

穿心莲

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: 穿心莲内酯、新穿心莲内酯、14-去氧穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯-含量测定。

药典对比: 修订鉴别方法; 修订对照品、供试品配置方法; 修订含量检测的液相色谱分析条件, 及理论塔板数要求; 增加其它相关物质的相对保留时间要求, 及按照校正因子计算其它相关物质的含量。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取穿心莲内酯对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1mL含0.3 mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末 (过四号筛) 约0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入40%甲醇25mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率250 W, 频率40 kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用40%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

【系统适用性要求】

理论板数按穿心莲内酯峰计算应不低于8000。以穿心莲内酯对照品为参照, 以其相应的峰为S峰, 计算新穿心莲内酯、14-去氧穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值 (见下表) 的 $\pm 5\%$ 范围之内。

待测成分 (峰)	相对保留时间
穿心莲内酯	1
新穿心莲内酯	1.95
14-去氧穿心莲内酯	2.18
脱水穿心莲内酯	2.25

【色谱条件】

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

以乙腈为流动相A, 水流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱

时间 (分钟)	流动相A (%)	流动相B (%)
0~15	20→25	80→75
15~30	25→28	75→72
30~60	28→40	72→60
60~65	40→85	60→15

流速: 1mL/min

柱温: 40°C 检测

波长: 205nm

进样量: 5 μ L

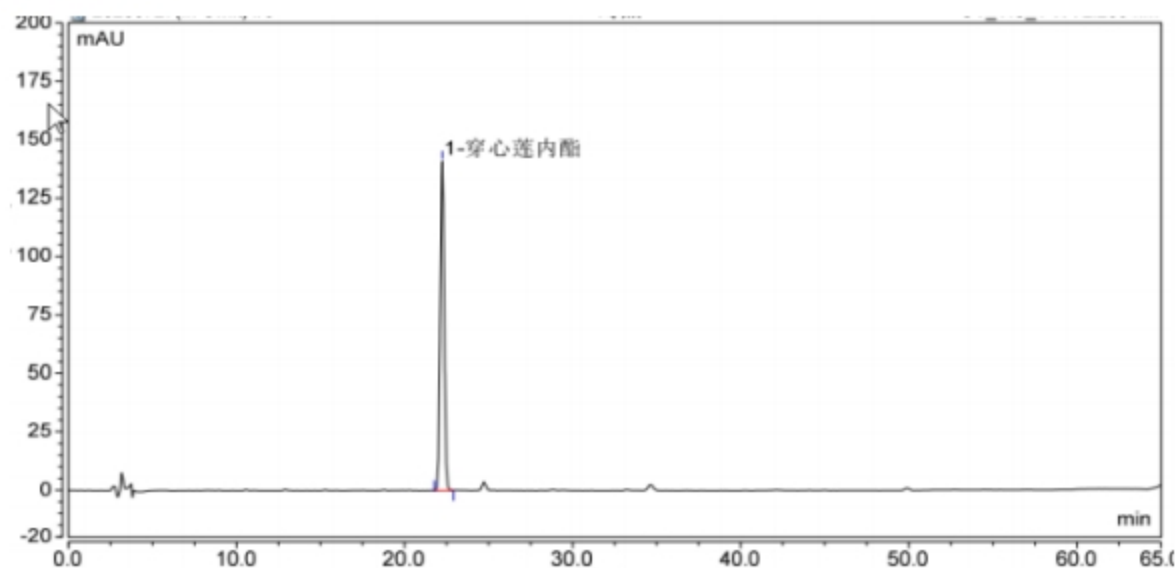
柱压: 155bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

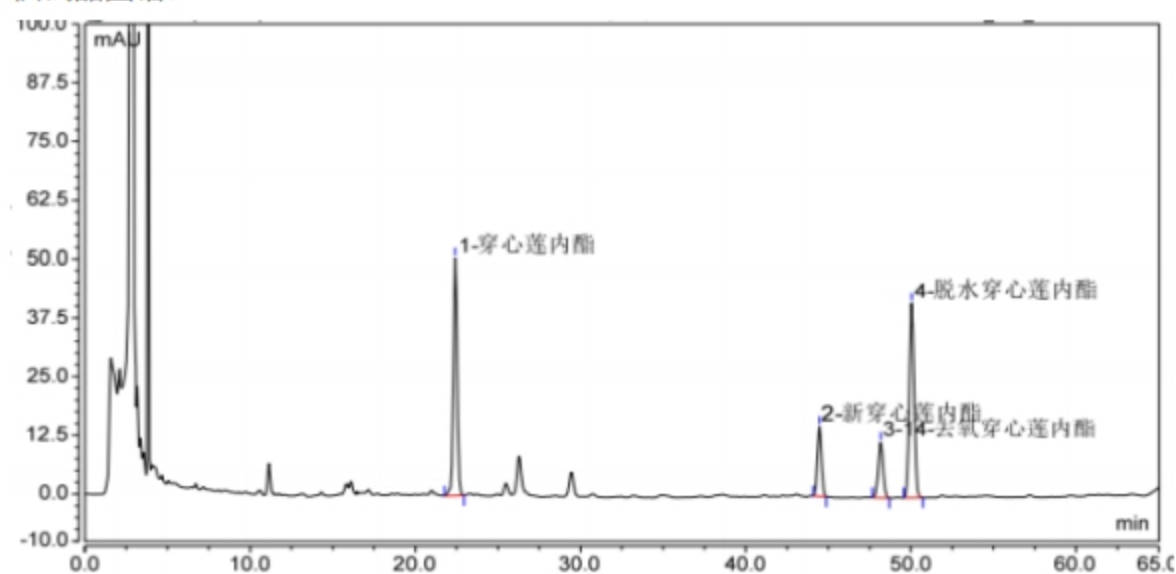
2. 色谱结果与讨论

对照品图谱:



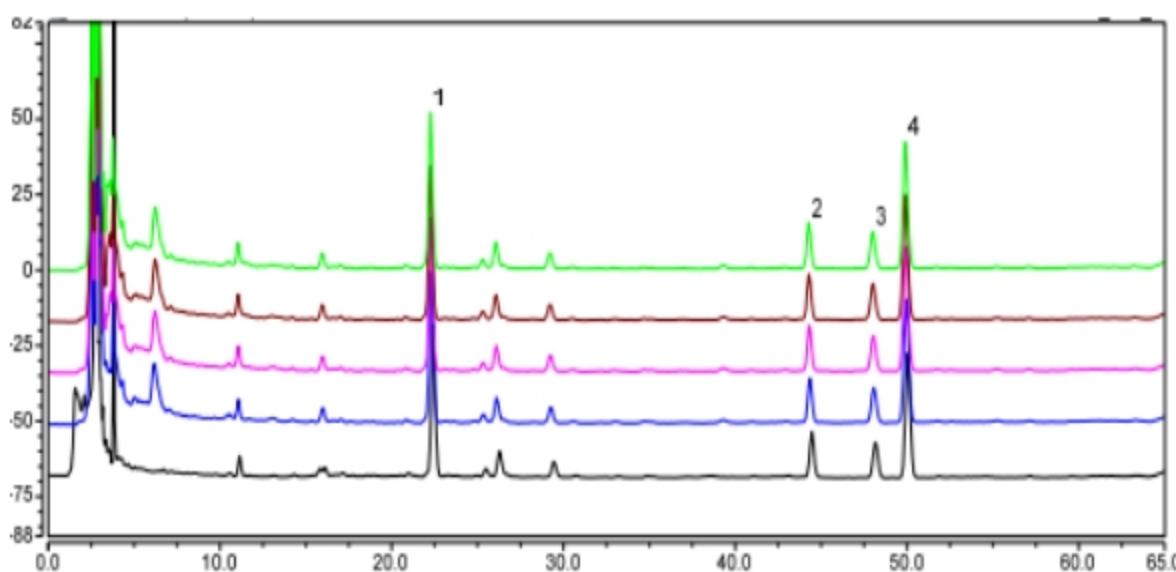
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	穿心莲内酯	22.247	37.567	140.982	43945	1.05

供试品图谱:



序号	名称	t/min	相对保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	穿心莲内酯	22.420	1.00	13.747	50.580	44914	1.02	50.10
2	新穿心莲内酯	44.463	1.98	4.278	14.862	151629	1.03	7.36
3	14-去穿心莲内酯	48.167	2.15	4.013	11.775	122919	1.03	3.49
4	脱水穿心莲内酯	50.047	2.23	13.826	41.415	143086	1.04	-

重现性:



穿心莲内酯

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	22.420	13.747	50.580	44914	1.02	50.10
2	22.293	13.636	50.089	44010	1.01	49.39
3	22.280	13.739	50.752	44486	1.01	50.05
4	22.263	13.856	51.090	43839	1.01	49.74
5	22.260	13.987	51.455	44491	1.01	49.82

新穿心莲内酯

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	44.463	4.278	14.862	151629	1.03	7.36
2	44.347	4.218	14.539	143715	1.04	7.39
3	44.317	4.290	14.853	149728	1.04	7.38
4	44.297	4.319	14.984	147942	1.05	7.30
5	44.283	4.354	15.063	146965	1.05	7.39

14-去氧穿心莲内酯

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	48.167	4.013	11.775	122919	1.03	3.49
2	48.070	3.957	11.527	127002	1.04	3.51
3	48.023	4.017	11.723	121079	1.02	3.48
4	48.007	4.073	11.994	117299	1.02	3.46
5	48.062	4.158	11.787	123590	1.05	3.52

脱水穿心莲内酯

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	50.047	13.826	41.415	143086	1.04	-
2	49.960	13.752	40.816	138931	1.03	-
3	49.933	13.843	41.236	139780	1.03	-
4	49.913	13.873	41.430	140473	1.03	-
5	49.907	14.033	41.842	139893	1.03	-

说明：本实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，分析穿心莲中穿心莲内酯的含量。以穿心莲内酯计，其理论塔板数约4.4万，远高于药典要求的8000，相关物质新穿心莲内酯、14-去氧穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯的相对保留时间满足药典要求。且5次重复实验理论塔板数及相对保留时间重复性良好。故InertSustainSwift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-88027) 适合用于2020版药典对穿心莲的分析要求。