



陕西绿清生物工程有限公司

Shaanxi Green Bio-Engineering Co.,Ltd

山奈酚含量的高效液相色谱检测方法

1. 目的:

建立山奈酚含量测定的 HPLC 标准检验操作规程。

2. 范围:

适用于山奈酚的含量测。

3. 对照品:

山奈酚（标品）。

4. 试剂:

4.1 乙腈(色谱纯)

4.2 甲醇（色谱纯）

4.3 甲醇（分析纯）

4.4 水（超纯水）

5. 仪器:

5.1 高效液相色谱仪：Waters 2695 输液泵；Waters 2487 紫外检测器；Empower 色谱

数据工作系统

5.2 分析天平：感量 0.00001g

5.3 超声波清洗仪：功率 250W，频率 40KHz

5.4 玻璃流动相过滤器（0.45 μ m）

5.5 针式微孔滤膜（0.45 μ m）

5.6 玻璃量器：量筒（100ml）、容量瓶（25、50ml）等。

6. 溶液的制备:

6.1 对照品溶液的制备:

精密称取山奈酚对照品约 10mg 于 50ml 的容量瓶中，加入甲醇约 40ml,超声溶解

后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，即得。

6.2 样品溶液的制备:

精密称取样品约 10mg 于 50ml 的容量瓶中，加入甲醇约 40ml 超声振荡提取约 30min

后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，用 0.45 μ m 的针式过滤器过滤，即得样品溶液。

7. 色谱条件：

色谱柱：Intersil ODS-C18 (150mm \times 4.6 mm ,5 μ m)

检测波长：260nm

流动相：甲醇:水 (60:40 v/v)

流速：0.8

柱温：室温进

样量：10 μ l

灵敏度：2.000AUFS

系统适应性：理论塔板数以山奈酚峰计不得低于 3000。

8. 样品测定：

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，精密吸取对照品溶液和样品溶液各 10 μ l, 分别进样测定，山奈酚的保留时间约为 10 min, 用面积外标法计算样品含量。

9. 含量计算

$$\text{含量} (\%) = \frac{A_1 \times W_0 \times V_1 \times K}{A_0 \times V_0 \times W_1} \times 100$$

其中 A_1 ：样品溶液中染料木素的峰面积

A_0 ：对照品溶液中染料木素的峰面积

W_1 ：样品的称样量 mg W_0 ：对照品的称样量 mg

V_1 ：样品的体积 ml V_0 ：对照品的体积 ml

K ：对照品的纯度

样品含量结果取两个平行样品含量的平均值。