

淫羊藿

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-HL 5μm 250 × 4.6mm (P/N:5020-87132)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm × 0.22μm Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶 带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)

1.2 新旧药典对比

检测项目：含量测定-总黄酮醇苷

药典对比：修订检测方法

2015 药典以乙腈:水=30:70 等度洗脱, 理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于1500; 新药典更新为梯度洗脱方式, 详见如下色谱条件, 理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 8000。

新增供试品检测要求

新版药典要求相对保留时间及校正因子：以淫羊藿苷对照品为参照，以其相应的峰为S峰，计算朝藿定A、朝藿定B、朝藿定 C 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5% 范围之内。

相对保留时间及校正因子见下表：

待测成分 (峰)	相对保留时间	校正因子
朝藿定 A	0.73	1.35
朝藿定 B	0.81	1.28
朝藿定 C	0.90	1.22
淫羊藿苷 (S)	1.00	1.00

【溶液配制】

对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 ml 含 40μg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备：取本品叶片，粉碎过三号筛，取 0.2g,精密称定，置具塞锥形

中精密加稀乙醇 20ml, 称定重量, 超声处理 (功率: 400W, 频率 50kHz) 60 分钟, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失重量, 摆匀, 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。

【系统适用性要求】理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 8000。

【色谱条件】

色谱柱: Inertsil ODS-HL 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-87132)

流动相: 以乙腈为流动相 A, 水为流动相 B, 按下表中的规定 进行梯度洗脱

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~30	24→26	76→74
30~31	26→45	74→55
31~45	45→47	55→53

流速: 1ml/min

柱温: 30°C

检测波长270nm 进

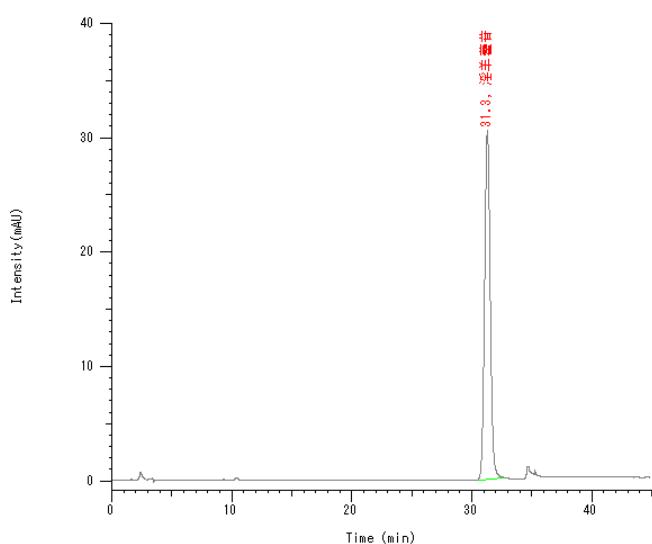
样量: 10 μ l

仪器型号: Hitachi Chromaster

检测器: UV

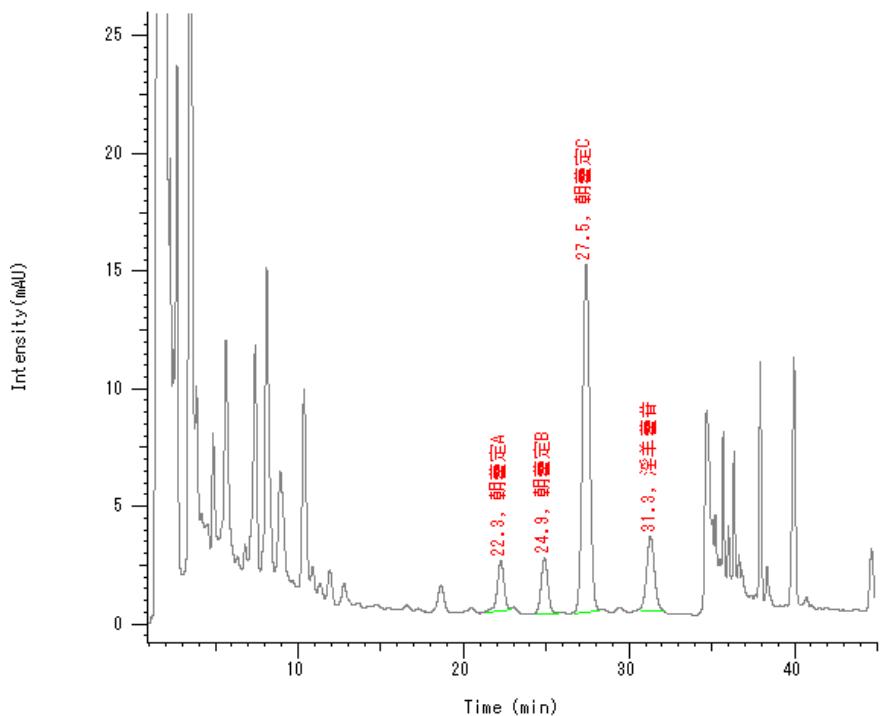
2. 实验结果与讨论

对照品图谱:



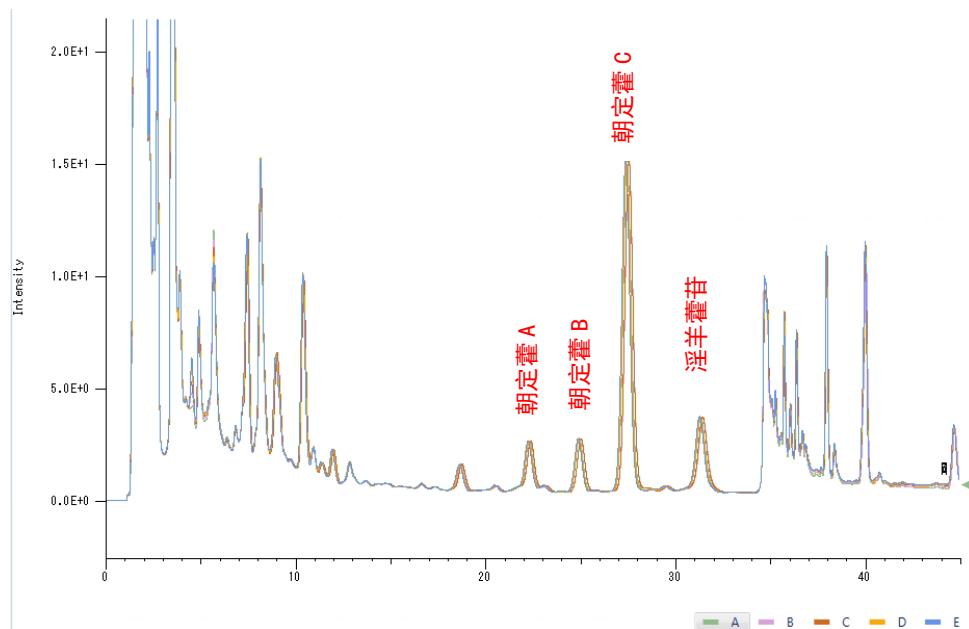
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	淫羊藿苷	31.3	993.836	30.459	21724	1.05

供试品图谱：



序号	名称	t/min	相对保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	朝藿定 A	22.3	0.71	57.24	2.101	16123	1.00	
2	朝藿定 B	24.9	0.79	64.36	2.341	18563	1.01	3.69
3	朝藿定 C	27.5	0.87	442.23	14.75	19151	1.03	3.30
4	淫羊藿苷	31.3	1	102.10	3.15	21849	1.02	4.72

重现性：



进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	31.34	91.99	3.02	23257	1.07
2	31.46	91.35	2.98	23065	1.02
3	31.43	92.27	3.03	23380	1.02
4	31.32	91.14	3.02	23401	1.02
5	31.28	91.67	3.06	23709	1.02

说明：此试验按照药典方法进行检测，没有改动。

3. 结论

淫羊藿苷按照新2020版含量检测方法检测，供试品理论塔板数可达1.5万以上，且5次重复实验数据良好；计算朝藿定A、朝藿定B、朝藿定 C 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5%范围之内。故Inertsil ODS-HL 5μm 250 × 4.6mm (P/N:5020-87132) 适合用于2020版药典淫羊藿的分析。