ICS
CCS

团　体　标　准

T/CI XXX—2021

强化 VC 面粉中维生素 C 含量及其检测方法

The content of Vitamin C in enhanced vitamin C flour and its detection method

征求意见稿

2021-X-X 发布　　2021-X-X 实施

中国国际科技促进会　发布

目　录

前　言.....2
强化 VC 面粉中维生素 C 含量及其检测方法.....3
1 范围.....3
2 规范性引用文件.....3
3 强化 VC 面粉中维生素 C 含量.....3
4 检测原理.....3
5．1 试剂.....3
5．2 试剂配制.....3
5．3 标准品.....4
5．4 标准溶液配制.....4
5．5 仪器和设备.....4
5．6 分析步骤.....5
5．7 空白试验.....5
5 ——使用 5．6．2 步骤时的稀释倍数；.....6

征求意见稿

前　言

本标准按照 GB/ T1. 1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》起草。

某些内容可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

为评价强化 VC 面粉中维生素 C 的含量，辅助强化 VC 面粉的规范化生产，制定本标准。

本标准由中国国际科技促进会提出并归口。

本标准由鲁维制药集团有限公司牵头组织制定。

本标准主要起草单位：鲁维制药集团有限公司。山东理工大学、南京工业大学、淄博食药研究院、华润圣海健康科技有限公司

本标准主要起草人：冯帅、刘青、宋元达、虞龙、冯春晓、邱荟蓉、王彦梅、尹纪松、韩雪纯、任元海。

征求意见稿

强化 VC 面粉中维生素 C 含量及其检测方法

1 范围

本标准规定了强化 VC 面粉中维生素 C（抗坏血酸）的含量要求，以及抗坏血酸和脱氢型抗坏血酸总量的检测方法。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。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 强化 VC 面粉中维生素 C 含量

本标准规定，强化 VC 面粉中维生素 C（包括抗坏血酸和脱氢型抗坏血酸）含量（以 $C_6H_8O_6$ 计）为每 100 g 面粉中不低于 50 mg。

4 检测原理

采用 1 %的乙酸溶液对样品中的维生素 C（抗坏血酸）进行提取，提取液经 L-半胱氨酸-三乙胺溶液还原，用高效液相色谱测定其 245 nm 下的吸光度，其吸光强度与维生素 C 的浓度成正比，以外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙酸 （CH_3COOH）。
5.1.2 L-半胱氨酸（$C_3H_7NO_2S$）：优级纯。
5.1.3 磷酸二氢钾（KH_2PO_4）。
5.1.4 三乙胺 （$C_6H_{15}N$）99%。
5.1.5 甲醇（CH_3OH）：色谱纯。

5.2 试剂配制

5.2.1 1 %乙酸溶液：准确量取 10.101 mL 的乙酸（浓度为 99%），加水稀释并定容

征求意见稿

至 1000 mL 容量瓶中，用 0.45 μm 滤膜滤过后使用。
5.2.2 40 g/L 的 L-半胱氨酸-三乙胺溶液：准确称取 L-半胱氨酸 4.00 g，加水稀释并转移至 100 mL 容量瓶中,加 1mL 三乙胺，加水定容至刻度，摇匀后静置。
5.2．3 0.02 M 磷酸二氢钾：准确称取 2.74 g 磷酸二氢钾（色谱纯，浓度为 99.5 %），加水稀释并定容至 1000 mL 容量瓶中，调节 pH 至 2.5，用 0.45 μm 滤膜滤过后使用。

5.3 标准品

5.3.1 维生素 C （$C_6H_8O_6$）：纯度≥99%。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 维生素 C 标准储备液（1000 μg/mL）：称取 0.50 g 维生素 C 标准品（精确至 0.1 mg），用 1 %乙酸溶液（5.2.1）溶解并定容至 50 mL，再准确吸取 10.0 mL 该溶液用 1 %乙酸溶液（5.2.1）稀释并定容至 100 mL，临用前配制。
5.4.2 维生素 C 标准工作液：吸取 0.00 mL、 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 维生素 C 标准储备液（5.4.1），分别置于一组 100 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液（5.4.2）定容。此标准工作液系列中抗坏血酸的浓度依次为 0μg/mL 2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、 200 μg/mL。

5.5 仪器和设备

5.5.1 天平：可以准确称至 0.0001g。
5.5.2 离心机：转速可达到 4000 rpm，温度可调。
5.5.3 容量瓶振荡器：振荡速度可达 100-1500 rpm。
5.5.4 超声波清洗仪：超声波频率可达 40 KHZ。
5.5.5 高效液相色谱仪 配有二极管阵列检测器或紫外检测器。
5.5.6 滤膜：0.45 μm。
5.5.7 色谱柱及操作条件
本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 1.其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件也可以使用。

表 1 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	C_{18} 柱
柱长× 柱内径× 粒度	150 mm× 4.6 mm× 5 μm
柱温 /°C	25
流动相	0.02M 磷酸二氢钾(pH=2.7)： 甲醇 = 95 : 5
测定波长/nm	245
流速/（mL/min）	1.0

5.6 分析步骤

整个检测过程尽可能在避光的条件下进行。

5.6.1 样品提取

准确称取约 5 - 10 g（精确至 0.0001 g）混合均匀的试样于 100 mL 的烧杯中，加入 30 mL 1%乙酸溶液（5.2.1）溶解并转移至 100 mL 容量瓶中，超声辅助溶解 5 min,然后用 1%乙酸溶液(5.2.1)定容至刻度。将盛有上述试样的容量瓶在 500 rpm 的转速下振荡 10 min，然后超声提取 5 min。超声完毕取出，静置 20 min。将提取液转移至 50 mL 离心管，于 4000 rpm 的转速下离心 10 min，取出静置。

5.6.2 试样溶液的还原

准确吸取上述离心后的上清液 20 mL 于 50 mL 的离心管中,加入 10 mL 的 L-半胱氨酸-三乙胺溶液（5.2.2），在 500 rpm 的转速下振荡 10 min。用 1%乙酸溶液（5.2.1）将试液转移至 50 mL 容量瓶中，定容至刻度。混匀后取上清液用 0.45 μm 滤膜过滤后待测。

5.6.3 标准曲线制作

以维生素 C 标准工作液（5.4.2）的浓度为横坐标，标准物质的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，拟合回归方程。

5.6.4 测定

用高效液相色谱仪于可见波长 245 nm 处对标准工作液和样品溶液进行测定，根据标准曲线得到样品中维生素 C 的浓度（μg/mL）。 对同一试样进行三次平行实验测定。

5.6.5 标准曲线的绘制

以标准工作液的吸收强度为纵坐标，维生素 C 的浓度为横坐标，绘制标准曲线。

5.7 空白试验

空白试验指除不加试样外，采用完全相同的分析步骤、 试剂和用量，进行的平行操作。

6 结果计算

试样中维生素 C 的含量以毫克每百克表示，按式(1)计算：

……（1）

式中：

X——试样中维生素 C 的含量，单位为毫克每百克（mg/100g）；

V——试样的最后定容体积，单位为毫升（mL）；

——由标准曲线查得的试样测定液中维生素 C 的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——由标准曲线查得的空白样品中维生素 C 的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

5 ——使用 5.6.2 步骤时的稀释倍数；

——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数（由μg/mL 换算成 mg/mL 的换算因子）；

100——换算系数（由 mg/mL 换算成 mg/100 g 的换算因子）

结果保留三位有效数字。

4.6 精密度

同一分析者在同一实验室、采用相同的方法和相同的仪器，在短时间间隔内对同一样品独立测定两次，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

4.7 检出限

本方法的检出限为 0.5 mg/ 100g，定量限为 2.0 mg/100g。

征求意见稿