



中华人民共和国国家标准

GB/T 22246—2008

保健食品中泛酸钙的测定

Determination of calcium pantothenate 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：河北省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、方从容、马兰、王竹天、秦振顺。

本标准为首次发布。

保健食品中泛酸钙的测定

1 范围

本标准规定了营养素补充剂类保健食品中泛酸钙的测定方法。

本标准适用于营养素补充剂类保健食品中泛酸钙的测定。

本标准检出限：当取样量 1.0 g，定容至 25 mL，进样量 10 μ L 时，检出限 (LOD) 为 2×10^{-4} g/100 g，定量限 (LOQ) 为 6×10^{-4} g/100 g。

本标准的线性范围：2.5 μ g/mL~80 μ g/mL。

2 原理

根据泛酸钙溶于水，对酸和碱不稳定，但在中性 (pH=5.0~7.0) 条件下很稳定的理化性质，试样中的泛酸钙用水在超声波振荡下提取，定容，离心后取上清液过滤膜，经 C_{18} 反相柱分离，在紫外检测器 200 nm 波长处检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 乙腈 (CH_3CN)：色谱纯。

3.2 磷酸 (H_3PO_4)：分析纯。

3.3 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)：分析纯。

3.4 0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液：取磷酸二氢钾 2.722 g，加水溶解成 1 000 mL，用磷酸调节 pH 至 3.0。

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

3.6 泛酸钙标准储备液：称量泛酸钙标准品约 0.1 g (精确至 0.000 1 g)，置于 100 mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，混匀 (4 $^{\circ}C$ 冰箱中保存备用，该溶液可保存 5 d)。

3.7 泛酸钙标准使用液：准确量取 1.0 mL 标准储备液 (3.6) 置于 10 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀 (4 $^{\circ}C$ 冰箱中保存备用，该溶液可保存 5 d)。

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 试样制备

5.1.1 固体片剂或胶囊试样：称取 0.1 g~1.0 g 粉碎后的均匀试样 (精确到 0.001 g)，使试样浓度位于标准曲线中。试样置于 25 mL 容量瓶中，加水 20 mL，超声提取 20 min 后，加水至刻度，摇匀，离心后将上清液过 0.45 μ m 滤膜，滤液待进样。

5.1.2 液体试样：除碳酸饮料需超声除去二氧化碳后再取样外，其余液体试样均可直接准确量取适量样液，使试样浓度位于标准曲线中。试样置于 25 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度后混匀，过 0.45 μ m 滤膜，滤液备用。

5.2 标准曲线的制备

吸取 0.25、0.50、1.0、2.0、4.0、8.0 mL 泛酸钙标准使用液(相当于 2.5 μg、5.0 μg、10 μg、20 μg、40 μg、80 μg 泛酸钙),分别置于 10 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。在给定的仪器条件下,进行色谱分析,以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

5.3 液相色谱参考条件

5.3.1 色谱柱: ODS C₁₈ 柱, 250 mm×4.6 mm, 5 μm。

5.3.2 柱温: 30 ℃。

5.3.3 紫外检测器: 检测波长 200 nm。

5.3.4 流动相: 0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调 pH=3.0)+乙腈=95+5。

5.3.5 流速: 1.0 mL/min。

5.3.6 进样量: 10 μL。

5.3.7 色谱分析: 取标准溶液系列及试样溶液注入色谱中,以保留时间定性,以试样峰面积或峰高与标准比较定量。

6 计算

试样中泛酸的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{c \times V \times 100}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中泛酸的含量,单位为克每百克或克每百毫升(g/100 g 或 g/100 mL);

c ——由标准曲线求得进样液中泛酸的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

结果由泛酸换算为泛酸钙的计算见式(2):

$$X_1 = X \times 476.54 / (219.23 \times 2) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

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

X ——试样中泛酸的含量,单位为克每百克或克每百毫升(g/100 g 或 g/100 mL);

219.23、476.54——分别为泛酸和泛酸钙的分子质量。

计算结果保留三位有效数字。

7 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超过算术平均值的 10%。

8 色谱图

泛酸钙标准色谱图和试样色谱图分别见图 1~图 2,泛酸钙紫外光谱图见图 3。

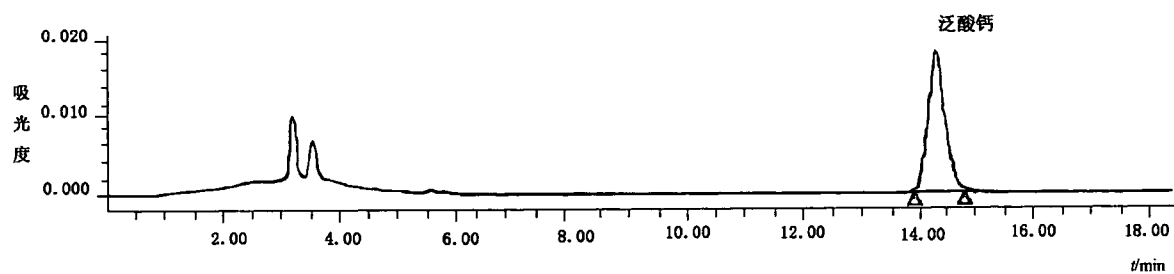


图1 泛酸钙标准色谱图

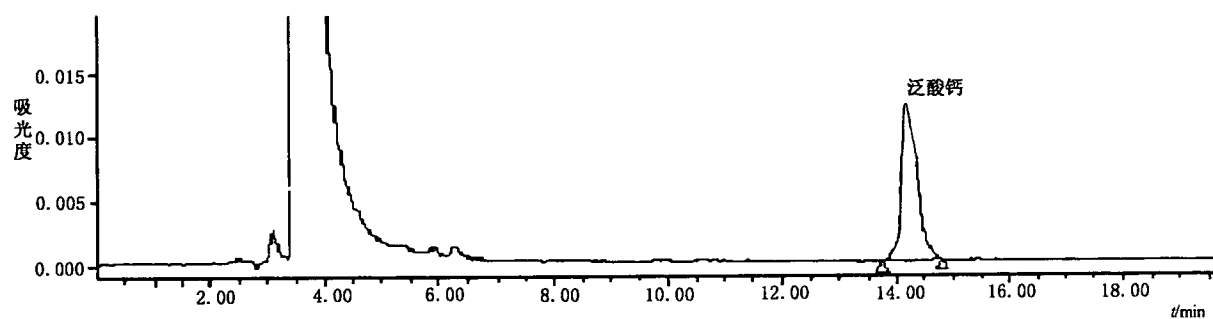


图2 泛酸钙试样色谱图

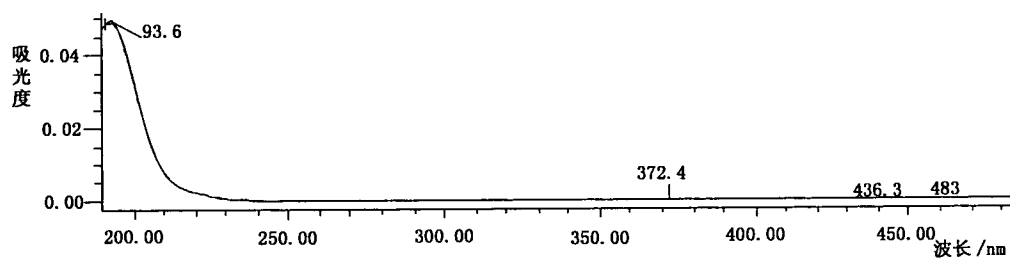


图3 泛酸钙紫外光谱图