

## 秋水仙

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346)
- 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: 秋水仙碱--含量测定

药典对比: 新增

##### 【溶液配制】

**对照品溶液的制备** 取秋水仙碱对照品适量, 精密称定, 加乙醇制成每1mL含24 $\mu$ g的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末 (过三号筛) 约2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入0.03mol/L盐酸乙醇溶液 (2.7 $\rightarrow$ 100) 20mL, 振荡提取15分钟, 放置24小时, 滤过, 取续滤液, 即得。

**【系统适用性要求】** 理论板数按秋水仙碱峰计算应不低于1500。

#### 1.3 色谱条件

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

流动相: 甲醇-水 (45:55)

流速: 1mL/min

柱温: 240 $^{\circ}$ C

检测波长: 353nm

进样量: 10 $\mu$ L

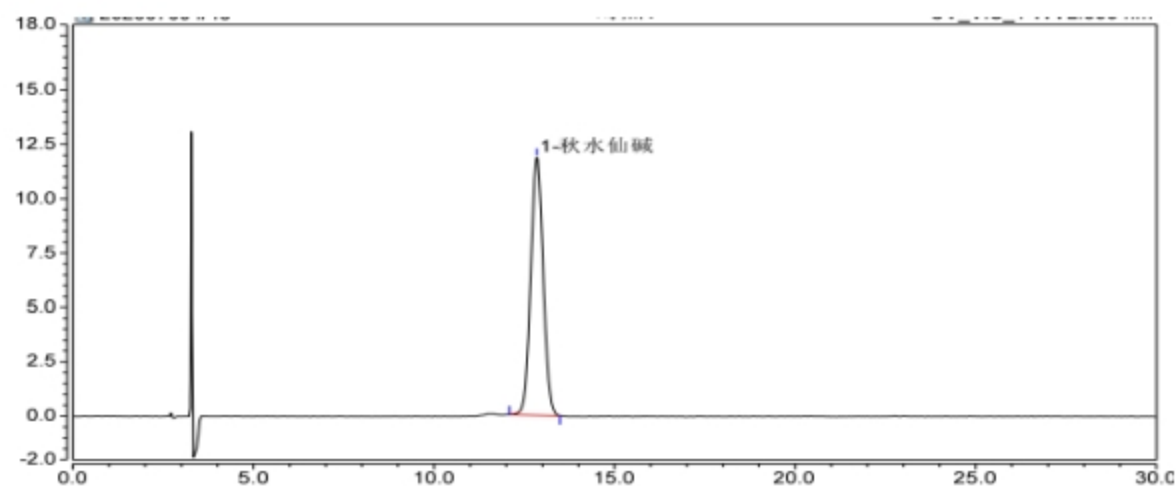
柱压: 138bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

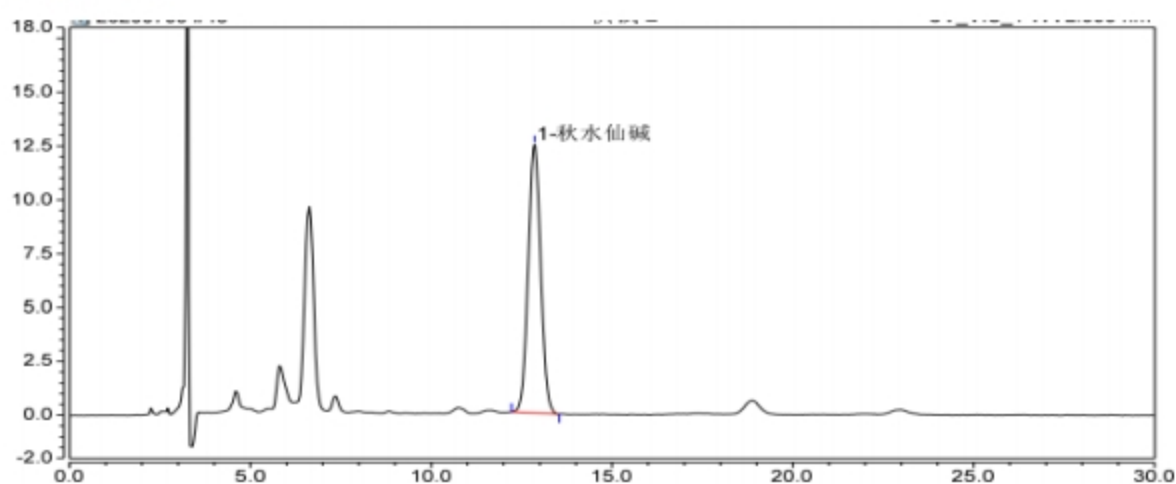
## 2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



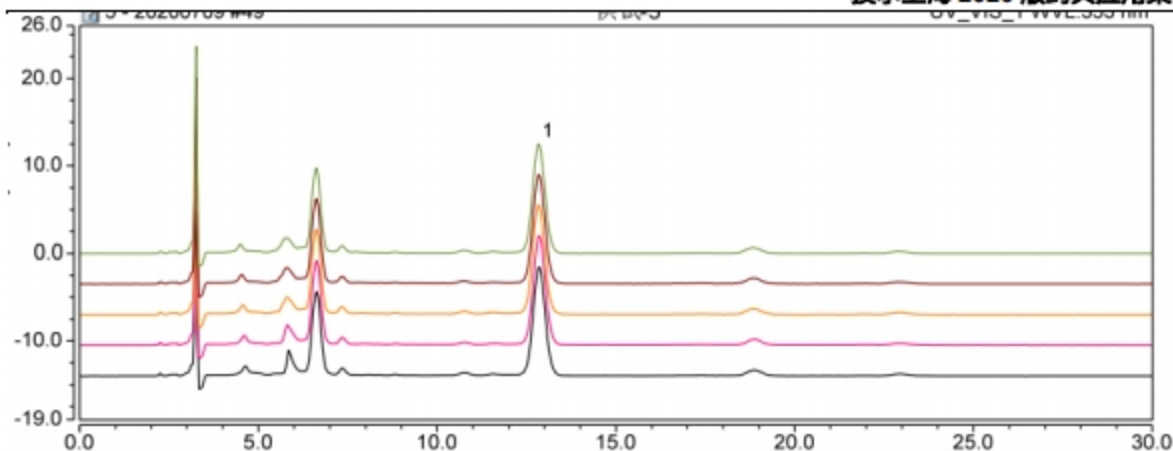
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	秋水仙碱	12.850	4.731	111.862	6673	1.03

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
1	秋水仙碱	12.853	4.989	12.482	6618	1.04

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	12.850	4.991	12.425	6550	1.04
2	12.853	4.985	12.482	6618	1.04
3	12.837	5.002	12.439	6475	1.04
4	12.843	4.992	12.452	6495	1.04
5	12.837	5.065	12.505	6430	1.04

说明：本实验进样量为 10 $\mu$ L 时会有前延现象，减少进样量至 5 $\mu$ L 峰形较好。

### 3. 结论

按照2020版药典要求，使用InertSustain C18 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346)，对秋水仙中物质含量进行测定，目标物与相邻杂质分离度良好。以秋水仙碱计，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 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346) 满足2020版药典对秋水仙的分析要求。