

陈皮

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶 带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 陈皮-含量测定

药典对比: 修订, 含量测定方法发生改变

原 2015 版药典测定“橙皮苷”

色谱条件与系统适用性试验: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-醋酸-水 (35: 4: 61) 为流动相; 检测波长为 283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备: 取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.4mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品粗粉约 1g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) 80ml, 加热回流 2~3 小时, 弃去石油醚, 药渣挥干, 加甲醇 80ml, 再加热回流至提取液无色, 放冷, 滤过, 滤液置 100ml 量瓶中, 用少量甲醇分数次洗涤容器, 洗液滤入同一量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

现 2015 版药典测定“橙皮苷”

【溶液配制】

对照品溶液的制备: 取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品粗粉 (过二号筛) 约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 300 W, 频率: 40kHz) 45 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

【系统适用性要求】 理论板数按橙皮苷峰和川陈皮素峰峰计算应不低于 2000。

1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346)

流动相: 乙腈:水(22:78)

流速: 1ml/min

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 283nm

进样量: 5 μ l

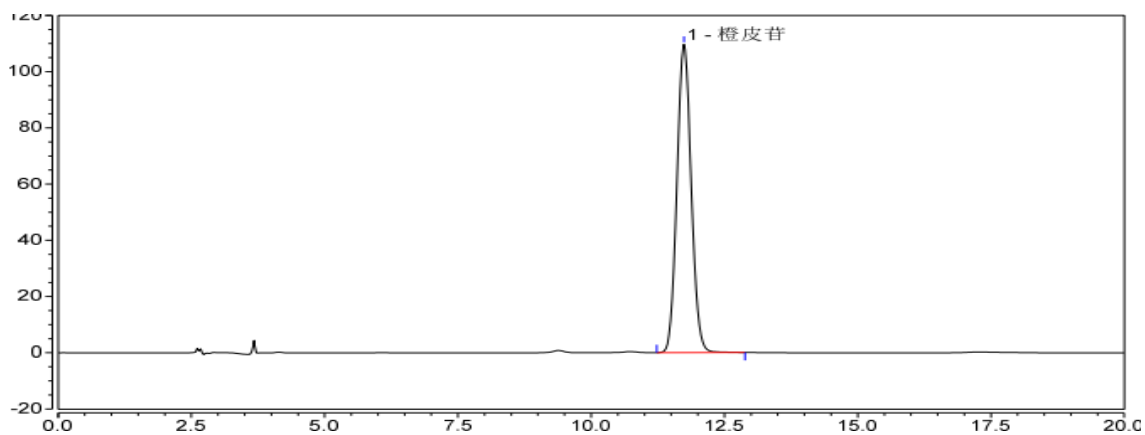
柱压: 114 bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

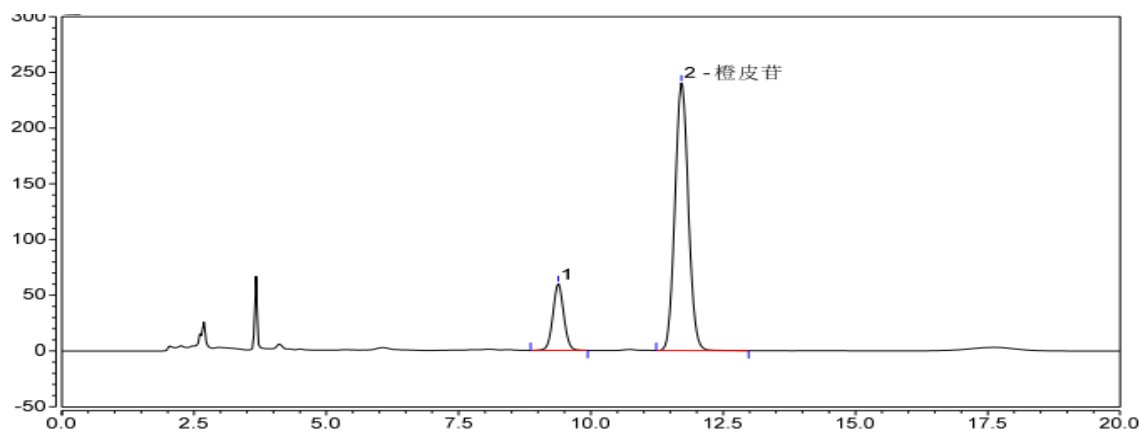
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



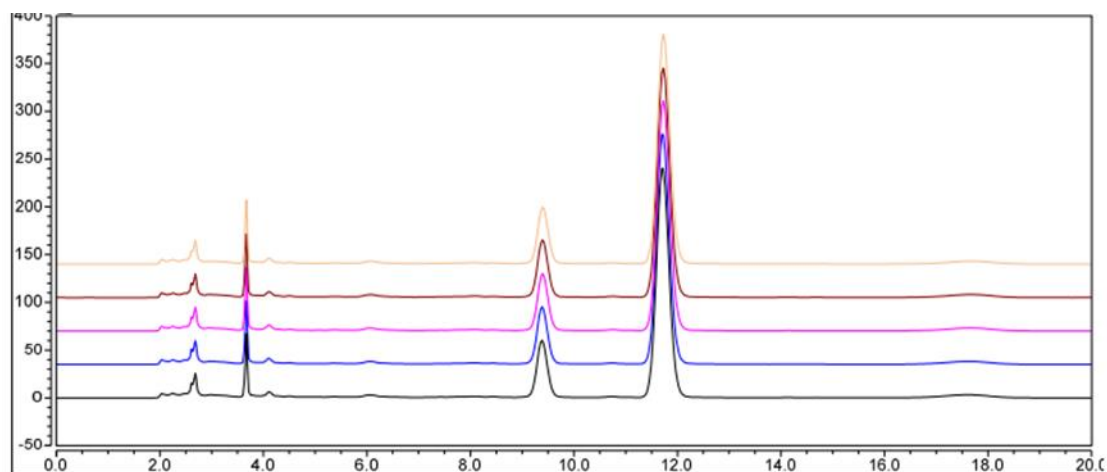
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	橙皮苷	11.740	34.115	109.664	9094	1.08

供试品图谱:



序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1		9.383	14.326	59.958	10022	1.04	5.55
2	橙皮苷	11.713	70.474	240.194	10197	1.06	

重现性:



进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	11.7	70.474	240.194	10197	1.06
2	11.7	70.495	241.020	10253	1.08
3	11.7	70.488	240.687	10241	1.07
4	11.7	70.477	240.040	10175	1.07
5	11.7	70.484	240.267	10238	1.0

说明: 本次实验按照药典公示稿要求进行, 无改动。

3. 结论

橙皮苷按照新 2020 版含量检测方法检测，供试品理论塔板数达 10022，且 5 次重复实验理论塔板数及保留时间没有下降，故 Inertsustain C18 适合用于 2020 版药典陈皮检测项下橙皮苷的含量分析。