

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 (GLS0604 25mm \times 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 重楼皂苷 I、重楼皂苷 II、重楼皂苷 VII-含量测定

药典对比: 修订了对照品溶液的配制。

1.3 溶液配制

对照品溶液: 取重楼皂苷 I 对照品、重楼皂苷 II 对照品和重楼皂苷 VII 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1mL 各含 0.4mg 的混合溶液, 即得。

供试品溶液: 取本品粉末 (过三号筛) 约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入乙醇 25mL, 称定重量, 加热回流 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

1.4 系统适用性要求:

理论板数按重楼皂苷 VII 峰计算应不低于 4000。

2. 实验条件

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

流动相 A: 乙腈

流动相 B: 水

按下表中的规定 进行梯度洗脱:

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~40	30 \rightarrow 60	70 \rightarrow 40
40~50	60 \rightarrow 30	40 \rightarrow 70

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路 317 号
远东国际广场 A 座 902-903 室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路 418 号
1 号楼 701 室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街 18 号
百扬大厦 1707 室
电话: 028-85596177

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

流速: 1.0 mL/min

进样量: 10 μ L

柱温: 25 $^{\circ}$ C

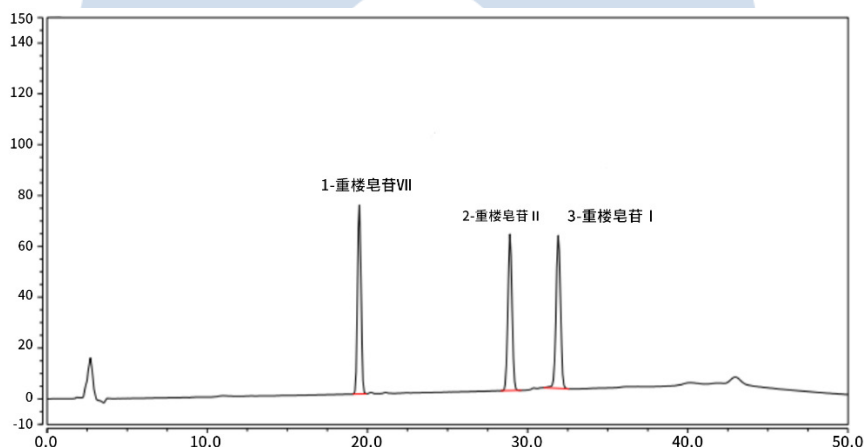
柱压: 110bar

波长: 203nm

※ 此试验按照2020中国药典方法进行检测, 没有改动。

3. 实验图谱

【分析结果】对照品图谱:



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	重楼皂苷VII	19.49	18.68	74.25	37463	1.02	21.33
2	重楼皂苷 II	28.90	18.48	61.55	58076	1.01	6.09
3	重楼皂苷 I	31.91	19.44	60.18	62562	1.01	/

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

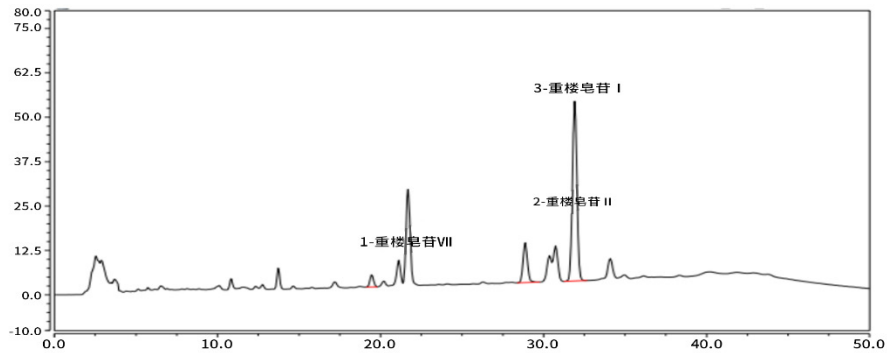
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

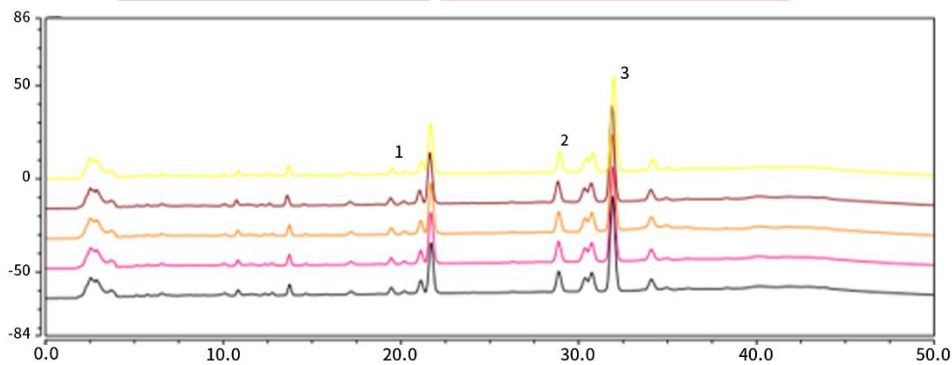
地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	重楼皂苷VII	19.46	0.89	3.53	36851	1.05	21.14
2	重楼皂苷II	28.87	3.50	11.21	56561	1.08	6.07
3	重楼皂苷I	31.91	16.37	50.63	61549	1.02	/

【分析结果】重复性:



以重楼皂苷VII计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	19.46	0.89	3.53	36851	1.05	21.14
2	19.45	0.90	3.55	37232	1.04	21.17
3	19.45	0.90	3.54	37242	1.05	21.20
4	19.42	0.90	3.56	37088	1.04	21.27
5	19.50	0.90	3.54	37232	1.03	21.19

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

以重楼皂苷II计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	28.87	3.50	11.21	56561	1.08	6.07
2	28.86	3.51	11.26	56394	1.09	6.05
3	28.87	3.51	11.23	56673	1.09	6.09
4	28.83	3.51	11.32	57293	1.09	6.14
5	28.92	3.53	11.27	56878	1.10	6.10

以重楼皂苷I计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	31.90	16.37	50.63	61549	1.02	-
2	31.90	16.42	50.57	60919	1.03	-
3	31.91	16.34	50.92	62179	1.02	-
4	31.87	16.40	51.22	62684	1.02	-
5	31.97	16.45	50.99	61947	1.02	-

※ 此试验按照2020中国药典方法进行检测, 没有改动。

4. 结论

按照 2020 版药典要求, 使用 InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346), 对重楼中物质含量进行测定, 目标物及相邻杂质分离度良好。以重楼皂苷VII计, 其理论塔板数远高于药典要求, 且 5 次实验重复性良好。故 InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346) 满足 2020 版药典对重楼的分析要求。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177