

淫羊藿

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 × 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: 含量测定-总黄酮醇苷

药典对比:

修订检测方法

2015 药典以乙腈: 水=30: 70 等度洗脱, 理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 1500; 新药典更新为梯度洗脱方式, 详见如下色谱条件, 理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 8000。

新增供试品检测要求

新版药典要求相对保留时间及校正因子: 以淫羊藿苷对照品为参照, 以其相应的峰为S峰, 计算朝藿定A、朝藿定B、朝藿定 C 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内。

相对保留时间及校正因子见下表。

待测成分 (峰)	相对保留时间	校正因子
朝藿定 A	0.73	1.35
朝藿定 B	0.81	1.28
朝藿定 C	0.90	1.22
淫羊藿苷 (S)	1.00	1.00

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 ml 含 40 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品叶片, 粉碎过三号筛, 取 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形

中精密加稀乙醇 20ml, 称定重量, 超声处理 (功率: 400W, 频率 50kHz) 60 分钟, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失重量, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

【系统适用性要求】 理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 8000。

【色谱条件】

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

流动相: 以乙腈为流动相 A, 水为流动相 B, 按下表中的规定 进行梯度洗脱

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~30	24→26	76→74
30~31	26→45	74→55
31~45	45→47	55→53

流速: 1ml/min

柱温: 30°C

检测波长: 270nm

进样量: 10 μ l

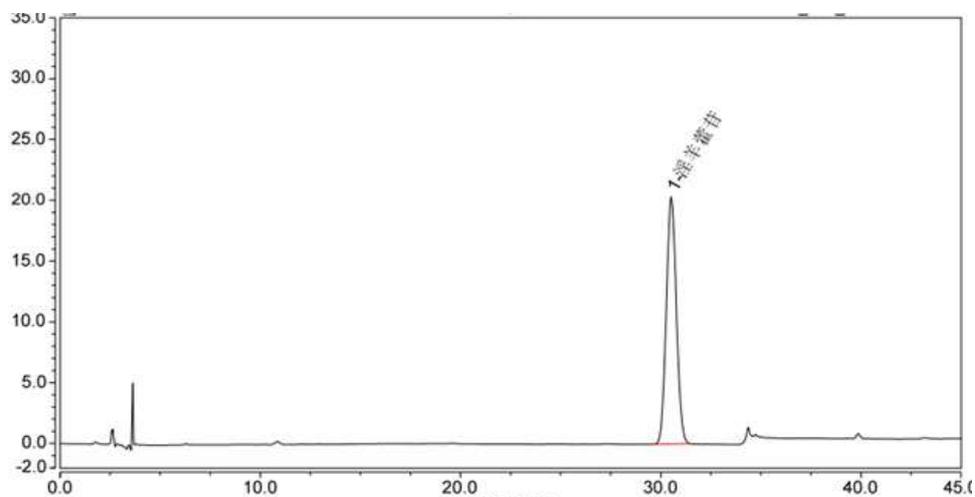
柱压: 104 bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

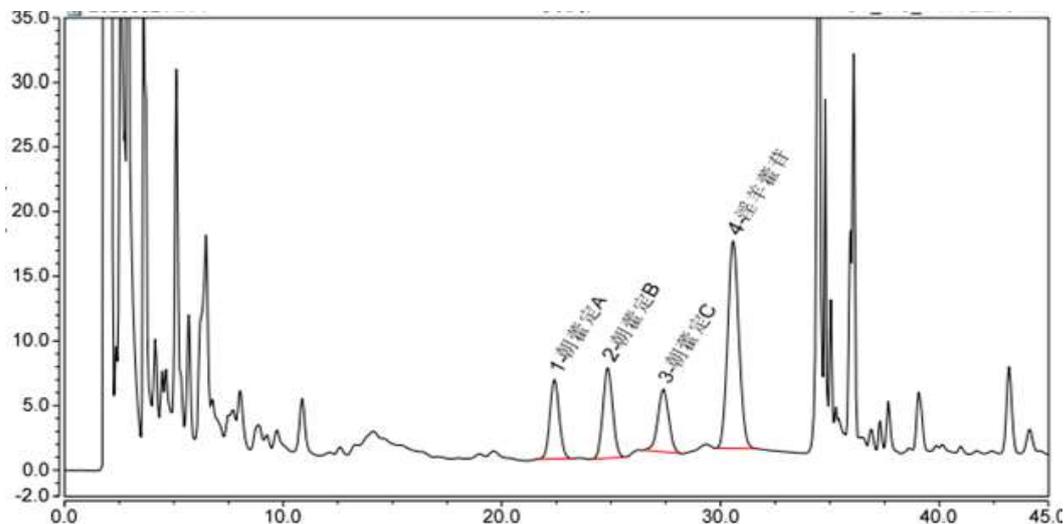
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



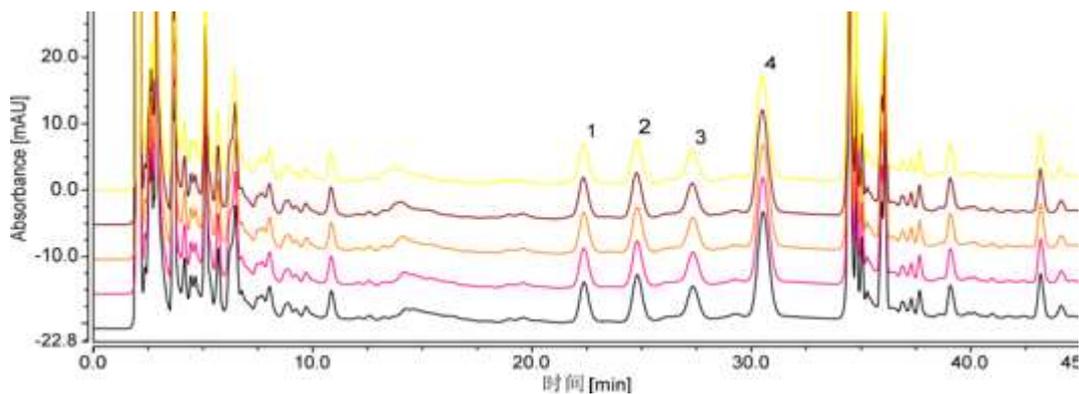
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	淫羊藿苷	30.523	11.822	20.327	17438	1.06

供试品图谱:



序号	名称	t/min	相对保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	朝藿定 A	22.407	22.321	3.050	6.144	12982	1.07	3.02
2	朝藿定 B	24.847	24.767	3.647	7.020	14381	1.05	2.93
3	朝藿定 C	27.383	27.519	2.815	4.864	14745	0.98	3.45
4	淫羊藿苷	30.577	30.577	9.526	16.056	16674	1.08	

重现性:



进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	30.537	9.529	15.729	16007	1.08
2	30.527	9.513	15.673	15852	1.08
3	30.530	9.499	15.467	15560	1.08
4	30.500	9.508	15.456	15359	1.08
5	30.497	9.545	15.461	15320	1.08

说明：此试验按照药典方法进行检测，没有改动。

3. 结论

淫羊藿苷按照新2020版含量检测方法检测，供试品理论塔板数可达1.5万以上，且5次重复实验数据良好；计算朝藿定A、朝藿定B、朝藿定 C 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内。故InertSustain C18 5 μm 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346) 适合用于2020版药典淫羊藿的分析。