

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。