

## 重楼

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱：InertSustain C18 5 $\mu$ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-07346)
- 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

检测项目：重楼皂苷I、重楼皂苷II、重楼皂苷VII-含量测定

药典对比：修订了对照品溶液的配制。

##### 【溶液配制】

**对照品溶液的制备** 取重楼皂苷I对照品、重楼皂苷II对照品和重楼皂苷VII对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1mL各含0.4mg的混合溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙醇25mL，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**【系统适用性要求】** 理论板数按重楼皂苷VII峰计算应不低于4000。

##### 色谱条件

色谱柱：InertSustain C18 5 $\mu$ m 250×4.6mm (P/N:5020-07346)

流动相：以乙腈为流动相 A，以水为流动相 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%
0~40	30→60	70→40
40~50	60→30	40→70

流速：1mL/min

柱温：25℃

检测波长：203nm

进样量：10 $\mu$ L

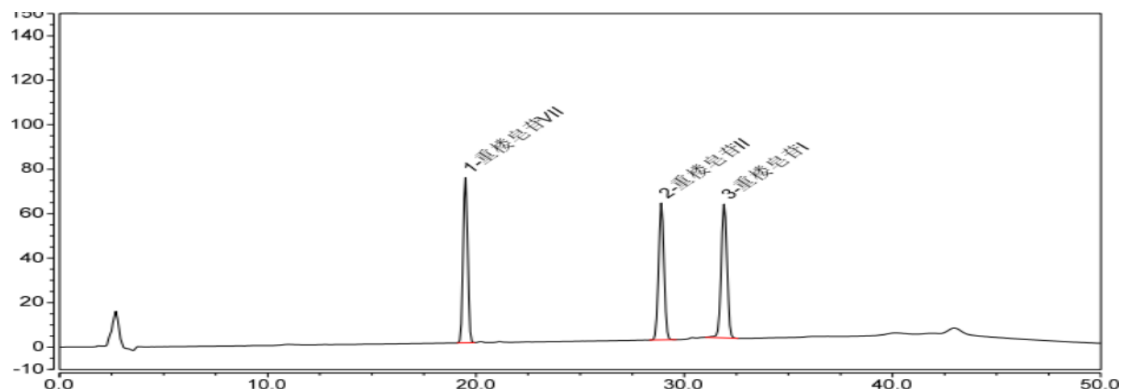
柱压：110bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

检测器：DAD

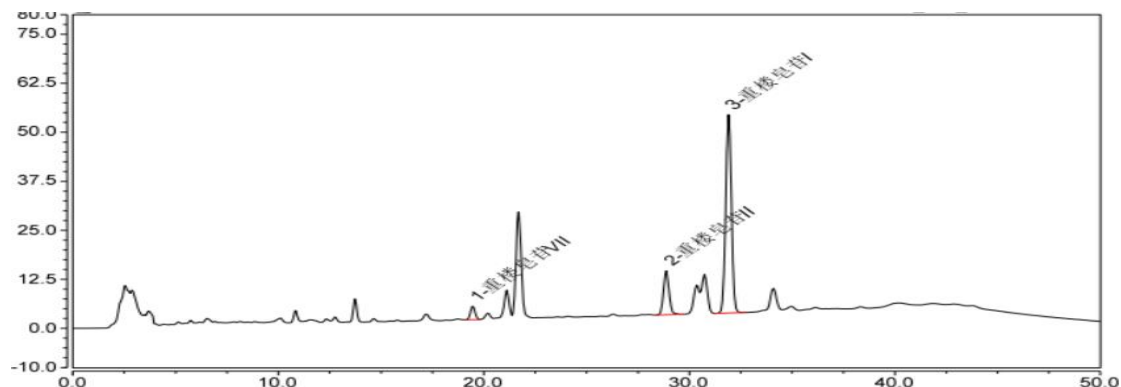
## 2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



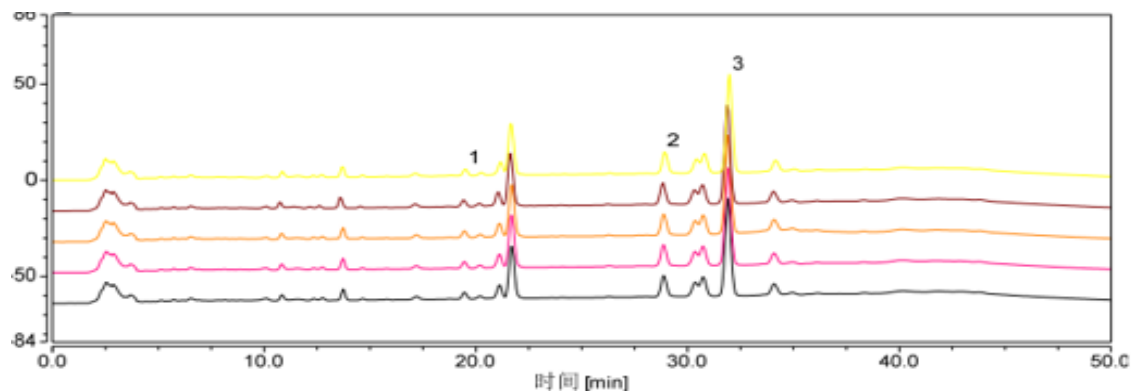
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	重楼皂苷VII	19.490	18.681	74.254	37463	1.02	21.33
2	重楼皂苷 II	28.900	18.478	61.548	58076	1.01	6.09
3	重楼皂苷 I	31.913	19.439	60.179	62562	1.01	

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	重楼皂苷VII	19.457	0.894	3.533	36851	1.05	21.14
2	重楼皂苷 II	28.873	3.498	11.208	56561	1.08	6.07
3	重楼皂苷 I	31.907	16.365	50.626	61549	1.02	

数据重现性:



重楼皂苷VII计:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	19.457	0.894	3.533	36851	1.05	21.14
2	19.450	0.898	3.553	37232	1.04	21.17
3	19.453	0.896	3.542	37242	1.05	21.20
4	19.417	0.901	3.558	37088	1.04	21.27
5	19.500	0.902	3.542	37232	1.03	21.19

重楼皂苷 II 计:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	28.873	3.498	11.208	56561	1.08	6.07
2	28.863	3.505	11.260	56394	1.09	6.05
3	28.870	3.507	11.225	56673	1.09	6.09
4	28.830	3.511	11.320	57293	1.09	6.14
5	28.923	3.528	11.272	56878	1.10	6.10

重楼皂苷I计:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	31.907	16.365	50.626	61549	1.02	-
2	31.897	16.418	50.572	60919	1.03	-
3	31.907	16.341	50.915	62179	1.02	-
4	31.873	16.402	51.217	62684	1.02	-
5	31.970	16.450	50.987	61947	1.02	-

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 C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346), 对重楼中物质含量进行测定, 目标物及相邻杂质分离度良好。以重楼皂苷VII计, 其理论塔板数远高于药典要求, 且5次实验重复性良好。故InertSustain C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346) 满足2020版药典对重楼的分析要求。