



中华人民共和国国家标准

GB/T 22247—2008

保健食品中淫羊藿苷的测定

Determination of icariin in health foods

2008-07-31 发布

2008-11-01 实施



中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位：吉林省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、宋书锋、肖晶、马兰、李青。

本标准为首次发布。

保健食品中淫羊藿苷的测定

1 范围

本标准规定了保健食品中淫羊藿苷的测定方法。

本标准适用于以淫羊藿为主要原料的保健食品中淫羊藿苷的测定。

本标准检出限:当取样量 1.0 g,定容至 50 mL,进样量 10 μ L 时,检出限为 4×10^{-4} g/100 g,定量限为 1.2×10^{-3} g/100 g。本标准的线性范围:2 μ g/mL~125 μ g/mL。

2 原理

淫羊藿苷为淡黄色针状结晶,根据其易溶于水、乙醇、乙酸乙酯、不溶于醚、苯、三氯甲烷的理化特性。试样中的淫羊藿苷用 70%乙醇在超声波振荡下提取,定容,离心后取上清液过滤膜,经 C_{18} 反相柱分离,在紫外检测器 270 nm 波长处检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 甲醇(CH_3OH):优级纯。

3.2 无水乙醇(C_2H_5OH):分析纯。

3.3 石油醚(C_6H_{12}):分析纯,沸程 60 $^{\circ}C$ ~90 $^{\circ}C$ 。

3.4 水(H_2O):为实验室一级用水,电导率(25 $^{\circ}C$)为 0.01 mS/m。

3.5 聚酰胺粉:60目~80目。

3.6 淫羊藿苷对照品($C_{33}H_{40}O_{15}$):纯度 $\geq 98.0\%$ 。

3.7 淫羊藿苷对照品储备液(2.0 mg/mL):准确称取 0.02 g 淫羊藿苷对照品(精确至 0.000 1 g),用甲醇溶解并定容至 10 mL,混匀(淫羊藿苷对照品储备液存放于 2 $^{\circ}C$ ~10 $^{\circ}C$ 冰箱中,有效期 90 d)。

3.8 淫羊藿苷对照品使用液(0.2 mg/mL):准确吸取 1.0 mL 淫羊藿苷对照品储备液于 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,混匀(淫羊藿苷对照品使用液存放于 2 $^{\circ}C$ ~10 $^{\circ}C$ 冰箱中,有效期 90 d)。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 离心机:4 000 r/min。

4.4 层析柱:内径 1.5 cm,长 15 cm。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 以单一淫羊藿为原料的试样:取研磨均匀的试样 1.0 g~4.0 g(精确至 0.001 g),加入 70%乙醇 30 mL,超声提取 20 min,过滤。用少量 70%乙醇洗涤残渣,收集滤液,并定容至 50 mL,混匀,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后进样。

5.1.2 含油试样:取混合均匀的试样 1.0 g~4.0 g(精确至 0.001 g),置于离心管中,加入 30 mL 石油醚,振摇 1 min,4 000 r/min 离心 5 min 后,弃石油醚层,重复此步骤三次。在沸水浴中将残渣中溶剂挥发干后,按 5.1.1 向残渣中自“加入 70%乙醇 30 mL”起操作。

5.1.3 淫羊藿为主要原料的试样:取研磨均匀的试样 1.0 g~4.0 g(精确至 0.001 g),加入 70%乙醇 30 mL,超声提取 20 min,过滤。用少量 70%乙醇洗涤残渣,收集滤液,并定容至 50 mL,混匀,过滤。精密吸取滤液 25 mL 置于蒸发皿中,沸水浴上蒸干。蒸发皿中残渣用 5 mL 水溶解,上聚酰胺柱(60 目~80 目,5 g,内径 1.5 cm,干法上柱),以 1 mL/min 的流速,用水 50 mL 淋洗,弃去淋洗液,用乙醇 100 mL 洗脱,收集洗脱液,沸水浴蒸干。残渣用少量 70%乙醇溶解并移至 5 mL 容量瓶中,再用 70%乙醇多次洗涤并移入容量瓶,最后用 70%乙醇定容至刻度,混匀,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后进样。

5.1.4 液体试样:取试样 1 mL~4 mL,加入 70%乙醇 30 mL,超声提取 20 min,过滤。用少量 70%乙醇洗涤残渣,收集滤液,并定容至 50 mL,混匀,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后进样。

5.2 标准曲线的制备

将淫羊藿苷对照品使用液用甲醇稀释为 2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、25.0 μg/mL、75.0 μg/mL、125.0 μg/mL 的标准溶液系列。

5.3 液相色谱参考条件

5.3.1 色谱柱:ODS C₁₈柱,4.6 mm×250 mm,5 μm。

5.3.2 检测器:检测波长 270 nm。

5.3.3 流动相:甲醇+水=65+35。

5.3.4 进样量:10 μL。

5.3.5 流速:1.0 mL/min。

5.3.6 色谱分析:取标准溶液系列及试样溶液注入色谱中,以保留时间定性,以试样峰面积或峰高与标准比较定量。

6 结果计算

试样中淫羊藿苷的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{c \times V \times F}{m \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中淫羊藿苷的含量,单位为克每千克或克每升(g/kg 或 g/L);

c——由标准曲线求得进样液中淫羊藿苷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——试样定容体积,单位为毫升(mL);

F——试样的稀释倍数;

m——试样的质量(或体积),单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留三位有效数字。

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超过算术平均值的 10%。

8 色谱图

在上述色谱条件下的色谱图见图 1~图 2。

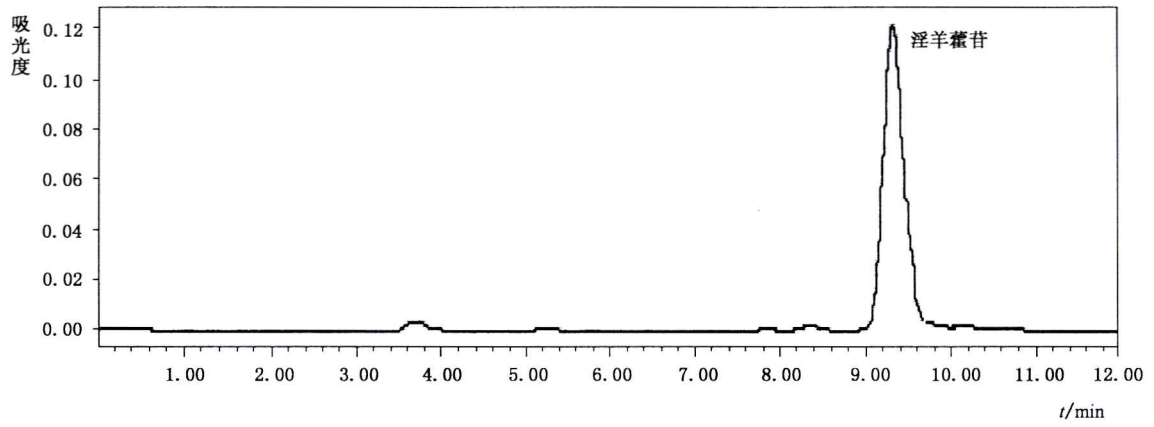


图 1 淫羊藿苷标准色谱图

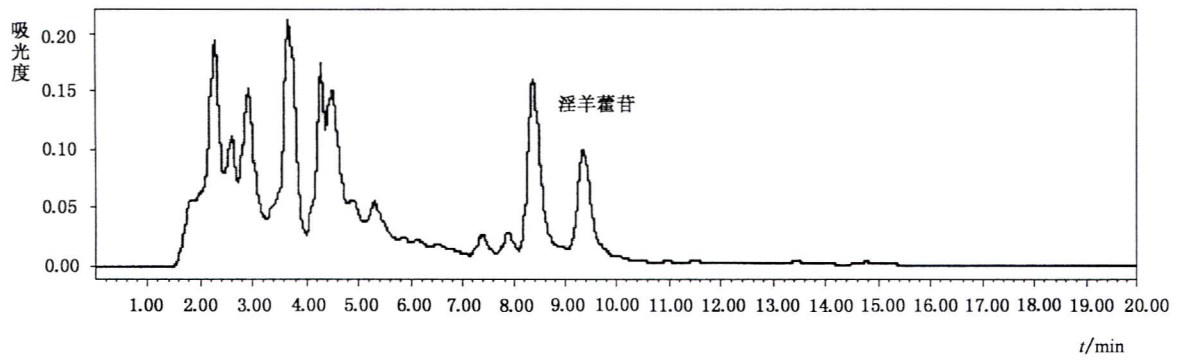


图 2 淫羊藿苷试样色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
保 健 食 品 中 淫 羊 藿 苷 的 测 定
GB/T 22247—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

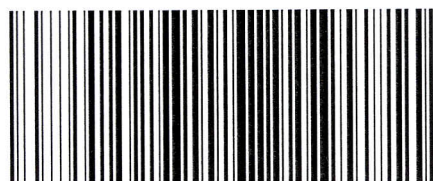
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34146 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 22247—2008