

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX
代替 GB/T 5009.195—2003

保健食品中吡啶甲酸铬的测定

Determination of chromium picolinate in health foods

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2024年2月)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 5009.195—2003《保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定》。

本文件与GB/T 5009.195—2003相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改文件名称；
- 增加了方法适用范围；
- 修改了标准储备溶液、标准中间溶液浓度以及标准系列工作液浓度范围；
- 修改了色谱参考条件；
- 修改了方法的精密度；
- 修改了方法的检出限、定量限。

本文件由全国特殊食品标准化技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：略。

本文件主要起草人：略。

保健食品中吡啶甲酸铬的测定

1 范围

本文件描述了保健食品中吡啶甲酸铬的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于以吡啶甲酸铬作为功效成分添加于保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将制备后的试样使用甲醇-水溶液（1+1，体积比）进行提取和稀释，高效液相色谱法检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇（ CH_3OH ）。

5.1.2 乙腈（ CH_3CN ）。

5.1.3 磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）：优级纯。

5.1.4 磷酸（ H_3PO_4 ）：优级纯。

5.2 试剂配制

5.2.1 甲醇-水溶液（1+1，体积比）：量取 100 mL 甲醇（5.1.1），加入 100 mL 水，混匀。

5.2.2 磷酸二氢钾溶液（10 mmol/L，含磷酸 0.1%）：称取 1.361 g 磷酸二氢钾（5.1.3），用水溶解，加入 1 mL 磷酸（5.1.4），用水定容至 1 000 mL，混匀。

5.3 标准品

吡啶甲酸铬标准品 ($C_{18}H_{12}CrN_3O_6$, CAS 号: 14639-25-9): 纯度 $\geq 98.0\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备溶液 (250 $\mu\text{g/mL}$): 精密称取 25 mg (精确至 0.1 mg) 吡啶甲酸铬标准品 (5.3), 用甲醇-水溶液 (5.2.1) 超声溶解, 定容至 100 mL, 混匀。2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 有效期 6 个月。

5.4.2 标准中间溶液 (50 $\mu\text{g/mL}$): 准确移取 2.00 mL 标准储备溶液 (5.4.1) 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇-水溶液 (5.2.1) 稀释定容, 摇匀。临用现配。

5.4.3 标准系列工作液配制: 准确移取适量标准储备溶液 (5.4.1) 或标准中间溶液 (5.4.2), 用甲醇-水溶液 (5.2.1) 稀释, 配制成浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准系列工作液。临用现配。

5.5 材料

有机系微孔滤膜: 尼龙材质, 0.45 μm 。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪: 配二极管阵列检测器或紫外检测器。

6.2 分析天平: 感量 1 mg 和 0.1 mg。

6.3 超声波清洗器。

6.4 涡旋混合器。

6.5 离心机: 转速 $\geq 8\ 000$ r/min。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 片剂: 取 10 g~30 g 试样或全部试样 (试样少于 10 g 时), 粉碎、研磨, 混匀, 常温干燥保存。

7.1.2 胶囊: 取样品 20 粒 (若 20 粒总量低于 5 g 时则取全部试样), 去外壳取内容物混匀。

7.1.3 口服液: 取 10 支独立包装试样, 混合, 充分摇匀。

7.2 试样处理

7.2.1 片剂、胶囊试样

准确称取混合均匀的固体试样 0.5 g~2.0 g (精确至 1 mg) 于刻度试管中, 加入甲醇-水溶液 (5.2.1) 并定容至 20 mL, 涡旋混匀, 超声提取 30 min, 以 8 000 r/min 离心 3 min, 上清液经有机系微孔滤膜 (5.5) 过滤, 待测。

7.2.2 口服液试样

称取混合均匀的口服液试样 1.0 g~5.0 g (精确至 1 mg) 于刻度试管中, 加入甲醇-水溶液 (5.2.1) 并定容至 10 mL, 涡旋混匀, 超声提取 10 min, 以 8 000 r/min 离心 3 min, 上清液经有机系微孔滤膜 (5.5) 过滤, 待测。

7.3 色谱参考条件

- a) 色谱柱: C₁₈柱 (粒径5.0 μm, 4.6 mm×250 mm), 或相当者;
- b) 流动相A: 乙腈 (5.1.2); 流动相B: 磷酸二氢钾溶液 (10 mmol/L, 含磷酸0.1%) (5.2.2);
- c) 流速: 0.8 mL/min;
- d) 柱温: 30 °C;
- e) 进样体积: 10 μL;
- f) 检测波长: 264 nm。
- g) 梯度洗脱条件, 见表1。

表 1 梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.0	10	90
10.0	15	85
12.0	90	10
15.0	10	90
22.0	10	90

7.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液 (5.4.3) 分别注入高效液相色谱仪中, 测定峰面积 (标准品色谱图见附录 A 图 A.1), 以相应标准工作液的浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中, 得到相应峰面积 (样品色谱图见附录 A 图 A.2), 根据标准曲线, 以外标法定量计算待测试样溶液中吡啶甲酸铬的浓度。试样溶液中吡啶甲酸铬的响应值均应在标准曲线的线性范围之内, 超出线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再测定。

8 分析结果的表述

试样中吡啶甲酸铬的含量按式 (1) 计算:

$$X = \frac{c \times V \times f \times 100}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中吡啶甲酸铬的含量, 单位为毫克每一百克 (mg/100 g);
- c —— 试样溶液中吡啶甲酸铬的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);
- V —— 试样溶液的定容体积, 单位为毫升 (mL);
- f —— 试样溶液稀释倍数;
- m —— 试样质量, 单位为克 (g);

100, 1000 ——单位换算系数。

结果保留三位有效数字。

9 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应超过算术平均值的 10%。

10 其他

片剂、胶囊试样：当称样量为 0.5 g，定容体积为 20 mL 时，检出限为 2.0 mg/100 g，定量限为 4.0 mg/100 g。

液体试样：当称样量为 1 g，定容体积为 20 mL 时，检出限为 1.0 mg/100 g，定量限为 2.0 mg/100 g。

附录 A

(资料性)

吡啶甲酸铬标品和样品高效液相色谱图

吡啶甲酸铬标品的高效液相色谱图见图 A.1。

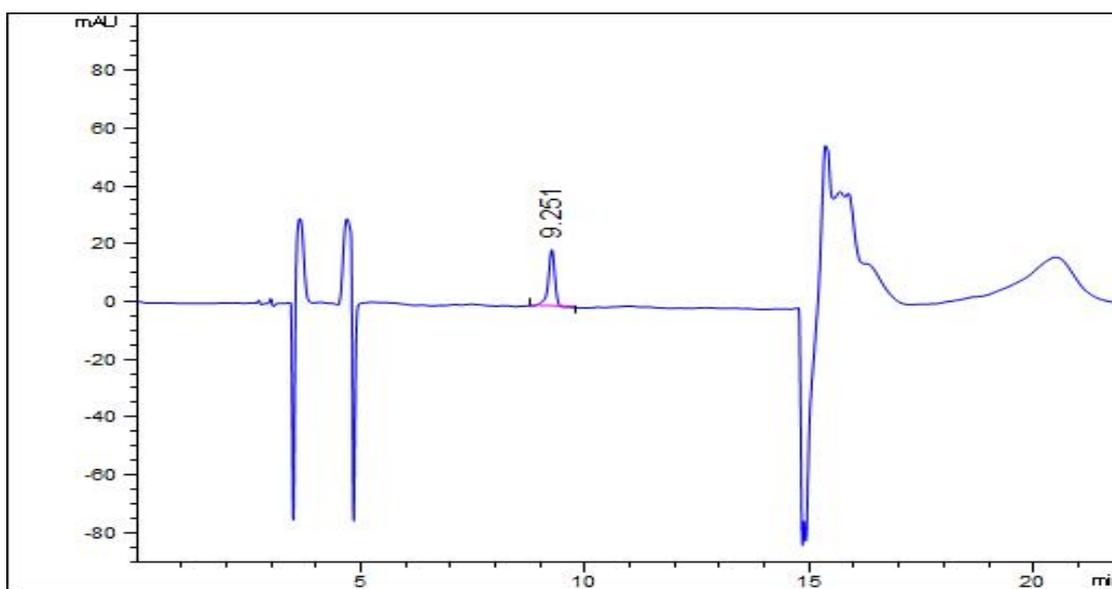


图 A.1 吡啶甲酸铬标品高效液相色谱图

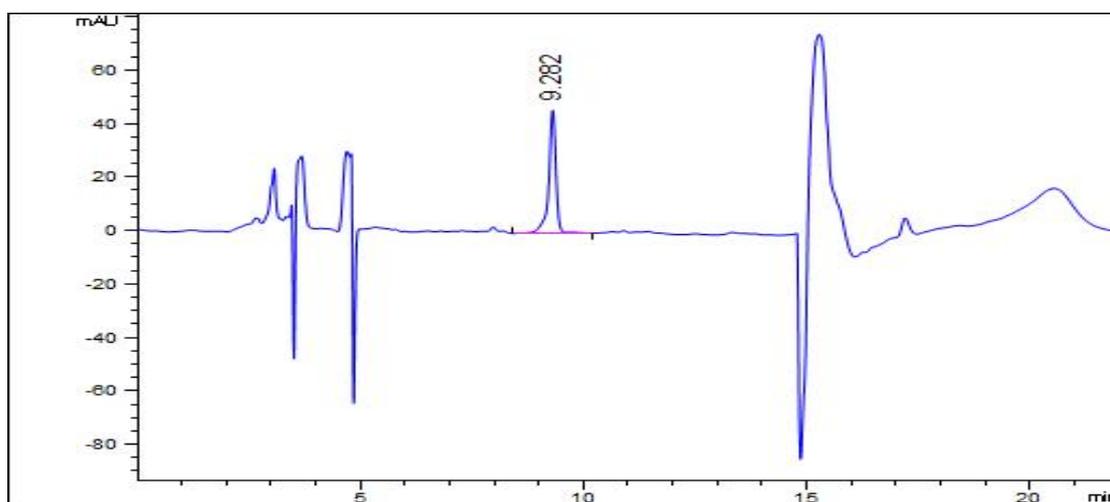


图 A.2 吡啶甲酸铬样品高效液相色谱图