

团 体 标 准

T/GDFCA 082—2022

保健食品及中药材中 5-羟甲基糠醛含量的 测定 高效液相色谱法

Determination of 5-hydroxymethylfurfural content in health food and Chinese herbal
medicine by HPLC method

2022 - 12 - 26 发布

2022 - 12 - 26 实施

广东省食品流通协会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 1

7 测定步骤 1

8 结果计算和表述 2

9 检出限、定量限 3

10 精密度 3

11 回收率 3

附 录 A （资料性） 高效液相色谱法测定 5-羟甲基糠醛的典型色谱图 4

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。

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。

本文件由广东省食品流通协会提出并归口。

本文件起草单位：无限极（中国）有限公司，国家食品安全风险评估中心，广州华生检测技术服务有限公司，江南大学，广东省绿色产品认证检测中心有限公司，上海理工大学，上海应用技术大学，华南理工大学，华南农业大学，华南协同创新研究院，通标标准技术服务有限公司，华测检测认证集团股份有限公司，佛山市沃特测试技术服务有限公司，必维科技服务（西安）有限公司，广东省科学院生物与医学工程研究所，陕西省粮油科学研究院，花王酒业有限公司，南京中科药业有限公司，江苏泓寿生物工程有限公司，南京中医药大学，中国矿业大学，南通市中医院，广东省好杰宏生物医药科技有限公司，广东省食品流通协会。

本文件主要起草人：陆智，李亚贤，权毓舒，刘耀军，武俊超，苏杰雄，谢卓斌，刘贤钊，邓建军，孔秀莲，黄美山，罗珍，寇秀颖，谭丽容，庞无瑕，梁春来，夏小乐，龙梦飞，谭艳来、余琼虹，艾连中，夏永军，田怀香，于海燕，唐语谦，汤钜源，杜冰，黎攀，杨继国，黄延盛，胡楷崎，秦坤良，潘敏尧，喻琼，周璇，梁国添，李韵仪，罗诗泳，董伟，苏依云，高裕锋，黄敏兴，刘蓉，许卓妍，张樱，龚珊，刘建锋，秦风作，夏加桂，冯鹏，周亚杰，周余庆，陈伟，李存玉，张一凡，朱可，曹刚，朱宏，刘宏健，文钰，刘丽梅，王涛，冯德悦，李志鹏，何蔚韬，李超宇，张国鸿，李延川，梅璐，陈清平，叶映朵。

本文件为首次发布。

保健食品及中药材中 5-羟甲基糠醛含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了保健食品及中药材、中药饮片中5-羟甲基糠醛含量的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于茶剂、片剂、胶囊、颗粒剂、口服液等剂型保健食品及中药材、中药饮片中5-羟甲基糠醛含量的测定，保健食品原辅料及其他植物性食品可参照执行。

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

试样经纯水提取，定容，过滤，滤液中5-羟甲基糠醛经反相液相色谱柱分离后，用紫外检测器进行检测，用保留时间进行定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 甲醇（CH₃OH，CAS 号：67-56-1）：色谱纯。

5.2 标准物质：5-羟甲基糠醛标准物质（5-hydroxymethylfurfural，C₆H₆O₃，CAS 号：67-47-0），纯度≥98 %。

5.3 标准储备液（1 000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）5-羟甲基糠醛标准物质，用甲醇（5.1）溶解并定容到 10 mL，混合均匀。标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 2 个月。

5.4 标准工作溶液：分别吸取适量的 5-羟甲基糠醛标准储备液（5.3）至 10 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，配成 0.5 mg/L，1.0 mg/L，2.0 mg/L，5.0 mg/L，10.0 mg/L，20.0 mg/L，100.0 mg/L 的标准工作溶液（可根据样品含量适当调节溶液的浓度），临用现配。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器（或二极管阵列检测器）。

6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。

6.3 超声波清洗器。

6.4 高速离心机：转速不低于 8 000 r/min。

6.5 微孔滤膜：孔径 0.45 μm 和孔径 0.22 μm，水系。

6.6 其它实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

7.1.1 固态试样或半固态试样

取适量固态试样（如代用茶、中药材、中药饮片及片剂、胶囊内容物、颗粒剂等保健食品）混匀，研细，或取适量半固体试样（如软胶囊内容物）混匀，准确称取0.5 g~5.0 g（精确至0.001 g），置于50 mL容量瓶中，加水40 mL，在超声水浴温度30℃~40℃条件下超声处理30 min，取出放冷至室温，用水定容至刻度，摇匀，以4 000 r/min离心5 min。取上清液经0.45 μm微孔滤膜过滤，取续滤液，待测。

7.1.2 液体试样

准确吸取摇匀后的试样5.0 mL（可根据试样含量而定），置于50 mL容量瓶中，加水40 mL，在超声水浴温度30℃~40℃条件下超声处理30 min，取出放冷至室温，用水定容至刻度，摇匀，以4000 r/min离心5 min。取上清液经0.45 μm微孔滤膜过滤，取续滤液，待测。

7.1.3 含乳试样

准确吸取摇匀后的试样5.0 mL（可根据试样含量而定），置于50 mL容量瓶中，加水40 mL，在超声水浴温度30℃~40℃条件下超声处理30 min，取出放冷至室温，用水定容至刻度，摇匀，以8000 r/min离心5 min。取上清液经0.22 μm微孔滤膜过滤，取续滤液，待测。

7.2 液相色谱参考条件

7.2.1 色谱柱：C₁₈ 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），或性能相当者。

7.2.2 柱温：30℃。

7.2.3 流动相：甲醇+水（10+90，体积比），等度洗脱。

7.2.4 检测波长：284 nm。

7.2.5 进样量：10 μL。

7.2.6 流速：1.0 mL/min。

7.3 液相色谱测定

按照上述色谱条件下分别对标准工作溶液和样品试液进行检测，得到相应的标准工作液和样品试液中5-羟甲基糠醛的色谱峰面积，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线；以保留时间对样品进行定性，标准曲线外标法对样品定量。当检测样品基质复杂，杂质干扰后续检测时，可适当调整色谱条件。典型色谱图参见附录A。

7.4 空白试验

除不加试样外，采用与试样完全相同的分析步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中5-羟甲基糠醛的含量按式（1）计算：

$$X = (c - c_0) \times V \times F / m \quad (1)$$

式中：

X ——试样中5-羟甲基糠醛含量，单位为毫克每千克（mg/kg）或毫克每升（mg/L）；

c ——根据标准曲线测得样品溶液5-羟甲基糠醛质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——根据标准曲线测得空白溶液5-羟甲基糠醛质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——样品定容体积，单位为毫升（mL）；

F ——样品溶液稀释倍数；

m ——试样的质量，单位为克（g）或吸取试样的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果应扣除空白值，计算结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

9 检出限、定量限

当试样质量为5.0 g，定容体积为50 mL时，本方法的检出限为1.0 mg/kg，定量限为2.0 mg/kg；当吸取试样的体积为5.0 mL，定容体积为50 mL时，本方法的检出限为1.0 mg/L，定量限为2.0 mg/L；空白试验应无干扰。

10 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数平均值的10 %。

11 回收率

本方法线性范围为0.1 mg/kg~100 mg/kg（或0.1 mg/L~100 mg/L），标准曲线相关系数 ≥ 0.999 ，回收率范围为80 %~120 %。

附录 A
(资料性)
高效液相色谱法测定 5-羟甲基糠醛的典型色谱图

A.1 5-羟甲基糠醛标准物质色谱图，见图 A.1。

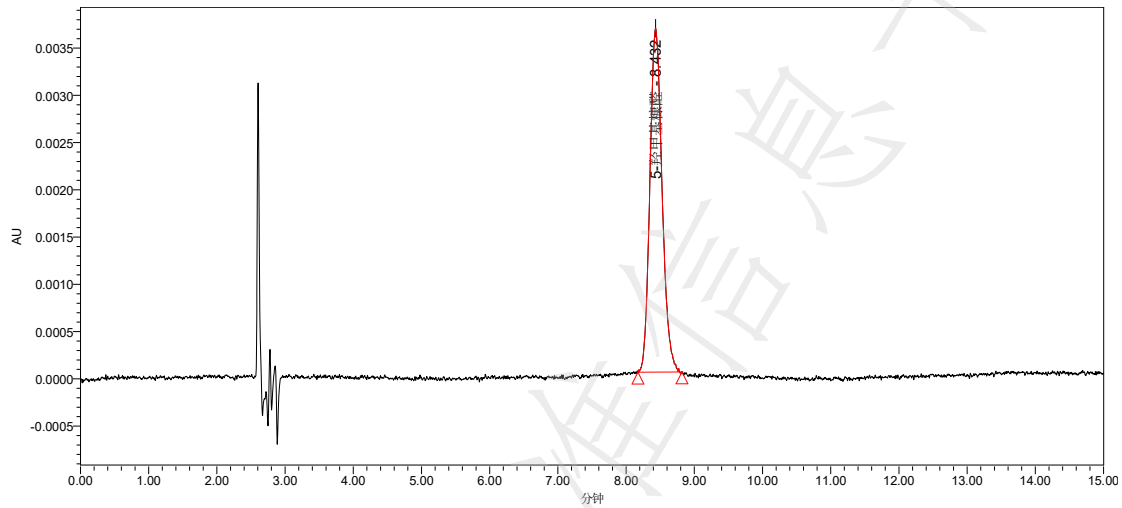


图 A.1 5-羟甲基糠醛标准物质色谱图 (1.0 mg/L)

A.2 含有 5-羟甲基糠醛的中药材（黄精）样品色谱图，见图 A.2。

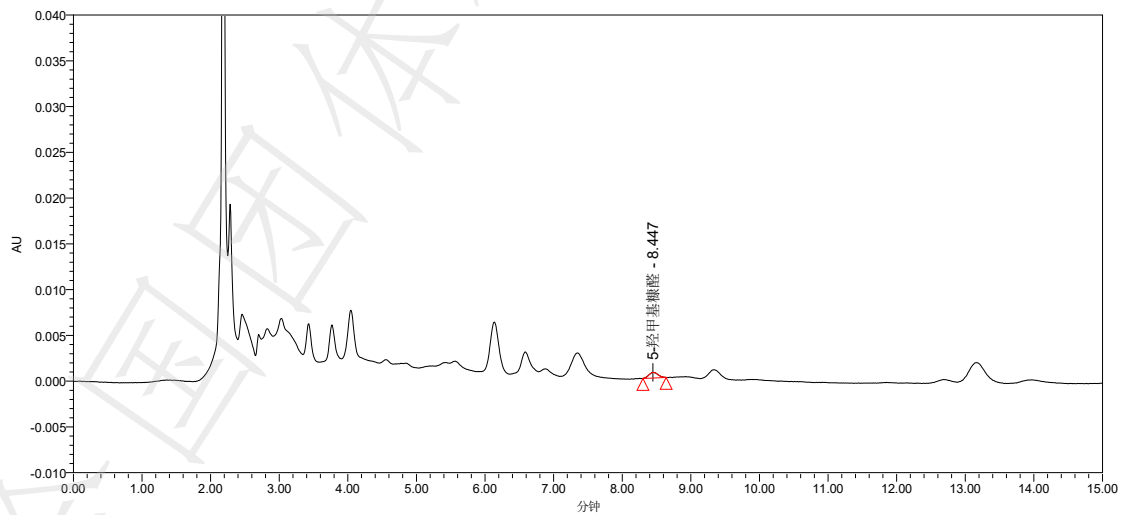


图 A.2 含有 5-羟甲基糠醛的样品色谱图