

半枝莲

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 × 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: 野黄芩苷-含量测定

药典对比: 修订鉴别、检查等方法要求, 对野黄芩苷测定的方法及要求没有变化。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取野黄芩苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1mL含80 μ g的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约1g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)提取至无色, 弃去醚液, 药渣挥去石油醚, 加甲醇继续提取至无色, 转移至100mL量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密量取25mL, 回收溶剂至干, 残渣用20% 甲醇溶解, 转移至25mL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】 理论板数按野黄芩苷峰计算应不低于1500。

1.3 色谱条件

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

流动相: 甲醇-水:醋酸(61:4) (33:67)

流速: 1mL/min 柱

温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 335nm

进样量: 10 μ L

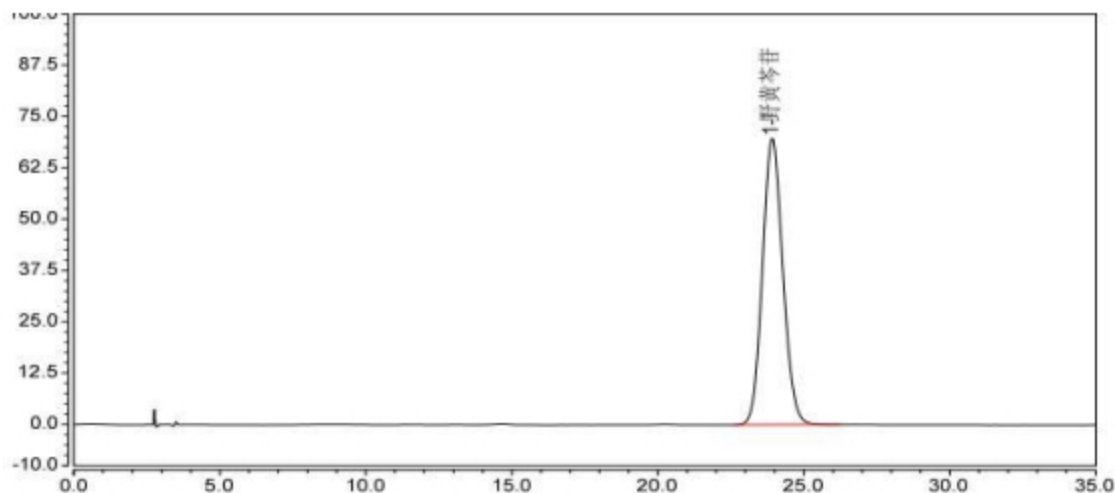
柱压: 166bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

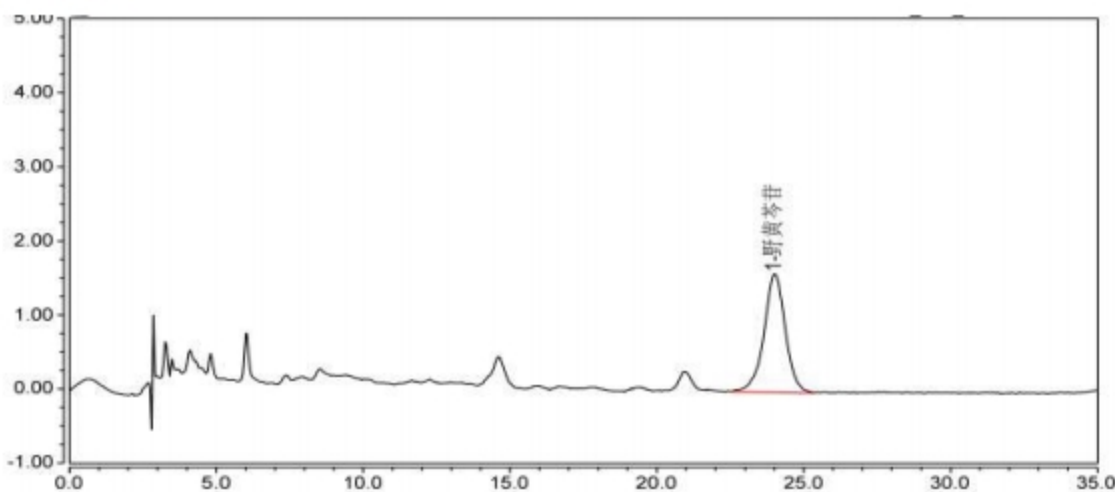
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



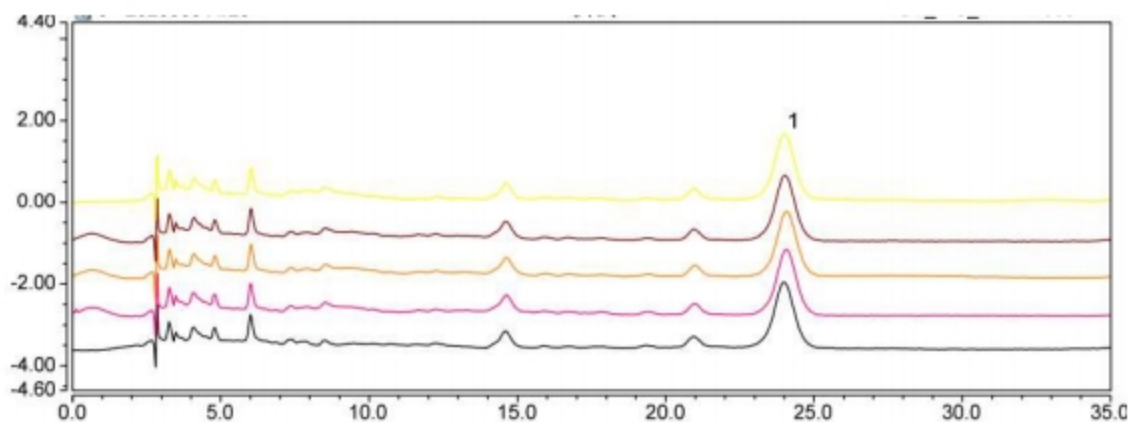
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	野黄芩苷	23.920	56.398	69.870	5622	1.10

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	野黄芩苷	24.007	1.356	1.603	5213	0.98

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	23.993	1.350	1.608	4990	0.96
2	24.050	1.342	1.611	4964	0.98
3	24.090	1.321	1.594	4603	0.95
4	24.007	1.356	1.603	5213	0.98
5	24.000	1.351	1.616	4973	0.95

说明：本实验在药典允许范围内对流动相比例进行了调整，以满足分离度要求。

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)，在药典允许范围内对流动相比例进行适当调整，对其中物质含量进行测定，目标物与杂质分离度良好。以野黄芩苷计，其理论塔板数满足药典要求。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版药典对半枝莲的分析要求。