ICS 67.050
CCS X 04

团 体 标 准

T/GDFCA 081—2025
代替T/GDFCA 081—2022

黄精及其提取物中薯蓣皂苷含量的测定 高效液相色谱法

Determination of dioscin content in polygonati rhizoma and its extract by HPLC method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2025－XX－XX 发布　　2025－XX－XX 实施

广东省食品流通协会　　发 布

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　试剂和材料 1
6　仪器和设备 1
7　测定步骤 2
8　结果计算 2
9　精密度 3
10　其他 3
附录 A（资料性）　高效液相色谱法测定薯蓣皂苷的典型色谱图 4

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。

本文件代替T/GDFCA 081—2022《黄精及其提取物中薯蓣皂苷含量的测定 高效液相色谱法》,与T/GDFCA 081—2022相比,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下:

a)“范围”中，“包括方法的原理、试剂和材料、仪器和设备、测定步骤、结果计算、精密度等要求”修改为“包括方法的原理、试剂和材料、仪器和设备、试样的制备、分析步骤、结果计算、精密度等要求”。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省食品流通协会提出并归口。

本文件起草单位：江南大学，无限极（中国）有限公司，广州华生检测技术服务有限公司，国家食品安全风险评估中心，上海理工大学，上海应用技术大学，华南理工大学，华南农业大学，华南协同创新研究院，通标标准技术服务有限公司，华测检测认证集团股份有限公司，佛山市沃特测试技术服务有限公司，必维科技服务（西安）有限公司，广东省科学院生物与医学工程研究所，广东壹健康健康产业集团股份有限公司，南京中科药业有限公司，江苏泓寿生物工程有限公司，南京中医药大学，中国矿业大学，南通市中医院，广东省好杰宏生物医药科技有限公司，广东省食品流通协会。

本文件主要起草人：夏小乐，陆智，曹刚，龙梦飞，李亚贤，权毓舒，李亚杰，武俊超，苏杰雄，冯安祺，罗小凤，寇秀颖，陈晓丹，何钰琪，罗珍，葛亚中，谭丽容，文钰，庞无瑕，梁春来，艾连中，夏永军，田怀香，于海燕，唐语谦，李文治，杜冰、黎攀，杨继国，张欣，胡楷崎，卢祝娣，莫慧明，刘瑾玲，苏肯明，梁国添，刘梅，董伟，苏依云，高裕锋，甄振鹏，邹梦媛，谢希颖，张华萍，王涛，郑彦丽，冯鹏，周亚杰，周余庆，陈伟，李存玉，张一凡，朱可，冯德悦，李延川，梅璐。

黄精及其提取物中薯蓣皂苷含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了用高效液相色谱测定黄精和黄精提取物中薯蓣皂苷含量的方法，包括方法的原理、试剂和材料、仪器和设备、试样的制备、分析步骤、结果计算、精密度等要求。

本文件适用于黄精及其提取物中薯蓣皂苷含量的测定，其他植物性食品及中药材可参照执行。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经表面活性剂浸泡一定时间后超声辅助提取，再经正丁醇液-液萃取，浓缩、复溶，经微孔滤膜过滤，采用液相色谱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 十二烷基硫酸钠（$C_{12}H_{25}SO_4Na$，CAS 号：151-21-3）。

5.2 正丁醇（$CH_3(CH_2)_3OH$，CAS 号：71-36-3)：色谱纯。

5.3 乙腈（C_2H_3N，CAS 号：75-05-8）：色谱纯。

5.4 甲醇（CH_3OH，CAS 号：67-56-1）：色谱纯。

5.5 氯化钠（NaCl，CAS 号：7647-14-5）。

5.6 高氯酸（$HClO_4OH$，CAS 号：7601-90-3）。

5.7 十二烷基硫酸钠溶液（0.024 mol/L）：称取 6.9 g 十二烷基硫酸钠（5.1）及 5.85 g 氯化钠（5.5），用水溶解并定容至 1 000 mL。

5.8 薯蓣皂苷对照品（$C_{45}H_{72}O_{16}$，CAS 号：19057-60-4），纯度≥98 %。

5.9 对照品溶液（500 mg/L）：准确称取 5.0 mg（精确至 0.1 mg）薯蓣皂苷标准品（5.8），用甲醇（5.4）溶解，定容至 10 mL，混匀，4℃冰箱可保存 5 天。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器（或二极管阵列检测器）。

6.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.001 g。

6.3 水浴锅。

6.4 高速粉碎机。

6.5 超声波清洗器。

6.6　离心机：转速不低于 5000 r/min。
6.7　旋转蒸发仪。
6.8　微孔滤膜：0.22 μm，有机相型。
6.9　其它实验室常用器皿：如离心管、鸡心瓶等。

7　测定步骤

7.1　试样制备

取固体样品 50 g，粉碎后使其全部可通过 80 目标准网筛，放入聚乙烯瓶或袋中，密封，并标明标记，于常温下保存。

7.2　前处理

7.2.1　准确称取试样 1 g（精确至 0.001 g）于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 十二烷基硫酸钠溶液（5.7）浸泡 8 h 后，在 30℃条件下超声辅助提取 40 min。
7.2.2　超声提取完成的黄精粉末试样溶液若不足 25 mL，则加入十二烷基硫酸钠溶液（5.7）补足至 25mL，经 5000 r/min 离心 3 min，转移上清液至另一 50 mL 离心管中，分别加入 20 mL 正丁醇萃取两次，合并两次上层萃取液至 100 mL 平底烧瓶中。
7.2.3　将萃取液于 40 ℃水浴旋转蒸发至近干，加入 20 mL 甲醇（5.4）溶解残渣，溶液过 0.22 μm 有机相滤膜，用于测定。

7.3　液相色谱参考条件

7.3.1　色谱柱：C_{18} 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），或性能相当者。
7.3.2　柱温：30 ℃。
7.3.3　检测波长：203 nm。
7.3.4　进样量：10 μL。
7.3.5　流动相及梯度洗脱条件见表 1。

表 1　流动相及梯度洗脱条件

时间/min	流速（mL/min）	流动相A（乙腈）/%	流动相B（水）/%
0.00	1.0	40	60
5.00	1.0	40	60
15.00	1.0	70	30
18.00	1.0	100	0
20.00	1.0	40	60

7.4　标准曲线的制作

分别准确移取经超声、涡旋溶解的薯蓣皂苷对照品溶液40 μL、100 μL、200 μL、400 μL、1 000 μL、2 000 μL至10 mL容量瓶中，用初始流动相定容至刻度，薯蓣皂苷的浓度为2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL。依次由低到高浓度进样检测。以待测物标准溶液峰面积为纵坐标，相应的标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。计算回归方程和相关系数。

7.5　试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪，根据保留时间和吸收光谱图定性，外标法峰面积定量。待测样液中的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围的则应稀释后重新进样分析。

7.6　空白试验

不称取试样，按 7.2-7.5 的步骤做空白实验，确认不含有干扰待测组分的物质。

8　结果计算

试样中薯蓣皂苷的含量按式（1）计算，计算结果需扣除空白值：

$$X = \frac{c \times V}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——试样中薯蓣皂苷含量， 单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——由标准曲线得到的试样溶液中薯蓣皂苷的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m——试样的取样量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

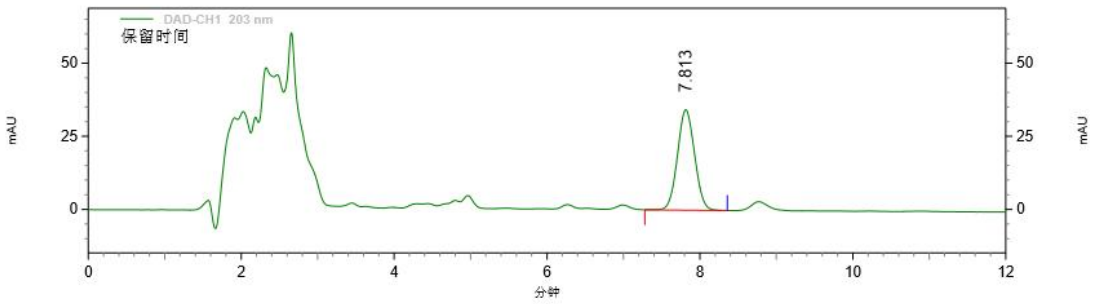
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10 %。

10 其他

本方法薯蓣皂苷浓度在2 μg/mL~100 μg/mL范围内，其回收率要求为80 %~120 %，称取试样1.0 g，定容体积为20 mL时，本方法薯蓣皂苷的检出限为10 mg/kg，定量限为40 mg/kg。

附 录 A
（资料性）
高效液相色谱法测定薯蓣皂苷的典型色谱图

薯蓣皂苷标准物质色谱图，见图A.1。



DAD-CH1 203 nm
结果

峰 #	峰名称	保留时间	峰面积	ESTD 浓度
1		7.813	2138047	**0.000**

图 A.1 薯蓣皂苷标准物质色谱图