

## 垂盆草

### 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: 含量测定

药典对比: 修订, 修订检测流动相条件, 更改对照品溶液浓度。

原 2015 版药典测试条件为甲醇: 0.4%磷酸溶液=45: 55。

对照品溶液的制备: 分别取槲皮素、山奈素及异鼠李素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 每 1ml 分别含 15 $\mu$ g、5 $\mu$ g、5 $\mu$ g 的混合溶液, 即得。

##### 【溶液配制】

**对照品溶液的制备** 分别取槲皮素、山奈素及异鼠李素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 每 1ml 分别含 20 $\mu$ g、5 $\mu$ g、5 $\mu$ g 的混合溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末 (过二号筛) 0.5g, 精密称定, 精密 加入甲醇-25%盐酸溶液 (4:1) 混合溶液 25ml, 称定重量, 加热回流 1 小时, 放冷, 再称定重量, 用甲醇-25%盐酸溶液 (4:1) 混合溶液补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。【系统适用性要求】理论板数按槲皮素峰计算应不低于 3000。

#### 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-0.4%磷酸 (48: 52)

流速: 1.0ml/min

柱温: 25°C

检测波长: 360nm

进样量: 10 $\mu$ l

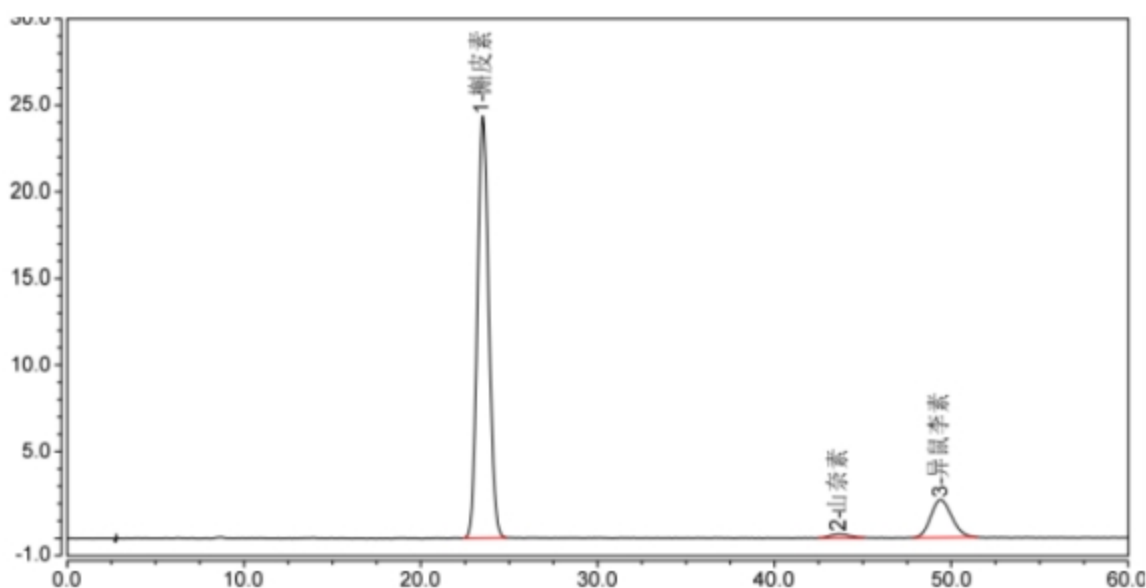
柱压: 174 bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

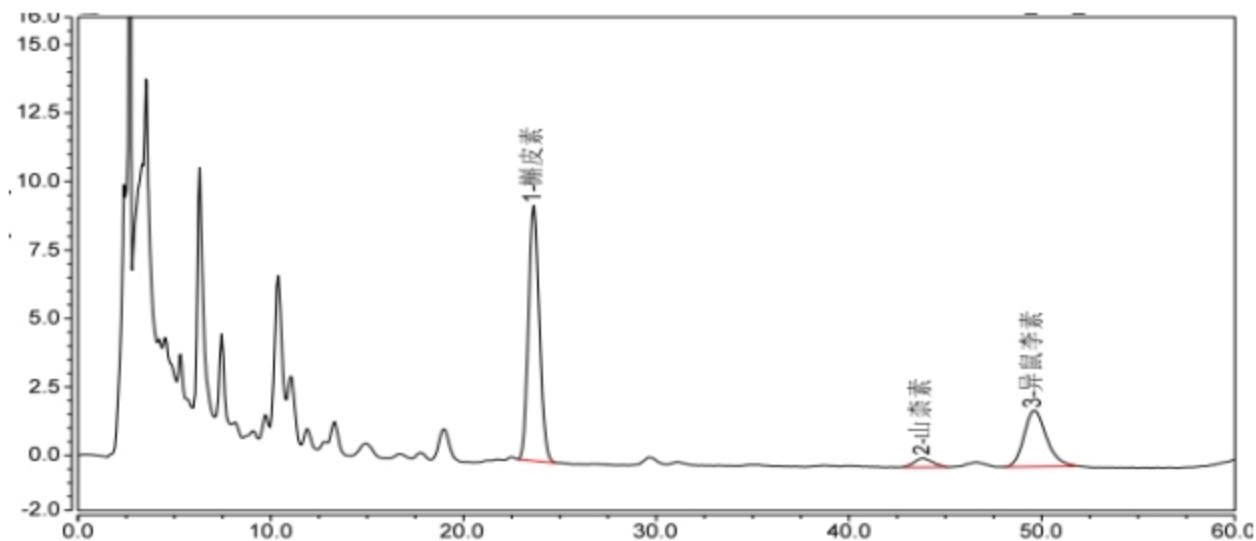
### 2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



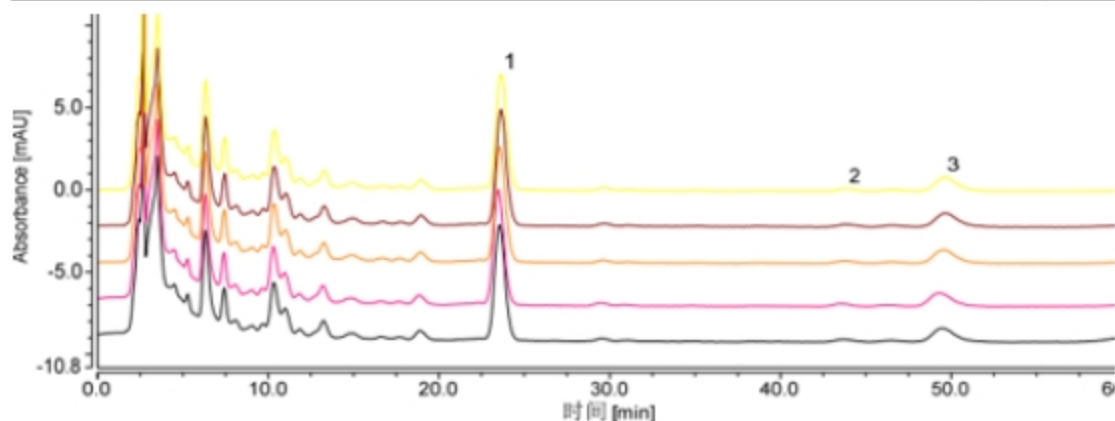
| 序号 | 名称   | t/min  | 峰面积    | 峰高     | 理论塔板数 | 拖尾因子 | 分离度   |
|----|------|--------|--------|--------|-------|------|-------|
| 1  | 槲皮素  | 23.507 | 18.051 | 24.380 | 8378  | 1.10 | 13.63 |
| 2  | 山奈素  | 43.667 | 0.276  | 0.234  | 9617  | 1.08 | 2.61  |
| 3  | 异鼠李素 | 49.433 | 3.020  | 2.195  | 5585  | 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 | 分离度   |
|----|------|--------|-------|-------|-------|------|-------|
| 1  | 槲皮素  | 23.640 | 6.062 | 9.324 | 8548  | 1.12 | 14.59 |
| 2  | 山奈素  | 43.840 | 0.361 | 0.338 | 6560  | 1.07 | 2.45  |
| 3  | 异鼠李素 | 49.583 | 2.791 | 2.066 | 6152  | 1.24 |       |

数据重现性:



以槲皮素计

| 进样针数 | t/min  | 峰面积   | 峰高    | 理论塔板数 | 拖尾因子 | 分离度   |
|------|--------|-------|-------|-------|------|-------|
| 1    | 23.567 | 6.141 | 9.518 | 8319  | 1.11 | 14.37 |
| 2    | 23.467 | 6.090 | 9.351 | 8254  | 1.11 | 14.93 |
| 3    | 23.640 | 6.062 | 9.324 | 8548  | 1.12 | 14.59 |
| 4    | 23.633 | 5.999 | 9.223 | 8232  | 1.12 | 14.86 |
| 5    | 23.683 | 6.042 | 9.256 | 8391  | 1.12 | 14.74 |

注：此处分离度指的是与下一组分的分离程度

说明：本实验按照药典方法进行检测，没有改动。

### 3. 结论

按照新 2020 版药典垂盆草含量检测方法要求，供试品理论塔板数以槲皮素计算超过 8200，且 5 次重复实验理论塔板数及保留时间没有明显变化，故 Inertsustain C18 满足 2020 版药典垂盆草的分析要求。