

# 高效液相色谱法测定保健食品中脱氢表雄甾酮 (DHEA)

LC-446

**摘要：** 本文参考《保健食品中脱氢表雄甾酮 (DHEA) 的测定 (征求意见稿)》，使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了保健食品中脱氢表雄甾酮含量的检测方法。在 5-200  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，校准曲线相关系数在 0.999 以上，线性良好。取浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD% 为 0.49%，仪器重复性良好。加标回收率测试中，加标浓度为 50、100、150  $\text{mg}/\text{g}$ ，回收率在 93.6%-96.6% 之间，3 次平行加标实验相对标准偏差均不超过 1.07%，完全满足检测的要求。

**关键词：** 液相色谱法 保健品 脱氢表雄甾酮

## 技术特点：

❖ 该法灵敏度高，定量限比标准要求低 20 倍。

脱氢表雄甾酮 (DHEA)，它是人体肾上腺皮质分泌的甾体类化合物，可以调节人体内多种激素，是许多激素如雌激素和孕激素的前体物质，被誉为青春素。

越来越多的临床数据表明，DHEA 在治疗心血管疾病、延缓衰老、辅助生殖等方面展现了不俗的功效。但是保健品中的 DHEA 作为一种外源性激素，可能会过多的参与体内性激素的合成。体内不恰当

的 DHEA 浓度可能导致女性嗓音粗犷、毛发生长不自然等，甚至还会显著提高乳腺癌患病率。因此，检测保健品中的脱氢表雄甾酮十分有必要。

本文参考《保健食品中脱氢表雄甾酮 (DHEA) 的测定 (征求意见稿)》，采用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了保健品中脱氢表雄甾酮的检测方法，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本文使用岛津 Essentia LC-16 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20Alite	脱气机：	DGU-20A5R
输液泵：	LC-16 × 2	自动进样器：	SIL-16
柱温箱：	CTO-16L	检测器：	SPD-16
色谱工作站：	LabSolutions Essentia V.5.98		

### 1.2 分析条件

色谱柱：	Shim-pack GIST C18 (250 mm × 4.6 mm I.D., 5 $\mu\text{m}$ , 岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N:227-30017-08)		
流动相：	A-0.1% 甲酸水; B- 乙腈		
进样体积：	5 $\mu\text{L}$	柱温：	35 $^{\circ}\text{C}$
流速：	1.0 $\text{mL}/\text{min}$	检测波长：	200 $\text{nm}$
洗脱方式：	等度洗脱, B 相浓度为 60%		

## ■ 样品前处理

样品处理：称取样品 0.2 g，于 50 mL 离心管中，精密加入流动相 20 mL，涡旋 1 min，超声提取 5 min，冷却至室温，稀释 20 倍后经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后上机。

标准溶液的配制：准确称取 10 mg 脱氢表雄甾酮标准品，溶解至 10 mL 乙腈中，即得 1 mg/mL 脱氢表雄甾酮标准储备液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

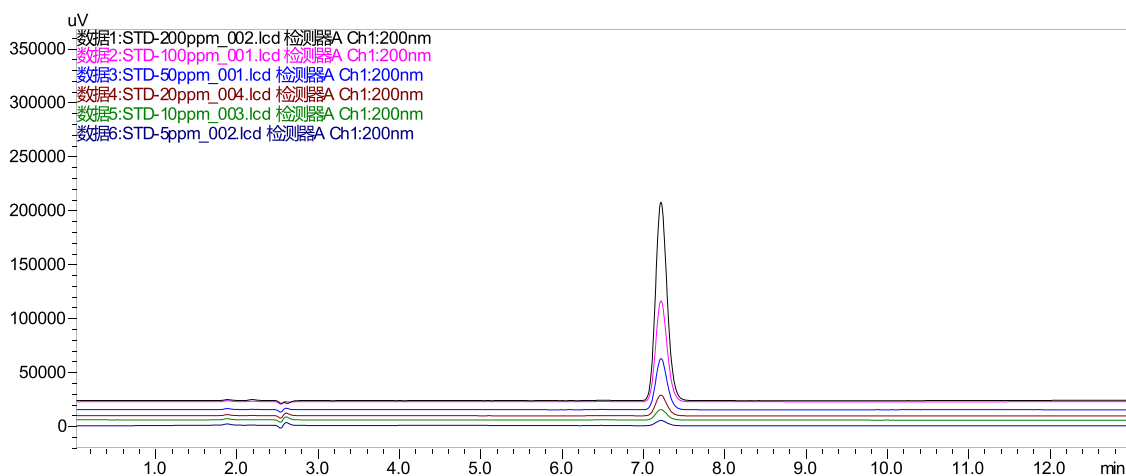


图 1 脱氢表雄甾酮系列浓度标准溶液色谱图

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	脱氢表雄甾酮	Dehydroepiandrosterone	53-43-0	7.233

### 3.2 校准曲线

取脱氢表雄甾酮标准储备液，用流动相配制系列浓度为 5、10、20、50、100、200  $\mu\text{g/mL}$  的标准曲线溶液，进样分析。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制校准曲线。以线性最低点 5  $\mu\text{g/mL}$  标准溶液的色谱峰信噪比计算出检出限 ( $S/N=3$ ) 和定量限 ( $S/N=10$ )。结果显示，脱氢表雄甾酮在 5-200  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内，线性相关系数  $r$  大于 0.999，线性良好，仪器检测限和定量限分别为 0.007 mg/g 和 0.022 mg/g。

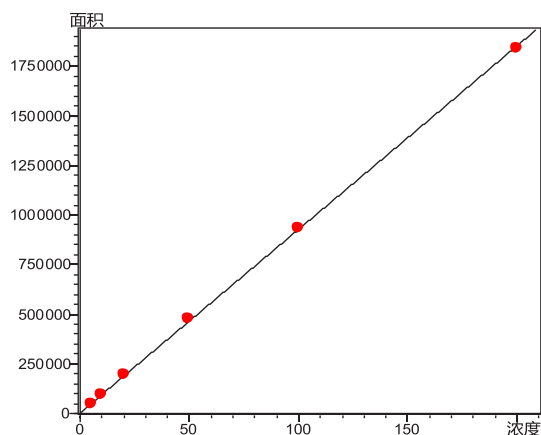


图 2 脱氢表雄甾酮校准曲线

表 2 脱氢表雄甾酮校准曲线参数

化合物名称	线性范围 (μg/mL)	相关系数 (r)	检测限 (mg/g)	定量限 (mg/g)
脱氢表雄甾酮	5-200	0.999	0.007	0.022

### 3.3 重复性测试

取浓度为 5 μg/mL 标准溶液连续 6 次进样, 考察重复性。保留时间 RSD 值为 0.09%, 峰面积 RSD 值为 0.49%, 重复性良好。

表 3 重复性结果 (n=6)

化合物名称	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
脱氢表雄甾酮	0.09	0.49

### 3.4 回收率测试

取市售某品牌保健品, 按照 2 中对样品进行前处理, 上机分析, 测定样品中的脱氢表雄甾酮含量。结果见表 4, 样品色谱图见图 3。取样品进行加标实验, 加标浓度分别为 50、100、150 mg/g, 经过前处理后进行上机分析。取三次平行测定结果的平均值评估回收率。回收率结果见表 4, 加标回收率在 93.6%-96.6% 之间。

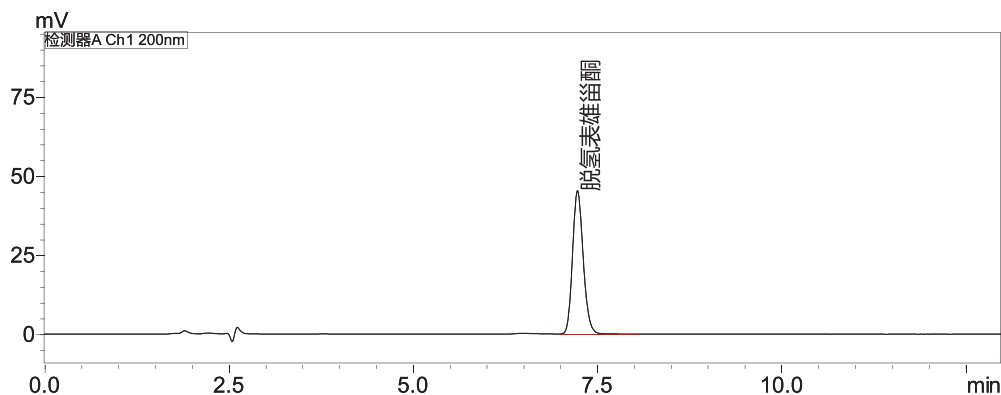


图 3 保健品样品色谱图

表 4 回收率结果 (n=3)

化合物名称	样品量 (mg/g)	加标量 (mg/g)	加标测定结果 (mg/g)	平均回收率 (%)	RSD (%)
脱氢表雄甾酮	96.4	50	143.8	94.9	1.07
		100	192.9	96.6	0.16
		150	236.8	93.6	0.06

## ■ 结论

本文参考《保健食品中脱氢表雄甾酮 (DHEA) 的测定 (征求意见稿)》, 使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16, 建立了保健品中脱氢表雄甾酮含量的检测方法。结果表明, 线性、精密度、回收率均满足测定要求, 该方法可保健品中脱氢表雄甾酮含量的测定提供参考。

岛津应用云

