

GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 364—2022

光石韦成分含量的测定 一测多评法

Determination of guangshiwei component content Quantitative
Analysis of Multi-components with Single-marker (QAMS)

2022-08-15 发布

2022-08-21 实施

广西标准化协会 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 仪器设备 2

7 分析步骤 2

8 结果计算 3

9 精密度 3

10 检出限和定量限 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。

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。

本文件由广西壮族自治区药品监督管理局提出、归口并宣贯。

本文件起草单位：广西壮族自治区食品药品检验所、广西仙茱中药科技有限公司、广西苗瑶壮医药发展有限公司、培力（南宁）药业有限公司、广西维威制药有限公司、广西柳药创新研究院有限公司、广西强寿药业集团有限公司、广西旺源生物科技有限公司。

本文件主要起草人：罗轶、朱雪妍、谷立勍、黄博、郑晓霞、黄清泉、韦红言、何颂华、覃丽娜、庾延和、张涛、何春花、刘伟林、赖青鸟、潘清霞。

光石韦成分含量的测定 一测多评法

1 范围

本文件界定了光石韦的术语和定义,描述了用一测多评法测定光石韦药材中芒果苷和异芒果苷含量的方法。

本文件适用于光石韦药材中芒果苷和异芒果苷含量的测定。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

光石韦 *guangshiwei*

一种以水龙骨科植物光石韦(*Pyrrosia calvata* (Bak.) Ching)的干燥叶为原料,经除杂质、晒干的药材。

4 原理

试样中组分(芒果苷、异芒果苷)经用70%甲醇溶液和超声辅助提取,提取液经过滤后,采用高效液相色谱法分离及在256 nm下测定,记录峰面积,以芒果苷为内标物,建立异芒果苷的相对校正因子,从而计算出各组分的含量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

5.1.1 除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

5.1.2 甲醇(CH_3OH)。

5.1.3 乙腈($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$):色谱纯。

5.1.4 甲酸(CH_2O_2)。

5.2 试剂配制

5.2.1 70%甲醇溶液:取 70 mL 甲醇(5.1.2)置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

5.2.2 0.1%甲酸溶液:取 1 mL 甲酸(5.1.4)置于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

5.3 对照品

芒果苷对照品(化学式: $\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{O}_{11}$, CAS号: 4773-96-0)。

5.4 对照品溶液配制

芒果苷对照品溶液:称取芒果苷对照品(5.3) 10 mg(精确至 0.0001 g),置于 100 mL 容量瓶中,加 70%甲醇溶液(5.2.1)溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

5.5 滤膜

有机系，微孔，孔径0.45 μm。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配备二极管阵列检测器或紫外检测器。

6.2 电子天平：感量为0.01 g和0.0001 g。

6.3 加热回流装置：水浴锅 WEB-6。

6.4 粉碎机。

6.5 二号筛（24目）。

7 分析步骤

7.1 试样溶液配制

样品用粉碎机充分粉碎并搅拌均匀，过二号筛，称取样品粉末0.1 g（精确至0.01 g），置于100 mL具塞锥形瓶中，加入70%甲醇溶液（5.2.1）50 mL，称定重量，加热回流1 h，放冷，用70%甲醇溶液（5.2.1）补足减失的重量，用微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

7.2 高效液相色谱条件

高效液相色谱参考条件如下：

- 色谱柱：C18，粒径5 μm，250 mm×4.6 mm；
- 流动相：乙腈—0.1%甲酸溶液（体积比：12—88）；
- 流速：1.0 mL/min；
- 检测波长：256 nm；
- 柱温：30℃；

7.3 测定

分别取试样溶液（7.1）和芒果苷对照品溶液（5.4）10 μL，注入高效液相色谱仪，按7.2规定的条件进行测定，记录图谱。芒果苷对照品液相色谱图见图1，光石韦样品液相色谱图见图2。

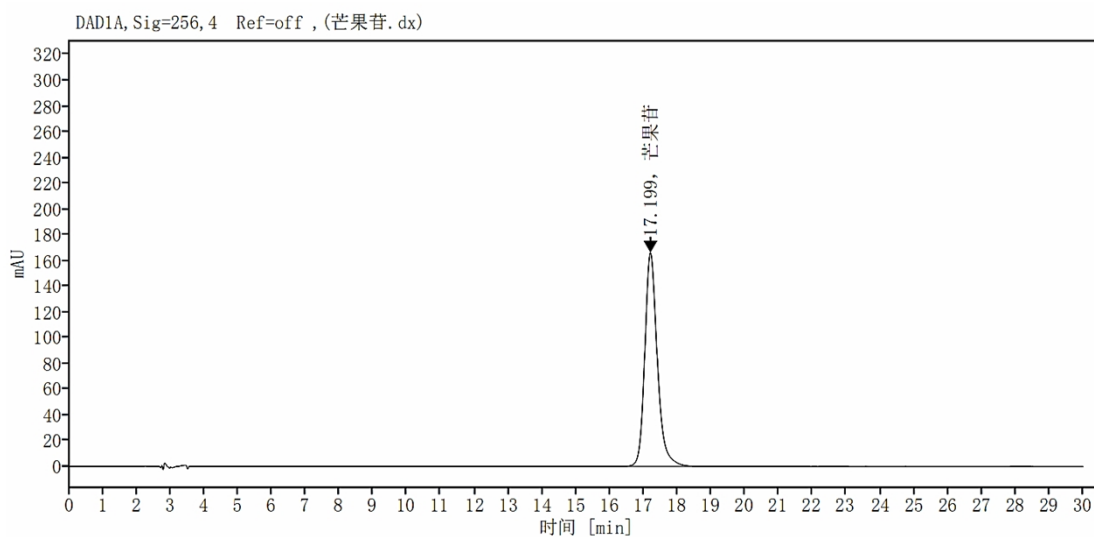


图1 芒果苷对照品液相色谱图

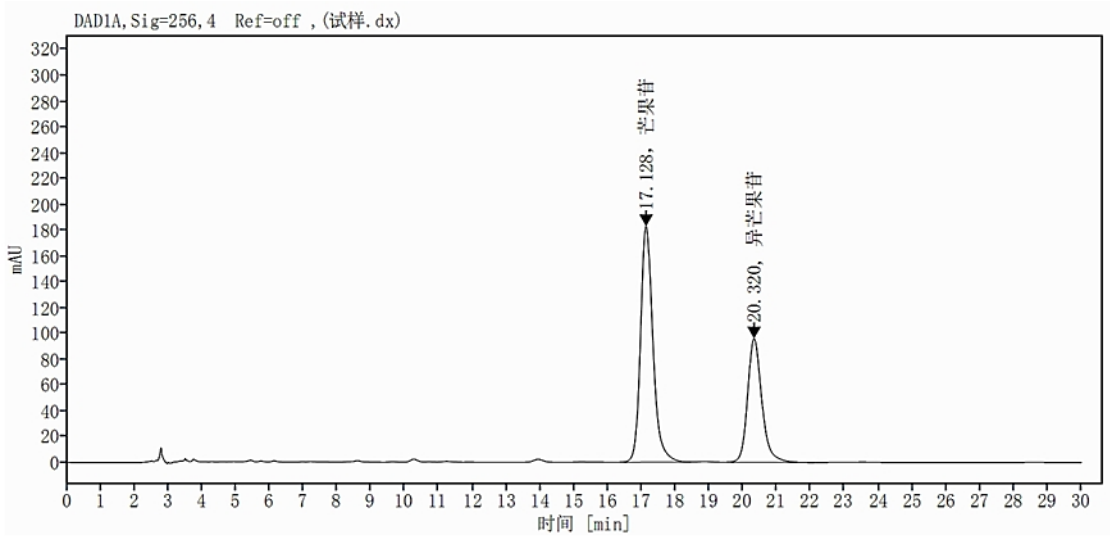


图2 光石韦样品液相色谱图

7.4 空白试验

除不加试样外，按照7.1的步骤制备，在7.2规定的条件下，随同试样进行空白试验。

8 结果计算

以芒果苷对照品为内标物，对照表 1 的相对保留时间和相对校正因子，按照式（1）计算光石韦中各组分（芒果苷、异芒果苷）的含量。

表1 光石韦中芒果苷、异芒果苷的相对保留时间和相对校正因子

成分名称	相对保留时间（s）	相对校正因子
芒果苷	1.00	1.000
异芒果苷	1.18	0.894

$$\omega_i = \frac{A_i \times \rho \times f_i \times V}{A \times m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1.)$$

式中：
 ω_i ——试样中各组分的含量，单位为百分比（%）；
 A_i ——待测组分的峰面积；
 ρ ——芒果苷对照品溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
 f_i ——待测组分的相对校正因子；
 V ——试样溶液体积，单位为毫升（mL）；
 A ——芒果苷对照品峰面积；
 m ——试样的取样量，单位为克（g）；
1 000 ——换算系数。
结果保留3位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得两次独立测试结果的相对标准偏差（RSD）≤5%。

10 检出限和定量限

本方法检出限和定量限见表2。

表2 检出限和定量限

项目	芒果苷	异芒果苷
检出限 (ng)	0.9	1.0
定量限 (ng)	2.9	3.4

中华人民共和国团体标准
光石韦成分含量的测定 一测多评法
T/GXAS 364—2022
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究