



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.195—2003

保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定

Determination of chromium picolinate in health foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 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。
本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。
本标准主要起草人：杨大进、方从容、王竹天。

引 言

吡啶甲酸铬是氨基酸代谢产物吡啶甲酸与三价铬形成的一种稳定化合物,可顺利通过细胞膜直接作用于组织细胞,对糖尿病的治疗有重要辅助作用。目前吡啶甲酸铬已作为功效成分添加于保健食品中。本方法在参考北京唐安保健食品公司吡啶甲酸铬检测方法的基础上,结合我国具体仪器状况制定而成,适用于添加吡啶甲酸铬的片剂、胶囊等保健食品类型中吡啶甲酸铬的测定。

保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本标准适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的检出限 $0.05\ \mu\text{g}$, 线性范围: $2.00\ \mu\text{g/mL} \sim 100\ \mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇+水=1+1 进行提取和稀释, 根据高效液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

3 试剂

3.1 甲醇, 优级纯。

3.2 磷酸氢二钾。

3.3 磷酸二氢钾。

3.4 吡啶甲酸铬标准溶液: 准确称量吡啶甲酸铬标准品 $0.010\ 0\ \text{g}$, 加入甲醇+水=1+1 并定容至 $100.0\ \text{mL}$, 如有少量残渣, 可使用超声波加速溶解。此溶液每毫升含 $100\ \mu\text{g}$ 吡啶甲酸铬。

4 仪器设备

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。

5 分析步骤

5.1 试样处理

取 20 粒片剂或胶囊试样进行粉碎或混匀, 称取约 $0.5\ \text{g}$ (精确到 $0.001\ \text{g}$) 试样于刻度试管中, 加入甲醇+水=1+1 并定容至 $20.0\ \text{mL}$, 超声提取 5 min 后以 $3\ 000\ \text{r/min}$ 离心 3 min。经 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤后, 备用。

5.2 液相色谱参考条件

5.2.1 色谱柱: $\mu\text{-BONDAPAK}^{\text{TM}}\text{C}_{18}$ $4.6\ \text{mm} \times 250\ \text{mm}$, $5\ \mu\text{m}$ 。

5.2.2 柱温: 室温。

5.2.3 紫外检测器: 检测波长 $254\ \text{nm}$ 。

5.2.4 流动相: $0.125\ \text{mol/L}$ 磷酸盐缓冲溶液+乙腈=425+75。

5.2.5 流速: $0.5\ \text{mL/min}$ 。

5.2.6 进样量: $10\ \mu\text{L}$ 。

5.3 色谱分析

量取 $10\ \mu\text{L}$ 标准溶液及试样溶液注入色谱仪中, 以保留时间定性, 以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

5.4 色谱图

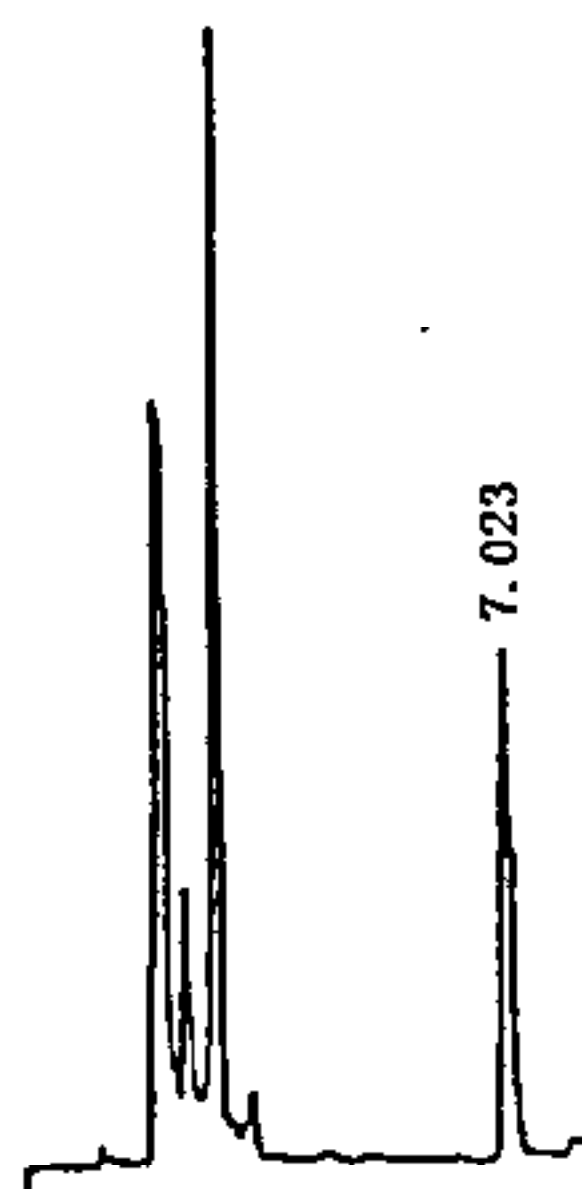


图 1

在上述色谱条件下,吡啶甲酸铬的保留时间为 7.023,浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.5 标准曲线制备

配制浓度为 2.00、5.00、10.0、50.0、100 $\mu\text{g/mL}$ 吡啶甲酸铬标准溶液,在给定的仪器条件下进行液相色谱分析,以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

6 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1\,000}$$

式中:

X ——试样中吡啶甲酸铬的含量,单位为毫克每百克($\text{mg}/100\text{ g}$);

h_1 ——试样峰高或峰面积;

c ——标准溶液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

h_2 ——标准溶液峰高或峰面积;

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

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。