

DB45

广西壮族自治区地方标准

DB45/T 1428—2016

石崖茶中山茶苷 A 的测定 高效液相色谱法

Determination of camellianin A in *Adinandra nitida* leaves- High performance liquid chromatography

2016 - 12 - 15 发布

2017 - 01 - 15 实施

广西壮族自治区质量技术监督局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
本标准规定了高效液相色谱法测定石崖茶 (<i>Adinandra nitida</i> Merr. exLi) 山茶苷 A ($C_{33}H_{40}O_{20}$) 含量的方法。	1
2 规范性引用文件	1
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅所注日期的版本适用于本文件凡是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	1
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备	1
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法	1
中华人民共和国药典 (2015 年版)	1
3 原理	1
石崖茶干品加石油醚, 置索氏提取器回流脱色, 残渣用 60%乙醇超声提取山茶苷 A, 提取液滤过, 定容, 经高效液相色谱仪分离, 紫外检测器检测, 依据保留时间定性, 外标法定量。	1
4 试剂	1
5 仪器与设备	2
6 测定步骤	2
7 计算公式和结果表达	2
8 重复性	3
附录 A (资料性附录) 山茶苷 A 对照品和石崖茶样品高效液相色谱图	4

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009 规则起草。

本标准由广西壮族自治区卫生和计划生育委员会提出。

本标准由广西卫生标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：广西壮族自治区药用植物园。

本标准主要起草人：夏祥华、屈啸声、冀晓雯、何丽丽、乔丽娅。

石崖茶中山茶苷 A 的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定石崖茶(*Adinandra nitida* Merr. ex Li) 中山茶苷 A($C_{33}H_{40}O_{20}$)含量的方法。

本标准适用于高效液相色谱法测定石崖茶中山茶苷 A 的测定。本标准的方法检出限为 0.031 mg/g。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

中华人民共和国药典（2015 年版）

3 原理

石崖茶干品加石油醚，置索氏提取器回流脱色，残渣用 60%乙醇超声提取山茶苷 A，提取液滤过，定容，经高效液相色谱仪分离，紫外检测器检测，依据保留时间定性，外标法定量。

4 试剂

4.1 一般规定

除另有说明外，本标准所使用试剂均为分析纯，用水应符合色谱用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.2 试剂

4.2.1 甲醇：色谱纯。

4.2.2 乙腈：色谱纯。

4.2.3 乙醇。

4.2.4 石油醚（沸程：60℃~90℃）。

4.2.5 山茶苷 A 标准品：分子式 $C_{33}H_{40}O_{20}$ 、含量 ≥ 98%。

4.2.6 60%的乙醇溶液：取 600 mL 乙醇（4.2.3），加 400 mL 水，混匀。

4.3 标准溶液的制备

取山茶苷 A 对照品适量，准确称定，置容量瓶中，加甲醇（4.2.1）0.5 mL 溶解，用 60%乙醇（4.2.6）定容，制成每毫升中含 1.0 mg 山茶苷 A 的溶液。

5 仪器与设备

- 5.1 高效液相色谱仪带紫外检测器、进样器，其灵敏度及稳定性符合中华人民共和国药典(2015年版)。
- 5.2 高效液相色谱仪色谱数据处理工作站。
- 5.3 超声波清洗仪。
- 5.4 水浴锅。
- 5.5 分析天平：感量 0.000 1 g。
- 5.6 索氏提取器。
- 5.7 滤膜：孔径 0.45 μm，有机系。
- 5.8 分样筛：三号筛。

6 测定步骤

6.1 样品的制备

取经粉碎过三号筛后的样品粉末0.2 g（精确至0.000 1 g），置索氏提取器中，加250 mL石油醚（4.2.4），在70℃下回流至无色，放冷，弃石油醚液，挥干残留溶剂，加60%乙醇（4.2.6）60 mL，常温下超声（功率200 W，频率 40 kHz）提取20 min。提取液过滤后，转移至100 mL容量瓶中，用少量溶剂清洗滤渣，一并转入容量瓶中，加60%乙醇（4.2.6）稀释至刻度，摇匀，过0.45 μm微孔滤膜，上高效液相色谱仪测定。

6.2 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

- 色谱柱：C₁₈（4.6 mm×250 mm，5 μm），或性能相当的色谱柱；
- 柱温：室温；
- 流动相：乙腈：水（23：77）；
- 进样量：10 μL；
- 流动相流速：1.0 mL/min；
- 检测波长：265 nm；
- 检测灵敏度：1 AUFS；
- 山茶苷 A 理论塔板数：≥5 000。

6.3 测定

分别精密吸取标准品溶液与样品溶液各10 μL，注入高效液相色谱仪，测定，即得色谱峰面积响应值。外标峰面积法定量。在6.2色谱条件下，对照品溶液和试样溶液的高效液相色谱图参见附录A。

7 计算公式和结果表达

7.1 计算公式

试样中山茶苷A的质量分数X（%），按式（1）计算：

$$X = \frac{A_s \times V \times \rho \times 100}{A_{sd} \times m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

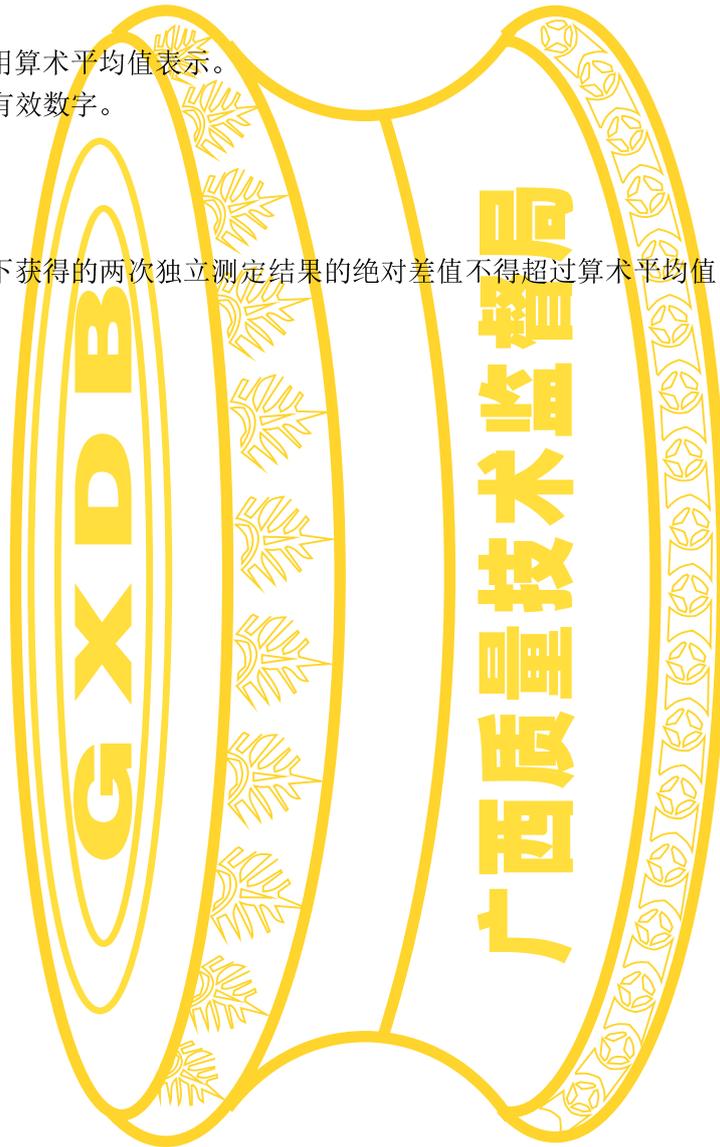
- V —— 试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；
 A_s —— 试样溶液中山茶苷A色谱峰面积响应值；
 A_{sd} —— 对照品溶液中山茶苷A色谱峰面积响应值；
 ρ —— 对照品溶液中山茶苷A的含量，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
 m —— 试样的质量，单位为克（g）。

7.2 结果表达

平行测定结果用算术平均值表示。
结果保留两位有效数字。

8 重复性

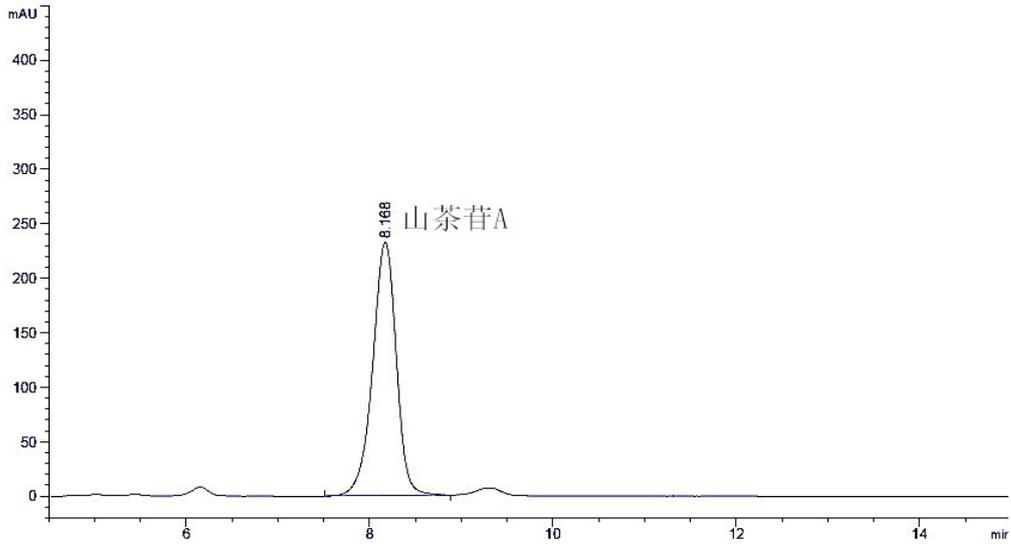
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。



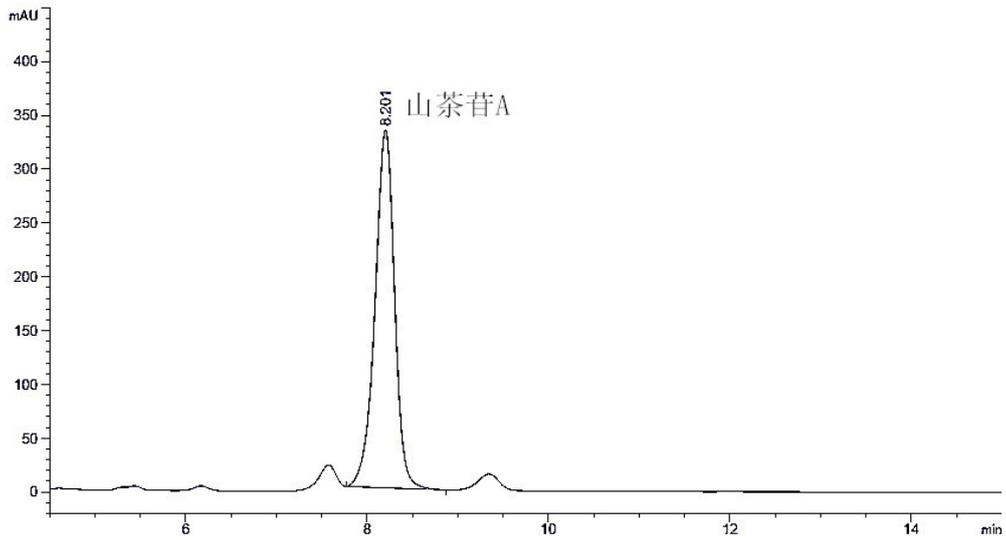
附录 A
(资料性附录)

山茶苷 A 对照品和石崖茶样品高效液相色谱图

山茶苷A对照品和石崖茶样品高效液相色谱图见图A. 1、图A. 2。



图A. 1 山茶苷 A 对照品高效液相色谱图



图A. 2 石崖茶样品高效液相色谱图

中华人民共和国广西地方标准
石崖茶中山茶苷 A 的测定高效液相色谱法
DB45/T 1428—2016
广西壮族自治区质量技术监督局统一印刷
版权专有 侵权必究