



中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—××××

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

××××-××-××发布

××××-××-××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。

本文件规定了食品质量相关技术要求，食品安全相关要求见有关法律法规、政策和食品安全标准等文件。

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》。与 GB/T 5009.195—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了文件的适用范围(见第 1 章,2003 年版的第 1 章)；
- b) 更改了标准溶液配制(见 5.3,2003 年版的 3.4)；
- c) 增加了试样制备(见 7.1)；
- d) 更改了色谱参考条件(见 7.3,2003 年版的 5.2)；
- e) 更改了方法的精密度(见第 9 章,2003 年版的第 7 章)；
- f) 更改了方法的检出限、定量限(见第 10 章,2003 年版的第 1 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国特殊食品标准化技术委员会(SAC/TC 466)提出并归口。

本文件起草单位：成都市食品检验研究院、中国海关科学技术研究中心、广东产品质量监督检验研究院、中轻技术创新中心有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、中轻检验认证有限公司、河北晨光检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：李绍波、张朝晖、钟其顶、李锦清、孙宇、武竹英、王珮玥、杨清山、安红梅、熊梅瑾、王道兵、严家俊、刘洋、吴一凡、岳红卫、周璇、张祎远、宋建封、王义、吉鑫、高慧媛。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2003 年首次发布为 GB/T 5009.195—2003；
- 本次为第一次修订。

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。

本文件适用于片剂、硬胶囊、软胶囊、颗粒剂、粉剂、口服液、饮料、茶剂等剂型形态的保健食品中吡啶甲酸铬的测定。

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

试样中的吡啶甲酸铬经 50% 甲醇溶液提取后，高效液相色谱分离，紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用色谱纯试剂。

5.1 试剂

5.1.1 水，按 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1.2 乙腈(CH₃CN)。

5.1.3 50% 甲醇溶液：量取 100 mL 甲醇，加入 100 mL 水，混匀。

5.1.4 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(优级纯)，用水溶解，加入 1 mL 磷酸(优级纯)，用水定容至 1 000 mL，混匀。

5.2 标准物质或标准样品

吡啶甲酸铬(C₁₈H₁₂CrN₃O₆，CAS 号：14639-25-9)：纯度不低于 98.0%，或经国家认证并授予证书的标准物质或标准样品。

5.3 溶液配制

5.3.1 吡啶甲酸铬标准储备溶液(200 μg/mL)：称取 10 mg(精确至 0.1 mg)标准物质或标准样品

(5.2),用50%甲醇溶液(5.1.3)超声溶解,放冷至室温,转移至50 mL棕色容量瓶中,用50%甲醇溶液(5.1.3)定容,混匀。2℃~8℃避光保存,有效期3个月。

5.3.2 吡啶甲酸铬系列标准工作溶液:分别移取适量吡啶甲酸铬标准储备溶液(5.3.1),用50%甲醇溶液(5.1.3)配制成质量浓度分别为1 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL的系列标准工作溶液。临用现配。

5.4 材料

滤膜:0.45 μm,有机系。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或相当者。

6.2 天平:精确度0.1 mg和0.001 g。

6.3 超声波清洗器。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 高速离心机:转速不低于8 000 r/min。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 固体试样(片剂、硬胶囊、颗粒剂、粉剂、茶剂等):片剂、颗粒剂、粉剂、茶剂取不少于20粒或不少于5 g样品,经高速粉碎机或研钵磨成粉状,混匀备用;硬胶囊取不少于20粒或不少于5 g样品,取其内容物,混匀,必要时研细,混匀备用。

7.1.2 半固体试样(软胶囊等):取不少于20粒或不少于5 g样品(软胶囊剪开,取内容物),混匀备用。

7.1.3 液体试样(口服液、饮料等):取不少于5个最小规格包装或不少于50 mL,混匀备用。

7.2 试样处理

7.2.1 固体、半固体试样(片剂、硬胶囊、颗粒剂、粉剂、茶剂、软胶囊等)

称取适量混合均匀的试样0.5 g~2 g(精确至0.001 g),或根据标示含量使所取试样中吡啶甲酸铬含量约为0.2 mg,置于刻度试管中,加入50%甲醇溶液(5.1.3)15 mL,涡旋混匀,超声提取30 min,放冷至室温,转移至20 mL容量瓶中,用50%甲醇溶液(5.1.3)定容。取上述溶液,置于具塞离心管中,以8 000 r/min离心3 min,上清液经滤膜(5.4)过滤,待测。

7.2.2 液体试样(口服液、饮料等)

称取适量混合均匀的试样1 g~5 g(精确至0.001 g),或根据标示含量使所取试样中吡啶甲酸铬含量约为0.2 mg,置于刻度试管中,加入50%甲醇溶液(5.1.3)15 mL,涡旋混匀,超声提取10 min,放冷至室温,转移至20 mL容量瓶中,用50%甲醇溶液(5.1.3)定容。取上述溶液,置于具塞离心管中,以8 000 r/min离心3 min,上清液经滤膜(5.4)过滤,待测。

7.3 色谱参考条件

色谱参考条件如下:

a) 色谱柱:C₁₈柱(250 mm×4.6 mm,5 μm),或性能相当者;

b) 流动相:A相为乙腈(5.1.2),B相为磷酸二氢钾溶液(5.1.4),梯度洗脱条件见表1;

- c) 流量:0.8 mL/min;
 d) 柱温:30 ℃;
 e) 进样体积:10 μL;
 f) 检测波长:264 nm。

表 1 梯度洗脱条件

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0	10	90
10	15	85
12	90	10
15	90	10
16	10	90
22	10	90

7.4 标准曲线的绘制

将吡啶甲酸铬系列标准工作溶液(5.3.2)分别注入高效液相色谱仪中,测定其峰面积,以相应标准工作溶液的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。吡啶甲酸铬标准溶液(20 μg/mL)高效液相色谱图见附录 A 中图 A.1。

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,根据标准曲线得到待测试样溶液中的吡啶甲酸铬浓度。如试样溶液的浓度超出标准曲线,用 50% 甲醇溶液(5.1.3)稀释至标准曲线范围。试样(硬胶囊)中吡啶甲酸铬高效液相色谱图见图 A.2。

平行做两份试验。

8 结果计算与表述

试样中吡啶甲酸铬的含量按公式(1)进行计算:

$$X = \frac{\rho \times V \times f \times 100}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样中吡啶甲酸铬的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);
 ρ —— 通过标准曲线得到的试样溶液中吡啶甲酸铬的质量浓度,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、1 000 —— 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得超过算术平均值的 10%。

10 检出限与定量限

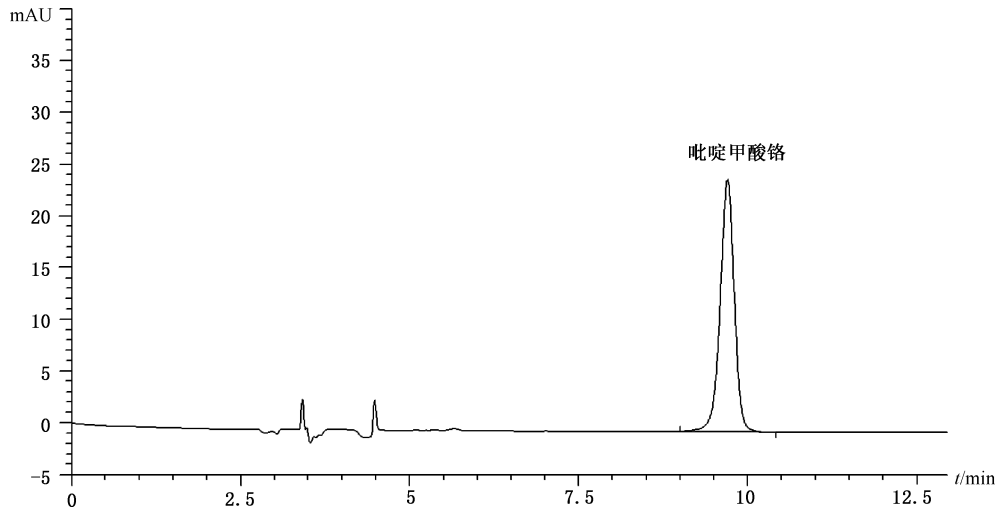
固体试样(片剂、硬胶囊、颗粒剂、粉剂、茶剂等)、半固体试样(软胶囊等):当称样量为 0.5 g 时,检出限为 2 mg/100 g,定量限为 4 mg/100 g。

液体试样(口服液、饮料等):当称样量为 1 g 时,检出限为 1 mg/100 g,定量限为 2 mg/100 g。

附录 A

(资料性)

吡啶甲酸铬标准溶液和试样(硬胶囊)中吡啶甲酸铬高效液相色谱图

A.1 吡啶甲酸铬标准溶液(20 $\mu\text{g}/\text{mL}$)高效液相色谱图见图 A.1。图 A.1 吡啶甲酸铬标准溶液(20 $\mu\text{g}/\text{mL}$)高效液相色谱图

A.2 试样(硬胶囊)中吡啶甲酸铬高效液相色谱图见图 A.2。

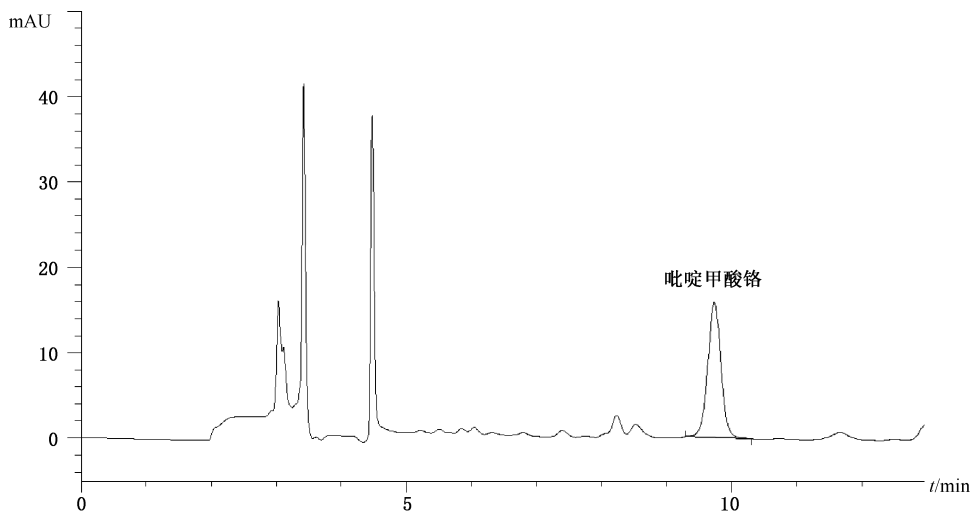


图 A.2 试样(硬胶囊)中吡啶甲酸铬高效液相色谱图