

中华人民共和国国家标准

GB/T ×××××—202× 代替 GB/T 22246—2008

保健食品中泛酸的测定

Determination of pantothenic acid in health foods

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。

本文件规定了食品质量相关技术要求,食品安全相关要求见有关法律法规、政策和食品安全标准等 文件。

本文件代替 GB/T 22246—2008《保健食品中泛酸钙的测定》,与 GB/T 22246—2008 相比,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下:

- a) 更改了适用范围(见第1章,2008年版的第1章);
- b) 更改了试样制备和处理方法(见 7.1 和 7.2,2008 年版的 5.1);
- c) 更改了计算公式(见第8章,2008年版的第6章);
- d) 更改了检出限、定量限(见第 10 章, 2008 年版的第 1 章)。

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。

本文件由全国特殊食品标准化技术委员会(SAC/TC 466)提出并归口。

本文件起草单位:江苏艾兰得营养品有限公司、江中药业股份有限公司、中国疾病预防控制中心营养与健康所、上海市质量监督检验技术研究院、江苏华膳健康科技有限公司、中轻技术创新中心有限公司、健合(中国)有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、东鹏饮料(集团)股份有限公司。

本文件主要起草人:张雪松、陈芳、徐小明、郑国建、迟华忠、钟其顶、黎勇、王竹、武竹英、胡海娥、安红梅、王道兵、徐浩然、吴一凡、岳红卫、吴祥骞、张沛霞、朱伟、钟顺好、李学莉、盛洁。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- ---2008 年首次发布为 GB/T 22246-2008;
- ——本次为第一次修订。

保健食品中泛酸的测定

1 范围

本文件描述了保健食品中泛酸的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于片剂、硬胶囊、软胶囊、颗粒剂、粉剂、口服液、凝胶糖果等剂型形态的保健食品中泛酸的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的泛酸经热水提取后,高效液相色谱分离,紫外检测器检测,以保留时间定性,外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 试剂

- 5.1.1 水,按 GB/T 6682 规定的一级水。
- 5.1.2 盐酸(HCl)。
- 5.1.3 氢氧化钠(NaOH)。
- 5.1.4 磷酸(H₃PO₄)。
- 5.1.5 七水合硫酸锌(ZnSO₄ 7H₂O)。
- 5.1.6 磷酸二氢钾(KH₂PO₄)。
- 5.1.7 乙腈(CH₃CN):色谱纯。
- 5.1.8 0.1 mol/L 盐酸溶液:移取 9 mL 盐酸(5.1.2)至 800 mL 水中,加水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.1.9 1.0 mol/L 盐酸溶液:移取 9 mL 盐酸(5.1.2)至 80 mL 水中,加水稀释至 100 mL,混匀。
- 5.1.10 氢氧化钠溶液(0.01 moL/L): 称取 0.4 g 氢氧化钠(5.1.3), 加水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 5.1.11 氢氧化钠溶液(0.1 moL/L): 称取 0.4 g 氢氧化钠(5.1.3), 加水溶解并稀释至 100 mL。
- 5.1.12 硫酸锌溶液(0.5 mol/L): 称取 14.4 g 七水合硫酸锌(5.1.5), 加水溶解并稀释至 100 mL。

$GB/T \times \times \times \times \times -202 \times$

- 5.1.13 磷酸二氢钾溶液(0.02 mol/L): 称取 2.722 g 磷酸二氢钾(5.1.6),加 500 mL 水溶解,用磷酸 (5.1.4)调节 pH 至 3.0 ± 0.1 ,用水稀释至 1000 mL,用滤膜(5.4)过滤。
- **5.1.14** 流动相:磷酸二氢钾溶液-乙腈(95:5,体积比)。量取 50 mL 乙腈,加入到 950 mL 磷酸二氢钾溶液(5.1.13)中,混匀。

5.2 标准物质或标准样品

D-泛酸钙标准品($C_9H_{17}NO_5.1/2Ca$, CAS 号:137-08-6):纯度不低于 99%,或经国家认证并授予证书的标准物质或标准样品。

5.3 标准溶液配制

- 5.3.1 泛酸标准储备液(500 μg/mL):称取 136 mg(精确至 0.1 mg)D-泛酸钙标准品,加水溶解并转入 到 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。标准储备液−18 ℃及以下避光保存,有效期 3 个月。
- 5.3.2 泛酸标准中间液(100 μ g/mL):移取泛酸标准储备液(5.3.1)20 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。临用现配。
- 5.3.3 泛酸系列标准工作溶液:分别移取泛酸标准中间液(5.3.2)1 mL、2 mL、4 mL、8 mL、16 mL 和 32 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,得到浓度分别为 1 μ g/mL、2 μ g/mL、4 μ g/mL、8 μ g/mL和 32 μ g/mL的泛酸系列标准工作溶液。临用前配制。

5.4 材料

滤膜:0.45 µm,水系。

6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或相当者。
- 6.2 天平:感量 0.001 g 和 0.1 mg。
- 6.3 恒温振荡水浴箱:振荡频率 100 r/min±20 r/min。
- 6.4 超声波清洗器。
- 6.5 pH 计:精度为±0.01。
- 6.6 高速离心机:转速不低于 8 000 r/min。

7 分析步骤

7.1 试样制备

- 7.1.1 固体试样(硬胶囊、片剂、粉剂等):取不少于 20 粒或不少于 5 g 样品(硬胶囊去壳取内容物,片剂粉碎),研细(必要时),混匀,备用。
- 7.1.2 固体试样(凝胶糖果等):取不少于 10 粒(对于不同色泽或风味混装的试样,则按色泽或种类均匀取样)或不少于 10 g 样品,剪成小块,备用。
- 7.1.3 半固体试样(软胶囊等):取不少于20粒或不少于5g样品,去壳,取内容物,混匀,备用。
- 7.1.4 液体试样(口服液等):取5个最小规格包装或不少于50 mL样品(如样品中含有碳酸,需用超声波去除二氧化碳),混匀,备用。

7.2 试样处理

称取 1 g \sim 3 g 试样(精确至 0.001 g),或移取 1 mL \sim 3 mL 试样,或使所取试样中泛酸含量约为

1 mg,置于 100 mL 锥形瓶中,加入 40 $^{\circ}$ ℃ ~ 50 $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ ML,漩涡或搅拌,待样品充分溶解后,超声 20 min,冷却至室温。用 0.1 mol/L 盐酸溶液(5.1.8) 1.0 mol/L 盐酸溶液(5.1.9) 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液(5.1.10)或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(5.1.11)调 pH 至 5.0,加入 5 mL 0.5 mol/L 硫酸锌溶液 (5.1.12),充分混合。转入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度并充分混匀后,转入离心管,8 000 r/min 离心 2 min,取上清液过 0.45 μ m 滤膜(5.4),滤液待上机测定。

注: 必要时,根据试样中组分的含量,适当增加稀释倍数 f,使试样中泛酸质量浓度在 $1.0~\mu g/mL\sim32.0~\mu g/mL$ 范围内。

7.3 色谱参考条件

色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:C₁₈(粒径 5 μm, 250 mm×4.6 mm), 或等效色谱柱;
- b) 流动相:磷酸二氢钾溶液-乙腈(5.1.14);
- c) 流速:1 mL/min;
- d) 柱温:35℃;
- e) 进样量:10 μL 或 20 μL;
- f) 检测波长:200 nm。

7.4 标准曲线测定

将泛酸标准工作溶液依次注入高效液相色谱仪中,测定各组分的峰面积,以相应标准工作溶液的质量浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。泛酸标准溶液($16~\mu g/mL$)高效液相色谱图见附录 A 中图 A.1。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中,得到相应峰面积,根据标准曲线,以外标法计算待测试样溶液中泛酸的质量浓度。试样(片剂)中泛酸高效液相色谱图见图 A.2。

平行做两份试验。

8 结果计算与表述

试样中泛酸的含量按公式(1)计算,试样中泛酸钙的含量按公式(2)计算,试样中泛酸钠的含量按公式(3)计算;

$$X = \frac{\rho \times V \times f \times 100}{m \times 1000} \qquad \dots \tag{1}$$

式中:

X —— 试样中泛酸的含量,单位为毫克每百克或毫克每百毫升(mg/100 g g mg/100 mL);

 ρ ——由标准曲线得到的试样溶液中泛酸的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu g/mL$);

V ——试样定容总体积,单位为毫升(mL);

f ——试样测定液稀释倍数;

 $m \longrightarrow \text{——试样的取样量,单位为克或毫升(g 或 mL);}$

100、1 000---单位换算系数。

式中:

 X_1 ——试样中泛酸钙的含量,单位为毫克每百克或毫克每百毫升(mg/100 g 或 mg/100 mL);

$GB/T \times \times \times \times \times -202 \times$

X ——公式(1)计算得到的泛酸的含量,单位为毫克每百克或毫克每百毫升(mg/100 g g mg/100 mL);

 M_1 ——泛酸钙的摩尔质量, M_1 =476.54 g/mol;

 M_p ——泛酸的摩尔质量, M_p =219.23 g/mol;

2 ——分子数量换算系数。

$$X_2 = \frac{X \times M_2}{M_p}$$
 (3)

式中:

 X_2 ——试样中泛酸钠的含量,单位为毫克每百克或毫克每百毫升(mg/100 g 或 mg/100 mL);

X ——公式(1)计算得到的泛酸的含量,单位为毫克每百克或毫克每百毫升(mg/100 g 或 mg/100 mL);

 M_2 ——泛酸钠的摩尔质量, M_2 =241.22 g/mol;

 M_{p} ——泛酸的摩尔质量, $M_{\text{p}}=219.23 \text{ g/mol}$ 。

结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

10 检出限与定量限

当称样量为 1 g 或 1 mL 时,定容体积为 50 mL 时,检出限为 0.5 mg/100 g,定量限为 1.5 mg/100 g。

附 录 A (资料性) 泛酸标准溶液和试样高效液相色谱图

A.1 泛酸标准溶液(16 μg/mL)高效液相色谱图见图 A.1。

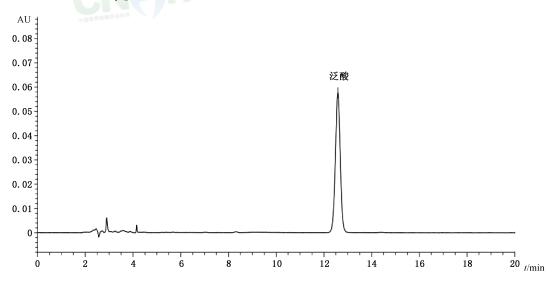


图 A.1 泛酸标准溶液(16 μg/mL)高效液相色谱图

A.2 试样(片剂)中泛酸高效液相色谱图见图 A.2。

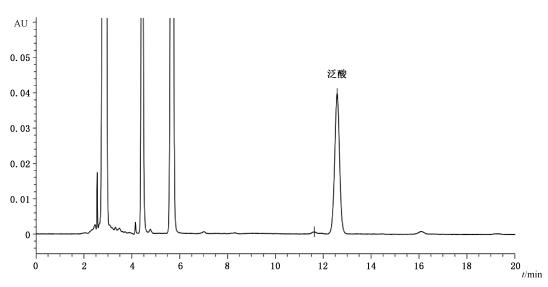


图 A.2 试样(片剂)中泛酸高效液相色谱图