

半枝莲

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：野黄芩苷-含量测定

药典对比：修订鉴别、检查等方法要求，对野黄芩苷测定的方法及要求没有变化。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取野黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1mL含80 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）提取至无色，弃去醚液，药渣挥去石油醚，加甲醇继续提取至无色，转移至100mL量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，精密量取25mL，回收溶剂至干，残渣用20%甲醇溶解，转移至25mL量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

【系统适用性要求】 理论板数按野黄芩苷峰计算应不低于1500。

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：甲醇-水:醋酸(61:4) (33:67)

流速：1mL/min

柱温：25 $^{\circ}$ C

检测波长：335nm

进样量：10 μ L

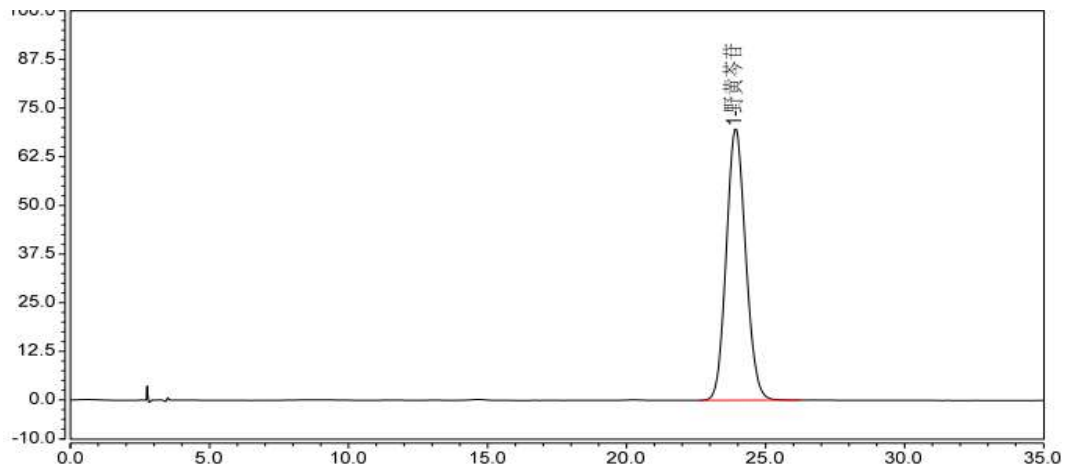
柱压：166bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

检测器：DAD

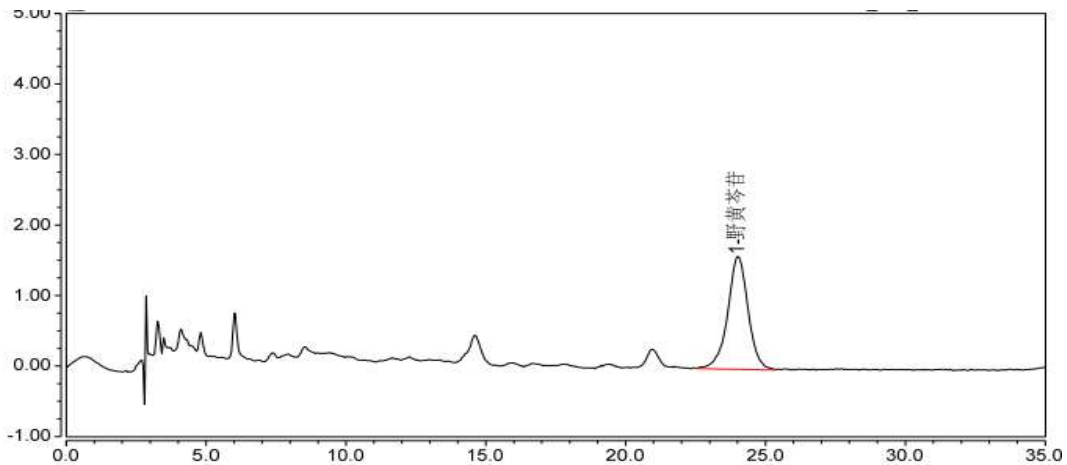
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



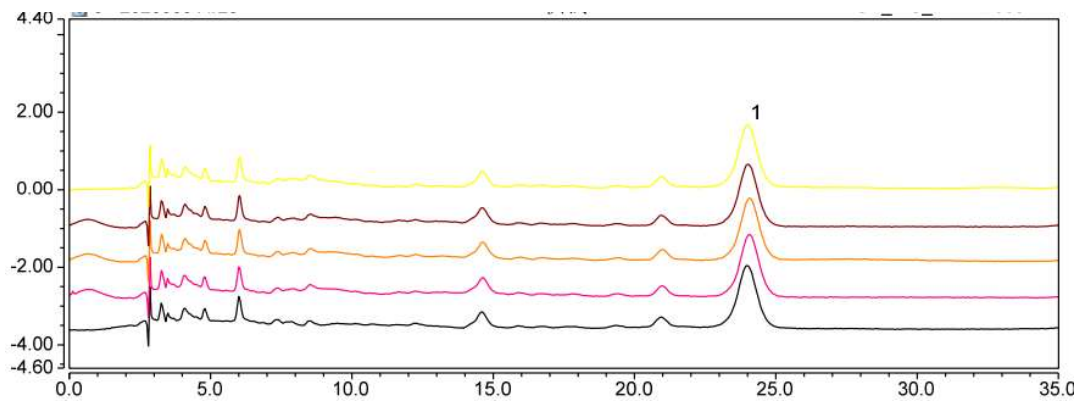
| 序号 | 名称 | t/min | 峰面积 | 峰高 | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|----|------|--------|--------|--------|-------|------|
| 1 | 野黄芩苷 | 23.920 | 56.398 | 69.870 | 5622 | 1.10 |

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 |
|----|------|--------|-------|-------|-------|------|
| 1 | 野黄芩苷 | 24.007 | 1.356 | 1.603 | 5213 | 0.98 |

数据重现性:



| 进样针数 | t/min | 峰面积 | 峰高 | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|------|--------|-------|-------|-------|------|
| 1 | 23.993 | 1.350 | 1.608 | 4990 | 0.96 |
| 2 | 24.050 | 1.342 | 1.611 | 4964 | 0.98 |
| 3 | 24.090 | 1.321 | 1.594 | 4603 | 0.95 |
| 4 | 24.007 | 1.356 | 1.603 | 5213 | 0.98 |
| 5 | 24.000 | 1.351 | 1.616 | 4973 | 0.95 |

说明：本实验在药典允许范围内对流动相比比例进行了调整，以满足分离度要求。

3. 结论

按照2020版药典要求，使用InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346)，在药典允许范围内对流动相比比例进行适当调整，对其中物质含量进行测定，目标物与杂质分离度良好。以野黄芩苷计，其理论塔板数满足药典要求。5次实验重复性良好。故InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346) 满足2020版药典对半枝莲的分析要求。