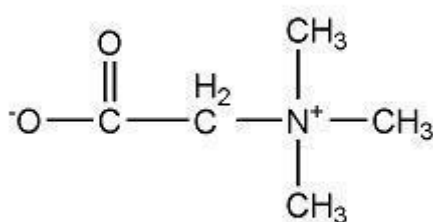


枸杞中甜菜碱的检测

背景

枸杞子，为茄科植物枸杞的成熟果实。枸杞子具有多种保健功效，是卫生部批准的药食两用食物。适量食用有益健康，配合枸杞茶有清肝明目的效果。其质量标准在历版中国药典中以测定枸杞多糖和甜菜碱成分。由于甜菜碱极性大的特点，反相 C18 分析柱不能对其有较好的保留效果，因此 2015 版中国药典一直以薄层扫描测定为主，直到 2020 版中国药典才开始采用 HILIC 体系的氨基柱进行分析。本实验采用 SelectCore Alumina B 固相萃取柱(2000mg/12mL)对枸杞子进行前处理，并用 ChromCore NH₂ 5μm, 4.6×250 mm 色谱柱进行分析，甜菜碱保留效果好，峰形良好，干扰杂质少，能有效保证实验顺利进行。



甜菜碱结构式

适用范围

本方法（参考中国药典 2020 版方法），适用于枸杞中甜菜碱含量的测定。

实验步骤

1、试剂

无水乙醇、超纯水

2、对照品配制

称取 8 mg 甜菜碱对照品置于 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度线，即浓度为 160 μg/mL。

3、提取

称取 1 g 枸杞样品（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 50 mL 甲醇溶液，涡旋震荡 1 min，超声 20 min，4000 r/min 离心 3 min 后，取上清液待净化。

4、净化

4.1、SPE 柱：SelectCore Alumina B 固相萃取柱（2000mg/12mL）

活化：用 10mL 无水乙醇活化；

上样：加入 2 mL 上清液，并收集上样液；

洗脱：用 30 mL 无水乙醇溶液进行洗脱，收集上样液和洗脱液，水浴蒸至近干，用超纯水溶液复溶并定容至 2 mL 后过 0.22 μm MCE 针式滤器，上机检测。

5、液相色谱仪器条件

Column: ChromCore NH₂, 5 μm

Dimension: 4.6 \times 250 mm

Mobile Phase: 85/15 v/v 乙腈/水

Flow Rate: 1.0 mL/min

Temperature: 30 $^{\circ}\text{C}$

Injection: 10 μL

Detection: UV 195 nm

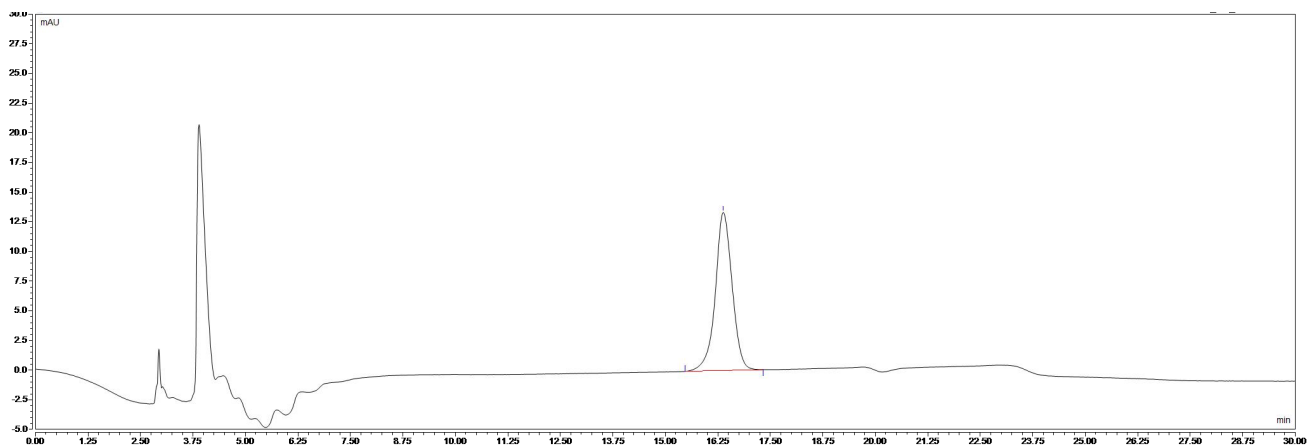


图 1：甜菜碱标准品色谱图

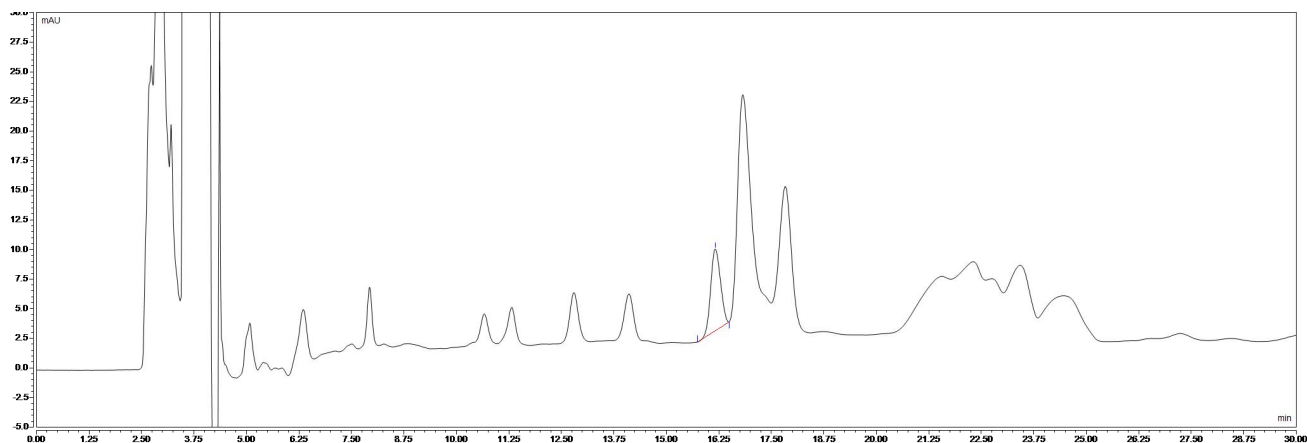


图 2：枸杞提取原液色谱图

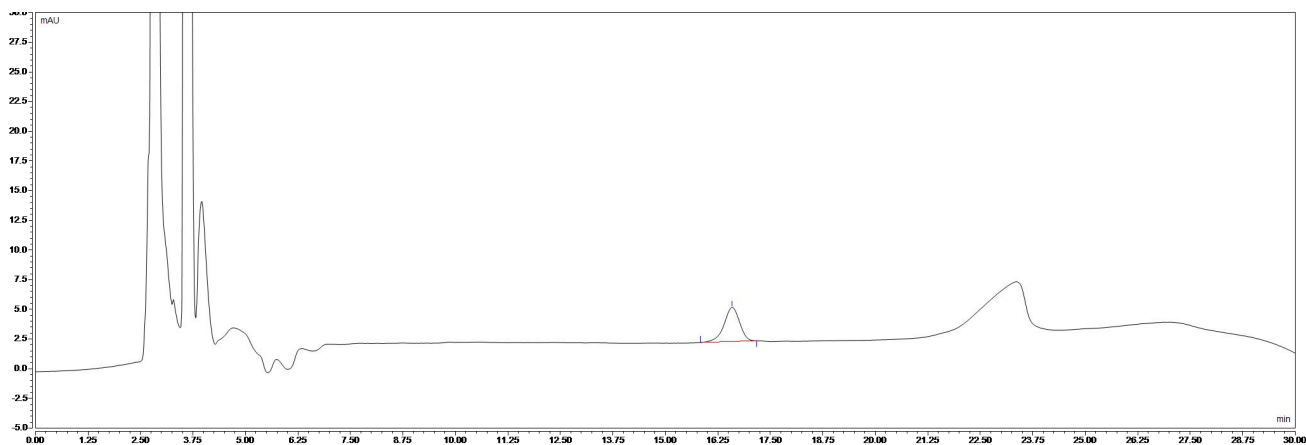


图 3：枸杞提取液过固相萃取柱色谱图

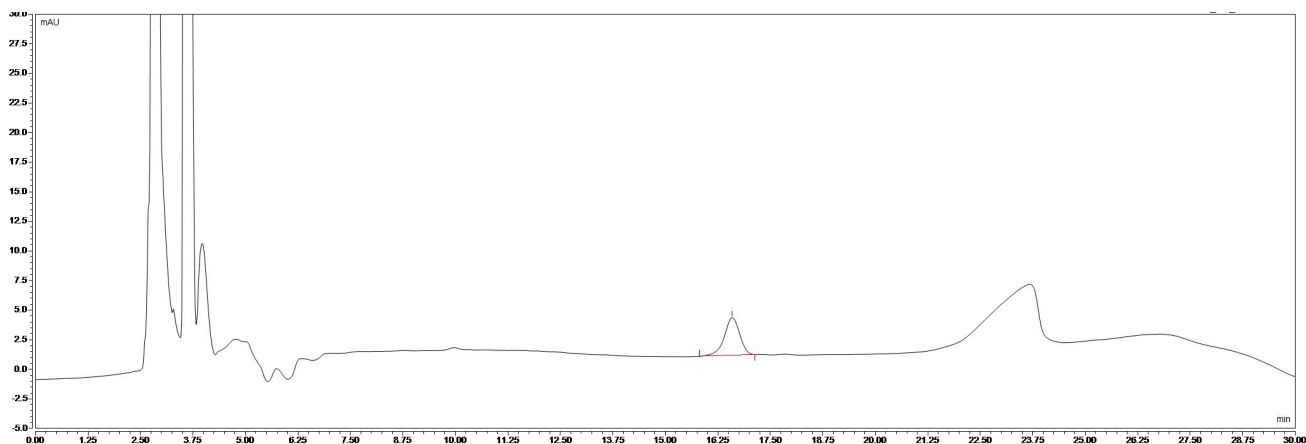


图 4：枸杞提取液加标（100%水平加标）过固相萃取柱色谱图

样品加标回收率实验结果

样品名称	加标回收率%
甜菜碱	96.35%

6、实验结论

由结果得出，选择纳谱分析的 SelectCore Alumina B 固相萃取柱（2000mg/12mL），枸杞中甜菜碱的回收率大于 90%，并且可以有效去除杂质干扰，使得样品图谱更加干净。选择 ChromCore NH₂ 5μm，4.6×250 mm 色谱柱，乙腈/水=85:15 做流动相，甜菜碱对照品和实际样品中甜菜碱的理论塔板数分别为 8769 和 10135，均超过药典规定的 3000，符合检测标准。