

团体标准

T/GAIA 028—2025

人参皂苷产品及其制品中人参皂苷 CK 含量的测定 高效液相色谱法

Determination of Ginsenoside CK in ginsenoside products and derived products—
High performance liquid chromatography

2025-01-21 发布

2025-01-28 实施

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	1
5 试剂或材料.....	1
6 仪器设备.....	2
7 样品.....	2
8 试验步骤.....	2
9 试验数据处理.....	3
10 精密度.....	4
11 检出限与定量限.....	4
12 正确度.....	4
附录 A（资料性） 人参皂苷 CK 的基本信息.....	5
附录 B（资料性） 高效液相色谱图.....	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由广东省分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：广州光亚新汉方化妆品科技有限公司、广东轻工职业技术大学、广州梵之容化妆品有限公司、山东花物堂生物科技有限公司、深圳市护家科技有限公司、广州佳途科技股份有限公司、广东食品药品职业学院、广州市爱百伊生物技术有限公司、广州彦赋生物科技有限公司、广州青囊生物科技有限公司、通标标准技术服务有限公司广州分公司、广州熵增科技有限公司、广东省科学院化工研究所、西北大学、广州天源生物科技有限公司、仲恺农业工程学院、广州天纳生物科技有限公司、广州恒滔贸易有限公司、广东萝薇化妆品股份有限公司、广州中医药大学、中科检测技术服务（广州）股份有限公司、暨南大学分析测试中心、广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、诺德溯源（广州）生物科技有限公司、普萃超临界（广东）高新技术有限公司。

本文件主要起草人：张静茵、吴少微、徐单单、岑水斌、李安章、侯森、张晔翔、叶进明、吴轩民、冯伟钊、梁大成、罗海英、李欢铃、高莉英、陈章、梁静怡、冯磊、吴学明、黄昉、钟双江芮、苏秋萍、黄淋佳、刘庆超、杨晓阳、马亚、毛宇、何丽娜、梁铿、黄翠兵、王青娇、段礼新、樊宝莲、黄悠然、杨丽丽、郭涛、郑家概、张飞、黄少婵、郑荣杰、郭文姣、陈慧、张阳、李伟明。

人参皂苷产品及其制品中人参皂苷 CK 含量的测定

高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了人参皂苷及其制品中人参皂苷CK含量的高效液相色谱测定方法。
本文件适用于人参皂苷及其制品中人参皂苷CK含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 41726-2022 人参单体皂苷鉴定及检测方法
T/CNHFA 001-2021 人参稀有皂苷的含量测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 人参皂苷产品 ginsenoside products

以人参、西洋参、高丽参、三七等人参属植物的干燥根及须根等为原料直接生产或由现代科学技术方法（不含化学合成）制备的三萜类皂苷产品。

3.2 人参皂苷 CK Ginsenoside CK

结构上属于原人参二醇型人参皂苷且只在20（C）上保留了一个葡萄糖的人参单体皂苷，人参皂苷CK的相关信息见附录A，本文件提及的人参皂苷CK符合附录A中的A.2的描述。

4 原理

试样中的人参皂苷CK用甲醇提取，过滤后注入高效液相色谱仪进行分离，采用紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

5 试剂或材料

5.1 试剂

- 5.1.1 水：GB/T 6682 所规定的一级水。
- 5.1.2 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。
- 5.1.3 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

5.2 标准品

人参皂苷CK标准品（20(S)-Ginsenoside CK，CAS号：39262-14-1）：纯度≥98.0%。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 人参皂苷CK标准溶液（1.00 mg/mL）：准确称取25 mg（精确至0.01 mg）人参皂苷CK标准品至25 mL容量瓶中，加入适量甲醇溶解，加入约20 mL甲醇，超声处理10 min，用甲醇定容至刻度线，混匀。立即密封并于-18℃以下保存，有效期两个月。

5.3.2 人参皂苷CK标准工作液：分别吸取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL和10.00 mL人参皂苷CK标准溶液（5.3.1）到10 mL容量瓶中，用甲醇定容，混匀。各工作液过0.22 μm有机相针式微孔滤器（5.4.1），得到人参皂苷CK质量浓度分别为0 mg/mL、0.05 mg/mL、0.10 mg/mL、0.25 mg/mL、0.50 mg/mL和1.00 mg/mL的标准系列工作液。临用前现配。

5.4 材料

5.4.1 针式微孔过滤器：0.22 μm，尼龙滤膜或者相当者。

5.4.2 容量瓶：10mL和25 mL。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 分析天平：感量0.000 1 g和0.000 01g。

6.3 精密移液器：20–200 μL和100–1000 μL。

6.4 超声波清洗器：工作频率40 kHz，功率不低于500W，或可相当的设备。

7 样品

7.1 样品的制备

7.1.1 固体样品：充分搅拌均匀，装入密闭容器中，放置在干燥器中室温下保存。

7.1.2 液体或半液体样品：密封冷藏于4℃冰箱中，使用前充分混匀。

7.2 样品的提取

称取人参皂苷CK含量大于或等于10%的试样0.2g~0.5 g（精确至0.1 mg）、人参皂苷CK含量小于10%的试样2 g~10 g（精确至0.1 mg），置于25 mL容量瓶中，加入约20 mL甲醇，超声提取30 min，用甲醇定容至刻度线，混匀，用0.22 μm有机相微孔滤器过滤，滤液待测。

8 试验步骤

8.1 液相色谱参考条件

优化仪器工作条件，使测试样品和标准品中各组分得到满意的色谱分离，以下色谱条件供参考：

- 色谱柱：建议使用双封端的C18色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）或等效色谱柱；
- 流动相：A相为乙腈，B相为水，梯度洗脱条件见表1；
- 检测器：紫外检测器；
- 检测波长：203 nm；
- 流速：1 mL/min；
- 柱温：30℃；
- 进样量：20 μL。

表1 液相色谱梯度洗脱条件

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.0	19.0	81.0
9.0	32.0	68.0
20.0	57.0	43.0
29.0	90.0	10.0
35.0	19.0	81.0

8.2 测定

8.2.1 标准系列工作液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，分别取标准工作溶液（5.3.2）和试样溶液（7.2）上机测定。人参皂苷CK标准溶液的液相色谱图见附录B中的图B.1。

8.2.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中人参皂苷CK保留时间应与标准系列工作液（浓度相当）中人参皂苷CK的保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内。

8.2.3 定量

以人参皂苷CK的浓度为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于0.99。试样溶液中待测物的浓度应在标准曲线的线性范围内。如超出范围，应将试样溶液用甲醇稀释后重新测定。

8.2.4 标准曲线的绘制

将人参皂苷CK标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪，依次按上述推荐色谱条件上机，以保留时间定性，测得相应的峰面积；以标准工作液的质量浓度为横坐标，以被测组分的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

8.2.5 试样溶液的测定

按外标法将试样溶液注入高效液相色谱仪中，以保留时间定性，测得相应的峰面积，根据标准曲线得到试样待测液中人参皂苷CK的质量浓度。样品中人参皂苷CK的高效液相色谱图可参考附录B中的图B.2。

8.3 平行试验

按照上述步骤，对同一试样进行平行试验测定。

8.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

9 试验数据处理

9.1 结果计算

试样中人参皂苷CK的含量以质量分数 X 表示，数值按式（1）计算。

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100 \times d \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- X —— 试样中人参皂苷CK的含量，单位为克每100克（g/100g）；
- c —— 标准工作溶液测得被测组分溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V —— 试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；
- m —— 试样的质量，单位为克（g）；
- 1 000 —— 换算系数；
- 100 —— 换算系数；
- d —— 超出标准曲线范围后的稀释倍数。

计算结果应扣除空白值。

9.2 结果表示

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测试结果的算术平均值表示，保留三位有效数字；含量低于1 g/100 g时保留两位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

11 检出限与定量限

当称样量为2 g时，本方法的检出限为1.25 mg/100g，定量限为5.0 mg/100g。

12 正确度

本方法在人参皂苷及人参皂苷制品中测定人参皂苷CK的添加回收率为88%~113%。

附录 A (资料性) 人参皂苷 CK 的基本信息

A.1 人参稀有皂苷 (rare ginsenosides in ginseng)

人参稀有皂苷是指具有生物活性的，天然不存在的人参皂苷或在人参、西洋参中含量低于人参总皂苷5%的其他人参皂苷，包括人参皂苷F2、20(*S*)-Rg3、20(*R*)-Rg3、Rk1、Rg5、20(*S*)-Rh2、20(*R*)-Rh2、Rk2、Rh3、20(*S*)-Rg2、20(*R*)-Rg2、Rg4、Rg6、20(*S*)-Rh1、20(*R*)-Rh1、Rh4、Rk3和CK等。

[来源：T_CNHFA 001-2021, 2.1]

A.2 人参皂苷 CK 的基本信息和结构式

人参皂苷CK的化学结构通式见图A.1:

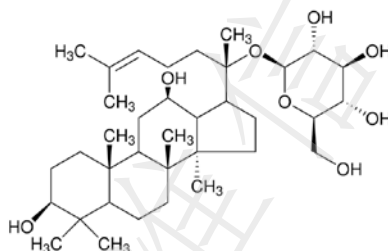


图 A.1 人参皂苷 CK 的化学结构式

人参皂苷CK的分子通式： $C_{36}H_{62}O_8$ ，相对分子质量622，化学名称为20-*O*- β -D-吡喃葡萄糖基-达玛-24-烯-3 β , 12 β , 20*S*-三醇。人参皂苷CK易溶于甲醇、乙醇，可溶于水，不溶于乙醚、苯。

[来源：GB/T 41726-2022, 4.1]

A.3 含人参皂苷 CK 的人参皂苷产品及其制品的分类

按照人参皂苷产品形态分为液体和粉末状两类；按人参皂苷产品的制品的形态分为粉末、液体、半固体等。

附录 B
(资料性)
高效液相色谱图

人参皂苷CK标准品和样品的液相色谱图见图 B.1和图 B.2。

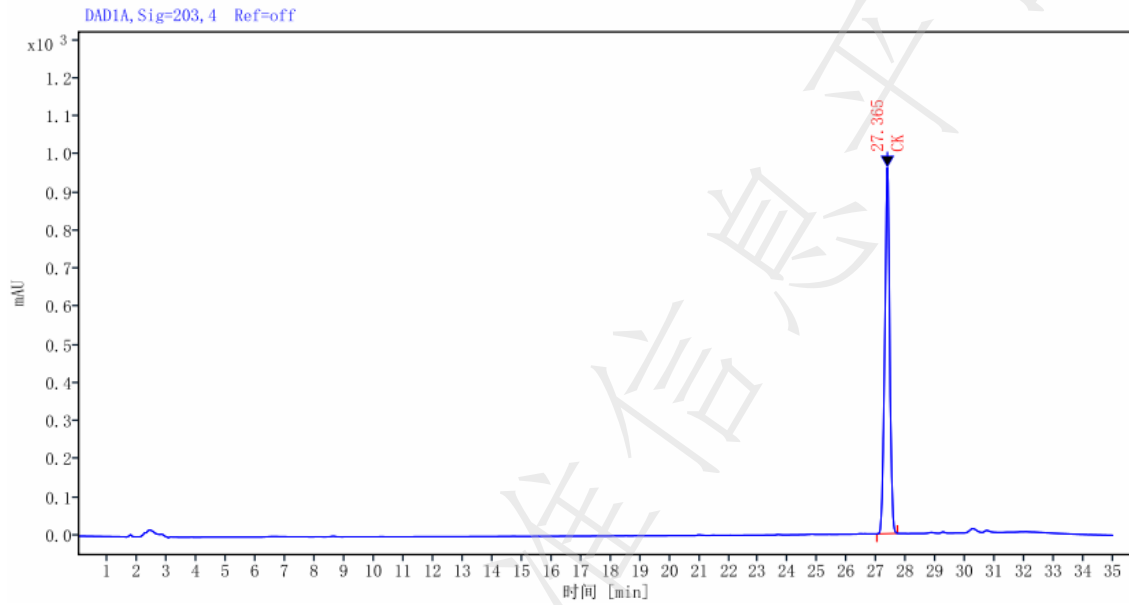


图 B.1 人参皂苷 CK 标准溶液 (1.00 mg/mL) 的液相色谱图

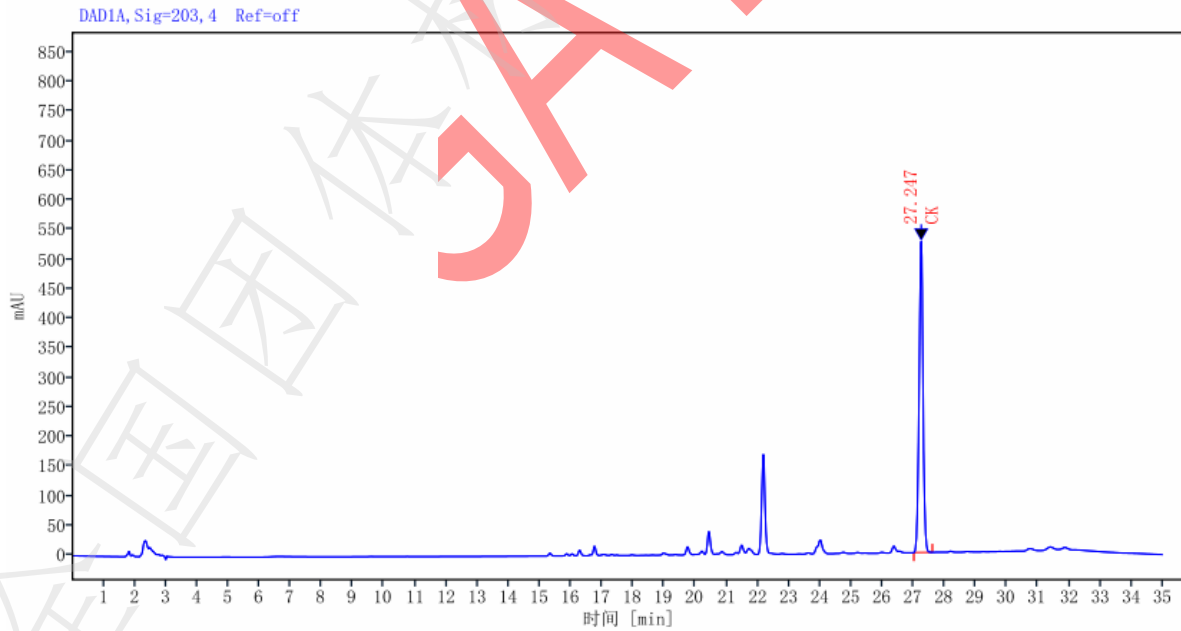


图 B.2 样品中人参皂苷 CK 的液相色谱图

广东省分析测试协会团体标准
人参皂苷产品及其制品中人参皂苷 CK 的
含量测定 高效液相色谱法

T/GAIA 028—2025

*

版权所有：广东省分析测试协会
广州市先烈中路 100 号大院 34 栋 4A-12-3
网址：www.gd-aia.org.cn

版权专有 侵权必究