

超高效液相色谱法测定保健品中泛酸钙

LC-116

摘要：本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 测定保健品中泛酸钙的方法。前处理采用超声萃取的方法，样品处理时间短。使用超高效液相色谱仪在 4 min 内实现快速分析。实验结果表明：线性范围 0.5 mg/L~ 80 mg/L，相关系数为 0.9996；标样的仪器检出限为 0.014mg/L，仪器定量限为 0.045 mg/L；0.5 mg/L、20 mg/L 和 80 mg/L 三个浓度标样 6 次连续进样的保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.087~ 0.45% 和 1.58 ~2.28% 之间；25 mg/kg 保健药片样品平均加标回收率为 107.9%。

关键词：泛酸钙 保健品 超声萃取法

泛酸又称遍多酸、维生素 B5，是辅酶 A 的组成部分，参与糖、脂肪、蛋白质代谢。辅酶 A 是泛酸与 3- 磷酸腺苷、焦磷酸和巯基乙胺结合的复合分子，因此，泛酸的作用即是辅酶 A 的生理功能：参与体内脂肪酸降解、脂肪酸合成、柠檬酸循环、胆碱乙酰化（一种神经冲动传导物质）、抗体的合成等代谢，泛酸的存在有利于各种营养成分的吸收和利用。

GB/T 22246-2008 中规定了保健品中泛酸钙的测定方法为液相色谱法，但分析时间需要 20 min。本文使用岛津超高效液相色谱仪分析了保健品中泛酸钙分析速度快，只需要 4 min 就能完成测试。供相关检测人员参考。

结果讨论

1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 四元低压梯度洗脱系统。具体配置为：LC-30AD 输液泵，LPGE 四元低压梯度比例阀，DGU-20A5R 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，SPD-M20A 二极管阵列检测器，CBM-20Alite 系统控制器，LabSolutions Ver. 5.53 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS III 2.0mm
i.d. × 150mm 2.2 μm

流动相：A - 0.02 mol/L 磷酸二氢钾（磷酸调节
pH=3.0），B - 乙腈

流速：0.5 mL/min

进样体积：10 μL

柱温：40℃

检测波长：200 nm（波长范围：190-400 nm）

洗脱方式：等度洗脱 93%A 和 7%B

1.3 样品制备

标准溶液配制：用超纯水水配制 1000 mg/L 泛酸钙标准储备液。用超纯水将标准储备液稀释成 0.5 mg/L、1 mg/L、5 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、80 mg/L 不同浓度的工作液。

样品前处理方法：参考《GB/T 22246-2008 保健食品中泛酸钙的测定》中前处理方法。称取 0.5 g 粉碎后的均匀样品置于 25 mL 容量瓶中，加水 20 mL，超声提取 20 min 后，加水至刻度，摇匀，离心后将上清液过 0.45 μm 滤膜，滤液待进样

实验结果

2.1 标准样品的色谱图

标准样品的色谱如图 1 所示，保留时间为 1.916 min，最大吸收波长 200 nm。

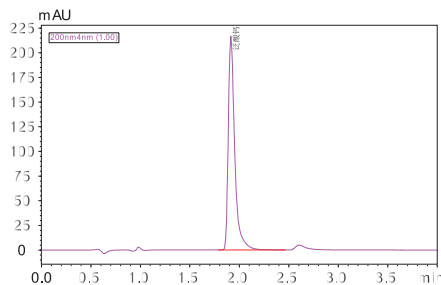


图1 40 mg/L标准溶液的色谱图

2.3 检出限和定量限

以 0.5 mg/L 的标样，按照 ASTM 计算信噪比，选取基线为 0-0.5 min，信噪比为 107.16。以 3 倍信噪比为检出限，计算仪器检出限为 0.014 mg/L，定量限为 0.045 mg/L。0.5 mg/L 的标准样品色谱图见图 3。

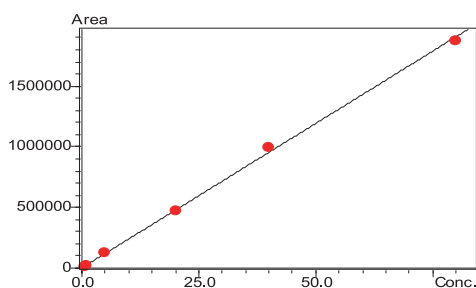


图2 泛酸钙的标准工作曲线

2.4 精密度实验

取标准工作液中 0.5 mg/L、20 mg/L 和 80 mg/L 三个浓度，分别平行进样 6 次，目标化合物的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.087~0.45% 和 1.58~2.28% 之间，仪器精密度良好。

表1 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

浓度(mg/L)	保留时间 RSD	峰面积 RSD
0.5	0.45%	2.28%
20	0.09%	2.10%
80	0.17%	1.58%

2.5 基质加标实验

按照 1.3 中样品制备方法，保健药片中泛酸钙含量为 2.0 mg/kg，在样品中添加标样，加标含量为 25 mg/kg，平行 3 次。保健药片加标平均回收率为 107.9%。保健药片空白样品的色谱图如图 4 所示，25 mg/kg 保健药片加标样品的色谱图如图 5 所示。

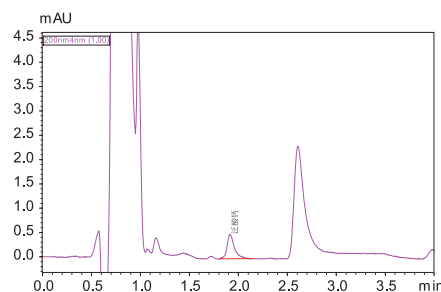


图4 保健药片空白样品的色谱图

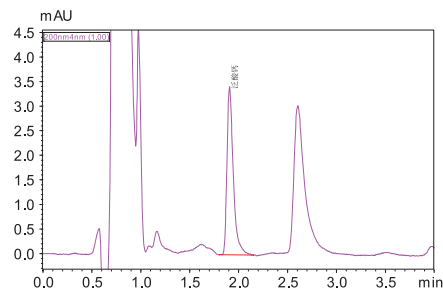


图5 保健药片25 mg/kg加标样品的色谱图

实验总结和讨论

本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 测定保健品中泛酸钙的方法。前处理采用超声萃取的方法，样品处理时间短，使用超高效液相色谱仪在 4 min 内实现快速分析。实验结果表明：线性范围 0.5 mg/L~80 mg/L，相关系数大于 0.9996；标样的仪器检出限为 0.014 mg/L，仪器定量限为 0.045 mg/L；0.5 mg/L、20 mg/L 和 80 mg/L 三个浓度标样 6 次连续进样的保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.087~0.45% 和 1.58~2.28% 之间；25 mg/kg 保健药片样品平均加标回收率为 107.9%。

附录：

标准品信息表

中文名称	英文名称	CAS
泛酸钙	calcium pantothenate	137-08-6