

# 《斑兰叶及其制品中角鲨烯的测定》编制说明

## 一、标准制定的任务来源及意义

### 1、任务来源

本团体标准由海南省检验检测研究院产品质量监督检验所 2023 年 9 月份提出立项申请。2023 年 10 月 21 日海南省食品安全协会组织专家通过立项评审，批准由海南省检验检测研究院产品质量监督检验所牵头《斑兰叶及其制品中角鲨烯的测定》团体标准的制定任务。

### 2、制定本标准的意义

角鲨烯，又称烯鲨是一种开链三萜类化合物，最初是从鲨鱼肝油中发现的，已知广泛存在于植物和动物中，后来被证实斑兰叶中含有丰富角鲨烯。斑兰叶原本广泛种植于东南亚一带，在被东南亚华侨引进栽培后，在琼海、万宁等地得到广泛推广后种植。经研究表明，角鲨烯具有多种功效和作用，主要包括抗氧化、抗炎、降血脂、防癌等。因此斑兰具有较高的食用价值和药用价值。近些年来，斑兰相关产业已经迅速成为了海南新的风口产业，虽然斑兰可以应用于食品方面，但是目前我国可查到的相关标准寥寥无几，斑兰产业作为海南的一大新兴产业，则需要建立相关的标准体系，对斑兰产业的发展形成技术支撑，规范企业的生产经营，提升产品品质，促进行业健康发展，为斑兰产业保驾护航。

### 3、化合物的性质

角鲨烯，英文名squalene，化学名称：(6*E*, 10*E*, 14*E*, 18*E*)-2, 6, 10, 15, 19, 23-六甲基-2, 6, 10, 14, 18, 22-廿四碳六烯，分子量：410.71800，分子式：C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>，CAS号：111-02-4。

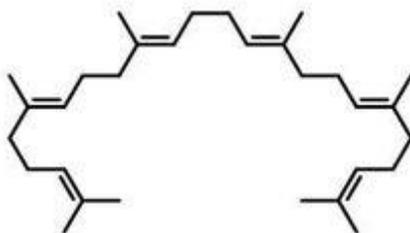


图1 化合物结构式

## 二、编制过程简介

2023年9月20日，由海南省检验检测研究院产品质量监督检验所提出立项申请。

2023年10月21日，海南省食品安全协会组织了相关专家召开了立项审查会，专家组对《斑兰叶及其制品中角鲨烯的测定方法》团体标准立项申报材料进行了认真审查，一致通过，批准立项。

2023年10月24日，海南省食品安全协会向社会公开征集《斑兰叶及其制品中角鲨烯的测定方法》团体标准起草单位和起草人。

2023年12月26日，标准草案形成。

2024年1月7日下午，海南食品安全协会组织召开了斑兰相关三项标准的研讨会。

## 三、起草单位

海南省检验检测研究院产品质量监督检验所、海南省检验检测研究院食品检验检测中心、海南永准质检技术服务有限公司、海南联越食品科技有限公司、海南热作高科技研究院有限公司、海南热作两院种业科技有限责任公司、海南云皓生物科技有限公司、海南星辰星食品有限公司、海南椰宇兰食品有限公司、海南省食品安全协会。

#### 四、标准起草人

表1 标准起草人

序号	姓名	单位	职务	职称	联系方式
1	吴毓炜	海南省检验检测研究院	总工程师	高级工程师	13307689519
2	毛海梅	海南省检验检测研究院产品质量监督检验所	副所长	高级工程师	18689502566
3	唐闻宁	海南省检验检测研究院产品质量监督检验所	科室主任	高级工程师	18689533159
4	陈慧玲	海南永准质检技术服务有限公司	检验员	工程师	13976443880
5	李敏芳	海南永准质检技术服务有限公司	检验员	工程师	15103633356
6	吴春晓	海南永准质检技术服务有限公司	检验员	工程师	18889979415
7	潘孝榆	海南永准质检技术服务有限公司	检验员	助理工程师	17776970259
8	黄昌政	海南永准质检技术服务有限公司	检验员	助理工程师	17889940736
9	潘芳妮	海南永准质检技术服务有限公司	检验员	工程师	13976464745
10	李备	海南省检验检测研究院	副院长	主任医师	18976985938
11	黄永平	海南省检验检测研究院	院办负责人	高级工程师	13034924066
12	魏静	海南省检验检测研究院食品检验检测中心	中心副主任	正高级工程师	18976860839
13	王彬	海南省检验检测研究院食品检验检测中心	评审中心副主任	副研究员	13098999115
14	欧阳欢	海南热作高科技研究院有限公司		研究员	13976061096
15	张优云	海南联越食品科技有限公司	总经理	无	15011248787
16	李贵雨	海南热作两院种业科技有限责任公司	研发部经理	助理研究员	17384943268
17	伍曾利	海南云皓生物科技有限公司	总经理	无	13876681666
18	谢自壮	海南星辰星食品有限公司	总经理	无	18520123539
19	陈新荣	海南椰宇兰食品有限公司	总经理	无	13907694061
20	赵文阳	海南省食品安全协会	秘书长	工程师	13034975678

#### 五、编制依据和主要参考文献

本技术规范是根据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的。有关技术内容是在参考 LS/T 6120-2017《粮油检验 植物油中角鲨烯的测定 气相色谱法》、NY/T 3673-2020《植物油料中角鲨烯含量的测定》、

SN/T 4785-2017《出口植物油中角鲨烯的测定》及国外有关标准及文献的基础上经研究、改进和验证后制定的。

## 六、国内外现状和技术路线的选择

目前我国尚没有斑兰中角鲨烯的检测标准。仅能查到粮油、植物油料中的角鲨烯检测方法，包括气相色谱法、气相色谱串联质谱法、液相色谱法、液相色谱串联质谱法。

气相色谱法是测定角鲨烯的重要方法，该方法灵敏度高，操作简单。目前大部分标准文献的前处理方法适用范围未能囊括全基质，可查到的方法标准适用范围为粮油、植物油料，但是提取试剂均为正己烷。本标准的适用范围基质是斑兰叶及其制品，经过验证，本标准样品采用氢氧化钾-乙醇溶液皂化后，用正己烷反复提取4次，移取上清液氮吹浓缩近干，最后用正己烷复溶，然后上气相色谱仪，方法稳定可靠，样品中角鲨烯的测定低限为10mg/kg。该方法的建立可满足斑兰叶及其制品中的角鲨烯含量的检测需要。

## 七、主要实验技术论证<sup>1</sup>

### 1、线性关系

标准工作溶液按照气相色谱条件测定，以角鲨烯峰面积比为纵坐标，角鲨烯浓度为横坐标，绘制含6点的标准工作曲线，标准工作曲线呈现良好的线性关系（见表1、图2）。

表 2 线性关系

名称	线性范围(ug/mL)	相关系数 r	线性方程
角鲨烯	10~400.0	0.9999	y=5.1603X-11.695

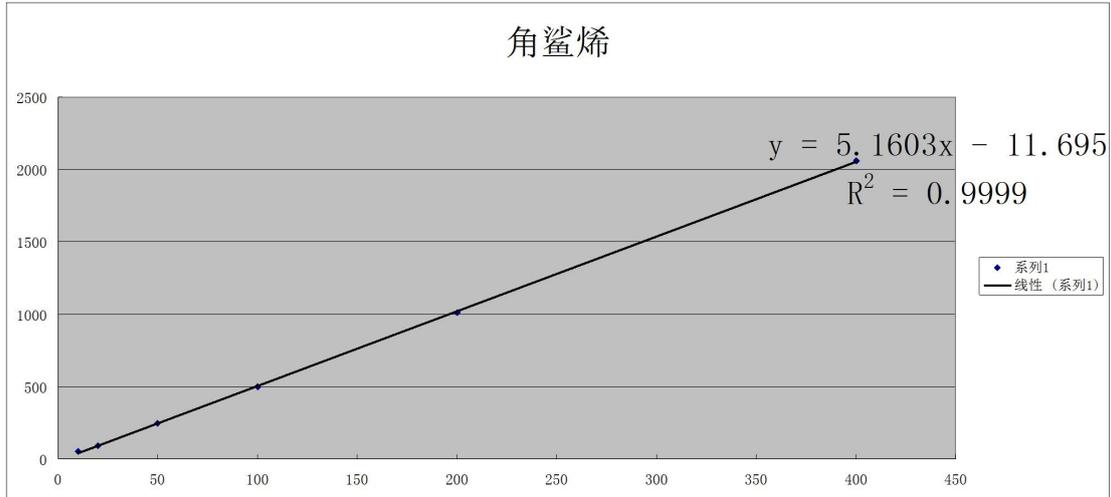


图2 角鲨烯的标准工作曲线图

## 2、测定低限

本方法的测定低限采用添加法进行实际测定得到。本方法在干燥粉、斑兰粉、冻干粉、斑兰浆中，角鲨烯的检出限（LOD）为10mg/kg，定量限（LOQ）为30 mg/kg

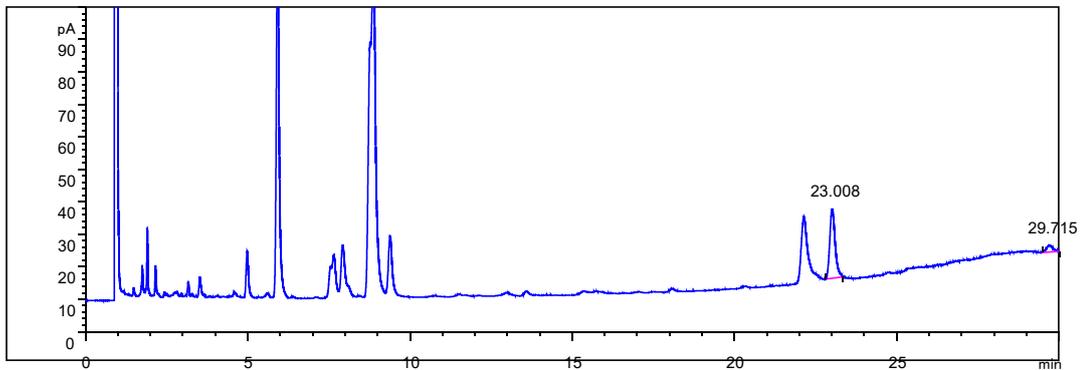


图3 斑兰粉的角鲨烯低限（10 mg/kg）浓度添加色谱图

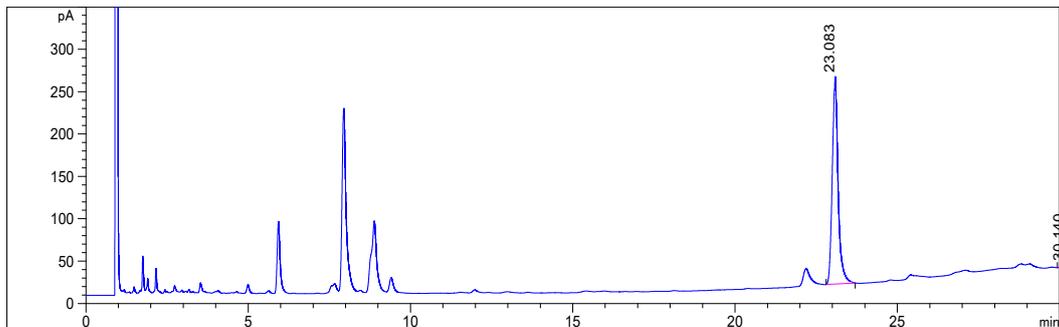


图4 斑兰粉的角鲨烯定量限（30 mg/kg）浓度添加色谱图

### 3、仪器条件

色谱柱：HP-5 毛细管柱（30m×0.25mm×0.25 μm）色谱柱，或等效色谱柱。

进样口温度：280℃。

升温程序：180℃保持 1min，以 3℃/min 升至 280℃保持 15min。

载气：高纯氮气（纯度 99.999%），恒压 18psi，分流比 4:1。

FID 检测器温度：280℃，氢气流速 40mL/min，空气流速 300 mL/min，尾吹气（N<sub>2</sub>）30 mL/min。

进样量：1 μL。

### 4、分析步骤

称取样品 0.2g 试样于 15mL 离心管中，于装有试样的离心管中加入 2mL 氢氧化钾-乙醇溶液，超声皂化 30min（在 75℃条件下）后，取出离心管，冷却至室温；加入 2mL 水，1mL 正己烷提取，离心管至涡旋振荡器混匀 5min，充分提取；5000r/min 离心 5min，转移上清液至 10mLU 型玻璃试管中。再用 1mL 正己烷重复此提取操作 3 次，并将 4 次提取的上清液合并至 10mLU 型玻璃试管中，置于涡旋振荡器中混匀，然后用氮吹仪吹干，再立即加入 1mL 正己烷复溶，振摇 1min，静置，吸取上清液进气相色谱仪分析。

### 5、回收率和精密度

分别对检出限、定量限、两倍检出限定量限浓度和十倍检出限定量限浓度添加角鲨烯到样品中进行三水平试验，充分混匀，按照本方法进行测定，至少检测 6 个平行样品，其回收率和相对标准偏差（RSD）见下表 3。

表 3 各代表基质添加回收率及精密度（n=6）

基质	检测值 次数	添加水平 (mg/kg)	角鲨烯		
			回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
干燥粉	1	10	91.1	92.1	1.7
	2		90.6		
	3		92.1		
	4		93.7		
	5		94.6		
	6		90.8		
	7	20	93.4	94.9	1.0
	8		94.7		
	9		95.3		
	10		94.2		
	11		95.3		
	12		96.4		
	13		100		

	14		96.7		
	15		97.5		
	16		95.1		
	17		98.5		
	18		94.9		
斑 兰 粉	1	10	89.5	92.0	1.5
	2		91.5		
	3		92.7		
	4		91.9		
	5		92.7		
	6		94.0		
	7	20	96.9	94.6	1.3
	8		93.4		
	9		94.0		
	10		93.5		
	11		94.8		
	12		94.7		
	13	100	98.9	95.9	2.5
	14		93.4		
	15		98.4		
	16		96.9		
	17		93.9		
	18		93.7		

基 质	检测值 次数	添加水平 (mg/kg)	角鲨烯		
			回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
冻 干 粉	1	10	91.0	92.4	1.5
	2		94.1		
	3		91.9		
	4		93.7		
	5		90.6		
	6		93.4		
	7	20	94.8	95.2	1.3
	8		97.1		
	9		94.9		
	10		93.8		
	11		94.2		
	12		96.6		
	13	100	96.5	95.5	1.3
	14		94.9		
	15		94.6		
	16		93.7		

	17		97.0		
	18		96.4		
斑 兰 浆	1	10	94.5	95.6	1.1
	2		95.6		
	3		97.2		
	4		94.2		
	5		95.9		
	6		96.2		
	7	20	95.5	96.2	0.7
	8		95.9		
	9		95.7		
	10		96.4		
	11		97.4		
	12		96.6		
	13	100	93.9	95.0	0.8
	14		96.2		
	15		95.5		
	16		95.4		
	17		94.8		
	18		94.7		
斑 兰 叶	1	10	93.8	94.7	0.6
	2		94.3		
	3		94.8		
	4		95.2		
	5		94.9		
	6		95.3		
	7	20	95.3	96.2	0.9
	8		95.7		
	9		96.4		
	10		97.8		
	11		95.8		
	12		95.9		
	13	100	96.5	95.5	0.7
	14		95.4		
	15		95.5		
	16		96.2		
	17		94.8		
	18		94.6		

由表中可以看出，在不同基质中，不同的三个添加浓度，回收率都稳定在 92.0~96.5 之间，以上结果表明本方法皂化时间及温度均满足要求，提取角鲨烯

过程较为完全，分析步骤简单，减少了不必要的损失。

## 八、重大分歧意见的处理依据和结果

无

## 九、贯彻标准的要求和措施建议

标准制定发布后，由省市场监督管理局下发公告，可由当地市场监管局组织各斑兰加工企业及监管部门培训学习宣贯。制定线上宣传计划，制作视频及文案，通过电视、广播、报纸及互联网等多种媒体形式，对海南斑兰种植技术、斑兰产品特色等多方位宣传产品标准及产品检测标准。相关单位可以通过建立宣传平台渠道，例如微信公众号、当地相关 app 等，及时传递标准咨询，并提供标准应用指南服务，推动斑兰产业市场的快速发展，为食品监管保驾护航。