

石斛中石斛碱含量测定

SGLC-GC-041

摘要：本文建立了石斛中石斛碱含量测定的 GC 方法。结果表明，参照 2020 版《中国药典》中色谱条件并对升温程序进行优化，采用色谱柱 SH-1 分析石斛中石斛碱，石斛碱峰形对称，理论塔板数按石斛碱峰计算远高于 10000，满足《中国药典》要求。此方法可为石斛中石斛碱含量测定提供参考。

关键词：石斛 石斛碱 SH-1 GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：SH-1（30 m，0.25 mm × 0.25 μm；P/N：221-75719-30；S/N：1541069）；

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

GC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34002-01）；

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 对照品溶液的制备

取石斛碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 50 μg 的溶液，作为对照品溶液。

1.3 供试品溶液的制备

取本品（鲜品干燥后粉碎）粉末（过三号筛）约 0.25 g，精密称定，置圆底烧瓶中，精密加入 0.05% 甲酸的甲醇溶液 25 mL，称定重量，加热回流 3 小时，放冷，再称定重量，用 0.05% 甲酸的甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，即得。

1.4 分析条件

色谱柱：SH-1（30 m，0.25 mm × 0.25 μm；P/N：221-75719-30；S/N：1541069）

升温程序：初始温度 80 °C，保持 1 分钟，以每分钟 10 °C 的速率升温至 250 °C，保持 5 分钟；以每分钟 30 °C 的速率升温至 300 °C，保持 10 分钟

载气：N₂

进样温度：250 °C

分流模式：分流（10：1）

控制模式：恒线速度（30 cm/s）

初始流速：1.13 mL/min

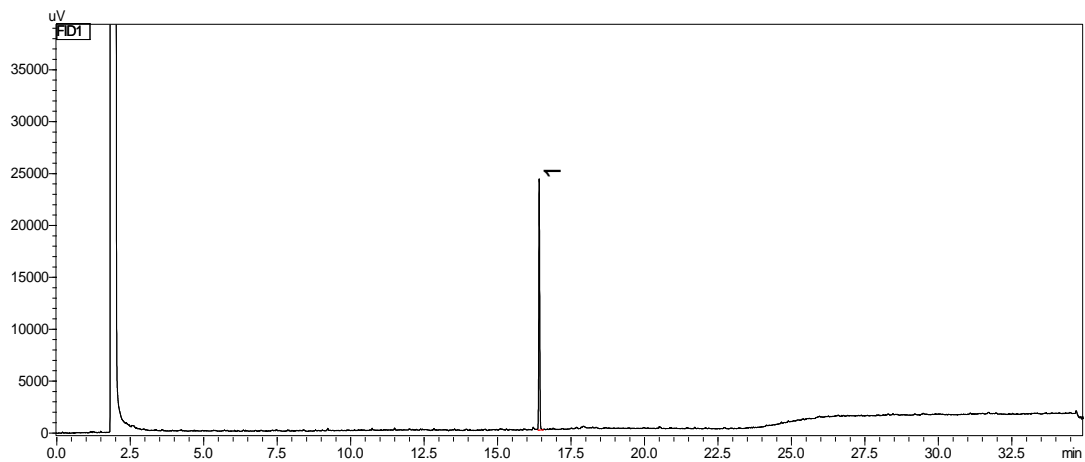
检测器：FID，温度：300 °C

进样量：1 μ L

2. 实验结果

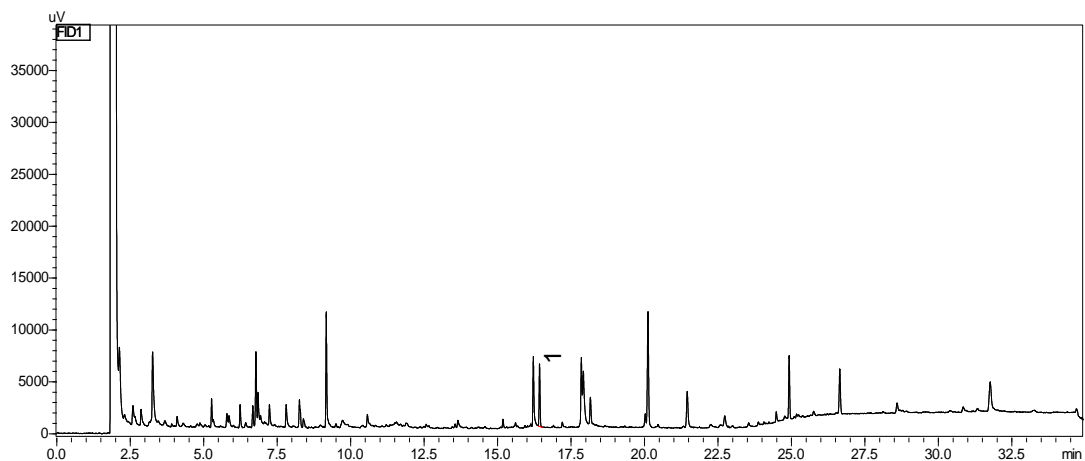
按照上述色谱条件（1.4）进行采集，对照品溶液和供试品溶液色谱图如下：

对照品溶液



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	石斛碱	16.438	52539	24008	1303882	1.074	---

供试品溶液



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	石斛碱	16.450	13163	5899	1247255	1.082	---

重现性

目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
石斛碱	16.450	16.451	16.440	0.04	13163	12928	13092	0.92

3. 结论

本文建立了石斛中石斛碱含量测定的 GC 方法。结果表明,参照 2020 版《中国药典》中色谱条件,采用色谱柱 SH-1 分析石斛中石斛碱,峰形对称,理论塔板数按石斛碱峰计算远高于 10000,满足《中国药典》要求。此方法可为石斛中石斛碱含量测定提供参考。