

使用 LC-2030 测定保健食品中泛酸含量

LC-209

摘要：本文建立了高效液相色谱法测定保健品中泛酸含量的方法。样品参照国标《GB 5009.210-2016》中的前处理方式，进行提取、上机分析。结果显示泛酸在 1.0-32.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内具有较好的线性关系，线性相关系数 $r > 0.9998$ ，定量限为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。加标回收实验平均回收率为 93.5%，连续 6 次进样保留时间 RSD% 为 0.11%、峰面积 RSD% 为 0.13%，系统精密度良好。

关键词：高效液相色谱法 泛酸 保健食品

泛酸是一种水溶性 B 族维生素，又名维生素 B5，其性质偏酸性并广泛存在于多种食物中故命名为泛酸。泛酸是辅酶 A 的成分，参与体内脂肪、蛋白质和能量代谢，因此是维持机体健康和生长不可缺少的物质。

泛酸具有制造及更新身体组织、帮助伤口愈合、抵抗传染病、防止疲劳等功效，被广泛用于营养增补剂。

食品安全国家标准《GB 5009.210-2016》中增加

了高效液相色谱方法，适用于对营养素补充剂类保健食品和配方食品中泛酸含量的测定，并对检测限和定量限做了明确的规定。

本实验参照标准中的实验条件，使用岛津一体机 Prominence-i LC-2030 液相色谱仪对维生素片中泛酸含量进行测定，结果表明，该方法检测灵敏度高，重复性好，可以满足标准中的检测要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津一体机 Prominence-i LC-2030 液相色谱仪（配紫外检测器）。

1.2 分析条件

色谱柱：Symmetry C18 (150 mm x 4.6 mm I.D., 3.5 μm)

流动相：A：0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液； B：乙腈

流速：1.0 mL/min

柱温：28 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：210 nm

进样体积：20 μL

洗脱方式：等度洗脱，A：B=96：4

1.3 标准品与试剂

标准品：D- 泛酸钙 ($\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{CaN}_2\text{O}_{18}$)，于 -20 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，备用。

试剂：磷酸二氢钾溶液 (0.02 mol/L)：称取 2.722 g 磷酸二氢钾，加入 500 mL 水溶解，用磷酸调节 pH 至 3.0，用水定容至 1000 mL，用 0.45 μm 滤膜过滤。

乙腈：色谱级，室温保存。

实验用水：由 Milli-Q Plus 水净化系统经去离子水二次净化制得。

■ 样品前处理

提取：称取 2.0 g 粉碎后的维生素片，于 50 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 40 $^{\circ}\text{C}$ 温水超声提取 20 min，用水定容至刻度。转入离心管，4000 r/min 离心 10 min，取上清液过 0.45 μm 滤膜，滤液待上机测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准品溶液色谱图和线性范围

精密量取泛酸标准品适量，用水稀释成浓度为 1.0、2.0、4.0、8.0、16.0、32.0 $\mu\text{g/mL}$ 六个浓度的标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，泛酸标准品溶液色谱图如图 1 所示。

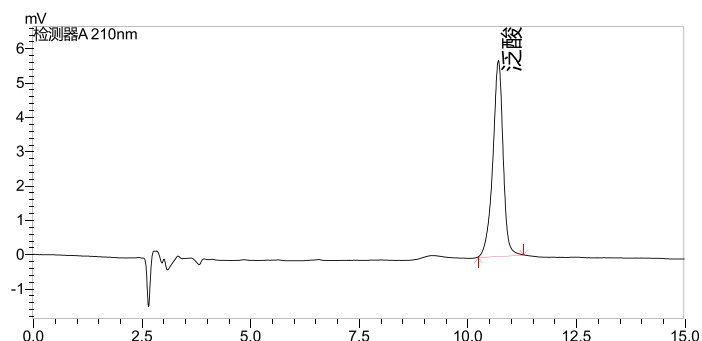


图 1 标准品溶液色谱图 (16.0 $\mu\text{g/mL}$)

以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立标准曲线，结果如图 2 所示。所得曲线线性关系良好，线性方程、线性范围、相关系数和检出限见表 1。按照 10 倍信噪比为定量限，将标准样品浓度逐步稀释，在浓度稀释至 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 时，信噪比为 11.45，以此浓度为定量限。

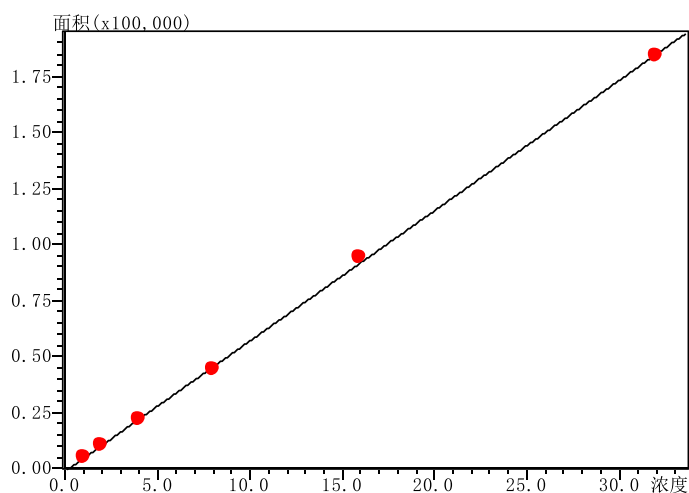


图 2 泛酸标准品校准曲线

表 1 校准曲线参数

中文名称	标准曲线	相关系数 r	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	定量限 ($\mu\text{g/mL}$)
泛酸	$Y = 5821.72X - 1447.34$	0.9998	1.0-32.0	0.1

3.2 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，选择浓度为 25 $\mu\text{g/mL}$ 的标准品溶液连续进样测定 6 次，重复性色谱图如图 3 所示。泛酸的保留时间 RSD% 为 0.11 %；峰面积 RSD% 为 0.12 %，结果见表 2。精密度实验结果表明，Prominence-i LC-2030 高效液相色谱仪具有良好的精密度。

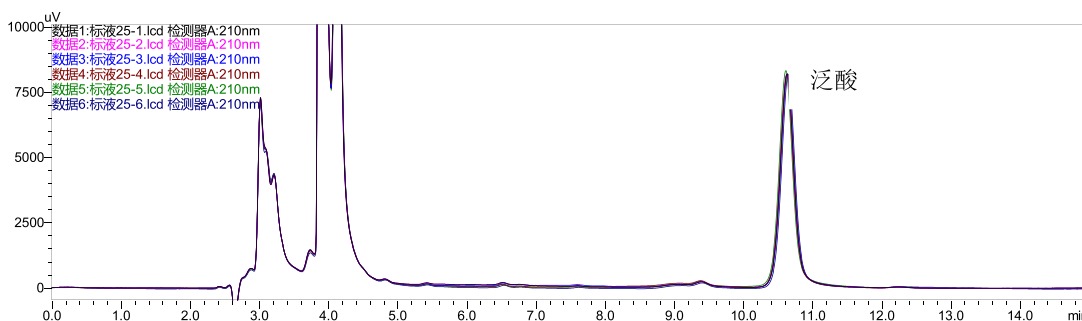


图3 标准品溶液 6 针重复性色谱图 (浓度 25 µg/mL)

表2 泛酸保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

名称	RSD% (25 µg/mL)	
	R.T.	Area
泛酸	0.11	0.12

3.3 回收率试验

由于维生素片本身有泛酸添加,回收率采用标准添加法计算,称取维生素片样品,加入一定量泛酸标准品,使样品加标浓度 C 为 25.0 mg/100 g,按照 2. 中所述前处理方式处理 3 个平行加标样品,然后按 1.2 中条件进行测试。维生素空白基质样品平行测定两次,检出浓度 C₀ 为 27.59 mg/100 g,加标样品检测浓度为 C₁,回收率计算参照以下公式:

$$\text{回收率} \% = \frac{C_1 - C_0}{C} \times 100\%$$

维生素基质样品色谱图见图 4,加标样品的回收色谱图见图 5,平均回收率为 93.5%,3 个平行样重复性结果为 0.28%,结果详见表 3。

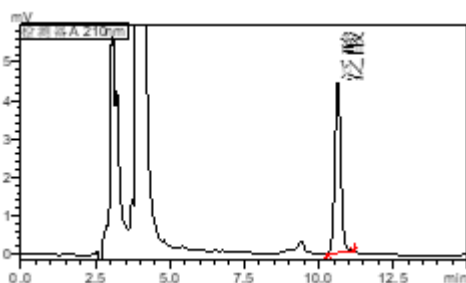


图4 空白样品色谱图

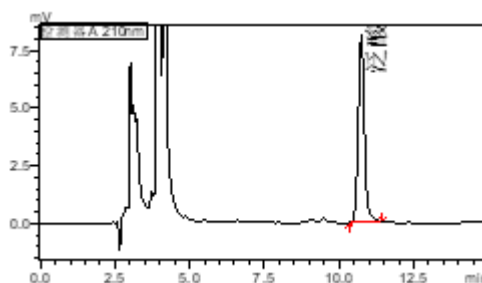


图5 加标样品色谱图 (加标量 25.0 mg/100g)

表3 加标回收率 (n=3)

名称	加标样品检测浓度 C ₁ (mg/100 g)	平均回收率 %	RSD%
泛酸	51.0	93.5	0.28
	51.1		
	50.9		

■ 结论

本文采用岛津一体机 Prominence-i LC-2030 高效液相色谱仪，参考《GB 5009.210-2016 食品中泛酸的测定》中规定的检测方法，建立了一种测定保健食品中泛酸的检测方法。该方法检测灵敏度高，重复性好，泛酸在 1.0-32.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内具有较好的线性关系，线性相关系数 $r > 0.9998$ ，定量限为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。加标回收实验平均回收率 93.5%，连续 6 次进样保留时间 RSD% 为 0.11%、峰面积 RSD% 为 0.12%，系统精密度良好。实验表明，该方法完全满足标准中的各项规定，可用于食品中泛酸的检测。

岛津应用云

