

苦参

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustainSwift C18 5 μ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-88027)
- 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: 氧化苦参碱-含量测定。

药典对比: 修订对照品及供试品配置方法; 修订液相色谱分析流动相条件, 及理论塔板数要求。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取苦参碱对照品、氧化苦参碱对照品适量, 精密称定, 加乙醇分别制成每1mL含苦参碱50 μ g、氧化苦参碱0.15mg的溶液, 即得。

供试品溶液的制备取本品粉末(过三号筛)约0.3g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加浓氨试液0.4mL, 精密加入三氯甲烷25mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率250W, 率33kHz)40分钟, 放冷, 再称定重量, 用三氯甲烷补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液10mL, 回收溶剂至干, 残渣加无水乙醇适量使溶解, 转移至10mL量瓶中, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 即得。

【系统适用性要求】理论板数按氧化苦参碱峰计算应不低于4000。

【色谱条件】

色谱柱: InertSustainSwift C18 5 μ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-88027)

流动相A: 乙腈-[0.01mol/L乙酸铵溶液(浓氨试液调pH8.1)] (3:2)

流动相B: 0.01mol/L乙酸铵溶液(浓氨试液调pH8.1)

按下表要求进行梯度洗脱

时间(分钟)	流动相A (%)	流动相B (%)
0~20	10→30	90→70
20~40	30→35	70→65
40~50	35→60	65→40

流速: 1mL/min

柱温: 25°C

检测波长: 225nm

进样量: 5 μ L

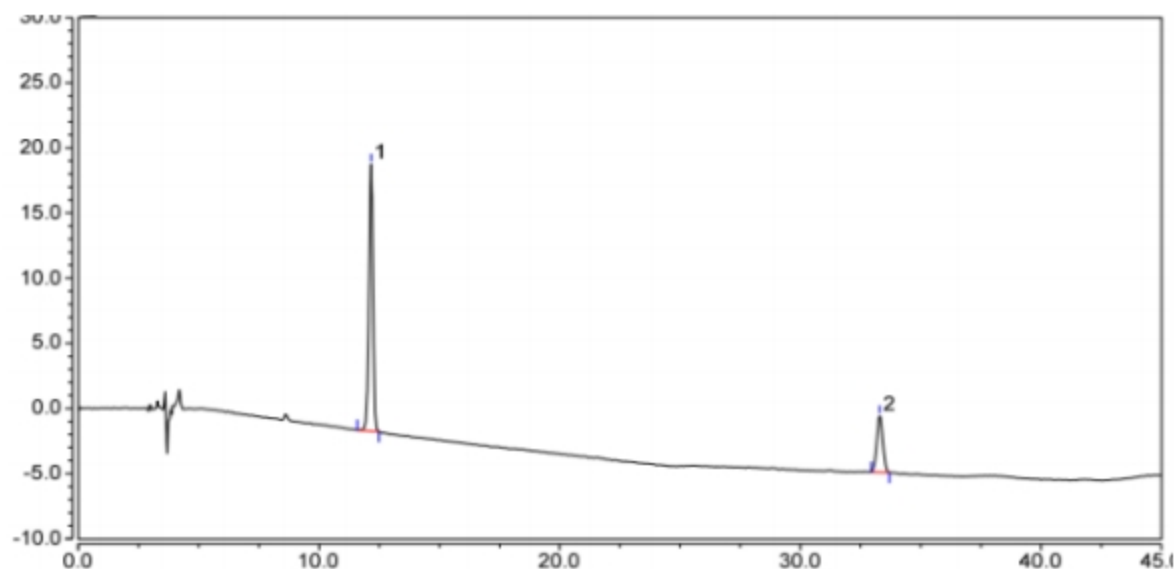
柱压: 141bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

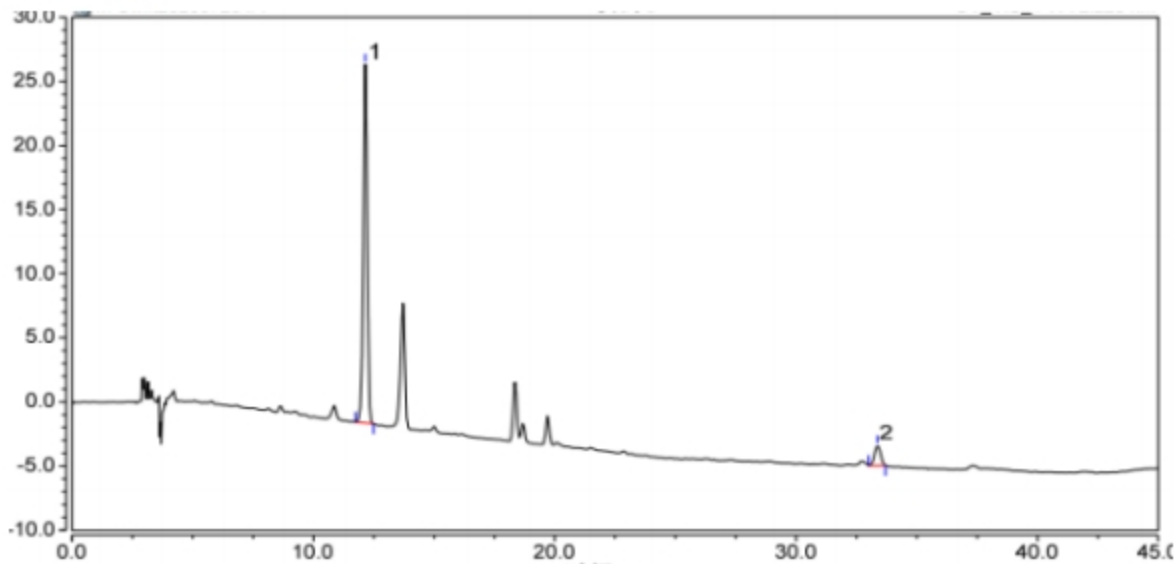
2. 色谱结果与讨论

对照品图谱:



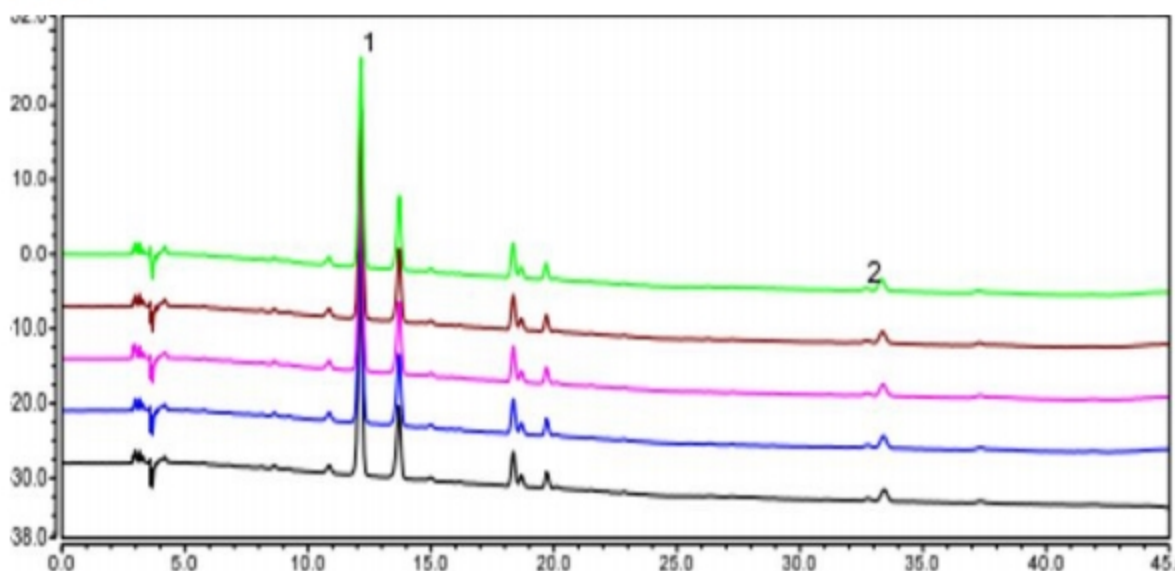
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	氧化苦参碱	12.163	3.927	20.487	26950	0.93
2	苦参碱	33.300	1.255	4.340	83308	1.03

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	氧化苦参碱	12.157	5.347	28.031	26480	0.93	-
2	苦参碱	33.363	0.438	1.543	98824	1.03	1.72

重现性:



氧化苦参碱

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	12.130	5.349	27.432	25202	0.92
2	12.143	5.357	27.638	25624	0.92
3	12.150	5.323	27.977	26481	0.94
4	12.157	5.347	28.031	26480	0.93
5	12.153	5.335	28.112	26776	0.94

苦参碱

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	33.430	0.427	1.510	90214	0.92
2	33.390	0.440	1.572	91910	1.00
3	33.367	0.443	1.552	93293	1.00
4	33.363	0.438	1.543	98824	1.03
5	33.320	0.442	1.555	97170	1.03

说明: 实验分析条件的流动相梯度程序稍有修改, 以使得苦参碱与其相邻杂峰的分度大于 1.5。

3. 结论

按照 2020 版药典要求, 适当调整流动相条件, 使用 InertSustainSwift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-88027) 液相柱分析苦参中氧化苦参碱和苦参碱。以氧化苦参碱计, 其理论塔板数远高于药典要求, 且氧化苦参碱和苦参碱与其相邻杂质分离良好。故 InertSustainSwift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-88027) 适合用于 2020 版药典对苦参的分析要求。