

莲子心

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

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

检测项目: 甲基莲心碱-含量测定

药典对比: (1) 测试目标物改变, 由莲心碱更改为甲基莲心碱; (2) 色谱分析条件进行了修改; (3) 对照品及供试品的配置方法进行了修订。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取甲基莲心碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1mL含0.1mg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, 精密加入2%盐酸甲醇溶液25mL, 称定重量, 超声处理 (功率250W, 频率40kHz) 30分钟, 放冷, 再称定重量, 用2%盐酸甲醇溶液补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液5mL, 蒸至近干, 残渣用甲醇溶解, 转移至10mL量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。【系统适用性要求】理论板数按甲基莲心碱峰计算应不低于5000。

1.3 色谱条件

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

流动相: 乙腈-0.015mol/L醋酸钠溶液 (每100mL中加十二烷基磺酸钠0.4g, 再以冰醋酸调pH值至3.0) (52:48)

流速: 1mL/min

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 282nm

进样量: 5 μ L

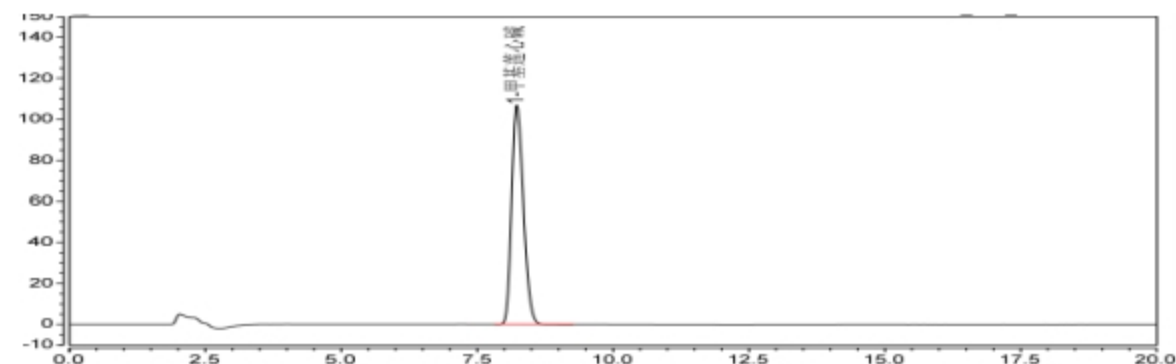
柱压: 92bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

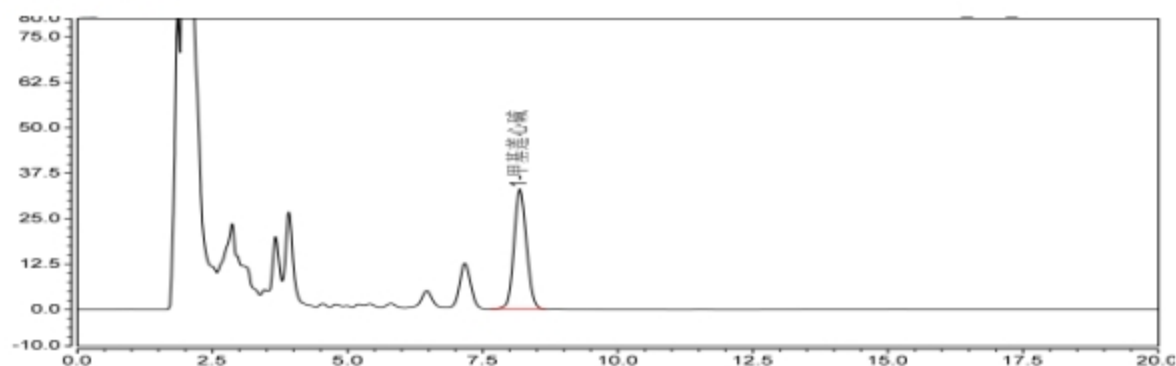
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



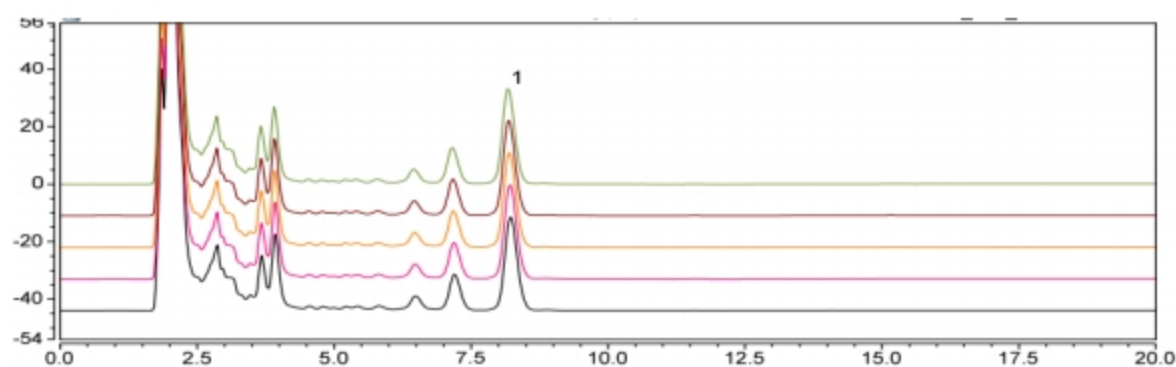
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	甲基莲心碱	8.230	26.820	106.896	6813	1.26

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	甲基莲心碱	8.187	8.810	33.016	6019	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	8.220	8.748	32.430	5894	1.10
2	8.210	8.788	32.664	5930	1.10
3	8.197	8.789	32.814	5965	1.10
4	8.187	8.810	33.016	6019	1.10
5	8.173	8.821	33.119	6044	1.10

说明: 实验中进样量由10 μ L调整为5 μ L, 否则会有过载现象。

3. 结论

按照2020版药典要求，使用InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346)，对其中物质含量进行测定，目标物与相邻杂质分离度良好。以甲基莲心碱计，其理论塔板数满足药典要求，且5次实验重复性良好。故InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346) 满足2020版药典对甲基莲心碱的分析要求。