

ICS 67.040
C 53



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_nH_{2n+2}):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。