

腰果酚 分析报告

1. 客户要求

腰果酚分离条件的摸索及解决色谱柱易堵问题。

2. 检测方法

福立提供。

3. 方法概述

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

4. 试剂和材料

4.1. 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 水：娃哈哈纯净水

4.2. 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器

5. 实验

5.1. 标样及样品制备

5.1.1. 储备液

分别准确称取腰果酚样品及标准品 0.1g 于 5mL 容量瓶中，用异丙醇溶解并定容至刻度，摇匀。得到样品及标准品储备液。

5.1.2. 标准品及样品溶液

分别取出适量样品及标准品储备液，用初始流动相稀释 10 倍（标品为透明澄清溶液，样品为乳白色浑浊溶液），过 0.22 μm 滤膜（确保标品和样品溶液均为透明澄清溶液，可进行多次过滤），待进样。

5.1.3. 加标溶液

移取标准品储备液 50 μL , 样品溶液 450 μL , 摇匀, 待进样。

5.2. 色谱条件

- (a) 色谱柱: Sunniest 柱长 150 mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 μm
- (b) 流动相: 流动相 A 为乙腈, 流动相 B 为水, 按下表进行梯度洗脱。

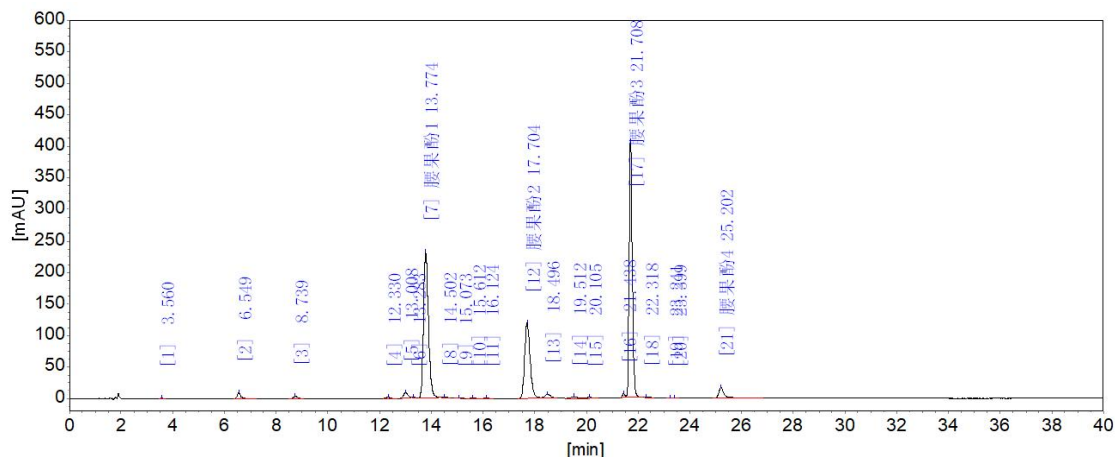
时间	流动相 A (乙腈)	流动相 B (水)
0-15	80-90	20-10
15-17	90-100	10-0
17-55	100	0
55	80	20

- (c) 流速: 1.0 mL/min
- (d) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$
- (e) 检测器波长: 278nm

- (f) 进样量: 10 μL

5.3. 分析结果

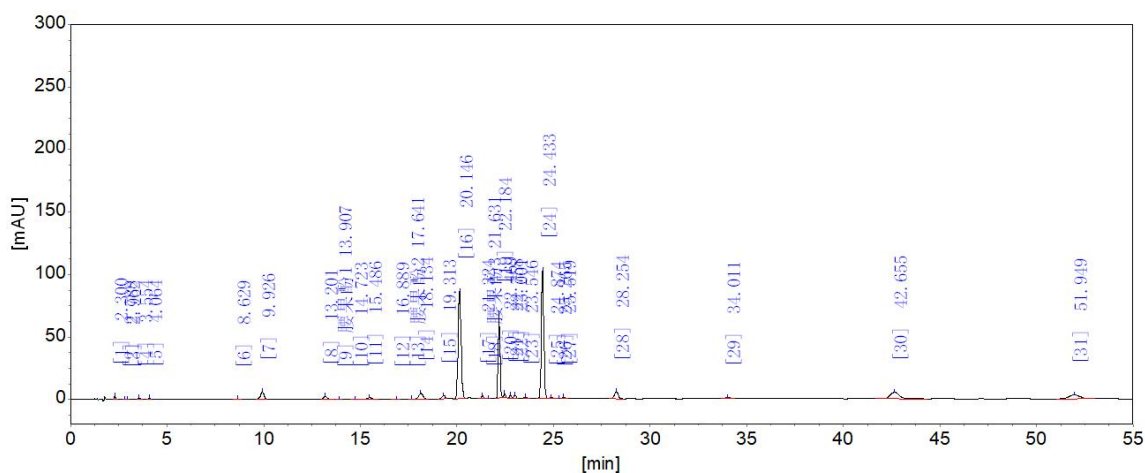
5.3.1. 标准品典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		3.560	829.9	4271.2	0.0478
2		6.549	9156.5	86623.1	0.9701
3		8.739	3551.8	38462.7	0.4308
4		12.330	1469.5	18187.4	0.2037
5		13.008	8130.6	91793.4	1.0280
6		13.283	395.6	3547.9	0.0397
7	腰果酚1	13.774	231439.6	3059910.8	34.2696
8		14.502	1254.1	13617.3	0.1525
9		15.073	425.7	4984.7	0.0558
10		15.612	393.7	5782.5	0.0648
11		16.124	337.8	4312.0	0.0483
12	腰果酚2	17.704	119167.0	1745153.4	19.5449
13		18.496	5769.6	84565.7	0.9471
14		19.512	2505.1	35000.8	0.3920
15		20.105	1328.0	16794.1	0.1881
16		21.438	5772.7	40249.0	0.4508
17	腰果酚3	21.708	405303.8	3411549.5	38.2078
18		22.318	1045.3	13248.6	0.1484
19		23.241	92.7	615.1	0.0069
20		23.399	299.1	2354.9	0.0264
21	腰果酚4	25.202	16750.9	247901.2	2.7764
总计:			815419.0	8928925.3	100.0000

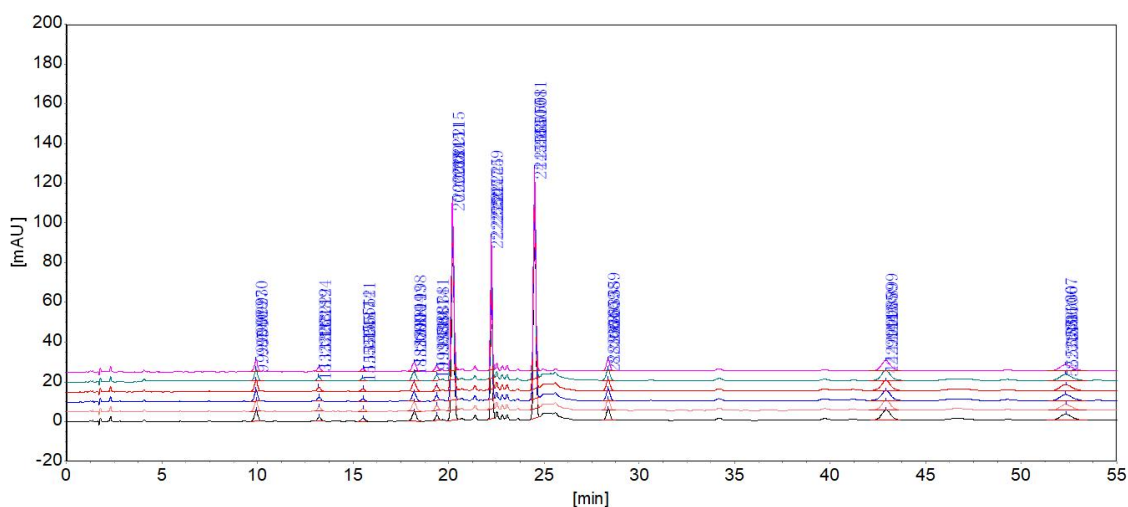
5.3.2. 样品典型谱图及结果



分析结果表

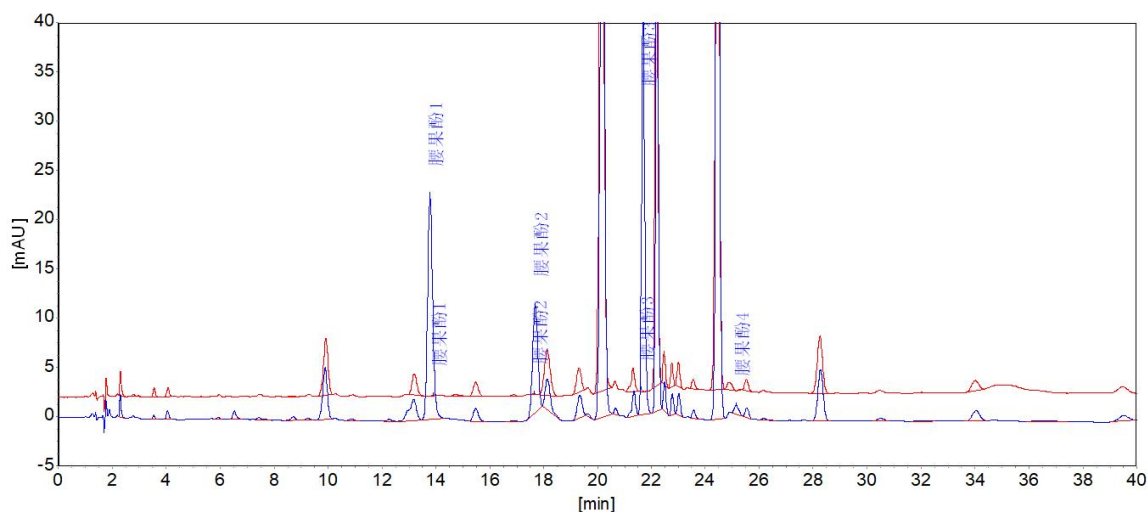
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		2.300	2494.6	10160.5	0.3322
2		2.788	189.1	884.7	0.0289
3		2.962	94.9	421.3	0.0138
4		3.554	954.8	4945.2	0.1617
5		4.064	944.6	5995.8	0.1961
6		8.629	45.8	734.4	0.0240
7		9.926	5791.6	68976.5	2.2554
8		13.201	2157.6	26852.1	0.8780
9	腰果酚1	13.907	68.7	781.6	0.0256
10		14.723	191.8	3554.1	0.1162
11		15.486	1457.9	19206.9	0.6280
12		16.889	158.1	2004.9	0.0656
13	腰果酚2	17.641	86.1	729.7	0.0239
14		18.134	4576.5	70803.3	2.3152
15		19.313	2499.2	30616.6	1.0011
16		20.146	85708.6	921283.4	30.1246
17		21.324	2420.9	22565.7	0.7379
18	腰果酚3	21.631	200.5	1171.3	0.0383
19		22.184	66911.0	450298.4	14.7241
20		22.469	3360.5	21453.2	0.7015
21		22.758	2375.0	14879.2	0.4865
22		23.001	2455.4	18143.0	0.5932
23		23.546	963.8	7991.5	0.2613
24		24.433	102289.8	915297.3	29.9289
25		24.874	758.4	9655.8	0.3157
26		25.265	93.0	543.7	0.0178
27		25.519	1159.8	10951.8	0.3581
28		28.254	5801.7	80254.8	2.6242
29		34.011	1054.6	19410.8	0.6347
30		42.655	5261.4	181338.1	5.9295
31		51.949	3146.2	136337.9	4.4580
总计:			305671.9	3058243.2	100.0000

5.3.3. 样品重复性谱图及面积 RSD%数据



峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]
1		9.931	0.040	68821.1	1.363
2		13.223	0.037	25113.3	2.259
3		15.521	0.040	17675.1	1.921
4		18.198	0.030	70009.1	0.931
5		19.384	0.041	30535.1	0.242
6		20.216	0.021	92088.6	0.153
7		22.249	0.013	450766.9	0.106
8		24.511	0.011	910350.9	0.332
9		28.361	0.012	80187.3	0.111
10		42.907	0.017	164202.6	1.701
11		52.311	0.012	132440.6	0.417

5.3.4. 加标样品与样品对比图



说明

1. 本实验中发现，客户的标准品及样品在甲醇、乙腈及水中的溶解度有限，而在异丙醇中溶解度较高。因此猜测客户现场进样品后，压力持续上升，可能是由于样品中有杂质析出，堵塞色谱柱导致。

2. 本实验前，色谱柱采用低流速（0.5mL/min，色谱柱压力不超过 10MPa）异丙醇冲洗 1-2h 后，用 90%乙腈水冲洗 30min 后，再用纯乙腈/甲醇冲洗，压力正常（纯甲醇流动相在 30℃ 下压力为 4.4MPa）。

注：异丙醇粘度较大，异丙醇在色谱柱中时，流速不易过大，否则会导致色谱柱压力过高。特别是置换溶剂时，要等压力稳定后，再增加流速。

3. 本实验采用初始流动相稀释样品有以下几点原因：1.减小由于样品溶剂及流动相不同导致的溶剂效应。2.在确保标准品完全溶解的前提下，减小样品中杂质的溶解度，对样品进行进一步提纯。

4. 本实验是采用客户的色谱柱进行分析测试。连续进样 17 针未见压力明显升高（80%乙腈水压力 3.8MPa 左右，纯乙腈压力 2.5MPa 左右），该色谱柱可正常使用。
5. 以上数据仅供参考，如有问题，请电话联系。