

T B

团体标准

T/ NAIA×××- ××××

枸杞中枸杞酸的测定 液相色谱法

2022-××-××发布

2022-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2020 给出的规则起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监管重点实验室（枸杞和葡萄酒质量安全））、宁夏回族自治区标准化研究院、宁夏化学分析测试协会、宁夏农产品质量标准与检测技术研究所。

本文件主要起草人：李瑞雪、王泽岚、刘继辉、王紫昕、朱捷、谢芳、龚慧、路敏、王琛、陈盼盼、吴明、吕毅、马桂娟、葛谦、张小飞。本文件为首次发布。

枸杞中枸杞酸的测定 液相色谱法

1 范围

本文件规定了枸杞中枸杞酸含量的液相色谱法。

本文件适用于枸杞中枸杞酸的测定和确证。

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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经甲醇溶液提取，超声离心，采用液相色谱仪测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明，所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈(CH_3CN)：色谱纯。

5.1.2 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

5.2 试剂配制

5.2.1 50 %甲醇溶液：准确移取 500 mL 甲醇（5.1.2）至 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

5.3 标准品

5.3.1 枸杞酸（CAS 号：562043-82-7）：纯度 $\geq 95\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液（10 mg/mL）：准确称取适量的枸杞酸标准物质（5.3.1），用甲醇（5.1.2）配制浓度为 10 mg/mL 的标准储备液。标准储备液在 -18°C 及以下避光保存。

5.4.2 标准中间液（1 mg/mL）：移取适量混合标准储备液（5.4.1），用甲醇溶液（5.1.2）稀释成浓度为 1 mg/mL 的标准中间液。

5.4.3 标准工作液：移取适量混合标准中间液（5.4.2），用 50 %甲醇溶液（5.2.1）稀释成浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 、200.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作溶液。临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱仪：带紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 6.2 分析天平：感量为 0.00001g 和 0.01g。
- 6.3 高速离心机：15000 r/min。
- 6.4 超声波振荡器。
- 6.5 0.45 μm 滤膜。

7 分析步骤

7.1 试样制备

取约 200 g 样品于匀浆机中匀浆。制得样品在-18℃下保存。

7.2 试样的提取

称取 0.5 g（精确至 0.01g）试样于 50 mL 离心管中，加入 50 mL 50% 甲醇溶液（5.2.1），超声提取 20 min，15000 r/min 离心 5 min，转移至 100 mL 容量瓶中。再加入 40 mL 50% 甲醇溶液（5.2.1），超声提取并离心，合并两次上清液，用 50% 甲醇溶液（5.2.1）定容至刻度并充分混匀。取上清液过 0.45 μm 滤膜，滤液待上机测定。

7.3 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：SIL 色谱柱（150 mm×4.6 mm，5μm），或同等性能色谱柱；
- b) 柱温：35℃；
- c) 检测波长：235 nm；
- d) 进样量：20 μL；
- e) 流速：1.0 mL/min；
- f) 流动相：水-乙腈（10+90）。

7.4 测定

7.4.1 标准曲线测定

将枸杞酸标准工作液依次进行色谱分析（标准色谱图见附录 A 中图 A.1）。以标准工作液浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4.2 试样溶液的测定

将试样测定液进行色谱分析，根据试样峰面积从标准曲线中查得相应的枸杞酸浓度。

8 分析结果的表述

试样中枸杞酸的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X —试样中枸杞酸的含量，单位为微克每千克（mg/kg）；

C —由标准曲线得到的试样溶液中枸杞酸的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V —样品测定液总体积，单位为毫升（mL）；

m —试样的质量，单位为克（g）；

计算结果保留 2 位有效数字。

9 定量限

当取样量为 0.5 g，定容至 100 mL 时，本方法检出限为 20.0 mg/kg，定量限为 40.0 mg/kg。

10 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

附录 A

(资料性)

枸杞酸标准溶液色谱图

枸杞酸标准溶液 (20.0 $\mu\text{g/mL}$) 的液相色谱图见图 A.1。

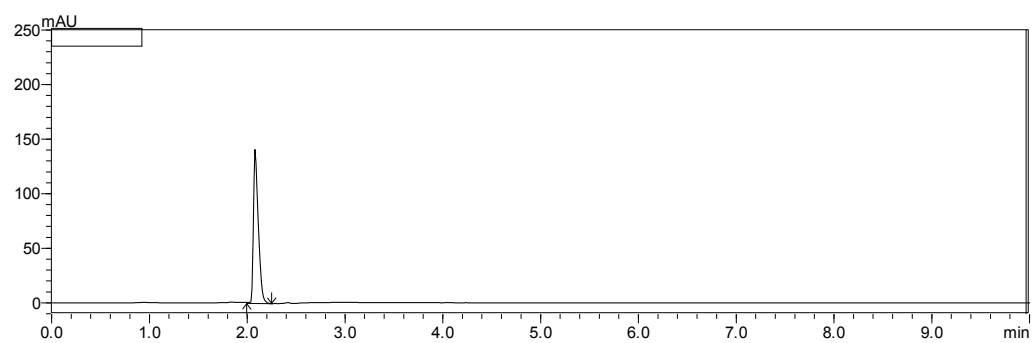


图 A. 1 枸杞酸标准溶液 (20.0 $\mu\text{g/mL}$) 液相色谱图