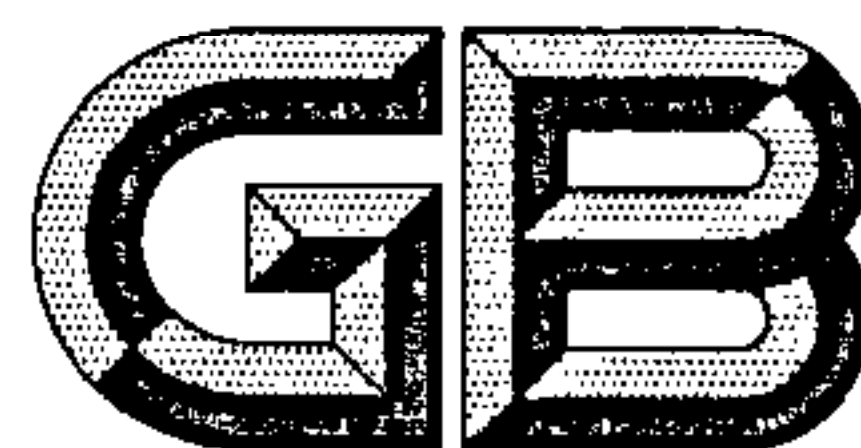




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.196—2003

保健食品中肌醇的测定

Determination of inositol in health foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。
本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。
本标准主要起草人：杨大进、方从容、王竹天。

引 言

肌醇是一种带有 6 个羟基的 6 碳化合物,是一种人类必需的营养因子,目前已作为功效成分添加于保健食品中。在参考日本大正制药株式会社肌醇检验方法的基础上,结合我国现有仪器状况制定的本方法提供了强化营养素片剂、胶囊、饮料中肌醇的气相色谱测定方法。

保健食品中肌醇的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中肌醇的测定方法。

本标准适用于肌醇作为功效成分添加于片剂、胶囊、饮料等试样类型中含量的测定。

本方法的检出限为 $0.02 \mu\text{g}$, 线性范围是 $0.1 \text{ mg/mL} \sim 10 \text{ mg/mL}$ 。

2 原理

将固体试样提取液或液体试样稀释液浓缩至干, 经硅烷化处理, 以正己烷提取, 气相色谱氢火焰检测器定性定量检测。

3 试剂

3.1 无水乙醇。

3.2 正己烷。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 三甲基氯硅烷。

3.5 六甲基二硅氨烷。

3.6 二甲基甲酰胺。

3.7 肌醇标准溶液: 将肌醇标准品(纯度 99%) 在 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥 4 h, 准确称量 0.0500 g , 溶于 70% 乙醇溶液, 准确配成 100.0 mL 溶液。此溶液每毫升含 0.500 mg 肌醇。

3.8 硅烷化试剂: 将三甲基氯硅烷、六甲基二硅氨烷、二甲基甲酰胺以 1:2:8 的体积比混合制成, 临用时现配。

4 仪器

4.1 气相色谱仪: 附氢火焰检测器(FID)。

4.2 旋转蒸发仪。

4.3 超声波清洗器。

5 分析步骤

5.1 试样预处理

5.1.1 取 20 粒片剂或胶囊试样研磨或混匀, 称取一定量(准确至 0.001 g) 于试管中, 加入 70% 乙醇溶液, 使浓度为每毫升中大约含肌醇 0.5 mg , 超声提取 10 min, 在转速为 3000 r/min 下离心 5 min, 上清液待用。液体试样如浓度过高可用 70% 乙醇溶液稀释至每毫升含肌醇 0.5 mg 。

5.1.2 准确量取 1.0 mL 试样溶液(5.1.1) 于旋转蒸发仪浓缩瓶中, 加入 5 mL 无水乙醇, 于 60°C 旋转蒸发仪上浓缩至剩有少量液体, 之后再每次加入 5 mL 无水乙醇直至浓缩瓶中液体完全除去。

5.1.3 向浓缩瓶中准确加入硅烷化试剂 5.0 mL , 使用超声波振超至瓶中内容物完全分散。再置于 70°C 水浴中加热 10 min。冷却后加入 10 mL 水, 再准确加入 3.0 mL 正己烷, 混摇 1 min 后放置 10 min, 在转速为 3000 r/min 下离心 5 min, 取出正己烷层, 加入少量无水硫酸钠, 轻轻混摇后放置, 取上清液进样。

准确量取肌醇标准溶液(3.7) 1.0 mL , 并按 5.1.2 操作, 可得肌醇标准衍生溶液。

5.2 气相色谱参考条件

5.2.1 检测器: FID。

5.2.2 色谱柱:BP5 25m×0.32 mm(i. d.)石英弹性毛细管柱。

5.2.3 气体流速:载气(N₂) 50 mL/min
尾吹气(N₂) 50 mL/min
氢气 40 mL/min
空气 500 mL/min
分流比 1:50

5.2.4 柱温:190℃。

5.2.5 进样口温度:245℃。

5.2.6 衰减:4。

5.2.7 纸速:2。

5.3 色谱分析

量取 1 μL 标准及试样衍生液注入色谱仪中,以保留时间定性,以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

5.4 色谱图

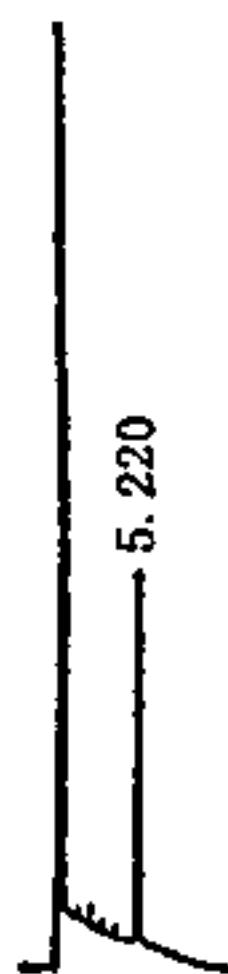


图 1 肌醇标准色谱图



图 2 试样色谱图

在上述色谱条件下,肌醇的保留时间为 5.220 min,肌醇标准溶液浓度为 2.5 mg/mL。

5.5 标准曲线制备

配制浓度为 0.1、0.5、2.5、5.0、10.0 mg/mL 肌醇标准溶液,在给定的仪器条件下进行气相色谱分析,以峰面积对浓度作校正曲线。

6 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times V \times 100}{h_2 \times m}$$

式中:

X——试样中肌醇的含量,单位为毫克每百克(或毫克每百毫升)[mg/100 g(mL)];

h_1 ——试样峰高或峰面积;

c ——标准溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

h_2 ——标准溶液峰高或峰面积;

m ——试样量,单位为克(或毫升)[g(或 mL)]。

计算结果保留两位有效数字。

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得超过算术平均值的 10%。