

ICS 83.140.01

Y28/G35

# T/GAIA

## 广东省分析测试协会团体标准

T/GAIA XXXXX-2024

### 发用化妆品中 13 种植物提取物的 鉴别及含量测定 高效液相色谱-串联质谱法

Identification and determination of 13 kinds of plant extracts in hair care cosmetics

High Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

征求意见稿

2024-XX-XX 发布

2024-XX-XX 实施

广东省分析测试协会 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。

本文件由广东省分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）。

本文件主要起草人：黄芳、张秋炎、罗辉泰、梁维维、廖均涛、吴惠勤。

本文件系首次发布。

# 发用化妆品中 13 种植物提取物的鉴别及含量测定

## 高效液相色谱-串联质谱法

### 1 适用范围

本方法规定了发用化妆品中13种植物提取物的高效液相色谱-串联质谱鉴别及含量测定方法。

本方法适用于膏霜类、乳液类、水剂类、凝胶类、粉剂类护发用化妆品中13种植物提取物的鉴别及含量测定。

本方法所指的13种植物提取物包括姜提取物、何首乌提取物、侧柏叶提取物、当归提取物、甘草提取物、桑叶提取物、金银花提取物、芍药提取物、丹参提取物、人参提取物、三七提取物、墨旱莲提取物、苦参提取物。

### 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/Z 35959 液相色谱-质谱联用分析方法通则

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1 植物提取物 **plant extracts**

以植物为原料，按照对提取的最终产品的用途的需要，经过物理化学提取分离过程，定向获取和浓集植物中的某一种或多种有效成分，而不改变其有效成分结构而形成的产品。

注：使用的植物及提取分离过程使用的助剂应符合《化妆品安全技术规范》要求。

### 4 方法原理

植物提取物选择具有代表性的3个以上特征标识组分作为定性指标，选择其中一个组分作为定量指标。不同类型的样品处理后，经高效液相色谱仪分离，质谱检测器检测，采用保留时间和特征离子对丰度比定性，以待测组分相对应离子峰面积定量，以标准曲线法或外标法定量。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，本标准所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 甲醇、乙腈：色谱纯。

5.2 甲酸：LC-MS 级。

5.3 0.1%甲酸溶液：取 1 mL 甲酸（5.2）用水定容至 1000 mL，混匀。

5.4 1%甲酸甲醇溶液：取 10 mL 甲酸（5.2）用甲醇定容至 1000 mL，混匀。

5.5 二甲基亚砷。

5.6 标准品：6-姜辣素、6-姜烯酚、10-姜酚、大黄素甲醚、二苯乙烯苷、大黄素、槲皮苷、穗花双黄酮、杨梅苷、阿魏酸、川芎嗪、蒿本内酯、甘草酸、甘草苷、甘草素、芦丁、紫云英苷、异绿原酸 C、绿原酸、木犀草素、异绿原酸 A、芍药苷、苯甲酰芍药苷、芍药苷内酯、丹参酮 I、丹参酮 IIA、隐丹参酮、人参皂苷 Rg1、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rf、三七皂苷 R1、人参皂苷 Rb1、人参皂苷 Rd、蟛蜞菊内酯、旱莲苷 A、咖啡酸、苦参碱，氧化苦参碱，槐果碱，氧化槐果碱。标识组分的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量、化学结构式参见附录 A。

5.7 标准储备溶液：分别准确称取 40 种标准物质（5.6）各 10 mg（精确到 0.00001 g），分别置于 10 mL 棕色容量瓶中，用甲醇（5.1）溶解（大黄素、大黄素甲醚需二甲亚砷（5.5）助溶）并定容，混匀。标准储备溶液的质量浓度均为 1000 mg/L，置于 -20℃ 冰箱避光保存，有效期 2 个月。

5.8 混合中间溶液：准确移取标准储备溶液（5.7）适量，1%甲酸甲醇溶液（5.4）配制得蒿本内酯浓度为 50 μg/mL；人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb1、人参皂苷 Rd、人参皂苷 Rf、三七皂苷 R1、槲皮苷、苯甲酰芍药苷、芍药内酯苷、芍药苷浓度为 25 μg/mL；旱莲苷 A 浓度为 20 μg/mL；6-姜烯酚浓度为 10 μg/mL；二苯乙烯苷、杨梅苷、阿魏酸、甘草酸、甘草苷、甘草素、芦丁、紫云英苷、异绿原酸 C、异绿原酸 A、绿原酸、木犀草素、人参皂苷 Rg1、咖啡酸浓度为 5 μg/mL；10-姜酚、穗花双黄酮、蟛蜞菊内酯浓度为 2 μg/mL；6-姜辣素、大黄素甲醚、川芎嗪、丹参酮 I、苦参碱，氧化苦参碱，槐果碱，氧化槐果碱浓度为 1 μg/mL；大黄素浓度为 0.5 μg/mL；丹参酮 IIA、隐丹参酮浓度为 0.2 μg/mL 的混合标准储备溶液。置于 -20℃ 冰箱中避光保存，有效期 7 天。

5.9 空白试样：经检测不含上述 40 种化合物的化妆品样品。

## 6 仪器与设备

6.1 高效液相色谱-三重四极杆质谱联用仪，带电喷雾离子源（ESI 源）。

- 6.2 分析天平：感量 0.0001 g 和 0.00001 g。
- 6.3 超声波清洗器：工作频率不低于 40 kHz。
- 6.4 涡旋混合仪。
- 6.5 高速离心机：转速不低于 4000 r/min。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品处理

称取样品 0.5 g（精确到 0.0001 g），置于 10 mL 具塞比色管中，加入 1% 甲酸甲醇溶液（5.4）约 9 mL，涡旋振荡，使试样与提取溶剂充分混匀。超声提取 10 min，静置至室温，用 1% 甲酸甲醇溶液定容至刻度，摇匀，以 10000 r/min 转速离心 10 min，取上清液经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液作为供试品溶液备用（供试品溶液可根据实际浓度进行适当稀释）。

### 7.2 空白基质提取液

称取空白试样 0.5 g（精确到 0.0001 g），置于 10 mL 具塞比色管中。自“加入 1% 甲酸甲醇溶液（5.4）约 9 mL”起与样品同法处理（7.1），作为空白基质提取液。

### 7.3 基质混合标准系列工作溶液

分别精密量取混合中间溶液（5.8）适量，用空白基质提取液（7.2）做溶剂配制得到基质混合标准系列工作溶液，该溶液现用现配，具体浓度可根据实际情况调整，推荐浓度见附录 B。

### 7.4 仪器参考条件

由于实验室仪器设备的多样性，因此不可能给出分析条件的普遍参数，采用下列操作条件已被证明对测试是合适的，液相色谱参考条件见附录 C，质谱参考条件见附录 D，10-姜酚等 40 种植物提取物标识组分标准溶液的多反应监测色谱图详见附录 E。

### 7.5 测定结果

#### 7.5.1 提取物标识组分

每种植物提取物选择具有代表性的 3 个以上特征成分作为定性标识组分，见附录 F，选择其中的任一个标识组分作为定量指标。

#### 7.5.2 定性测定

取供试品溶液（7.1）与基质混合标准系列溶液（7.3）在相同分析条件下测定，样品中如呈现定量离子对和定性离子对的色谱峰，被测成分的特征离子峰保留时间与基质混合标准系列溶液（7.3）对应的保留时间一致，且监测离子对的相对丰度比与相当浓度的基质混合标准系列溶液（7.3）的监测离子

对的相对丰度比的最大偏差不得超过表1的规定，则可以判定样品中存在对应的组分。

分析结果时需对照化妆品产品标签，如果检出了某提取物中的一种或以上标识成分（标签中已经注明的成分除外），判断该化妆品中含有该提取物；若该提取物的所有标识性成分均未检出，则判断该化妆品不含该提取物。

表 1 定性确证时相对离子丰度比的最大允许偏差

相对离子丰度 (k)	k>50%	50%≥k>20%	20%≥k>10%	k≤10%
允许的最大偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

### 7.5.3 定量测定

取基质混合标准系列溶液（7.3）依次测定，以待测组分的系列浓度为横坐标，待测组分的峰面积为纵坐标，进行线性回归，绘制基质标准曲线，其线性相关系数应大于0.99。

取供试品溶液（7.1）测定，将对应的定量离子对色谱峰面积代入基质标准曲线。按“8”项下公式，计算样品中待测组分的含量。供试品溶液中待测物的响应值均应在标准曲线的线性范围之内，超出线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释，同时用同等稀释倍数的空白基质配制标准曲线溶液后再测定。

### 7.6 平行试验

按以上步骤，对同一样品进行平行试验测定。

### 7.7 空白试验

除不加试样外，均按上述测定条件和步骤进行。

## 8 结果计算

### 8.1 植物提取物标识成分

结果按式（1）计算：

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

式中：ω—样品中10-姜酚等40种组分的质量分数，mg/kg；

ρ—供试品溶液中10-姜酚等40种组分的质量浓度，μg/L；

V—样品定容体积，mL；

m—样品取样量，g；

D—稀释倍数（如未稀释则为1）。

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。

在相同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15%。

## 8.2 植物提取物含量

植物提取物含量报出形式以该植物提取物的一个标识成分表示即“\*\*植物提取物（以\*\*计）”。

## 9 精密度和准确度

多间实验室验证线性范围浓度加标回收率为65%~130%，相对标准偏差小于20%（ $n=6$ ）。

## 10 检出限和定量限

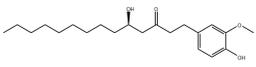
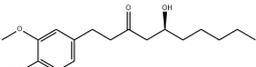
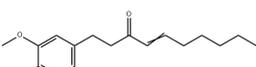
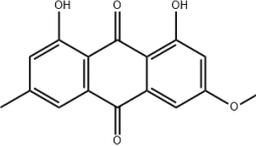
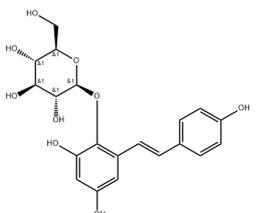
本方法中各组分的仪器检出限、定量下限，及取样量为0.5 g时方法的检出浓度和最低定量浓度，见附录G。

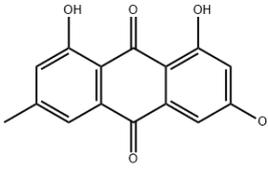
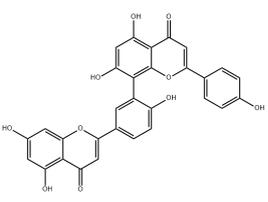
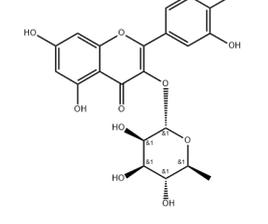
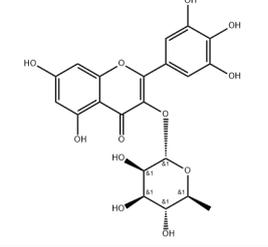
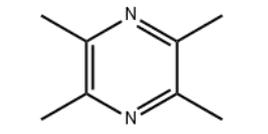
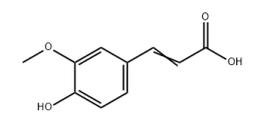
## 附录 A

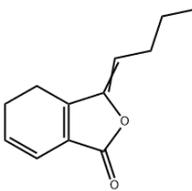
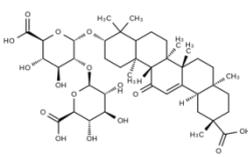
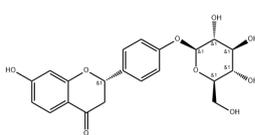
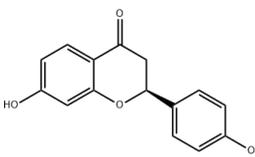
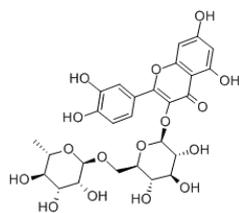
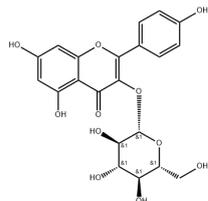
(资料性附录)

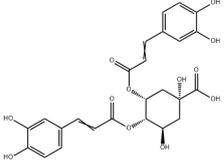
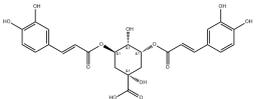
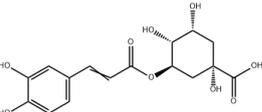
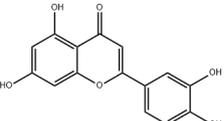
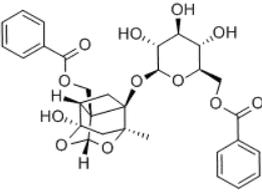
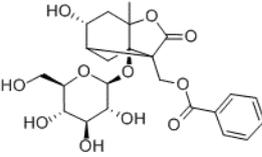
## 10-姜酚等 40 种植物提取物标识组分相关信息

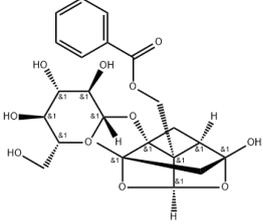
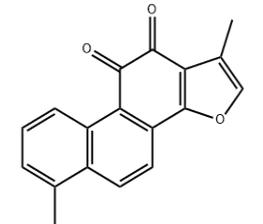
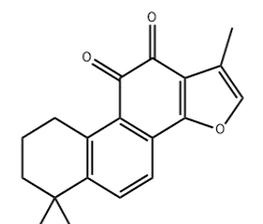
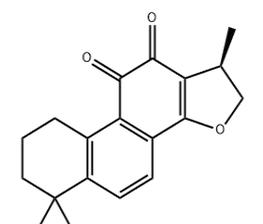
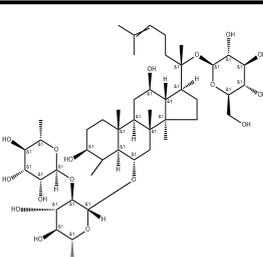
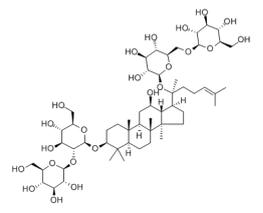
表A.1 10-姜酚等40种植物提取物标识组分的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、  
相对分子质量及结构式

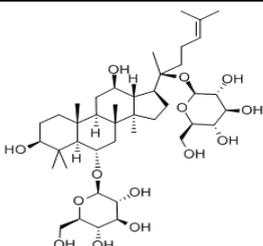
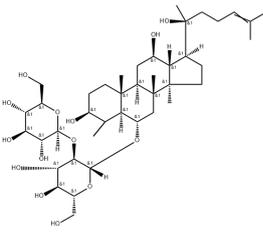
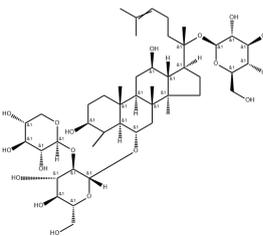
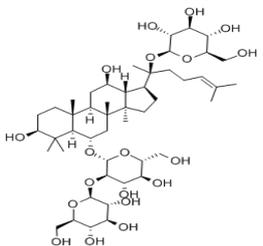
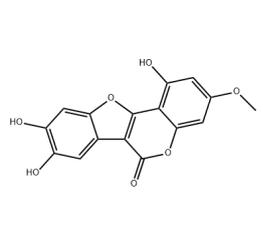
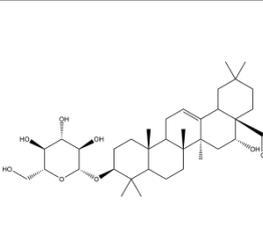
序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
1	10-姜酚 10-Gingerol	23513-15-7	C <sub>21</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub>	350.49	
2	6-姜辣素 6-Gingerol	23513-14-6	C <sub>17</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	294.39	
3	6-姜烯酚 6-Shogaol	555-66-8	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	276.37	
4	大黄素甲醚 Emodin-3-methyl ether	521-61-9	C <sub>16</sub> H <sub>12</sub> O <sub>5</sub>	284.26	
5	二苯乙烯苷 Astragalus polyphenols	82373-94-2	C <sub>20</sub> H <sub>22</sub> O <sub>9</sub>	406.39	

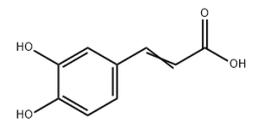
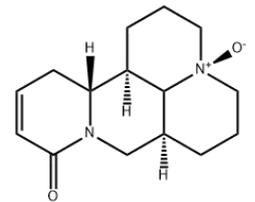
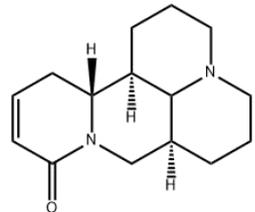
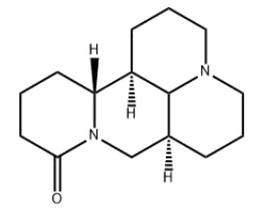
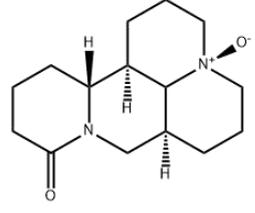
序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
6	大黄素 Emodin	518-82-1	$C_{15}H_{10}O_5$	270.24	
7	穗花杉双黄酮 Amentoflavone	1617-53-4	$C_{30}H_{18}O_{10}$	538.46	
8	槲皮苷 Quercitrin	522-12-3	$C_{21}H_{20}O_{11}$	448.38	
9	杨梅苷 Myricitrin	17912-87-7	$C_{21}H_{20}O_{12}$	464.38	
10	川芎嗪 Tetramethylpyrazine	1124-11-4	$C_8H_{12}N_2$	136.19	
11	阿魏酸 Ferulic Acid	1135-24-6	$C_{10}H_{10}O_4$	194.18	

序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
12	蒿本内酯 Ligustilide	4431-01-0	$C_{12}H_{14}O_2$	190.24	
13	甘草酸 Glycyrrhizic acid	1405-86-3	$C_{42}H_{62}O_{16}$	822.94	
14	甘草苷 Liquiritin	551-15-5	$C_{21}H_{22}O_9$	418.4	
15	甘草素 Liquirtigenin	578-86-9	$C_{15}H_{12}O_4$	256.25	
16	芦丁 Rutin	153-18-4	$C_{27}H_{30}O_{16}$	610.52	
17	紫云英苷 Astragalin	480-10-4	$C_{21}H_{20}O_{11}$	448.38	

序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
18	异绿原酸 C Isochlorogenic acid C	57378-72-0	$C_{25}H_{24}O_{12}$	516.45	
19	异绿原酸 A Isochlorogenic acid A	89919-62-0	$C_{25}H_{24}O_{12}$	516.46	
20	绿原酸 Chlorogenic acid	327-97-9	$C_{16}H_{18}O_9$	354.31	
21	木犀草素 Luteolin	491-70-3	$C_{15}H_{10}O_6$	286.24	
22	苯甲酰芍药苷 Benzoylpaeoniflorin	38642-49-8	$C_{30}H_{32}O_{12}$	584.57	
23	芍药内酯苷 Albiflorin	39011-90-0	$C_{23}H_{28}O_{11}$	480.46	

序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
24	芍药苷 Paeoniflorin	23180-57-6	$C_{23}H_{28}O_{11}$	480.47	
25	丹参酮 I Tanshinone I	568-73-0	$C_{18}H_{12}O_3$	276.29	
26	丹参酮 IIA Tanshinone IIA	568-72-9	$C_{19}H_{18}O_3$	294.34	
27	隐丹参酮 Cryptotanshinone	35825-57-1	$C_{19}H_{20}O_3$	296.36	
28	人参皂苷 Re Ginsenoside Re	52286-59-6	$C_{48}H_{82}O_{18}$	947.17	
29	人参皂苷 Rb1 Ginsenoside Rb1	41753-43-9	$C_{54}H_{92}O_{23}$	1109.29	

序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
30	人参皂苷 Rg1 Ginsenoside Rg1	22427-39-0	$C_{42}H_{72}O_{14}$	801.01	
31	人参皂苷 Rf Ginsenoside Rf	52286-58-5	$C_{42}H_{72}O_{14}$	801.02	
32	三七皂苷 R1 Notoginsenoside R1	80418-24-2	$C_{47}H_{80}O_{18}$	933.14	
33	人参皂苷 Rd Ginsenoside Rd	52705-93-8	$C_{48}H_{82}O_{18}$	947.15	
34	螭蜞菊内酯 Wedelolactone	524-12-9	$C_{16}H_{10}O_7$	314.25	
35	旱莲苷 A Ecliptasaponin A	78285-90-2	$C_{36}H_{58}O_9$	634.84	

序号	中英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
36	咖啡酸 Caffeic acid	331-39-5	$C_9H_8O_4$	180.16	
37	氧化槐果碱 Oxysophocarpine	26904-64-3	$C_{15}H_{22}N_2O_2$	262.35	
38	槐果碱 Sophocarpine	6483-15-4	$C_{15}H_{22}N_2O$	246.35	
39	苦参碱 Matrine	519-02-8	$C_{15}H_{24}N_2O$	248.36	
40	氧化苦参碱 Ammothamnine	16837-52-8	$C_{15}H_{24}N_2O_2$	264.36	

## 附录 B

(资料性附录)

10-姜酚等 40 种植物提取物标识组分的基质混合标准系列溶液浓度

基质混合标准系列溶液应现配现用，具体浓度可根据实际情况调整，建议基质混合标准系列溶液浓度见表B.1。

表 B.1 10-姜酚等 40 种植物提取物标识组分的基质混合标准系列溶液浓度

序号	组分名称	基质混合标准系列溶液浓度 (µg/L)					
		5	10	20	50	100	200
1	10-姜酚	5	10	20	50	100	200
2	6-姜辣素	2	5	10	20	50	100
3	6-姜烯酚	20	50	100	200	500	1000
4	大黄素甲醚	2	5	10	20	50	100
5	二苯乙烯苷	10	20	50	100	200	500
6	大黄素	1	2	5	10	20	50
7	穗花杉双黄酮	5	10	20	50	100	200
8	槲皮苷	50	100	250	500	1000	2500
9	杨梅苷	10	20	50	100	200	500
10	川芎嗪	2	5	10	20	50	100
11	阿魏酸	10	20	50	100	200	500
12	蒿本内酯	100	250	500	1000	2500	5000
13	甘草酸	10	20	50	100	200	500
14	甘草苷	10	20	50	100	200	500
15	甘草素	10	20	50	100	200	500
16	芦丁	10	20	50	100	200	500
17	紫云英苷	10	20	50	100	200	500
18	异绿原酸 C	10	20	50	100	200	500
19	异绿原酸 A	10	20	50	100	200	500
20	绿原酸	10	20	50	100	200	500
21	木犀草素	10	20	50	100	200	500

序号	组分名称	基质混合标准系列溶液浓度 (μg/L)					
		50	100	250	500	1000	2500
22	苯甲酰芍药苷	50	100	250	500	1000	2500
23	芍药内酯苷	50	100	250	500	1000	2500
24	芍药苷	50	100	250	500	1000	2500
25	丹参酮 I	2	5	10	20	50	100
26	丹参酮 IIA	0.4	1	2	4	10	20
27	隐丹参酮	0.4	1	2	4	10	20
28	人参皂苷 Re	50	100	250	500	1000	2500
29	人参皂苷 Rb1	50	100	250	500	1000	2500
30	人参皂苷 Rg1	10	20	50	100	200	500
31	人参皂苷 Rf	50	100	250	500	1000	2500
32	三七皂苷 R1	50	100	250	500	1000	2500
33	人参皂苷 Rd	50	100	250	500	1000	2500
34	蟛蜞菊内酯	5	10	20	50	100	200
35	旱莲苷 A	40	100	200	400	1000	2000
36	咖啡酸	10	20	50	100	200	500
37	氧化槐果碱	2	5	10	20	50	100
38	槐果碱	2	5	10	20	50	100
39	苦参碱	1	2	5	10	20	50
40	氧化苦参碱	2	5	10	20	50	100

## 附录 C

(资料性附录)

## 液相色谱参考工作条件

由于实验室仪器设备的多样性，因此不可能给出分析条件的普遍参数，采用下列液相色谱工作条件已被证明对测试是合适的：

- (a) 色谱柱：C<sub>18</sub>柱（3.0 mm×100 mm，1.8 μm），或等效柱。
- (b) 流动相：A为0.1%甲酸溶液，B为乙腈；梯度洗脱程序见表C.1~表C.2。
- (c) 流速：0.35 mL/min。
- (d) 柱温：30 ℃。
- (e) 进样量：0.5 μL（正离子模式）和2 μL（负离子模式）。

表 C.1 梯度洗脱程序（正离子模式）

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.00	95.0	5.0
1.00	95.0	5.0
2.00	85.0	15.0
4.00	50.0	50.0
12.00	5.0	95.0
13.50	5.0	95.0
13.51	90.0	5.0
15.50	90.0	5.0

表 C.2 梯度洗脱程序（负离子模式）

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.00	85.0	15.0
1.00	85.0	15.0
12.00	75.0	25.0
18.00	50.0	50.0
23.00	5.0	95.0
25.00	5.0	95.0
25.01	85.0	15.0
27.00	85.0	15.0

## 附录 D

(资料性附录)

## 质谱参考工作条件

质谱参考工作条件如下：

- (a) 离子源：电喷雾离子源（ESI源）；
- (b) 扫描方式：正离子模式和负离子模式；
- (c) 监测方式：多反应监测（正离子）；动态多反应监测（负离子）
- (d) 毛细管入口端电压：4000 V（正）、2500 V（负）；
- (e) 干燥气（N<sub>2</sub>）温度：325 °C；
- (f) 干燥气（N<sub>2</sub>）流量：10 L/min；
- (g) 雾化气（N<sub>2</sub>）压力：310.5 kPa（45 psi）；
- (h) 鞘气（N<sub>2</sub>）温度：350 °C；
- (i) 鞘气（N<sub>2</sub>）流量：11 L/min；

在以上质谱条件下，10-姜酚等40种植物提取物标识组分的监测离子对及相关参数设定见表D.1。

表D.1 10-姜酚等40种植物提取物标识组分监测离子对及相关参数设定

序号	化合物	监测离子对	碎裂电压(V)	碰撞能量(V)	加合方式	扫描方式
1	10-姜酚	333.2/177.1*	115	8	[M-H <sub>2</sub> O+H]	ESI+
		333.2/145.1	115	28		
2	6-姜辣素	277.2/177.0*	80	4	[M-H <sub>2</sub> O+H]	ESI+
		277.2/145	80	24		
3	6-姜烯酚	277.2/137.0*	80	8	[M+H]	ESI+
		277.2/122	80	44		
4	大黄素甲醚	283.1/240.0*	70	28	[M-H]	ESI-
		283.1/212.1	70	40		
5	二苯乙烯苷	405.1/243.1*	145	20	[M-H]	ESI-
		405.1/173.1	145	44		
6	大黄素	269/241.1	95	32	[M-H]	ESI-
		269/225.1*	95	28		
7	穗花杉双黄酮	537.1/375.1*	220	32	[M-H]	ESI-
		537.1/331.1	220	52		

序号	化合物	监测离子对	碎裂电压(V)	碰撞能量(V)	加合方式	扫描方式
8	槲皮苷	447.1/301.1*	165	20	[M-H]	ESI-
		447.1/300.1	165	28		
9	杨梅苷	463.1/316.0*	145	28	[M-H]	ESI-
		463.1/287	145	48		
10	川芎嗪	137.1/55.1*	70	28	[M+H]	ESI+
		137.1/42.2	70	28		
11	阿魏酸	193.1/178	80	12	[M-H]	ESI-
		193.1/134.0*	80	16		
12	蒿本内酯	191.1/91	175	36	[M+H]	ESI+
		191.1/77.0*	175	44		
13	甘草酸	821.4/351.1*	230	44	[M-H]	ESI-
		821.4/193.1	230	52		
14	甘草苷	417.1/255.1*	135	20	[M-H]	ESI-
		417.1/135	135	36		
15	甘草素	255.1/135	85	12	[M-H]	ESI-
		255.1/119.1*	85	28		
16	芦丁	609.1/301	210	36	[M-H]	ESI-
		609.1/300.0*	210	40		
17	紫云英苷	447.1/255.1*	140	40	[M-H]	ESI-
		447.1/227.1	140	52		
18	异绿原酸 C	515.1/353.1*	110	16	[M-H]	ESI-
		515.1/173	110	32		
19	异绿原酸 A	515.1/353.1	130	12	[M-H]	ESI-
		515.1/191.1*	130	36		
20	绿原酸	353.1/191.1*	95	16	[M-H]	ESI-
		353.1/85	95	52		
21	木犀草素	285/151	140	28	[M-H]	ESI-
		285/133.0*	140	44		
22	苯甲酰芍药苷	583.2/553.2*	185	4	[M-H]	ESI-
		583.2/121.1	185	20		
23	芍药内酯苷	479.1/121.0*	175	16	[M-H]	ESI-

序号	化合物	监测离子对	碎裂电压(V)	碰撞能量(V)	加合方式	扫描方式
		479.1/77.1	175	60		
24	芍药苷	479.1/449.2	175	4	[M-H]	ESI-
		479.1/121.0*	175	20		
25	丹参酮 I	277.1/249.1	140	20	[M+H]	ESI+
		277.1/178.1*	140	44		
26	丹参酮 IIA	295.1/277.1*	135	20	[M+H]	ESI+
		295.1/191.1	135	52		
27	隐丹参酮	297.2/251.1*	130	24	[M+H]	ESI+
		297.2/178.1	130	60		
28	人参皂苷 Re	945.5/783.6	230	36	[M-H]	ESI-
		945.5/637.5*	230	40		
29	人参皂苷 Rb1	1131.6/789.5	170	30	[M+Na]	ESI+
		1131.6/365.1*	170	50		
30	人参皂苷 Rg1	845.5/799.6*	80	24	[M+HCOO]	ESI-
		845.5/637.5	80	32		
31	人参皂苷 Rf	799.5/637.5*	220	36	[M-H]	ESI-
		799.5/475.5	220	44		
32	三七皂苷 R1	931.5/799.6	230	36	[M-H]	ESI-
		931.5/637.5*	230	40		
33	人参皂苷 Rd	945.5/783.5*	230	40	[M-H]	ESI-
		945.5/161.1	230	48		
34	蟛蜞菊内酯	313/298.0*	125	20	[M-H]	ESI-
		313/270	125	36		
35	旱莲苷 A	633.4/587.4	225	36	[M-H]	ESI-
		633.4/101.0*	225	40		
36	咖啡酸	179/135.1*	85	16	[M-H]	ESI-
		179/89.1	85	40		
37	氧化槐果碱	263.2/245.3*	190	28	[M+H]	ESI+
		263.2/136.2	190	36		
38	槐果碱	247.2/136.1	135	36	[M+H]	ESI+
		247.2/96.1*	135	44		

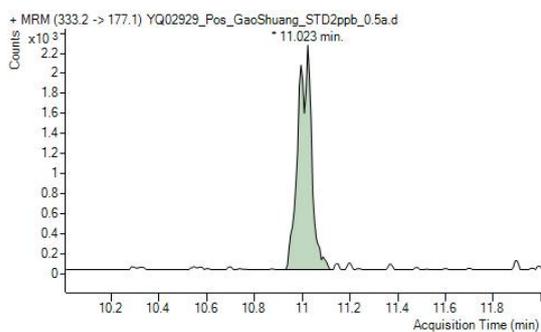
序号	化合物	监测离子对	碎裂电压(V)	碰撞能量(V)	加合方式	扫描方式
39	苦参碱	249.2/148.1*	130	36	[M+H]	ESI+
		249.2/55.1	130	60		
40	氧化苦参碱	265.2/247.2	190	32	[M+H]	ESI+
		265.2/205.1*	190	32		

\*为推荐的定量离子。

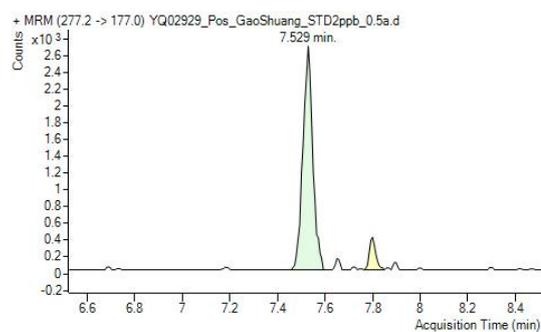
## 附录 E

(资料性附录)

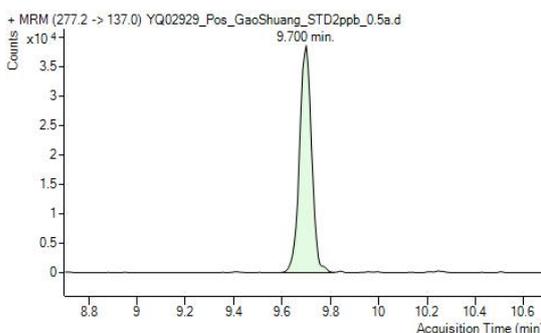
## 10-姜酚等 40 种植物提取物标识组分标准溶液的多反应监测色谱图



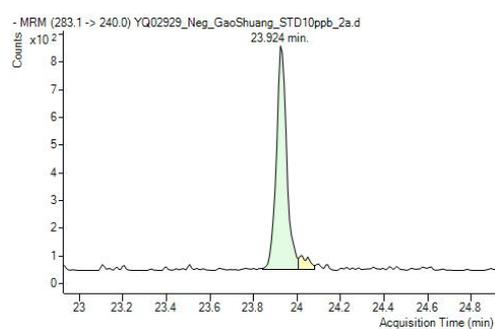
图E.1 10-姜酚



图E.2 6-姜辣素



图E.3 6-姜烯酚



图E.4 大黄素甲醚

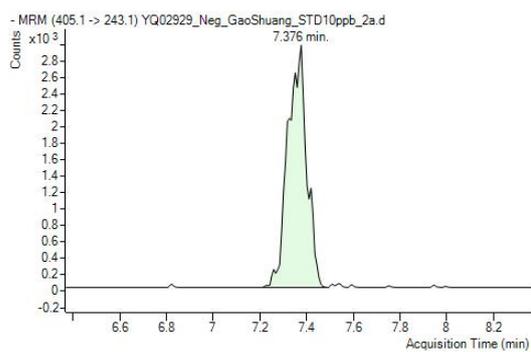
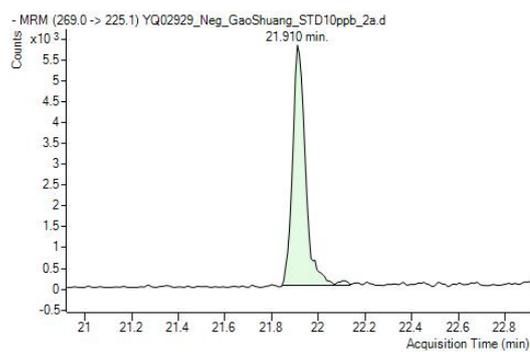


图 E.5 二苯乙烯苷



图E.6 大黄素

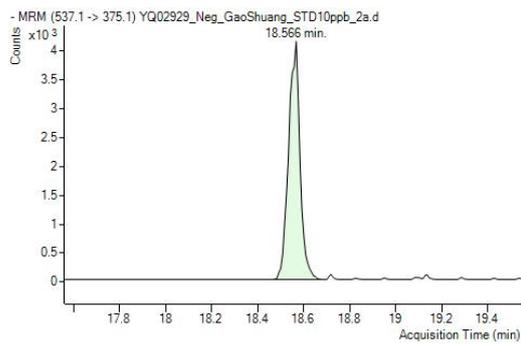


图 E.7 穗花杉双黄酮

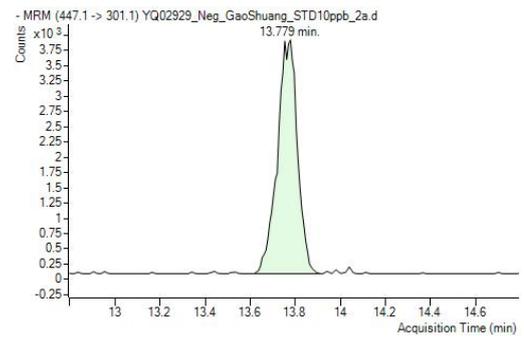
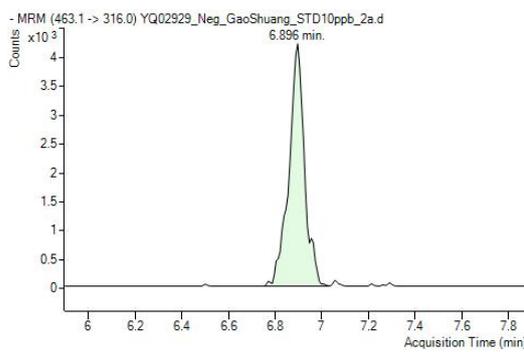
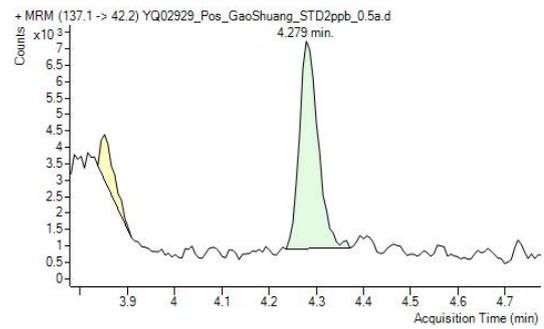


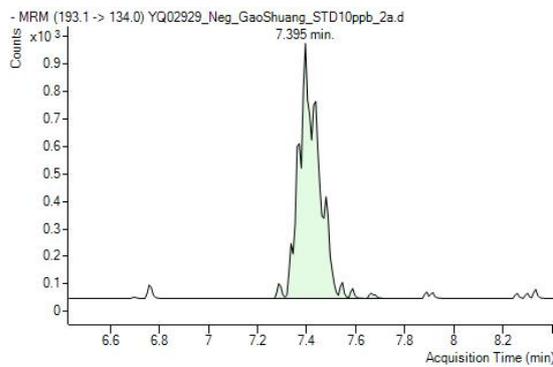
图 E.8 槲皮苷



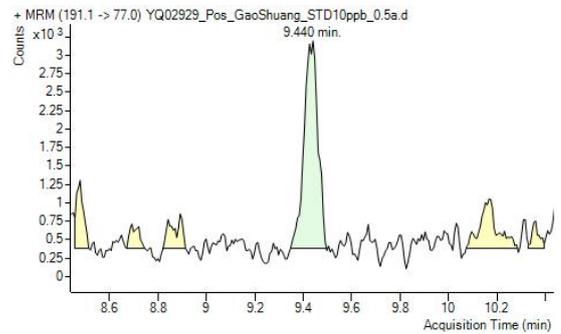
图E.9 杨梅苷



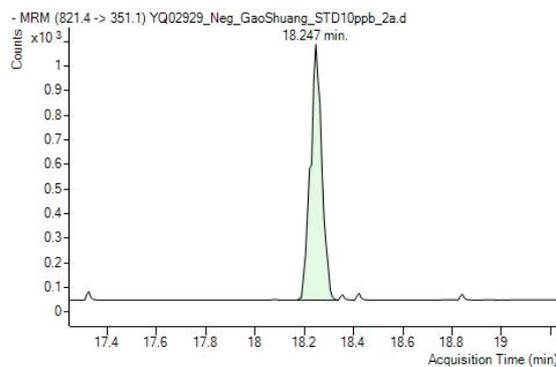
图E.10 川芎嗪



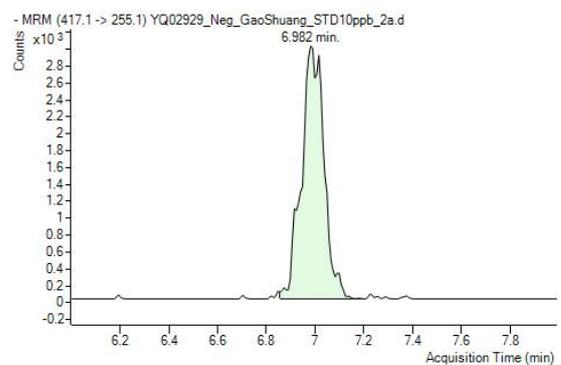
图E.11 阿魏酸



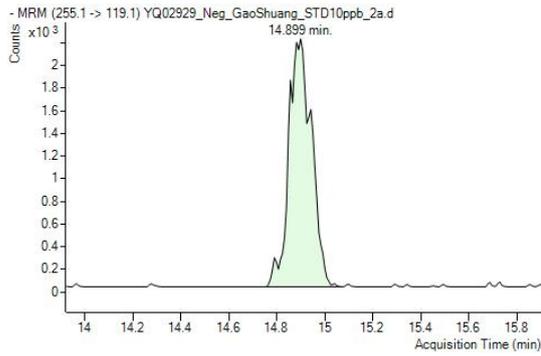
图E.12 蒿本内酯



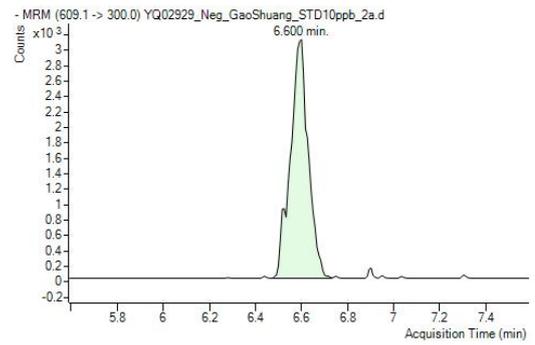
图E.13 甘草酸



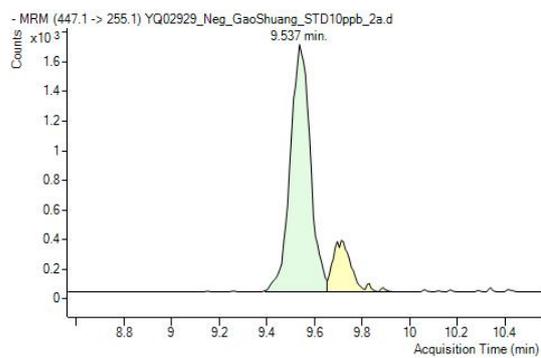
图E.14 甘草苷



图E.15 甘草素



图E.16 芦丁



图E.17 紫云英苷

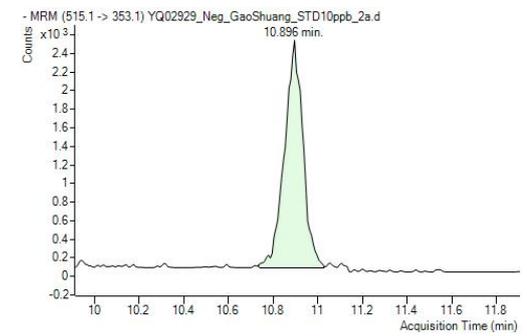
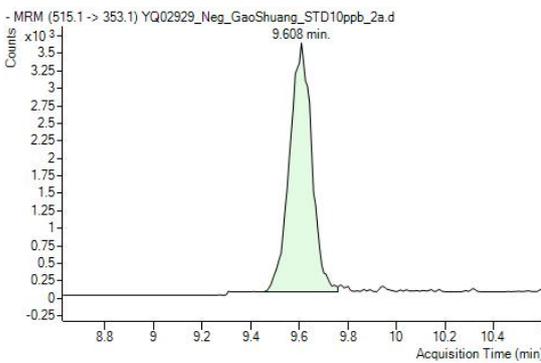
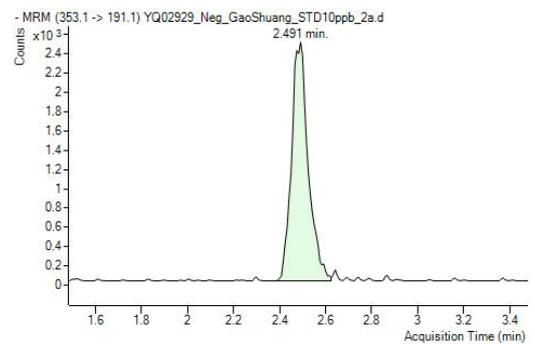


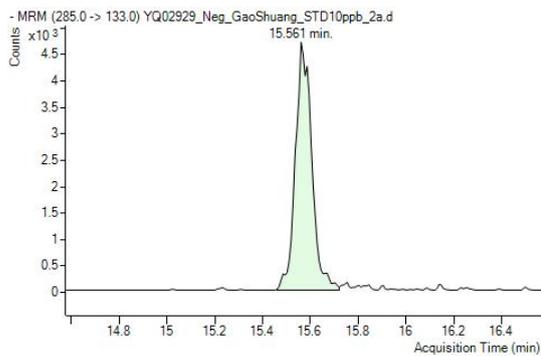
图 E.18 异绿原酸 C



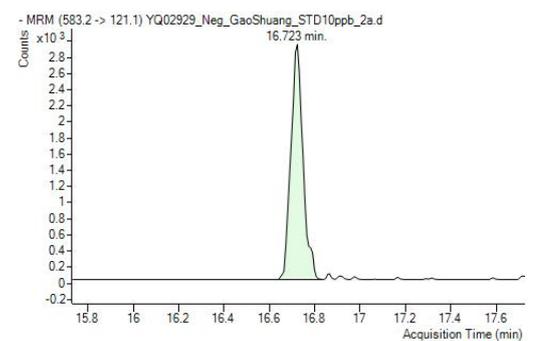
图E.19 异绿原酸A



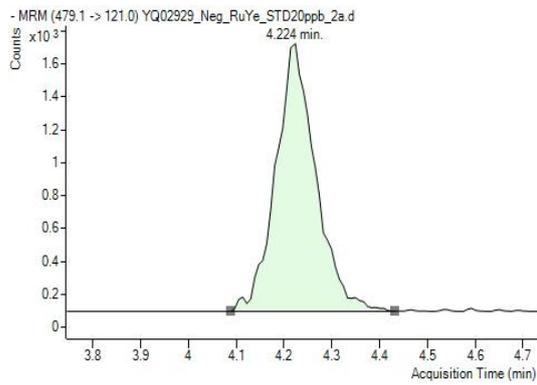
图E.20 绿原酸



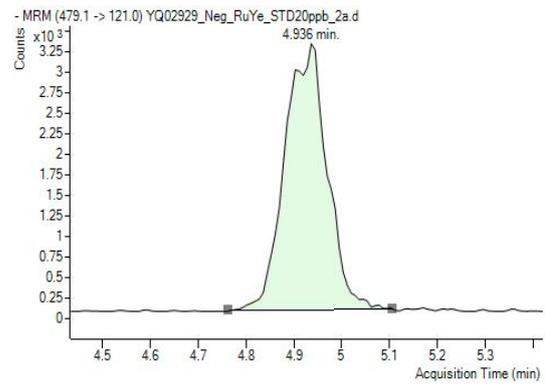
图E.21 木犀草素



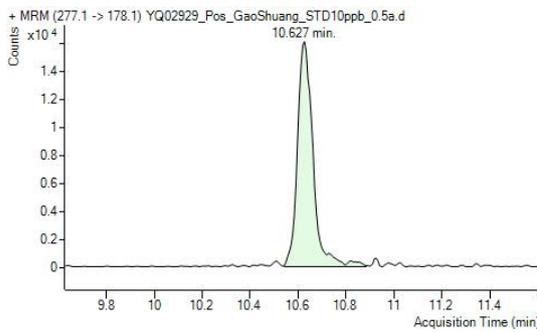
图E.22 苯甲酰芍药苷



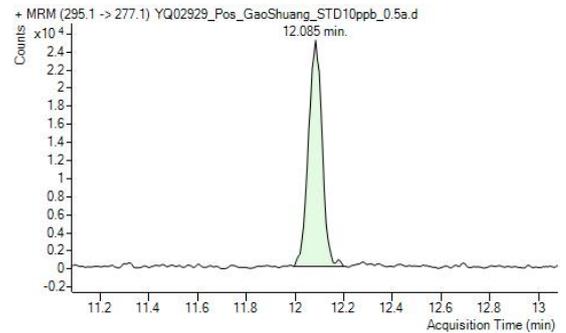
图E.23 芍药内酯苷



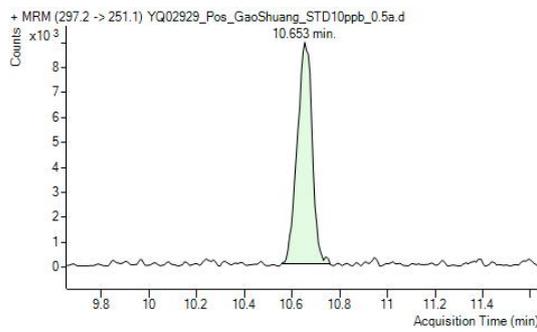
图E.24 芍药苷



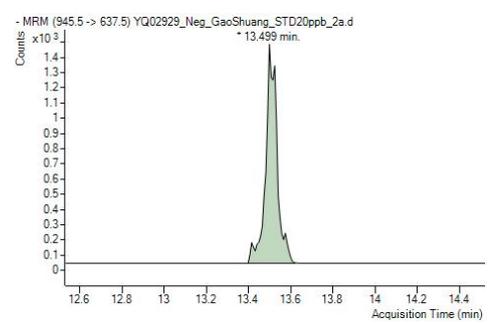
图E.25 丹参酮I



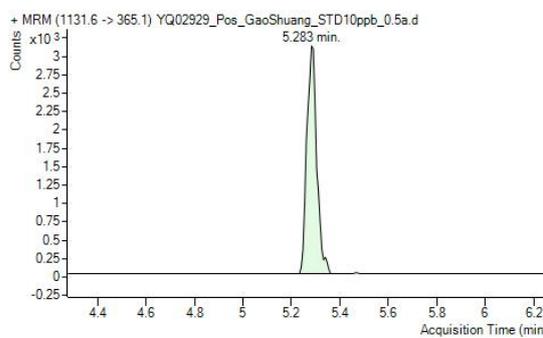
图E.26 丹参酮IIA



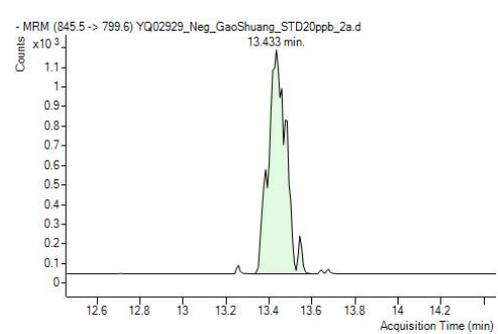
图E.27 隐丹参酮



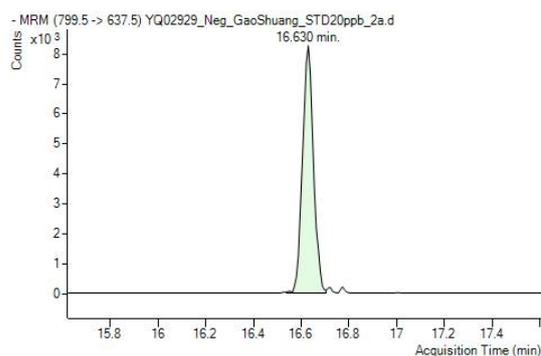
图E.28 人参皂苷Re



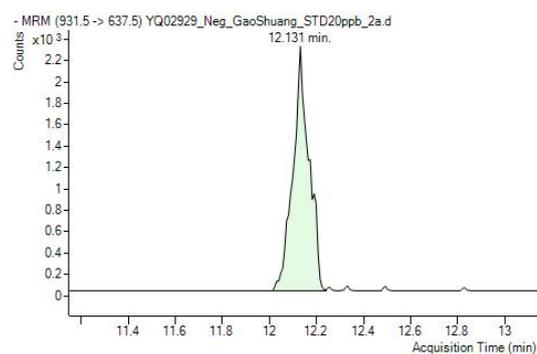
图E.29 人参皂苷Rb1



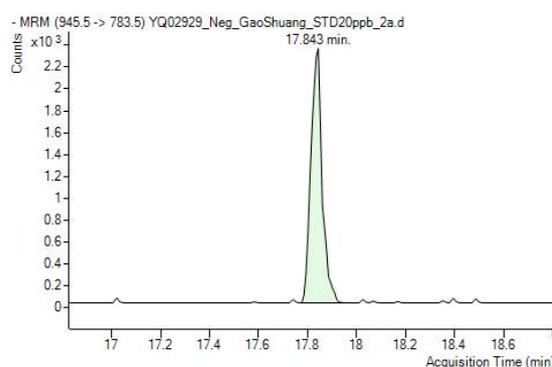
图E.30 人参皂苷Rg1



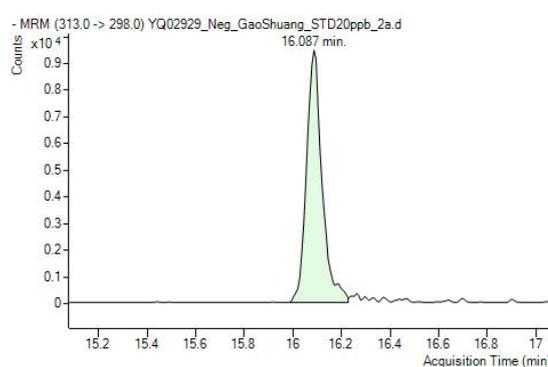
图E.31 人参皂苷Rf



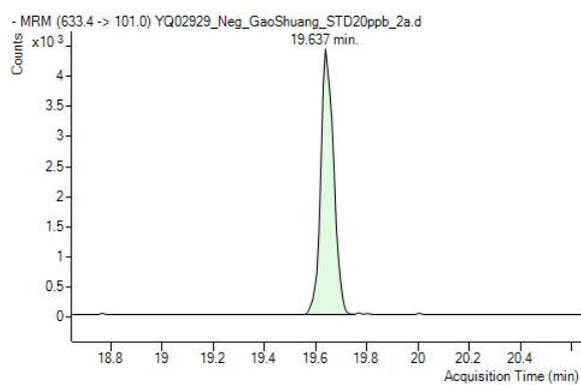
图E.32 三七皂苷R1



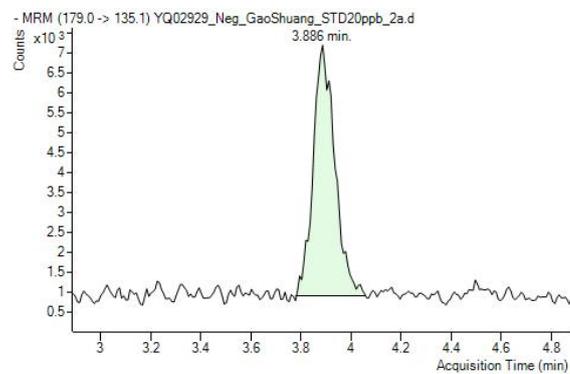
图E.33 人参皂苷Rd



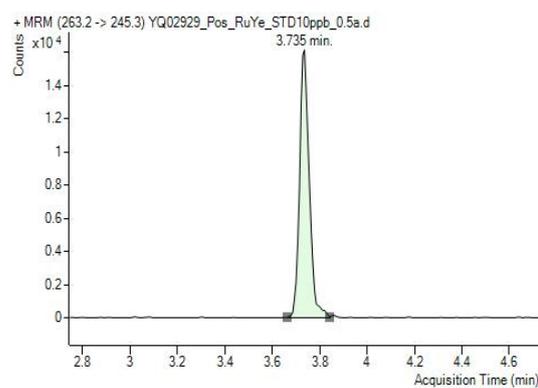
图E.34 蟾蜍菊内酯



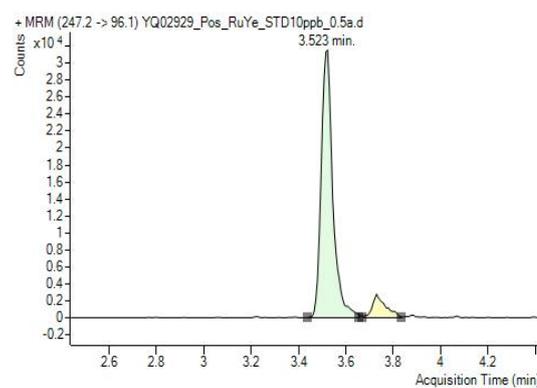
图E.35 旱莲苷A



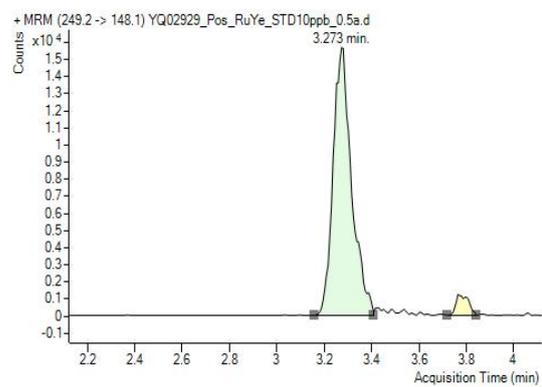
图E.36 咖啡酸



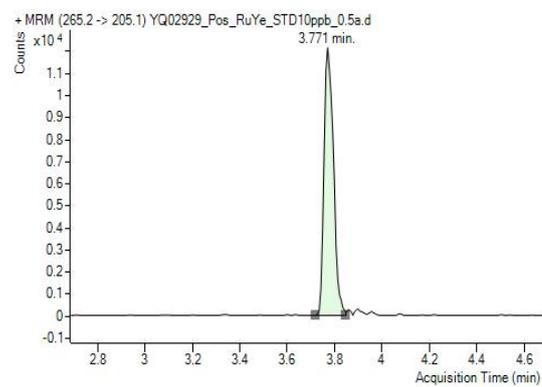
图E.37 氧化槐果碱



图E.38 槐果碱



图E.39 苦参碱



图E.40 氧化苦参碱

## 附录 F

(资料性)

## 13 种植物提取物名称及标识组分

每种植物提取物选择具有代表性的3个以上特征成分作为定性标识组分，可选择其中的任一个标识组分作为定量指标，见表F.1。

表 F.1 13 种植物提取物名称及标识组分

序号	提取物名称	标识组分名称
1	姜提取物	6-姜辣素*、6-姜烯酚、10-姜酚
2	何首乌提取物	二苯乙烯苷*、大黄素、大黄素甲醚
3	侧柏叶提取物	榭皮苷、穗花双黄酮、杨梅苷*
4	当归提取物	阿魏酸*、川芎嗪、蒿本内酯
5	甘草提取物	甘草酸*、甘草苷、甘草素
6	桑叶提取物	芦丁、紫云英苷*、4,5-咖啡酰奎宁酸(异绿原酸 C)
7	金银花提取物	绿原酸*、木犀草素、3,5-咖啡酰奎宁酸(异绿原酸 A)
8	芍药提取物	芍药苷*、苯甲酰芍药苷、芍药苷内酯
9	丹参提取物	丹参酮 I*、丹参酮 IIA、隐丹参酮
10	人参提取物	人参皂苷 Rg1、人参皂苷 Re*、人参皂苷 Rf
11	三七提取物	三七皂苷 R1*、人参皂苷 Rb1、人参皂苷 Rd
12	墨旱莲提取物	螬螬菊内酯*、旱莲苷 A、咖啡酸
13	苦参提取物	氧化槐果碱、槐果碱、苦参碱*、氧化苦参碱
*为推荐的定量标识组分。		

## 附录 G

(资料性附录)

## 10-姜酚等40种植物提取物标识组分的检出限、定量下限、检出浓度和最低定量浓度

本方法中各组分的仪器检出限、定量下限及取样量为0.5 g时的方法检出浓度和最低定量浓度见表

G.1。

表G.1 10-姜酚等40种植物提取物标识组分的检出限、定量下限、检出浓度和最低定量浓度

序号	组分名称	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	定量下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	检出浓度 ( $\text{mg/kg}$ )	最低定量浓度 ( $\text{mg/kg}$ )
1	10-姜酚	1.3	4.0	0.027	0.080
2	6-姜辣素	0.67	2.0	0.013	0.040
3	6-姜烯酚	6.7	20	0.13	0.40
4	大黄素甲醚	1.7	5.0	0.033	0.10
5	二苯乙烯苷	3.3	10	0.067	0.20
6	大黄素	0.33	1.0	0.0067	0.020
7	穗花杉双黄酮	1.7	5.0	0.033	0.10
8	槲皮苷	17	50	0.33	1.0
9	杨梅苷	3.3	10	0.067	0.20
10	川芎嗪	0.67	2	0.013	0.040
11	阿魏酸	3.3	10	0.067	0.20
12	蒿本内酯	83	250	1.7	5.0
13	甘草酸	3.3	10	0.067	0.20
14	甘草苷	3.3	10	0.067	0.20
15	甘草素	3.3	10	0.067	0.20
16	芦丁	3.3	10	0.067	0.20
17	紫云英苷	3.3	10	0.067	0.20
18	异绿原酸 C	3.3	10	0.067	0.20
19	异绿原酸 A	3.3	10	0.067	0.20
20	绿原酸	3.3	10	0.067	0.20

序号	组分名称	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	定量下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	检出浓度 ( $\text{mg/kg}$ )	最低定量浓度 ( $\text{mg/kg}$ )
21	木犀草素	3.3	10	0.067	0.20
22	苯甲酰芍药苷	17	50	0.33	1.0
23	芍药内酯苷	17	50	0.33	1.0
24	芍药苷	17	50	0.33	1.0
25	丹参酮 I	0.67	2.0	0.013	0.040
26	丹参酮 IIA	0.13	0.4	0.0026	0.0080
27	隐丹参酮	0.13	0.4	0.0026	0.0080
28	人参皂苷 Re	17	50	0.33	1.0
29	人参皂苷 Rb1	17	50	0.33	1.0
30	人参皂苷 Rg1	3.3	10	0.067	0.20
31	人参皂苷 Rf	17	50	0.33	1.0
32	三七皂苷 R1	17	50	0.33	1.0
33	人参皂苷 Rd	17	50	0.33	1.0
34	螞蟥菊内酯	1.7	5.0	0.033	0.10
35	旱莲苷 A	13	40	0.27	0.80
36	咖啡酸	3.3	10	0.067	0.20
37	氧化槐果碱	0.67	2.0	0.013	0.040
38	槐果碱	0.67	2.0	0.013	0.040
39	苦参碱	0.33	1.0	0.0067	0.020
40	氧化苦参碱	0.67	2.0	0.013	0.040