

# 金银花

## 1. 实验分析

### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustainSwift C18 5 $\mu$ m 250  $\times$  4.6mm (P/N: 5020-88027)
- GL Filter 针式过滤器 (GLS0604 25mm x 0.22 $\mu$ m Nylon)
- GL Vial 样品瓶 (GLS0008 2mL 透明瓶带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

### 1.2 溶液配制

对照品溶液的制备: 取绿原酸对照品、3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸对照品和4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加75%甲醇制成每1mL含0.28mg、0.15mg、44 $\mu$ g的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品粉末(过四号筛)约0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入75%甲醇50mL, 称定重量, 超声处理(功率500W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 再称定重量, 用75%甲醇补足减失的重量, 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2 $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

【系统适用性要求】理论板数按绿原酸峰计算应不低于10000。

### 1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustainSwift C18 5 $\mu$ m 250  $\times$  4.6mm (P/N: 5020-88027)

流动相 A: 乙腈

流动相 B: 0.1%磷酸溶液

梯度洗脱:

时间 (分钟)	流动相 A	流动相 B
0	14	86
8	19	84
14	19	81
34	31	69
35	90	10
40	90	10

※完全按照药典方法进行分析

流速: 0.7mL/min

柱温: 25°C

检测波长: 327nm

进样量: 2  $\mu$ L

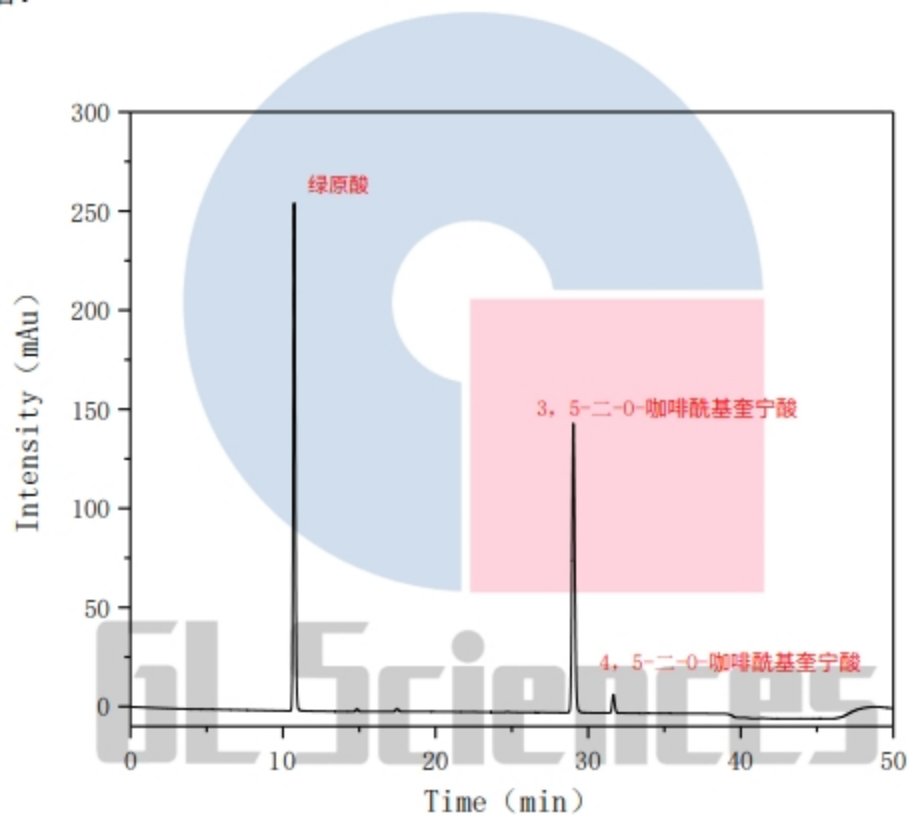
柱压: 10 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

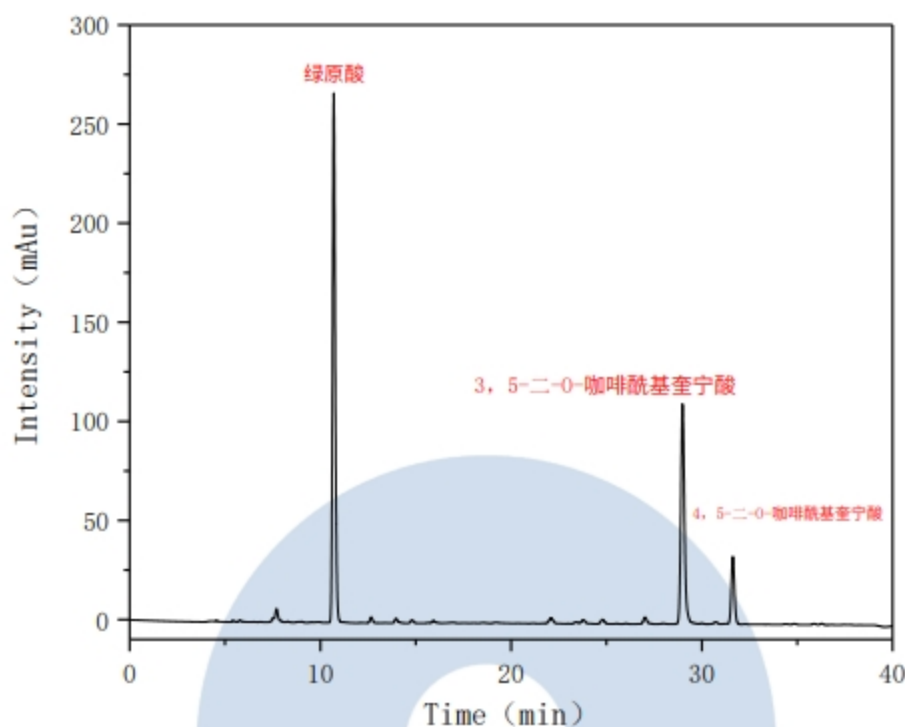
## 2. 实验结果与讨论对

照品图谱:



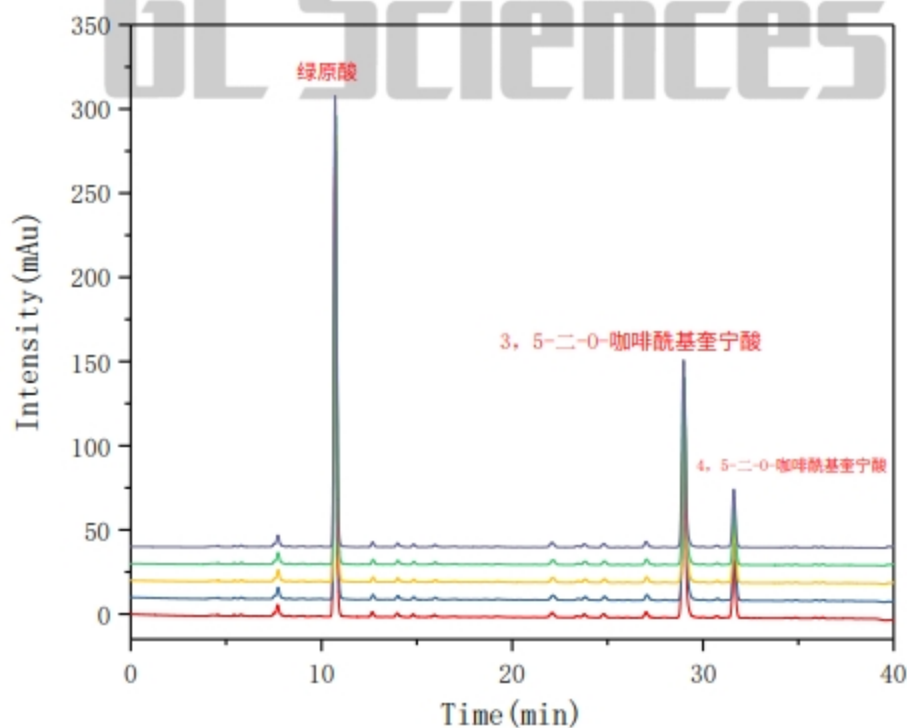
No.	Name	RRT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	绿原酸	10.73	2421.50	256.11	30065	1.14
2	3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	29.03	1844.50	145.74	123041	1.09
3	4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	31.66	106.48	9.32	176381	1.07

供试品图谱:



No.	Name	RRT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	绿原酸	10.73	2585.14	267.21	29192	1.17
2	3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	28.99	1462.76	111.05	120153	1.11
3	4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	31.63	393.13	34.10	174307	1.07

数据重现性:



### 以绿原酸计

No.	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry	Res
1	10.70	2585.13	267.21	29192	1.17	/
2	10.74	2579.71	266.50	29414	1.15	/
3	10.74	2569.07	265.54	29440	1.17	/
4	10.74	2581.01	266.51	29394	1.17	/
5	10.72	2590.36	267.57	29271	1.18	/

### 以3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸计

No.	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry	Res
1	10.70	2585.13	267.21	29192	1.17	/
2	10.74	2579.71	266.50	29414	1.15	/
3	10.74	2569.07	265.54	29440	1.17	/
4	10.74	2581.01	266.51	29394	1.17	/
5	10.72	2590.36	267.57	29271	1.18	/

### 以4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸计

No.	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry	Res
1	31.63	393.13	34.10	174307	1.07	2.94
2	31.66	392.92	34.09	175227	1.07	2.94
3	31.65	391.41	33.92	174821	1.07	2.94
4	31.64	395.34	34.24	175601	1.07	2.94
5	31.62	395.00	34.34	175609	1.07	2.94

说明：本实验按照药典方法进行检测，没有改动。

### 3. 特征图谱

#### 【色谱条件】

色谱条件与系统适用性试验除检测波长为 240nm 外，其他同【含量测定】酚酸类。

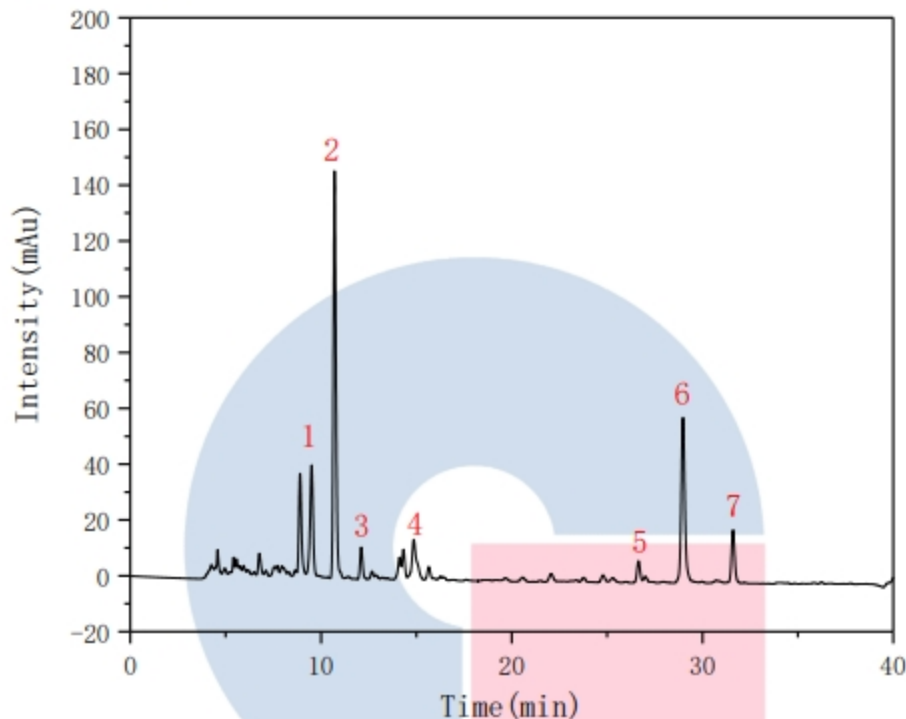
#### 【溶液配制】

参照物溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.40 mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 同【含量测定】酚酸类。

供试品特征图谱中应呈现7个特征峰，与参照物峰相应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，保留时间规定值为：0.91（峰1）、1.00[峰2（S）]、1.17（峰3）、1.38（峰4）、2.43（峰5）、2.81（峰6）、2.93（峰7）。

【分析结果】特征图谱：



7 个特征峰 峰 2(S)：绿原酸；峰 3：当药苷；峰 4：断氧化马钱子苷；峰 5：(Z)-二聚断马钱苷烯醛；峰 6：3,5-双咖啡酰奎宁酸；峰 7：4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸

No.	Name	RT/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	峰1	9.5	0.89	464.84	40.19	17960	0.92
2	绿原酸	10.7	1	1428.6	146.01	29301	1.19
3	当药苷	12.1	1.13	108.23	114.28	39054	1.16
4	断氧化马钱子苷	14.9	1.39	259.44	14.47	23441	1.15
5	(Z)-二聚断马钱苷烯醛	26.6	2.48	91.26	7.84	121072	1.13
6	3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	29	2.71	791.02	59.07	120022	1.18
7	4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	31.6	2.95	226.79	19.01	171694	1.11

说明：本实验完全按照药典标准规定进行，无改动。

#### 4. 结论

按照2020版中国药典要求，对其中物质含量进行测定，各物质分离度良好，以绿原酸计，其理论塔板数超过29000，且5次实验重复性良好。测试其特征图谱，各物质的相对保留时间满足药典要求。故InertSustainSwift C18 $5\mu\text{m}$ 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-88027)满足2020版药典对金银花的分析要求。