

## 天麻

## 1. 实验分析

## 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain AQ-C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:0502-89731)
- 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

检测项目: 特征图谱。

药典对比: 新增。

## 【溶液配制】

**参照品溶液的制备** 取天麻对照药材约0.5 g, 置具塞锥形瓶中, 加入50%甲醇25mL, 超声处理(功率500W, 频率40kHz) 30分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末(过四号筛) 约0.5 g, 照对照药材参照物溶液制备方法同法制成供试品溶液。

**【系统适用性要求】** 理论板数按天麻素峰计算应不低于5000。

## 1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustain AQ-C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:0502-89731)

流动相: 以乙腈为流动相A, 0.1%磷酸为流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱

| 时间(min) | 流动相A(%) | 流动相B(%) |
|---------|---------|---------|
| 0~10    | 3→10    | 97→90   |
| 10~15   | 10→12   | 90→88   |
| 15~25   | 12→18   | 88→82   |
| 25~40   | 18      | 82      |
| 40~42   | 18→95   | 82→5    |

流速: 0.8 ml/min

柱温: 30°C

检测波长: 220 nm

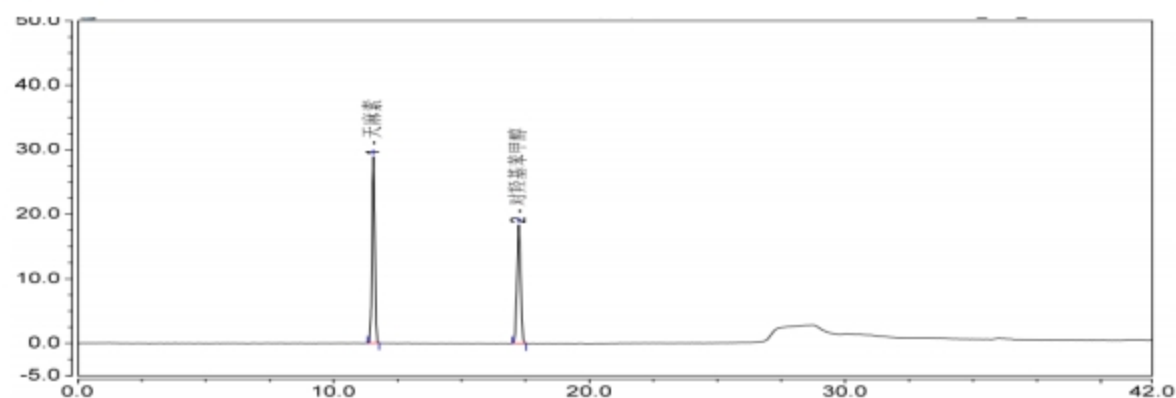
进样量: 3  $\mu$ l

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

## 2. 实验结果与讨论

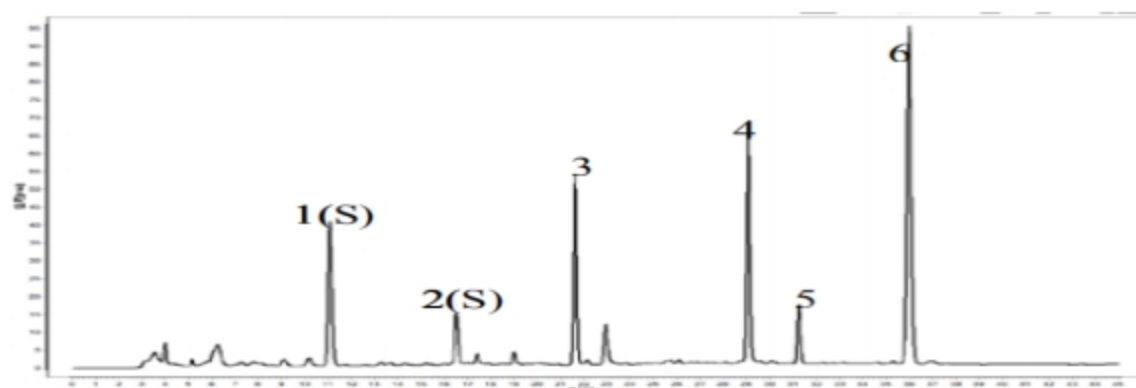
对照品图谱:



| 序号 | 名称     | t/min  | 峰面积    | 峰高     | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|----|--------|--------|--------|--------|-------|------|
| 1  | 天麻素    | 11.553 | 3.4884 | 28.897 | 57991 | 1.01 |
| 2  | 对羟基苯甲醇 | 17.240 | 3.0123 | 18.385 | 69675 | 1.03 |

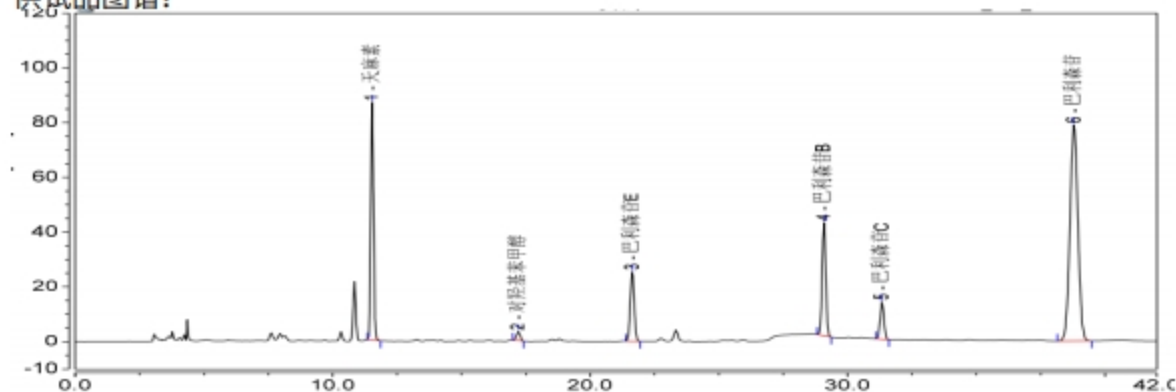
对照特征图谱:

供试品色谱中应呈现6个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰相对应:



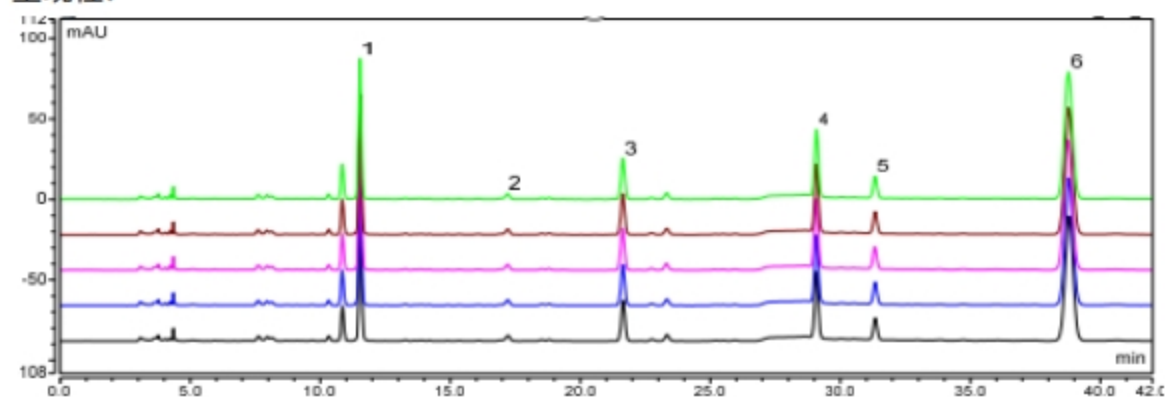
峰1 (S1): 天麻素; 峰2 (S2): 对羟基苯甲醇; 峰3: 巴利森苷E; 峰4: 巴利森苷B; 峰5: 巴利森苷C; 峰6: 巴利森苷

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 |
|----|--------|--------|---------|--------|-------|------|
| 1  | 天麻素    | 11.537 | 10.5733 | 86.934 | 56984 | 1.01 |
| 2  | 对羟基苯甲醇 | 17.217 | 0.5606  | 3.346  | 69716 | 0.90 |

重现性:



天麻素计:

| 进样针数 | t/min  | 峰面积    | 峰高     | 理论塔板数 | 拖尾因子 | 分离度   |
|------|--------|--------|--------|-------|------|-------|
| 1    | 11.543 | 10.466 | 85.883 | 56802 | 1.03 | 24.95 |
| 2    | 11.537 | 10.573 | 86.934 | 56984 | 1.01 | 25.01 |
| 3    | 11.537 | 10.767 | 88.739 | 57174 | 1.04 | 24.83 |
| 4    | 11.537 | 10.604 | 85.720 | 56317 | 1.03 | 24.73 |
| 5    | 11.527 | 10.559 | 87.009 | 56951 | 1.03 | 25.11 |

对羟基苯甲醇计:

| 进样针数 | t/min  | 峰面积   | 峰高    | 理论塔板数 | 拖尾因子 | 分离度   |
|------|--------|-------|-------|-------|------|-------|
| 1    | 17.223 | 0.567 | 3.330 | 69412 | 0.90 | 16.50 |
| 2    | 17.217 | 0.561 | 3.346 | 69716 | 0.90 | 16.44 |
| 3    | 17.210 | 0.569 | 3.402 | 68033 | 0.90 | 16.39 |
| 4    | 17.207 | 0.564 | 3.364 | 67759 | 0.91 | 16.42 |
| 5    | 17.213 | 0.565 | 3.365 | 70474 | 0.91 | 16.57 |

说明: 本实验对照特征图谱参照药典公示稿, 其他条件按公示稿要求进行

### 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:0502-89731) 测试天麻特征谱图, 相关物质分离度良好。以天麻素计, 其理论塔板数满足药典分析要求, 且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 5  $\mu$ m 250  $\times$  4.6mm (P/N:0502-89731) 满足2020版药典对天麻特征谱图的分析要求。