

紫草中 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁的测定

SGLC-LC-001

摘要：本文建立了紫草中 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack GIS C18 (4.6×250 mm, 5 μ m) 分析 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁， β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁峰的理论塔板数为 17712， β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为紫草中 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁的检测提供参考。

关键词：紫草 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁 Shim-pack GIS C18 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 (4.6×250 mm, 5 μ m; P/N: 227-30106-08)；

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 (4.6×250 mm, 5 μ m)

流动相：乙腈-水-甲酸 (70:30:0.05)

柱温：30 $^{\circ}$ C

检测波长：275 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μ L

1.3 对照品溶液的制备

取 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液，即得。

1.4 供试品溶液的制备

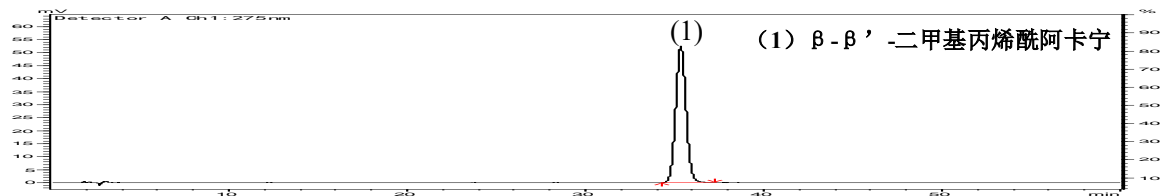
取本品粉末(过四号筛)约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入石油醚 (60~90℃) 25 mL, 称定重量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 33 kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用石油醚 (60~90℃) 补足减失的重量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 10 ml, 蒸干, 残渣加流动相溶解, 转移至 10 ml 量瓶中, 加流动相至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2. 结果及讨论

2.1 色谱图

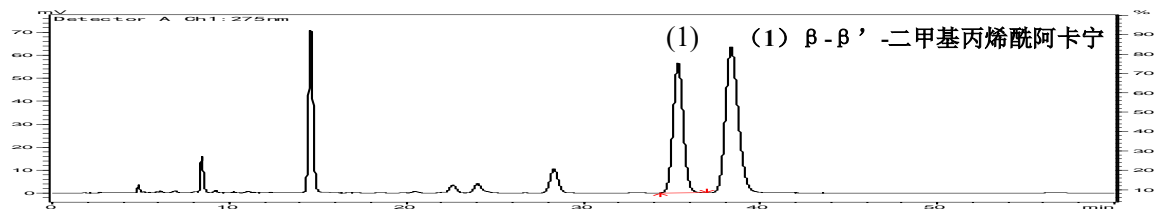
按照上述色谱条件 (1.2) 进行采集, 对照品溶液色谱图和样品色谱图如下:

β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁对照品溶液:



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁	35.345	2123262	52469	17712	1.06

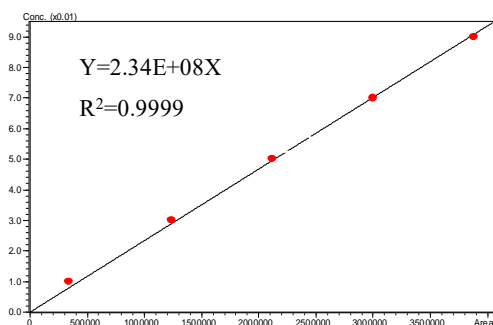
供试品溶液:



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。各组分标准曲线和重现性结果如下所示。

β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁标准曲线:



β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁的重复性:

序号	对照品 (10 μ L)		样品 (10 μ L)	
	t/min	峰面积	t/min	峰面积
1	35.345	2123262	35.349	2263042
2	35.358	2110362	35.309	2316195
3	35.344	2111352	35.278	2328891
平均值	35.349	2114992	35.312	2302709.
RSD/%	0.02	0.34	0.10	1.52

3. 结论

参考《中国药典》中色谱条件，并对其条件进行优化，最终建立了紫草中 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack GIS C18 (4.6×250 mm, 5 μ m) 分析 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁， β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁峰的理论塔板数为 17712， β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为紫草中 β - β' -二甲基丙烯酰阿卡宁的检测提供参考。