

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4643—2025

蜂蜜中2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的测定 高效液相色谱法

Determination of 2-acetylfuran-3-glucopyranoside in honey—
High performance liquid chromatography

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—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》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会(SAC/TC 274)归口。

本文件起草单位：中国农业科学院蜜蜂研究所、云南省农业科学院蚕蜂研究所。

本文件主要起草人：吴黎明、赵柳微、薛晓锋、彭文君、李强强、赵洪木、张冯斌、方冲伟、牛占山、姜玉锁、王胤晨。



蜂蜜中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了蜂蜜中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于蜂蜜中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的测定。

本文件的方法检出限为 0.5 mg/kg,定量限为 1.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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

2 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷用水提取,高效液相色谱法测定,外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

5.1 水:GB/T 6682,一级水。

5.2 甲醇:色谱纯。

5.3 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取 10 mg(精确至 0.01 mg)2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷(CAS 号:85559-61-1,纯度 $\geq 95\%$)于 10 mL 棕色容量瓶中,用乙腈溶解定容,于 2℃~8℃保存,有效期 2 个月。

5.4 标准系列溶液:分别准确吸取适量的标准储备溶液(5.3),用水配制成浓度分别为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 和 100 mg/L 的标准系列溶液,临用现配。

5.5 滤膜:0.45 μm ,水系。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 分析天平:感量 0.01 mg 和 0.001 g。

6.3 高速冷冻离心机:转速不低于 10 000 r/min。

6.4 水浴锅:精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

7 样品

将样品(若有结晶,45℃水浴融化)搅拌均匀,取 0.5 kg 置于样品瓶中,2℃~8℃密闭保存。

8 试验步骤

8.1 提取

平行做两份试验。若试样有结晶,45℃水浴融化,搅拌均匀,准确称取 5 g(精确至 0.001 g),置于

10 mL容量瓶中,用水溶解并定容,摇匀。全部转移至离心管中,涡旋 5 min,10 000 r/min 离心 5 min,上清液过膜,待测。

8.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈(可耐受 100%水),长 150 mm,内径 2.1 mm,粒径 3.5 μm;或性能相当者;
- b) 流动相 A:水(5.1);
- c) 流动相 B:甲醇(5.2);
- d) 梯度洗脱程序见表 1;
- e) 流速:0.2 mL/min;
- f) 柱温:30 ℃;
- g) 波长:280 nm;
- h) 进样量:10 μL。

表 1 梯度洗脱程序

时间,min	A,%	B,%
0	99	1
10	99	1
15	90	10
16	10	90
22	10	90
23	99	1
33	99	1

8.3 测定

在仪器的最佳条件下,分别取标准系列溶液和试样溶液上机测定。2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷标准溶液的液相色谱图见附录 A。

8.4 定性

以保留时间定性,试样溶液中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷保留时间应与标准系列溶液(浓度相当)的保留时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。

8.5 定量

以 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷标准系列溶液的浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其相关系数应不低于 0.99。试样溶液中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的浓度应在标准曲线的线性范围内,如超出线性范围,应重新测定。单点校准定量时,试样溶液中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷浓度与标准溶液浓度相差不超过 30%。

9 试验数据处理

试样中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。多点校准按公式(1)计算,单点校准按公式(2)计算。

$$w = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ —— 从标准曲线中得到的被测组分的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 试样最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

$$w = \frac{A \times \rho_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——试样溶液中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的色谱峰面积；

ρ_s ——标准溶液中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V ——试样最终定容体积，单位为毫升(mL)；

A_s ——标准溶液中 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的色谱峰面积；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性)

2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的液相色谱图

2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷的液相色谱图见图 A. 1。

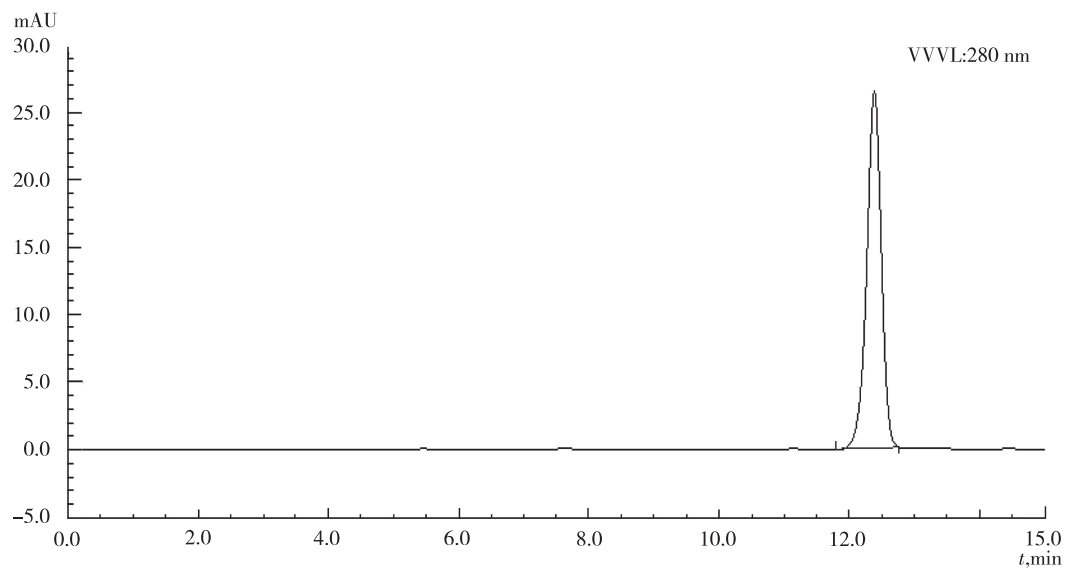


图 A. 1 2-乙酰呋喃-3-葡萄糖苷(1 mg/L)的液相色谱图