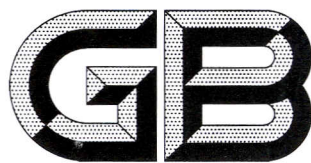


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 22245—2008

保健食品中异嗪皮啉的测定

Determination of isofraxidin 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、王竹天、常凤启、宋凤英。

本标准为首次发布。

保健食品中异嗪皮啉的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中异嗪皮啉的测定方法。

本标准适用于以刺五加为主要原料的保健食品中异嗪皮啉的测定。

当取样量 2.0 g, 定容至 10 mL, 进样量 10 μ L 时, 方法的检出限(LOD)为 2.0×10^{-4} g/kg, 方法的定量限(LOQ)为 6.0×10^{-4} g/kg。线性范围为 2.0 μ g/mL~40 μ g/mL。

2 原理

根据异嗪皮啉易溶于甲醇、乙腈、三氯甲烷的理化特性, 试样中异嗪皮啉依次经甲醇和三氯甲烷两种溶液提取, 甲醇定容, 过滤后进高效液相色谱仪, 经反相 C_{18} 色谱柱分离后, 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 甲醇(CH_3OH): 优级纯。

3.2 乙酸(CH_3COOH): 分析纯。

3.3 乙腈(CH_3CN): 色谱纯。

3.4 三氯甲烷($CHCl_3$): 分析纯。

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 异嗪皮啉标准品: 纯度 $\geq 99\%$ 。

3.7 异嗪皮啉标准储备液(1.00 mg/mL): 准确称量异嗪皮啉标准品 0.01 g(精确至 0.000 1 g), 置于 10 mL 容量瓶中, 加入甲醇溶解并定容至刻度, 混匀(此标准溶液在 4 $^{\circ}C$ 冰箱中, 可保存 7 d)。

3.8 异嗪皮啉标准使用液(100 μ g/mL): 吸取异嗪皮啉标准储备液 1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中, 甲醇定容至刻度, 混匀(此标准溶液在 4 $^{\circ}C$ 冰箱中, 可保存 7 d)。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器或二极管阵列检测器。

4.2 超声波清洗器。

5 分析步骤

5.1 试样处理

根据试样含量, 称取 0.5 g~5 g 均匀试样(精确称至 0.001 g)置于 25 mL 试管中, 加入甲醇 20 mL, 超声波提取 20 min 后, 过滤, 用 20 mL 甲醇分 3 次洗涤残渣, 收集全部滤液, 于水浴上蒸干, 加适量水溶解并转移到分液漏斗中, 用 30 mL 三氯甲烷分二次萃取, 合并三氯甲烷萃取液, 于水浴上蒸干, 加甲醇溶解并定容至 2.0 mL, 过 0.45 μ m 滤膜, 滤液备用。

5.2 标准曲线的制备

用甲醇稀释标准使用液, 配制成异嗪皮啉标准溶液浓度分别为 2.00 μ g/mL、4.00 μ g/mL、8.00 μ g/mL、10.0 μ g/mL、20.0 μ g/mL、40.0 μ g/mL 作为标准系列。

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: 35 °C。
- 5.3.3 紫外检测器: 检测波长 343 nm。
- 5.3.4 流动相: 乙腈+0.1%乙酸溶液=15+85。
- 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 结果计算

试样中异嗪皮啶的含量按式(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——试样中异嗪皮啶的含量, 单位为克每千克(g/kg);
- c——由标准曲线求得进样液中异嗪皮啶的浓度, 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, 单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

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。

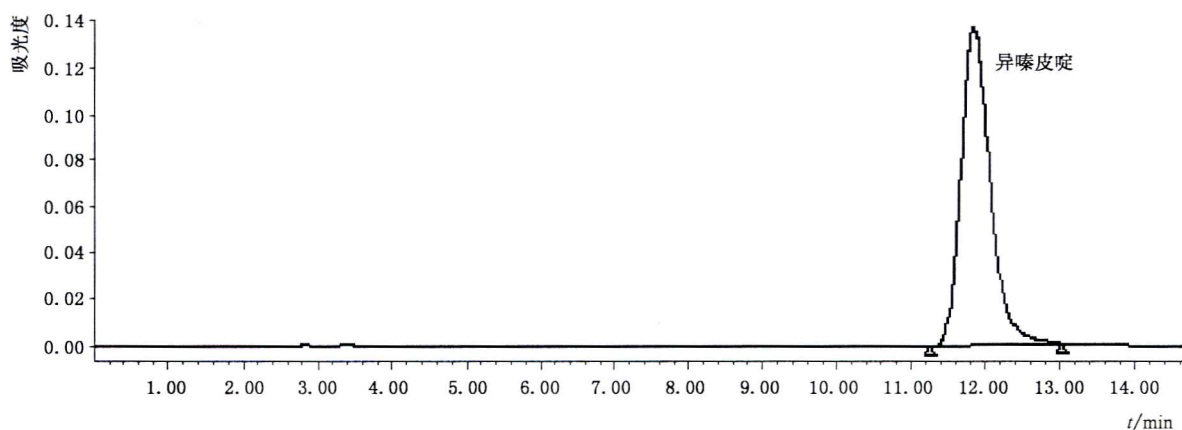


图 1 异嗪皮啶标准色谱图

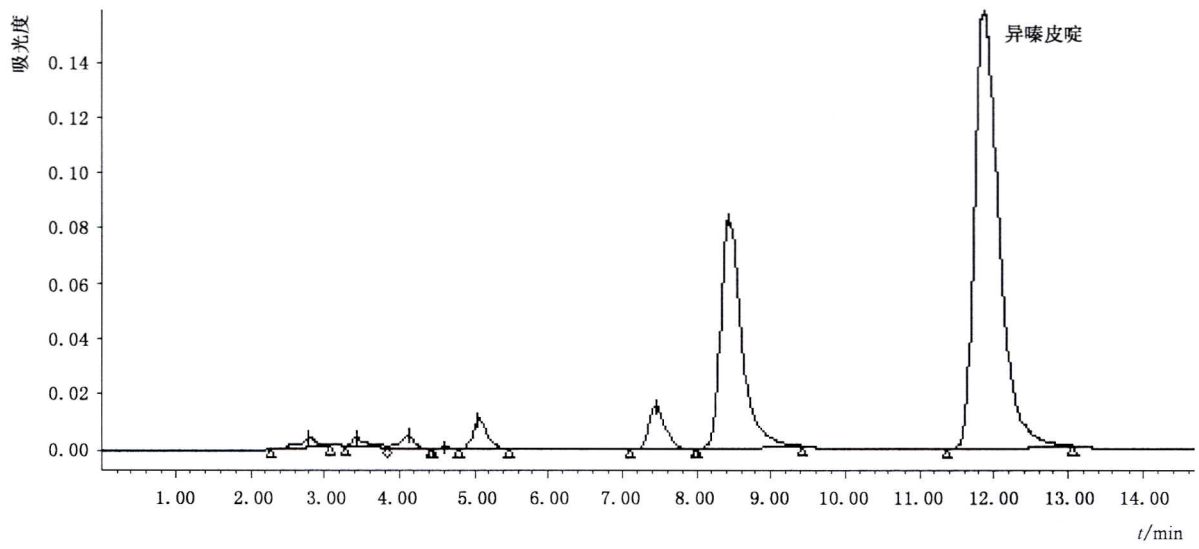


图 2 异嗪皮啉试样色谱图



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
保 健 食 品 中 异 噁 皮 啉 的 测 定
GB/T 22245—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10月第一版 2008年10月第一次印刷

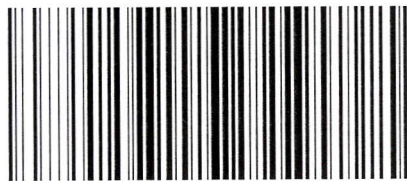
*

书号:155066·1-34144 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 22245-2008