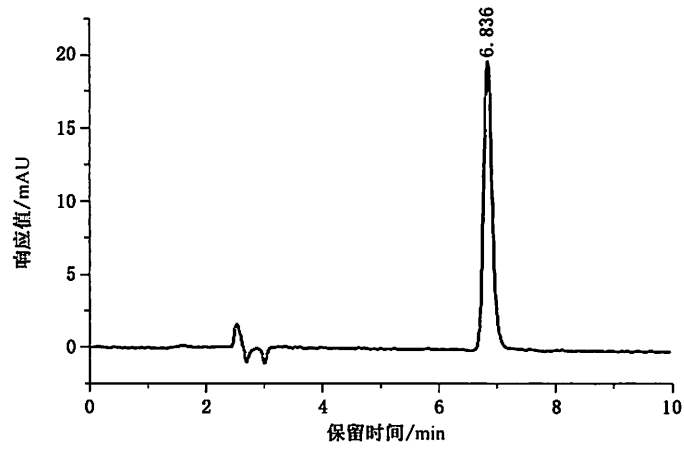
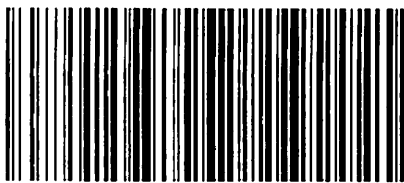


图 A.1 5 µg/mL 藻红素标准溶液色谱图



GB/T 38169-2019

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-63648

定价: 14.00 元