

婴幼儿奶粉中维生素C检测方法的研究

乌尼尔*, 高娃, 其其格, 满都呼, 常建军, 宋晓东

(内蒙古蒙牛乳业集团股份有限公司, 呼和浩特 011500)

摘要: **目的** 应用荧光分光光度计对婴幼儿乳品中维生素C的含量进行测定。**方法** 以婴幼儿奶粉为例, 依据国家标准 GB 5413.18-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素C的测定》, 应用日立 F-4600 型荧光分光光度计测定婴幼儿乳品中维生素C的含量。**结果** 线性方程为 $Y=457.79X+28.877$, 相关系数为 0.9993, 方法检出限为 0.1 mg/100 g。在 50 mg/100 g、100 mg/100 g 两个加标水平下, 加标回收率为 91.8%~101.8%, 相对标准偏差为 0.36%~0.85%($n=6$)。**结论** 此方法操作简便, 线性良好是测定食品中维生素C含量的理想方法。

关键词: 荧光分光光度法; 维生素C; 婴幼儿奶粉

Study on the method to determine vitamin C from infant milk power

WU Ni-Er*, GAO Wa, QI Qi-Ge, MAN Du-Hu, CHANG Jian-Jun, SONG Xiao-Dong

(Inner Mongolia Mengniu Dairy Industrial Co. Ltd., Hohhot 011500, China)

ABSTRACT: Objective To determine vitamin C from infant milk power using Fluorescence Spectrophotometer. **Methods** Hitachi F-4600 fluorescence spectrophotometer was used to detect vitamin C content in infant milk power according to the national standard "national food safety standards determination of vitamin C in infant foods and dairy" (GB 5413.18-2010). **Results** The linear equation was $Y=457.79X+28.877$ with $r^2=0.9993$. The detection limit was 0.1 mg/100 g. The recoveries were 91.8%~101.8% at the spiked level of 50 mg/100 g, and 100 mg/100 g with relative standard deviation of 0.36%~0.85%($n=6$). **Conclusion** The method is sample and effective, and it is a ideal method to determine vitamin C content in foods along with its good linearity.

KEY WORDS: fluorescence spectrophotometry; vitamin C; infant milk powder

1 引言

随着人类生活水平的不断提高, 人们更加提倡合理的膳食结构, 除了每天摄入相应的营养物质以维持正常生活外, 适当的补充维生素也是必不可少的^[1], 特别是婴幼儿奶粉中维生素C(Vc)。Vc 又称抗坏血酸, 属于水溶性维生素, 婴幼儿每日消耗量和排

出量较高, 但人体不能自身合成, 必须从饮食中摄取^[2]。因此, 本文对婴幼儿奶粉中维生素C的检测方法进行研究, 建立了一种简单、准确、快速的检测方法。

2 主要仪器与试剂

2.1 仪器

日立 F-4600 荧光分光光度计, 激发波长 350 nm,

*通讯作者: 乌尼尔, 高级工程师, 主要研究方向为食品分析检测。E-mail: aonier502@126.com

*Corresponding author: WU Ni-Er, Senior Engineer, The Professional Direction for Food Analysis in Inner Mongolia Mengniu Group, Mengniu Group Helingeer Shengle economic Park, Hohhot City 011500, China. E-mail: aonier502@126.com

发射波长 430 nm, 测量方式为标准曲线法; 荧光石英比色皿; 天平; 烘箱; 摇床。

2.2 试剂

偏磷酸-乙酸溶液: 称取 30 g 偏磷酸(优级纯、天津市福晨化学试剂厂), 溶于 80 mL 冰乙酸(36%, 优级纯、天津市福晨化学试剂厂)中, 加 400 mL 蒸馏水中, 溶解后稀释至 1000 mL 备用。

酸性活性炭: 称取粉状活性炭(化学纯, 80 目~200 目)约 200 g, 加入 1 L 体积分数为 10% 的盐酸, 加热至沸腾, 真空过滤, 取下结块于一个大烧杯中, 用水清洗至滤液中无铁离子为止, 在 110~120 °C

烘箱(5.3)中干燥约 10 h 后使用。检验铁离子的方法: 普鲁士蓝反应。将 20 g/L 亚铁氰化钾与体积分数为 1 % 的盐酸等量混合, 将上述洗出滤液滴入, 如有铁离子则产生蓝色沉淀。

乙酸钠溶液: 用水溶解 500 g 三水乙酸钠, 并稀释至 1 L。

硼酸-乙酸钠(30 g/L): 称取 3.0 g 硼酸, 用乙酸钠溶液(4.5)溶解并稀释至 100 mL, 临用前配制。

邻苯二胺溶液: 称取 40 mg 邻苯二胺, 用水溶解并稀释至 100 mL, 临用前配制。

维生素 C 标准品: 维生素 C 标准溶液(100 µg/L): 称取 0.050 g 维生素 C 标准品, 用偏磷酸-乙酸溶液溶解并定容至 50 mL, 再准确吸取 10.0 mL 该溶液用偏磷酸-乙酸溶液稀释并定容至 100 mL, 临用前配制。

3 样品预处理

3.1 试样处理

称取混合均匀的奶粉试样(市售)约 3 g(精确至 0.0001 g)^[3], 用偏磷酸-乙酸溶液溶解, 定容至 100 mL。

3.2 待测液的制备

3.2.1 将上述试样及维生素 C 标准溶液(100 µg/L)转至放有约 2 g 酸性活性炭的 250 mL 三角瓶中, 剧烈振动, 过滤(弃去约 5 mL 最初滤液), 即为试样及标准溶液的滤液。然后准确吸取 5.0 mL 试样及标准溶液的滤液分别置于 25 mL 及 50 mL 放有 5.0 mL 硼酸-乙酸钠溶液的容量瓶中, 静置 30 min 后, 用蒸馏水定容。以此作为试样及标准溶液的空白溶液。

3.2.2 在此 30 min 内, 再准确吸取 5.0 mL 试样及标准溶液的滤液于另外的 25 mL 及 50 mL 放有 5.0 mL 乙酸钠溶液和约 15 mL 水的容量瓶中, 用水稀释至

刻度。以此作为试样溶液及标准溶液。

3.2.3 试样待测液: 分别准确吸取 2.0 mL 试样溶液及试样的空白溶液于 10.0 mL 试管中, 向每支试管中准确加入 5.0 mL 邻苯二胺溶液, 摇匀, 在避光条件下放置 60 min 后待测。

3.2.4 标准系列待测液: 准确吸取上述标准溶液 0.5、1.0、1.5、2.0 mL, 分别置于 10 mL 试管中, 再用水补充至 2.0 mL。同时准确吸取标准溶液的空白溶液 2.0 mL 于 10 mL 试管中^[4]。向每支试管中准确加入 5.0 mL 邻苯二胺溶液, 摇匀, 在避光条件下放置 60 min 后待测。

4 测定

4.1 标准曲线的绘制

将标准系列待测液(6.2.4)立刻移入荧光分光光度计的石英杯中, 于激发波长 350 nm, 发射波长 430 nm 条件下测定其荧光值。以标准系列荧光值分别减去标准空白荧光值为纵坐标, 对应的维生素 C 质量浓度为横坐标, 绘制标准曲线^[5]。

4.2 试样待测液的测定

将试样待测液按的方法分别测其荧光值, 试样溶液荧光值减去试样空白溶液荧光值后在标准曲线上查得对应的维生素 C 质量浓度^[6]。

5 结果与讨论

5.1 线性范围

采用荧光分光光度计测定食品中 Vc 标准曲线, 回归方程 $Y=457.79X+28.877$, 相关系数为 0.9993, 标准曲线如图 1 所示。

荧光强度A

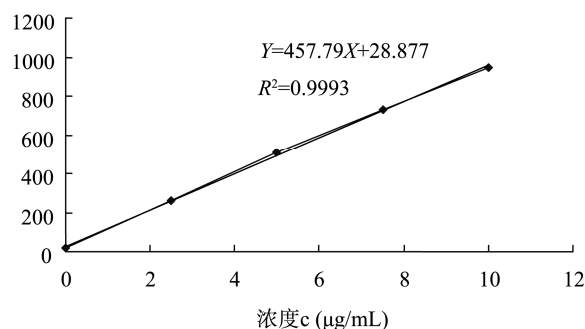


图1 维生素 C 标准曲线图

Fig. 1 Standard curves of vitamin C

5.2 方法检出限

用空白标准进行 20 次维生素 C 荧光值的连续测定, 根据 3 倍标准偏差^[5]与对应的维生素 C 工作曲线斜率^[7], 求出该方法维生素 C 的检出限为 0.1 mg/100 g。

5.3 精密度实验

分别配制低、中、高 3 个质量浓度维生素 C 标

液, 每个质量浓度测定 6 次^[8], 计算相对标准偏差, 结果如表 1 所示。

5.4 回收率实验

应用本方法对婴幼儿奶粉进行不同水平平行 2 次加标回收检测^[9], 结果如表 2 所示。

表 1 精密度实验
Table 1 Precision test

质量浓度 (μg/mL)	荧光强度						RSD(%)
	1	2	3	4	5	6	
2.5	262.2	264.3	260.4	258.7	264.5	261.8	0.85
5.0	506.0	508.4	501.6	505.8	504.7	502.9	0.48
10.0	948.6	952	955.1	952.2	945.2	950.7	0.36

表 2 回收率实验
Table 2 Recovery test

样品名称	标准液加入量(mg/100 g)	实测值(mg/100 g)	本底值 (mg/100 g)	回收率(%)
奶粉 1	50	107.6	57.8	99.6
奶粉 2	50	104.5	58.6	91.8
奶粉 3	100	162.3	69.6	92.7
奶粉 4	100	173.6	71.8	101.8

6 结 论

采用荧光分光光度法测定食品中维生素 C 含量, 操作简单, 方法准确, 是一种理想的方法。

维生素 C 检测前处理方法比较繁琐, 国家标准 GB 5413.18-2010 中称样量定为约 5 g, 而对婴幼儿奶粉样品, 称取约 5 g 的样品, 需要稀释后才可以上机检测, 所以使检测步骤更加繁琐, 本文选择 3 g 的取样量, 不需要再稀释就能达到结果准确, 回收率好, 节约时间等效果。

由于维生素 C 本身易光解而且在测定过程中需要对每一种样品进行样品的背景扣除, 因此, 此实验对仪器的功能要求更高。日立 F-4600 型荧光分光光度计率先在硬件上采用了激发侧挡光快门的设置^[10], 从而避免了样品被强光的直接照射; 软件上采用了独特的双背景扣除功能, 自动计算维生素 C 浓度, 使整个实验操作简便, 结果重现性良好。

参考文献

[1] 董莪, 杨春梅, 陈文麟. 维生素 c 的功能及应用[J]. 食品研究与开发, 1997(2): 55-58.
Dong E, Yang CM, Chen WL. Functions and applications of vitamin c [J]. Food Res Dev, 1997 (2): 55-58.

[2] 胡军祥, 葛云法, 郑斯涌, 等. 维生素 C 对铁吸收影响的研究[J]. 食品工业科技, 1992, 73(5): 60-64.
Hu JX, Ge YF, Zheng SY, et al. Effects of vitamin C on iron absorption [J]. Food Sci Technol, 1992, 73 (5): 60-64.

[3] 王璇, 高玉霞, 常红, 等. 维生素 C、维生素 E 对体外氧化血管内皮细胞保护作用的研究[J]. 营养学报, 2008, 30(6): 580-583.
Wang X, Gao YX, Chang H, et al. The protective effect of vitamin c and e on vascular endothelial cells with oxidative damage in vitro [J]. Acta Nutr Sinica, 2008, 30 (6): 580-583.

[4] 王丽荣. 维生素 C 对肉制品中亚硝酸盐测定的实验研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, (11): 2264-2265, 2271.
Wang LR. Effects of vitamin C on the determination of nitrite in

- meat [J]. Chin J Health Lab Technol, 2008, (11): 2264–2265, 2271.
- [5] 孙振艳, 赵中一, 郭小慧, 等. 荧光分析法测定维生素 C[J]. 化学分析计量, 2006, (4): 18–20.
- Sun ZY, Zhao ZY, Guo XH, *et al.* Determination of vitamin C by fluorescence [J]. Chem Anal Meas, 2006, (4): 18–20.
- [6] 孙义. 水果和蔬菜中维生素 C 含量的测定方法综述[J]. 天津化工, 2008, (3): 58–59.
- Sun Y. Determination methods of vitamin C in fruits and vegetables [J]. Tianjin Chem Eng, 2008, (3): 58–59.
- [7] 姚福荣, 任燕. 草莓不同采收时期维生素 C 含量的测定[J]. 毕节学院学报, 2007(4): 84–88.
- Yao FR, Ren Y. Determination of vitamin C in Strawberry with different harvest periods [J]. J Bijie Univ, 2007 (4): 84–88.
- [8] 耿立威. 西红柿中维生素 C 的分光光度法测定[J]. 吉林师范大学学报:自然科学版, 2003, (3): 91–92.
- Geng LW. Determination of tomatoes vitamin C by spectrophotometry [J]. Jilin Normal University: Natural Sci Edition, 2003 (3): 91–92.
- [9] 袁叶飞, 甄汉深, 欧贤红. 分光光度法测定大枣中的维生素 C 含量[J]. 安徽中医学院学报, 2006(2): 40–42.
- Yuan YF, Chen HS, Ou XH. Spectrophotometric determination of vitamin C content in jujube [J]. Anhui Med Univ, 2006 (2): 40–42.
- [10] 高愿军, 孔瑾, 杨艳艳, 等. 山楂加工过程中维生素 C 含量变化的研究[J]. 河南职技师院学报, 1994, 22(3): 56–60.
- Gao YJ, Kong J, Yang YY, *et al.* Hawthorn processing changes of vitamin C content [J]. J Henan Vocation-Tech Teach Coll, 1994, 22 (3): 56–60.

(责任编辑: 赵静)

作者简介



乌尼尔, 高级工程师, 主要研究方向为食品分析检测。
E-mail: aonier502@126.com