

HPLC-UV 测定枸橼酸西地那非

关键词：西地那非，“壮阳”功能食品，枸橼酸西地那非

1. 背景介绍

近期，市场监督管理总局组织河北省市场监管部门查办了宣称“壮阳”功能食品非法添加非食用物质案，认定 TPN171 等含嘧啶酮苯基类的磷酸二酯酶 5 抑制剂具有与那非类物质一致的核心药效团，具有同等属性和有毒有害性。枸橼酸西地那非为其中之一，严禁在食品中添加。上海通微分析技术有限公司，结合市场需求，建立了 HPLC-UV 检测枸橼酸西地那非的分离检测方法，为食品安全检测方法提供选择参考。

2. 测试条件

仪器：	通微 EasySep®-3030 液相色谱系统，配备通微 UV 检测器
色谱柱：	ProntoSILKromaPlus C18 (4.6mm*150mm, 5μm)

3.测试结果

1) 典型色谱图举例

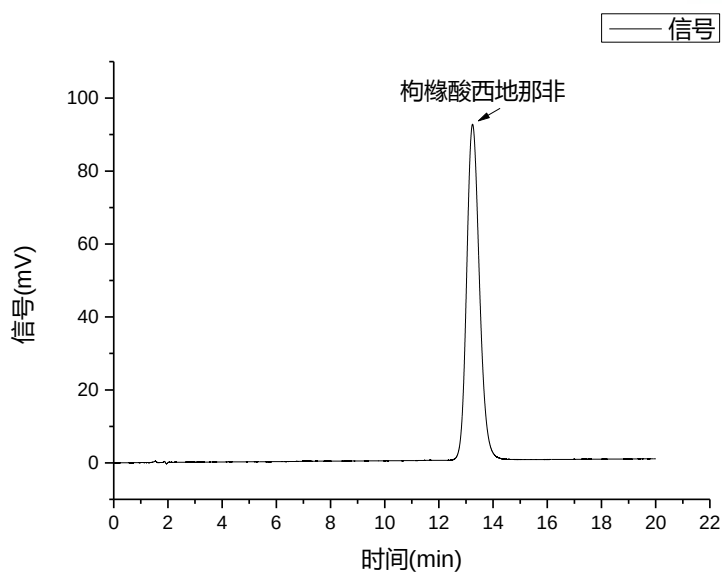
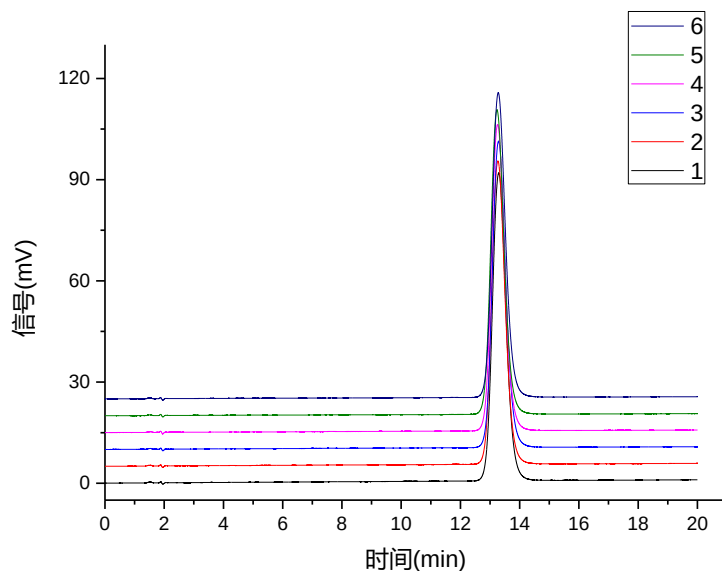


图 1 典型色谱图

名称	保留时间 (min)	峰宽 (min)	峰高 (mAu)	峰面积 (mAu*s)	理论塔板数 (EP)	拖尾因子 (EP)
枸橼酸西地那 非	13.293	0.835	91.11	2951.221	3948	1.16

2) 重复性效果

精密吸取一定浓度的枸橼酸西地那非溶液，进液相色谱测定，重复进样 6 次，计算得保留时间 $RSD \leq 0.5\%$ 峰面积 $RSD \leq 2.0\%$ ，方法的定性定量重复性良好。



No	组分名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)
1	枸橼酸西地那非	13.293	2951.221
2	枸橼酸西地那非	13.265	2890.008
3	枸橼酸西地那非	13.287	2915.360
4	枸橼酸西地那非	13.255	2896.293
5	枸橼酸西地那非	13.234	2884.465
6	枸橼酸西地那非	13.277	2890.856
AVG		13.268	2904.700
RSD (%)		0.16	0.87

3) 线性关系考察

将 20 μL 标准系列工作溶液 (0.0125 mg/mL ~ 0.5 mg/mL) 分别注入高效液相色谱仪中, 在所述色谱条件下测定标准溶液的响应值 (峰面积), 以标准工作液的浓度为横坐标, 以响应值 (峰面积) 为纵坐标, 绘制标准曲线:

表 1 枸橼酸西地那非标准曲线

组份名称	标准曲线	R^2
枸橼酸西地那非	$y = 23249x - 167.73$	0.9998

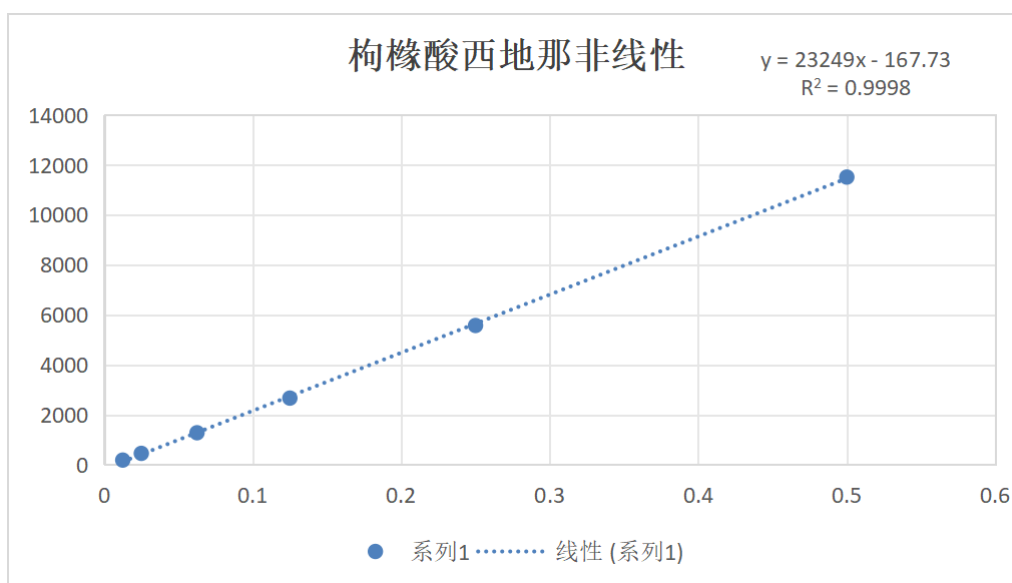


图 3 枸橼酸西地那非标准曲线

4. 结论

采用 EasySep®-3030 液相色谱系统, 配备 UV 检测器, 可以实现枸橼酸西地那非的分离检测方法, 方法的定性定量重复性良好, 为食品安全检测方法提供选择参考。

5. 配置列表

推荐 仪器 配置	通微 EasySep®-3030 液相色谱仪 (配梯度泵、自动进样器、柱温箱、UV 检测器)
	ProntoSILKromaPlus C18 (4.6mm*150mm, 5 μm)
	通微 Unimicro ChromStation 色谱工作站