DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20260430006
引用格式: 李彦语, 吴亚君, 徐乐琪, 等. 高效液相色谱法测定油橄榄相关产品中橄榄苦苷含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(18): 87–95.
Li Yanyu, Wu Yajun, Xu Leqi, et al. Determination of oleuropein content in *Oleaeuropaea* L. related products by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(18): 87–95. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱法测定油橄榄相关产品中橄榄苦苷含量

李彦语[1,2], 吴亚君[3], 徐乐琪[1,2], 赵 敏[4], 曹红霞[4], 王宁丽[2*], 裴 栋[1,2*]

(1. 甘肃中医药大学药学院, 兰州 730000; 2. 中国科学院兰州化学物理研究所天然药物与化学测量中心/甘肃省天然药物重点实验室, 兰州 730000; 3. 中国质量检验检测科学研究院, 北京 100176; 4. 陇南市祥宇油橄榄开发有限责任公司, 陇南 742500)

摘 要: 目的 建立高效液相色谱法测定油橄榄相关产品中橄榄苦苷的含量。**方法** 采用超声辅助提取法提取样品中的橄榄苦苷, 通过单因素实验对提取条件和流动相组成进行优化。对建立的方法进行了系统的方法学验证, 并应用于市售产品中橄榄苦苷的含量测定。**结果** 最佳提取条件为 30%甲醇、料液比 1:40 (g:mL)、提取温度为 45 ℃、提取 2 次; 色谱条件为乙腈-水(25:75, *V*:*V*)、检测波长 232 nm。方法学验证显示, 线性关系良好(r^2 为 0.999), 精密度[相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)<4%]、重复性(RSDs<3%)及加标回收率(87.49%~115.00%)均符合要求。市售产品中橄榄苦苷含量主要为 0~10 mg/g。**结论** 所建立的方法灵敏度高、专属性强, 能够克服复杂基质干扰用于油橄榄相关产品中橄榄苦苷的含量测定。

关键词: 橄榄苦苷; 高效液相色谱法; 油橄榄相关产品
中图分类号: TS207.3 **文献识别码:** A **文章编号:** 2095–0381(2026)18–0087–09

Determination of oleuropein content in *Oleaeuropaea* L. related products by high performance liquid chromatography

LI Yan-Yu[1,2], WU Ya-Jun[3], XU Le-Qi[1,2], ZHAO Min[4], CAO Hong-Xia[4], WANG Ning-Li[2*], PEI Dong[1,2*]

[1. *College of Pharmacy*, *Gansu University of Chinese Medicine*, *Lanzhou* 730000, *China*; 2. *Research Center for Natural Medicine and Chemical Metrology*, *Lanzhou Institute of Chemical Physics*, *ChineseAcademy of Sciences*/*Key Laboratory for Natural Medicine of Gansu Province*, *Lanzhou* 730000, *China*; 3. *Chinese Academy of Quality and Inspection & Testing*, *Beijing* 100176, *China*; 4. *Longnan Xiangyu Olive Development Co., Ltd*., *Longnan* 742500, *China*]

ABSTRACT: Objective To establish a mothod for determination of oleuropein content in *Oleaeuropaea* L. related products by high performance liquid chromatography. **Methods** Ultrasonic-assisted extraction was employed to extract

收稿日期: 2026-04-30
基金项目: 云南省重大科技专项计划项目(202402AA310034); 陇南市科技计划项目(2023-S・QKJ-02)
第一作者: 李彦语(2002—), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为生药学与天然药物化学。E-mail: 3165254460@qq.com
***通信作者:** 王宁丽(1990—), 女, 硕士, 主要研究方向为中药和民族药质量控制方法和标准的研究与建立。E-mail: wangningli@licp.cas.cn
裴栋(1982—), 男, 博士, 主要研究方向为分离分析科学与天然药物化学。E-mail: dongpei@licp.cas.cn

oleuropein from samples. The extraction conditions and mobile phase composition were optimized through single-factor experiments. The developed method was subjected to systematic method validation and subsequently applied to the determination of oleuropein content in commercially available products. **Results** The optimal extraction conditions were 30% methanol with a solid-to-liquid ratio of 1:40 (g:mL), extraction temperature of 45 ℃ and extraction for 2 times. The chromatographic conditions consisted of acetonitrile-water (25:75, *V*:*V*) with a detection wavelength of 232 nm. Methodological validation demonstrated a good linear relationship (r^2=0.999), and the precision [relative standard deviations (RSDs)<4%], repeatability (RSDs<3%) and spiked recovery (87.49%–115.00%) all met the required criteria. The oleuropein content in commercially available products typically ranges from 0 to 10 mg/g. **Conclusion** The method developed is highly sensitive and specific, can overcome complex matrix interferences, and is suitable for determining the content of oleuropein in *Oleaeuropaea* L. related products.

KEY WORDS: oleuropein; high performance liquid chromatography; *Oleaeuropaea* L. related products

0 引 言

油橄榄(*Oleaeuropaea* L.)是木犀科木犀榄属的常绿乔木[1–2], 原产于地中海地区, 是世界著名的亚热带果树和重要经济林木[3], 我国自 1965 年起陆续引进多个油橄榄品种, 现已在多省市成功引种栽培[4]。油橄榄的副产物——油橄榄叶含有丰富的多酚类活性化合物, 具有多种生物活性[5–6]。其中最具代表性的酚类化合物为橄榄苦苷(oleuropein, OLE), 该成分具有抗氧化[7–8]、抗炎[9–10]、抗菌[11–12]及美白[13]等多种功效。OLE 单体及其提取物已广泛应用于天然功能制品领域[14–16]。凭借其清除自由基、抑制酪氨酸酶活性以及抵御紫外线损伤等特性[17–18], OLE 被广泛添加至各类功能制剂、保健产品及外用护理制剂中, 成为备受关注的天然功能性成分之一[19–21]。随着消费者对天然、安全、高效功能类产品需求的日益增长, 含 OLE 的化妆品、食品、保健品市场占有率和产品种类均呈现稳步上升趋势[22]。因此, 针对复杂基质的产品中 OLE 建立高效的定量分析方法具有重要意义。

近年来, 已有学者围绕油橄榄叶提取物和橄榄油中 OLE 的含量检测做了一些研究。常见的样品前处理方法有回流法、浸渍提取法和超声辅助提取法[23–24], 含量测定方法有高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)[25–27]、超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)[28–29]以及紫外-可见分光光度法(ultraviolet-visible spectrophotometry, UV-Vis)[30]等。上述报道研究对象均为油橄榄叶提取物和橄榄油, 关于复杂基质中 OLE 含量测定的报道鲜少, 王富杨等[31]使用柱层析法对样品进行前处理, 结合 HPLC 测定了牙膏中 OLE 的含量。基于功能基质常含油脂、酸度调节剂、甜味剂、乳化剂、增稠剂和防腐剂等多种辅料的特点, 本研究选择超声辅助提取法进行样品前处理, 有效促进目标物从油脂、乳化剂等复杂基质中释放的同时, 还可以避免回流法和浸渍法耗时长、温度高易引起有效成分降解的缺点, 相比于柱层析法效率更高, 检测手段选择 HPLC, 比 UV-Vis 抗干扰能力更强, 兼顾了准确性、经济性与普适性。

本研究以市售油橄榄叶提取物及不同剂型的含 OLE 功能样品为研究对象, 采用超声辅助提取法提取样品中的 OLE。首先考察了前处理条件, 随后对 HPLC 洗脱程序进行优化并根据方法学验证要求, 对该方法进行了全面考察。最后, 应用所建立的方法测定了国内外市售不同用途含 OLE 功能样品中OLE的含量, 并对样品中OLE的分布特征进行了分析。为实验室检测 OLE 相关样品提供了简单高效的新方法, 为规范相关产品质量提供便利。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

实验材料购自淘宝(表 1)。

OLE 标准品(纯度大于 98%, GSB 11-3936-2021, 中国科学院兰州化学物理研究所); C_{18} 粉末(北方伟业计量集团有限公司); 0.45 μm 微孔滤膜(天津市领航实验设备股份有限公司); 甲醇(色谱级, 湖北弗顿生化科技有限公司); 乙腈(色谱级, 湖北弗顿生化科技有限公司); 纯净水(潍坊娃哈哈食品有限公司)。

1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司); SinoChrom ODS-AP C_{18} 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm, 大连依利特科技有限公司); TU-1810 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司); SOP 电子分析天平(精度为 1 mg, 北京赛多利斯仪器系统有限公司); KQ-500DB 数控超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司); TDZ5-WS 台式低速离心机(湖南湘仪实验仪器开发有限公司); MX-S 型涡旋混匀仪[大龙兴创实验仪器(北京)股份公司]。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的制备

准确称取 0.020 g OLE 标准品于试管中, 加入甲醇使其完全溶解, 转移至 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 混匀, 制成质量浓度为 2 mg/mL 的对照品母液, 于 4 ℃冰箱避光保存备用。

表 1　实验材料

Table 1　Experimental materials

样品编号	样品名称	配方表标识	样品编号	样品名称	配方表标识
S1	市售油橄榄叶提取物	油橄榄叶提取物	S14	橄榄面部霜	橄榄油、橄榄果提取物、橄榄叶提取物
S2	眼部精华液	橄榄果油	S15	橄榄油日间护理霜	橄榄油
S3	橄榄树淡色素色斑精华	橄榄叶提取物	S16	橄榄眼霜	橄榄果油
S4	紧急橄榄叶护肤凝胶	橄榄叶提取物	S17	液体洁面乳	橄榄油
S5	黑橄榄面膜	橄榄果提取物	S18	防晒霜	橄榄果油、氢化橄榄油
S6	细胞透明质酸保湿抗皱精华安瓶	橄榄叶提取物	S19	护手霜 A	橄榄果油
S7	羟基酪醇修护面霜	橄榄叶提取物、橄榄果油	S20	护手霜 B	橄榄叶提取物
S8	面霜	橄榄叶提取物	S21	油橄榄精华液	油橄榄叶提取物
S9	橄榄树细胞活性面霜	橄榄叶提取物、橄榄果油	S22	舒缓修护亮研精华液	油橄榄叶提取物
S10	抗皱眼霜	橄榄叶提取物、橄榄油	S23	创研修护焕然精华液	OLE、油橄榄果提取物
S11	晚间焕活修复精华液	生物橄榄	S24	油橄榄精华	油橄榄叶提取物
S12	神经酰胺精华液	无标识	S25	积雪草舒颜乳液	油橄榄叶提取物
S13	橄榄精华液	橄榄油、橄榄果提取物、橄榄叶提取物			

分别精密量取上述母液 0、0.125、0.250、0.500、1.000、2.000 mL, 置于 6 个 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得质量浓度分别为 0、0.025、0.050、0.100、0.200、0.400 mg/mL 的系列工作液。所有工作液需现用现配。

1.2.2　前处理优化

提取溶液优化: 准确称取油橄榄叶提取物 0.2 g 置于 50 mL 离心管中, 分别加入 40 mL 水、30%、50%、70%、100%甲醇, 涡旋混合 30 s 后, 在 45 ℃、300 W 功率下超声提取 30 min, 重复提取 2 次。以 3500 r/min 离心 5 min 后, 收集上清液转移至 100 mL 容量瓶, 用 30%甲醇定容至刻度线, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

提取温度优化: 准确称取油橄榄叶提取物 0.2 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 30%甲醇, 涡旋混合 30 s 后, 在不同温度(15、25、35、45、55 ℃)、300 W 功率下超声提取 30 min, 重复提取 2 次。以 3500 r/min 离心 5 min 后, 收集上清液转移至 100 mL 容量瓶, 用优选溶剂定容至刻度线, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

提取次数优化: 准确称取油橄榄叶提取物 0.2 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 40 mL 30%甲醇, 涡旋混合 30 s 后, 在 45 ℃、300 W 功率下超声提取 30 min, 分别提取 1、2、3、4、5 次。以 3500 r/min 离心 5 min 后, 收集上清液转移至 100 mL 容量瓶, 用 30%甲醇定容至刻度线, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

提取功率优化: 准确称取油橄榄叶提取物 0.2 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 40 mL 30%甲醇, 涡旋混合 30 s 后, 在不同功率(200、250、300、350、400 W)、45 ℃条件下超声提取 30 min, 重复提取 2 次。以 3500 r/min 离心 5 min 后, 收集上清液转移至 100 mL 容量瓶, 用 30%甲醇定容至刻度线, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

提取时间优化: 准确称取油橄榄叶提取物 0.2 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 40 mL 30%甲醇, 涡旋混合 30 s 后, 在 45 ℃、300 W 功率下分别超声提取 10、20、30、40、50 min, 重复提取 2 次。以 3500 r/min 离心 5 min 后, 收集上清液转移至 100 mL 容量瓶, 用 30%甲醇定容至刻度线, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

料液比优化: 准确称取 0.10、0.25、0.50、1.00 和 2.50 g 油橄榄叶提取物于 25 mL 离心管中, 加入 10 mL 30%甲醇[料液比分别为 1:100、1:40、1:20、1:10 和 1:4 (g:mL, 下同)], 涡旋混匀 30 s。在 45 ℃、300 W 功率下超声提取 30 min, 重复提取 2 次。随后以 3500 r/min 离心 5 min 后, 收集上清液并转移至 25 mL 容量瓶, 定容至刻度线并摇匀。最后, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 所得滤液备用。

1.2.3　色谱条件

色谱柱: Sino Chrom ODS-AP C_{18} 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温: 35 ℃; 流速: 1 mL/min; 进样量: 20 μL; 流动相洗脱程序见表 2。

1.2.4　方法学验证

按照 1.2.1 和 1.2.2 节所述方法, 分别配制 OLE 标准品溶液和样品提取液, 所有样品均置于 4 ℃冰箱中冷藏保存。为评估该方法的仪器精密度, 24 h 内进行了 6 次取样测定; 并每隔 24 h 测样一次, 共计 6 次。

表 2 流动相组成及洗脱程序

Table 2 Composition of the mobile phase and elution procedure

色谱条件	流动相组成	洗脱程序
流动相 1	水(A):乙腈(B)	0~20 min 25% B
流动相 2	水(A):甲醇(B)	0~20 min 45% B
流动相 3	水(A):乙腈(B)	0~30 min 10%~40% B, 30~40 min 40% B
流动相 4	水(A):甲醇(B)	0~30 min 10%~40% B, 30~50 min 40% B

将 1.2.1 中配制的 OLE 标准溶液进行稀释, 用优化后的色谱条件进行测定, 并通过绘制 OLE 的峰面积(*Y*)与质量浓度(*X*, mg/mL)的关系建立标准曲线。

取 1.2.1 项下标准品母液, 用 30%甲醇逐级稀释, 按优化后的色谱条件进样测定, 以信噪比 *S*/*N*=3 和 *S*/*N*=10 时的质量浓度分别确定检出限(limit of detection, LOD)和定量限(limit of quantitation, LOQ)。

为评估该方法的重复性, 根据 1.2.2 节中优化的提取方法, 分别对油橄榄提取物(S1)和其中一个功能样品(S20)进行 6 次平行提取实验, 以考察该方法的重复性。

为评估方法的准确性, 分别在油橄榄叶提取物(S1)和某一功能样品(S20)中加入低、中、高 3 个水平的 OLE 标准品, 进行加标回收实验。按照 1.2.2 节所述方法处理加标样品, 每个浓度水平重复提取测定 6 次, 计算得到加标回收率。

1.2.5 样品中 OLE 的测定

将 1.1 节中的样品按照 1.2.2 节优化后的方法进行前处理, 准确移取定容后的提取液 8 mL, 置于 10 mL 具塞离心管中, 加入 8 mg C_{18} 吸附剂, 涡旋混合 1 min。以 3500 r/min 离心 5 min, 取上清液经 0.45 μm 有机相滤膜过滤, 最后采用优化后的色谱条件测定不同剂型的含 OLE 功能样品中 OLE 的含量。

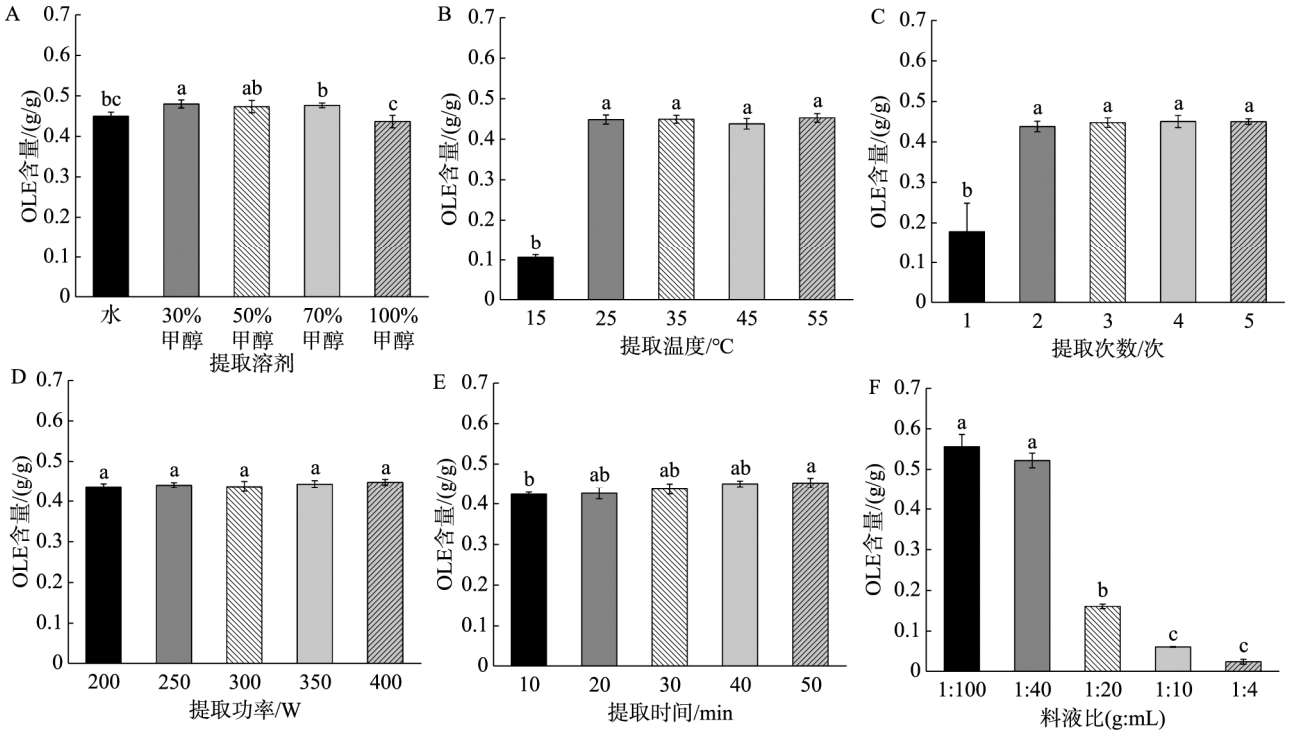
1.3 数据处理

采用金山 WPS 2019 进行数据整理及分析; 用 OriginPro 2024 软件进行数据处理与图形绘制。

2 结果与分析

2.1 前处理优化

本研究考察了不同条件对油橄榄提取物和功能样品中 OLE 提取效率的影响。如图 1 所示, 甲醇浓度、提取时间和超声功率对油橄榄叶提取物的提取效率影响较小, 其中 30%甲醇提取效率略高, 综合考虑实验效率和成本选择 300 W 超声 30 min。相比之下, 料液比、提取温度和提取次数对功能样品的提取效率影响更为显著, 提取效率随料液比的增大而降低。鉴于部分功能样品中 OLE 含量较低, 若提取溶剂量过大, 可能导致样品中的 OLE 无法检出。因此, 最终选择 1:40 (g:mL)的料液比进行目标化合物的测定。提取温



注: 不同小写字母表示组间差异显著(P<0.05)。

图 1 提取参数对 OLE 提取效率的影响(n=3)

Fig.1 Effects of extraction parameters on the extraction efficiency of OLE (n=3)

度为 15 ℃时会严重影响提取效率, 当提取温度达到 25 ℃后, 提取效率无明显变化, 考虑到超声清洗机无法降温, 夏季室温易超过 35 ℃, 为提高方法普适性, 最终选择 45 ℃作为提取温度。同样提取次数为 1 次会严重降低提取效率和稳定性, 提取 2 次及以上则影响较小, 因此选择提取 2 次。

2.2　色谱条件的优化

2.2.1　检测波长的选择

采用 UV-Vis 对 OLE 水溶液进行全波长扫描, 获得其吸收光谱图(图 2)。结果显示, OLE 在 232 nm 和 280 nm 处有两个紫外吸收峰, 其中 232 nm 处的吸光度值显著高于 280 nm。因此最终确定 232 nm 为 OLE 的最佳检测波长。

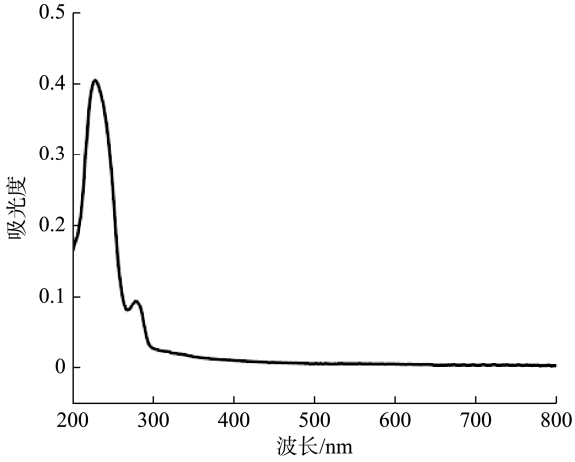


图 2　OLE 溶液 UV-vis 谱图

Fig.2　UV-vis spectra of OLE solution

2.2.2　流动相洗脱程序的优化

在 OLE 含量测定过程中, 因其分子结构中含有酚羟基等极性基团, 易与色谱柱固定相发生相互作用, 导致色谱峰展宽或拖尾, 进而影响分离效果。为此, 本研究比较了 4 种洗脱程序(表 2)对 OLE 色谱行为的影响。首先考察了甲醇与乙腈分别作为有机相时的洗脱效果, 结果表明, 采用乙腈时目标化合物的峰形更为尖锐(图 3)。在 4 种洗脱方式下, OLE 的峰对称性均较好。考虑到提取溶剂为 30% 甲醇, 若起始流动相比例过低, 会因溶剂强度差异而产生明显的紫外吸收干扰; 且 OLE 的检测波长为 232 nm, 对溶剂吸收较为敏感。此外, 在保证分离效果符合要求的前提下, 尽量缩短洗脱时间。最终选择乙腈-水(25:75, *V*:*V*)等度洗脱作为后续分析的洗脱程序, 该条件下理论塔板数≈22750, 并且与其他峰达到基线分离。

图 4 为不同样品的对比色谱图。如图 4A(空白基质)和图 4B(空白溶剂)所示, 除溶剂峰外均未检出其他色谱峰, 表明提取过程中未引入额外杂质, 证明该方法准确可靠。图 4C(水剂样品 S20)和图 4D(乳剂样品 S8)中均检出 OLE, 且目标色谱峰与其他杂质峰实现了良好的基线分离。图 4E(水剂样品 S20 加标)和图 4F(乳剂样品 S8 加标)中, OLE 色谱峰显著增高, 而其他色谱峰无明显变化, 进一步说明该方法选择性良好。图 4G 为水剂样品 S20 未添加 C_{18} 吸附剂的色谱图(图 4C 为添加 C_{18} 吸附剂的对照), 两者中 OLE 的峰面积分别为 376.20 mAU • s 和 375.34 mAU • s, 无显著差异, 表明 C_{18} 吸附剂的使用不会吸附目标物 OLE, 对方法的重复性和准确性无影响。

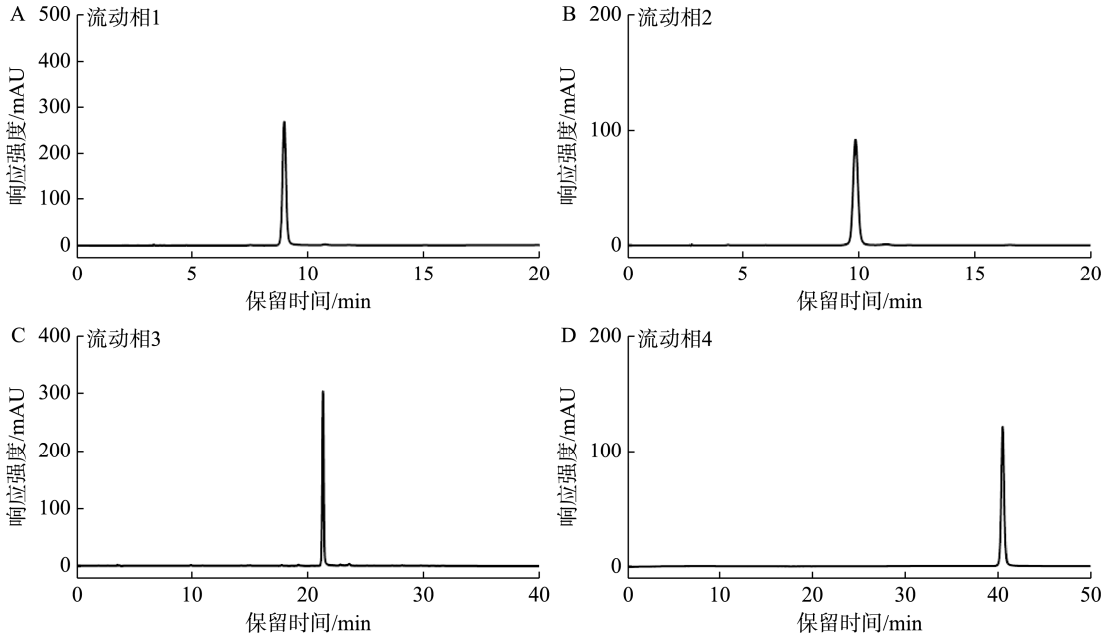
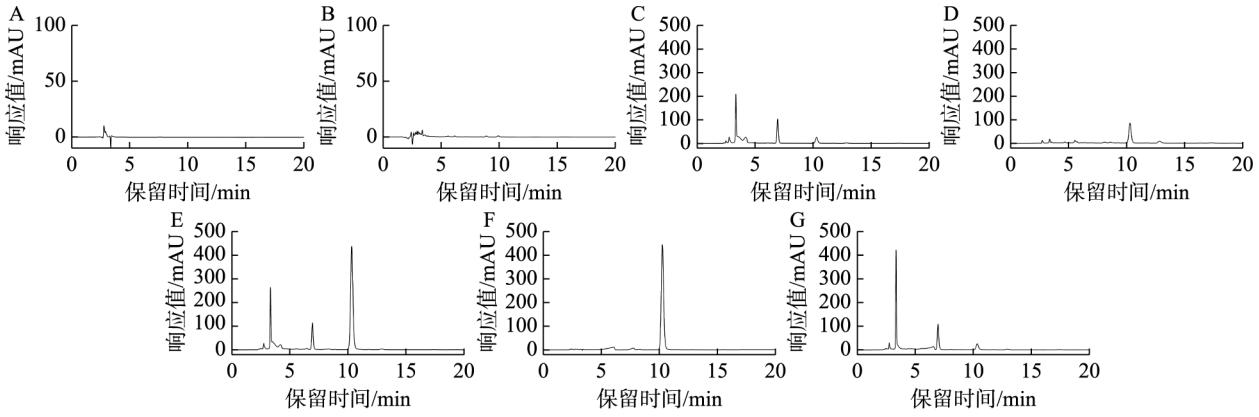


图 3　不同洗脱程序下 OLE 的色谱图

Fig.3　Chromatograms of OLE under different elution programs



注: A. 空白基质; B. 空白溶剂; C. 样品 S20(水剂)吸附剂色谱图; D. 样品 S8(乳剂)色谱图; E. 样品 S20(水剂)加标色谱图; F. 样品 S8(乳剂)加标色谱图; G. 样品 S20(水剂)不添加 C_{18} 吸附剂色谱图。

图 4 样品对比色谱图

Fig.4 Sample comparison chromatogram

2.3 方法学验证

2.3.1 精密度

精密度实验结果表明(表 3), OLE 标准品与功能样品的日内精密度 RSD(分别为 0.39%和 1.77%)及日间精密度 RSD(分别为 3.84%和 0.75%)均良好, 显示仪器与方法精密度符合要求。

2.3.2 标准曲线、检出限与定量限的建立

在 0~0.4 mg/mL 质量浓度范围内, OLE 的峰面积与浓度呈良好的线性关系。标准曲线方程为 Y=20151X–4.2379, 决定系数(r^2)为 0.999, 由 S/N=3 和 S/N=10 可得, LOD 为 1.555×10^{-4} mg/mL, LOQ 为 5.184×10^{-4} mg/mL, 满足实际样品检测的灵敏度要求。

2.3.3 重复性实验

重复性实验(表 4)中测得油橄榄叶提取物和两种剂型的功能样品中 OLE 的含量 RSD 分别为 0.99%、2.60%和 2.39%, 表明方法重复性良好。

表 3 油橄榄叶提取物和功能样品中 OLE 含量测定的精密度实验(n=6)

Table 3 Precision experiment for the determination of OLE content in *Oleaeuropaea* L. leaf extract and functional sample (n=6)

实验分组	OLE 标准品峰面积		功能样品中 OLE 峰面积	
	日内	日间	日内	日间
1	1652.85	1549.25	1048.93	1048.93
2	1646.55	1530.68	1026.95	1035.51
3	1646.26	1598.77	1080.38	1028.38
4	1655.07	1658.88	1039.81	1033.39
5	1647.17	1533.79	1036.36	1029.40
6	1636.55	1489.07	1041.43	1029.30
平均值	1647.41	1560.07	1045.64	1034.15
RSDs/%	0.39	3.84	1.77	0.75

注: RSD 为相对标准偏差(relative standard deviation)。

表 4 油橄榄叶提取物和功能样品中 OLE 含量测定的重复性实验(%, n=6)

Table 4 Repeatability test of content determination of OLE in *Oleaeuropaea* L. leaf extract and functional sample (%, n=6)

样品名称	平均值	RSDs
油橄榄叶提取物(S1)	51.22	0.99
功能性样品(S20)	0.30	2.60
功能性样品(S10)	0.07	2.39

2.3.4 准确度

加标回收结果(表 5)显示, 油橄榄叶提取物的 3 个水平平均加标回收率为 93.06%、108.45%、115.00%, RSDs 为 3.46%、2.84%、0.98%; 功能样品(S20)的 3 个水平平均加标回收率为 87%、89%、109%, RSDs 为 4.10%、2.43%、0.78%, 表明该方法符合分析要求。

2.4 不同功能样品中 OLE 含量的测定

样品中 OLE 含量测定结果(表 6)显示, 功能样品中

OLE 的含量总体分布在 0~10 mg/g 范围内。如图 5 所示, 基于 9 个水剂和 12 个乳剂样品的分析结果表明: 两组之间存在显著性差异(P<0.05), 水剂组含量分布呈现“低浓度集中、尾部拖长”的特征, 大部分样本含量集中在 0~4 mg/g 之间, 中位数为 2.1 mg/g; 乳剂组则呈现“低值聚集, 单个高值”的偏态分布, 中位数接近 0.0001 mg/g 量级。其中 6 个样本含量低于检出限, 一个高值样本达到 20.94 mg/g, 其余样本含量在 0.68~5.92 mg/g 之间零星分布。总体而言, 水剂功能样品的 OLE 含量普遍含量较高且分布均匀, 而乳剂的含量分布偏低, 且变异程度较大。由此可见, 油橄榄相关功能样品中的 OLE 含量存在显著差异, 因此建立功能样品中 OLE 的含量测定方法对产品质量控制及市场监管具有重要意义。

表 5　油橄榄叶提取物和功能样品中 OLE 的回收率实验(n=6)

Table 5　Recovery experiment of OLE in *Oleaeuropaea* L. leaf extract and functional sample (n=6)

样品名称	本底/(mg/g)	加标量/(mg/g)	平均值/(mg/g)	平均回收率/%	RSDs/%
油橄榄叶提取物 (S1)	500.6	260.00	743.00	93.06	3.46
		520.00	1065.00	108.45	2.84
		780.00	1398.00	115.00	0.98
功能样品(S20)	2.96	1.60	4.38	87.49	4.10
		3.20	5.81	88.71	2.43
		4.80	8.23	109.48	0.78

表 6　不同功能样品中 OLE 的含量(n=3)

Table 6　Content of OLE in different functional samples (n=3)

样品编号	OLE 含量/(mg/g)	剂型	样品编号	OLE 含量/(mg/g)	剂型
S1	500.70	-	S14	0.72	乳剂
S2	0.78	水剂	S15	/	乳剂
S3	3.89	水剂	S16	/	乳剂
S4	9.96	-	S17	/	乳剂
S5	/	-	S18	/	乳剂
S6	1.50	水剂	S19	/	乳剂
S7	/	乳剂	S20	2.57	乳剂
S8	5.92	乳剂	S21	/	水剂
S9	0.76	乳剂	S22	2.07	水剂
S10	0.68	乳剂	S23	9.15	水剂
S11	/	水剂	S24	/	水剂
S12	2.33	水剂	S25	20.94	乳剂
S13	0.86	-			

注: /表示未检出; -表示未分类, 不参与含量比较。

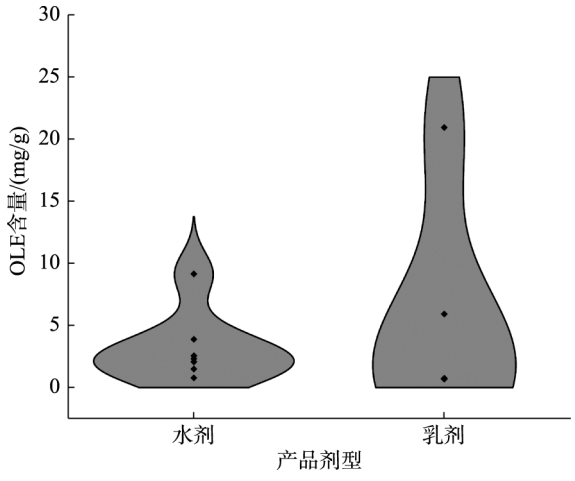


图 5　水剂和乳剂功能样品中 OLE 含量比较分析

Fig.5　Comparative analysis of OLE content in functional samples of liquid and emulsion formulations

3　讨论与结论

本研究建立了一种油橄榄叶提取物及功能样品中 OLE 的 HPLC 检测方法, 提取溶剂为 30%甲醇, 料液比 1:40 (g:mL), 提取温度 45 ℃, 提取 2 次, 超声功率 300 W, 提取时间 30 min, 洗脱程序为乙腈-水(25:75, V:V), 检测波长为 232 nm。同时, 本研究开展了方法学考察, 证明了超声辅助提取法结合 HPLC 对复杂基质中 OLE 定量分析的普遍适用性。

相较于已报道的针对油橄榄叶及其相关产品的检测方法, 本研究采用的前处理方法与色谱条件有效克服了辅料对目标物提取效率和色谱分离的干扰, 前处理方法简便、检测效率高, 更适配含 OLE 多元化功能产品的大量检测与日常质控。但是该方法存在一定局限性, 对于其他剂型的产品的适用性有待进一步验证和拓展。此外, 本研究

发现市售油橄榄相关的部分功能样品中 OLE 含量极低，可能是配方实际添加量较少，或是产品生产储存过程中 OLE 已部分降解[32]。未来应拓展产品种类与批次，结合液质联用等技术同步检测 OLE 及其降解产物，建立相关数据库，为 OLE 相关产品的质量一致性评价与制定行业标准提供科学支撑。

总体而言，该方法重复性好，效率高，成本低，具有良好的推广应用前景。该检测体系可直接应用于含 OLE 的功能产品的质量控制，有效补齐了复杂基质中 OLE 定量分析的技术短板，有利于遏制虚假标注行为，为相关行业标准的制定及监管部门的风险监测提供方法学参考。

参考文献

[1] 马婷, 谢正万, 李勇杰, 等. 施肥对缺素油橄榄园土壤和树体营养的影响[J]. 林业科技通讯, 2026(2): 27–32.
Ma Ting, Xie Zhengwan, Li Yongjie, et al. Effects of fertilization on soil and tree nutrition in nutrient deficiency olive orchards [J]. Forest Science and Technology, 2026(2): 27–32.

[2] 张鑫, 徐芳华, 袁奖娟, 等. 油橄榄果提取物体外降脂活性成分筛选及作用机制探究[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(22): 268–277.
Zhang Xin, Xu Fanghua, Yuan Jiangjuan, et al. Screening of *in vitro* lipid-lowering active ingredients from *Olea europaea* L. fruit extract and preliminary study on the mechanism [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2023, 14(22): 268–277.

[3] 吴亚晴, 吴末姣, 杨艳芳, 等. 油橄榄叶药材质量分析研究[J]. 中南药学, 2026, 24(1): 213–218.
Wu Yaqing, Wu Mojiao, Yang Yanfang, et al. Quality analysis of leaves of *Olea europaea* [J]. Central South Pharmacy, 2026, 24(1): 213–218.

[4] 胡青, 赵川, 蔡石建, 等. 油橄榄良种米佳的引种选育[J/OL]. 果树学报, 2026-02-11. https://doi.org/10.13925/j.cnki. gsxb.20250702.
Hu Qing, Zhao Chuan, Cai Shijian, et al. Introduction and breeding of mijia, an improved olive variety [J/OL]. Journal of Fruit Science, 2026-02-11. https://doi.org/10.13925/j.cnki.gsxb.20250702.

[5] Özcan M M, Matthäus B. A review: benefit and bioactive properties of olive (*Olea europaea* L.) leaves [J]. European Food Research and Technology, 2017, 243(1): 89–99.

[6] 吴末姣, 葛晶鑫, 杨艳芳, 等. 油橄榄叶化学成分和药理作用的研究进展及其质量标志物的预测分析[J]. 中南药学, 2025, 23(6): 1726–1734.
Wu Mojiao, Ge Jingxin, Yang Yanfang, et al. Chemical compositions and pharmacological effect of *Olea europaea* leaves and prediction of quality markers [J]. Central South Pharmacy, 2025, 23(6): 1726–1734.

[7] 成文荷, 王小妹, 王宁丽, 等. 油橄榄叶中活性成分含量测定及抗氧化能力研究[J]. 中国油脂, 2025, 50(12): 89–95.
Cheng Wenhe, Wang Xiaomei, Wang Ningli, et al. Determination of active ingredients contents and antioxidant capacity of olive leaves [J]. China Oils and Fats, 2025, 50(12): 89–95. [J]. China Oils and Fats, 2025, 50(12): 89–95.

[8] 杨元萍, 赵冰馨, 王欣宇, 等. 超声-微波辅助提取橄榄苦苷及抗氧化活性研究[J]. 食品工业, 2024, 45(5): 116–122.
Yang Yuanping, Zhao Bingxin, Wang Xinyu, et al. Study on extraction and antioxidant activity of oleuropein from olive leaves by synergistic ultrasonic/microwave assisted [J]. The Food Industry, 2024, 45(5): 116–122.

[9] 韩珊, 王琴琴, 李新星, 等. 基于 Nrf2/HO-1 信号通路研究橄榄苦苷的体外抗炎作用[J]. 药物评价研究, 2020, 43(2): 193–198.
Han Shan, Wang Qinqin, Li Xinxing, et al. Oleuropein exerts anti-inflammatory effect *in vitro via* Nrf2/HO-1 signaling pathway [J]. Drug Evaluation Research, 2020, 43(2): 193–198.

[10] Qabaha K, Al-Rimawi F, Qasem A, et al. Oleuropein is responsible for the major anti-inflammatory effects of olive leaf extract [J]. Journal of Medicinal Food, 2018, 21(3): 302–305.

[11] Al-Rimawi F, Sbeih M, Amayreh M, et al. Evaluation of the antibacterial and antifungal properties of oleuropein, *Olea* Europea leaf extract, and thymus vulgaris oil [J]. BMC Complementary Medicine and Therapies, 2024, 24(1): 297.

[12] Prevete G, Donati E, Ruggiero A P, et al. Encapsulation of *Olea europaea* leaf polyphenols in liposomes: a study on their antimicrobial activity to turn a byproduct into a tool to treat bacterial infection [J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2024, 16(50): 68850–68863.

[13] Mehmood A, Usman M, Patil P, et al. A review on management of cardiovascular diseases by olive polyphenols [J]. Food Science & Nutrition, 2020, 8(9): 4639–4655.

[14] Thielmann J, Kohnen S, Hauser C. Antimicrobial activity of *Olea europaea* Linné extracts and their applicability as natural food preservative agents [J]. International Journal of Food Microbiology, 2017, 251: 48–66.

[15] 吴倩. 橄榄苦苷对皮肤的生物活性研究进展[J]. 香料香精化妆品, 2023(5): 52–58, 150.
Wu Qian. Research progress in bioactivity of oleuropein on skin [J]. Flavour Fragrance Cosmetics, 2023(5): 52–58, 150.

[16] 王碧霞. 油橄榄叶提取物生物活性研究进展[J]. 绿色科技, 2017, 19(14): 278–282.
Wang Bixia. Advances in bioactivities and effects of extracts from olive (*Olea europaea* L.) leaves [J]. Journal of Green Science and Technology, 2017, 19(14): 278–282.

[17] Sueishi Y, Nii R. A comparative study of the antioxidant profiles of olive fruit and leaf extracts against five reactive oxygen species as measured with a multiple free-radical scavenging method [J]. Journal of Food Science, 2020, 85(9): 2737–2744.

[18] Xu Fanghua, Yi Xuetao, Zhang Xin, et al. Identification of anti-photoaging components of *Olea europaea* leaves based on spectrum-effect relationship [J]. Journal of Chromatography B, 2023, 1226: 123807.

[19] Ferreira A M, Alves R C, Bastos B, et al. The potential of coffee and olive by products as ingredient in cosmetics formulations and their extraction techniques [J]. Cosmetics, 2025, 12(5): 206.

[20] Cádiz-Gurrea M D L L, Pinto D, Delerue-Matos C, et al. Olive fruit and leaf wastes as bioactive ingredients for cosmetics-a preliminary study [J]. Antioxidants, 2021, 10(2): 245.

[21] Gherardi G, Weiser A, Bermont F, et al. Mitochondrial calcium uptake declines during aging and is directly activated by oleuropein to boost energy metabolism and skeletal muscle performance [J]. Cell Metabolism, 2025, 37(2): 477–495. e11.

[22] 杨春苗, 刘雨萌, 杨东生. 油橄榄叶的化学成分及其在化妆品领域的研究进展[J]. 广东化工, 2022, 49(22): 103–104, 87.
Yang Chunmiao, Liu Yumeng, Yang Dongsheng. Research progress on chemical constituents of *Olea europaea* leaves and application in the field

of cosmetics [J]. Guangdong Chemical Industry, 2022, 49(22): 103–104, 87.

[23] 王晓杰, 黄立新, 张彩虹, 等. 微波辅助提取橄榄苦苷及其抗氧化性能研究[J]. 食品工业科技, 2018, 39(7): 140–145.
Wang Xiaojie, Huang Lixin, Zhang Caihong, et al. Microwave-assisted extraction of oleuropein from olive leaves and its antioxidant properties [J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(7): 140–145.

[24] 谢普军, 黄立新, 张彩虹, 等. 低温减压沸腾提取橄榄苦苷的工艺研究[J]. 中国中药杂志, 2012, 37(13): 1946–1951.
Xie Pujun, Huang Lixin, Zhang Caihong, et al. Boiling extraction of oleuropein at low temperature and reduced pressure [J]. China Journal of Chinese Materia Medica, 2012, 37(13): 1946–1951.

[25] 何海荣, 魏鉴腾, 孙小明, 等. 油橄榄叶提取物中 4 种抗氧化活性成分的筛选和含量测定[J]. 营养学报, 2016, 38(1): 81–86.
He Hairong, Wei Jianteng, Sun Xiaoming, et al. Screening and quantitative analysis of four antioxidant components from olive leaf extracts [J]. Acta Nutrimenta Sinica, 2016, 38(1): 81–86.

[26] Martínez-Navarro E M, Cebrián-Tarancón C, Moratalla-López N, et al. Development and validation of an HPLC-DAD method for determination of oleuropein and other bioactive compounds in olive leaf by-products [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2021, 101(4): 1447–1453.

[27] 王和宇, 李春娜, 王旭, 等. HPLC 法测定油橄榄叶中毛蕊花糖苷、木犀草苷和橄榄苦苷的含量[J]. 中医药导报, 2016, 22(7): 68–70.
Wang Heyu, Li Chunna, Wang Xu, et al. Determination of acteoside, luteoloside and oleuropein in youganlanye (*Olea europaea* Linn.) by HPLC [J]. Guiding Journal of Traditional Chinese Medicine and Pharmacy, 2016, 22(7): 68–70.

[28] Luque-Muñoz A, Tapia R, Haidour A, et al. Direct determination of phenolic secoiridoids in olive oil by ultra-high performance liquid chromatography-triple quadruple mass spectrometry analysis [J]. Scientific Reports, 2019, 9: 15545.

[29] Carrara M, Kelly M T, Griffin L, et al. Development and cross-validation of simple HPLC-fluorescence and UPLC-MS-UV methods for rapid determination of oleuropein in olive leaves [J]. Phytochemical Analysis, 2024, 35(3): 476–482.

[30] 郑媛媛. 油橄榄叶中橄榄苦苷和黄酮含量测定方法研究[D]. 兰州: 兰州大学, 2011: 1.
Zheng Yuanyuan. The study of content determination method of oleuropein and flavonoids in *Olea europaea* L. leaves [D]. Lanzhou: Lanzhou University, 2011: 1.

[31] 王富杨, 刘济赫. HPLC 测定牙膏中橄榄苦苷的含量[J]. 口腔护理用品工业, 2016, 26(5): 28–30.
Wang Fuyang, Liu Jihe. Determination of oleuropein in toothpaste by HPLC [J]. Oral Care Industry, 2016, 26(5): 28–30.

[32] Martínez-Navarro M E, Cebrián-Tarancón C, Oliva J, et al. Oleuropein degradation kinetics in olive leaf and its aqueous extracts [J]. Antioxidants, 2021, 10(12): 1963.

(责任编辑: 曹岱琳　蔡世佳)