

ICS 11.120.99
CCS B 38

T/QAS
团 体 标 准

T/QAS 149—2026

甘青青兰中绿原酸和胡麻昔含量的测定
高效液相色谱法

2026 - 1 - 7 发布

2026 - 1 - 7 实施

青海省标准化协会 发布

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。

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。

本文件由中国科学院西北高原生物研究所提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：中国科学院西北高原生物研究所、中国科学院新疆理化技术研究所、西宁海关技术中心、青海省心血管病专科医院、青海省药品检验检测院、淮安市食品药品检验所。

本文件主要起草人：杲秀珍、李玉林、陈涛、谭亮、俞泽帆、丁成丽、薛宾、海玥、达洛嘉、王萍。

甘青青兰中绿原酸和胡麻昔含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了甘青青兰中绿原酸和胡麻昔含量测定的高效液相色谱法。

本文件适用于甘青青兰中绿原酸和胡麻昔的测定。

本文件绿原酸、胡麻昔的检出限为0.002 g/100g和0.001 g/100g，定量限为0.006 g/100g和0.003 g/100g。

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

甘青青兰中加入50%乙醇40 mL，水浴热回流提取60 min，得到含有绿原酸和胡麻昔的供试液，用0.22 μm滤膜过滤，用高效液相色谱—二极管阵列检测器测定，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

- 5.1.1 甲醇：色谱纯。
- 5.1.2 甲酸：色谱纯。
- 5.1.3 二甲基亚砜：分析纯。
- 5.1.4 无水乙醇：分析纯。
- 5.1.5 绿原酸标准品：CAS 号 327-97-9，纯度≥98 %。
- 5.1.6 胡麻昔标准品：CAS 号 22860-72-6，纯度≥98%。
- 5.1.7 实验用水：应符合 GB/T 6682 一级水要求的规定。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 乙醇溶液（50%）的配制：量取无水乙醇 500 mL 于 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。
- 5.2.2 甲酸溶液（0.5%）配制：量取 5 mL 至 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。
- 5.2.3 胡麻昔对照品储备液（1.0 mg/mL）：精密称取胡麻昔 10.0 mg 置于 10 mL 容量瓶中，加入少量二甲基亚砜使之溶解，以甲醇稀释至刻度，混匀，定容；
- 5.2.4 绿原酸对照品储备液（1.0 mg/mL）：精密称取绿原酸 10.0 mg 置于 10 mL 容量瓶中，以甲醇稀释至刻度，混匀，定容；
- 5.2.5 绿原酸和胡麻昔混合标准工作液（500 μg/mL）：精密量取绿原酸和胡麻昔储备液各 5 mL 置于 10 mL 容量瓶中，以甲醇稀释至刻度，混匀，定容，即得混合标准工作液。

6 仪器和设备

- 6.1 分析天平：精度为 0.1 mg 和 0.01 mg。
- 6.2 高效液相色谱仪：带紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 6.3 水浴锅：带回流装置。
- 6.4 粉碎机：可将固体样品粉碎并通过 65 目筛。
- 6.5 滤膜：有机相，0.22 μm。

7 分析步骤

7.1 试样制备

- 7.1.1 试料的制备：用四分法取适量或取全部，用粉碎机粉碎后，过 65 目筛，混匀后用于检测。
- 7.1.2 试料的保存：阴凉干燥处保存。

7.2 供试品（甘青青兰试样）溶液的制备

取本品粉末（过65目筛）约0.5 g，精密称定并加入50%乙醇40 mL，称定质量，置于水浴中加热回流60 min，放冷，再称定质量，用50%乙醇补足减失的质量，摇匀，过0.22 μm滤膜，待测。

7.3 标准曲线的制备

- 7.3.1 吸取各对照品工作液 0.1、0.2、0.4、0.8、1.0、2.0 mL，分别置于 6 个 5 mL 容量瓶中定容至刻度，摇匀，即得各系列浓度的对照品溶液，对照品溶液的高效液相色谱图见附录 A。
- 7.3.2 精密吸取各系列浓度的对照品溶液 5 μL，注入液相色谱仪测定，以对照品质量浓度 X (μg/mL) 为横坐标，以峰面积 Y 为纵坐标，进行线性回归，求对照品回归方程和相关系数，其相关系数应不低于 0.99。

7.4 测定

7.4.1 液相色谱参考条件

- 7.4.1.1 色谱柱：Diamonsil C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)，或相当者。
- 7.4.1.2 流动相：0.5%甲酸-水为 A 相 (5.2.2)，甲醇为 B 相 (5.1.1)。
- 7.4.1.3 分离条件：梯度洗脱 (0 min~20 min, 78%A; 20 min~35 min, 65%~55%A; 35 min~40 min, 5%A)。
- 7.4.1.4 流速：1.0 mL/min。
- 7.4.1.5 柱温：30 °C。
- 7.4.1.6 检测波长：绿原酸 320 nm，胡麻苷 350 nm。
- 7.4.1.7 进样体积：5 μL。

7.4.2 测定

- 7.4.2.1 定性：以保留时间定性，被测试样中待测组分色谱峰的保留时间应与质量浓度相当的标准系列溶液中相应组分色谱峰的保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内。
- 7.4.2.2 定量：在 7.4.1 的色谱条件下，对照溶液及试样溶液中绿原酸和胡麻苷响应值在仪器检测的线性范围之内，超过线性范围，应将试样溶液用 50% 乙醇溶液 (5.2.1) 稀释后重新测定。

8 数据处理

试料中绿原酸和胡麻苷的含量，按公式（1）计算：

$$X = \frac{c \times v}{m} \times 10^{-4} \quad (1)$$

式中：

X——供试试料中相应的绿原酸和胡麻苷的含量，单位为克每百克（g/100g）；

c——试料溶液中相应的绿原酸和胡麻苷的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

v——试料的定容体积，单位为毫升（mL）；

m——称取试样的质量，单位为克（g）；

10^{-4} ——换算系数。

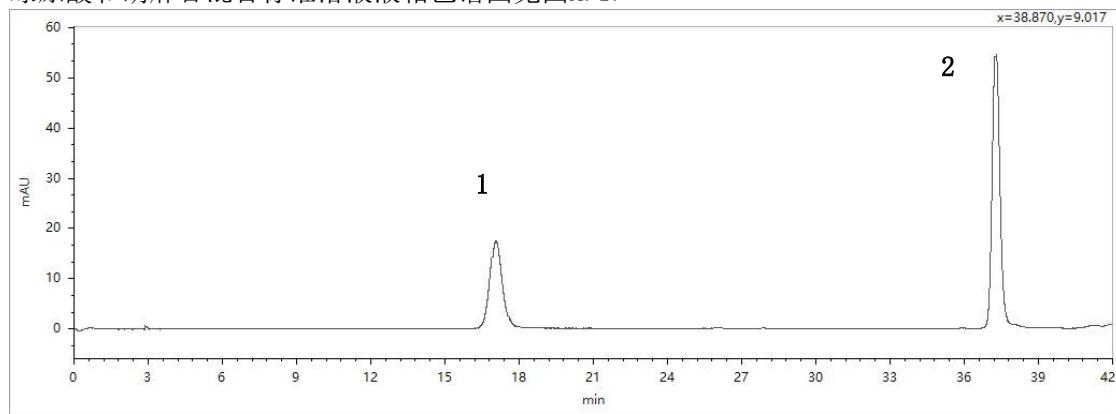
测定结果用平行测定后的算术平均值表示，保留3位有效数字。

9 精密度

本方法在重复条件下两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

附录 A
(资料性)
绿原酸和胡麻昔混合标准溶液液相色谱图

绿原酸和胡麻昔混合标准溶液液相色谱图见图A. 1.



标引序号说明:

1---绿原酸;

2---胡麻昔。

图 A. 1 绿原酸和胡麻昔混合标准溶液 (1.00 $\mu\text{g/mL}$) 的液相色谱图