

淫羊藿

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: Inertsil ODS-HL 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-87132)

GL Filter针式过滤器 (GLS0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)

GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

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:

(1) 修订检测方法

2015版药典: 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;
2020版药典: 梯度洗脱, 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。

(2) 新增供试品检测要求

2020版药典相对保留时间及校正因子要求: 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 ± 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

1.3 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 1mL 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，用稀乙醇补足缺失重量，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

1.4 系统适用性要求

理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 8000。

1.5 色谱条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 5 μ m 250 \times 4.6mm （P/N:5020-87132）

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：1.0 mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

检测波长：270 nm

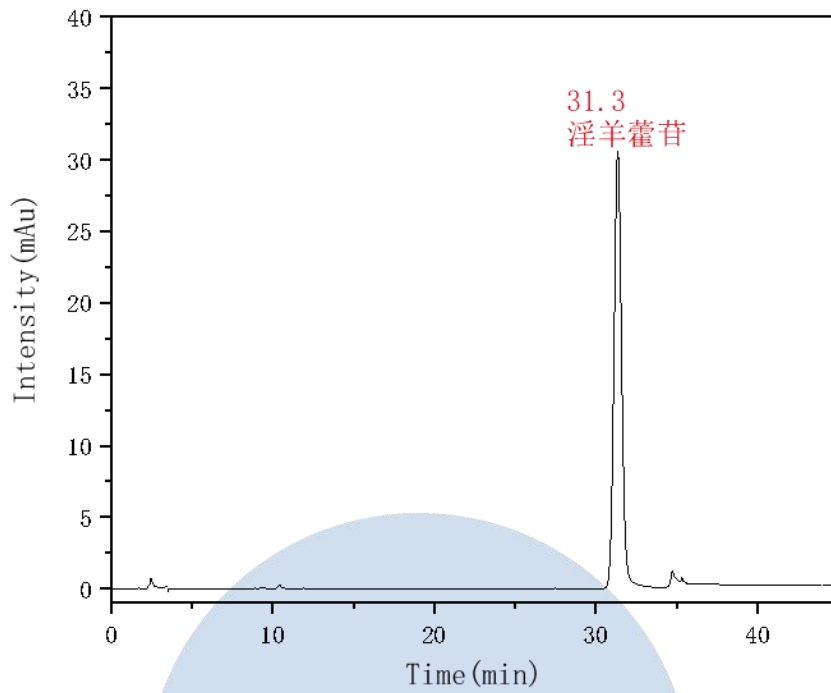
进样量：10 μ L

仪器型号：Hitachi Chromaster

检测器：UV

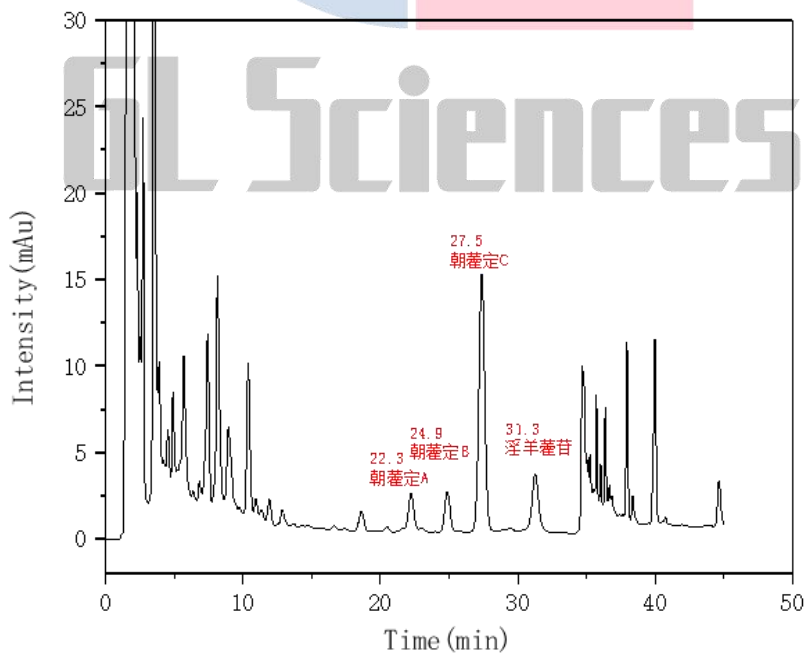
2. 实验结果与讨论

对照品图谱：



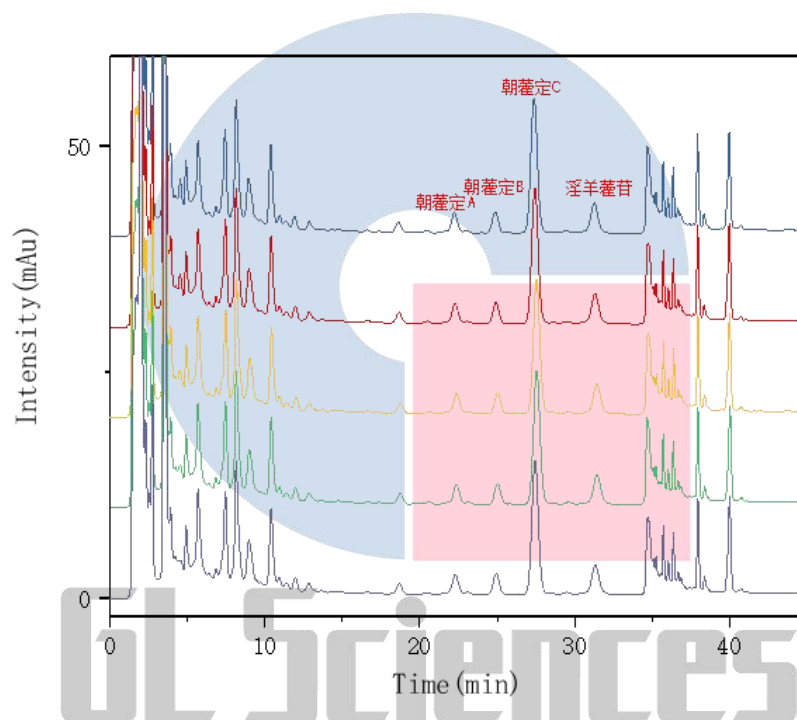
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	淫羊藿苷	31.3	993.84	30.46	21724	1.05

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	22.3	0.71	57.24	2.101	16123	1.00	-
2	朝藿定 B	24.9	0.79	64.36	2.341	18563	1.01	3.69
3	朝藿定 C	27.5	0.87	442.23	14.75	19151	1.03	3.30
4	淫羊藿苷	31.3	1	102.10	3.15	21849	1.02	4.72

重现性:



进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	31.34	91.99	3.02	23257	1.07
2	31.46	91.35	2.98	23065	1.02
3	31.43	92.27	3.03	23380	1.02
4	31.32	91.14	3.02	23401	1.02
5	31.28	91.67	3.06	23709	1.02

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，淫羊藿苷理论塔板数可达 2 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 Inertsil ODS-HL $5\mu\text{m}$ $250 \times 4.6\text{mm}$ (P/N:5020-87132) 适合用于 2020 版药典淫羊藿的分析。

