

连翘

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (P/N:5020-07346)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm $\times$ 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: 连翘苷-含量测定

药典对比: 修订了溶液的配置方法

2015版:

对照品溶液的制备: 取连翘苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1mL含0.2mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备: 取本品粉末(过五号筛)约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇15ml,称定重量,浸渍过夜,超声处理(功率250W,频率40kHz)25分钟,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5ml,蒸至近干,加中性氧化铝1% 拌匀,加在中性氧化铝柱(100-120目,1g,内径为1-1.5cm)上,用70% 乙醇80ml洗脱,收集洗脱液,浓缩至干,残渣用50%甲醇溶解,转移至5ml量瓶中,并稀释至刻度,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10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。本品按干燥品计算,含连翘苷(C₂₇H₃₄O₁₁)不得少于0.15%。

2020版:

对照品溶液: 取连翘苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液,即得。

供试品溶液: 取本品粉末(过五号筛)约 2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,称定重量,超声处理(功率250W,频率 40kHz) 25 分钟,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 10ml,置 25ml 量瓶中,加水稀释至刻度,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10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。本品按干燥品计算,含连翘苷(C₂₇H₃₄O₁₁)不得少于0.15%。

【系统适用性要求】理论板数按连翘苷峰计算应不低于 3000。

1.3 色谱条件

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

流动相: 乙腈-水 (25:75)

流速: 1ml/min

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 277nm

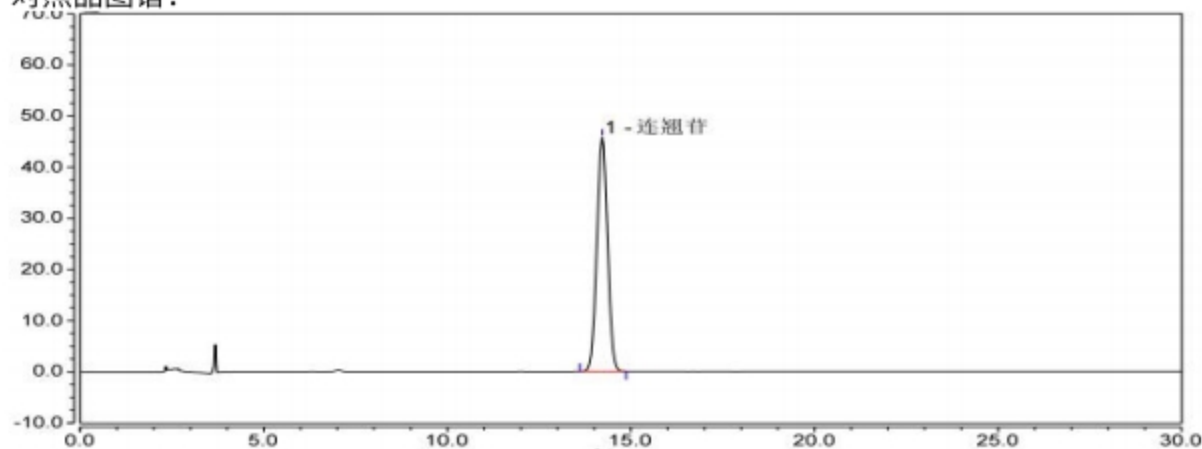
进样量: 10 μ l

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

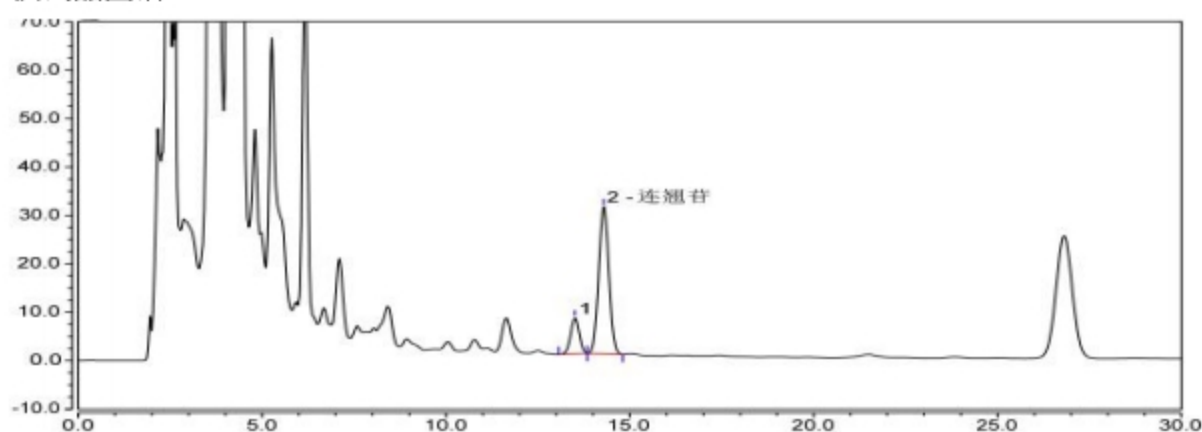
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



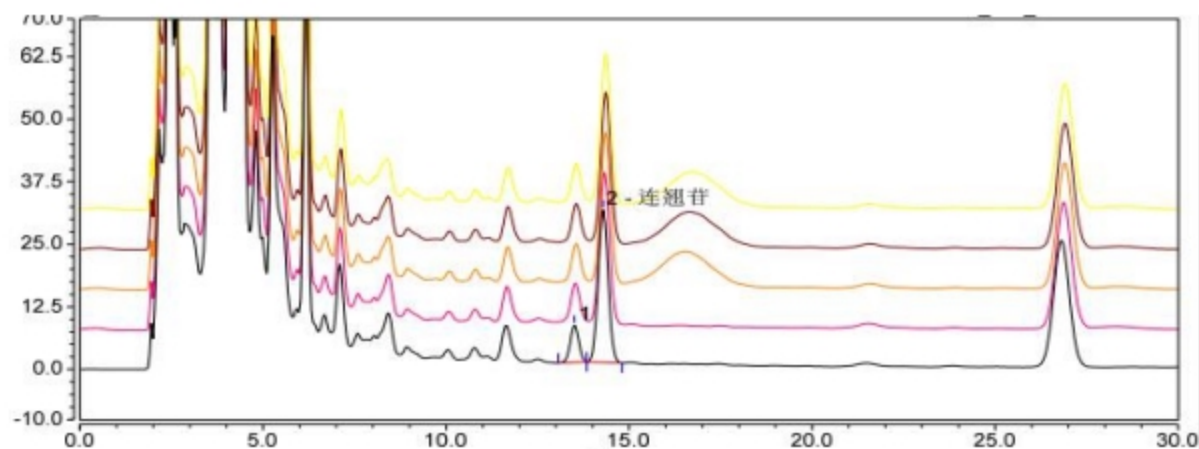
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	连翘苷	14.220	15.399	45.760	11278	1.01

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		13.510	2.022	7.419	15451	0.97	1.65
2	连翘苷	14.290	9.734	30.430	12531	1.04	

【重现性结果】



进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	14.290	9.734	30.430	12531	1.04	1.65
2	14.323	9.602	30.031	12551	1.04	1.64
3	14.353	9.525	29.877	12713	1.03	1.68
4	14.360	9.547	29.926	12696	1.03	1.68
5	14.360	9.523	29.637	12525	1.03	1.67

3. 结论

连翘苷按照新 2020 版含量检测方法检测，供试品理论塔板数达 12531，且 5 次重复实验理论塔板数及保留时间没有下降，故 Inertsustain C18 适合用于 2020 版药典连翘检测项下连翘苷的含量分析。