

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.170—2003

保健食品中褪黑素含量的测定

Determination of melatonin in health foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 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。

本标准第一法负责起草单位：卫生部食品卫生监督检验所。

本标准第二法负责起草单位：中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站。

本标准第一法主要起草人：杨大进、王竹天、方从容、吴国华、李萍。

本标准第二法主要起草人：李萍、吴永宁、王绪卿、杨大进、吴国华。

引 言

褪黑素(Melatonin)是松果体内分泌的一种吲哚类激素,其化学名称为 *N*-乙酰基-4-甲氧基色胺,该物质具有广泛的生理作用。褪黑素类产品已在国外广泛应用,近年来我国也开始大量生产和销售此类产品。为达到保证褪黑素类产品质量、保护消费者身体健康的目的,特建立保健食品中褪黑素的测定方法。

保健食品中褪黑素含量的测定

1 范围

本标准规定了以褪黑素为有效成分的胶囊或片剂包装的保健食品中褪黑素的测定方法。

本标准适用于以褪黑素为有效成分的胶囊或片剂包装的保健食品中褪黑素的测定。

本标准第一法高效液相色谱-紫外检测法的检出限为 0.5 ng；取样量 0.5 g 时，检出浓度为 0.07 mg/kg。第二法高效液相色谱-荧光法的检出限为 30 pg，线性范围为 0.05 ng~0.50 ng。

第一法 高效液相色谱-紫外检测法

2 原理

试样中的褪黑素经溶解、稀释、过滤后，使用具有紫外检测器的高效液相色谱仪检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 甲醇：色谱纯。
- 3.2 无水乙醇：优级纯。
- 3.3 三氟乙酸：优级纯。
- 3.4 高效液相色谱流动相：甲醇+水+三氟乙酸=45+55+0.05。
- 3.5 褪黑素(Melatonin)标准品。
- 3.6 褪黑素标准溶液的配制

精确称量 30 mg 褪黑素标准品于 100 mL 容量瓶中，加入 70%乙醇溶解后定容至刻度。准确吸取 2 mL 上述溶液于 10 mL 容量瓶中，加入流动相(3.4)定容至刻度，此溶液浓度为 0.060 mg/mL。

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：使用研钵将片剂或胶囊研成粉末并使之混合均匀。
- 5.2 精确称量约一粒片剂或胶囊的质量于 10 mL 容量瓶中，以 70%乙醇定容至刻度，使用超声波清洗器提取 10 min。将提取液离心至澄清。准确量取上清液 2 mL 于 10 mL 容量瓶中，以流动相定容至刻度，混匀后经 0.45 μm 滤膜过滤后进行色谱分析。

5.3 测定

5.3.1 液相色谱参考条件

- 5.3.1.1 色谱柱： μ -BondaPak C₁₈，4.6 mm×250 mm。
- 5.3.1.2 紫外检测器：检测波长 222 nm。
- 5.3.1.3 流速：0.8 mL/min。
- 5.3.1.4 柱温：室温。

5.3.2 色谱分析