

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 μ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-89731)
- 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

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 μ 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 μ 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 μ L

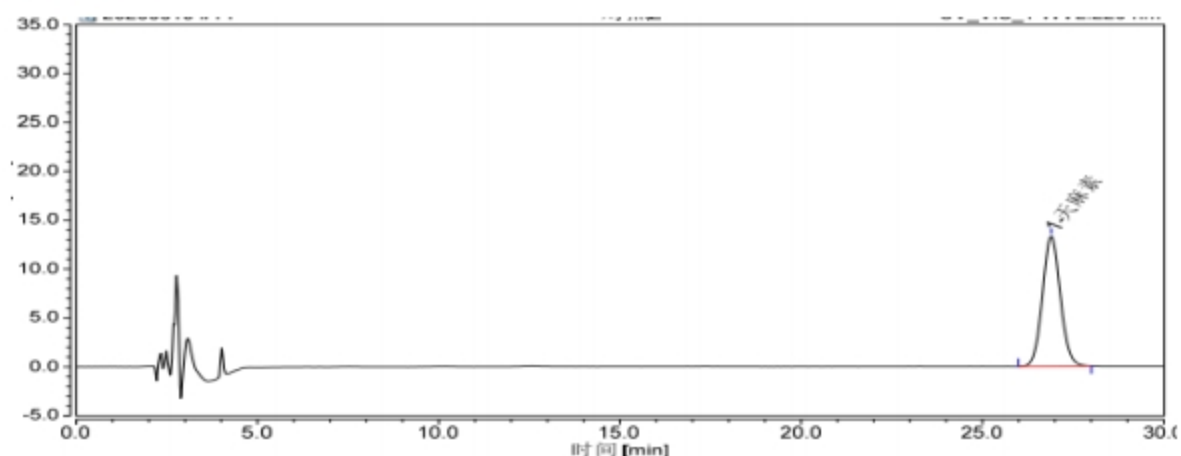
柱压: 100bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

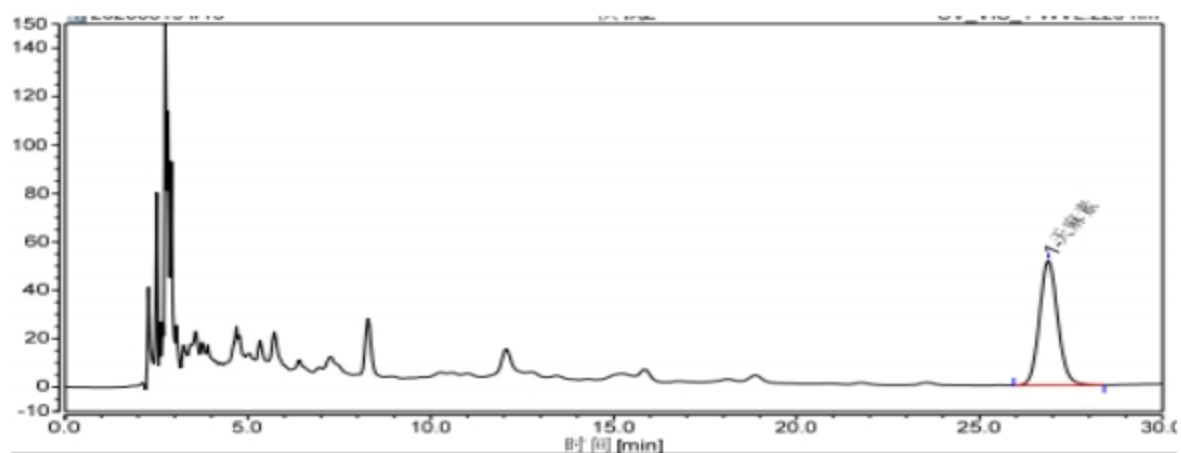
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



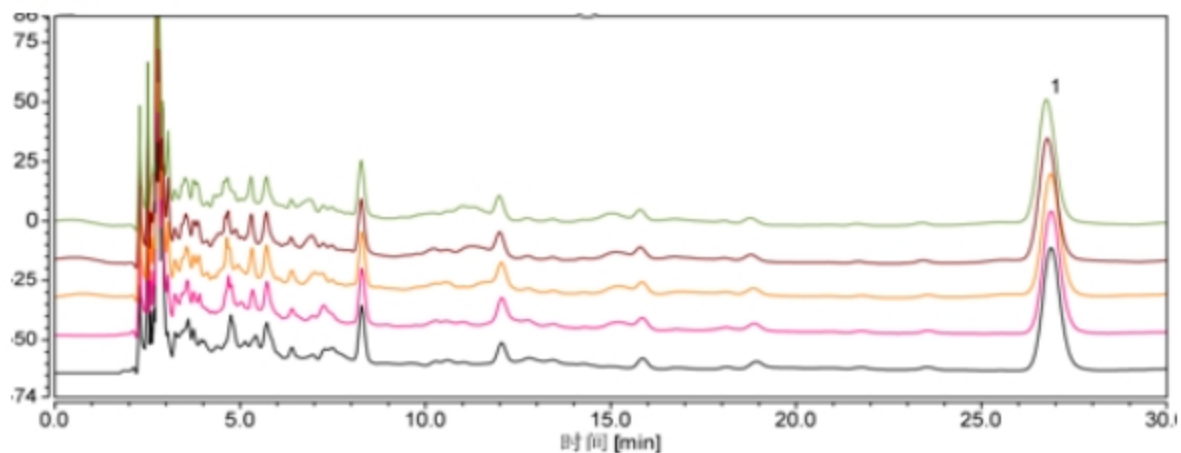
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	天麻素	26.897	7.615	13.306	14190	1.07

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 μ 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 μ m 250 $\times$ 4.6 mm（P/N:5020-89731）满足2020版药典对天麻头痛片的分析要求。