

中华人民共和国国家标准

GB/T 22249—2008

保健食品中番茄红素的测定

Determination of lycopene in health foods

2008-07-31 发布

2008-11-01 实施



中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

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、王竹天、宋凤英、罗仁才。

本标准为首次发布。

保健食品中番茄红素的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中番茄红素的测定方法。

本标准适用于作为主要功效成分添加于保健食品中番茄红素的测定。

当取样量 1.0 g, 定容至 10 mL, 进样量 10 μ L 时, 检出限 (LOD) 为 3×10^{-4} g/kg, 定量限 (LOQ) 为 1×10^{-3} g/kg。线性范围为 0.200 μ g/mL ~ 20.0 μ g/mL。

2 原理

根据番茄红素易溶于二氯甲烷等溶剂的理化特性, 试样经焦性没食子酸-二氯甲烷溶液提取, 定容, 过滤后进高效液相色谱仪, 经反相柱分离后, 由紫外检测器检测, 根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

3 试剂和材料

- 3.1 乙腈 (CH_3CN): 色谱纯。
- 3.2 甲醇 (CH_3OH): 色谱纯。
- 3.3 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 分析纯。
- 3.4 焦性没食子酸 ($\text{C}_9\text{H}_8(\text{OH})_3$): 分析纯。
- 3.5 N,N -二甲基甲酰胺 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$): 分析纯。
- 3.6 番茄红素对照品: 纯度 $\geq 95\%$, 避光保存于 -70°C 冰箱中。
- 3.7 焦性没食子酸-二氯甲烷溶液: 称取 0.2 g 焦性没食子酸溶于二氯甲烷溶解并定容至 100 mL。
- 3.8 番茄红素对照品溶液: 准确称取番茄红素对照品 (精确到 0.000 1 g), 置于 10 mL 棕色容量瓶中, 加焦性没食子酸-二氯甲烷溶液溶解并定容至刻度, 混匀, 此溶液临用现配。由于番茄红素不稳定, 使用前可先用液相色谱仪一化法确定其纯度。

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。

5 分析步骤

5.1 试样的制备

5.1.1 一般试样的制备

根据试样中番茄红素的含量, 称取 0.5 g ~ 2.0 g 均匀试样 (精确称量至 0.001 g) 置于 25 mL 棕色容量瓶中, 加焦性没食子酸-二氯甲烷溶液 20 mL, 超声提取 30 min 后, 加焦性没食子酸-二氯甲烷溶液定容至刻度, 摇匀, 过 0.45 μ m 滤膜。滤液备用。

5.1.2 微囊化试样的制备

根据试样中番茄红素的含量, 称取 0.5 g ~ 2.0 g 均匀试样 (精确称量至 0.001 g) 置于 25 mL 棕色容量瓶中, 加 0.2 g 焦性没食子酸和 5 mL N,N -二甲基甲酰胺后超声提取 30 min 后, 再用焦性没食子

酸-二氯甲烷溶液定容至刻度,摇匀,过 0.45 μm 滤膜。滤液备用。

5.2 标准曲线的制备

分别吸取番茄红素对照品溶液(3.8),用焦性没食子酸-二氯甲烷溶液稀释并在棕色容量瓶中定容的浓度分别为 0.2、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0 μg/mL 标准系列。

5.3 液相色谱参考条件

5.3.1 色谱柱: ODS C₁₈ 柱或 ODS C₃₀ 柱(适用于番茄红素几何异构体的分离或含多种胡萝卜素试样的分析),150 mm×4.6 mm,5 μm。

5.3.2 柱温:30 ℃。

5.3.3 紫外检测器:检测波长 472 nm。

5.3.4 流动相: 甲醇+乙腈=50+50。

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

试样中番茄红素的含量按式(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——试样中的含量,单位为克每千克(g/kg);

c——根据标准曲线查得的番茄红素的浓度,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。

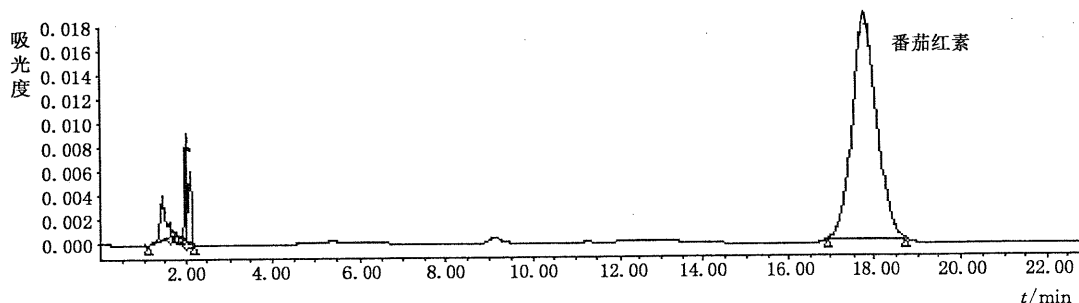


图 1 番茄红素标准色谱图

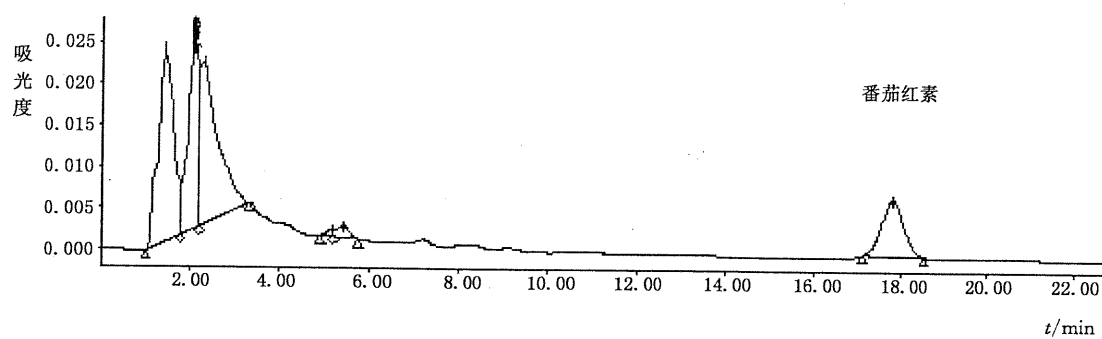


图 2 番茄红素试样色谱图