

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX
代替 GB/T 22246-2008

保健食品中泛酸的测定

Determination of pantothenic acid 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)

(本稿完成日期：2024年1月)

— XX — XX 发布

XXXX — XX — 实施

国家市场监督管理总局
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 22246-2008《保健食品中泛酸的测定》。

本文件与GB/T 22246-2008相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了标准名称；
- 修改了方法适用范围；
- 修改了前处理的条件；
- 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。

保健食品中泛酸的测定

1 范围

本文件描述了保健食品中泛酸的液相色谱测定方法。

本文件适用于以泛酸钙、泛酸钠作为膳食补充剂添加于固体饮料、软胶囊、蛋白粉、片剂、粉剂、软糖等类型保健食品中的泛酸的测定。

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

试样用热水提取后，经反相液相色谱柱分离，紫外检测器或二极管阵列检测器检测，以保留时间定性，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分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

- 5.1.1 盐酸（HCL）。
- 5.1.2 氢氧化钠（NaOH）。
- 5.1.3 磷酸（H₃PO₄）。
- 5.1.4 七水合硫酸锌（ZnSO₄·7H₂O）。
- 5.1.5 磷酸二氢钾（KH₂PO₄）。
- 5.1.6 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 盐酸（0.1 mol/L）：吸取 8.3 mL 盐酸（5.1.1）至 800 mL 水中，加水稀释至 1000 mL，混匀。
- 5.2.2 盐酸（1.0 mol/L）：吸取 8.3 mL 盐酸（5.1.1）至 80 mL 水中，加水稀释至 100 mL，混匀。

- 5.2.3 氢氧化钠（0.01 mol/L）：称取 0.4 g 氢氧化钠（5.1.2），加水溶解并稀释至 1000 mL。
- 5.2.4 氢氧化钠（0.1 mol/L）：称取 0.4 g 氢氧化钠（5.1.2），加水溶解并稀释至 100 mL。
- 5.2.5 硫酸锌溶液（0.5 mol/L）：称取 14.4g 七水合硫酸锌（5.1.4），加水溶解并稀释至 100 mL。
- 5.2.6 磷酸二氢钾溶液（0.02 mol/L）：称取 2.722 g 磷酸二氢钾（5.1.5），加 500 mL 水溶解，用磷酸（5.1.3）调节 pH 至 3.0 ± 0.1 ，用水稀释至 1000 mL，用 0.45 μm 滤膜过滤。

5.3 标准品

D-泛酸钙标准品（ $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{CaN}_2\text{O}_{10}$ ，CAS号：137-08-6）：纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

5.4 标准溶液配制

- 5.4.1 泛酸标准储备液（500 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确称取 136 mg（精确至 0.1mg）D-泛酸钙标准品，加水溶解并转入到 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。标准储备液-18 $^{\circ}\text{C}$ 及以下避光保存，有效期 3 个月。
- 5.4.2 泛酸标准中间液（100 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确吸取标准储备溶液（5.4.1）20.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度。临用现配。
- 5.4.3 泛酸标准系列工作溶液：分别准确吸取泛酸标准中间液 1.0 mL、2 mL、4.0 mL、8.0 mL、16.0 mL 和 32.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，得到浓度分别为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、8.0 $\mu\text{g/mL}$ 、16.0 $\mu\text{g/mL}$ 和 32.0 $\mu\text{g/mL}$ 的泛酸标准系列工作溶液。临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 6.2 天平：感量 0.1 mg。
- 6.3 恒温振荡水浴箱：振荡频率 100 r/min \pm 20 r/min。
- 6.4 超声波振荡器。
- 6.5 pH 计：精度为 ± 0.01 。
- 6.6 离心机：转速 ≥ 8000 r/min。
- 6.7 0.45 μm 滤膜。

7 分析步骤

7.1 试样制备

固态试样（软胶囊和硬胶囊）：取不少于 20 粒或不低于 5 g 样品，去其外壳，取其内容物，研细（必要时），混匀。固态试样（片剂、粉剂等）：取不少于 20 粒或不低于 5 g 样品，粉碎并混匀。凝胶糖果：取不少于 10 粒（对于不同色泽或风味混装的试样，则按色泽或种类均匀取样）或不低于 10 g，剪成小块，振摇至完全分散。碳酸饮料：需超声波去除二氧化碳，其他液态试样：摇匀。

7.2 试样处理

准确称取约 1~3 g 试样，精确至 0.001 g。置于 100 mL 锥形瓶中，加入约 30 mL 40 $^{\circ}\text{C}$ ~50 $^{\circ}\text{C}$ 温水，漩涡或搅拌，待样品充分溶解后，超声提取 20 min。用 0.1 mol/L 盐酸、1.0 mol/L 盐酸、0.01 mol/L 氢氧化钠或 0.1 mol/L 氢氧化钠调节 pH 至 5.0 ± 0.1 ，加入 5 mL 0.5 mol/L 硫酸锌溶液，充分混合。转入 50

mL 容量瓶中，用水稀释至刻度并充分混匀后，转入离心管，8000 r/min 离心 2 min，取上清液过 0.45 μm 滤膜，滤液待上机测定。

注：必要时，试样测定液用水进行适当稀释 (f)，使试样浓度中泛酸浓度在 1 μg/mL ~ 32 μg/mL 范围内。

7.3 色谱参考条件

- a) 色谱柱：ODS C₁₈（粒径 5 μm，250 mm×4.6 mm）或具有同等性能的色谱柱。
- b) 柱温：35°C ± 0.5°C。
- c) 检测波长：200 nm。
- d) 流动相：0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液：乙腈=95：5。
- e) 流速：1.0 mL/min。
- f) 进样量：10 μL 或 20 μL。

7.4 标准曲线测定

将泛酸标准工作液依次注入高效液相色谱仪中（标准品色谱图见附录A），测定各组分的峰面积，以相应标准工作液的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，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，根据标准曲线，以外标法计算待测试样溶液中泛酸的浓度。

8 结果计算与表述

试样中泛酸的含量按式（1）计算：

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

式中：

X——试样中泛酸含量，固态试样单位为毫克每百克（mg/100g），液态试样为毫克每百毫升（mg/100mL）

ρ ——由标准曲线得到的试样溶液中泛酸的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——试样测定液总体积，单位为毫升（mL）；

f——试样测定液稀释倍数。

m——试样的取样量，单位为克（g）；

100、1000——换算系数。

结果如以泛酸钙计量，应乘以1.087，如以泛酸钠计量，应乘以1.099。

计算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得超过算术平均值的10%。

10 其他

当称样量为1 g，定容至50 mL时，检出限为0.5 mg/100 g，定量限为1.5 mg/100 g。

附录 A

(资料性)

泛酸标准品和样品的液相色谱图

泛酸标准溶液的液相色谱图见图A.1；泛酸试样溶液的色谱图见图A.2。

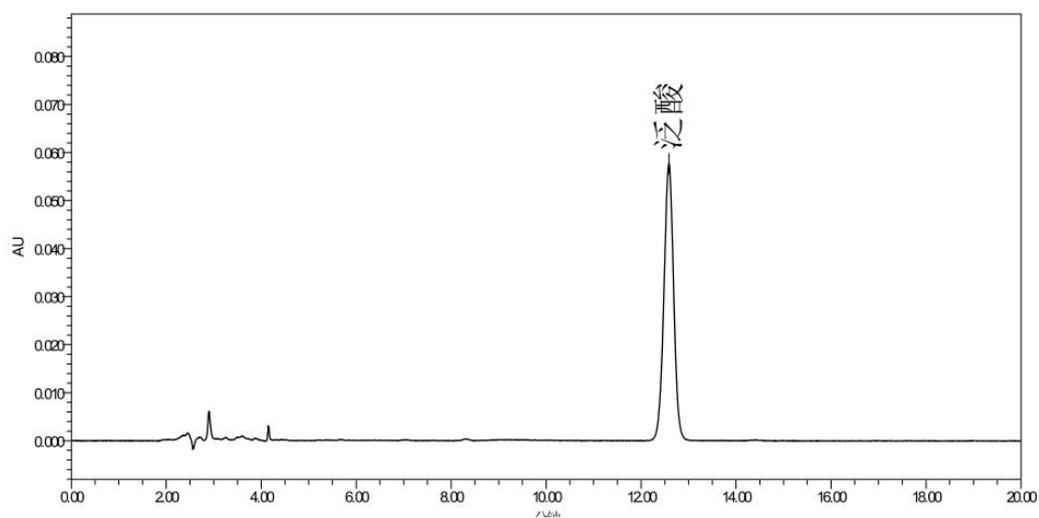


图 A.1 泛酸标准色谱图

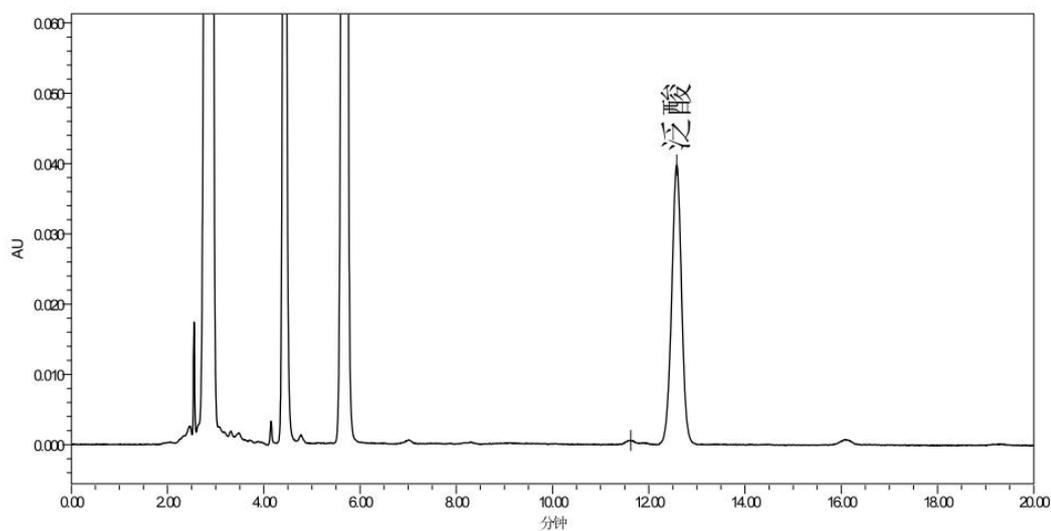


图 A.2 泛酸试样色谱图