

# 团体标准

T/ NAIA×××-××××

## 藜麦中齐墩果酸含量的测定 高效液相色谱法

Determination of oleanolic acid in quinoa HPLC

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 发布



## 前言

本标准按照GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准主要起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏农林科学院、宁夏回族自治区粮油产品质量检测中心、宁夏智联检测科学技术研究所（有限公司）、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：王芳、王彩艳、李冬、杨春霞、李彩虹、牛艳、赵子丹、吴燕、张艳、王晓菁、张春娥、闫玥、开建荣、赵永锋、王勇、田建文、单巧玲、张小飞、杨利娟。

# 藜麦中齐墩果酸含量的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本标准规定了藜麦中齐墩果酸含量的测定方法 高效液相色谱法。

本标准适用于藜麦中齐墩果酸含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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

## 3 方法原理

齐墩果酸在甲醇-盐酸溶液超声水解的方法下转化成齐墩果酸苷元，用高效液相色谱-紫外检测器测定，以保留时间定性，外标法定量，以齐墩果酸苷元的含量来定量藜麦中齐墩果酸的含量。

## 4 试剂与材料

### 4.1 试剂

4.1.1 甲醇：色谱纯。

4.1.2 盐酸：分析纯。

4.1.3 乙酸铵：优级纯。

4.1.4 水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

### 4.2 试剂配制

4.2.1 盐酸溶液（3mol/L）：量取 250mL 盐酸，用水稀释至 1000mL，混匀。

4.2.2 乙酸铵溶液（0.1mol/L）：称取 7.7g 乙酸铵，加水溶解，定容至 1000mL，混匀，经 0.45μm 微孔滤膜过滤后使用。

### 4.3 标准品

齐墩果酸（C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>，CAS：508-02-1），纯度≥98%。

### 4.4 标准溶液配制

准确称取 5mg（精确至 0.01 mg）齐墩果酸标准品，用甲醇溶解定容至 10mL，即为 500mg/L 的标准储备液。于-18℃冰箱中贮存。临用前将溶液回温至室温。

## 5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪（HPLC）：配紫外检测器。

5.2 分析天平：感量为 0.01mg 和 0.1mg。

5.3 电热恒温水浴锅：0℃~100℃。

5.4 数控超声波清洗器。

- 5.5 微孔滤膜：0.45μm。
- 5.6 高速万能粉碎机：10000r/min。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样制备与提取

藜麦样品经高速万能粉碎机粉碎成细粉末状，准确称取 0.5g（精确至 0.1mg）于 250mL 磨口锥形瓶中，加入甲醇溶液 80mL，3mol/L 盐酸溶液 20mL，混匀密封瓶口，超声提取 20min（期间振摇 2-3 次），再于沸水浴中冷凝回流水解 1.5h，取出冷却，过滤提取液，吸取滤液经 0.45μm 微孔滤膜过滤，待测。

### 6.2 仪器参考条件

- 6.2.1 色谱柱：C18（4.6×250mm，5μm）或性能相当者。
- 6.2.2 流动相：0.1mol/L 乙酸铵-甲醇（15+85）。
- 6.2.3 检测波长：215nm。
- 6.2.4 柱温：30℃。
- 6.2.5 流速：1.0mL/min。
- 6.2.6 进样量：10μL。

### 6.3 标准曲线的制作

将标准溶液分别稀释配制成 0 mg/L、0.2 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L，依次由低浓度到高浓度进样检测，分别以质量浓度  $X$ （mg/L）为横坐标，以响应值  $Y$ （峰面积）为纵坐标，进行线性回归，得到标准曲线回归方程。

### 6.4 试样溶液的测定

将待测液注入高效液相色谱仪中，以保留时间定性，测定相应的峰面积。根据标准曲线回归方程计算得到待测液中齐墩果酸的浓度，响应值应在标准曲线范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析。

## 7 结果计算

试样中齐墩果酸含量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{\rho \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $\omega$ ——试样中齐墩果酸的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho$ ——待测液中齐墩果酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $V$ ——制备试样的体积，单位为毫升（mL）；
- $f$ ——试样稀释倍数；
- $m$ ——试样质量，单位为克（g）。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

## 8 精密度

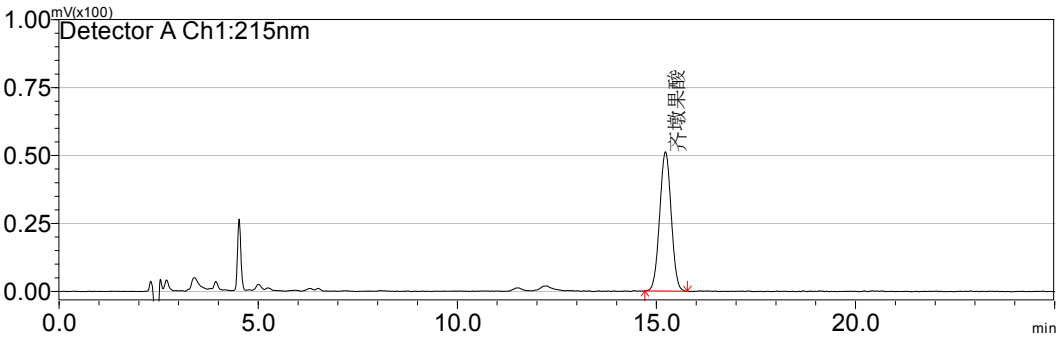
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

## 附 录 A

(规范性附录)

齐墩果酸标准溶液色谱图

齐墩果酸标准溶液色谱图见A.1



A.1 齐墩果酸标准溶液色谱图（100mg/L）