

洋金花

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: 氢溴酸东莨菪碱--含量测定

药典对比: 修订鉴别方法, 含量测试方法及要求未变。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取氢溴酸东莨菪碱对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每1mL含0.5mg的溶液, 即得 (东莨菪碱重量=氢溴酸东莨菪碱/1.445)。

供试品溶液的制备 取本品粉末 (过三号筛) 约1g, 精密称定, 置锥形瓶中, 加入2mol/L盐酸溶液10mL, 超声处理 (功率250W, 频率40kHz) 30分钟, 放冷, 滤过, 滤渣和滤器用2mol/L盐酸溶液10mL分数次洗涤, 合并滤液和洗液, 用浓氨试液调节pH值至9, 用三氯甲烷振摇提取4次, 每次10mL, 合并三氯甲烷液, 回收溶剂至干, 残渣用流动相溶解, 转移至5mL量瓶中, 加流动相至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

【系统适用性要求】 理论板数按氢溴酸东莨菪碱峰计算应不低于3000

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-0.07mol/L磷酸钠溶液 (含0.0175mol/L十二烷基硫酸钠, 用磷酸调节pH值至6.0) (50:100)

流速: 1mL/min

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 216nm

进样量: 10 μ L

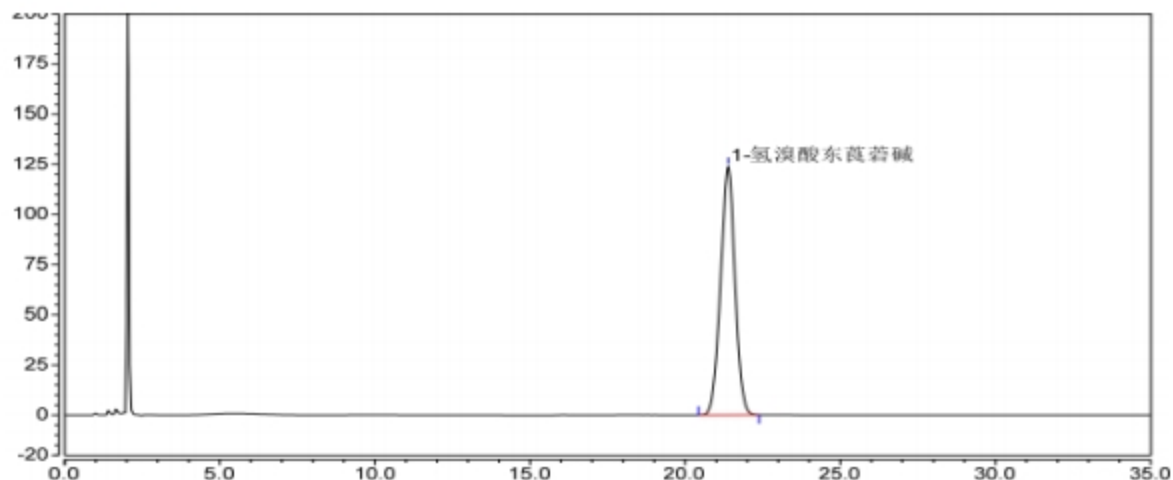
柱压: 116bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

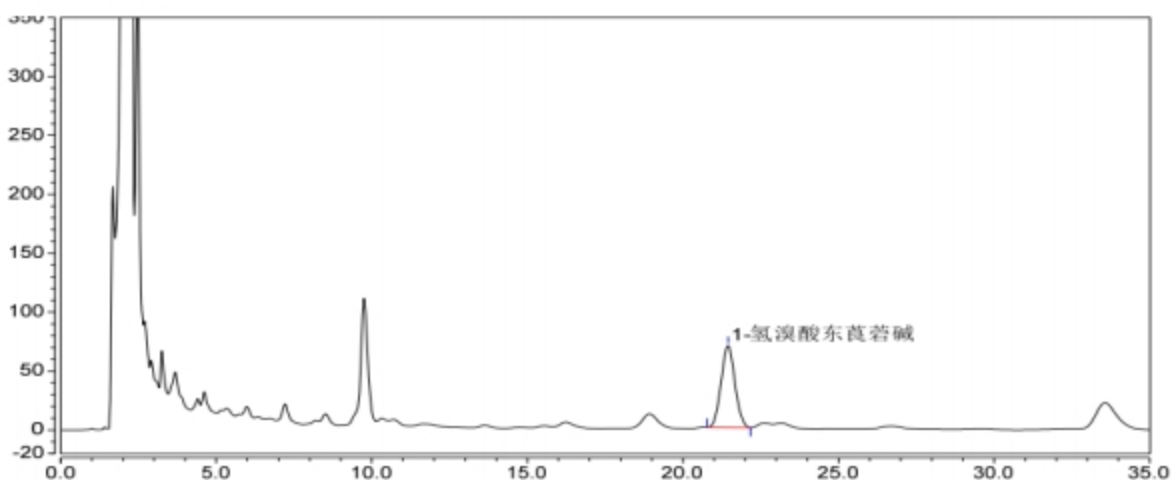
2. 实验结果与讨论

论对照品图谱:



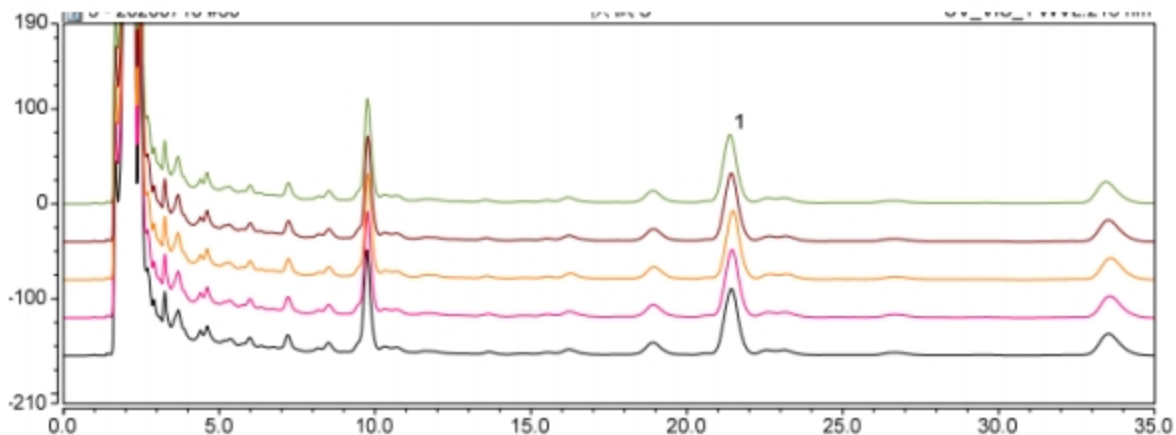
| 序号 | 名称 | t/min | 峰面积 | 峰高 | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|----|---------|--------|--------|---------|-------|------|
| 1 | 氢溴酸东莨菪碱 | 21.390 | 66.682 | 123.936 | 9913 | 0.98 |

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 | 氢溴酸东莨菪碱 | 21.450 | 35.716 | 69.674 | 10886 | 1.05 |

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 | 21.430 | 35.498 | 68.230 | 10456 | 1.04 |
| 2 | 21.450 | 35.716 | 69.674 | 10886 | 1.05 |
| 3 | 21.477 | 35.904 | 70.875 | 11169 | 1.05 |
| 4 | 21.427 | 36.044 | 70.264 | 10851 | 1.06 |
| 5 | 21.380 | 36.100 | 70.493 | 10830 | 1.06 |

说明：本实验按药典要求进行分析，未进行改动。

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)，对洋金花中物质含量进行测定，目标物与相邻杂质分离度良好。以氢溴酸东莨菪碱峰计，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版药典对洋金花的分析要求。