

淡豆豉

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

药典对比: 新增, 原 15 版标准未有含量测定方法, 20 版药典新增含量测定。

【溶液配制】

对照品溶液的制备: 取穿大豆苷元、染料木素对照品适量, 精密称定, 用甲醇制成每 1ml 各含 20 μ l 的混合溶液。

供试品溶液的制备: 取本品粉末 (过二号筛) 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 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, 取续滤液, 即得。

【系统适用性要求】理论板数按大豆苷元和染料木素峰计算均应不低于 5000。

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: 乙腈: 水 (45:55)

流速: 1ml/min 柱

温: 25 $^{\circ}$ C 检测波

长: 22nm 进样量

: 10 μ l 柱压: 108

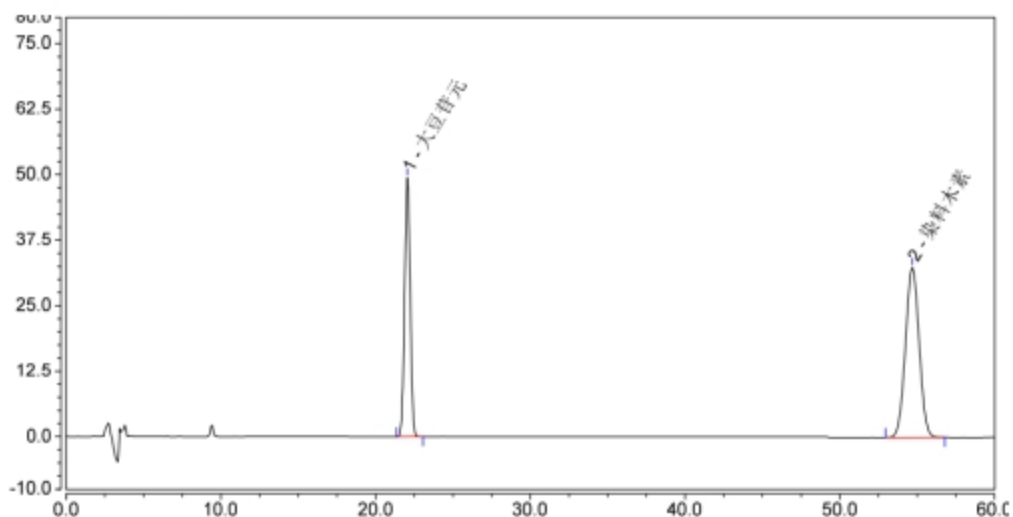
bar

仪器型号: Thermo Ultimate3000

检测器: DAD

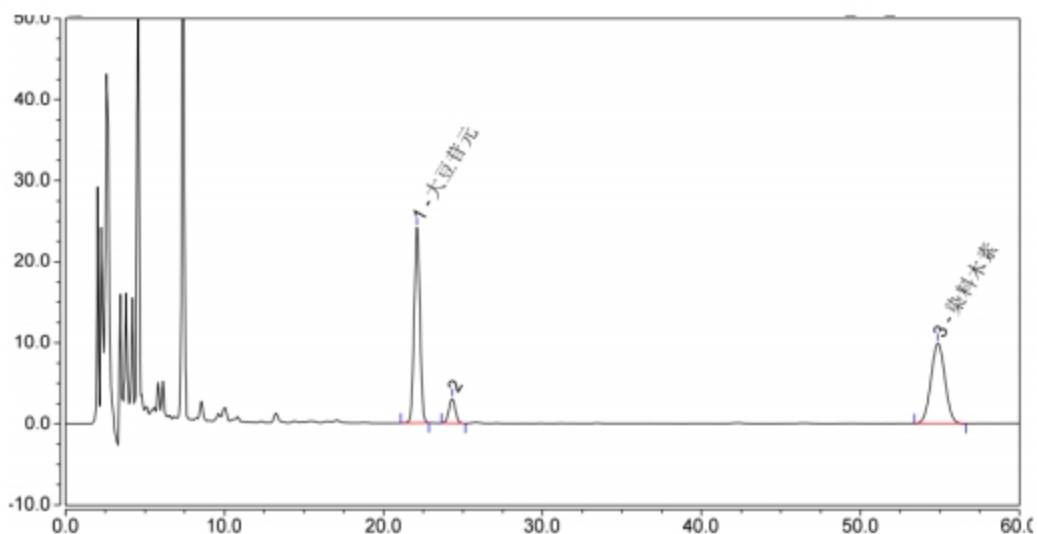
2. 色谱结果与讨论

对照品图谱:



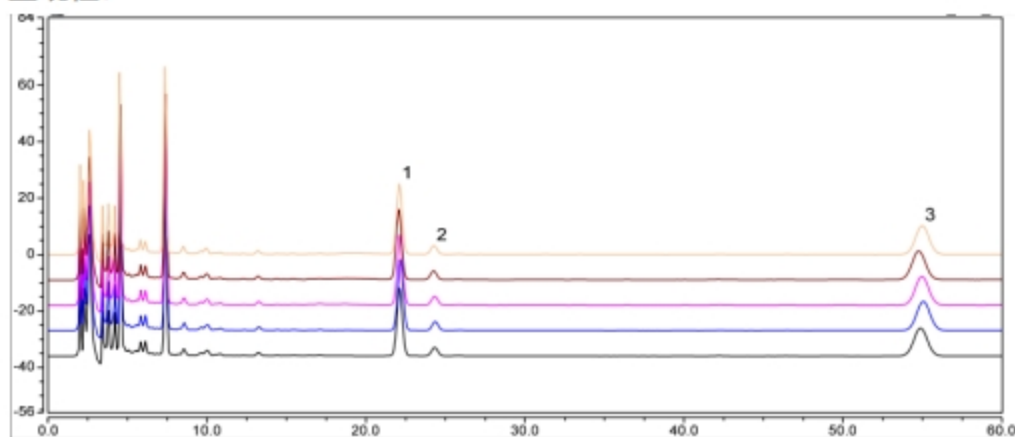
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	大豆苷元	22.053	20.538	49.406	17656	1.02
2	染料木素	54.677	33.211	32.444	17977	1.02

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	大豆苷元	22.113	10.128	24.122	17537	1.02	3.14
2	染料木素	54.877	10.085	9.882	18248	1.02	25.85

重现性:



大豆苷元:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	22.113	10.128	24.122	17537	1.02	3.14
2	22.163	10.425	25.087	17935	1.02	3.14
3	22.137	10.337	24.907	17960	1.02	3.15
4	22.067	10.263	24.764	17813	1.02	3.14
5	22.100	10.283	24.897	18030	1.01	3.13

染料木素:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	54.877	10.085	9.882	18248	1.02
2	55.053	10.410	10.298	18423	1.02
3	54.960	10.350	10.192	18448	1.02
4	54.763	10.300	10.183	18542	1.02
5	54.938	10.301	10.186	18455	1.02

3. 结论

大豆苷元和染料木素按照新 2020 版含量检测方法检测, 供试品理论塔板数达 17537 和 18248, 且 5 次重复实验理论塔板数及保留时间没有下降, 故 Inertsil ODS-3 适用于 2020 版药典淡豆豉检测项下大豆苷元和染料木素的含量分析。