

中华人民共和国国家标准

GB/T 22251—2008

保健食品中葛根素的测定

Determination of puerarin in health foods

2008-07-31 发布

2008-11-01 实施



中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位：北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、鲁杰、宋书锋、马兰、罗仁才。

本标准为首次发布。



保健食品中葛根素的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中葛根素的测定方法。

本标准适用于以葛根为主要原料的保健食品中葛根素的测定。

当信噪比 $S/N=3$, 取样量为 1.0 g, 定容体积为 10 mL 时, 本方法的检出限 (LOD) 为 2.0×10^{-5} g/kg; 当信噪比 $S/N=10$, 取样量为 1.0 g, 定容体积为 10 mL 时, 方法的定量限 (LOQ) 为 6.0×10^{-5} g/kg。方法的线性范围为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

根据葛根素溶于甲醇、水等极性溶剂的特性, 试样采用 70% 甲醇溶液进行超声提取, 然后定容, 单一葛根提取物制成的试样过滤后直接利用高效液相色谱仪分离, 紫外检测器检测, 根据保留时间和峰面积进行定性和定量。由多种植物提取物制成的试样需经大孔吸附树脂净化后再进行高效液相色谱分析。

3 试剂和材料

3.1 甲醇(CH_3OH): 优级纯。

3.2 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): 分析纯。

3.3 冰乙酸(CH_3COOH): 优级纯。

3.4 36% 乙酸: 用冰乙酸与水按 9:16 的比例配制。

3.5 水(H_2O): 为实验室一级用水, 电导率(25 $^{\circ}\text{C}$)为 0.01 mS/m。

3.6 葛根素标准品: 纯度 $\geq 95\%$ 。

3.7 葛根素标准储备溶液(2.00 mg/mL): 准确称取 0.02 g 葛根素标准品(精确至 0.000 1 g), 用 70% 甲醇溶解并定容至 10 mL, 混匀(此标准储备溶液在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中可保存 7 d)。

3.8 葛根素标准使用液(200 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取 1.00 mL 葛根素标准储备溶液于 10 mL 容量瓶中, 用 70% 甲醇定容至刻度, 混匀(此标准使用液在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中可保存 7 d)。

3.9 D101 大孔吸附树脂: 树脂用 70% 乙醇浸泡 24 h, 使其充分溶胀, 反复用去离子水冲洗, 将乙醇洗净后装入层析柱(3.10)上, 柱高为 10 cm。

3.10 层析柱: 长 15 cm, 内径 1.0 cm。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 离心机: 4 000 r/min。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 单一葛根提取物制成的试样: 根据试样含量, 称取 0.50 g~1.00 g 试样(精确至 0.001 g), 加适量 70% 甲醇, 于超声波清洗器中超声提取 20 min, 冷却至室温, 再用 70% 甲醇定容至 10 mL, 混匀, 静置, 上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后, 待液相色谱分析。

5.1.2 多种植物提取物制成的试样:根据试样含量,准确称取 0.50 g~1.00 g 试样(精确至 0.001 g),加适量水溶解,并于超声波清洗器中超声 20 min,冷却至室温后用水定容至 10 mL,混匀,4 000 r/min 离心 5 min。取 1 mL 上清液上大孔吸附树脂层析柱,用约 40 mL 水以 1 mL/min 淋洗杂质,再用 50 mL 70% 甲醇洗脱葛根素,将洗脱液置于沸水浴蒸发近干,用 70% 甲醇将其溶解并定容至 1 mL,过 0.45 μm 滤膜后待高效液相色谱用。

5.2 标准曲线的制备

分别吸取标准使用液(3.8),用 70% 甲醇稀释并定容的浓度分别为 5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、30 μg/mL、40 μg/mL、50 μg/mL 的标准系列。

5.3 液相色谱参考条件

5.3.1 色谱柱:ODS C₁₈,250 mm×4.6 mm,5 μm。

5.3.2 流动相:甲醇+36% 乙酸+水=25+3+72。

5.3.3 流速:0.6 mL/min。

5.3.4 检测波长:247 nm。

5.3.5 进样体积:10 μL。

5.4 色谱分析

在给定的仪器条件下进标准溶液系列和试样净化液进行液相色谱仪分析,以保留时间定性,以峰高或峰面积定量。

6 结果计算

试样中葛根素的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——试样中葛根素的含量,单位为克每千克(g/kg);
 - c——由标准曲线求得进样液中葛根素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
 - V——试样定容体积,单位为毫升(mL);
 - m——试样质量,单位为克(g)。
- 计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 10%。

8 色谱图

在上述色谱条件下的色谱图见图 1~图 2。

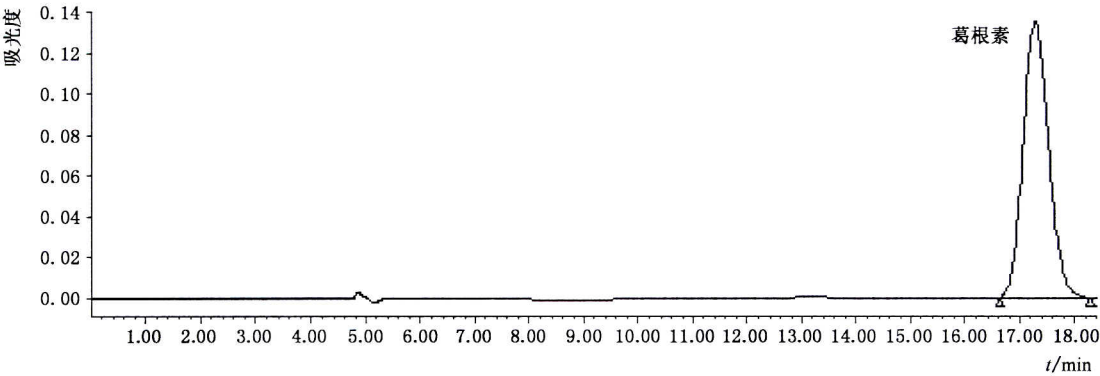


图 1 葛根素标准色谱图

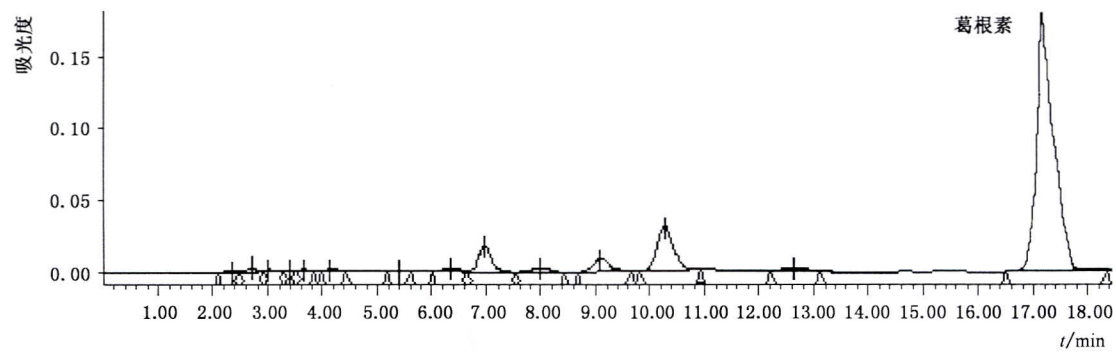


图 2 多种植物提取物制成的试样色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
保健食品中葛根素的测定
GB/T 22251—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

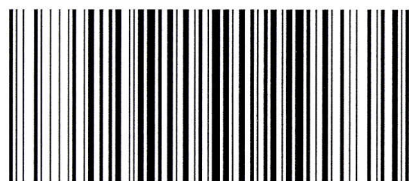
*

书号: 155066 · 1-34143 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22251—2008