

山银花中灰毡毛忍冬皂苷乙、川续断皂苷乙的含量检测

山银花为忍冬科植物灰毡毛忍冬、红腺忍冬、华南忍冬或黄褐毛忍冬的干燥花蕾或带初开的花，具有清热解毒，凉散风热的作用，用于治疗痈肿疔疮、喉痹、丹毒、热毒血痢、风热感冒、温热发病。灰毡毛忍冬皂苷乙和川续断皂苷乙是2015版《中国药典》中规定的作为山银花质量控制的指标成分，而灰毡毛忍冬皂苷乙和川续断皂苷乙的紫外吸收较弱，ELSD作为一种通用型的质量型检测器，可以检测无紫外吸收或紫外吸收弱的化合物。

本报告中依据中华人民共和国药典2015年版 一部 第30页方法对山银花中灰毡毛忍冬皂苷乙、川续断皂苷乙进行分离检测。

样品制备

对照品溶液制备：取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品、川续断皂苷乙对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1 mL含灰毡毛忍冬皂苷乙0.6 mg、川续断皂苷乙0.2 mg的混合溶液，即得。

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50%甲醇50 mL，称定重量，超声处理（功率300 W，频率40 kHz）40 min，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测试条件

仪器	EasySep®-1020液相色谱系统， 配备ELSD-UM5000检测器		
色谱柱	BISCHOFF PRONTOSIL KROMAPLUS C18， 250×4.6 mm，5 μm		
流速	0.7 mL/min	柱温	30°C
流动相	A: 乙腈； B: 0.4%醋酸溶液		
载气流速	2.5 L/min	漂移管温度	80°C

梯度洗脱程序

时间 (min)	A%	B%
0	10	90
10	15	85
12	29	71
18	33	67
30	45	55
30.5	10	90
35	10	90

测试结果

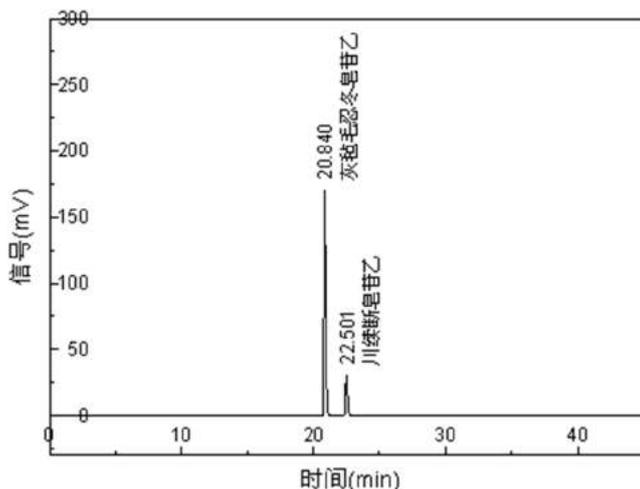


图1 10 μL进样量对照品的检测谱图

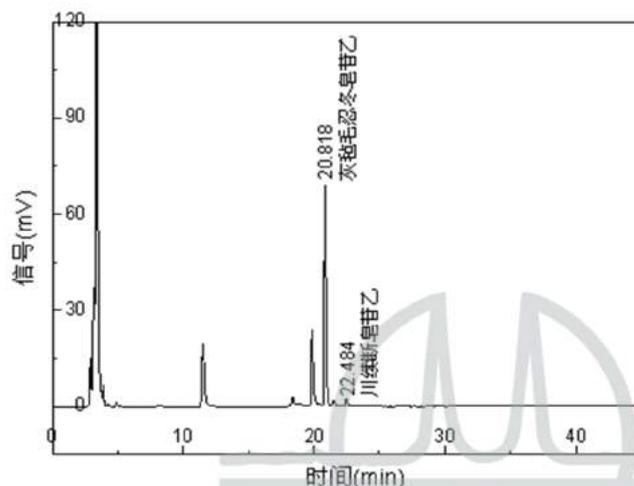
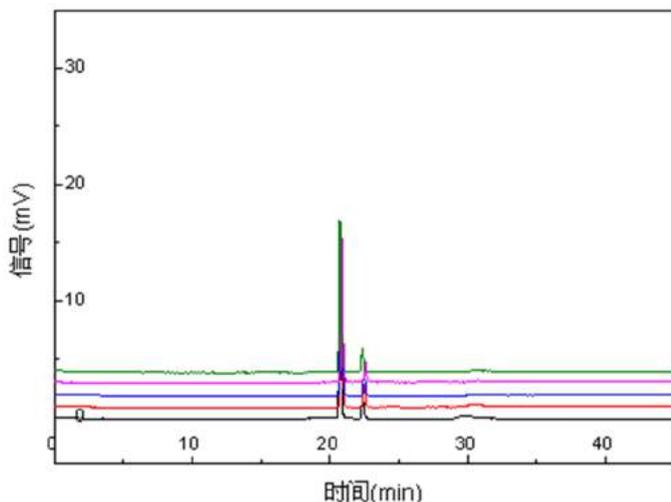


图2 10 μL进样量山银花样品的检测谱图

序号	保留时间	名称	峰面积	峰高	峰分离度	理论塔板数	序号	保留时间	名称	峰面积	峰高	峰分离度	理论塔板数
1	20.840	灰毡毛忍冬皂苷乙	1683191	170097	6.13	103495	2	20.818	灰毡毛忍冬皂苷乙	671389	68378	2.43	104900
	22.501	川续断皂苷乙	312340	29774	0.00	107353		21.499	—	19639	1743	3.33	84958
								22.484	川续断皂苷乙	26020	2377	0.00	98445
总计			1995531	199871			总计			717048	72498		

重复性考察



精密吸取对照品溶液20 μ L, 进液相色谱测定, 重复进样5次, 计算得保留时间RSD \leq 0.5%, 峰面积RSD \leq 3.0%, 方法的定量重复性良好。

配置列表

EasySep®-1020二元梯度液相系统 (配自动进样器和柱温箱)
ELSD-UM5000检测器
Unimicro色谱工作站



地址: 上海市浦东新区张江高科技园区松涛路489号C01座
 电话: 021-38953588, 38953390, 38953570
 传真: 021-38953636
 邮箱: info@unimicrotech.com.cn

声明:

1. 本资料未经允许不得擅自修改、转载、销售;
2. 本资料的所有信息仅供参考, 不予任何保证; 如有任何变化, 恕不另行通知。

北京: 010-82176650 南京: 025-85533522 西安: 029-85373011 广州: 15011756765 长春: 18604418085