ICS 67.040
C 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 22244—2008

保健食品中前花青素的测定

Determination of procyanidins 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

数码防伪

华东公共卫生论坛

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：吉林省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、肖晶、方从容、王竹天、刘宏涛。

本标准为首次发布。

华东公共卫生论坛

STANDARDS PRESS OF CHINA

华东公共卫生论坛

保健食品中前花青素的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中前花青素的测定方法。

本标准适用于以葡萄籽、葡萄皮、沙棘、玫瑰果、蓝浆果、法国松树皮提取物等为主要原料制造的保健食品中前花青素的测定。

本标准的检测限：方法的检出限(LOD)为 1.5×10^{-4} g/100 g，方法的定量限(LOQ)为 5.0×10^{-4} g/100 g。方法的线性范围为 10 μg/mL～150 μg/mL。

2 原理

前花青素易溶于水，是黄烷-3-苯儿茶酚和表儿茶精连接而成的。依据试样中前花青素单体或聚合物在加热的酸性条件和铁盐催化作用下，C—C 键断裂而生成深红色花青素离子即氰定的原理，使用高效液相色谱，经 C_{18} 反相柱分离，在波长 525 nm 处检测，根据保留时间定性，外标法定量，测定试样中前花青素含量。

3 试剂和材料

3.1 甲醇(CH_3OH)：分析纯。

3.2 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

3.3 正丁醇[$CH_3(CH_2)_2CH_2OH$]：分析纯。

3.4 盐酸(HCl)：分析纯。

3.5 二氯甲烷(CH_2Cl_2)：分析纯。

3.6 异丙醇[$(CH_3)_2CHOH$]：分析纯。

3.7 甲酸(HCOOH)：分析纯。

3.8 硫酸铁铵[$NH_4Fe(SO_4)_2\cdot12H_2O$]：分析纯。

3.9 水(H_2O)：为实验室一级用水，电导率(25 ℃)为 0.01 mS/m。

3.10 2%硫酸铁铵[$NH_4Fe(SO_4)_2\cdot12H_2O$]溶液：称取硫酸铁铵 2 g，用浓度为 2 mol/L 盐酸溶解，定容至 100 mL。

3.11 前花青素标准品：纯度≥98%。

3.12 前花青素标准溶液(1.00 mg/mL)：称取 0.01 g 前花青素标准品(精确至 0.000 1 g)，用甲醇(3.2)溶解并定容至 10 mL 棕色容量瓶中，此溶液现用现配。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 离心机：4 000 r/min。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 片剂：取 20 片试样，研磨成粉状。

5.1.2 胶囊：取 20 粒胶囊内容物，混匀。

华东公共卫生论坛

5.1.3 软胶囊：挤出 20 粒胶囊内容物，搅拌均匀，如内容物含油，应将内容物尽可能挤完全。

5.1.4 口服液：摇匀后取样。

5.2 **提取**

5.2.1 固体粉状试样：根据试样含量称取 50 mg～500 mg(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 棕色容量瓶中，加入 30 mL 甲醇(3.1)，超声处理 20 min，放冷至室温后，加甲醇(3.1)至刻度，摇匀，离心(3 000 r/min，10 min)或放置至澄清后取上清液备用。

5.2.2 含油试样：根据试样含量称取 50 mg～500 mg(精确至 0.001 g)试样置于小烧杯中，用 5 mL 二氯甲烷使试样溶解，并倒入 50 mL 容量瓶中，再用甲醇(3.1)多次洗烧杯，并倒入 50 mL 棕色容量瓶中，用甲醇(3.1)定容至刻度，摇匀。

5.2.3 口服液：根据试样含量准确吸取 1 mL～5 mL 样液，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇(3.1)至刻度，摇匀。

5.3 **水解反应**

将正丁醇与盐酸按 95∶5 的体积比混合后，取出 15 mL 置于具塞锥瓶中，再加入 0.5 mL 硫酸铁铵溶液和 2 mL 试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热 40 min 后，立即置冰水中冷却，经 0.45 μm 滤膜过滤，待进高效液相色谱分析。

5.4 **标准曲线制备**

吸取标准溶液(3.12)0.10、0.25、0.50、1.0、1.5 mL 置于 10 mL 棕色容量瓶中，加甲醇(3.1)至刻度，摇匀。各取 2 mL 测定，处理方法同 5.3，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

5.5 **液相色谱参考条件**

5.5.1 色谱柱：耐低 pH 型的 ODS C_{18} 柱，4.5 mm×150 mm，5 μm。

5.5.2 柱温：35 ℃。

5.5.3 检测器：紫外检测器。

5.5.4 检测波长：525 nm。

5.5.5 流动相：水＋甲醇(3.2)＋异丙醇＋甲酸＝73＋13＋6＋8。

5.5.6 进样量：10 μL。

5.5.7 流速：1.0 mL/min。

5.5.8 色谱分析：取标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

5.6 **注意事项**

实验过程中应避免阳光直射。

6 结果计算

试样中前花青素的含量按式(1)进行计算：

$$X = \frac{X_1 \times V \times f}{m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X——试样中前花青素的含量，单位为克每千克或克每升(g/kg 或 g/L)；

X_1——从标准曲线上得到的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V——试样定容体积，单位为毫升(mL)；

f——稀释倍数；

m——试样的质量(或体积)，单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留三位有效数字。

华东公共卫生论坛

7 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。

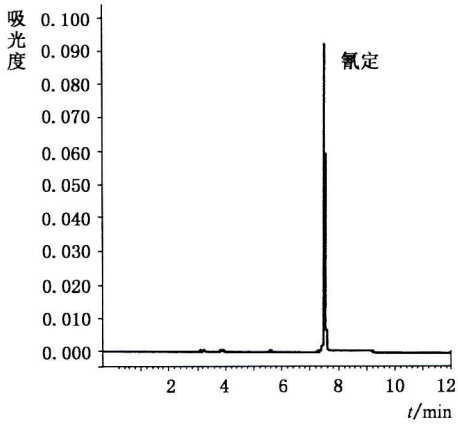

图1 前花青素标准色谱图

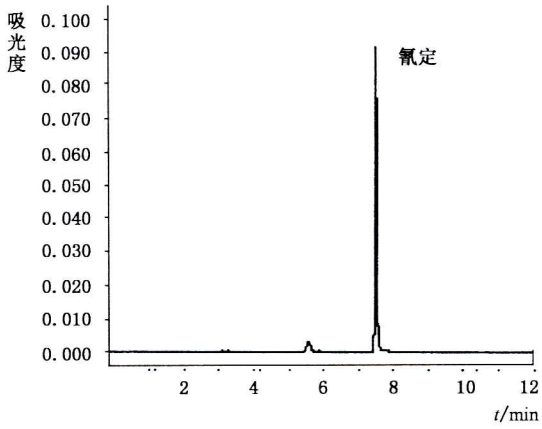

图2 前花青素试样色谱图

华东公共卫生论坛

GB/T 22244—2008

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
保健食品中前花青素的测定
GB/T 22244—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 7 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷
*
书号:155066·1-34141 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 22244-2008

华东公共卫生论坛