

液相色谱串联质谱法测定食品中的淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素

郭琳琳, 孙小杰, 杨总, 刘冰洁

SCIEX China

关键词: 食品、淫羊藿苷、金丝桃苷、补骨脂素

引言

淫羊藿、菟丝子、补骨脂作为可用于保健食品的中药, 在增强免疫类保健食品中广泛应用, 其主要功能成分为淫羊藿苷、金丝桃苷、补骨脂素。淫羊藿苷属于黄酮类, 具有增加心脑血管血流量、促进造血功能、免疫功能及骨代谢等功效。金丝桃苷是一种黄酮醇苷类化合物, 具有护肝、心虚管保护、神经系统保护、抗炎等多种药理活性。补骨脂素是补骨脂中的呋喃香豆素类化合物, 具有补肾助阳、抗肿瘤、抗炎、抗氧化等药理活性。由于这些化合物功效比较明确, 因此不法商家往往以“食疗”为噱头, 宣传产品中添加了淫羊藿、菟丝子、补骨脂等, 实际上未添加或未能足额添加, 从而损害消费者的权利。同时还会存在商家非法向普通食品中添加中药材, 这不仅对人体健康带来潜在或者显性危害, 甚至会威胁食用者的身体健康。国家市场监督管理总局发布的食品补充检验规定《食品中淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素的测定》, 规定了食品中淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素的检验方法。

本实验使用SCIEX Triple Quad™系统, 建立了淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素的测定方法, 符合标准要求, 为食品中的淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素提供了技术支持。

本方案的优势和特点:

- 1、方案完整:** 本方案提供了食品中的淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素的前处理、液相色谱和质谱条件, 拿来即用, 省时省力;
- 2、灵敏度高:** 食品基质中的三种化合物定量限均低于目前标准中的定量限要求;
- 3、方法稳定性好:** 线性相关系数均大于0.995, 不同浓度下的多份质控样品的加标回收率在93%-112%范围内, RSD在0.4%-1.2%范围内;

实验方法

1、样品前处理

1.1 固体饮料及片剂、胶囊剂型保健食品

称取1 g试样 (精确至0.001 g) 于50 mL离心管中, 加入25.0 mL 70%甲醇溶液, 涡旋振荡1 min, 超声提取20 min, 9 000 r/min离心5 min, 上清液经微孔滤膜过滤, 取续滤液, 待测。

1.2 液体饮料、配制酒及液态剂型保健食品

移取1.0 mL试样置于25 mL容量瓶中, 加70%甲醇溶液定容至刻度, 涡旋振荡1 min, 经微孔滤膜 (3.4.1) 过滤, 根据实际浓度用70%甲醇溶液适当稀释至线性范围内, 待测。

1.3 固体火锅底料、半固体火锅底料

称取1 g试样 (精确至0.001 g) 于50 mL离心管中, 加入4 mL 正己烷, 涡旋振荡1 min, 再加入25.0 mL 70%甲醇溶液, 涡旋振荡1 min, 超声提取20 min, 9 000 r/min离心5 min, 取出下层有机相至另一50 mL离心管内, 加入5 mL正己烷, 涡旋振荡1 min, 9 000 r/min离心5 min, 弃去上层正己烷, 吸取3.0 mL下层清液, 过固相萃取柱及微孔滤膜, 弃去约1 mL流出液, 收集续滤液, 根据实际浓度用70%甲醇溶液适当稀释至线性范围内, 待测。

2、液相方法

色谱柱: C18柱 (2.1 mm × 100 mm, 2.5 μm)

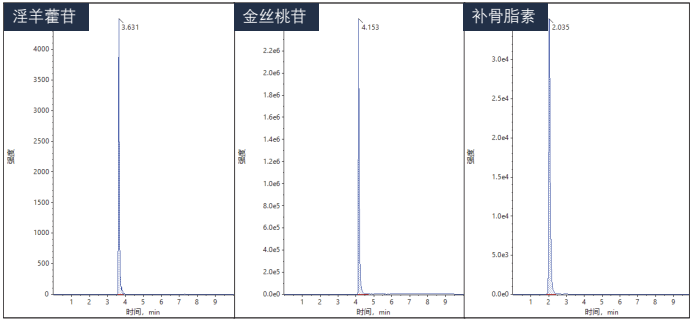
流动相: A: 水 (0.1%甲酸); B: 乙腈

流速: 0.25 mL/min

进样量: 2 μL

洗脱程序: 梯度洗脱

时间 (min)	A相 (%)	B相 (%)
0.0	20	80
1.0	20	80
5.0	90	10
8.0	90	10
8.01	20	80
10.0	20	80



3、质谱方法

仪器：SCIEX Triple Quad™ 仪器

扫描方式：MRM采集模式，正负离子同时扫描

离子源：ESI源

离子源参数：

IS电压: 5500 V/-4500V 源温度 TEM: 500℃

气帘气 CUR: 35 psi 碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 55 psi 辅助气 GS2: 60 psi

离子对参数如表1所示。

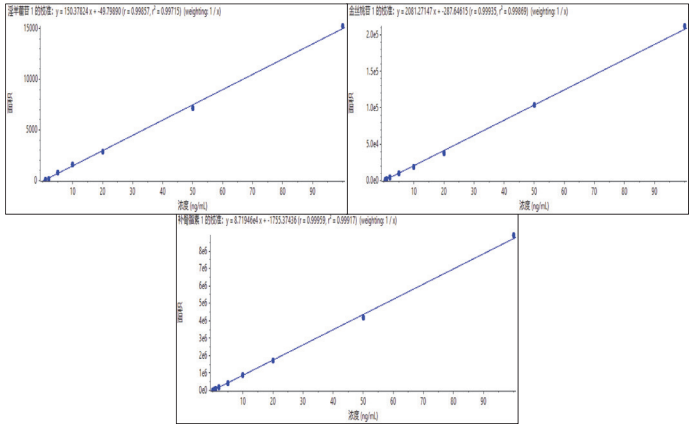
化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)	离子化模式
淫羊藿苷	675.1	513.2*	-145	-17	-
	675.1	367.3	-145	-47	-
金丝桃苷	463.0	300.1*	-155	-39	-
	463.0	271.0	-155	-58	-
补骨脂素	187.1	131.1*	120	33	+
	187.1	77.0	120	52	+

结果与讨论

1、化合物的提取离子流图如图2所示，3种化合物的峰性良好。

2、方法线性

该方法中，3种化合物的线性关系良好，相关系数均大于0.995，保证了不同浓度样品的定量准确性。



3、实际样品前处理回收率和重复性

称取不含待测物组分的试样，分别添加三个浓度水平，每水平6个平行样品。充分混匀后，按照前处理方法进行处理，按照仪器条件进行测定。结果表明，不同基质分析方法的回收率为93%-112%，相对标准偏差RSD为0.4%-1.2%，这说明方法的回收率好，通用性强，可满足日常不同食品样品中的三种化合物的检测需要。

总结

本文采用了SCIEX Triple Quad™系统，建立了食品中淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素的定性定量测定；本实验验证了实际样品在三个浓度范围的添加回收率，结果均在80-120%，相对标准偏差为0.8-1.2%。该方法快速简便，灵敏度满足食品中淫羊藿苷、金丝桃苷和补骨脂素的检测要求。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-35369-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390

全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333

官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](#)