

金银花

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-3 5 μ m 250 × 4.6mm (P/N: 5020-01732)
- 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: 酚酸类-含量

测定药典对比: 新增

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸对照品和4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加75%甲醇制成每1 ml含0.28mg、0.15mg、44 μ g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75%甲醇50 ml, 称定重量, 超声处理(功率500W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 再称定重量, 用75%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

。【系统适用性要求】理论板数按绿原酸峰计算应不低于10000。

1.3 色谱条件

色谱柱: Inertsil ODS-3 5 μ m 250 × 4.6mm (P/N: 5020-01732)

流动相: 以乙腈为流动相A, 0.1%磷酸溶液为流动相B。

按下表中的规定进行梯度洗脱:

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动性 B(%)
0	14	86
8	19	81
14	19	81
34	31	69
35	90	10
40	90	10

流速: 0.7ml/min

柱温：25°C

检测波长：327nm

进样量：2 μ l

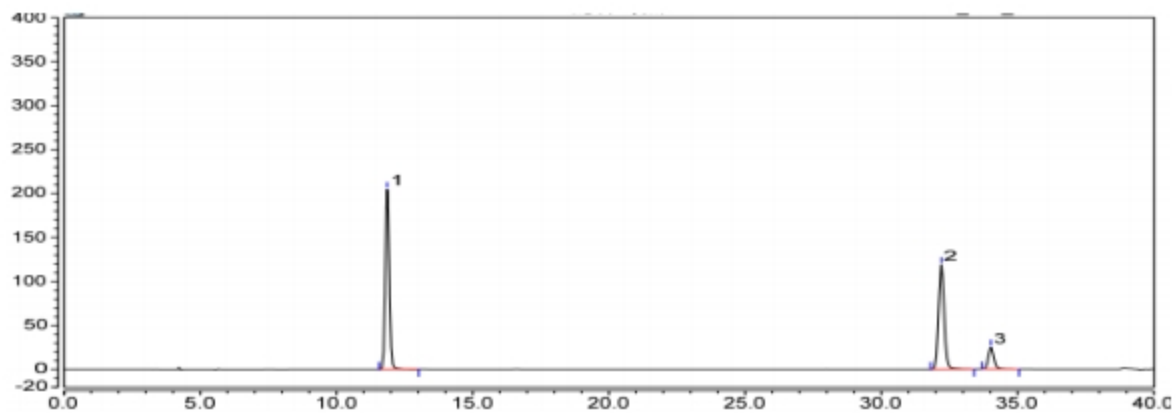
柱压：103bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

检测器：DAD

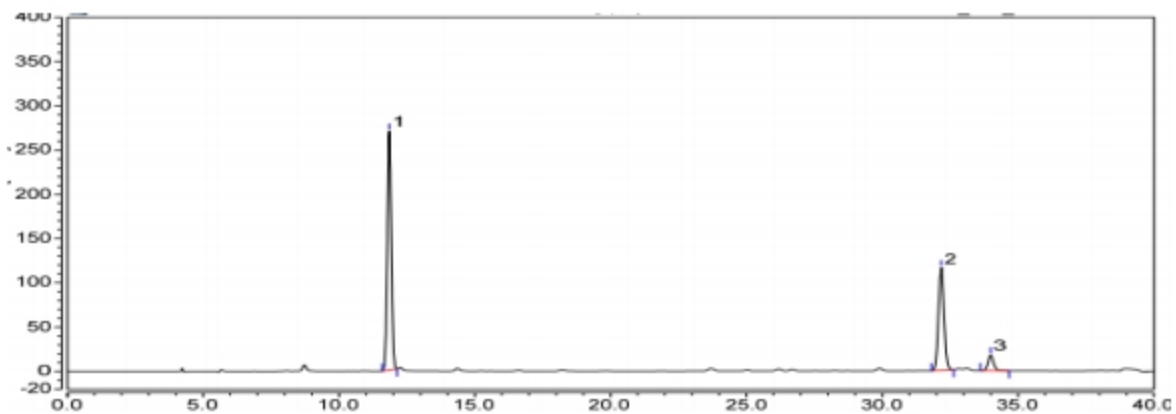
2. 实验结果与讨论

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	绿原酸	11.870	35.358	204.592	30879	1.05
2	3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	32.200	28.575	118.906	118729	1.07
3	4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	34.020	5.906	25.053	144993	1.18

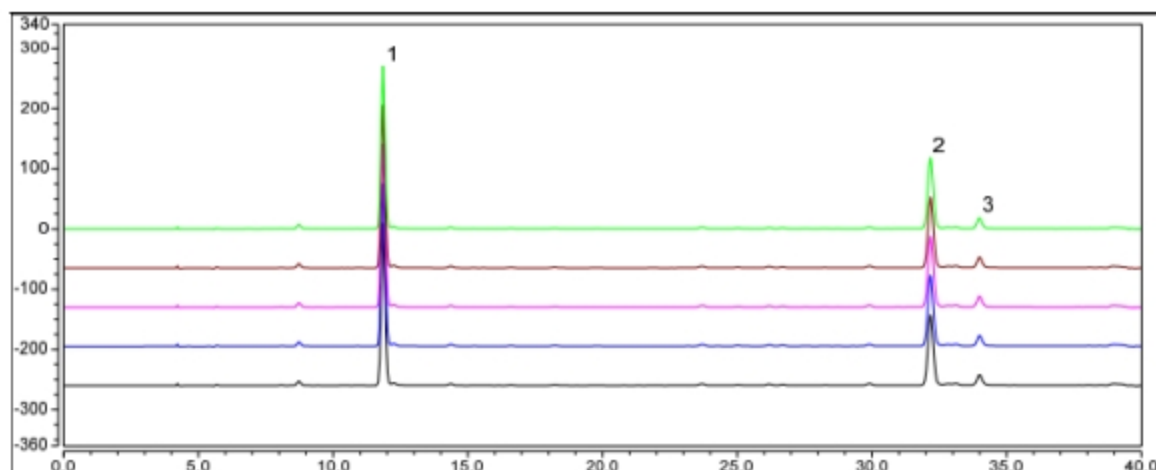
供试品图谱：



序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	绿原酸	11.853	45.164	270.124	31701	1.05
2	3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	32.177	27.400	116.136	118026	1.05

3	4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸	33.993	4.141	17.852	145458	1.10
---	-----------------	--------	-------	--------	--------	------

数据重现性:



以绿原酸计

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	11.853	45.024	267.892	31389	1.04	64.43
2	11.860	45.173	268.768	31223	1.04	63.34
3	11.853	45.164	270.124	31701	1.05	63.42
4	11.850	45.117	269.310	31409	1.05	63.37
5	11.850	45.186	268.864	31325	1.04	63.47

以3,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸计

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	32.173	27.274	116.117	118975	1.06	4.97
2	32.173	27.390	116.583	119077	1.05	4.98
3	32.177	27.400	116.136	118026	1.05	4.97
4	32.177	27.393	116.403	118405	1.05	4.98
5	32.170	27.448	116.060	119335	1.06	4.98

以4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸计

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	33.993	4.102	17.433	142998	1.12	-
2	33.993	4.133	17.712	144622	1.12	-
3	33.993	4.141	17.852	145458	1.10	-
4	33.993	4.163	17.976	146089	1.10	-
5	33.987	4.180	18.020	145530	1.10	-

说明: 本实验按照药典方法进行检测, 没有改动

。

3. 特征图谱

【色谱条件】

色谱条件与系统适用性试验除检测波长为240nm外，其他同【含量测定】酚酸类。

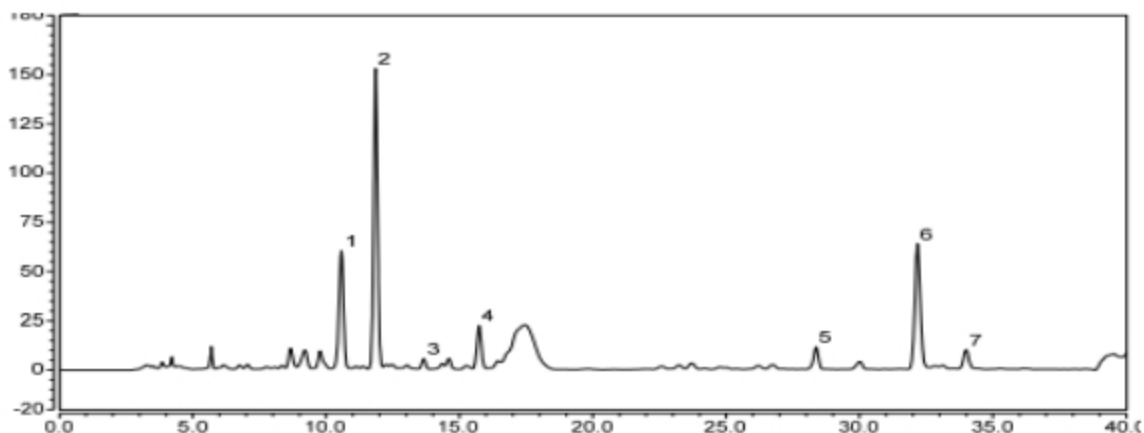
【溶液配制】

参照物溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1 ml含0.40 mg的溶液，即得。 供试品溶液的制备 同【含量测定】酚酸类。

供试品特征图谱中应呈现7个特征峰，与参照物峰相应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，应在规定值的±10%之内，保留时间规定值为：0.91（峰1）、1.00[峰2（S）]、1.17（峰3）、1.38（峰4）、2.43（峰5）、2.81（峰6）、2.93（峰7）。

【分析结果】

特征图谱：



7个特征峰 峰2(S)：绿原酸；峰3：当药苷；峰4：断氧化马钱子苷；峰5：(Z)-二聚断马钱苷烯醛；峰6：3,5-双咖啡酰奎宁酸；峰7：4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸

序号	名称	t/min	相对 RT	峰面积	峰高	塔板数	拖尾
1	1	10.573	0.89	11.611	59.608	18876	0.92
2 (S)	绿原酸	11.857	1.00	25.405	151.742	31616	1.03
3	当药苷	13.657	1.15	0.872	5.280	42782	1.03
4	断氧化马钱子苷	15.733	1.33	4.119	21.730	42694	1.04
5	(Z)-二聚断马钱苷烯醛	28.373	2.39	2.350	11.173	121504	0.86
6	3,5-二-O-咖啡酰	32.173	2.71	14.925	63.325	118153	1.06

基奎宁酸							
7	4,5-二-O-咖啡酰 基奎宁酸	33.993	2.87	2.160	9.753	151143	1.06

说明：本实验完全按照药典标准规定进行，无改动。

4. 结论

按照新2020版药典要求，对其中物质含量进行测定，各物质分离度良好，以绿原酸计，其理论塔板数超过31000，且5次实验重复性良好。测试其特征图谱，各物质的相对保留时间满足药典要求。故Inertsil ODS-3 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N: 5020-01732) 满足2020版药典对金银花的分析要求。