

## 高效液相色谱法测定保健食品中淫羊藿甙

王美菡<sup>1</sup> 朱悦<sup>1</sup> 刘德文<sup>1</sup> 郎英<sup>2</sup>

(1. 辽宁省食品卫生监督检验所, 辽宁 沈阳 110005; 2. 辽宁省妇婴医院, 辽宁 沈阳 110005)

淫羊藿为小檗科植物, 主要功效为补肾阳, 强筋骨, 祛风湿。因此, 淫羊藿甙在补肾壮阳的保健食品中常是主要的功能因子。关于淫羊藿甙的测定, 保健食品方面尚无检验方法, 药典对其甙类的检测是薄层色谱法, 需铺板, 试样萃取, 减压蒸馏浓缩, 最后用分光光度法测定, 既繁琐误差又大。所以本文参照有关文献,<sup>[1~5]</sup> 利用高效液相色谱法对保健食品中淫羊藿甙的测定进行了研究。

### 1 材料与方方法

1.1 仪器 Shimadzu LC-6A 高效液相色谱系统; SPD-6AV 紫外检测器; C-R2A 数据处理系统; C<sub>18</sub>柱(4.6 mm × 200 nm, 5μ), CSF-3A 超声波发生器。

1.2 试剂 标准溶液 精密称取淫羊藿甙标准品 5.0 mg, 用甲醇(优级纯)溶解并定容为 10.0 mL, 此溶液浓度为 0.5 mg/mL。该溶液用甲醇稀释 5 倍, 即为 0.1 mg/mL 的标准使用液。

2 仪器条件 流动相: 甲醇+水(55+45); 流速 0.8 mL/min; 检测波长 270 nm, 0.02AUFS。柱温 40℃, 流动相过 0.45 μm 滤膜。

### 3 测定方法

3.1 试样处理<sup>[6]</sup> 取粉碎的固体试样 4.0 g, 加入 70% 乙醇 40 mL, 超声 30 min 后过滤。用少量 70% 乙醇洗涤残渣, 收集滤液, 定容至 50 mL, 为试样处理液。

3.2 测定 取上述试样处理液 1 mL, 用 70% 乙醇稀释至 5 mL, 过 0.45 μm 滤膜, 进样 5 μL, 在上述仪器条件下分析, 测定峰面积。

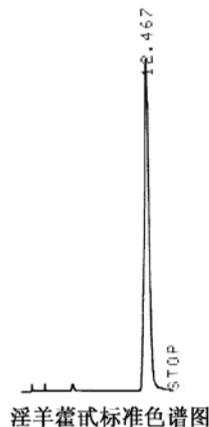
取标准使用液 5 μL, 在同一色谱条件下分析, 以相对保留时间定性, 峰面积定量。

### 3.3 计算

$$x = \frac{h_1 \times C \times V \times 5 \times 100}{h_2 \times m}$$

$x$  试样中淫羊藿甙的含量, mg/100 g;  $h_1$  试样峰高或峰面积;  $C$  标准溶液浓度, mg/mL;  $V$  试样定容体积, mL;  $h_2$  标准溶液峰高或峰面积;  $m$  试样量, g。

### 3.4 色谱图



## 4 结果与讨论

4.1 波长的选择 对淫羊藿甙标准溶液,进行紫外光谱扫描,其最大吸收波长为 270 nm,因此选择 270 nm 进行检测具有较高灵敏度。

4.2 流动相配比的选择 增加流动相中甲醇的比例,会使出峰时间缩短,但由于保健食品成分复杂,为排除杂质干扰,当流动相配比为 55+ 45 时,保留时间为 12.45 min,淫羊藿甙峰周围无其它干扰。如图所示。

4.3 方法的线性范围及最小检出限 分别配制浓度为 0.025, 0.050, 0.075, 0.100, 0.125 mg/mL 淫羊藿甙标准溶液,在同样色谱条件下分析,以浓度对峰面积作校正曲线,得线性回归方程和相关系数分析为  $y = 3822.399x + 755$ ,  $r = 0.9999$ 。本方法最小检出限为 0.03 $\mu$ g。

表 1 精密度试验结果  $n = 6$

试样号	mg/100 g						$\bar{x}$	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
1	0.0127	0.0123	0.0129	0.0121	0.0122	0.0127	0.0125	2.6
2	0.0091	0.0110	0.0101	0.0103	0.0105	0.0100	0.0102	6.2
3	0.0115	0.0116	0.0111	0.0113	0.0113	0.0114	0.0114	1.5

4.4 准确度 根据试样测定步骤,做两个浓度加标回收试验,每个浓度做 6 个平行样,低浓度(0.03mg/mL)平均回收率为 97.8%~ 102.4%,高浓度(0.125 mg/mL)平均回收率为 97.5%~ 101.8%。

4.5 精密度 选择 3 种含淫羊藿甙的保健食品,分别测定 6 次,结果见表 1。

4.6 稳定性试验 从表 2 可以观察到方法的稳定性非常好,这与淫羊藿甙本身化学性质比较稳定有关。

表 2 稳定性试验结果

	第一次	第二次	第三次	第四次	RDS %
	1999.4.20	1999.4.21	1999.4.22	1999.6.40	
试样 1	0.0127	0.0124	0.0126	0.0125	1.02
试样 2	0.0091	0.0101	0.0100	0.0091	5.7

由于此类保健食品,成分复杂,有时含有其它甙类、黄酮类、叶绿素、防腐剂等,本实验进行了空白试验,对未加淫羊藿甙的同种试样进

行了上述方法的测定,结果无干扰,见图谱。

5 结论 应用高效液相色谱法测定保健食品中的淫羊藿甙,方法简便,干扰少,精密度及准确度均较满意(回收率为 97.5%~ 101.8%,RSD 为 2.6%~ 6.2%),有较强的实用性。

### 参考文献:

- [1] 郑虎占,等.测定淫羊藿有效成分的各种分析方法简介[M].中药现代研究与应用(第五卷).学苑出版社,4227~ 4249
- [2] Matsushita H, et al. Lignan and terpene glycosides from epimedium sagittatum[J]. Phytochemistry. 1991, 30(6), 2025
- [3] 吴勤丽,等.箭叶淫羊藿化学成分的研究[J].中草药,1995,26(9): 451
- [4] 李文魁,等.朝鲜淫羊藿的化学成分[J].中国药学杂志,1995,30(8), 455
- [5] Pachaly P, et al. Neue prenylflavonoid- glykoside aus epimedium koreanum[J]. Planta Medica, 1990, 56(3), 277
- [6] Kang S S, et al. Flavonoid from epimedium koreanum[J]. Saengyak Hakhoechi, 1988, 19(2): 93

中图分类号: R15, O657.7<sup>+</sup> 2, TS218 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2000)04-0014-02