

威灵仙中齐墩果酸的测定

SGLC-LC-044

摘要： 本文建立了威灵仙中齐墩果酸的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-Pack GIS C18-P (4.6×250 mm, 5 μm) 分析齐墩果酸，齐墩果酸峰的理论塔板数为 9237，齐墩果酸峰与相邻杂质峰能达到基线分离，并且标准品溶液的峰面积 RSD 小于 0.5% (n=3)，满足《中国药典》要求。此方法可为威灵仙中齐墩果酸的检测提供参考。

关键词： 威灵仙 齐墩果酸 Shim-Pack GIS C18-P HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱 Shim-Pack GIS C18-P (4.6×250 mm, 5 μm; P/N 227-30557-07)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-Pack GIS C18-P (4.6×250 mm, 5 μm)

流动相：乙腈-水 (90: 10)

柱温：30℃

检测波长：205 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μL

1.3 对照品溶液的制备

取齐墩果酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液，即得。

1.4 供试品溶液的制备

取本品粉末（过四号筛）约 4 g，精密称定，置索氏提取器中，加乙酸乙酯适量，加热回流 3 小时，弃去乙酸乙酯液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒转移至锥形瓶中，精密加入稀乙醇 50 mL，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25 mL，置水浴上蒸干，残渣加 2 mol/L 盐酸溶液 30 mL 使溶解，加热回流 2 小时。立即冷却，移入分液漏斗中，用水 10 mL 分次洗涤容器，洗液并入分液漏斗中。加乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 15 mL，合并乙酸乙酯液，70° C 以下浓缩至近干，加甲醇溶解，转移至 10 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

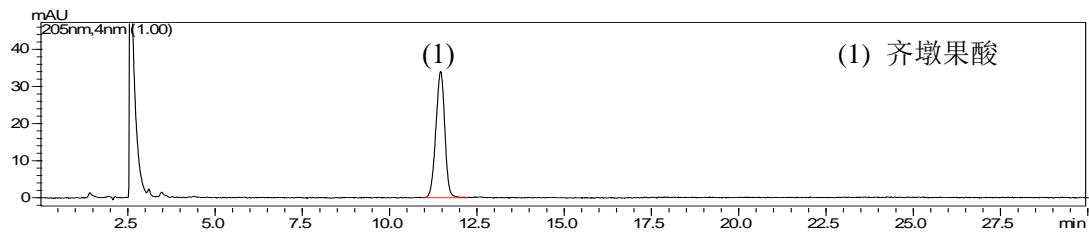
注：对照品浓度和供试品浓度为药典规定浓度的十分之一。

2. 结果及讨论

2.1 色谱图

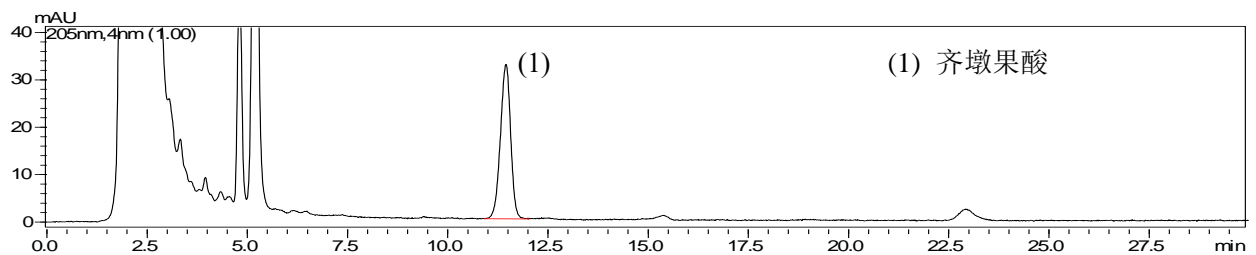
按照上述色谱条件（1.2）进行采集，对照品溶液色谱图和样品色谱图如下：

齐墩果酸对照品溶液：



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
齐墩果酸	11.455	605730	34011	9237	0.975

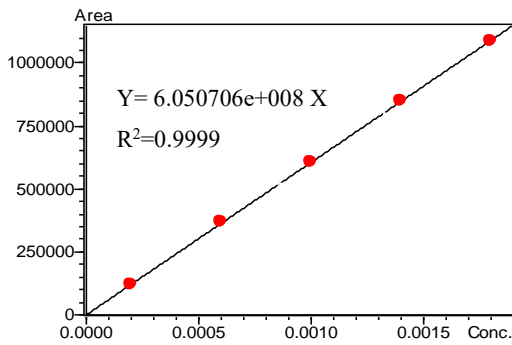
供试品溶液：



2.2 标准曲线、重现性

配制一系列浓度的标准溶液。上述实验条件（1.2）进行采集。各组标准曲线和重现性结果如下所示。

齐墩果酸标准曲线:



齐墩果酸的重复性:

序号	对照品 (10 μL)		供试品 (10 μL)	
	t/min	峰面积	t/min	峰面积
1	11.425	607060	11.435	579980
2	11.438	608219	11.447	578623
3	11.441	609146	11.433	578056
平均值	11.435	608142	11.438	578886
RSD/%	0.07	0.17	0.07	0.17

3. 结论

参考《中国药典》中色谱条件, 并对其条件进行优化, 最终建立了威灵仙中齐墩果酸的 HPLC 测定方法。结果表明, 采用色谱柱 Shim-Pack GIS C18-P (4.6×250 mm, 5 μm) 分析齐墩果酸, 齐墩果酸峰的理论塔板数为 9237, 齐墩果酸峰与相邻杂质峰能达到基线分离, 并且标准品溶液的峰面积 RSD 小于 0.5% (n=3), 满足《中国药典》要求。此方法可为威灵仙中齐墩果酸的检测提供参考。