

## 天麻头痛片

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain AQ-C18 5 $\mu$ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-89731)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 $\mu$ 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

满足2020版药典检测项目: 天麻素-含量测定的要求。

##### 【溶液配制】

**对照品溶液的制备** 取天麻素对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每1mL含25 $\mu$ g的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品20片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 取约2.5g, 精密称定, 精密加入甲醇50mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率250W, 频率40kHz) 30分钟, 静置24小时, 振摇后再超声处理30分钟, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 滤过, 精密吸取续滤液20mL, 回收溶剂至干, 残渣精密加水50mL, 称定重量, 超声处理30分钟, 再称定重量, 用水补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液25mL, 用乙酸乙酯振摇提取5次(20mL, 20mL, 10mL, 10mL, 10mL) 合并乙酸乙酯液, 用水10mL振摇提取1次, 合并水液, 蒸干, 残渣加水少量使溶解, 转移至10mL量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**【系统适用性要求】** 理论板数按天麻素峰计算应不低于4000。

##### 色谱条件

色谱柱: InertSustain AQ-C18 5 $\mu$ m 250×4.6mm (P/N:5020-89731)

流动相: 乙腈-水(1: 100)

流速: 1mL/min

柱温: 25 °C

检测波长: 220nm

进样量: 10 $\mu$ L

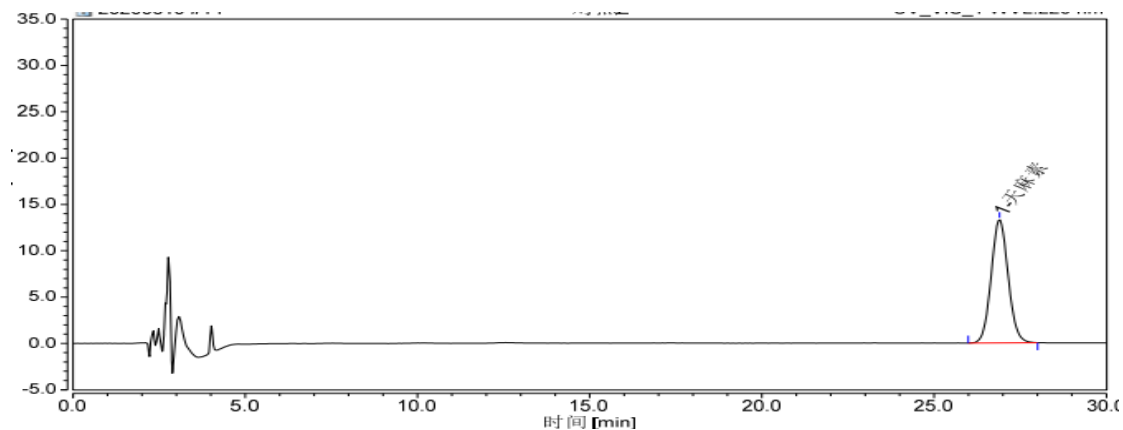
柱压: 100bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

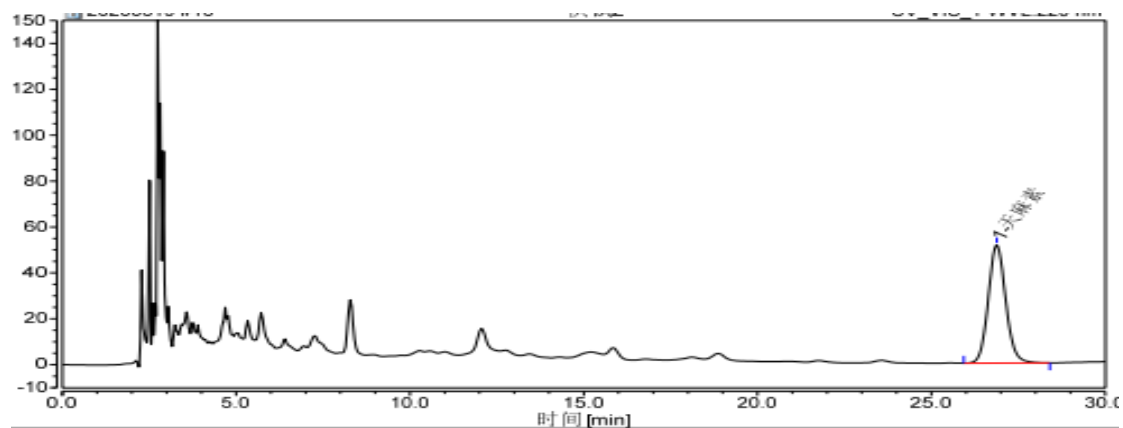
## 2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



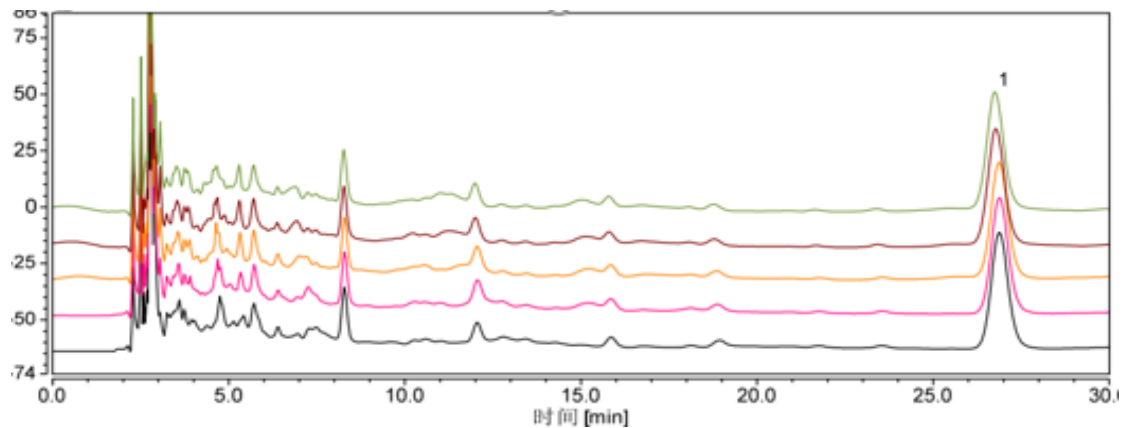
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	天麻素	26.897	7.615	13.306	14190	1.07

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	天麻素	26.880	29.952	51.544	14006	1.10	-

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	26.877	30.058	51.678	13969	1.11
2	26.880	29.952	51.544	14006	1.10
3	26.867	29.272	51.065	14180	1.09
4	26.777	29.526	51.405	14194	1.10
5	26.750	30.255	52.030	14003	1.11

说明：此试验按照药典方法进行检测，没有改动。

### 3. 结论

按照2020版药典要求，使用InertSustain AQ-C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-89731)，对天麻头痛片中物质含量进行测定，目标物与相邻杂质分离度良好。以天麻素计，其理论塔板数满足药典要求，且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-89731) 满足2020版药典对天麻头痛片的分析要求。