

枸杞子

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil NH₂ 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-05546)
- 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: 甜菜碱-含量测定

药典对比: 修订检测方法, 薄层法改为液相色谱法。

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取甜菜碱对照品精密称定, 加水制成每1mL含0.17mg的溶液, 即得。供

试品溶液的制备 取本品粉碎, 取约1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇50ml, 密塞, 称定重量, 加热回流1小时, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液2mL, 置碱性氧化铝固相萃取柱(2g)上, 用乙醇30mL洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加水溶解, 转移至2mL量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

【系统适用性要求】 理论板数按甜菜碱峰计算应不低于3000。

色谱条件

色谱柱: Inertsil NH₂ 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-05546)

流动相: 乙腈:水(85:15)

流速: 1mL/min 柱

温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 195nm

进样量: 10 μ l

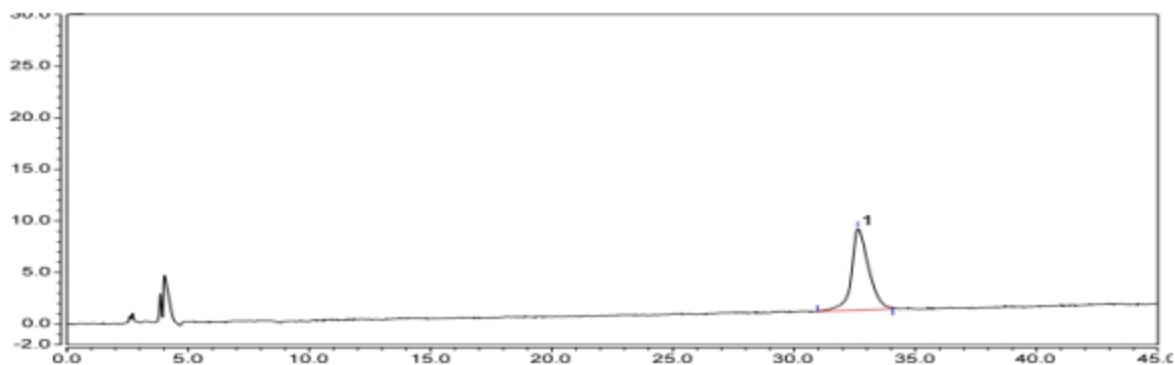
柱压: 39bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

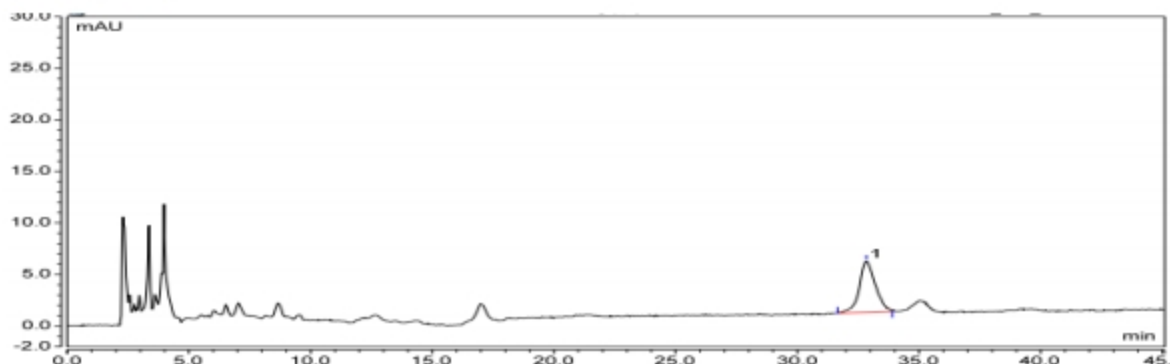
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



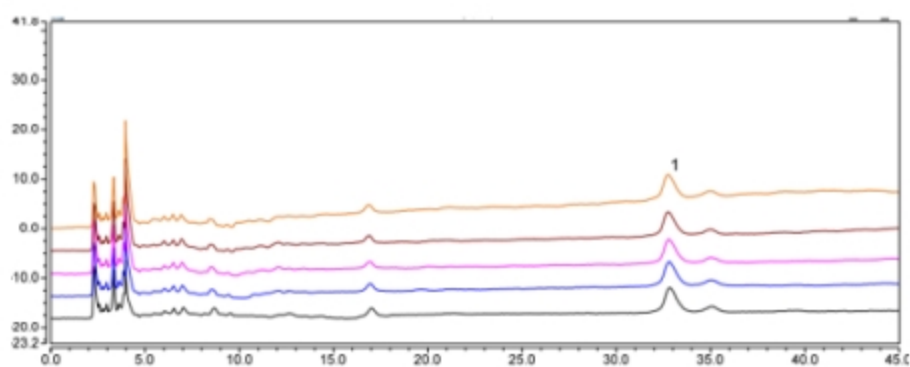
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	甜菜碱	32.630	6.493	7.952	10292	1.14

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	甜菜碱	32.833	3.830	4.949	12911	1.06	1.91

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	32.833	3.830	4.949	12911	1.06
2	32.783	3.730	4.857	12723	1.11
3	32.807	3.783	4.789	12653	1.06
4	32.730	3.669	4.783	13305	1.07
5	32.753	3.841	4.957	12914	0.97

说明: 本实验按药典方法进行分析, 没有改变。

3. 结论

按照2020版药典要求，使用Inertsil NH₂ 5μm 250×4.6mm (P/N:5020-05546) 测定枸杞子中甜菜碱的含量，目标物与相邻杂质分离度良好。以甜菜碱计，其理论塔板数满足药典要求，5次实验重复性良好。故Inertsil NH₂ 5μm 250×4.6mm (P/N:5020-05546) 满足2020版药典对枸杞子的分析要求。